

地球規模課題対応国際科学技術協力プログラム (SATREPS)

(環境・エネルギー分野「地球規模の環境課題」領域)

「低品位炭とバイオマスのタイ国におけるクリーンで
効率的な利用法を目指した溶剤改質法の開発」
(タイ)

国際共同研究期間*1

平成 25 年 12 月 16 日から平成 30 年 12 月 15 日まで

JST 側研究期間*2

平成 25 年 12 月 20 日から平成 31 年 3 月 31 日まで

(正式契約移行日 平成 25 年 12 月 20 日)

*1 R/D に記載の協力期間

*2 開始日=暫定契約開始日、終了日=R/D に記載の協力期間終了日又は当該年度末

平成 26 年度実施報告書

代表者： 三浦孝一
京都大学エネルギー理工学研究所・特任教授
<平成25年度採択>

I. 国際共同研究の内容（公開）

1. 当初の研究計画に対する進捗状況

平成 26 年度はほぼ計画に沿って研究を実施した。一部の変更については表中に赤線で表に示すとともに表の下に変更に至った理由を記した。

表 1 研究計画

研究題目・活動	スケジュール					
	H25年度 (10ヶ月)	H26年度	H27年度	H28年度	H29年度	H30年度
研究項目1:「溶剤改質法」による低品位炭とバイオマスの効率的脱水と改質						
1.1 オートクレーブ(0.5 L)を用いたバッチ試験による低品位炭、バイオマスの溶剤改質挙動評価	→					
1.2 オートクレーブ(0.5 L)を用いたバッチ試験による最適条件の検索	→					
1.3 Soluble、改質燃料の詳細な特性評価		→				
1.4 小規模半連続抽出装置 (1 kg/h) の設計と製作		→			*1	
1.5 小規模半連続抽出装置 (1 kg/h) を用いた試験			←	輸出	→	*2
1.6 溶剤改質法のパイロットプラント建設 (10 ton/day) のための概念設計					←	→
研究項目2:「溶剤改質」と「高効率脱硫・改質」によるバイオマスからの新規Bio-fuelの製造への本改質法の適用性の検討						
2.1 回分反応器 (0.5 L) 試験によるBiofuels製造の最適条件の探索	→					
2.2 溶剤改質物の脱硫ならびにアップグレード法の開発		→				
2.3 製造した新規Biofuelのガスタービンによる燃焼試験				→		
2.4 新規Biofuel 製造プロセスのフィージビリティスタディ						→
研究項目3:「溶剤改質」で生成するSolubleの機能性炭素材料への変換						
3.1 Solubleの炭素材料源としての特性評価	→					
3.2 Soluble からの炭素繊維ならびにカーボンブラックの製造可能性検討	→					
3.3 小規模炭素繊維製造装置の製作とそれによる炭素繊維製造試験			←	→		
3.4 パイロットプラント建設のための概念設計						→
研究項目4:「溶剤改質」で生成する改質燃料・残渣の高効率・クリーン燃焼・ガス化						
4.1 熱天秤 (TG) を用いた改質燃料・残渣の燃焼・ガス化挙動基礎検討	→					
4.2 気流層反応装置 (DTF) を用いた改質燃料・残渣の燃焼・ガス化挙動検討(CRIEPI)	→					
4.3 流動層反応装置 (FB) を用いた改質燃料・残渣の燃焼・ガス化挙動検討(CRIEPI)		→				

- 1) 発注業務は 28 年度早々に開始するが、国際入札に 3 カ月、さらに製作に 7 カ月を要することから、設置は 29 年になる
- 2) 1) の変更に伴い、導入機材を用いた実験は装置設置後から開始となる。
- 3) 炭素繊維製造の可能性が示唆されたので前倒しで実施
 - 4.1 に関連して、DTF の発注は国際入札に 3 カ月、さらに製作・設置に 7 カ月を要することから、JGSEE への設置は 27 年度末になる。

2. プロジェクト成果の達成状況とインパクト

(1) プロジェクト全体

- ・プロジェクト全体のねらい、

本プロジェクトでは、タイ国と日本の研究者が緊密な連携をとりながら、「溶剤改質法」という新規な技術を基盤技術として、低品位炭とバイオマス廃棄物を高効率で液体燃料、炭素材料、電力などに転換することによって、低品位炭とバイオマス利用の抱える問題を解決し、地球規模のエネルギー・環境問題の解決への貢献を目指す。

- ・当該年度の成果の達成状況とインパクト等

① プロジェクトの円滑な遂行に向けた協議

タイ側の主要メンバーの参加も得て、平成 26 年 8 月には神戸製鋼所で平成 27 年 2 月には電力中央研究所にて全体集会を開催した。併せて、神戸製鋼所の保有する大型の抽出装置、電力中億研究所所有のドロップチューブ炉を詳細に見学する機会を得、タイ側に平成 27 年度に導入されるドロップチューブ炉と平成 28 年度導入予定の半連続抽出装置の概要をタイ側メンバーが理解する機会となった。また、安岡研究主幹と、日本側、タイ側のほぼ全メンバーの参加の下にバンコックにて JCC 会議を開催し、研究進捗状況と今後の計画について共通の認識を得ることができた。

② 専門家の派遣と研修員の受入れ

添付資料（様式 03 投入実績）と各研究グループの活動に記すように、日本側メンバーののべ 30 名が 238 人日間にわたりタイ国に出張、タイ側メンバーをのべ 11 人を 259 人日間にわたって日本の研究グループが分担して受入れ、種々の実験技術の習得と技術移転に努めた。



神戸製鋼所における全体会議と神戸製鋼所所有の連続抽出装置他の見学（平成 26 年 8 月 4 日）



Bangkok における JCC 会議の開催（平成 26 年 11 月 18 日）

② 共通試料の調製と全研究機関への配布

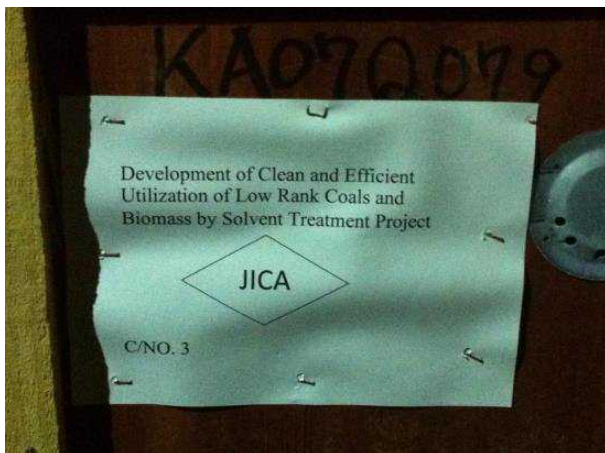
評価試料を 26 年度に続き、350°C、1 時間の抽出条件でメチルナフタレンを溶剤として神戸製鋼所グループが調製し、連携する研究機関へ提供するとともに収率構造と製造試料の物性値を整理した。



電力中央研究所における全体会議とドロップチューブ炉，燃焼試験装置他の見学（平成 27 年 2 月 2，3 日）

④ 機材の導入によるタイ側の研究の開始

CHN 分析計，マイクロ天秤，ロータリーエバポレーター，熱機械分析装置，乾燥器，真空乾燥器，オートクレーブ（2 台）の併せて 8 点の機材を JGSEE/KMUTT と PTT に 9 月 1 日に導入した（様式 03 投入実績参照）すべての機材の調達は京都大学で実施され，タイ国に輸出された。研究代表者は，すべての機材の設置・調整と運転に立ち合い，無事すべての機材が導入され，正常に作動することを確認した。これら導入機材を用いてタイ側の研究の研究が実質的に開始された。



JGSEE/KMUTT に到着した平成 26 年度導入機材（平成 26 年 9 月 1 日）



JGSEE/KMUTT へ導入された機材の設置（平成 26 年 9 月）

それぞれの項目で詳しく紹介するが、平成 27 年度導入予定の比較的大型の機材のドロップチューブ炉（研究題目 4 に関連）、ならびに平成 28 年度導入予定の大型の半連続型溶剤改質装置（研究題目 1、2 に関連）についての概念設計、設置場所の決定、仕様策定などが進展した。導入には入札・発注手続き等に予想以上の期間が必要とはなるが、若干の遅れで導入できる予定である。

(2) 京都大学グループ

研究題目：研究総括ならびに溶剤改質法の高効率化と Soluble の高機能性炭素材への転換

① 研究のねらい

原料種、溶剤種、処理条件が「溶剤改質」の生成物分布に及ぼす影響と溶剤と抽出物の効率的分離法を、神戸製鋼所グループ、JGSEE、PTT と連携して詳細に検討し、「溶剤改質」技術の高効率化を図るとともに社会実装のための基礎データを蓄積する。さらに、Soluble から炭素材料、特に炭素繊維を製造する技術開発のための諸基礎的検討を実施する。また、研究が全体として所期の目的を達成できるよう統括する。

② 研究実施方法

(a) 溶剤改質法の高効率化に関する研究

抽出物と溶剤の低エネルギー分離法の開発を目指して、Soluble で飽和した溶剤を用いる可能性、ならびに実用液体燃料に Soluble を溶解させたまま利用する可能性を種々の小規模実験を通じて検討する。また、バイオマスを対象に、改質過程を詳細に検討して改質機構の解明を目指す。

(b) Soluble から炭素繊維を製造するための要素技術の高度化に関する検討

Soluble の融点の制御法と最適不融化条件を、実際に小型の紡糸装置での紡糸、小型電気炉を用いる不融化、炭素化の一連のプロセスを通じて明らかにする。

③ 当初の計画（全体計画）に対する現在の進捗状況

提案プロセスの実装化に大きく影響するのは、溶剤改質後の抽出物と溶剤の分離の方法である。実験室規模では蒸発法により溶剤を分離している（図 2.1）が、実プロセスでは分離に多大なエネルギーを必要としない分離法が望ましい。本研究では、抽出物と溶剤の低エネルギー分離法として、抽出物のうち室温で可溶性成分（Soluble と呼ぶ）で室温において飽和した溶剤を用いた溶剤改質により Soluble を固体として生成させ固液分離により Soluble を回収する方法（図 2.2）を提案し、その妥当性について検討した。

また、提案プロセスの操作条件の最適化のためには改質機構を詳細に理解することが必要であるとの考えのもと、特にバイオマスを対象に、改質過程を詳細に調べることで、改質機構の検討を実施した。

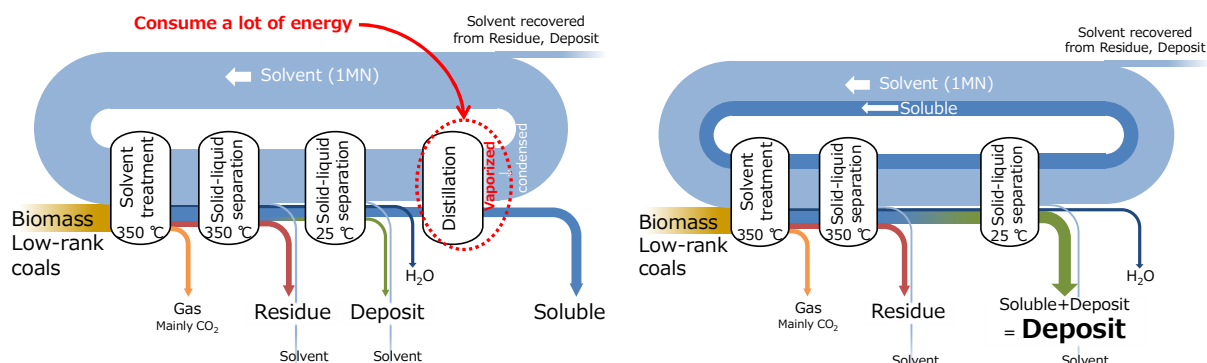


図 2.1 抽出物と溶剤を蒸留により分離する場合のフロー 図 2.2 提案する低エネルギー分離法のフロー

2. 実験

2.1 抽出物と溶剤の省エネルギー分離法の開発

試料には、表 2.1 に示す国産の稲わらを用いた。溶剤には 1-メチルナフタレンを用いた。

溶剤処理に用いた実験装置の概要を図 2.3 に示す。下部に孔径 0.5 μm の SUS 製のフィルターを設けた容量 350 cm^3 の SUS 製オートクレーブに、水分を含んだままの試料約 25 g-daf を充填し、室温において Soluble で飽和した 1-MN、あるいは 1-MN を約 300 cm^3 導入した。350°C までオートクレーブを加熱

後、1 h 保持し、その温度でフィルター下のバルブを開放することで抽出液と抽出されない成分 (Residue) をろ過分離した。取り出した抽出液を常温まで冷却、ろ過することにより、常温では析出する成分 (Deposit) と常温でも溶剤に可溶性成分に分離した。後者の成分について、ロータリーエバポレーターで 140°C において溶剤を除去した後に回収される固体成分を Soluble、溶剤とともに蒸発する成分を Liquid (主成分は H₂O) とした。

一方、提案分離法の実現のために必要となる 1-MN や Soluble の繰り返し利用の可否を検討するため、1-MN を用いた上記の改質実験後、図 2.4 に示すように、Residue、Deposit のみを回収し、Soluble、Liquid を含む溶剤（一部は分析に使用し、その分 1-MN を補充）を次の新たな稲わら約 25 g-daf の溶剤処理実験に再使用する実験を実施した。この操作を 7 回繰り返した。

表 2.1 使用した稲わらの分析値

	Elemental Composition [wt%, d.a.f.]				Ash	Moisture
	C	H	N	O	[wt%, d.b.]	[wt%, d.a.f.]
Rice straw	45.6	5.8	0.7	47.9	11.8	5.3

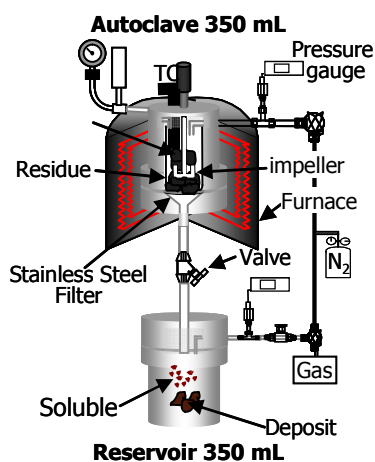


図 2.3 溶剤処理に用いた実験装置の概要

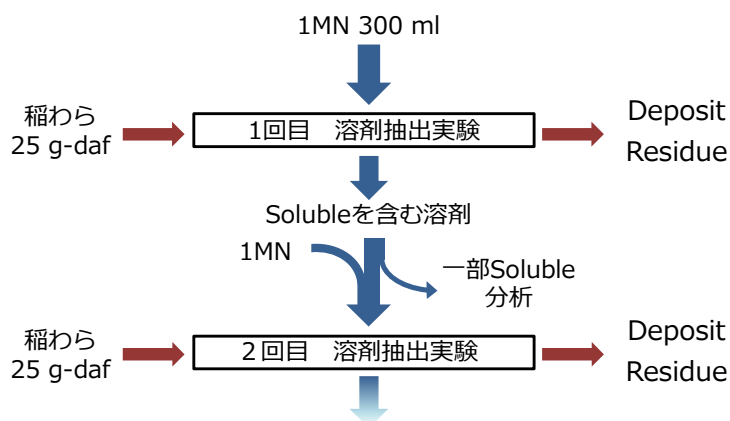


図 2.4 溶剤を繰り返し使用する実験のスキーム

2.2 バイオマス廃棄物の改質機構の検討

試料には、バイオマス廃棄物の主成分であるセルロースを用いた。前述の容量 350 cm³ の SUS 製オートクレーブに、試料約 15 g-d.a.f. と 1-MN 約 300 cm³ を導入後昇温し、300°C (保持なし)、350°C (保持なし) および 350°C 1 h 保持の条件で 2.1 と同様の溶剤改質を行った。比較実験として、10 cm³ のオートクレーブに試料約 1 g-d.a.f. を窒素置換して封入し、流動砂浴中で溶剤改質実験と同様の温度条件で熱分解した。熱分解処理後の固体は溶剤流通型の抽出装置を用い、各熱分解実験と同じ温度において 1-MN に可溶性 Soluble と不溶性 Residue に分離した。この熱分解実験においては Deposit の生成は認められなかった。

2.3 生成物の分析

各生成物の分析として、元素分析 (CHN コーダー, Yanako; MT-6), 赤外吸収スペクトル測定 (FT-IR, JEOL; JIR-WINSPEC50), 分子量分布測定 (レーザー脱離イオン化-飛行時間型質量分析計, Shimadzu/Kratos; KOMPACT-MALDI-II), 熱重量分析 (Shimadzu; TGA-50), 熱機械分析 (Shimadzu; TMA-50) を実施した。熱重量分析では、試料を窒素雰囲気下で 10°C/min で 900°C まで加熱した際の重量変化を測定した。熱機械分析では、内径 5.2 mm, 高さ 6.0 mm のセル内に厚さ約 1 mm に試料を充填し、それに直径 4.3 mm の円柱状の石英製ロッドによって 0.098 N の一定荷重を加えながら、窒素雰囲気下で 10°C/min で 900°C まで加熱し、試料が軟化溶解してロッドが試料層に押し込まれる際のロッドの位置変化を連続的に測定した。また、使用前後の溶剤の分析としてガスクロマトグラフ (Shimadzu; GC-2010, カラム DB-5HT (Agilent Technologies)) による分析を行った。

3. 結果と考察

3.1 抽出物と溶剤の省エネルギー分離法の開発

まず、1-MN が 1-MN 中の改質で得られた Soluble で飽和するかを確かめたところ、12.6 kg /100 kg-1-MN

で飽和することがわかった。この Soluble 飽和 1-MN を用いて稲わらを改質したときの各生成物収率を 1-MN を用いた場合の収率と比較して図 2.5 に示す。飽和溶剤を用いた場合の Soluble の収率は、回収された Soluble の量と仕込み溶剤に含まれていた Soluble の量の差より求めた。飽和溶剤を用いることで、Soluble の収率が大幅に減少し、その分 Deposit の収率が大きく増加した。

次に、提案分離法の実現のために必要となる 1-MN や Soluble の繰り返し利用の可否を検討した。図 2.6 上に、Soluble を含む 1-MN を繰り返し稲わらの改質に用いた時の、各回に仕込んだ無水無灰稲わら重量基準の生成物収率（Soluble の収率は各回の仕込みの溶剤に含まれていた Soluble を差し引いて求めた）を、図 2.6 下に溶剤中の Soluble 濃度の変化を示す。回を重ねるごとに Soluble が溶剤に蓄積して、溶剤中の Soluble 濃度は図 6 下のように増加し、7 回目の溶剤処理実験終了時点で Soluble の濃度は 8.9 g/100 g-solvent に達した。図 6 上より、1-MN や Soluble の繰り返し利用は収率構造にほとんど影響を与えないことがわかった。

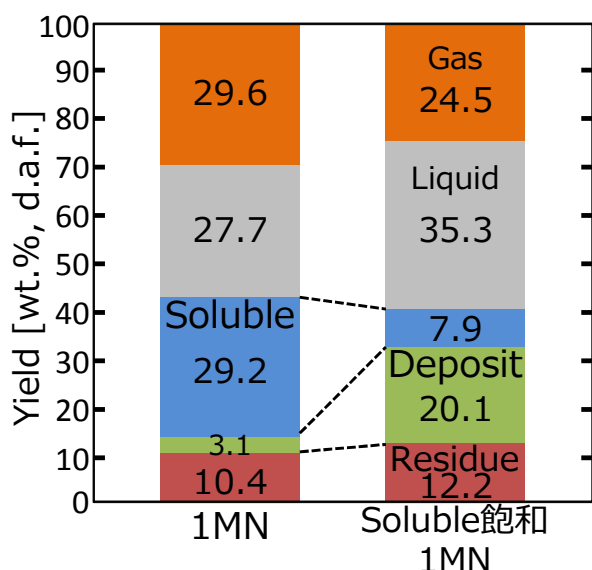


図 2.5 Soluble で飽和した 1-MN, あるいは 1-MN を用いた場合の各生成物の収率

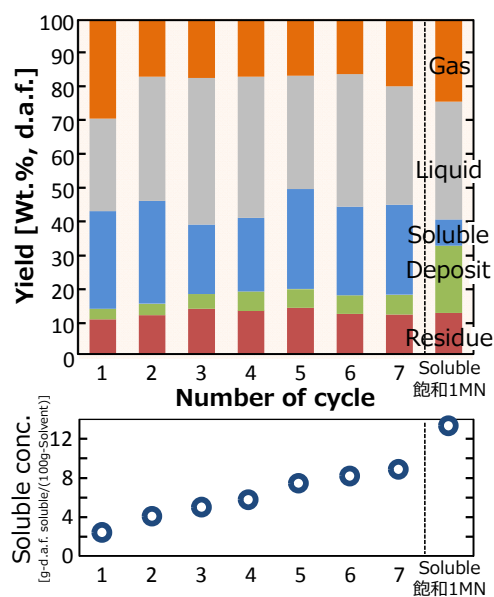


図 2.6 Soluble を含む 1-MN を繰り返し用いた場合の各生成物の収率（上）と Soluble 濃度変化（下）

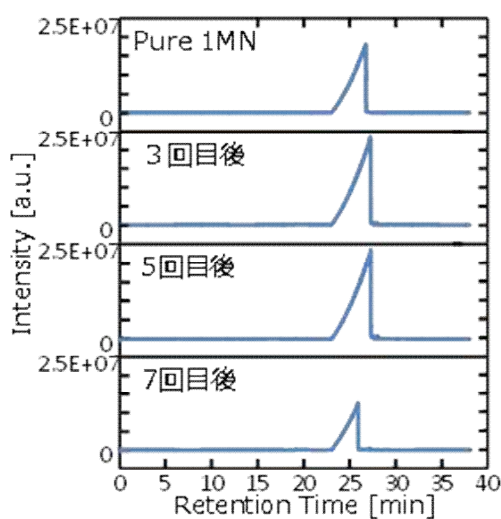


図 2.7 各溶剤処理実験後の溶剤のガスクロマトグラム

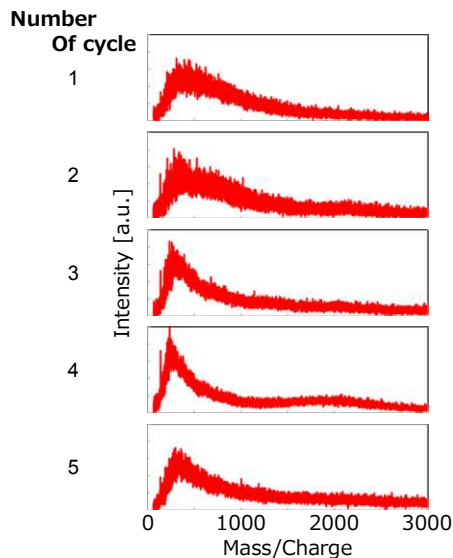


図 2.8 各回で得られた Soluble の分子量分布

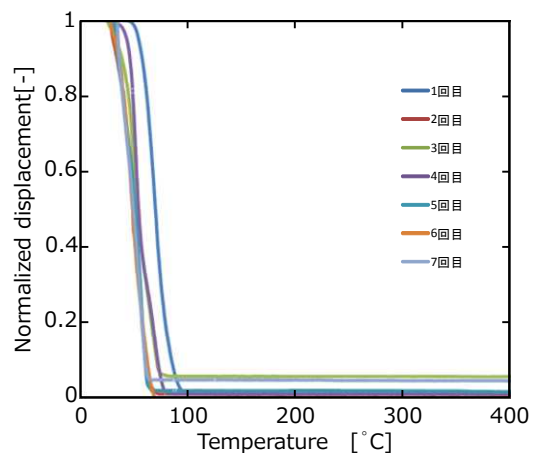


図 2.9 各回で得られた Soluble の熱機械分析曲線

図 2.7 に、各溶剤処理実験後の溶剤（ロータリーエバポレーターで Soluble を回収後の蒸留液）をガスクロマトグラフにより分析した際のクロマトグラムを示す。使用前の溶剤に見られる 1-MN のピークとほぼ変わらないピークが各回の使用後の溶剤にも認められ、他に目立ったピークは認められなかったことから、溶剤は繰り返し使用後もほとんど変質していないことが確認された。

図 2.8 に、溶剤処理実験の各回で得られた Soluble の分子量分布（LDI-TOFMS 法）を示す。分子量 300 程度にピークを有する Soluble の分子量分布は、各回であまり変化しなかった。図 2.9 に示す Soluble の熱機械分析曲線も各回でほとんど同じであり、繰り返し使用しても Soluble の性状はほとんど変化しないことがわかった。

以上のように、Soluble で飽和した溶剤を用いることで、新たに生成した Soluble を Deposit として生成させること、Soluble, 1-MN とともに繰り返し使用しても変質することなく改質に使用できることから、提案する低エネルギー分離法の妥当性が示された。

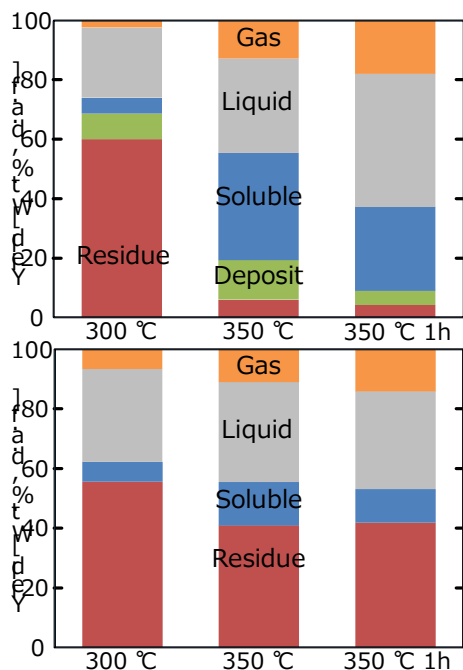


図 2.10 溶剤改質（上）、熱分解処理（下）過程の生成物の収率

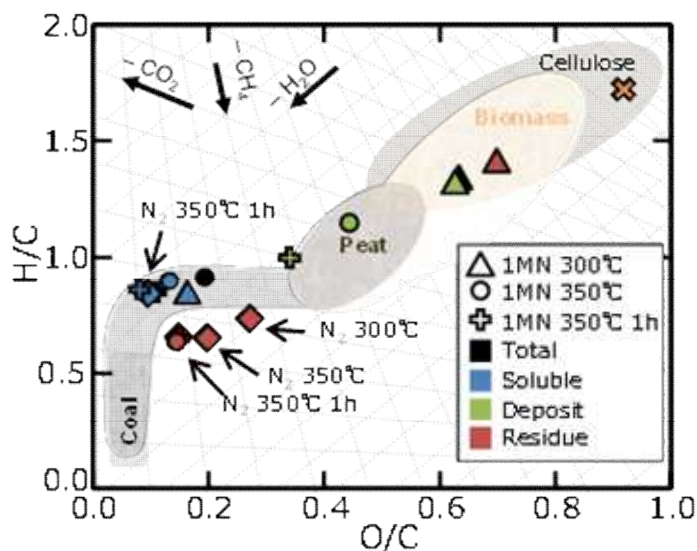


図 2.11 各処理過程の生成物の O/C vs H/C プロット

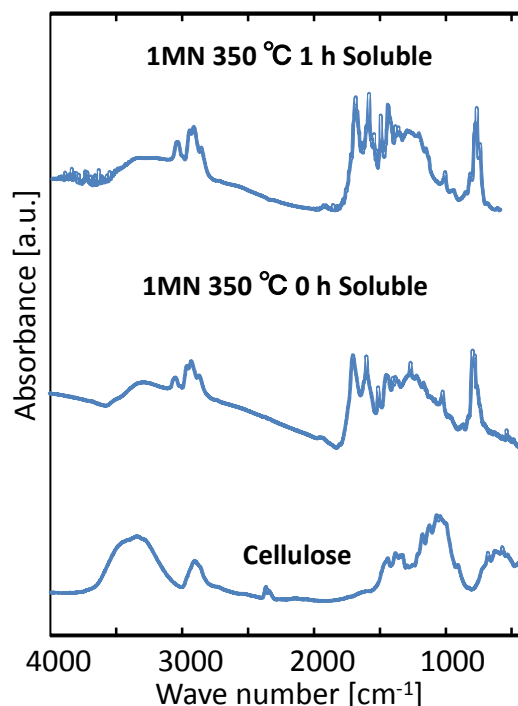


図 2.12 溶剤改質処理過程の Soluble の赤外吸収スペクトル

3.2 バイオマス廃棄物の改質機構の検討

図 2.10 に、溶剤改質処理、加圧熱分解処理過程の生成物の収率を示す。溶剤改質処理において、300°C での主生成物は Residue であったが、350°C に到達した時点で、30 wt% 以上もの Soluble が生成し、その後 1 時間の保持の間に Soluble の収率はやや減少した。図 2.11 に生成物の O/C vs H/C プロットを、図 12 に溶剤改質処理で得られた Soluble の IR スペクトルを示す。図より、350°C に到達した時点で、Soluble の組成や構造は、原料のセルロースと全く異なるものとなり、350°C、1 時間保持の Soluble の組成や構造にかなり近づいたことがわかる。溶剤改質処理で得られた Soluble の熱重量変化曲線および熱機械分析曲線を、それぞれ図 2.13、図 2.14 に示す。350°C、1 時間保持の Soluble は、350°C、保持なしの Soluble よりも、やや高温において重量が減少し溶解していることから、350°C で 1 時間保持する間に Soluble として得られる成分は少し重質なものとなることがわかった。

つぎに、溶剤改質処理と加圧熱分解処理を比較すると、300°C の主生成物はともに Residue であり収率に差はないが、溶剤が存在することで、350°C において軽質成分の Soluble がより多く生成していることがわかる (図 2.10)。図 2.15 に各温度における両処理の主要な生成物の IR スペクトルを比較した。図 11, 15 より、300°C において、熱分解処理により得られた Residue ではセルロースに存在する水酸基の脱水反応が大幅に進行している一方、溶剤改質処理により得られた Residue ではあまり改質が進んでおらず、未だセルロースの性状を残していることがわかる。350°C における溶剤改質の主生成物である Soluble の分析から溶剤改質における主な脱水反応は熱分解処理より遅れて 300~350°C の昇温中に起こったことがわかる。同時に、この間分解反応が進行し Soluble 収率が大きく増加した。また、熱分解処理の 350°C における主生成物 Residue の IR スペクトルには認められない 3030 cm⁻¹ の芳香族 C-H に由来するピークが溶剤改質の Soluble に顕著であった。以上の結果と、一般にアルコール性水酸基の脱水反応が分子内より分子間で速く進行することを踏まえると、熱分解処理で支配的な高分子化を伴う分子間脱水 (分解に先立って進行) を、溶剤の存在下では大きく抑制して、分解反応と並列して分子内脱水を選択的に起こすことにより、芳香族に富む低分子量の Soluble の収率を増加させた可能性が示唆された。

4. まとめ

本研究では提案法における溶剤と抽出物との分離を省エネルギー化する目的で、抽出物で飽和したりサイクル溶剤を用いた処理により溶剤を蒸発させることなく抽出物を固体として回収する方法を提案し、その妥当性を示した。また、提案プロセスの操作条件の最適化を目的に、特にバイオマスを対象に溶剤改質法における改質機構を検討したところ、溶剤の存在により分解反応に先立って起こる高分子化を伴う分子間脱水が大きく抑制され、分解反応と並列して分子内脱水が選択的に進行することにより、

芳香族に富む低分子量成分を多く生成する機構が明らかとなった。

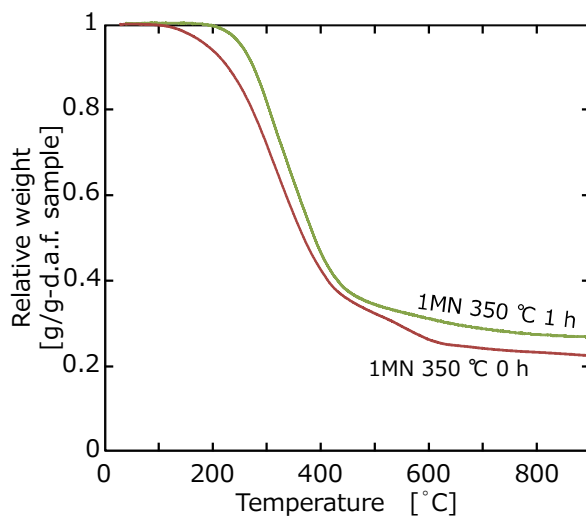


図 2.13 溶剤改質処理過程の Soluble の熱重量変化曲線

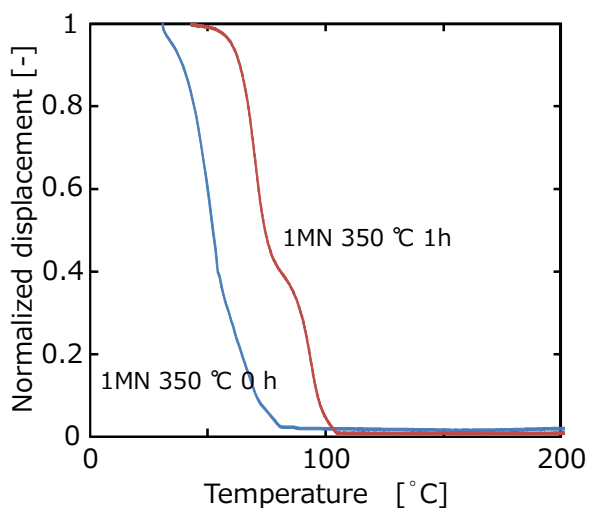


図 2.14 溶剤改質処理過程の Soluble の熱機械分析曲線

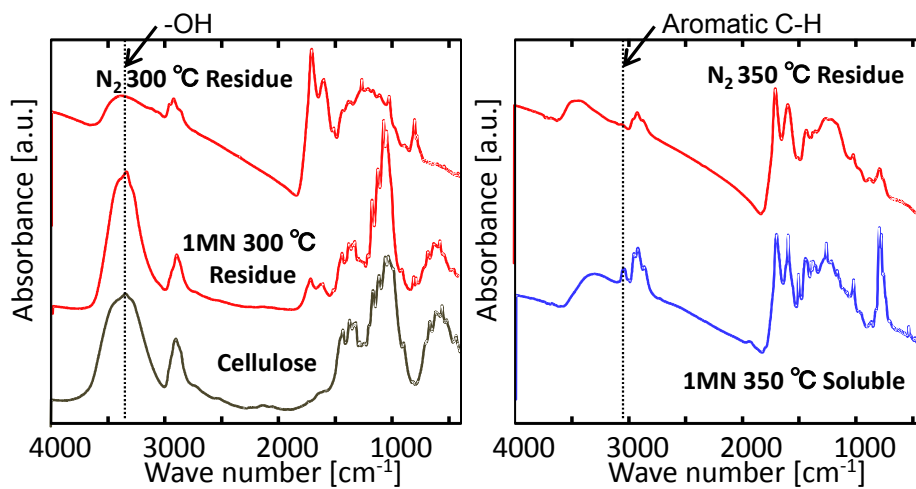


図 2.15 各温度における主要生成物の赤外吸収スペクトル

④カウンターパートへの技術移転の状況



京都大学におけるタイメンバーの溶剤改質と炭素繊維製造に関する研修（平成 26 年 8 月）

さらに、本グループの具体的な技術移転の手段としては、JGSEE/KMUTT の研究員である Janewit Wannapeera を招へい外国人研究員（平成 26 年 3 月 2 日～4 月 30 日）として京都大学に招へいし、京都大学グループが所有するノウハウ、実験技術の習得を援助した。

⑤当初計画では想定されていなかった新たな展開
特になし。

(3)秋田大学グループ

研究題目：低品炭・バイオマス由来液体燃料の高効率脱硫

①研究のねらい

「溶剤改質」を用いて石炭やバイオマス廃棄物を高収率でクリーンな燃料や化学原料に変換する技術の確立に関する研究の一環として、溶剤改質物中の硫黄含有量を極力低減する手法を開発する。

②研究実施方法

溶剤改質物中の有機硫黄量を低減することを目的として、イオン液体を用いた抽出分離を試みる。本年度は、(1)タイ王国産の石炭 2 種ならびにインドネシア産の石炭 1 種を用いて溶剤改質による改質物の調製、ならびに(2)これら石炭や改質物、稲わらの改質物に含まれる硫黄形態の分析、そして(3) 溶剤改質物の抽出後に分離可能なイオン液体の合成、(4) Soluble の脱硫を行った。

③当初の計画（全体計画）に対する現在の進捗状況

研究項目 2 「溶剤改質」と「高効率脱硫・改質」によるバイオマスからの新規 Biofuel の製造

への本改質法の適用性の検討の一環として、溶剤改質の対象としてタイ王国産ならびにインドネシア産の低品位炭や稲わらについて、元素分析や硫黄形態の分析ならびに溶剤改質実験を行った。次に液体燃料に含まれる有機硫黄の抽出に適したイオン液体の選択と合成を行った。

(1) 溶剤改質実験

JGSEE に設置されたオートクレーブを使用し、1-メチルナフタレン (1-MN) を用いて溶剤改質実験を行った。実験条件は、石炭と 1MN 混合比 1:20 (重量比)、温度 350℃、保持時間 1h とした。使用した石炭の元素分析ならびに工業分析値を表 2.1 に示す。Mae Moh ならびに Mae Tan は、硫黄含有量が高くかつ灰分の量も多いことが分かる。図 2.1 に、溶剤改質に伴う生成物の収率ならびに生成物間の硫黄の分布を示す。硫黄は、いずれの炭種とも、Soluble, Deposit および Residue にそれぞれの収率にほぼ比例して分配されている。また Table 2 に、Soluble の元素分析値を示す。この表には、稲わらを原料とした Soluble の元素分析値も併せて示す。

(2) 硫黄の形態分析

石炭ならびに稲わらの原料や溶剤改質物中に含まれる硫黄形態の分析は、高エネルギー加速器研究機構フォトンファクトリー、ビームライン 11A を用いて Sulfur K-端 X 線吸収構造解析 XANES により行った。

表 2.1 原炭の元素分析ならびに工業分析 [% , dry basis]

Sample	C	H	N	S	VM	Ash
Mae Moh	43.1	3.0	1.4	3.8	40.2	35.8
Mae Tan	50.0	3.4	0.7	1.1	39.4	25.5
PTT	64.3	4.7	1.2	0.4	52.4	5.3

表 2.2 Soluble の元素分析 [% , dry basis]

Sample	C	H	N	S
Mae Moh soluble	80.9	6.9	1.4	2.1
Mae Tan soluble	81.0	6.8	0.9	1.3
PTT soluble	80.8	7.2	1.0	0.6
RS soluble (T)	83.1	6.7	1.5	0.2
RS soluble (J)	79.4	6.6	1.6	0.2

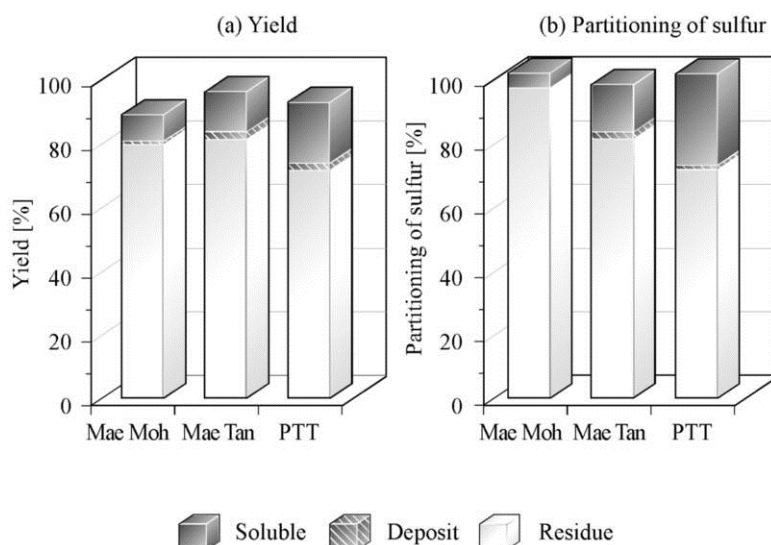


図 2.1 溶剤改質に伴う生成物の収率ならびに生成物間の硫黄の分布

図 2.2(a)に、3 種の石炭試料の XANES 分析結果を示す。2470.8eV 付近に黄鉄鉱硫黄のピークが、また 2480eV 付近には無機の硫酸塩に由来するピークが観測される。有機硫黄については、1~5 のピークが相当するが、それぞれ該当すると推定される硫黄形態を Table 3 に示す。3 種の石炭中には、黄鉄鉱ならびにスルフィド、チオール、チオフェン、スルフォキシド、スルホンなど多種の有機硫黄の存在が確認されたが、Mae Moh 炭では、多量の黄鉄鉱硫黄と有機硫黄としてはスルフィド類が多いことが分かる。一方、Mae Tan や PTT では、ジベンゾチオフェンの割合が多いことが分かる。

次に図 2.2(b)に、各種 Soluble についての XANES による硫黄形態の分析結果を示す。Mae Moh、Mae Tan、PTT からの Soluble では黄鉄鉱は存在せず有機硫黄のみで、とくにジベンゾチオフェンの割合が多いこと、またピークは大きくはないがスルフォキシドが含まれていることが分かる。稲わらからの Soluble 2 種でも同様で、有機硫黄の形態はジベンゾチオフェンが多く含まれ、スルフォキシドも僅かに含まれている。以上のように、Soluble 中の硫黄形態は、出発原料に関わらずジベンゾチオフェンが主であり、これはイオン液体により抽出されやすい形態でもある。

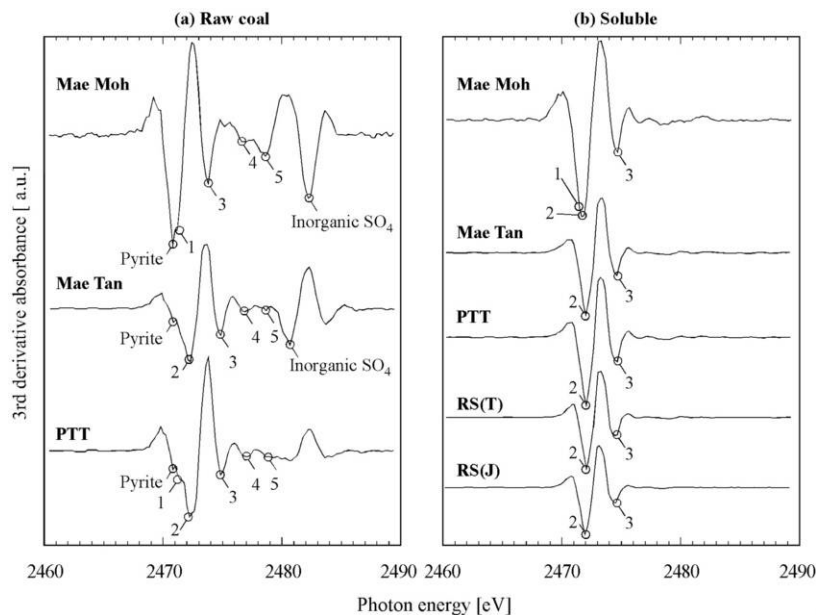
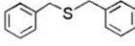
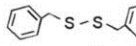
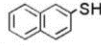

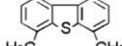

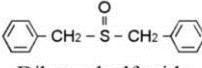

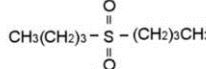


図 2.2 (a) 石炭試料および (b) Soluble 中の硫黄形態

表 2.2 モデル硫黄化合物の XANES による硫黄分析結果

Peak No.	Photon energy [eV]	Sulfur compound
1	2471.0-2472.0	 Dibenzylsulfide
		 Dibenzyl disulfide
		 2-Naphthalenethiol
2	2472.2	 Dibenzothiophene
		 4,6-dimethyl dibenzothiophene
3	2473.8-2474.8	 Tetramethylene sulfoxide
		 Dibenzylsulfoxide
4	2476.6	 Tetramethylene sulfone
5	2478.6	 Dibutyl fulfone

(3) 溶剤改質物の抽出後に分離可能なイオン液体の合成

イオン液体の調製は、窒素気流中、氷浴を用いてジアルキルサルフェートをトルエン中のアルキルイミダゾールに添加することにより行った。この混合溶液を1時間攪拌させた後静置し、二層に分かれた上層部のトルエンを除去し、下層のイオン液体を回収した。本研究では、アルキル基の種類を変えることにより5種のイオン液体を調製した。これまでの研究結果より、モデル試料を用いたジベンゾチオフェンの抽出率は、ブチルメチルイミダゾリウムエチルサルフェート BMIMeSO_4 > ジエチルイミダゾリウムエチルサルフェート EEIMEtSO_4 > エチルメチルイミダゾリウムエチルサルフェート EMIMEtSO_4 > エチルメチルイミダゾリウムメチルサルフェート EMIMMeSO_4 > ジメチルイミダゾリウムメチルサルフェート MMIMMeSO_4 の順であった。そして試料の多段階抽出によりジベンゾチオフェンは抽出回数に応じて直線的に減少することが明らかになった。

次の段階として、Soluble 中の有機硫黄を選択的に抽出することを試みたが、ほとんどのイオン液体では、イオン液体と Soluble を一旦混合すると、両者を分別することが不可能となった。しかしながら、 MMIMMeSO_4 だけは、抽出操作後にイオン液体と Soluble を分離することが可能であることが分かった。

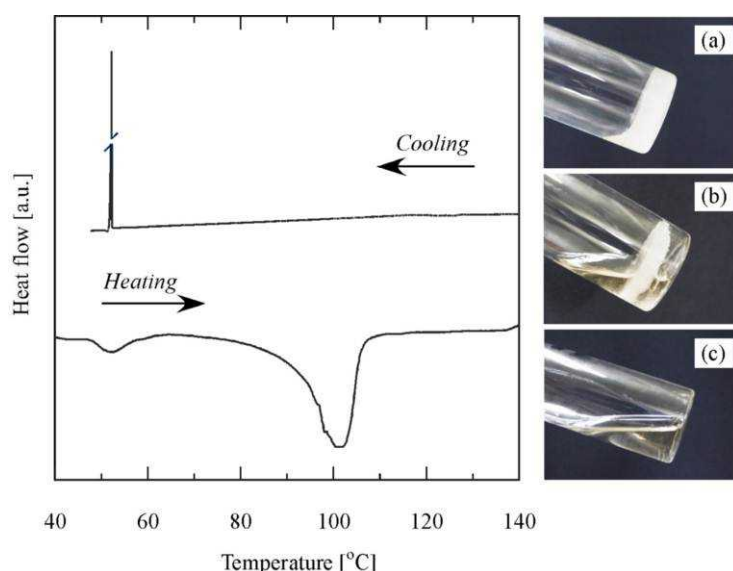


図 2.3 MMIMMeSO_4 の示差走査熱量分析ならびに相変化

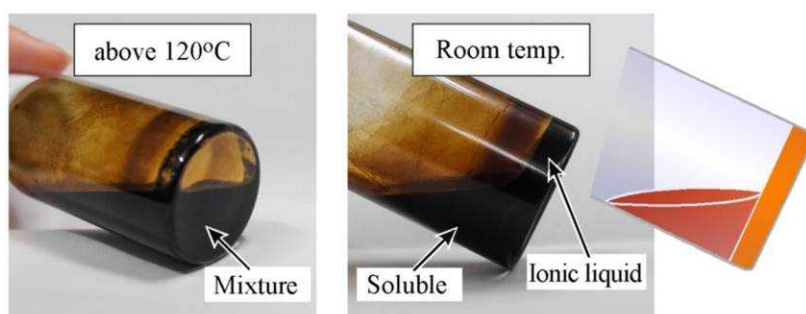


図 2.4 MMIMMeSO_4 の相変化を利用した Soluble との分離

図 2.3 に、走査型熱量計 (RIGAKU 製, Thermo plus EVO II) を用いて、 MMIMMeSO_4 の昇温ならびに降温時の熱特性を測定した結果を示す。昇温速度ならびに降温速度は、それぞれ 5 ならびに $4^\circ\text{C}/\text{min}$ である。昇温時には、 MMIMMeSO_4 は 100°C 付近で固体から液体に相変化し、一方、

降温時には 55℃付近で相変化を起こし一気に液体から固体に変わる。図 2.3(a)の写真は、室温下の固体状の MMIMMeSO₄ を、また(c)は 100℃以上での液体状の MMIMMeSO₄を示している。Fig.4 には、MMIMMeSO₄ と Soluble を混合したときの状態を示す。120℃以上では均一に混合された溶液の状態であるが、室温下では液体の MMIMMeSO₄と固体の Soluble の二相が観察される。以上のことから、Soluble 中の有機硫黄の抽出分離には、抽出後の分離の容易さからイオン液体の中で MMIMMeSO₄が適用可能であることが分かった。

(4) Soluble 中の有機硫黄の除去

図 2.5 に、MMIMMeSO₄を用いて Soluble の硫黄を抽出した結果を示す。ここでは、Mae Tan 炭から調製した Soluble を 1MN に質量比 1:10 で溶解した溶液を用いた。反応条件は、調製した溶液と MMIMMeSO₄ の混合比を質量比 1:1 とし、温度 200℃、反応時間 3h とし、抽出回数は 4 回とした。図中の Soluble 試料は、1-メチルナフタレンに溶解して調製した試料であり 1%の硫黄を含んでいる。MMIMMeSO₄による抽出回数の増加とともに硫黄量は 0.1%ずつ着実に減少していることが分かる。

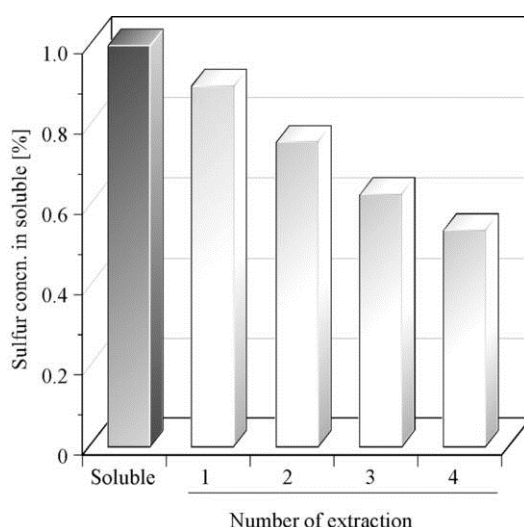


図 2.5 MMIMMeSO₄ による Soluble 中硫黄の多段抽出

④カウンターパートへの技術移転の状況

2014年6月に JGSEE の Suneerat Fukuda 准教授、8月に JGSEE, Nakorn Worasuwanarak 准教授、PTT の Suchada Butnark 氏、Suriya Porntangjitlikit 氏が、秋田大学に滞在し、石炭や溶剤改質物中の硫黄の分析法やイオン液体の調製法を修得した。また9月から10月にかけて加藤が JGSEE に滞在し、9月と11月には菅原、加藤が訪問し、指導等を行った。



Suneerat Fukuda 准教授の講演
(平成 26 年 6 月 19 日)



Nakorn Worasuwanarak 准教授の講演
(平成 26 年 8 月 8 日)



Soluble 中硫黄の分析研修

⑤当初計画では想定されなかった新たな展開特になし。

(4) 電力中央研究所グループ

研究題目：「溶剤改質」で生成する改質燃料・残渣の高効率・クリーン燃焼・ガス化

①の研究のねらい

共通改質試料中の固体・残渣(以下、改質燃料)を主な対象として、燃焼特性とガス化特性を検討することを目的とする。さらに、JICA 経費にて JGSEE に導入されるドロップチューブ型反応器の設計・現地設置を支援して、様々な原料から製造された改質燃料の燃焼、ガス化挙動を JGSEE 独自で評価できるようサポートする。

②研究実施方法

DTF や熱天秤 (TG) などを用いて、溶剤改質で生成する固体・残渣や参照試料の基礎燃焼・ガス化反応特性評価を行う。

③当初の計画 (全体計画) に対する当該年度の成果の達成状況とインパクト

平成 25 年度は、過去に調製された溶剤改質残渣 (原料：日本産稲わら) の基本性状分析 (表 1) と、熱天秤により基礎燃焼・ガス化反応性評価を実施した。また、溶剤改質残渣の灰分濃度が、改質対象の原料よりも高くなる点に着目し、高灰分炭 (表 3.1 の HA 炭) を参照試料として選定した。

初期計画では、平成 26 年度は参照試料の評価を予定していたが、本年度計画策定時に、共通改質試料の調製が早まる見込みとなったため、溶剤改質残渣を対象とする計画に一旦変更した。しかし、結果的に共通改質試料の調製が遅れたため、初期計画の通り、参照試料 (HA 炭) を用いて燃焼・ガス化反応実験を行った。

図 3.1 に HA 炭を、DTF により 850 °C (JGSEE 所有の循環流動床燃焼設備の燃焼温度) で燃焼した結果を、一般炭である NL 炭の過去に取得したデータとともに示す。HA 炭の灰中未燃分濃度 (U_c) は NL 炭よりも低かった (図 3.1(a))。可燃分が同じ割合で燃えても、元の灰分濃度が高いと灰中未燃分濃度は低くなる。そこで、燃料中可燃分がどれだけ燃焼したかを表す燃焼率 η を次式で計算した。

$$\eta[\%] = (1 - U_c / (100 - U_c) \times A / (100 - A)) \times 100 \quad (A: \text{供試燃料中灰分濃度} [\text{wt}\%])$$

その結果、HA 炭は NL 炭と同程度の速さで燃焼反応が進行したことがわかった (図 3.1(b))。

次に、図 3.2 に HA 炭の熱分解で得られたチャー(揮発分が抜けた後の固体、主に炭素と灰分で構成)を対象に、 H_2O によりガス化した結果を示す。低温 (1000 °C 以下) では熱天秤 (TG) を用い、高温 (1200 °C 以上) では DTF を用いた。どちらの実験においても HA 炭のチャーの方が NL 炭のチャーよりもガス化反応速度が速かった。なお、平成 27 年度に H_2O によるガス化実験を目的とした TG がタイ国の共同研究機関である JGSEE に導入される予定で、本結果はその実験の参照データともなる。

以上の DTF や TG による実験からは、灰分濃度が高い事が燃料の反応性に及ぼす影響は確認されなかった。ただし、電力中央研究所の石炭燃焼試験炉 (微粉炭供給量：100 kg/h) による過去の試験実績から、高灰分炭では灰の顕熱による炉内温度の低下が認められている (池田道隆, 木本政義, 宮崎哲夫, 牧野尚夫, 電力中央研究所報告 W97023 (1998))。

また、DTF による気流層型の装置に対する適用性評価に加え、流動層型についても検討するために、

流動層型低温燃焼・ガス化反応実験装置を導入した。来年度以降はその装置も用いて、溶剤改質残渣や参照試料を対象とした燃焼・ガス化反応性の評価を進める予定である。

表 3.1 燃料性状(平成25年度分析結果)

	溶剤改質残渣 (稲わら,日本産)	高灰分炭(HA)	一般炭(NL)*
工業分析			
高位発熱量[MJ/kg, d.b.]	15.3	17.1	29.8
高位発熱量[MJ/kg, d.a.f.]	29.2	29.9	34.7
灰分 [wt%, d.b.]	47.6	42.9	14.1
揮発分 [wt%, d.b.]	22.3	26.5	27.4
固定炭素 [wt%, d.b.]	30.1	30.6	58.5
燃料比 [kg/kg]	1.35	1.15	2.14
元素分析			
C [wt%, d.a.f.]	71.8	74.6	88.2
H [wt%, d.a.f.]	4.7	5.5	5.4
N [wt%, d.a.f.]	0.7	1.7	1.7
O+S(diff.) [wt%, d.a.f.]	22.8	18.2	4.7

*梶谷史朗,原三郎,芦澤正美,犬丸淳,松田裕光, 電力中央研究所報告 W01017 (2002)

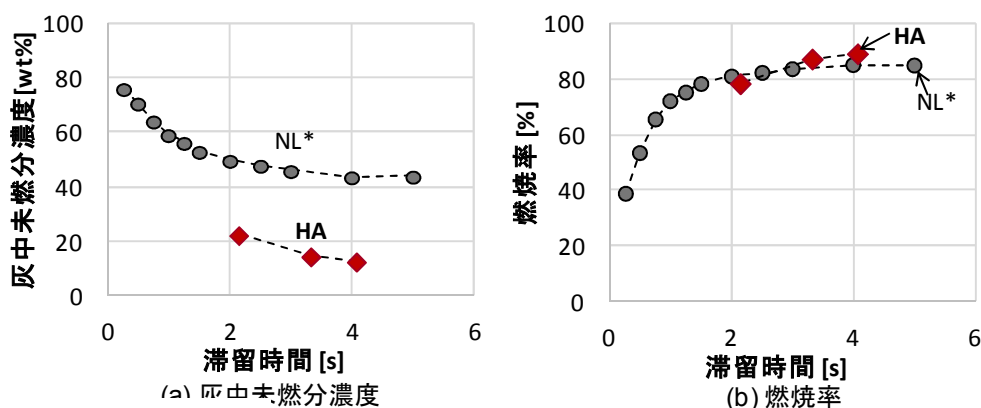


図 3.1 DTFによる燃焼試験結果(850°C, 空気比1.2)

(* NLは過去データ(松田裕光,進藤学,梶谷史朗,電力中央研究所報告 W98029 (1999))

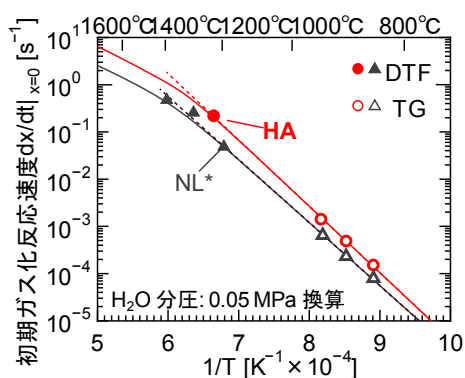
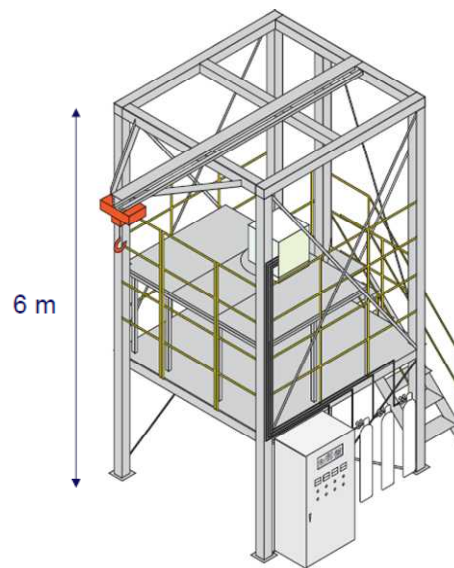


図 3.2 DTFとTGによるチャーの水蒸気ガス化試験結果

(*NLは過去データ(梶谷史朗,原三郎,芦澤正美,犬丸淳,松田裕光, 電力中央研究所報告 W01017 (2002))

④研究題目4のカウンターパートへの技術移転の状況

JGSEE に導入予定である DTF 設備について、電力中央研究所が仕様を提案し、研究代表者の所属機関である京都大学において、仕様を確定して契約手続きに入った。また、DTF 設備導入のための準備として、6月には、JGSEE の担当准教授による電力中央研究所の関連試験への立会いを受け入れた。また、電力中央研究所から9月と11月にバンコクに赴き、JGSEE の担当者とは仕様について打ち合わせた。



Suneerat 准教授の研修受け入れ(平成 26 年 6 月) JGSEE に導入される DTF のイメージ

⑤当初計画では想定されていなかった新たな展開
特になし。

(5) 神戸製鋼所グループ

研究題目：低品位炭およびバイオマス廃棄物の改質技術実装化概念の構築

①研究の狙い

低品位炭およびバイオマス廃棄物の改質技術実装化概念の構築を狙いとし、具体的には溶剤改質プロセスの単位操作としての抽出、固液分離、溶剤回収操作における操作条件の設定と工業化イメージとしてのプロセス概念を構築し、社会実装化にむけた支援を行う。

本年度は昨年度に引き続き、稲わらを原料とした 1-メチルナフタレン(1-MN)溶剤による溶剤改質試験を通じ、連携機関に向けた Soluble サンプルの製造を行いながら、350℃の抽出操作における生成物の収率構造の確認と、後段の固液分離操作としての重力沈降法の適用の可能性を探り、半連続装置の設計条件の具体化とプロセス化のための課題抽出を行うことを狙いとする。

②研究実施方法

稲わらを原料とし、1-MNを溶剤として10L規模の高温高圧抽出濾過装置を用い、抽出生成物の製造と、沸点上昇も加味した蒸留条件を設定して溶剤回収実験を行い、生成物(ガス、水、油分、Soluble, Deposit, Residue)の収率を定量化する。これに加え、3L規模の回分式沈降試験装置を用い、残渣(Residue)の沈降挙動を解析し、固液分離操作としての沈降分離法適用の可能性を検討する。

③当初の計画(全体計画)に対する当該年度の成果の達成状況とインパクト

本年度計画した稲わら由来の Soluble 試料については計画通り代表機関である京都大学へ提出した。ただし、タイ国の低品位炭(亜瀝青炭)由来 Soluble サンプルについてはタイ側で選定された石炭の搬入が H26 年度第 4 四半期に遅れたため、H27 年度上期中の製造提供へと計画変更した。また、上記試験で得られた収率データを元に半連続式溶剤改質試験装置の抽出器仕様を決め、スキッドモジュールとした場合の装置組立イメージを作成し、PTT 設置予定場所にて現地スタッフも交えモジュールの搬入方法や設置場所、ユーティリティー供給方法についての調査確認を行った。

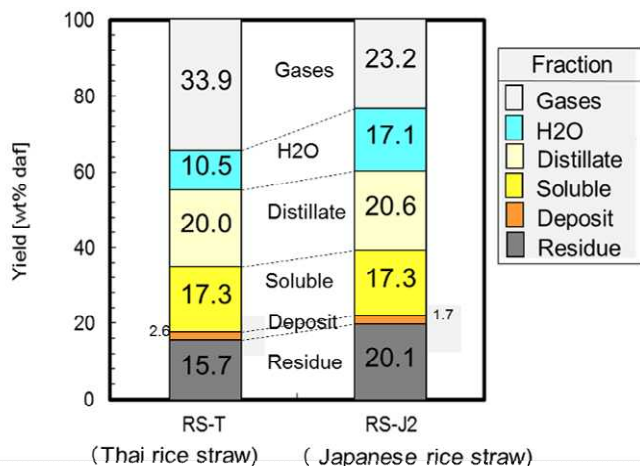
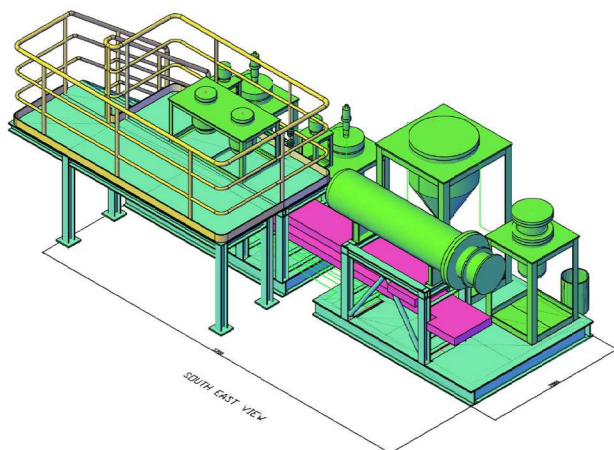


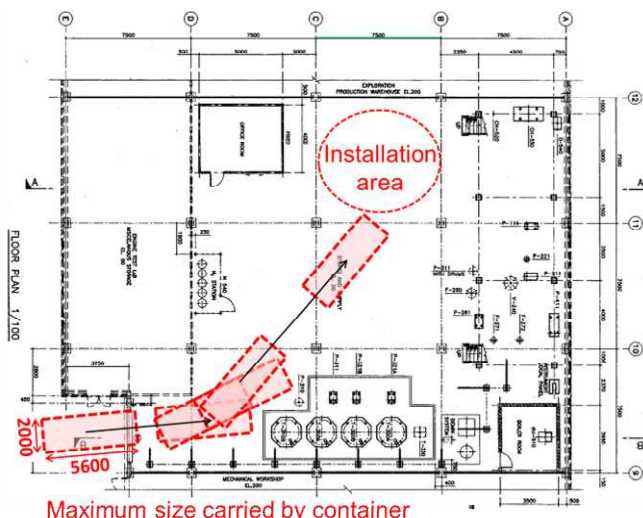
図 4.1 共通試料の稲わら改質物の収率



図 4.2 共通試料の稲わらから調製した Soluble と Residue (全研究機関へ配布)



平成 29 年度導入の半連続式溶剤改質試験装置のイメージ



左の改質試験装置の PTT への導入経路の検討

④カウンターパートへの技術移転の状況

2014年8月に神戸製鋼所で行なわれた全体ミーティングにおいて半連続式溶剤改質試験装置の概要を提案し、操作方法の概念や機器のメンテナンスについて議論した。その後9月に現地 PTT へ出向きスキッドの所内搬入方法や電力、計装空気、高圧窒素、冷却水等ユーティリティー諸元の調査確認を行った。また11月にタイ国で行われた全体ミーティングおよび2015年2月に行われた全体ミーティングでは稲わらの溶剤改質操作における収率構造を提示し、溶剤の仕様やプロセスでの取扱方法に関する議論を行うとともに来年度の実施項目の提案を行った。

高温高圧装置の取扱いや実験作業および分析作業について、2014年10月にタイ国 JGSEE および PTT より3名のスタッフを受け入れ、高温高圧抽出濾過装置と回分式沈降試験装置を用いた研修を行った。



神戸製鋼所で実施したタイ側スタッフの装置操作研修状況

- ⑤当初計画では想定されていなかった新たな展開
想定外の事由による計画外の事項は発生していない。

II. 今後のプロジェクトの進め方、および成果達成の見通し（公開）

今後のプロジェクトの進め方および留意点

平成 27, 28 年度で最大の課題はドロップチューブ炉（平成 27 年度）と半連続抽出装置（平成 28 年度）のタイへの導入である。いずれの装置も高額である上に既成装置ではないため、装置の設計、発注、製作、導入の全工程を日本側において実施することになっている。前者は電力中央研究所の全面的な支援を得て詳細仕様策定を終了し、国際入札の手続きに入っている。今後発注先の決定までに 3 ヶ月、その後の製作・設置に 7 か月が見込まれている。後者は上述のように神戸製作所の全面的な支援を得て、基本的な仕様策定が進行している。27 年度には概念設計を行い、詳細設計可能な基本設計資料を作成して、平成 28 年度早々に国際入札の手続きに着手できるように準備を進めている。これら 2 点の大型の機材を用いた検討結果が本プロジェクトの成否を左右するので、綿密な計画の下に導入に取り組んでいるが、今後事務的手続きを含めて予想外の事態の発生も予想されるので、慎重に取り組む予定である。

各研究題目については、各グループが引き続き独自の研究を進めると同時に、今後はタイ側のメンバーとより緊密に連携しながら、導入機材を活用したタイでの研究に重点を移してプロジェクトを進める予定である。そのために、引き続き研究代表者やメンバーのタイへの長期を含めた複数回の出張を計画している。

成果達成の見通し

各研究グループの研究は、タイ側のグループも含めて軌道にのりつつある。特に、タイ側のグループでは平成 26 年度に導入された機材を活用して、研究題目 1 と 2 に関連する溶剤改質処理の実験が進展しつつあり、上述のように研究題目 2 で計画している新規 Bio-fuel の製造の可能性が示されつつある。また、研究題目 3 の主要かだいである Soluble からの炭素繊維の製造に関しても京都大学と JGSEE グループの基礎的な検討を通じてその可能性が明らかになり、平成 27 年度に導入される小型紡糸装置を用いて、タイでも炭素繊維製造実験が開始できる予定で、所期の計画通りの成果が期待される。また、Soluble からのカーボンブラックの製造に関しては、日タイの企業との技術交流を行っており、平成 27 年度からは実際にカーボンブラック製造の可能性検討に着手できる予定である。研究題目 4 の研究は、平成 27 年度のドロップチューブ炉の導入によって、平成 28 年度以降に大きく進展することが期待される。以上のように、すべての研究題目について、ほぼ計画通りに研究が進みつつあり、技術的な面では所期の目的を達成できると考えている。

上位目標に向けての貢献や成果の社会的なインパクトの見通し

上位目標の達成には上述の 2 点の大型機材を含めたすべての機材が導入・設置され、それらを活用した研究が所期の計画通りに進展することが条件となる。そのために、平成 27, 28 年度にはこれら機材の円滑な導入・設置を最重点課題としてプロジェクトに取り組んでいる。

Ⅲ. 国際共同研究実施上の課題とそれを克服するための工夫、教訓など（公開）

(1) プロジェクト全体

・ プロジェクト全体の現状と課題

基本的に所期の計画に従って研究が進行していると認識している。現時点での最大の課題は、上述のようにドロップチューブ炉（平成 27 年度）と半連続抽出装置（平成 28 年度）のタイへの円滑な導入・設置である。前者は電力中央研究所、後者は神戸製作所の全面的な支援を得て、綿密な計画の下に導入に取り組んでいるが、今後事務的手続きを含めて予想外の事態の発生も予想されるので、さらに慎重に取り組む予定にしている。

- ・ 研究プロジェクトの妥当性・有効性・効率性・自立発展性・インパクトを高めるために実際に行った工夫

成果達成の見通し

各研究グループの研究は、タイ側のグループも含めて軌道にのりつつある。特に、タイ側のグループでは平成 26 年度に導入された機材を活用して、研究題目 1 と 2 に関連する溶剤改質処理の実験が進展しつつあり、上述のように研究題目 2 で計画している新規 Bio-fuel の製造の可能性が示されつつある。また、研究題目 3 の主要かだいである Soluble からの炭素繊維の製造に関しても京都大学と JGSEE グループの基礎的な検討を通じてその可能性が明らかになり、平成 27 年度に導入される小型紡糸装置を用いて、タイでも炭素繊維製造実験が開始できる予定で、所期の計画通りの成果が期待される。また、Soluble からのカーボンブラックの製造に関しては、日タイの企業との技術交流を行っており、平成 27 年度からは実際にカーボンブラック製造の可能性検討に着手できる予定である。研究題目 4 の研究は、平成 27 年度のドロップチューブ炉の導入によって、平成 28 年度以降に大きく進展することが期待される。以上のように、すべての研究題目について、ほぼ計画通りに研究が進みつつあり、技術的な面では所期の目的を達成できると考えている。

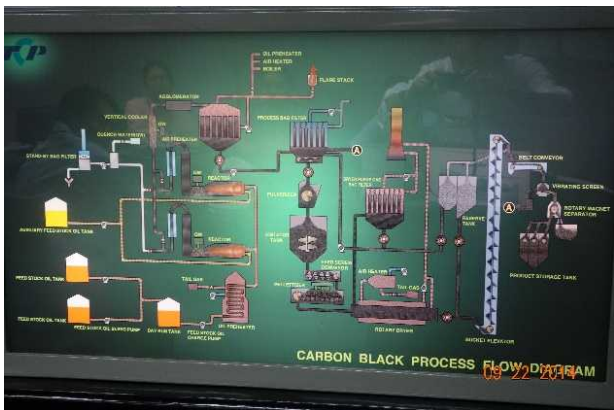
- ・ 今後相手国（研究機関・研究者）が取り組む必要のある事項

上記の大型機材の受入れ・設置に向けた準備と大型機材運転のための資金面も含めた綿密な計画の作成が不可欠である。

(2) 京都大学グループ

- ・ 相手国側研究機関との共同研究実施状況と問題点、その問題点を克服するための工夫、今後への活用。

Soluble から炭素繊維やカーボンブラックの製造を実装化するには、他の原料を用いる現状の工業プロセスとの比較検討が不可欠である。平成 26 年度には、京都大学とタイグループの主要メンバーが Thai Tokai Carbon Product Co. Ltd を訪問し、現行技術の概要を学ぶとともに Soluble からのカーボンブラック製造の可能性について意見交換した。平成 27 年度には、我が国のカーボンブラックと炭素繊維を製造する企業の見学と意見交換を予定しており、



Thai Tokai Carbon Product Co. Ltd 訪問、カーボンブラック製造の可能性について意見交換（9月22日）

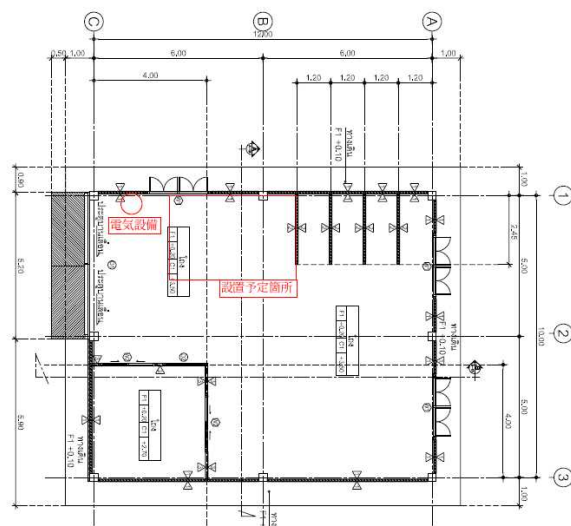
(2) 秋田大学グループ
特になし。

(3) 電力中央研究所グループ

平成 27 年度のドロップチューブ炉のタイ国への設置にあたり、平成 26 年度に電力中央研究所メンバーが上記試験装置の設置場所である JGSEE/KMUTT を訪れ、設置スペース、電源などのユーティリティ、機材の建屋への導入方法などについて詳細な打ち合わせを行った。



設置場所の現状



装置配置予定図

JGSEE/KMUTT (バンコック) にて、平成 27 年度導入予定のドロップチューブ炉の設置計画について詳細な意見交換実施 (9 月 19 日)

これらの検討を踏まえ、平成 26 年度に詳細な仕様策定を行い、JICA プロジェクト 2 年目の開始早々 (平成 27 年 2 月 27 日) に京都大学が責任機関として国際入札の手続きを開始した。

(4) 神戸製鋼所グループ

- 相手国側研究機関との共同研究実施状況と問題点、その問題点を克服するための工夫、今後への活用。

半連続式溶剤改質試験装置のタイ国への設置にあたり、すでに、平成 26 年度、神戸製鋼所メンバーが上記試験装置の設置場所を訪れ、設置スペース、電源などのユーティリティ、機材の建屋への導入方法などについて詳細な打ち合わせを行った。今後の装置概念設計と製作の支援にあたっては、タイ国では日本の高圧ガス保安法にあたる法律がないが、高圧ガス保安法特定設備検査則に準拠した設備仕様として京都大学へ提案する。また、現地スタッフとの協議から、設備の保守、維持に関しては日本国内と同等レベルのサポート体制を確保することが困難であることが伺え、仕様検討にあたっては現地で調達可能な消耗部品や計装品を充てるべく留意する。これらに加え、適切な機器の取扱いが行えるよう、現地スタッフへ助言を行う必要がある。

- 類似プロジェクト、類似分野への今後の協力実施にあたっての教訓、提言等

高圧機器や危険物を取扱う技術開発への協力実施においては、学問的知識、技術や最新機器の供与のみならず、安全な作業環境や作業技術を整備する法規則や教育体制の構築に向けた支援も必要と考えられる。



PTT-RTI (アユタヤ) にて、半連続式溶剤改質試験装置の設置について詳細な意見交換実施 (9月19日)

IV. 社会実装（研究成果の社会還元）（公開）

(1) 成果展開事例

本プロジェクトでは、平成 27, 28 年度の大型の実験装置が導入されタイ側での研究の成果が確認された後に、本格的に技術移転や実用化に向けた道筋を検討する計画であるので、現時点では成果展開の事例はない。

(2) 社会実装に向けた取り組み

本研究で得られた成果は以下のような道筋での実装化を計画している。

1. PTT（タイ石油公社）は、バイオマスさらには輸入低品位炭からの液体燃料の製造と高付加価値製品製造の技術開発を重要開発課題としてロードマップに位置づけて技術開発に取り組んでいる。そのような背景から、PTT は今回の提案に積極的に参画し、実用化を目指して連続試験装置による検討を計画している。特に、研究題目 2 と 3 に注目しており、本プロジェクトの成果をもとに、Bio-fuel、炭素繊維、カーボンブラックの新規製造技術が、PTT を中心にタイ国において実用化される可能性は極めて高い。
2. 本提案の実用化は、溶剤改質法と Soluble を液体燃料化する技術の確立の成否に大きく依存している。㈱神戸製鋼所は、1980~2000 年にかけて褐炭の直接液化の技術開発に取り組み、豪州において石炭処理量 50 トン/日のパイロットプラントの建設に取り組むなどして、褐炭の溶剤処理、接触水素化液化などの多くの技術を蓄積している。さらに、最近では一般炭を溶剤で処理してハイパーコールと呼ばれる無灰炭を製造する技術開発に取り組んでおり、一般炭の溶剤処理法、生成物の分離などに多くの経験を有している。これらの経験は、本提案の褐炭やバイオマスの溶剤改質にも適用できると予想されるので、神戸製鋼所の参加による、開発段階からの種々の助言と指導はタイ国における本提案の実装化に大きく貢献すると考えている。
3. 我が国の製鉄業は研究題目 3 で検討される低品位炭・バイオマスからのコークス製造用粘結材に注目している。基礎的検討から、それが従来の粘結材に優ることが明らかにされていることから、粘結材が瀝青炭並みの価格で供給されれば我が国の製鉄業で利用される可能性が非常に高い。
低品位炭とバイオマスを大量に利用している ASEAN の多くの国はタイと同じ問題を抱えている。近未来に、本研究で得られた成果と実装化の果実をこれらの国に普及することにより、アジア諸国での本研究成果の実装化が進展するとともに地球規模のエネルギーと環境の問題へ貢献できると考えている。

V. 日本のプレゼンスの向上 (公開)

9月22日付 Bangkok Business 紙に, "Thai-Japan research to increase the value of coal"のタイトルでプロジェクトの内容が紹介された。記事コピーとその要約を以下に示す。



【記事要約】

“Thai-Japan research to increase the value of coal” JICA supported the research to develop a novel technology to utilize low rank coals and biomass by degradative solvent extraction process. There are 4 organizations from Japan and 2 organizations from Thailand in the project; Japan side: Kyoto University, Akita University, Central Research Institute for Electric Power Industry, and Kobe Steel, Thailand side: The Joint Graduate School of Energy and Environment of King Mongkut’s University of Technology Thonburi, and PTT Research and Technology Institute. The objective of the research is to develop a technology to utilize low rank coals and biomass more cleanly and efficiently. The researchers have found that biomass can be converted into “Soluble”, which can be further converted into high grade carbon materials as well as new-type biofuel. This joint research between Japan and Thailand is one of the highlight of the International Symposium of Chemical Reaction Engineering (ISCRE23).

VI. 成果発表等（公開）

VII. 投入実績（非公開）

VIII. その他（公開）

本プロジェクトでは、JICA 経費の大半をタイ国への機材導入に使用する。平成 26 年度には 8 点の機材を導入し、タイ側での研究が実質的に開始された。平成 27 年度には 5 点の分析機器と 2 点の比較的大型の実験装置を、平成 28 年度には JICA 経費 1/3 以上を費やして半連続型の溶剤改質装置を導入予定である。これらは所期の計画に沿ったものであり、これら機材がタイ側の研究の実施に不可欠なものであることは疑問の余地はない。しかし、26 年度に導入された比較的小規模の機材であるが、実験を繰り返す後にメーカー保証に該当しないトラブルがいくつか発生した。それらの修理には、日本への返送と修理経費の負担が必要になった。しかし、残念ながらタイ側はこれらに対応できる研究経費を持ちあわせておらず、今回は研究主幹の指導を得て、JST 経費の中の間接経費で応急的に対応した。

次年度以降は、上記のようにより多くの分析機器と比較的大型の実験機器が導入されるので、同様の事態の発生が予想される。特に、大型の実験機器でトラブルが発生した際には、トラブル対応に日本からの人員派遣や多額の修理経費が必要となる可能性がある。このことが、プロジェクトの今後の実行に大きな障害となるのではとの懸念を持っている。本プロジェクトでは、このような経費は相手側が負担することになっているが、タイ国のようにすでに発展した国においても、必ずしも負担できるとは限らない。プロジェクトの応募段階でそのような経費をも含んだ提案をすべきかもしれないが、そのような経費の見積もりは困難であるし、必ずしも必要でない場合もあり得る。しかし、いったん多額の経費を要するトラブルが発生し、相手国側が修理を負担できない場合は、多額の経費を費やして導入された機材が有効に利用されないことになり、ひいてはプロジェクト遂行の障害となる恐れもある。可能ならば、このような事態に対応するための「プロジェクトフォローアップ」プログラムのような仕組みの設置を希望するものである。

以上

VI(1)(公開)論文発表等

	国内	国際
原著論文 本プロジェクト期間累積件数		2

①原著論文(相手側研究チームとの共著論文)

著者名,論文名,掲載誌名,出版年,巻数,号数,はじめ-おわりのページ	DOIコード	国内誌/ 国際誌の別	発表日 ・出版日	特記事項 (分野トップレベル雑誌への掲載など、特筆すべき論文の場合、ここに明記ください。)

論文数 0 件
 うち国内誌 0 件
 うち国際誌 0 件
 公開すべきでない論文 件

②原著論文(相手側研究チームとの共著でない論文)

著者名,論文名,掲載誌名,出版年,巻数,号数,はじめ-おわりのページ	DOIコード	国内誌/ 国際誌の別	発表日 ・出版日	特記事項 (分野トップレベル雑誌への掲載など、特筆すべき論文の場合、ここに明記ください。)
Xian Li, Ryuichi Ashida, Mitsunori Makino, Atsushi Nishida, Hong Yao, Kouichi Miura, "Enhancement of Gasification Reactivity of Low-Rank Coal through High-Temperature Solvent Treatment", Energy & Fuels, 2014, vol. 28, No.9, pp. 5690-5695	dx.doi.org/ 10.1021/ef 501305s	国際誌	出版済み	
Ryuichi Ashida, Sho Nagaya, Kouichi Miura, Yukihiro Kubota, Yuko Nishibata, Atsushi Kotani, "Co-pyrolysis Behavior of Low-Grade Coal and Binder Using High Temperature Solvent Fractionation", ISIJ International, vol. 54, No. 11, pp. 2432-2438		国際誌	出版済み	

論文数 2 件
 うち国内誌 0 件
 うち国際誌 2 件

公開すべきでない論文 件

	国内	国際
その他の著作物 本プロジェクト期間累積件数	 	

③その他の著作物(相手側研究チームとの共著のみ)(総説、書籍など)

著者名,タイトル,掲載誌名,巻数,号数,頁,年	出版物の種類	発表日・出版日	特記事項

著作物数 0 件
 公開すべきでない著作物 件

④その他の著作物(相手側研究チームとの共著でないもの)(総説、書籍など)

著者名,論文名,掲載誌名,出版年,巻数,号数,はじめ-おわりのページ	出版物の種類	発表日・出版日	特記事項
蘆田隆一、三浦孝一，“穏和な溶剤処理による褐炭の脱水・改質”，日本エネルギー学会誌，2014，Vol. 93，No. 11，pp. 1066-1075	総説		

著作物数 1 件
 公開すべきでない著作物 件

⑤研修コースや開発されたマニュアル等

研修コース概要(コース目的、対象、参加資格等)、研修実施数と修了者数	開発したテキスト・マニュアル類	特記事項

VI (2) (公開) 学会発表

	国内	国際
招待講演 本プロジェクト期間累積件数		1
口頭発表 本プロジェクト期間累積件数		10
ポスター発表 本プロジェクト期間累積件数		3

①学会発表(相手側研究チームと連名のもののみ)(国際会議発表及び主要な国内学会発表)

年度	国内/ 国際/ 別	発表者(所属)、タイトル、学会名、場所、月日等	招待講演	口頭発表	ポスター発表
2014	国際学会	Kouichi Miura, Ryuichi Ashida, Nakorn Worasuwannarak, Bundit Fungtammasan, Degradative Solvent Extraction for Utilizing Biomass and Low Rank Coal in Thailand, 23rd International Symposium on Chemical Reaction Engineering, Bangkok(Thailand), Sep. 7-10, 2014	○		
2014	国際学会	Janewit Wannapeera, Kenshiro Okuda, Ryuichi Ashida, Nakorn Worasuwannarak, Hideaki Ohgaki, Osamu Kato, and Kouichi Miura (Kyoto Univ. and JGSEE), "Examination of Carbon Fiber Production from the Extracts Produced from the Solvent Treatment of Biomass" The 5th International Conference on Sustainable Energy and Environment (SEE2014), Bangkok(Thailand), November 19-24, 2014		○	
2014	国際学会	Ryuichi Ashida, Ryo Takahashi, Janewit Wannapeera, Nakorn Worasuwannarak, Motoaki Kawase, Kouichi Miura (Kyoto Univ. and JGSEE), "Development of efficient separation method of extract and solvent in degradative solvent extraction of low-rank coals or biomass wastes" The 5th International Conference on Sustainable Energy and Environment (SEE2014), Bangkok(Thailand), November 19-24, 2014		○	
2014	国際学会	Hiroyasu Fujitsuka, Wannapeera Janewit, Ryuichi Ashida, Hideaki Ohgaki, Kouichi Miura (Kyoto Univ. and JGSEE), "Thermal behavior of upgraded product obtained from low carbonaceous materials by solvbet treatment" The 5th International Conference on Sustainable Energy and Environment (SEE2014), Bangkok(Thailand), November 19-24, 2014		○	
2014	国際学会	Ryuichi Ashida, Ryo Takahashi, Motoaki Kawase, Kouichi Miura, Janewit Wannapeera, Nakorn Worasuwannarak (Kyoto Univ. and JGSEE), "Effect of Extract-Containing Solvent Recycling in Degradative Solvent Extraction of Low-Grade Carbonaceous Resources", The 31st Annual International Pittsburgh Coal Conference, Pittsburgh (USA), Oct. 6-9, 2014		○	
2014	国際学会	Kouichi Miura, Ryuichi Ashida, Kenshiro Okuda, Hideaki Ohgaki, Osamu Kato, Janewit Wannapeera (Kyoto Univ. and JGSEE), "Production of Carbon Fiber from the Low-Molecular-Weight Compounds Prepared from Low Rank Coal and Biomass by the Degradative Solvent Extraction", The 31st Annual International Pittsburgh Coal Conference, Pittsburgh (USA), Oct. 6-9, 2014		○	
2014	国内学会	藤塚大裕, 産田隆一, 三浦孝一, Janewit Wannapeera (Kyoto Univ. and JGSEE), 低品位炭素資源の溶剤改質物の熱分解挙動, 第51回石炭科学会議, 仙台, 10月22-23日		○	
2014	国内学会	三浦孝一, Janewit Wannapeera, 大塚英明, 産田隆一, 奥田賢史郎, 加藤 攻 (Kyoto Univ. and JGSEE), 石炭・バイオマスの溶剤改質物からの炭素繊維の製造, 第51回石炭科学会議, 仙台, 10月22-23日		○	
			1	7	0

②学会発表(相手側研究チームと連名でないもの)(国際会議発表及び主要な国内学会発表)

年度	国内/ 国際/ 別	発表者(所属)、タイトル、学会名、場所、月日等	招待講演	口頭発表	ポスター発表
2014	国際学会	Xian Li, Ryuichi Ashida, Mitsunori Makino, Atsushi Nishida, Hong Yao, Kouichi Miura (Kyoto Univ.), "Enhancement of Gasification Reactivity of Low-Rank Coal through High Temperature Solvent Treatment", The 35th International Symposium on Combustion, San Francisco (USA), Aug.3-8, 2014		○	
2014	国際学会	塚康爾, 木下 繁, 吉田拓也, 奥山憲幸(神戸製鋼所) Effect of Solvent Treatment of Rice Straw, 5th International Conference on Sustainable Energy and Environment, バンコク(タイ国), 11月19-21日		○	
2014	国内学会	産田隆一, 高橋 諒, 河瀬元明, 三浦孝一, (京都大学), 低品位炭・バイオマス廃棄物の溶剤改質法における溶剤と抽出物の分離方法および改質機構の検討, 第51回石炭科学会議, 仙台, 10月22-23日		○	
			0	3	0

VI(3)(特許出願した発明件数のみを公開し、他は非公開)特許出願

①国内出願

	出願番号	出願日	発明の名称	出願人	知的財産権の種類、出願国等	相手国側研究メンバーの共同発明者への参加の有無	その他 (出願取り下げ等についても、こちらに記載して下さい)	関連する論文のDOI	発明者	発明者所属機関	関連する外国出願※
記載例	2012-123456	2012/4/1	○○○○						戦略太郎	○○大学 ◎◎研究科△△専攻	PCT/JP2012/123456
No.1											
No.2											
No.3											
No.4											
No.5											
No.6											
No.7											
No.8											
No.9											
No.10											

※関連する外国出願があれば、その出願番号を記入ください。

国内特許出願数
公開すべきでない特許出願数 0

②外国出願

	出願番号	出願日	発明の名称	出願人	知的財産権の種類、出願国等	相手国側研究メンバーの共同発明者への参加の有無	その他 (出願取り下げ等についても、こちらに記載して下さい)	関連する論文のDOI	発明者	発明者所属機関	関連する国内出願※
記載例	PCT/JP2012/123456	2012/9/20	○○○○						戦略太郎	○○大学 ◎◎研究科△△専攻	特願2010-123456
No.1											
No.2											
No.3											
No.4											
No.5											
No.6											
No.7											
No.8											
No.9											
No.10											

※関連する国内出願があれば、その出願番号を記入ください。

外国特許出願数
公開すべきでない特許出願数 0

VI(5) (公開)ワークショップ・セミナー・シンポジウム・アウトリーチ等の活動

①ワークショップ・セミナー・シンポジウム・アウトリーチ等

年月日	名称	場所	参加人数	概要
		(開催国)	(相手国からの招聘者数)	
H26年8月 4-5日	グループ全体会議(非公開)	神戸製鋼所 高砂	27人(KS:4人, 国内:13人, タイ国:7人)	JSTプログラムにおける各機関の進捗報告, およびタイ国導入計画半連続装置に関する打合せ
H26年11 月18日	SATREPS Workshop	Anantara Bangkok (Bangkok, Thailand)	安岡研究主幹, JICAタイ事務所代表, 両国プロジェクトメンバー, オブザーバー全体で26名	JICA主催のタイで実施されている3つのSATRPSの合同ワークショップ。各SATREPSの意義・成果をタイ国
H27年2月 2日	グループ全体会議(非公開)	電力中央研究所 横須賀	21人(KS:3人, 国内:13人, タイ国:5人)	JSTプログラムにおける各機関の進捗報告, およびH27年度の計画
H27年2月 7日	17th Kyoto University Southeast Asia Forum	Twin Tower (Bangkok, Thailand)	21人(KS:3人, 国内:13人, タイ国:5人)	“Developing New Technologies for Utilizing Biomass Wastes in Thailand” – Introduction of A Japan-Thailand SATREPS Project –

②合同調整委員会開催記録(開催日、出席者、議題、協議概要等)

年月日	出席者	議題	概要
H26年11 月18日	安岡研究主幹, JICAタイ事務所代表, 両国プロジェクトメンバー, オブザーバー全体で26名	2014年度の研究総括と2015年度以降の研究計画	2014年度までの進捗報告と今後の進め方について意見交換

研究課題名	低品位炭とバイオマスのタイ国におけるクリーンで効率的な利用法を目指した溶剤改質法の開発
研究代表者名 (所属機関)	三浦 孝一 (京都大学エネルギー理工学研究所)
研究期間	平成25年5月20日～平成31年3月31日 (2013/May/20～2019/Mar./31)
相手国名/主要研究機関	タイ王国/The Joint Graduate School of Energy and Environment (JGSEE) King Mongkut's University of Technology Thonburi, PTT Research and Technology Institute, PTT Public Company Limited

付随的成果

日本政府、社会、産業への貢献	・ 共同研究、研究者交流を通じてタイ国における日本の科学技術外交への貢献
科学技術の発展	・ 溶剤改質という新規な技術により、低品位炭、バイオマスの新たな利用法の開発 ・ 東南アジア諸国への展開による低品位炭、バイオマス資源利用技術の一層の発展
知財の獲得、国際標準化の推進、生物資源へのアクセス等	・ 知的財産における特許出願・取得数10 ・ 関連する知的財産に関する守秘義務協定や技術移転協定等の知財管理ノウハウの蓄積 ・ ASEAN諸国への技術の普及による知財の国際化
世界で活躍できる日本人人材の育成	・ 日本側の若手研究者の問題解決力や国際共同研究運営能力の向上 ・ SATREPSと、京都大学主催のSFE Forumの強化により、東南アジア規模での若手研究者の養成
技術及び人的ネットワークの構築	・ タイ国と我が国の企業・大学研究者研究ネットワーク構築及び産学官連携の推進
成果物	・ 査読付き論文誌への掲載数15 ・ 合同ワークショップを開催し、ASEAN諸国への技術の普及

上位目標

低品位炭や食料と競合しない廃バイオマス資源を高効率でクリーン液体燃料、機能性炭素材料、化学原料に変換する基盤技術の成果が東南アジア諸国に広く還元される。

Solubleの粘結材としての優位性、新規Bio-fuel、炭素繊維製造技術の優位性が製鉄業、石油精製業などに認められて実用化の促進

プロジェクト目標

低品位炭及びバイオマス廃棄物の高効率かつクリーンな利用技術の開発。
(低品位炭：灰分・水分含有量1%以下の改質物。バイオマス廃棄物：Biofuelの転換率Max. 70% (炭素基準)、S分10ppm以下)

