

地球規模課題対応国際科学技術協力

(環境・エネルギー研究分野「低炭素社会の実現に向けたエネルギーシステムに関する研究」領域)

新バイオディーゼルの合成法の開発

(タイ)

平成 24 年度実施報告書

代表者：朝見 賢二

北九州市立大学国際環境工学部・教授

<平成 22 年度採択>

1. プロジェクト全体の実施の概要

プロジェクトのねらい

本研究の目的は、FAME とは異なる高品質のバイオディーゼルを合成する方法を確立し、タイにおいてそれを実証すること、さらに、商用ベースでのバイオディーゼル油製造や低炭素型バイオ燃料製造技術の国際的な普及を図り、地球規模の二酸化炭素排出削減に貢献することである。

廃食用油を主体とする非食料系の油脂または油脂含有物を、副原料を用いることなく脱炭酸分解してディーゼル燃料を得るための高効率な触媒プロセスを開発する。具体的には、自製が容易で安価な触媒を開発し、油脂を 300～400℃で分解し、液体炭化水素および中カロリーガスとして回収する低コスト、低環境負荷のプロセスを開発する。これにより、各国で普及している脂肪酸メチルエステル (FAME) プロセスに依らない、新規で画期的なバイオディーゼル製造技術の創出を目指す。

本プロセスの基本原理

本研究では副原料を使わず、また副生物も出さない方法として固体触媒を用いて接触分解し、液体炭化水素を得るプロセスを開発する。本方法はメタノールや水素を用いず、95%以上が炭化水素でグリセリンの副生もないことから、LCA 的に優れたバイオディーゼル合成法として評価されている。我々はこの分解油を、High quality Bio Diesel の頭文字をとって“HiBD”と称し、H24 年 2 月には日本での商標も確立された(登録第 5468299 号)。従来の FAME 法に比べプロセスが簡単で規模が小さく、また製品品質が優れているため、タイのみならず他の東南アジア等においても実用化が見込まれる。

プロジェクトの進捗状況

今年度の研究項目は、概ね計画通り実施できた。触媒開発では新規触媒の開発、改良を行い、小型ベンチプラント(日本一縦型流動層、タイ一横型攪拌層)を用いて、その反応特性を調べた。分解油の特性についても化学構造、酸価、ヨウ素価などを分析し、実用性と品質改良の方向性について検討した。

パイロットプラントについては北九州産業学術推進機構 (FAIS) の支援の下で設計・製作を行い、サラブリサイトに搬入して動作確認済みである。また、パイロットプラントに接続する分解反応装置 (JICA 輸送機材) も移設を完了している。

LCA 解析では年度計画に基づき、(1) 新しいバイオディーゼルの合成法 (2) タイの石油系軽油の製造法 (3) 従来型のバイオディーゼル、の 3 項目についてインベントリデータ (原料使用量、エネルギー、環境負荷) の基礎となるデータの収集・整理を行った。

知的財産関連では、競合先願特許の調査と新規有効特許の創出へ向けた知財ポジションを把握するとともに、タイの特許制度・特許の有効性に関する調査を行った。また MOU を補完するためタイのチュラロンコン大学との共同研究契約書 (MOU 付加条項) を作成、締結した。

油脂収集システムに関しては、タイを訪問して廃食用油・パーム油・ヤトロファ油等の活用状況を調査し、エネルギー省代替エネルギー開発・効率化局を始めとする省庁への聞き取り調査を行った。

今後の見通し

H25 年度以降は、現地におけるトータルシステムの構築を目指す。具体的には、日本、タイ双方の小型ベンチプラントを運転して操作条件の影響を検討し、分解油の性状評価を行うとともに、パイロットプラントの実証試験に向けた触媒や反応プロセスの改良を進める。パイロットプラントに関しては、H25

年度前半は小型ベンチプラントで得られたエンジニアリングデータをもとに実証試験の仕様を定め、運転方法を確立する。年度後半から本格実証運転に入る。また、前年度に続きタイからの研修生を受け入れ、バイオディーゼル合成の触媒技術やプラントの運転技術について研修を行う。

2. 研究グループ別の実施内容

(1) 北九州市立大学（題目：新バイオディーゼルの合成法の開発）

①研究のねらい

従来のFAME法及びBHD法とは異なる、副原料を用いずに副生成物を出さない新たなディーゼル燃料の製造方法として、油脂の主成分であるトリグリセライドのエステル結合部分を脱炭酸反応により脱酸素する事でディーゼル燃料相当の炭化水素を得ることを目的に、反応方法及び触媒の開発を行った。

触媒の開発においては、脱炭酸能を有するとされる固体塩基触媒に注目し、様々な固体塩基触媒を調製して反応経路及び触媒機構の解明を行い、高性能脱炭酸触媒の開発を目指した。

②研究実施方法

タイでの実用化を考慮し、カーボンを担体とする脱炭酸能を有する触媒を調製し、廃食用油もしくはパーム油を原料としてその性能及び最適条件を検討した。実験には、内部攪拌型反応装置を主に使用し、好成績を納めたものについては、タイ(内部攪拌式)、日本(流動床式)の2基のベンチ装置を用いて実用性に対する評価を行った。反応の結果は、反応生成ガス、分解油、水、残渣などの生成物の定量によってマテリアルバランスから評価した。GC-MS、NMRなどを用いる生成物の定量定性分析、および酸価、ヨウ素価などの物性測定により生成物の評価を行い、ディーゼル燃料として優れた特性を有することを明らかにした。触媒の状態あるいは表面の析出物各種機器分析により解明した。

③当初の計画(全体計画)に対する現在の進捗状況

反応機構について新たな知見が得られており、ベンチ装置で課題となったワックス生成について、その原因物質を明らかにするとともに、ワックス生成の抑制と生成油への混入の防止法を開発した。計画全体に大きな遅れはないと考えている。また、本年度の計画通りタイ向けのパイロットプラントを建設し、試運転を実施して稼働を確認した。その他、タイへ輸出予定であった酸価ヨウ素価滴定装置、オンライン・オフラインガスクロマトグラフについても納入済みである。

④カウンターパートへの技術移転の状況(日本側および相手国側と相互に交換された技術情報を含む)

9月より、3グループ(計5名)に分けて、チュラロンコン大学の研究員の受け入れを行った。研修では、昨年度に引き続き、油脂の分解反応の実験手法及び結果の解析方法、触媒調製法に対する理解度を深めるための一連の作業を行った。今年度は特に、生成油に含まれるワックス成分の組成、構造解析をするための実験に重点を置き、元素分析、IR、NMR等、機器分析を実施した。また、タイに設置したベンチプラントや、分析装置の使用法についても指導を行った。

(2) (公財) 北九州産業学術推進機構（題目：新バイオディーゼル合成実証実施に係る検討・支援）

①研究のねらい

本技術研究を円滑に進めるため、知的財産の観点から、技術ノウハウや知的財産の移転、新たな知見

の知的財産化等、知的財産全般に関する管理支援を行う。あわせて、タイに設置するパイロットプラントについて、設計・設置・運転・管理等のエンジニアリングについて支援する。また、パイロットプラントで得られた知見に基づき、タイ国でスケールアップした設備の設置を行う際、既得知財・ノウハウ等の技術移転に係る支援を行う。

これらの共同研究を通じ、新たに得られた知的財産についての特許の取得、管理支援を行う。

②研究実施方法

- ・パイロットプラント設置に向けたエンジニアリング支援およびそれに関連する技術ノウハウや知的財産に関する守秘義務協定や技術移転協定等の締結。
- ・現有知的財産の国内及び海外における権利化推進。
- ・共同研究過程で得られる新たな知見の出願・権利化推進。
- ・現有/新規知的財産の特許性評価と対策検討。

③当初の計画(全体計画)に対する現在の進捗状況

- ・パイロットプラント発注/製作に関わる支援として、1)製作仕様検討と入札仕様書作成支援 2)指名競争入札業者(5社)の選定支援 3)入札説明会(9/21)出席、入札(9/28) 4)受注企業との製作仕様/工程打ち合わせ出席 5)製作工程計画立案と工程管理支援 6)完成検査立会 7)輸出手続き～現地据付に関する支援を実施した。
- ・北九大からチュラロンコン大に開示する秘密情報を明確化するため、締結済み CRA に付加条項 (AMENDMENT) 契約書の追加作成。
- ・出願済み特許に関する、先行触媒技術・競合触媒特許マップの作成と強み弱みの分析を実施中。
- ・FAIS 主催セミナー(H24.7.27)を下記にて、開催。

テーマ「次世代バイオディーゼル燃料として期待される HiBD の開発状況報告」

目的: HiBD 実用化の開発状況の報告と HiBD 技術の PR、情報交換

その他、海外知的財産管理に関するセミナー参加、INPIT 海外知財プロデューサーとの意見交換、国内企業の新バイオディーゼル実証実験成果報告会出席などによる情報収集。

④カウンターパートへの技術移転の状況(日本側および相手国側と相互に交換された技術情報を含む)

- ・北九大による技術、ノウハウ開示に伴う現有特許明細書の開示。

(3) (公財) 北九州国際技術協力協会 K I T A 環境協力センター (題目: 廃食油を中心とする油脂の収集システムの調査及び検討)

①研究のねらい

- ・中央省庁との意見交換
- ・廃食用油、パーム油、ヤトロファ等の活用状況調査
- ・産業総合研究所-TISTR とのバイオディーゼル事業に係る情報交換

②研究実施方法

- ・代替エネルギー開発・効率化局への情報提供。国の BD 普及に関する取組みの聞き取り調査。

- ・廃食用油回収業者への取組状況視察。石油精製会社のバイオディーゼルへの取組状況視察。
- ・進捗状況の情報交換。共通の課題等への対応協議。

③当初の計画(全体計画)に対する現在の進捗状況

すでにコンタクトしている機関について、資料収集は概ね完了しているが、省庁等との情報交換、最新情報への更新の観点から継続してヒアリングを実施するべきと考える。

また、バンコク都や周辺地方自治体(LGU)へのコンタクトがないため、新バイオディーゼルの普及に向け今後の課題としたい。

④カウンターパートへの技術移転の状況(日本側および相手国側と相互に交換された技術情報を含む)

2012年12月17日(月)から12月21日(金)にかけて、データ収集に向けた現地調査のためにタイを訪問した。

(4) 日本工業大学(題目:新バイオディーゼル合成法のLCA解析)

①研究のねらい

新バイオディーゼル合成法についてLCA解析を行うことにより環境側面の改善効果を定量的に評価すると共に、LCA解析結果に基づいてCDMの効果を検討する。LCA解析においては、現地でのプロセスデータに基づく解析を実施すると共に、参照プロセスとして石油系の軽油、従来型のバイオディーゼル製造法も検討対象とする。

②研究実施方法

現地調査に基づいて、LCA分析の基礎となるデータを収集し、LCA解析に向けた基礎データとして整理を行った。現地調査により不足するデータに関しては、各種文献および統計情報に基づいて増補した。

③当初の計画(全体計画)に対する現在の進捗状況

新バイオディーゼル合成法については、パイロットプラントの本稼働が2013年に入ってからであったために、エネルギー消費に関して実測データに基づく検討までには至らなかったが、プラントの設計データに基づく予備的なLCA評価を実施した。比較対象である従来法によるバイオディーゼル製造に関しては、現地におけるアルカリ触媒法バイオディーゼル生産企業に訪問して製造プロセスに関するデータを収集して、LCA解析に向けた基礎データとして整理を行った。現地調査により不足するデータに関しては、各種文献および統計情報に基づいて増補した。

④カウンターパートへの技術移転の状況(日本側および相手国側と相互に交換された技術情報を含む)

2012年12月17日(月)から12月21日(金)にかけて、データ収集に向けた現地調査のためにタイを訪問した。

3. 成果発表等

(1) 原著論文発表

- ① 本年度発表総数(国内 0件、国際 0件)

- ② 本プロジェクト期間累積件数(国内 0 件、海外 2 件)
- ③ 論文詳細情報
- ③-1 Haruki Tani, Makoto Shimouchi, Hiroyuki Haga, Kaoru Fujimoto, Development of Direct Production Process of Diesel Fuel from Vegetable oils, Journal of the Japan Institute of Energy, 90, 466-470 (2011)
- ③-2 H. Tani, T. Hasegawa, M. Shimouchi, K. Asami, K. Fujimoto, Selective Catalytic Decarboxy-Cracking of Triglyceride to Middle Distillate Hydrocarbon, Catalysis Today, 164 (2011) 410-414

(2) 特許出願

- ① 本年度特許出願内訳(国内 0 件、海外 0 件、特許出願した発明数 0 件)
- ② 本プロジェクト期間累積件数(国内 1 件、海外 0 件)

4. プロジェクト実施体制

(1) 北九州市立大学グループ(新バイオディーゼルの合成法の開発)

- ① 研究者グループリーダー名: 朝見 賢二 (北九州市立大学・教授)
- ② 研究項目
- ・現有技術の解析、新技術と現技術のマッチングに関する調査
 - ・触媒の改良と反応機構の解明
 - ・小型ベンチプラントの設計、製作、運転と操作条件の確立
 - ・分解油特性評価
 - ・パイロットプラントの設計、製作、設置 (タイ)
 - ・実証試験
 - ・民間企業対象のセミナー

(2) 北九州産業学術推進機構グループ(新バイオディーゼル合成実証実施に係る検討・支援)

- ① 研究者グループリーダー名: 北井 三正 (北九州産業学術推進機構・参与(チーフコーディネータ))
- ② 研究項目
- ・守秘義務協定や技術移転協定等の知財管理
 - ・パイロットプラント設計、設置支援

(3) KITA 環境協力センターグループ(廃食油を中心とする油脂の収集システムの調査及び検討)

- ① 研究者グループリーダー名: 永石 昌也 (KITA 環境協力センター・人材育成担当課長)
- ② 研究項目
- ・廃食油を中心とする油脂の収集システムの調査

(4) 日本工業大学グループ(新バイオディーゼル合成法の LCA 解析)

- ① 研究者グループリーダー名: 八木田 浩史 (日本工業大学・教授)
- ② 研究項目
- ・LCA 解析のベースライン調査

以上