

課題番号 06-020

平成 21 年度シーズ発掘試験（発掘型）研究報告書


報告日：平成 22 年 4 月 12 日

技術分野 0407


課題名：VOC 分解を目的とした金属担持中空状微粒子触媒の開発

研究期間：平成 21 年 7 月 16 日～平成 22 年 3 月 31 日

1. 担当コーディネータ

氏名（役職）	坪井 開（コーディネータ）		
所属機関名	財団法人長野県テクノ財団 善光寺バレー地域センター		
連絡先	所在地	〒380-0928 長野市若里 1-18-1 長野県工業技術総合センター（3F）	
	TEL/FAX	026-225-6650/026-225-6711	
	E-mail	tsuboi@tech.or.jp	

2. 代表研究者（代表研究者のみ記入してください。）

氏名（役職）	岡田 友彦（助教）		
所属機関名	国立大学法人信州大学工学部		
連絡先	所在地	〒380-8553 長野市若里 4-17-1	
	TEL/FAX	026-269-5414/026-269-5424	
	E-mail	tomohiko@shinshu-u.ac.jp	

3. 共同研究者（JST と委託研究契約を締結した共同研究機関の場合のみ記入してください。）

氏名（役職）			
所属機関名			
連絡先	所在地		
	TEL/FAX		
	E-mail		

4. 試験研究の結果報告

(1) 試験内容

試験内容・目的は、高活性・高効率な触媒として有望な中空状微粒子に金属を担持した触媒を、省工程で多量に製造する方法の開発である。この触媒は、内表面と外表面に触媒活性点としての金属が担持されているので、担持した金属の大部分が活性点として機能し、反応効率の飛躍的向上につながる事が期待できる。

実施内容は、中空粒子触媒の源となる金属前駆体含有の W/O エマルションを均質、安定かつ多量に生産し、その界面で中空微粒子(担体)の成分となる物質を反応させ、多量の中空微粒子触媒を得ることである。

目標は、触媒として利用するために必要十分な 10 g(従来の 20 倍程度)を一回の工程で生産することである。よって、目標値に到達するまで、調製条件(特に均質な W/O エマルションの調製)の工夫に注力して触媒生産試験を実施した。触媒の評価・触媒反応まで、本研究期間内ですべて実施した。

(2) 得られた成果

1) エマルションの大量合成: 油と触媒成分を含む水溶液(金属塩水溶液)を混合する工程であるので、大量生産を実現するには強力な攪拌場を要する。そこで、攪拌羽根による高速回転の利用、震盪など様々繰り返し試験を行ったが、結果として、高出力の超音波照射装置を用いると比較的均質な W/O エマルションが得られることがわかった。具体的には、容器は汎用のガラス製 1L ビーカーで十分調製可能であり、超音波照射時間は 5 分必要であることがわかった。

2) 中空微粒子触媒の大量合成(図1): エマルションの量産が可能となったので、中空微粒子の成分となる物質(有機シラン類)を混合したところ、エマルションの重量(体積)に対応した量の中空微粒子を調製することができた(数百 nm-1 μm の大きさの粒子に壁厚 100nm 程度)。最高収量で乾燥前 15.1g, 乾燥後(触媒として使用できる状態)の最高収量は 12.4g であった。エマルション調製時の超音波照射条件(時間, 照射位置)を適切にかえることによって、粒度分布が均一になる傾向となることもわかった。

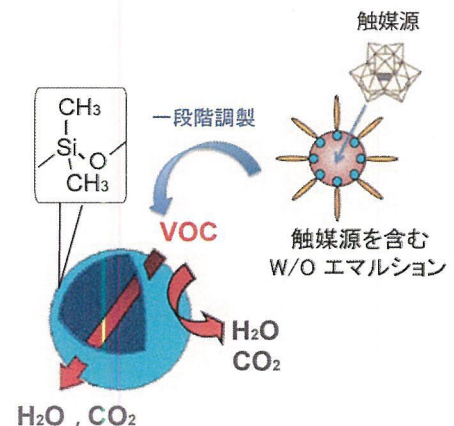


図1 触媒調製のイメージ図

<目標に対する達成状況>

当初掲げた目標は、触媒として利用するために必要十分な 10 g

(従来の 100 倍程度)を一回の工程で生産することであった。結果、本試験で、**最高 12 g の生産が可能**となり、きわめて効率よく粒子を生産できる手法を確立できた。(目標達成)

VOC 分解試験として、トルエンの酸化反応を実施した。トルエンの酸化反応に対しては、従来報告されている触媒(アルミナ担持触媒)と比較して活性が高く、100ppm のトルエンを 150-200°C程度で完全に分解できることがわかった。触媒の種類、調製後の熱処理方法によっては、酸にも溶解しない磁性粒子となることもわかり、「耐酸性磁気回収触媒担体」への応用という新たなシーズも生まれた。

<実用化への見通しについて>

大量のエマルション(触媒成分入り)生産→殻となる原料注入(殻の形成)→濾過→乾燥→触媒完成までルーチンでできる装置の開発を目指しており、上記下線部分が本試験でクリアされた。よって、原料注入部および試料取り出し部を考慮しつつ、超音波照射部、反応容器、容器回転ステージを一体とした中空粒子触媒調製ユニットを設計すれば、中空粒子触媒調製装置の心臓部がで

きる。技術的課題については、調製中に塩化水素ガスが発生するので、排気システム（出てくるガスを一旦水に通す配管）を付加する必要がある。

外部発表・特許出願等

* 今回の研究課題成果についてのみ、平成 21 年度中に掲載・発表・出願等したものをカウントしています。

項	目	数
① 発表論文	国内論文数	0
	海外論文数	0
② 口頭発表	国内発表数	0
	海外発表数	0
③ マッチングイベントへの参加（発表）	参加（発表）数	0
④ 展示会出展	出展数	0
⑤ 特許出願	国内出願数	0
	外国出願数	0
⑥ 掲載/放映 (採択記事は除く)	雑誌掲載数	0
	新聞掲載数	0
	テレビ放映数	0
⑦ 他事業への展開	採択数	1

①発表論文

該当なし

②口頭発表

該当なし

③マッチングイベントへの参加（発表）

該当なし

④展示会出展（③マッチングイベントを除く）

該当なし

⑤特許出願：(4)に記載。

⑥掲載・放映

該当なし

⑦他事業への展開

本試験中に新たに見いだされた「耐酸性磁気回収触媒の調製に関する研究」について、さらに発展・深化させるため種々の助成金に応募した結果、日本板硝子材料工学研究助成（平成 22 年度）への採択が決まった。

(3) 今後の展開

◆ 終了後 1 年以内に、本試験の結果を受けて特許出願を行う予定である。具体的な内容は次項に記載してある。

◆ 終了後 1 年にかぎらず、本結果（研究成果）の“今後の実用化に向けた活動（アクション）”について

① 本結果（研究成果）をどうしていきたいかについて

今回の試験では VOC 分解に焦点を当てて試験を実施した, その他の様々な反応にも適用できるよう, 触媒の調製実施例の数をさらに伸ばすため, 研究データ（触媒調製と活性試験）を蓄積する.

②本結果（研究成果）と企業、他の研究機関などとの関をどうしていきたいかについて

装置メーカーとの連携が必要不可欠である。本装置を製品化できる企業を探している。

③ その他“今後の実用化に向けた活動（アクション）”についてコメントしてください。

マッチングイベントに積極的に参加して, 本装置を製品化できる装置メーカー企業を探したい

◆本結果（研究成果）について、今までに、企業（研究機関）からアクションがあるか？

現在のところないので, 触媒の調製実施例の数をさらに伸ばしつつ, マッチングイベントに積極的に参加して, 本装置を製品化できる装置メーカー企業を探したい。

(4) 知的財産権について

①

* 今回の研究課題成果についてのみ、出願、出願予定のものを記載しています。

出願状況	出願予定
発明等の名称	金属担持中空粒子の量産方法の開発
出願日	未定
出願番号	未定
出願人	信州大学（予定）
発明者(所属・役職)	岡田友彦, 三島彰司

出願状況	出願予定
発明等の名称	耐酸性磁気回収触媒の開発
出願日	未定
出願番号	未定
出願人	信州大学（予定）
発明者(所属・役職)	岡田友彦, 三島彰司

②本試験の結果を受けて, 中空粒子触媒の量産に関して, 従来の技術と比較して下記の通り優位性が認められた。

	最小工程	触媒収量	担体の均質性	コスト	担体の成分
本方式	1	多(試験結果)	概ね良(試験結果)	低	有機シリカ(->VOC 分解に適)
含浸法	2	条件によって多	良	中(要含浸溶液)	シリカ等の酸化物, 有機シリカ
コアセル+含浸	3	条件によって多	良	高(要含浸溶液+芯)	シリカ等の酸化物

金属担持触媒を 1 回の工程で, 本試験で到達できた量 (10g 以上) を生産できる方法は, 本事業実施者の知る限りない。その理由は, 一旦担体を調製して触媒成分を含浸する方法である場合, 一度で処理するには担体の嵩が大きいため, 触媒の分布不均一さは避けられない。これをカバーできるのが, 本試験の方法（液-液界面で固体を析出する）の利点である。この点を特許出願（一件目）とする。

出願予定の 2 件目は「耐酸性磁気回収触媒の調製法の開発」である。コバルト前駆体を本試験で開発した方法で内包した後, 金属化処理を行い, 中空粒子（シリカ）壁を熱処理により緻密にすると, 1N の塩酸中で半年以上磁性を保つことがわかった。内外の研究例を調査しても, これだけ耐酸性を示す磁性

体は存在しない。よって、本結果を「遠心分離、ろ過など時間や手間のかかる回収法に替えて、磁石を近づけて容易に回収できる触媒」で、かつ「あらゆる液性でも安定に磁性を保つ触媒」として、特許出願を行う予定である。また、化学的に安定な磁性体は、磁気回収触媒以外にも様々な用途に応用できると考えられるので、今後は、用途を限定せず、できるだけ製造コストを抑えた方法であることを意識させながら、マッチングイベントなどを通して本シーズをアピールする。

(5) 今後のフォローアップ等について（コーディネータ記載）

◆本試験終了後、得られた研究成果を活用し、研究者と連携しながら行うシーズの“企業化に向けたフォローアップ”の活動予定について記載してください。

① 本試験終了後1年後までに行う活動（アクション）について

今後、1年間は残りの補完研究の推進をチェックし、まずは善パレラボネットの触媒技術応用研究会企業等を中心に、シーズ発表を行い、マッチング企業の掘り起こしをし製品化のフォローアップをしていきたい。

② 本試験終了後3年後までに行う活動（アクション）について

本装置を製品化できる企業を見出し、特長ある触媒製造装置の開発のフォローアップ

③本試験終了後3年後以降（長期的）に行う活動（アクション）について

製品化のフォローアップ