

地球規模課題対応国際科学技術協力

(環境・エネルギー分野「低炭素社会の実現に向けた高度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 25 年度実施報告書

代表者： 朝見 賢二

公立大学法人 北九州市立大学
国際環境工学部エネルギー循環化学科・教授

<平成 22 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

触媒技術および高効率プロセスの基盤の確立については、タイ、日本両方のベンチ装置を用いて検討を行い、高品質な生成油を得るための条件探索を進めた。その結果、ワックス生成を抑制する条件を明らかにし、パイロット装置の運転に反映させることができた。また、生成油の更なる品質向上の取り組みとして 2 次処理を検討した。色調や透明度を改善し、酸価値を大幅に低減する吸着剤処理法の開発に成功し、酸価安定性を高める水素化処理法についても有効な触媒を見出した。

パイロット装置については、昨年度末からの初期運転に続き、タイ側への引渡式が実施された。運転により明らかとなった問題点を解決するための改造を数度行ったが、反政府デモ等の影響もあり当初計画よりも遅れ気味である。

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。

SATREPS 実施以前の技術であるが、平成 25 年度は国内に出願中の特許 2 件が成立するとともに、その成立した特許の権利範囲を拡大すべく 1 件の分割出願を行った。また、海外における権利化を進めるため、各国の拒絶理由通知に対応したほか、後願特許の P C T 出願について国際予備審査請求及び補正を行い、国内外への技術移転体制を強化した。更に、HiBD の品質向上に関する開発技術についての出願準備を行っている。

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

H26 年度は、プロジェクトの最終年度であり、現地での実用化へ道筋をつける活動を進める。具体的には、パイロットプラントの本格運転を行い、HiBD 油を製造する。得られた製品のディーゼル燃料としての適合性を、確立された方法で確認する必要がある。製品油をそのままあるいは2次処理して品質を高め、製品テスト（エンジンテスト、品質試験、実車テスト）に用いる。また、本バイオディーゼル製造法を広く普及させるために、現地ならびに国内において技術セミナーを開催する。さらにビジネス化へ向けてのタイ国内での原料調達法の確立や政府機関への働きかけをタイ側メンバーと共同で進める。

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検討を行った。

触媒には、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を行い、高効率な脱炭酸触媒の検討を行った。

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供給し、反応を行った。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、分解油、残渣、ガスクロマトグラフにより定量するガス成分(CO, CO₂, C₁~C₅ 炭化水素)、水の各収率によるマテリアルバランスから評価した。反応により得られた分解油は、GC-MS 及び GC-FID による成分分析、自動滴定装置による酸価およびヨウ素価の測定により生成物の評価を行った。また、触媒の状態についても、反応前後の XRD および TPD 測定により、金属の状態や触媒の有する酸強度の変化を分析した他、反応後の触媒を TG-DTA 分析により触媒に析出した炭素についての分析を行った。

③当初の計画(全体計画)に対する現在の進捗状況

【25 年度】

ベンチ装置を用いて検討を行い、高品質な生成油を得るための条件探索を進めた。その結果、ワックス生成を抑制する条件を明らかにし、パイロット装置の運転に反映させることができた。また、生成油の2次処理について検討し、色調や透明度を改善し、酸価値を大幅に低減する吸着剤処理法の開発に成功し、酸価安定性を高める水素化処理法についても有効な触媒を見出した。

パイロット装置については、昨年度末からの初期運転に続き、タイ側への引渡式が実施された。運転により明らかとなった問題点を解決ための改造を数度行ったが、反政府デモ等の影響もあり当

初計画よりも遅れ気味である。

【24 年度】

本年度の計画通りタイ向けのパイロットプラントの建設を行い、設置済みである他、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。また、北九大での研究については、反応機構について新たな知見が得られており、またベンチ装置で課題となったワックス生成について、その原因解明と抑制対策を実施した。計画全体に大きな遅れはないと考えている。

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)

【25 年度】

チュラロンコン大学より2名の研究生を受け入れ、例年より長期間(1.5ヶ月と3ヶ月)の研修を実施した。触媒調製技術、反応試験操作、解析手法の習得のみならず、研究生のみで触媒調製から運転の終了処理まで行えるよう、自立性・自主性にも配慮した。また、10月より3年間の予定で国費留学生(地球環境枠 SATREPS)1名を受け入れ、教育研究交流の促進および人的交流の構築を図っている。

【24 年度】

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

【25 年度】

- ・分割出願1件
- ・海外出願特許の権利化推進
- ・HiBD の品質向上に関する新規出願準備
- ・タイ側へのパイロットプラントの引き渡し
- ・パイロットプラントのハード面での不具合の手直し完了、本格的な実証運転の準備完了
- ・国内出願中の特許(SATREPS 開始前の発明)2件の成立

【24 年度】

- ・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) 契約書を追加作成。
- ・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。
- ・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

【25 年度】

廃食油、パーム油、ヤトロファ油等の環境保全型資源を効率的に収集し、供給することが新バイオディーゼルの開発、製造、将来の実用化に不可欠である。タイ国のバイオディーゼル油に関する「政策」、「生産」、「原料調達の妥当性」に焦点を当て調査を行う。

【24 年度】

- ・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

【25 年度】

論文調査、政府機関や企業関係者との個別面談及び工場見学などによる情報収集。

【24 年度】

- ・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

【25 年度】

当初の計画通り、油脂の収集システムの調査を実施した。調査の過程で、廃食油のみを原料とするのでは、バイオディーゼルの商用化は難しいとの見解に至り、他の原料の可能性についても検討した。

【24 年度】

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)

【25 年度】

調査結果について和文・英文報告書にまとめ、タイ側研究者と情報を共有した。

【24 年度】

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)

【25 年度】

2013 年 12 月 1 日(日)から 12 月 7 日(土)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。

【24 年度】

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

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)

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 1 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 2 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： 藤本 研一（技術協力部・部長）

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 解析実施と、従来値との比較

・商用化に向けたコスト解析

以上