

令和4年度 環境省委託事業

令和4年度

脱炭素社会を支えるプラスチック等資源循環システム構築実証事業

(新規触媒プロセスによるバイオ由来樹脂原料の

効率的な工業生産技術の実証事業) 委託事業

成果報告書

令和5年3月

株式会社グリーンケミカル

令和4年度 環境省委託事業

令和4年度

脱炭素社会を支えるプラスチック等資源循環システム構築実証事業

(新規触媒プロセスによるバイオ由来樹脂原料の

効率的な工業生産技術の実証事業) 委託事業

成果報告書

令和5年3月

株式会社グリーンケミカル

1 日本語サマリー

本事業は、バイオプラスチック製造の新たなプロセスとして、豊富な資源であるグルコースから、5-ヒドロキシメチルフルフラール（HMF）（用語 1）経由でポリエチレンテレフタレート（PET）（用語 2）樹脂原料である 2,5-フランジカルボン酸（FDCA）（用語 3）を生み出す触媒プロセスを工業的に実用化する実証事業である。この実証は脱炭素社会構築に直結した事業である。

令和 3 年度の本事業開始以来、技術開発について、HMF 生産プロセスの技術的
確立（株式会社グリーンケミカル）と FDCA 生産技術開発（日興リカ株式会社）を同時並行で進めてきた。

技術開発の重点項目として、以下の課題に取り組んだ。

【HMF 触媒増産のための工業的生産方法の検討】

HMF 触媒である P-TiO₂ について、分離精製法の改良、並びに加水分解と水熱反応（用語 4）などの条件検討により、1 kg/週に増産可能な生産方式を確立した。

【FDCA 触媒の製造方法の検討】

FDCA 触媒として、β-MnO₂ 触媒及び活性化 MnO₂ 触媒について、FDCA 合成効率を確認した所、β-MnO₂ は実験器具において収率 86%、活性化 MnO₂ は

1L のラボスケール装置において収率 74%と概ね同程度であった。

また、 β -MnO₂ の量産化方法の検討を行った所、原料の過マンガン酸ナトリウムに爆発性があり量産に不向きである事が判明した。一方で、活性化 MnO₂ は、試薬及び工業用途で広く kg 単位でも市販されているため、FDCA 触媒の 1 kg/週の入手確保は容易であった。そのため、FDCA 触媒として活性化 MnO₂ として自社での製造方法の検討は不要となった。

【FDCA 一貫生産プロセスの検証】

①HMF 及び FDCA それぞれの小型試験機における原料から FDCA までの一貫生産プロセスの検証

HMF 合成プロセスについて、流通方式の小型リアクター及び濃縮装置を組み合わせた装置を構築し、触媒・吸着剤のペレット化、吸着剤成形、反応効率向上のための温度や圧力などの最適な反応条件を検討し、ラボスケール装置を構築した。

②FDCA 小型リアクターにおける生産プロセスの検討

FDCA 合成プロセスについて、副生物の抑制及び反応時間の短縮を図るため、FDCA 小型リアクターを用いて、重曹法及びアンモニア法による合成方法の比較検討、及び温度・圧力や原料濃度などの反応条件の最適化を行った。その結果、

FDCAの純度は、重曹法で約99%であったのに対して、アンモニア法では約14%であったため、副生物が少ない重曹法を採用した小型リアクターを構築した。

③HMF・FDCA 一貫生産装置の検討

HMF 小型リアクターと FDCA 小型リアクターを連続して運転できる、FDCAの一貫生産装置の容器形式及び容量等の仕様を検討し、概要設計図を作成した。

④HMF 及び FDCA それぞれのサンプル評価

試作装置で合成された HMF 及び FDCA のサンプルの品質について、クロマトグラフ等を用いて分析評価を行った。

HMF 合成において、実験室で純度 96%、単離収率 90%超を、さらには小型リアクターで回収率 40%を達成した。

FDCA 合成において、生産性向上のため高濃度 HMF 原料を用いて回収率 74%、純度 97～99%を達成した。

【LCA の検証・評価】

ラボスケール装置のフォアグラウンドデータ及びバックグラウンドデータを基に、PET フィルム・シート・ボトルを PEF に代替した場合の CO₂ 排出量の削減効果を定量的に検証・評価した。スケールアップ時に加熱等における投入エネルギーの効率化が前提となるが、フィルム・シート・ボトル 100t あたり、そ

れぞれ 62kg、64kg、6kg の CO2 排出削減効果が期待出来る。

【バイオ糖原料の実験評価】

複数のバイオ糖原料候補のサンプルを入手し、HMF 合成に適した規格であるかを HMF 合成試験により評価を行った。パルプ糖及び副生成物糖において HMF の合成に成功した。候補の中で安定供給が可能なパルプ糖でスケールアップを検討する事とした。

2 Summary

This demonstration project was conducted to commercialize a catalytic process to produce 2,5-Furandicarboxylic Acid (FDCA), a raw material for polyethylenefuranoate (PEF) resin, from glucose, an abundant resource, via hydroxymethylfurfural (HMF) as a new bioplastic production process. This demonstration project is directly related to the construction of a decarbonized society.

Since the start of this project in FY2021, a system in which the HMF production process (Green Chemical Co., Ltd.) and FDCA production technology (Nikko Rica Corporation) were simultaneously developed.

The following goals were set as priority targets for technological development.

Study of industrial production methods to increase production of HMF catalysts

We established a production method for P-TiO₂, a catalyst for HMF synthesis, that can increase production to 1 kg/week by improving the separation and purification methods and examining conditions for the hydrolysis and hydrothermal reactions.

Examination of FDCA catalyst production method

The FDCA synthesis efficiency was confirmed for β -MnO₂ and activated MnO₂ catalysts as FDCA catalysts. The yields of β -MnO₂ and activated MnO₂ were approximately the same, 86% and 74% in experimental and 1 L lab-scale apparatuses, respectively.

In addition, when a method for the mass production of β -MnO₂ was examined, it was found that the raw material, sodium permanganate, was explosive and unsuitable for mass production. On the other hand, because activated MnO₂ is abundantly (in kg) available for commercial reagent and industrial use, it was easy to secure 1 kg/week of the FDCA catalyst. Therefore, the need for using an in-house production method for activated MnO₂ as an FDCA catalyst could

be bypassed.

Verification of FDCA integrated production process

(1) Verification of the integrated production process from raw materials to FDCA in a small testing machine for HMF and FDCA, respectively.

For the HMF synthesis process, we constructed a small distribution-type reactor and a concentrator in combination; examined the optimal reaction conditions such as catalyst and adsorbent pelletization, adsorbent formation, and temperature and pressure to improve reaction efficiency; and constructed a lab-scale device.

(2) Examination of the production process in a small FDCA reactor

To suppress the byproducts and shorten the reaction time for the FDCA synthesis process, we conducted a comparative study of synthesis methods using sodium bicarbonate and ammonia, and optimized the reaction conditions such as temperature, pressure, and raw material concentration using an FDCA compact reactor. The purity of FDCA was approximately 99% with the sodium bicarbonate method and approximately 14% with the ammonia method; therefore, we constructed a small reactor employing the sodium bicarbonate method, which produces fewer byproducts.

(3) Study of integrated HMF and FDCA production equipment

We studied the specifications of an integrated FDCA production system that can continuously operate HMF and FDCA small reactors, including the vessel type and capacity, and prepared an outline design drawing.

(4) Evaluation of HMF and FDCA samples

The quality of the HMF and FDCA samples synthesized using the prototype equipment was analyzed and evaluated using chromatography.

For the HMF synthesis, a purity of 96% and an isolation yield of over 90% were achieved in the laboratory, and a recovery rate of 40% was achieved in a small reactor.

In the FDCA synthesis, 74% recovery and 97–99% purity were achieved using a high-concentration HMF feedstock to improve productivity.

Verification and evaluation of LCA

Based on foreground and background data from the lab-scale equipment, we quantitatively verified and evaluated the CO₂ emission reduction effect when PET films, sheets, and bottles were replaced with PEF. Although it is assumed that heat input will be made more energy efficient during scale-up, CO₂ emission reductions of 62, 64, and 6 kg per 100 tons of film, sheet, and bottle, respectively, can be expected.

Experimental evaluation of biomass-derived glucose samples

We obtained several biomass-derived glucose samples and evaluated their suitability for HMF synthesis. HMF was successfully synthesized from pulp and byproduct sugars. Considering the stable supply of sugar pulp, we decided to consider its scale-up.

3. 目次

1	日本語サマリー	2
2	Summary.....	6
3.	目次.....	9
4	事業の概要	12
4.1	事業の背景	12
4.2	事業の目的	13
4.3	事業概要	14
4.4	実施体制	16
5.	事業の計画	17
5.1	解決すべき技術的課題	17
5.2	採択時の技術の状況及び本年度の目標	21
5.3	スケジュール	22
6.	事業の実施内容	23
6.1	HMF 触媒及び FDCA 触媒の製造検討	23
6.1.1	HMF 触媒増産のための工業的生産方法の検討	23
6.1.2	FDCA 触媒の製造方法の検討	27
6.2	FDCA 一貫生産プロセスの検証	29
6.2.1	HMF 及び FDCA それぞれの小型試験機における原料から FDCA までの一貫生産プロセスの検証	29
6.2.2	FDCA 小型リアクターにおける生産プロセスの検討	48
6.2.3	HMF・FDCA 一貫生産装置の検討	85
6.2.3-1	一貫生産装置の概要設計	85
6.2.3-2	パルプ糖由来 HMF からの FDCA 合成検討	86
6.2.4	HMF 及び FDCA それぞれのサンプル評価	90
6.3	LCA の検証・評価	97
6.3.1	実施目的	97

6.3.2 評価対象製品とベースライン	98
6.3.3 機能単位	98
6.3.4 システム境界	99
6.3.5 地理的条件.....	103
6.3.6 影響領域	103
6.3.7 バックグラウンドデータ	103
6.3.8 評価対象製品に関わる算定条件と GHG 排出量	104
6.3.8-1 原料輸送 A	104
6.3.8-2 原料調達.....	104
6.3.8-3 原料輸送 B	104
6.3.8-4 HMF 製造	105
6.3.8-5 HMF 輸送	105
6.3.8-6 FDCA 製造	105
6.3.8-7 FDCA 輸送	106
6.3.8-8 バイオ EG 製造	106
6.3.8-9 PEF 製造.....	107
6.3.8-10 フィルム、シート、ボトル製造.....	107
6.3.8-11 PEF 製品の廃棄処理	108
6.3.8-11-1 PEF フィルムと PEF シートの廃棄処理.....	108
6.3.8-11-2 PEF ボトルの廃棄処理.....	110
6.3.8-12 評価対象製品の GHG 排出量	112
6.3.9 ベースラインに関わる算定条件と GHG 排出量	115
6.3.9-1 原料調達～PET 樹脂製造	115
6.3.9-2 PET 樹脂の輸送	115
6.3.9-3 フィルム、シート、ボトルの製造	115
6.3.9-4 PET 製品の廃棄処理.....	116
6.3.9-4-1 PET フィルムと PET シートの廃棄処理.....	116
6.3.9-4-2 PET ボトルの廃棄処理	116

6.3.10 GHG 排出削減効果と開発目標.....	118
6.3.11 参考資料	121
6.3.12 計算表.....	122
6.3.13 付属資料	139
6.4 バイオ糖原料の市場調査及び実験評価	149
6.4.1 副生成バイオ糖の入手及び実験評価	149
6.4.2 パルプ糖の入手及び実験評価	152
6.4.3 もみ殻糖の入手及び実験評価	153
6.5 PEF 樹脂への適合性.....	155
6.6 取り組みスケジュールの実績	158
6.7 共同実施者等との打合せ	160
7. 事業実施の成果と課題	162
7.1 事業の成果と課題（まとめ）	162
7.2 事業化へ向けての課題と令和 5 度における取り組み	165
8. 令和 5 年度の課題	166
8.1 当初より計画していた課題.....	166
8.2 新たに見出された課題	168
9. 用語説明.....	170

4 事業の概要

4.1 事業の背景

プラスチックごみの問題から、バイオプラスチックへの転換ニーズが高まり、再生可能資源由来プラスチックを持続生産することが世界の急務となっている。様々な取り組みが世界的に進められているが、ポリエチレンテレフタレート (PET) (用語5) 樹脂に代表される大量供給の簡易容器を代替する樹脂製品の製造は100 t レベルの試験生産段階にとどまっている。非可食バイオ原料確保、効率的な生産技術ともにグローバルな解決ができていない。

再生可能資源からの PEF 樹脂には原料 FDCA が必要だが、従来はメトキシメチルフルフラール (MMF) (用語 6) という化学品を酸化して FDCA を製造している。MMF のコストと供給量が制約となり FDCA もバイオプラスチック需要に対応できていない。

これに対して、パルプやもみ殻などから容易に生産できる糖 (アルドヘキソース) を原料として HMF を効率的に量産できるプロセスと HMF を酸化して FDCA を安価に製造するプロセスが東工大開発の新規触媒により可能となった。

この開発により世界中で容易に入手できる幅広い原料から低コストで FDCA 製造が可能となり、PEF 樹脂の供給が容易になる。

4.2 事業の目的

本事業の目的は、非可食バイオ資源から社会的ニーズのあるバイオプラスチックを低コストで潤沢に供給できるようにすることである。

具体的な研究開発の目標は、パルプ・籾殻等の未利用バイオ資源由来の糖を使った高付加価値戦略化学資源「ヒドロキシメチルフルフラール(HMF)」及び HMF を原料とした「2,5-フランジカルボン酸(FDCA)」の製造を実用化することにより、世界で広く使われている樹脂製品を化石資源の使用を抑えたバイオ樹脂製品に置換えて持続的に製造供給することにある。豊富に存在するバイオ糖を原料とするので、FDCA から製造する PEF 樹脂は安定した供給ができ、ボトル容器や食品包装材を含めた様々な用途が期待できる。これにより、CO₂ 排出量の低減に大きく貢献できると考える。

4.3 事業概要

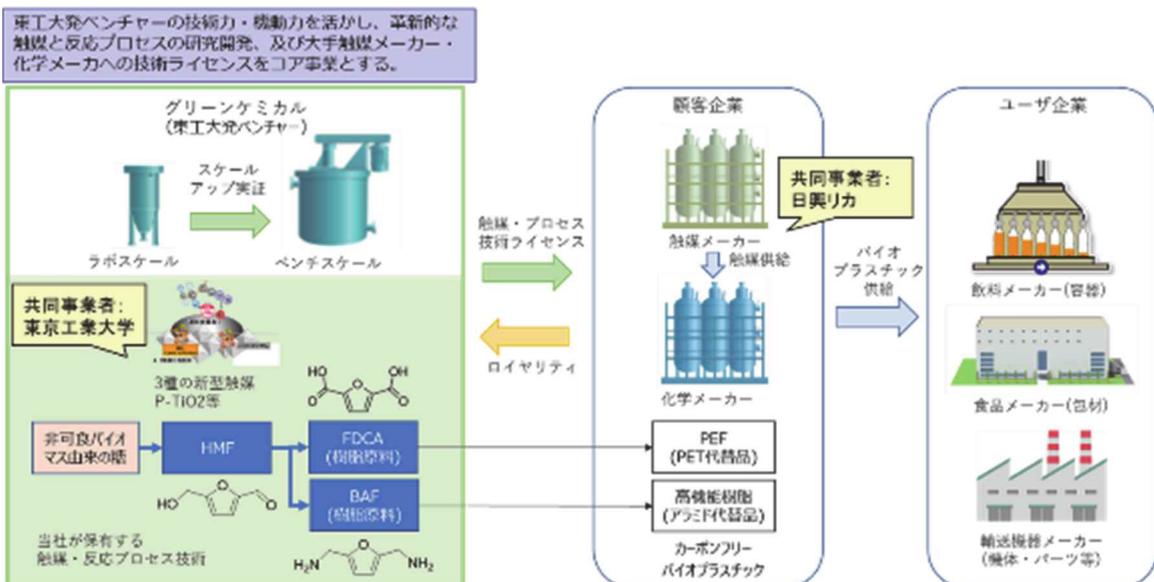
本事業では、東京工業大学発ベンチャーの株式会社グリーンケミカルが、東京工業大学から HMF 及び FDCA を合成するための触媒・反応プロセスに関するライセンスを受け、ラボスケールからベンチスケールまでの試作機的设计・開発、及び条件の最適化を行う。その後、化学メーカー等との連携により、ベンチスケールで HMF・FDCA を生産し、将来の PEF 樹脂の合成、食品メーカーへの PEF 容器の供給に向けた実証試験を行う（図 1）。

図 1. 本事業の概要

◆事業内容

- ・新規素材に関する触媒と反応プロセスの開発及びライセンス:FDCA・BAF(バイオプラスチック)、HMF(医薬・食品)
- ・新規触媒に関する生産方法の開発及びライセンス:P-TiO₂(糖→HMF触媒)、活性化MnO₂(HMF→FDCA触媒)
- ・生産物の販売:HMF(医薬・食品)
- ・生産設備に関する設計・コンサルティング

◆事業スキーム・パートナー企業



本事業及びその終了後に目標とする PEF の価格（表 1）、用途及び供給量（表

2) を以下に示す。

表 1. 目標とする価格及び供給量

代替対象素材(化石由来素材)		代替素材			目標達成に向けた取組
名称	価格(円/kg)	名称	現状の価格(円/kg)	価格低減目標(円/kg)	
テレフタル酸	55~95円/kg	FDCA	10,000~50,000円/kg	300~500円/kg	反応収率の向上
PET	140~180円/kg	PEF	10,000~50,000円/kg	300~500円/kg	生産体制の拡充

- 原料コストの低減：未利用バイオマス原料の現地への工場立地が合理的、簡素なプラント構成がキー
- 製造コストの低減：触媒の再利用回数増と再生可能がポイント

表 2. PEF の用途及び供給量

① 想定される用途、製品、販売先

用途・製品	販売先(想定)
フィルム、シート、ボトル (高いガスバリア性等が売り)	ポリマー重合メーカーを通じて、 食品容器メーカー・食品/飲料/化粧品メーカーに販売

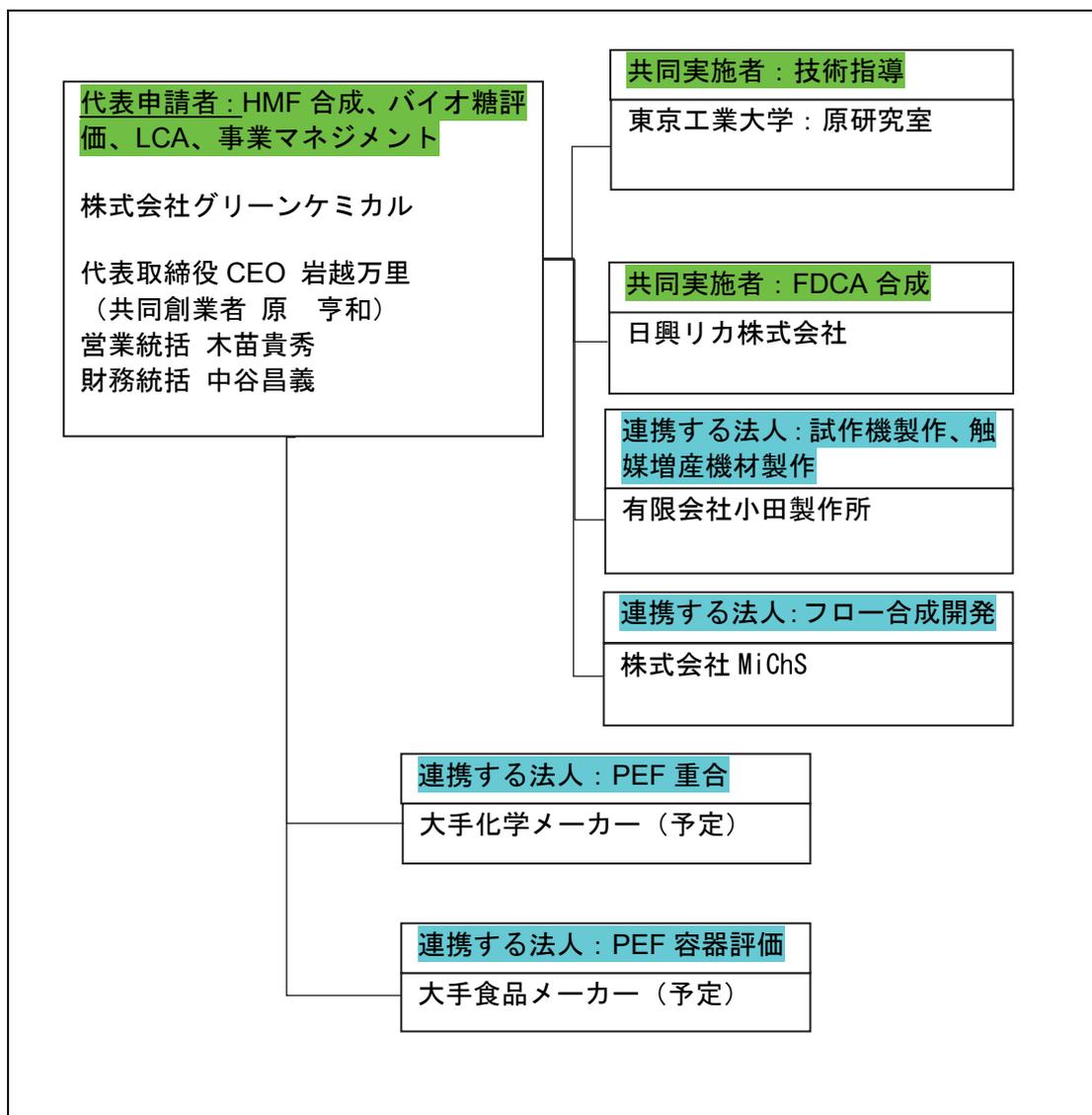
② 製品の市場規模と代替素材の調達可能量、調達ルート

	実証終了時	2025年	2030年
製品の市場規模とその根拠	PETボトル販売量 60万t/2019 (ペットボトルリサイクル推進協議会)	PET 57万t PEF 3万t	PET 50万t PEF 10万t
代替素材調達可能量	1~20t	3万t	10万t
代替素材調達ルート	パルプ糖・副生成糖 ⇒ FDCA メーカー ⇒ PEF重合メーカー ⇒ 容器メーカー	農業地域・紙パルプからのバイ オ原料調達が増加	バイオ糖の供給体制が整う

4.4 実施体制

本事業の実施体制を以下に示す。代表申請者を株式会社グリーンケミカル（以下、グリーンケミカル）、共同実施者を東京工業大学及び日興リカ株式会社（以下、日興リカ）、連携法人として有限会社小田製作所に加えて、大手化学メーカー及び食品メーカーとの連携も予定している（図2）。

図 2. 本事業の実施体制



5. 事業の計画

5.1 解決すべき技術的課題

【HMF触媒及びFDCA触媒の製造検討】

①HMF触媒増産のための工業的生産方法の検討

令和3年度において、HMF触媒であるP-TiO₂の調製量を100 g/週からスケールアップ可能とする生産方法を見出した。

引き続き今年度は、HMF触媒について、分離精製法の改良、並びに加水分解と水熱反応などの条件検討により、令和3年度に検証した生産方法をスケールアップし、1kg/週に増産可能な生産方式を確立する。

②FDCA触媒の製造方法の検討

HMFをラジカル酸化してFDCAを合成するβ-MnO₂及び他のMnO₂触媒について、FDCA合成効率を確認する。

β-MnO₂については中間原料であるMnO₂層状酸化物前駆体の合成と量産化方法を中心に検討を行う。

他のMnO₂触媒は候補を探索し、効率を確認すること。FDCA触媒のラボ内製造プロセスと規格及び1 kg/週を目標に量産化に向けた製造方法を検討する。

【FDCA一貫生産プロセスの検証】

①HMF及びFDCAそれぞれの小型試作機における原料からFDCAまでの一貫生産プロセスの検証

令和3年度において、開発したHMF触媒により水溶液中のグルコースを脱水し選択的にHMFに変換する反応プロセス及びラボスケールの反応装置を開発した。

昨年度の成果を引継ぎ、今年度はグルコース脱水反応（触媒）及び成果物HMFの回収（吸着剤、溶媒抽出、分離回収）について小型リアクターを用いた実験を実施し、触媒ペレット化、吸着剤成形、反応効率向上のための温度や圧力などの工程品質維持、反応方式として流通法の要素を最適化する検討を行う。

FDCAの小型リアクター仕様については、日興リカと協議の上で検討する。

②FDCA小型リアクターにおける生産プロセスの検討

副生物の抑制及び反応時間の短縮を図るため、重曹法及びアンモニア法による合成方法の比較検討を行う。具体的にはFDCA小型リアクターを用いて、HMFからFDCAの重曹法又はアンモニア法を用いた酸化反応による合成の実験を行い、温度・圧力や原料濃度などの反応条件の最適化を行う。

③HMF・FDCA一貫生産装置の検討

HMF試験機とFDCA小型リアクターを連続して運転できるように、日興リカと一貫体制に必要なHMF品質や容器形式さらに容量などの仕様を検討する。

④HMF及びFDCAそれぞれのサンプル評価

それぞれの試作機で合成されたHMF及びFDCAサンプルの品質のクロマトグラフなどによる分析及び評価を行う。

FDCAサンプルは、PEF樹脂メーカーの協力を得てPEF樹脂の品質に影響を及ぼす要素を確認する。

【LCAの評価】

プラスチック原料を化石資源由来から本事業で技術開発するバイオマス由来に変更した場合のライフサイクルを考慮したCO2排出量の削減効果を定量的に検証・評価する。本事業のバイオマス由来プラスチック製造に関し、CO2排出量のさらなる削減に向けた検討に資するため、原料糖から中間製品HMF・FDCAに至る各プロセスについてフォアグラウンドデータの確認を行いLCAの評価を行う。

【バイオ糖原料の実験評価】

令和3年度において、バイオ糖原料の産地の偏在や季節変動への対応に備え、実際の原料所在分布と供給可能量の調査を実施した。

今年度は、昨年度の調査結果を基に、将来的な量産を踏まえて安定供給が可能な複数のバイオ糖原料の候補について検討を行う。また、実際のバイオ糖サンプ

ルを入手し、HMF合成に適した規格であるかをHMF合成試験に用いることで評価を行う。バイオ糖原料候補として、もみ殻糖については、もみ殻在庫を安定貯蔵している秋田県と協議を行う。

5.2 採択時の技術の状況及び本年度の目標

項目	採択時の技術の状況	本年度の目標
全体目標	<ul style="list-style-type: none"> ・ラボスケールの触媒調整 ・ラボスケールのHMF・FDCAの合成 	<ul style="list-style-type: none"> ・HMF触媒・FDCA触媒の製造方法（1 kg/週）の検討 ・試作機における糖からHMFを介したHDCAまでの一貫生産プロセスの検討
HMF触媒及びFDCA触媒の製造検討	<ul style="list-style-type: none"> ・HMF触媒の増産方法の検討 ・FDCA触媒の製造方法の検討 	<ul style="list-style-type: none"> ・HMF触媒の工業的製造方法（1 kg/週）の検討 ・FDCA触媒（1 kg/週）の製造方法の検討
FDCA一貫生産プロセスの検証	<ul style="list-style-type: none"> ・ラボスケールの糖からHMFの合成 ・ラボスケールのHMFからFDCAの合成 	<ul style="list-style-type: none"> ・試作機における糖からHMFの合成 ・試作機におけるHMFからFDCAの合成 ・HMF純度95%以上、収率90%以上、及びFDCA収率80%以上の検討
LCAの検証・評価	<ul style="list-style-type: none"> ・PETをPEFに代替した際の合成工程を中心としたCO₂削減量の概算 	<ul style="list-style-type: none"> ・PETをPEFに代替した際のLCAの検証・評価
バイオ糖原料に関する市場調査	<ul style="list-style-type: none"> ・商社よりバイオ糖サンプルの規格・提供可能量の情報を入手済み 	<ul style="list-style-type: none"> ・入手可能なバイオ糖の量・品質の評価 ・バイオ糖からのHMF合成法の検討

5.3 スケジュール

本事業における、作業項目及びその計画を示す（表3）。

表3. 作業計画

番号	業務内容	実施月																
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3					
1	関係者間の連携	予定																
2	HMF触媒増産のための工業的生産方法の検討	予定																
3	FDCA触媒の製造方法の検討	予定																
4	HMF及びFDCAそれぞれの小型試作機における検証	予定																
5	FDCA小型リアクターにおける生産プロセスの検討	予定																
6	HMF・FDCA一貫生産装置の検討	予定																
7	HMF及びFDCAそれぞれのサンプル評価	予定																
8	LCAの評価	予定																
9	バイオ糖原料の実験評価	予定																
10	現地視察会及び検討会の開催	予定																
11	完了報告書の作成	予定																

6. 事業の実施内容

6.1 HMF 触媒及び FDCA 触媒の製造検討

6.1.1 HMF 触媒増産のための工業的生産方法の検討

- 触媒の増産検討

プロジェクト開始時の P-TiO₂ 触媒調製では 300ml ナスフラスコ (写真 1) を容器として小型のラボ用恒温槽および濾過装置 (写真 2) を用いているので 100 g/週が限界であった。一方、今後の「HMF 製造プロセスの実証開発」試験では kg オーダーの P-TiO₂ 触媒—活性炭ペレットが必要となる。従って、P-TiO₂ 触媒調製を週 1kg 以上へスケールアップする必要がある。1 kg/週を目指すために、原料および製法の見直しを検討した。

現行作業の流れを変えずに作業効率を向上させる改善案であれば、教育期間も不要で直ちに着手できるので最初に検討した。

300ml ナスフラスコを 500ml、1L と次第に大型化し、完成した触媒の触媒性能を確認しつつ進めた。スターラーを 2 台並列化し生産量を倍増した。

対策検討の結果、複数の 2L 容器の活用 (写真 3) と大型の恒温槽 (写真 4) をフルに活用すれば 1Kg/週の増産は可能であると分かった。

また、反応後に結晶を取り出すための濾過作業がかなりの時間を消費している。濾過作業も高速遠心機 (写真 5) を活用すれば濾過作業と同様の成果が得られると判明し直ちに実施した。濾過により水分を吸引して除いた品物を得るが、

高速遠心機でも水相と固相に分離できるので同様の成果となる。

さらに今年度は、前回検討の触媒製造プロセスの滷過分離工程を装置フローシステムに作り込んだ小型自動機を検討し設計した（秘密情報のため記載せず）。滷過作業は写真2の漏斗内に敷いたろ紙から脱水物を剥がして回収する手作業である。この滷過作業を6回繰り返す。これら脱水と回収作業を順番に切り換え実行する無人システムを設計した。

この装置により移し替えなどの人的作業が省力化され生産効率は向上する。また、これを大型化することでtレベルまでの触媒製造が可能となる。

写真 1. 従来の触媒調整法で使用したナスフラスコ（300ml）



写真 2. 従来の触媒調整法で使した汙過鍾（左）と真空ポンプ（右）



写真 3. 触媒調整量を拡大するための 2L 容器



写真 4. 触媒製造用の 400L 大型恒温槽



写真 5. 高速遠心機 : 500ml テフロンボトル×6 本で高速遠心

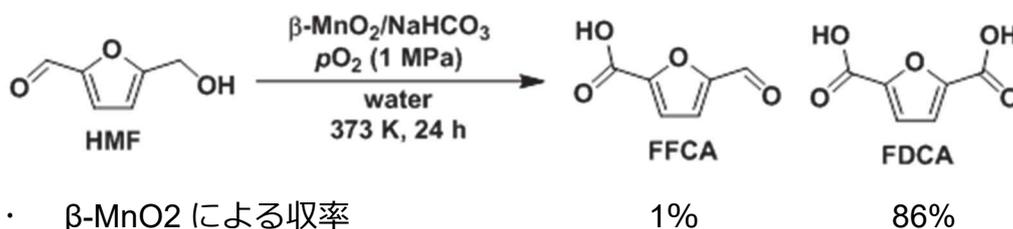


6.1.2 FDCA 触媒の製造方法の検討

FDCA 触媒として、 β -MnO₂ 又は活性化 MnO₂ 等を用いる事を選択肢としており、これらの FDCA 反応効率及び製造方法の検討を行った。

β -MnO₂ は、実験器具を用いた FDCA 合成プロセスにおいて、86%の収率が得られており（図 3）。効率的な反応を可能とするが、原料に過マンガン酸ナトリウムを使用することから、触媒調整時に爆発の可能性があるため、弊社ラボの施設や技術レベルでは安全に製造することに懸念が出た。過マンガン酸ナトリウムは第 1 類危険物（酸化性固体）に属する強酸化性を有する化学物質で、加熱により酸素を発生、硫酸を加えると爆発する等の危険性がある。取扱いや保管には消防法の規制がある。危険物取扱者の資格が必要。大学ラボにおいても特定のスタッフのみ取り扱っており、グリーンケミカル社スタッフは使用できず、 β -MnO₂ 開発を断念した。

図 3. β -MnO₂ による FDCA 収率



そこで、東京工業大学原教授ご指導の下、酸化触媒として β -MnO₂ と類似

の性質を有すると考えられ、かつ市販されているため独自に作成する必要が無く、安全に使用可能である活性化 MnO₂ を推奨頂き、購入し試用することとした。β-MnO₂ は市販されていない新規物質だが、活性化 MnO₂ は試薬として販売されている。活性化 MnO₂ の製法でも過マンガン酸カリウム (=爆薬成分) を用いるので自社で調整するよりも市販品を購入する方が安全であると判断した。

その結果、500ml のラボスケール装置において、活性化 MnO₂ を用いた HMF の酸化に成功した。活性化 MnO₂ 触媒における FDCA の収率は最大 74%まで達しており、β-MnO₂ 触媒と同等レベルで FDCA を合成する事ができたため(6.2.2 参照)、安全性及び触媒性能より総合的に判断し、活性化 MnO₂ を選択した。

また、活性化 MnO₂ を FDCA 触媒とする事で、国内でも 10 社以上のメーカーが試薬及び工業用途で販売しており、試薬においてもメルク社等で 12Kg のロットサイズでも販売されているなど量的な確保については、一般的な市販品であることから供給に問題はないと判断されたため、自社での製造方法の検討は不要となった。

実用化検討を進めるための FDCA 触媒の選定により、HMF を酸化して FDCA を合成することに成功したため、本事業では活性化 MnO₂ を FDCA 触媒として活用する事とした。今後、設備やオペレーターの高度化により、β-MnO₂ を FDCA 触媒として活用するチャレンジに期待したい。

6.2 FDCA 一貫生産プロセスの検証

6.2.1 HMF 及び FDCA それぞれの小型試験機における原料から FDCA までの一貫生産プロセスの検証

グルコース脱水反応（触媒）及び成果物 HMF の回収（吸着剤、溶媒抽出、分離回収）について小型リアクターを用いた実験を実施し、触媒ペレット化、吸着剤成形、反応効率向上のための温度や圧力などの工程品質維持、反応方式として流通法などの要素を最適化する検討を行った。

- 触媒のペレット化

昨年度の試行で触媒のペレット化はペレタイザーを使用して打錠し、成型に成功した（写真 6、7、8）。

ペレット化触媒での反応にあたり、スターラーと接触しない様に宙吊りとし、タブレットの設置方法の検討を行った。

しかしながら、ペレット形状の触媒による反応試験では、触媒の原料グルコースとの接触面積に限られるため、大量のペレットが必要になり、また、リアクター容積との効率が上がらなかった（写真9）。

写真 6. プレス機による成形の試み

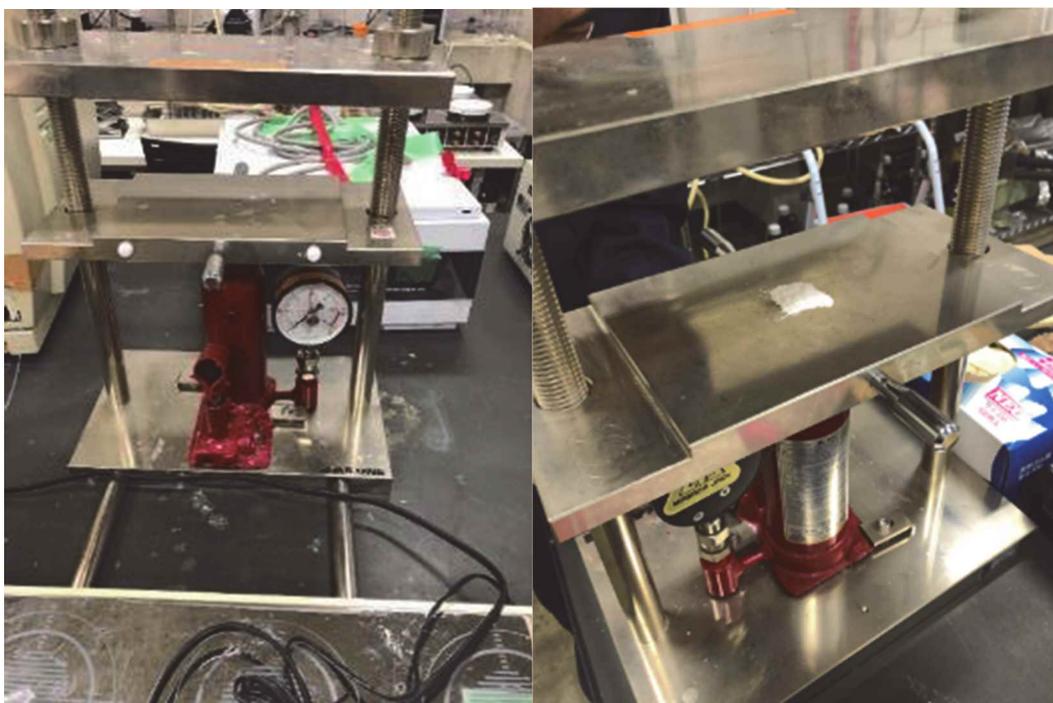


写真 7. タブレットの試作



写真 8. ペレット化した触媒



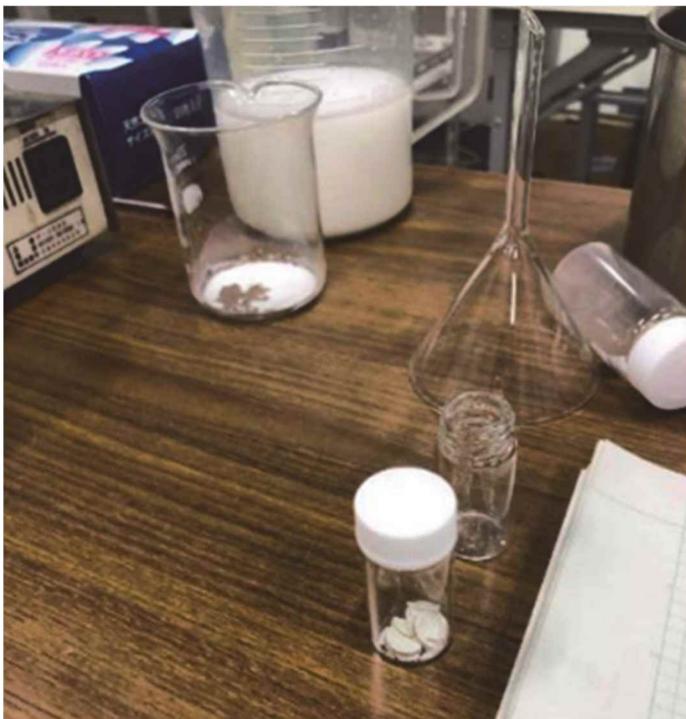
写真 9. ペレット化触媒の配置：縦置き（左）、横重ね（中央）、斜め置き（右）



また、ペレット化触媒は、使用中に割れてしまうケースが散見された（写真 10）。粉末が流路に入るなどタブレット形状だと使用しづらく、寿命が短いとい

った課題が見られた。

写真 10. 破損したペレット化触媒



また、ペレットも使用回数に応じてフミンが付着して活性が落ち、また脆くなって崩壊もするため、本プロセスでの活用には改善の余地があり、十分な反応効率が得られなかった。

そのため、触媒はペレット形状とは異なる形状での検討を進める事とした。

- 粉体触媒での製造法検討

最初にペレットを用いずに粉体触媒をそのまま使用できないか試した。試験機の一部も粉体触媒用に改造した（写真 11）。

写真 11. 粉体触媒を用いた試作機



しかしながら、原料液と微粉の触媒の混合液が乳液状となり、プロセス内を循環し経路各所や吸着剤にも乳液が付着した（写真 12）。

この経験からリアクターには触媒成形品を使用することとした。

写真 12. 原料液と微粉触媒の漏出



● ペレットの製造法検討

開発当初のアイデアとして、P-TiO₂触媒—活性炭の混合ペレットの使用を想定していたが、触媒メーカーおよび活性炭メーカーに問い合わせたところ、触媒をシリコン系あるいはテフロン系で結着することは一般的だが、触媒の物性により適不適があるとの回答を得た。また、結着剤による比表面積の減少にも注意が必要とアドバイスを得た。

活性炭に関しては、成形は堅さや有り姿が千差万別であり気体用液体用の区別もある。100℃を超える原料液が通過するので、細かく粉体化して墨汁のようになってしまうものもあった。

【触媒のみのペレット作成】

①高圧ペレタイザーによるペレット作成

結果として、触媒能力は粉体と比較して1/3程度に低下していることが判明。また、タブレット相互の密着、タブレットの崩壊や溶出などが確認された。評価としては、圧力のみでの成形は長期使用に難ありとなった。

②結着剤によるペレット作成

市販の耐熱接着剤各種を用い成形を試みた。触媒粉末が微小（直径約20μm）のため、確実な結着を追求すると触媒表面を結着剤が覆ってしまった。結着剤を

薄く延ばす試作方法をさらに検討する必要がある。

③外部へのペレット作成依頼

セラミックメーカー、触媒成形メーカーなどに触媒サンプルを提供し、成形を依頼。試作品はやはり機能が1/3程度であった。

また、結着時の焼結温度が400℃以上とのことで、当方触媒の機能が失われた可能性がある。

● リアクターの形状に合わせた触媒の形状検討（小型リアクター）

本来の粉体のままで使えなかった理由は、固定床化できない＝原料液の流れに載ってカラムから流出してしまう点にあった。

これはカラムのフィルターを微細な網目状のものが見つかったので、それをカラム両端に装着し、流出問題を解決できた（写真 13）。

写真 13. ペレット化触媒(左)及びフィルター内に封入したペレット化触媒(右)

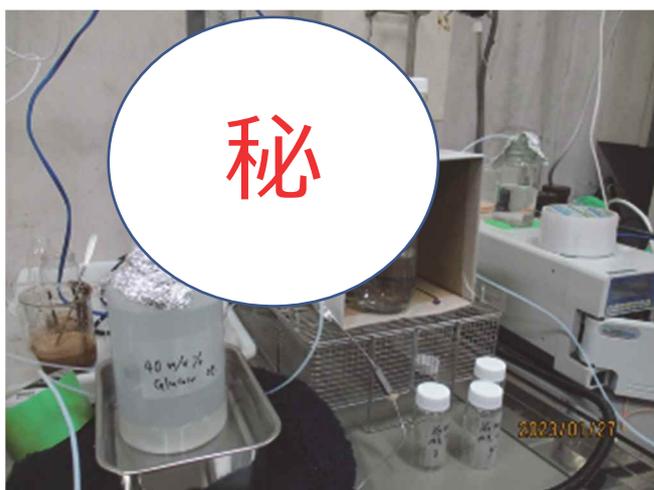


また、小型リアクター内は、細い空間のため、ペレットなどを試したが、接触面積不足が見られて反応効率は、想定した程は向上しなかった。

そこで、フィルターを探索したところ、 $2\mu\text{m}$ のものが見つかり、粉体のままで漏れないことを確認できたため、粉体をフィルターに封入し、使用する事とした

(写真 14)。効果として、結着剤無しで原料と直接接触するので、反応効率もポトル並みとなった。

写真 14. 小型リアクターでの粉体触媒の利用



- リアクターの形状に合わせた触媒の形状検討（大型リアクター）

リアクター部が $\phi 60$ の大型リアクターでは、小型リアクターと同等の網目の細かさのフィルターが見つからなかったため、胴体部にピッタリはまる触媒成形品を開発し装填した（写真 15）。

原料液の流通を阻害しないので圧力増加も無く、順調に運転出来ている（写真

16) 。

写真 15. 大型リアクター部 $\phi 60$ への触媒成形品の充填

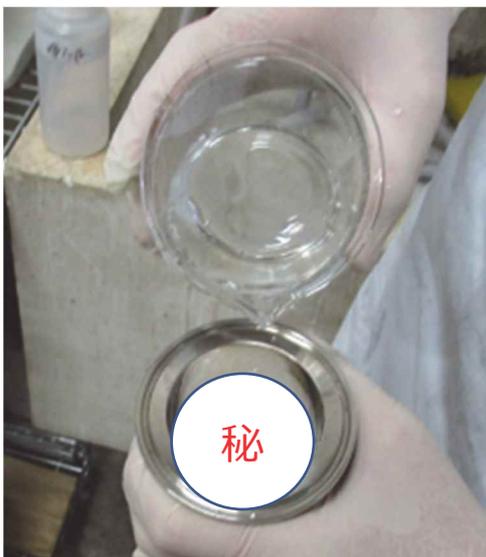


写真 16. 継時的に分画した HMF 反応液



- 反応後の HMF をリアクター外で吸着する新方式の検討

触媒に近接して吸着剤を配置することがベストだが、その吸着剤から HMF を分離回収する作業は触媒付着物除去などの作業と相容れないことが判明してきた。そのため、反応と吸着分離とを分けるプロセスを開発することになった。

これまでのような耐圧ボトルでのバッチ反応から、フローシステムで反応液が流れてくるので、吸着をリアクター外で別途行うことができるようになったことも誘因である。

HMFは酸素に触れると変成し純度が低下するため、直接空気と触れない様に酸素遮断するために窒素を用いた（写真 17、18）。また、冷熱供給機に装填し、冷却器を循環しメタノール蒸気を冷却液化した（写真 19）。

写真 17. 反応中及び生成後の酸素遮断に用いる窒素ボンベ



写真 18. ボンベから必要量ずつの窒素を供給するためのボンベ圧力調整器



写真 19. 冷却器用冷媒ナイブライン



- 触媒の劣化と再生

触媒は反応回数を重ねるごとに表面に副生成物が付着し活性が低下する。この褐色物質は弱塩基液体で除去できることを原先生からご指導頂いたため、実際の使用済み触媒で試した（写真 20、21、22）

写真 20. 使用後の回収触媒：反応により黄みが付いている。



写真 21. フミンが蓄積した触媒（左）、除去後の触媒（右）

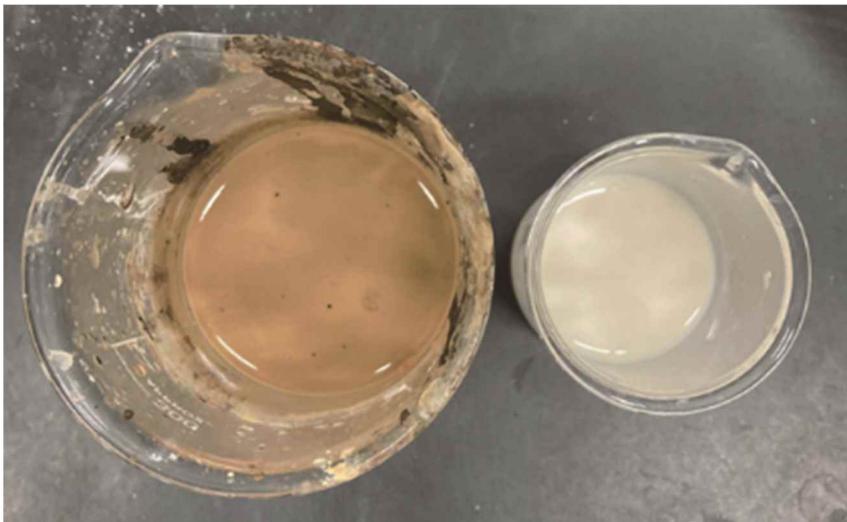


写真 22. 使用前の触媒（左）、フミンが付着した触媒（左から 2 番目）、除去テストを行った触媒（右及び右から 2 番目）。



- 吸着剤の成形

吸着剤を成形する目的は、リアクター内に触媒と吸着剤の混合ペレットを充填するためであったが、材質面から、触媒と活性炭の混合ペレットが難しくなったため、触媒と吸着剤は別個に成形を追求することとした。

活性炭の場合は粒度選定の問題となるが、反応液の流れを阻害せずに反応液が必ず活性炭と接触し生成 HMF を吸着できるよう吸着容器内に充填していなければならない。全面的かつ均一な流れの確保が重要となる。

したがって、吸着部の大きさに関わらず、HMF をどれだけ吸着できるかの吸着性能で活性炭の種別を選定し、必要量を充填することとした。

- 温度圧力の品質への影響

リアクター内部が高温の液体状態を維持することが重要で、蒸気の状態では反応が進まないことがわかった。

そのため、リアクターの圧力計や背圧弁の機能が正常範囲内であることに注意が必要である。

また、リアクター加温による温度維持には放熱を防ぐことが重要である。とりわけ、予熱部からリアクター本体までの区間は放熱による温度低下防止が重要課題である。

- 有機溶媒による分離精製

ドラフトチャンバーにおいて（写真 23）、シリカゲルクロマトグラフィーを使用してパルプ糖を原料とする HMF 反応液を分離させて、抽出し（crude120g、Silica1.6kg）、その後、HMF 含有の溶媒を気化し、HMF を単離した（写真 24）。

写真 23：シリカゲルクロマトグラフィー操作を行ったドラフトチャンバー

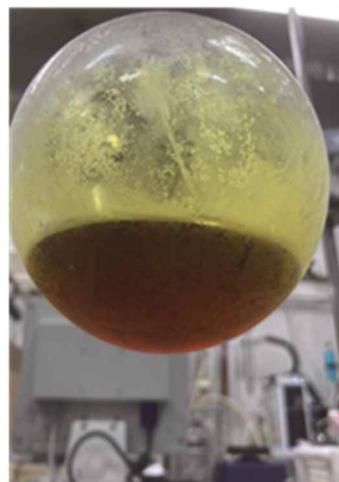


写真 24. シリカゲルクロマトグラフィーにより分離した HMF 抽出液（左）、及び HMF 抽出液から単離された HMF（右）



濃縮

HMF を単離回収



単離回収を行った HMF について、HPLC を用いて HMF 純度の測定を行った
(写真 25)。

写真 25. 分析に使用した HPLC



HPLC では、対象物質 HMF を含む成果物の最大吸収波長に対する UV スペクトル吸収値を測定し、純度を決定している。

今回は HMF を目的としているため、HMF の純度 (285nm)、及び副生成物としてフルフラールが無いことを確認できた (275nm) (図 4)。

図 4. 各測定波長に対する HMF 純度

UV (285, 275, 254 nm) Analysis (Purity Check):

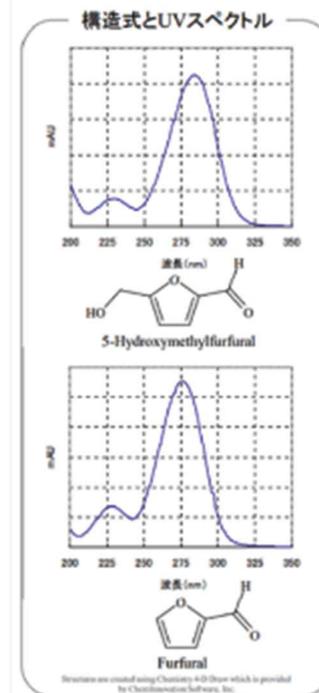
各測定波長に対するHMF純度

	測定波長/nm	面積/%
HMF の最大吸収波長近辺	285	99.6
Furfural の最大吸収波長(右図参照)	275	99.5
TLC でモニタリング&コレクトした波長	254	96.5

参考：AVA Biochem 社の保証純度：HPLC面積 ≥ 99.0 (@ 280 nm)

HPLC 測定条件@013

カラム： Agilent C18
 溶離液： A) H₂O
 B) MeCN
 A/B = 95/5, v/v
 流速： 0.6 mL/min
 カラム温度：40°C
 注入量： 10 μ L



前頁の各数値は下記のようなチャートと数表でアウトプットされ (図 5)、HMF 純度は 99.6%以上である事が示された。

図 5. UV (285nm) による HMF 純度の解析

UV (285 nm) Analysis (Purity Check):

285 nm = HMF の最大吸収波長近辺



判定式

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV-sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シンメトリー係数	警告
1	Unknown	5	2.202	9610	968	0.066	0.076	N/A	1061	5.907	0.873	
2	Unknown	5	3.460	6598	1201	0.045	0.094	N/A	7785	4.800	0.984	
3	Unknown	5	4.213	2314	405	0.016	0.032	N/A	11396	8.120	1.000	
4	Unknown	5	5.698	7049	943	0.048	0.074	N/A	11911	10.917	1.026	
5	Unknown	5	8.418	14575081	1274884	99.638	99.564	N/A	13411	6.698	1.067	
6	Unknown	5	10.595	27385	2072	0.187	0.162	N/A	13789	N/A	1.197	

- 抽出廃液の処理

この溶媒抽出法は、非常に正確に HMF を抽出できる（単離収率 99%以上）が、酢酸エチル等の抽出溶媒が廃液として排出される事となる。

そのため、最終抽出液からエバポレーション分離を行うために熱エネルギーを必要とするため、LCA 評価は下がってしまうが、現時点では FDCA の重合を評価するためには、その原料である HMF を確保する必要があることから敢えて溶媒抽出法を利用した。

- 活性炭による分離精製

昨年度における HMF 合成時には、耐圧ボトル内に触媒と活性炭を入れて原料グルコースと共に加熱攪拌して HMF を生成させていた。この方法では吸着剤活性炭が反応空間に存在しているので吸着には適していた。

しかしながら、反応後に吸着剤活性炭から HMF を回収するためには、触媒との分離作業が必要となる課題があった（写真 26）。

写真 26. 活性炭の取り出し作業



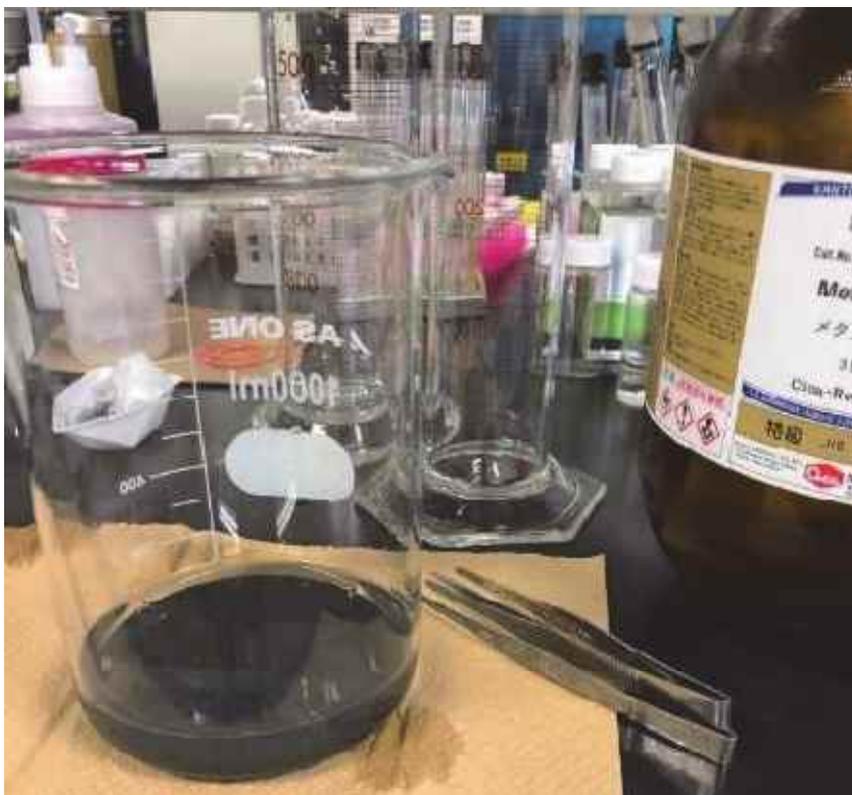
- HMF の回収

HMF を吸着した活性炭にはグルコースも吸着されるため、まず水洗してグルコースをすすぎ落とす。

その後、メタノールまたはエタノールで HMF を活性炭から抽出分離する。

HMF を含むメタノール/エタノールはエバポレーターにより気化して除去し、純粋な HMF を回収した（写真 27）。

写真 27. HMF のメタノール抽出



この作業を簡略化して流通法リアクターに接続させるために、活性炭吸着工程をリアクターの後に配置することを検討している。

活性炭に HMF を吸着させ、未反応グルコースは通過させて次の反応で原料にするというプロセス構想で実験をしたところ、当該プロセスが可能であることがわかった。来年度は、LCA 評価の向上に向け、本プロセスのさらなる改善を検討していく。

- 流通法小型リアクターは順調に稼働

小型リアクターは流通法実証で HMF 生成は確認。触媒の固形化も実証。運

転条件はベストではないが適正化しつつある。流通法は反応生成物を順次排出するのでリアクターを停止して生成物を取り出すという作業は不要となり、連続して生産し続けることを可能とする小型のリアクターシステムを構築した。

今後の課題は、小型のリアクターのスケールアップ時をする際の反応条件の適正化である。触媒と反応液が十分に接触することがポイントであり、来年度のスケールアップ検証においてその点に留意の上で調整検討する。

- FDCA サンプル向けの HMF は回収方法を溶媒法に変更し生成 HMF を 99% 回収

これは、FDCA 試作を急ぐことにより P E F 樹脂への重合評価を早めに実施して頂くためである。弊社 HMF が重合に適していることを確認出来たら、LCA 対応から、回収方法は「活性炭吸着法」にシフトする予定である。

- 反応効率向上と未反応グルコースの再原料化

グルコース反応効率を向上する温度圧力流量を絞り込み。未反応グルコースの再原料化は実証できた。

6.2.2 FDCA 小型リアクターにおける生産プロセスの検討

HMF からの FDCA 合成における、副生物の抑制及び反応時間の短縮は図るた

め、反応条件の最適化に向けた検討を行った。実験器具に比べるとラボスケール装置での収率はやや低下したが、原教授の指導の下、バイオプラスチック原料中間体である FDCA を合成することができた。

共同実施者である日興リカにおいて、500ml および 1L のオートクレーブにより、グリーンケミカルが試作した HMF サンプルの酸化反応による FDCA 合成試験を実施し、FDCA サンプルを得る事が出来た（写真 28）。

このリアクターを流通法にすることは触媒を含め反応条件を全て再検討する必要があることが判明した。

本年度は不確定要素を避けながら FDCA 合成を進めることに集中することとし、オートクレーブ方式を続けることとした。

触媒の追加処方により FDCA 合成の収量確保ができたので、今年度の目標は達成した。

アンモニア法は副生成物が効率を阻害するため、本事業のスケジュール的制約を考慮し、FDCA ユーザーへのサンプル供給を優先し、重曹法を選択して FDCA を合成する事とした。重曹法において、10 数回の試作実験による反応条件の検討を行い、現時点のラボスケール装置における最適化を行った（具体的な反応条件は表 4 など本章データ参照）。

アンモニア法の副生成物抑制の課題については、本事業とは別途、新たな課題として検討する事とした。

写真 28. グリーンケミカル試作 HMF を用いて作成した FDCA サンプル

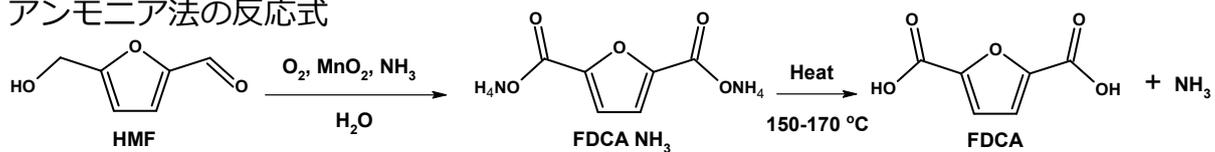


【FDCA 小型リアクターにおけるアンモニア法による生産プロセス検証】

1. 目的

従来の合成方法である重曹法よりも副生成物の抑制及び反応時間の短縮を図るため、小型リアクター（弊社所有の 0.5L オートクレーブ）を用いてアンモニア法による合成方法を検討した（表 4）。

● アンモニア法の反応式



2. 実験方法および結果

表 4. 反応条件

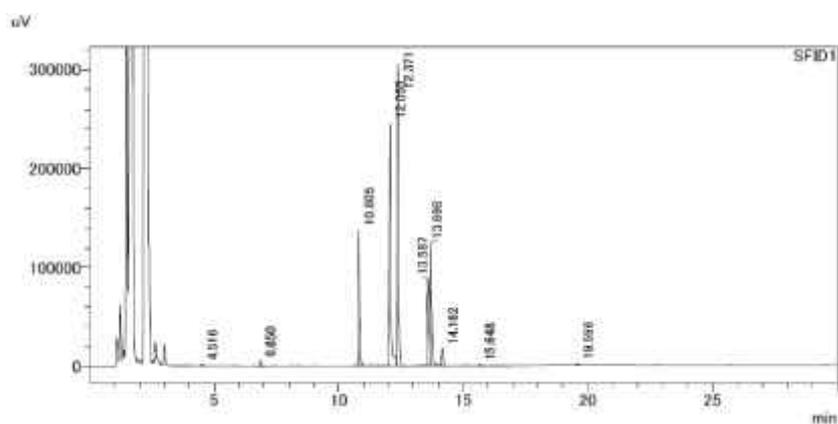
項目	アンモニア法	重曹法	備考
HMF(g)	2.23	2.23	17.7mmol
MnO ₂ (g)	10.00	10.00	
交換水(g)	116.4	120	
25% NH ₃ aq.(g)	3.61	—	NH ₃ として
NaHCO ₃ (g)	—	3.02	
反応温度(°C)	100	100	昇温・冷却を含ま ず
反応圧力(MPa)	1	1	
反応時間(hr)	12	10	

アンモニア法による反応で 6hr 及び 12hr の反応液をサンプリングして工程チェックを行った。

これらのサンプリング液を 150~170°C に加熱しても析出物 (FDCA) は見られなかったため、従来通り塩酸で処理した。

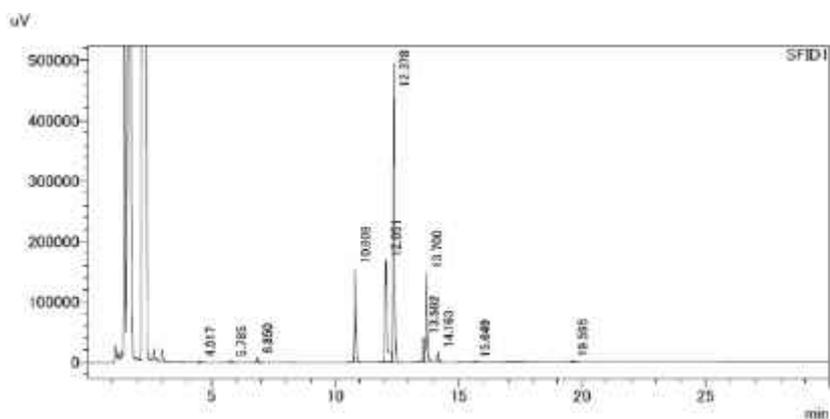
析出した酸析品を回収して、GC 分析にて品質を確認した。その結果、FDCA の純度は 13~14% と低かった。その代わりに重曹法ではみられなかったピークが多数検出された (図 6、7)。原料や中間体は残っておらず、何が生成したのかは分かっていない。

図 6. アンモニア法の反応 6hr 酸析品の GC 分析結果



保持時間	面積%	備考
4.5	0.16	
5.8	ND	
6.9	0.57	
10.8	13.64	FDCA
12.1	28.08	
12.4	31.91	
13.6	9.60	
13.7	13.70	
14.2	1.97	
15.6	0.19	
19.6	0.18	
Total	100	

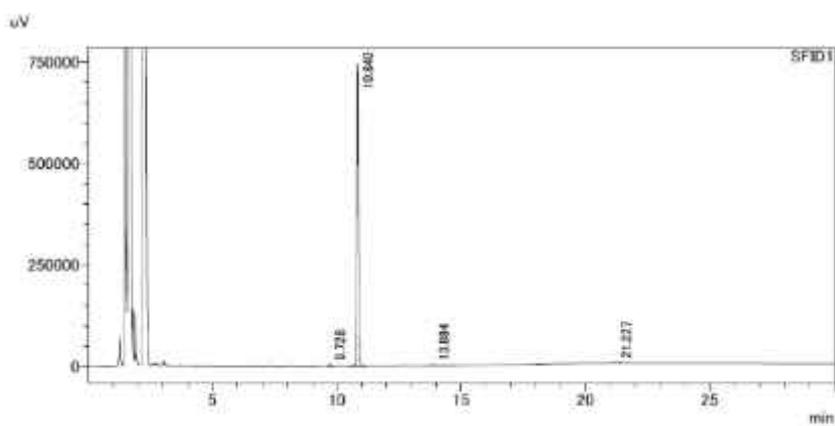
図 7. アンモニア法の反応 12hr 酸析品の GC 分析結果



保持時間	面積%	備考
4.5	0.16	
5.8	0.23	
6.9	0.69	
10.8	14.07	FDCA
12.1	19.68	
12.4	45.30	
13.6	4.11	
13.7	14.04	
14.2	1.41	
15.6	0.16	
19.6	0.16	
Total	100	

比較データとして、重曹法で 10hr 反応した場合、FDCA の GC 純度は 98～99%であった (図 8)。

図 8. 重曹法の反応 10hr 酸析品の GC 分析結果



保持時間	面積%	備考
9.7	0.57	
10.8	98.75	FDCA
13.7	0.31	
21.2	0.37	
Total	100	

3. 考察

今回、従来法で副生する廃棄物 (NaCl) の抑制と反応時間の短縮を目的として、アンモニア法による反応テストを行った。しかしながら従来法に比べて副生成物が多く、FDCA の純度は著しく低下した。

副生成物が多い原因として、原料 HMF のホルミル基がアンモニアと反応してイミンを生成し、それが副反応を起こした (ホルミル基の酸化を阻害した) ことが考えられる。

今回の結果から、アンモニア法は FDCA の量産化には向いていないと判断した。今後は従来通り重曹法による検討を進める。

- HMF サンプルを用いた FDCA 合成テスト

【FDCA 合成テスト 1 クール目】

1. 概要

グリーンケミカルにおいて合成した HMF を用いて FDCA の合成テストを行った。試薬の HMF のときに比べて反応が遅く、また従来みられなかった不純物が存在するなど、反応の挙動に差がみられた。

反応液の後処理により得られた FDCA 精製品は、回収率 38.0%、GC 純度 98.2%であり、いずれも試薬を用いたときの回収率 51.1%、GC 純度 99.6%に比べて劣る結果となった。

2. 実験結果

2-1. 反応工程のテスト

500mL オートクレーブに貴社合成品の HMF と MnO₂、NaHCO₃ 及び交換水を仕込んだ後、系内をガス置換 (O₂0.5MPa×3 回) してから昇温昇圧して、所定の条件で反応した (表 5)。

反応を途中で止めて (冷却及び脱圧して) から反応液を少量サンプリングした後、触媒除去→濃縮→酸析して GC 分析を行った (通常は HMF が ND かつ FDCA が <1%で反応終了とする)。

表 5. 仕込み・反応条件・工程チェック（サンプリング液の酸析）の結果（試薬

HMF vs グリーンケミカル合成 HMF)

	原料の種類	試薬		貴社合成品			備考
仕込み	HMF(g)	5.00		4.90			
	MnO ₂ (g)	5.00		4.90+0.98			
	NaHCO ₃ (g)	6.77		6.64			
	交換水	120		←			
反応	温度(°C)	100	←	←	←	←	
	圧力(MPa)	8	←	←	←	←	
	積算時間(hr)	8	12	12	15	17	昇温・冷却を除く
溶解	濃縮乾固品(g)①	0.21	0.21	0.21	0.21	0.20	100%Na 塩と仮定 分子量 200.06g/mol
	(mmol)②	1.05	←	1.05	←	1.00	
	交換水(g)③	2.38	←	1.25	←	1.13	
	濃度(wt%)	8.1	←	14.4	←	15.0	① / (①+③) × 100
酸析	濃塩酸(g)	2.10	←	0.65	←	0.60	濃度 35.0% 分子量 36.46g/mol
	(mmol)④	20.2	←	6.24	←	5.76	
	対 ONa 等量数	9.6	←	3.0	←	2.9	④ / ② / 2
ろ過～ 水洗	洗浄水(g)⑤	2.96	←	1.47	←	1.39	
	対 Na 塩重量比	14.1	←	7.0	←	←	⑤ / ①
	酸析母液(g)	4.25	4.12	1.69	1.71	1.45	
	水洗ろ液(g)	2.69	2.78	1.43	1.38	1.34	
乾燥	酸析品(g)	0.10	0.12	0.09	←	←	100%FDCA と仮定 分子量 156.09g/mol
	(mmol)⑥	0.64	0.77	0.58	←	←	
	回収率(%)	61.0	73.3	55.2	←	58.0	⑥ / ② × 100
GC 分析 (面積 %)	RT 4.5	ND	ND	8.83	3.52	2.03	HMF
	RT 5.8	0.98	0.34	0.66	0.45	ND	
	RT 6.7	ND	ND	ND	ND	ND	FFCA
	RT 7.3	8.34	0.20	7.87	0.50	0.37	
	RT 9.8	0.80	ND	ND	ND	ND	
	RT 10.8	88.33	96.94	80.33	92.98	94.61	FDCA
	RT 11.1	0.62	ND	0.59	ND	ND	
	RT 13.9	0.67	1.18	1.26	2.15	2.42	
RT 19.6	0.28	0.19	0.22	0.21	←		
RT 21.2	ND	0.73	ND	←	←		

グリーンケミカル合成品を使用した場合、試薬ではほぼ同じ反応条件の 12hr で完結したにも関わらず、中間体 FDCA が 8%弱残った。更に保持時間 4.5min に従来にはない大きなピーク (RT 4.5) が検出された (図 9)。

その後、触媒を 0.98g (初期仕込み量の 20%相当) 追加して反応を 3hr 行った (積算 15hr)。FFCA は < 1.0% と目標規格を満たしたが、RT 4.5 のピークがま

が大きく、反応を終了できないと判断した（図 10）。

その後、追触なしで反応を 2hr 行った（積算 17hr）。RT 4.5 と 13.9 のピーク面積値がほぼ同じであるが、これ以上反応を続けると後者の不純物が更に増える
と予想されるため、反応を終了した（図 11）。

図 9. 試薬 HMF での反応 12hr サンプルング酸析品の GC 分析

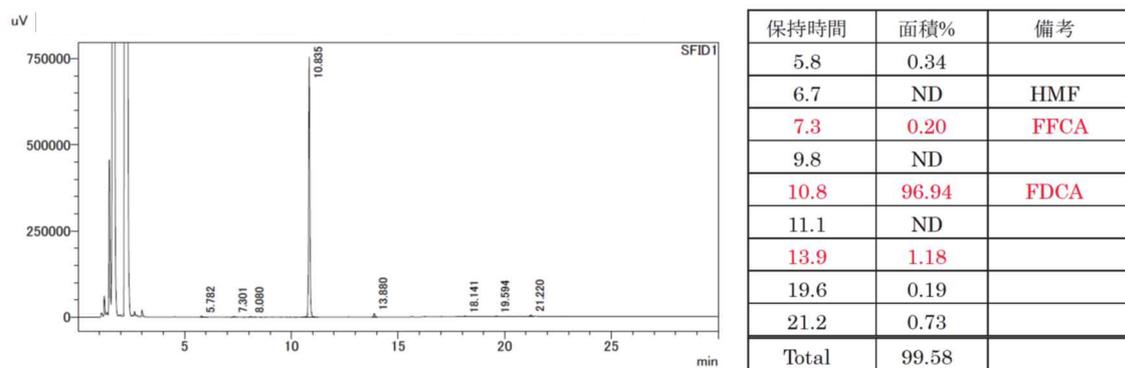


図 10. グリーンケミカル試作 HMF での反応 12hr サンプルング酸析品の GC 分析

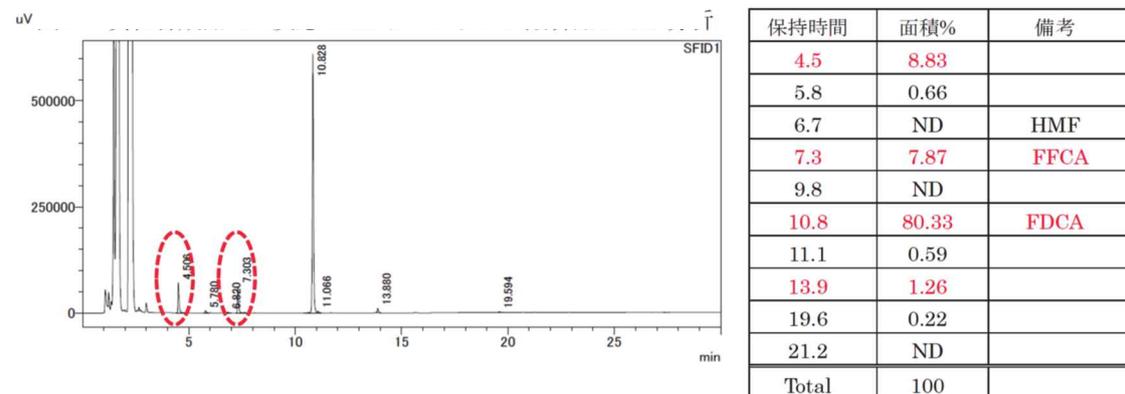
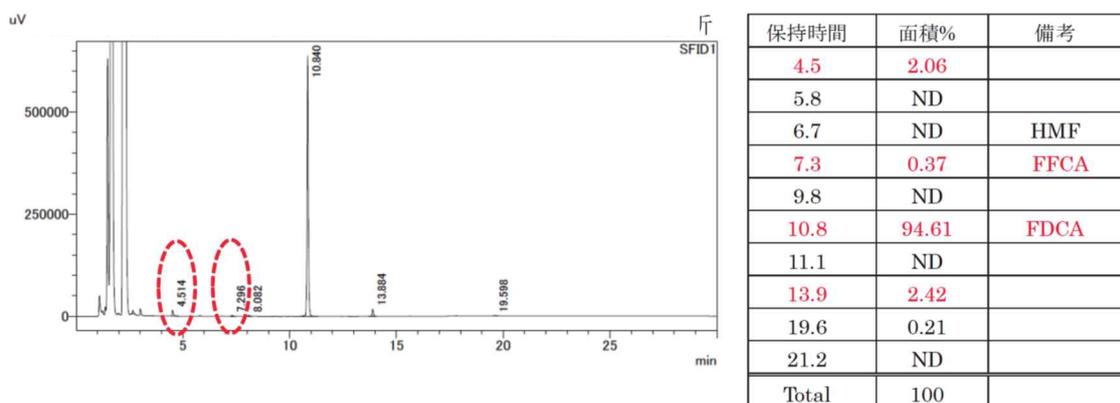


図 11. グリーンケミカル試作 HMF での反応 17hr サンプルング酸析品の GC 分析



2-2. 後工程のテスト

オートクレーブから取り出した反応液 115.4g を触媒ろ過+水洗して、ろ液 119.8g を得た。

ろ液の全量を以下のフロー（図 12）に従い処理した。

図 12. 反応液の後処理フロー

○反応液の後処理フロー

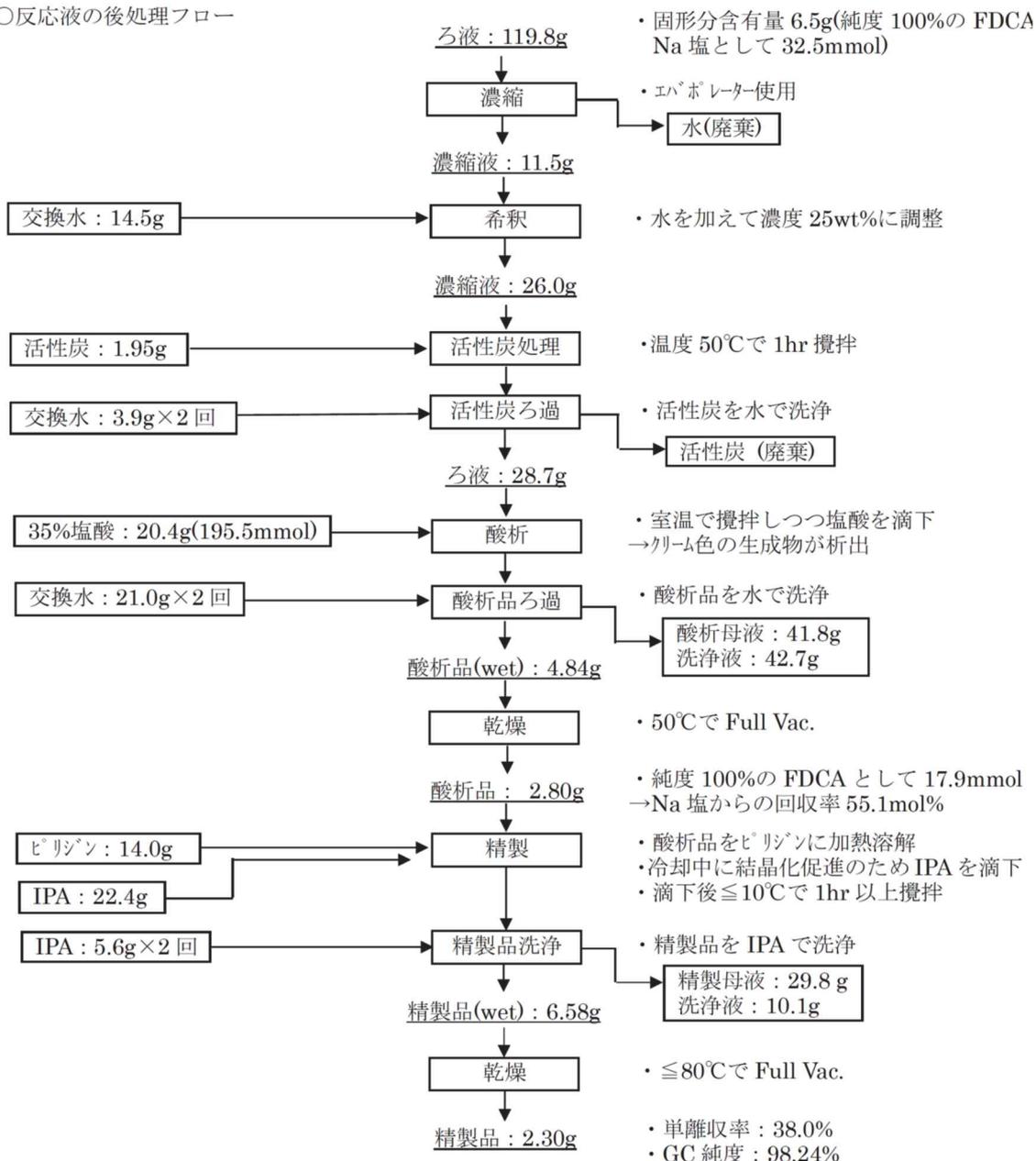


図 13. FDCA 酸析品の GC 分析

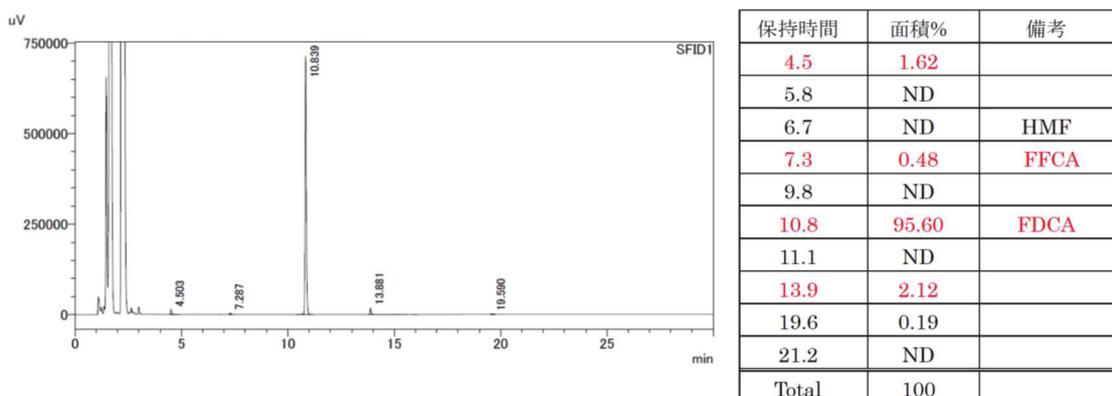
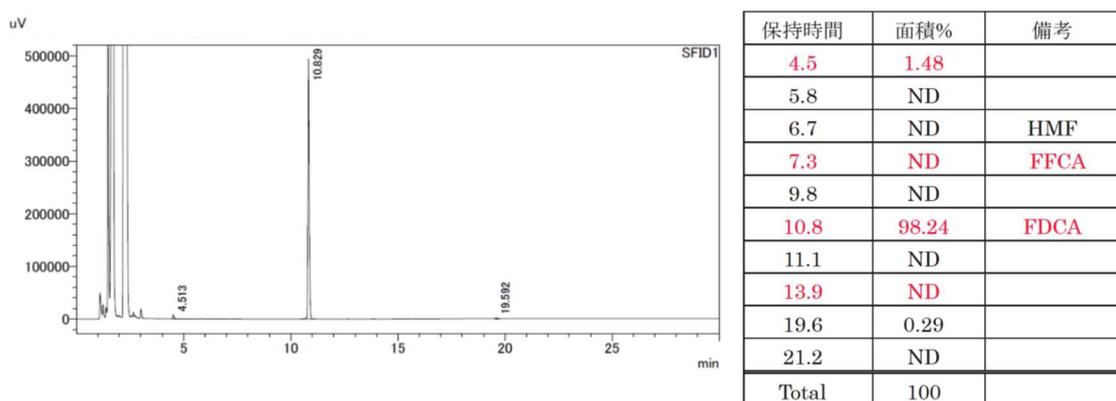


図 14. FDCA 酸析品の GC 分析



グリーンケミカル合成品の HMF4.9g (純分換算) から FDCA 精製品が 2.30g 得られた。単離収率は 38.0% であり、試薬の HMF を使用した場合の 51.1% よりもかなり低かった (図 13)。

FDCA 精製品の GC 純度は 98.2% であり、試薬の場合の 99.6% よりも低かった (図 14)。

FDCA の外観は (ほぼ) 白色であり、問題ない。

3. まとめ

グリーンケミカルが合成した HMF を用いた場合、試薬の HMF に比べて以下のような違いがみられた。

- ・ 反応が遅い。
- ・ 反応により、従来はみられなかった不純物 RT 4.5 が比較的多く生成する。
- ・ FDCA 精製品の GC 純度が低い（不純物 RT4.5 の除去が困難なため）。
- ・ FDCA の収率がかなり低い（反応が遅いことに起因すると思われる）。

これらの違いが原料の何に起因するのか、現時点では不明である。

PEF 重合向けサンプルを確保するためには、今後の改良検討により試薬と同等の成績を出す必要がある。

【FDCA 合成テスト 2 クール目】

1. 概要

以前にテストした HMF 貴社合成品は、試薬の HMF に比べると反応が遅く、更には従来にない不純物が生成したことで、FDCA の GC 純度並びに収率の低下がみられた。

今回は前回の HMF よりも精製度を上げた高純度品を使って、前回とほぼ同じ条件で反応テストを行った。結果として前回と同様に反応が遅く、GC 純度や酸析品の収率は前回よりも若干低くなった。

2. 実験結果

500mL オートクレーブに貴社合成品の HMF と MnO_2 、 $NaHCO_3$ 及び交換水を仕込んだ後、系内をガス置換 (O_2 0.5MPa×3 回) してから昇温昇圧して、所定の条件で反応した (表 6)。

反応を途中で止めて (冷却及び脱圧して) から反応液を少量サンプリングした後、触媒除去→濃縮→酸析して GC 分析を行った (通常は HMF が ND かつ FFCA が <1% で反応終了とする)。

表 6. 仕込み・反応条件・工程チェック（サンプリング液の酸析）の結果（試薬 HMF vs グリーンケミカル合成 HMF）

原料の種類		試薬		貴社合成品		貴社合成品(高純度)		備考
仕込み	HMF(g)	5.00		4.90		5.00		
	MnO ₂ (g)	5.00		4.90+0.98		5.00+1.25		
	NaHCO ₃ (g)	6.77		6.64		6.77		
	交換水	120		←		←		
反応	温度(°C)	100	←	←	←	←	←	
	圧力(MPa)	8	←	←	←	←	←	
	積算時間(hr)	8	12	12	17	12	16	昇温・冷却を除く
溶解	濃縮乾固品(g)①	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	←	100%Na 塩と仮定 分子量 200.06g/mol
	(mmol)②	1.05	←	1.05	1.00	1.05	←	
	交換水(g)③	2.38	←	1.25	1.13	1.25	←	① / (①+③) × 100
濃度(wt%)	8.1	←	14.4	15.0	14.4	←		
酸析	濃塩酸(g)	2.10	←	0.65	0.60	0.65	←	濃度 35.0% 分子量 36.46g/mol
	(mmol)④	20.2	←	6.24	5.76	6.24	←	
	対 ONa 等量数	9.6	←	3.0	2.9	3.0	←	④ / ② / 2
ろ過 ～水洗	洗浄水(g)⑤	2.96	←	1.47	1.39	1.48	←	⑤ / ①
	対 Na 塩重量比	14.1	←	7.0	←	←	←	
	酸析母液(g)	4.25	4.12	1.69	1.45		1.79	
乾燥	水洗ろ液(g)	2.69	2.78	1.43	1.34	1.44	1.33	
	酸析品(g)	0.10	0.12	0.09	←	0.07	0.09	100%FDCA と仮定 分子量 156.09g/mol
	(mmol)⑥	0.64	0.77	0.58	←	0.45	0.58	
	回収率(%)	61.0	73.3	55.2	58.0	42.9	55.2	⑥ / ② × 100
GC 分析 (面積 %)	RT 4.5	ND	ND	8.83	2.03	0.42	0.49	HMF FFCA FDCA
	RT 5.8	0.98	0.34	0.66	ND	ND	ND	
	RT 6.7	ND	ND	ND	ND	0.55	0.30	
	RT 7.3	8.34	0.20	7.87	0.37	9.18	0.88	
	RT 9.8	0.80	ND	ND	ND	ND	ND	
	RT 10.8	88.33	96.94	80.33	94.61	84.07	92.20	
	RT 11.1	0.62	ND	0.59	ND	1.15	0.44	
	RT 13.9	0.67	1.18	1.26	2.42	1.43	2.38	
RT 19.6	0.28	0.19	0.22	0.21	0.25	0.24		
RT 21.2	ND	0.73	ND	←	1.32	1.18		

今回のテストで反応 12hr のサンプリング液を酸析したところ、FDCA の GC 純度と回収率が共に低かった。中間体 FDCA が 9%強残っており、試薬に比べて反応が遅いことを確認した（図 15、16）。

その後触媒を 25%追加して 4hr 反応を追加した（積算 16hr）。サンプリング液を酸析して GC 純度と回収率を確認したところ、FFCA は<1%であるが FDCA

の GC 純度は 92.2%、回収率は 55.2%に止まった（図 17）。

今回使用した原料は、前回の原料では生成量の多かった不純物 RT4.5 こそ少ないが、それ以外の不純物が多く生成したため、FDCA の純度は低下した。

依然として試薬の原料に比べると反応が遅く、更には GC 純度と回収率も低いので、今回の原料であっても PEF 重合評価向けサンプル 200g を作製するのは厳しいと思われる。

図 15. 試薬の原料を用いたテスト 反応 12hr 酸析品の GC チャート

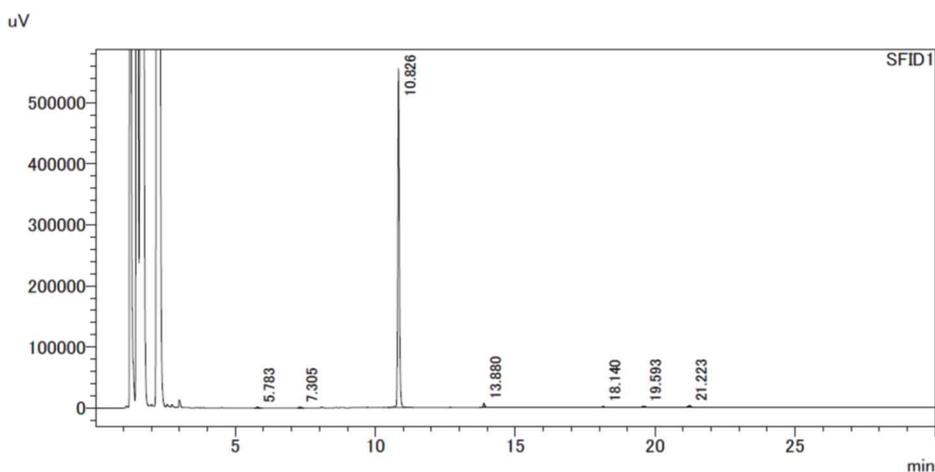


図 16. 今回のテスト 反応 16hr 酸析品の GC チャート

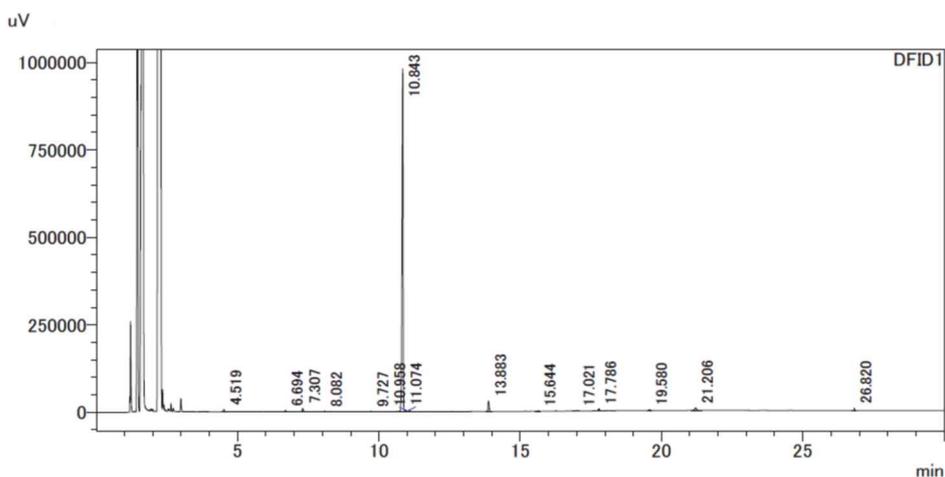
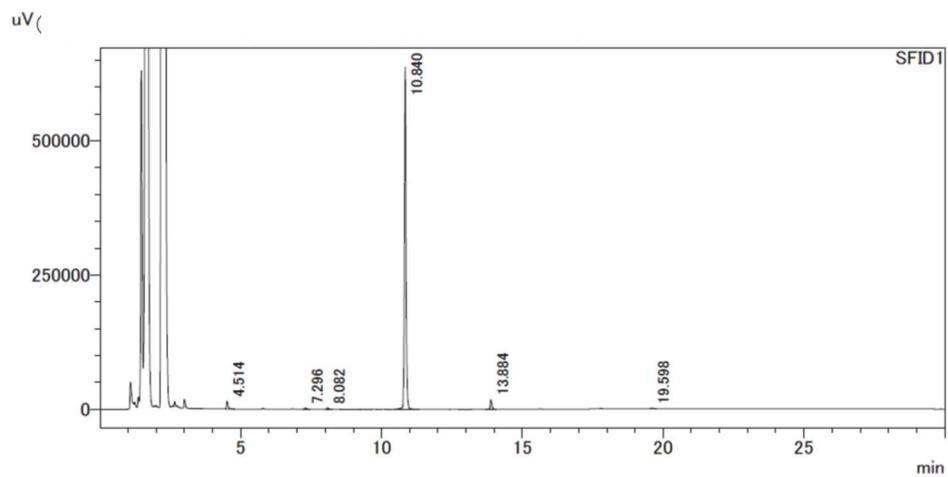


図 17. 前回のテスト 反応 17hr 酸析品の GC チャート



【FDCA 合成テスト 3 クール目】

1. 概要

これまでに HMF 貴社合成品 1 及び 2 を使って FDCA の合成テストを行ったが、試薬と比べて反応が遅く、更には酸析品の GC 純度並びに回収率がいずれも低い結果であった。

今回は過去 2 点と比べて純度の高い (88.4%) 合成品 3 を使ってテストを行った。結果として過去 2 点と同様に反応は遅いが、酸析品の GC 純度と回収率、また精製品の GC 純度と収率 (対理論収量) は試薬のときと同等の結果となった。

2. 実験結果

2-1. 反応工程のテスト

500mL オートクレーブに HMF、 MnO_2 、 $NaHCO_3$ 及び交換水を仕込んだ後、系内をガス置換 (O_2 0.5MPa×3 回) してから昇温昇圧して、所定の条件で反応した (表 7)。

反応を途中で止めて (冷却及び脱圧して) から反応液を少量サンプリングした後、触媒除去→濃縮→酸析して GC 分析を行った (通常は HMF が ND かつ FFCA が <1% で反応終了とする)。

表 7. 仕込み・反応条件・工程チェック（サンプリング液の酸析）の結果（試薬

HMF vs グリーンケミカル合成 HMF)

原料の種類		試薬		貴社合成品 1		貴社合成品 2		貴社合成品 3		備考
仕込み	HMF(g)	5.00		4.90		5.00		4.95		
	MnO ₂ (g)	5.00		4.90+0.98		5.00+1.25		4.95+1.98		
	NaHCO ₃ (g)	6.77		6.64		6.77		6.70		
	交換水	120		←		←		119		
反応	温度(°C)	100	←	←	←	←	←	←		
	圧力(MPa)	8	←	←	←	←	←	←		
	積算時間(hr)	8	12	12	17	12	16	12	16	昇温・冷却を除く
溶解	濃縮乾固品(g)①	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	←	0.22	0.21	100%Na 塩と仮定 分子量 200.06g/mol
	(mmol)②	1.05	←	1.05	1.00	1.05	←	1.10	1.06	
	交換水(g)③	2.38	←	1.25	1.13	1.25	←	1.32	1.25	①/(①+③)×100
	濃度(wt%)	8.1	←	14.4	15.0	14.4	←	14.3	14.4	
酸析	濃塩酸(g)	2.10	←	0.65	0.60	0.65	←	0.68	0.65	濃度 35.0% 分子量 36.46g/mol
	(mmol)④	20.2	←	6.24	5.76	6.24	←	6.53	6.24	
	対 ONa 等量数	9.6	←	3.0	2.9	3.0	←	←	3.0	④/②/2
ろ過～ 水洗	洗浄水(g)⑤	2.96	←	1.47	1.39	1.48	←	1.54	1.47	⑤/①
	対 Na 塩重量比	14.1	←	7.0	←	←	←	←	7.0	
	酸析母液(g)	4.25	4.12	1.69	1.45		1.79	1.84	1.67	
乾燥	水洗ろ液(g)	2.69	2.78	1.43	1.34	1.44	1.33	1.43	1.39	
	酸析品(g)	0.10	0.12	0.09	←	0.07	0.09	0.09	0.11	100%FDCA と仮定 分子量 156.09g/mol
	(mmol)⑥	0.64	0.77	0.58	←	0.45	0.58	0.55	0.72	
回収率(%)	61.0	73.3	55.2	58.0	42.9	55.2	50.0	67.9	⑥/②×100	
GC 分析 (面積 %)	RT 4.5	ND	ND	8.83	2.03	0.42	0.49	0.60	0.91	HMF FFCA
	RT 5.8	0.98	0.34	0.66	ND	ND	ND	ND	ND	
	RT 6.7	ND	ND	ND	ND	0.55	0.30	ND	ND	
	RT 7.3	8.34	0.20	7.87	0.37	9.18	0.88	9.28	1.37	
	RT 10.8	88.3	96.9	80.3	94.6	84.0	92.2	74.2	94.0	
	RT 11.1	3	4	3	1	7	0	1	3	FDCA
	RT 13.9	0.62	ND	0.59	ND	1.15	0.44	3.84	0.36	
	RT 19.6	0.67	1.18	1.26	2.42	1.43	2.38	1.03	1.62	
	RT 21.2	0.28	0.19	0.22	0.21	0.25	0.24	0.34	ND	
	ND	0.73	ND	←	1.32	1.18	2.66	1.29		

今回のテストで反応 12hr のサンプリング液を酸析したところ、FDCA の GC 純度と回収率が共に低かった。中間体 FFCA が 9.3%残っており、試薬に比べて反応が遅いことを確認した (図 18)。

しかしながら合成品 1、2 と比べて中間体 FFCA が多い割に、酸析品の回収率は高い状況であった。

その後触媒を 40%追加して 4hr 反応を追加した（積算 16hr）。サンプリング液を酸析して GC 純度と回収率を確認したところ、いずれも著しい向上がみられた（図 19、20）。

積算 16hr で FFCA が 1.4%残ったため、反応を 0.5hr 追加して（積算 16.5hr）終了とした（図 21）。

図 18. 試薬の原料を用いたテスト 反応 12hr 酸析品の GC チャート

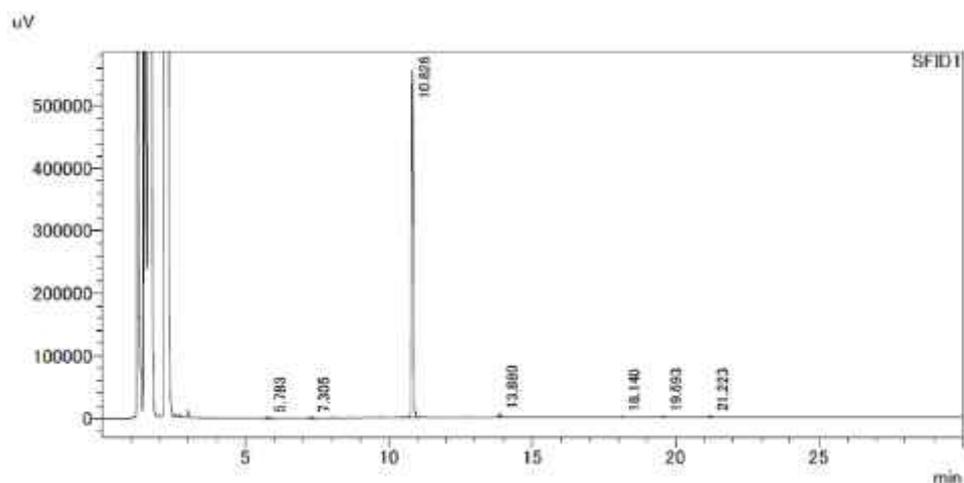


図 19. グリーンケミカル合成品 3 を使用した反応 16hr 酸析品の GC チャート

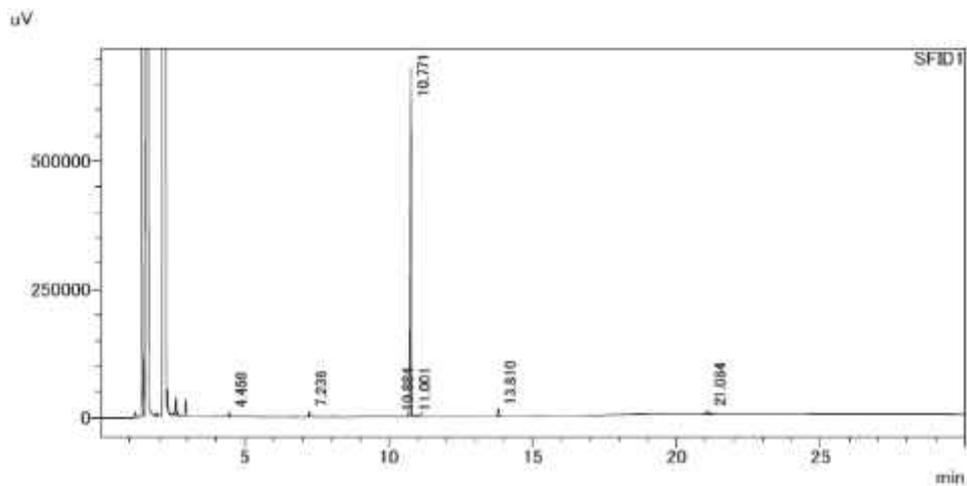


図 20. グリーンケミカル合成品 2 を使用した反応 16hr 酸析品の GC チャート

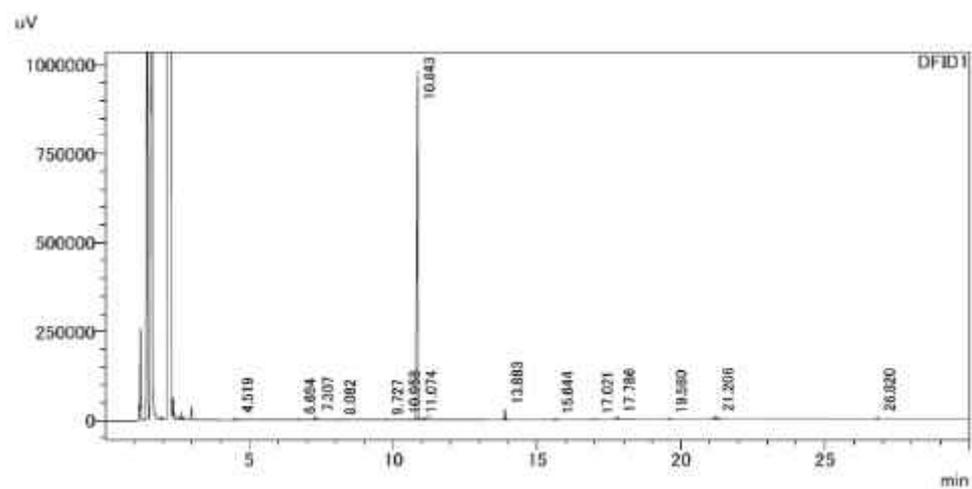
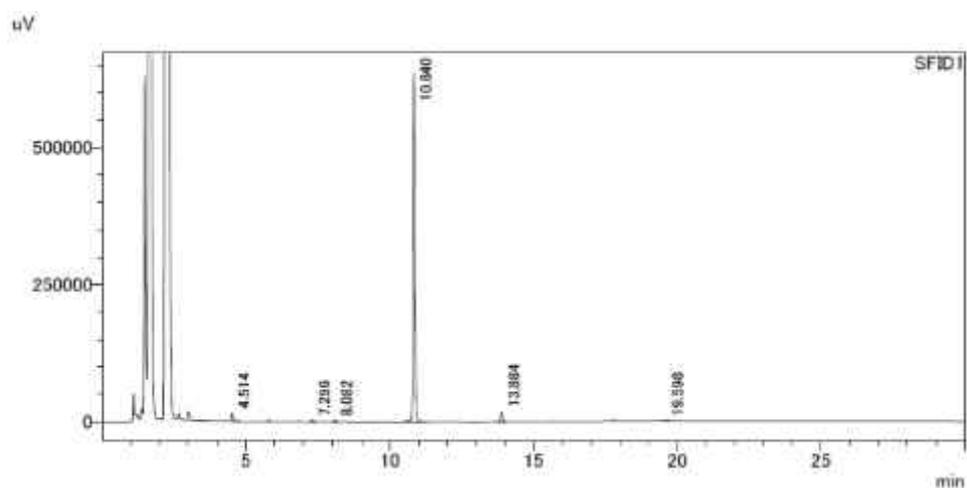


図 21. 貴社合成品 1 を使用した反応 17hr 酸析品の GC チャート



2-2. 後工程のテスト

オートクレーブから取り出した反応液 121.98g を触媒ろ過+水洗して、ろ液 127.4g を得た。

ろ液の全量を以下のフロー（図 22）に従い処理した。

図 22. 反応液の後処理フロー

○反応液の後処理フロー

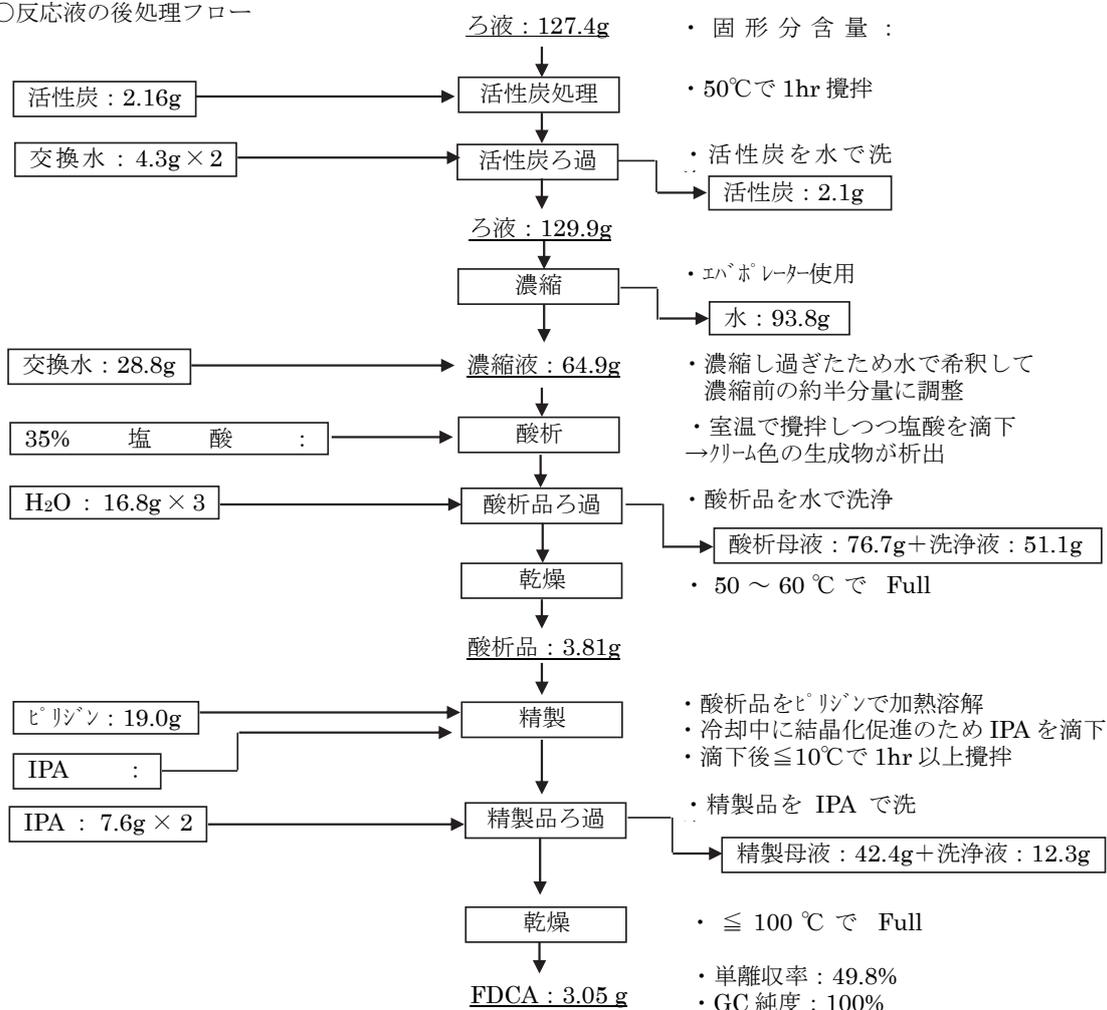
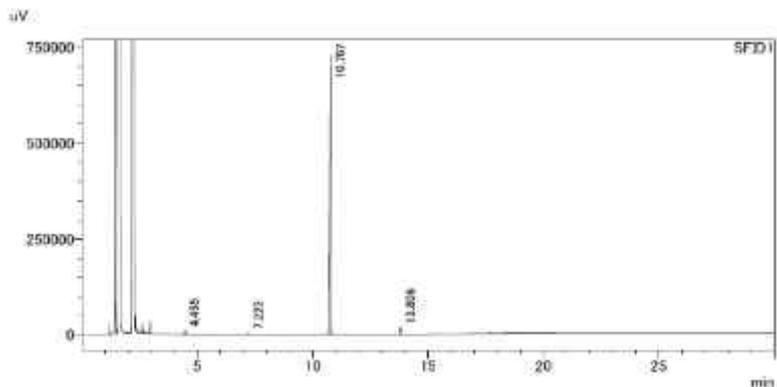
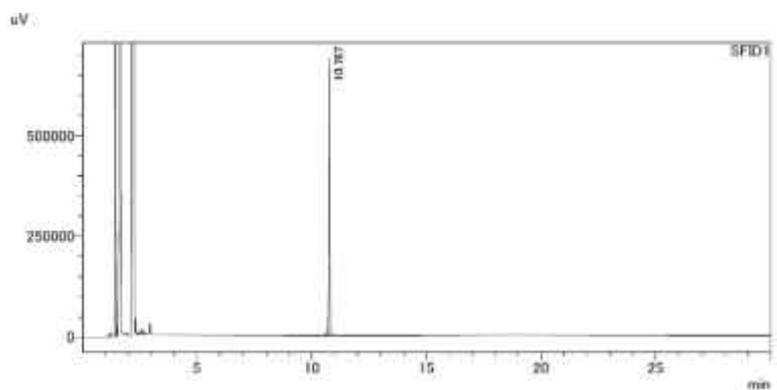


図 23. FDCA 酸析品の GC 分析



保持時間	面積%	備考
4.5	0.87	
5.8	ND	
6.7	ND	HMF
7.2	0.37	FFCA
10.8	96.71	FDCA
11.1	ND	
13.9	2.05	
19.6	ND	
21.2	ND	
Total	100	

図 24. FDCA 精製品の GC 分析



保持時間	面積%	備考
4.5	ND	
5.8	ND	
6.7	ND	HMF
7.3	ND	FFCA
10.8	100	FDCA
11.1	ND	
13.9	ND	
19.6	ND	
21.2	ND	
Total	100	

3. まとめ

グリーンケミカル合成品の HMF4.95g (純分換算) から FDCA 精製品が 3.05g 得られた。単離収率は 49.8%であり、試薬の HMF を使用した場合の 51.1%とほぼ同等レベルであった (図 23)。

FDCA 精製品の GC 純度は 100%であり、試薬の場合の 99.6%よりも高かった (図 24)。

外観は (ほぼ) 白色であり、問題ない。

【ここまでの FDCA 合成テスト結果まとめ】

グリーンケミカルで合成した HMF 原料の使用量(g)に HMF の含有率 88%を
乗じて HMF 純分 (mmol) (表 8 の①) を算定した。

反応後に酸析→精製処理を行って得られた FDCA の回収量から mol 収率 (表
8 の②/①×100) を計算すると 41~50%となる。

テスト No.19 のみ酸析→精製処理を行っていないが、反応の工程チェックの
結果では酸析品の GC 純度 92.20%であった。

参考値として、試薬 HMF を原料として使用した場合の FDCA mol 収率は 51%
であった。ただし、HMF 含有率が不明のため補正をしておらず、単純な比較は
出来ない (表 8)。

表 8. FDCA 収率の算定

テストNo.	18	19	20	備考
原料(g)	5.10	5.00	5.60	
HMF純分(g)	4.49	4.40	4.93	含有率88%として計算
HMF純分(mmol)①	35.59	34.89	39.08	HMFの分子量126.11として計算
MnO ₂ (g)	4.90+0.98	5.00+1.25	4.95+1.98	
NaHCO ₃ (g)	6.64	6.77	6.7	
交換水(g)	120	120	119	
温度(°C)	100	100	100	
圧力(MPa)	8	8	8	
積算反応時間(hr)	17	16	16.5	
FDCA酸析品(g)	2.80		3.81	FDCAのナトリウム塩をHClで酸析したもの
GC純度(%)	95.60		96.71	
外観	淡黄色		淡黄色	
FDCA精製品(g)	2.30		3.05	酸析品をピリジン+IPAで精製したもの
FDCA精製品(mmol)②	14.74		19.54	FDCAの分子量156.09として計算
mol収率(%)	41.40		50.00	②/①×100で計算
GC純度(%)	98.24		100	
外観	淡黄色～白色		淡黄色～白色	

【FDCA 合成テスト 4 クール目】

1. 概要

グリーンケミカルにて異なる条件で合成された原料 4 点のうち 2 点について、従来と同じ反応条件（温度と圧力）でテストした（No.21 及び 22）。なお貴社からの指示に従い、触媒及び NaHCO₃ の仕込み量、得られた FDCA の収率を原料の純分換算（HMF 含有率を掛ける）で調整、計算した（表 9）。

結果として、いずれの原料も従来と同様に試薬と比べて反応が遅かった。そのため途中で触媒を追加して反応を促進し、反応を完結させた。

反応後、従来と同様にして触媒ろ過→活性炭処理→活性炭ろ過→濃縮→酸析→ろ過→酸析品ろ過→乾燥まで行った。酸析品の精製は、収率ロスを避けるために行わなかった。

得られた酸析品の品質及び収率については、テスト No.21（バッチ式+MeOH 抽出）が従来と同等であり、No.22（バッチ式+トルエン抽出）が従来よりも若干良好であった。

表 9. 原料情報

製法	抽出溶媒	HPLC 純度 (%)	HMF 含有率 (%)	有姿 (g)	HMF 量 (g)	FDCA 合成テスト No.
バッチ	MeOH	95.2	89.1	8.5	7.57	21
	トルエン	97.8	89.2	11.5	10.2	22
フロー	MeOH					
	トルエン					

2. 実験結果

2-1. 反応工程のテスト

500mL オートクレーブに HMF、MnO₂、NaHCO₃ 及び交換水を仕込んだ後、系内をガス置換（O₂0.5MPa×3 回）してから昇温昇圧して、所定の条件で反応した（表 10）。

反応を途中で止めて（冷却及び脱圧して）から反応液を少量サンプリングした後、触媒除去→濃縮→酸析して GC 分析を行った（通常は HMF が ND かつ FFCA が<1%で反応終了とする）。

表 10. 仕込み・反応条件・工程チェックの結果（試薬 HMF vs グリーンケミカル合成 HMF）

テスト No.		10		20		21		22		備考
原料の種類	供給元	試薬メーカー		貴社		←		←		
	製法	?		バッチ		←		←		
仕込み	抽出溶媒	?		-		MeOH		トルエン		原料(g)×含有率
	HMF 純分(g)	5.00?		4.95		6.03		9.99		
	MnO ₂ (g)	5.00		4.95+1.98		6.03+3.01		10.00+5.00		
	NaHCO ₃ (g)	6.77		6.70		8.17		13.53		
	交換水	120		119		145		240		
反応	温度(°C)	100	←	←	←	←	←	←	←	昇温・冷却を除く
	圧力(MPa)	8	←	←	←	←	←	←	←	
	積算時間(hr)	8	12	12	16	12	16	12	18	
工程チェック	濃縮乾固品(g)	0.21	←	0.22	0.21	0.23	0.20	0.23	0.20	100% Na 塩と仮定
	(mmol)②	1.05	←	1.10	1.06	1.15	1.00	1.13	1.00	分子量 200.06g/mol
	酸析品(g)	0.10	0.12	0.09	0.11	0.08	0.10	0.09	0.12	100%FDCA と仮定
	(mmol)⑥	0.64	0.77	0.55	0.72	0.52	0.67	0.57	0.74	分子量 156.09g/mol
	回収率(%)	61.0	73.3	50.0	67.9	45.2	66.6	50.4	74.0	⑥/②×100
	FDCA (%)	88.33	96.94	74.21	94.03	63.09	95.13	57.15	96.57	酸析品の
	FFCA (%)	8.34	0.20	9.28	1.37	30.34	1.45	34.94	0.23	GC 相対面積値

○テスト No.21

製法がバッチ式かつ抽出溶媒が MeOH である原料 6.77g (HMF 純分 6.03g) を使って、通常条件 (100°C/8MPa) で 5+7hr (積算 12hr) 反応後に 1 回目の工程チェックを行った。FDCA 純度は 63.1%、FFCA は 30.3%、回収率は 45.2%であり、試薬と比べて反応がかなり遅かった。

その後、触媒を初期仕込み量の 50wt%相当分追加して反応を 4hr (積算 16hr) 行い、2 回目の工程チェックを行った。FDCA 純度は 95.1%、回収率は 66.6%であり、追触による反応促進効果がみられた。ただし FFCA が 1.5%残ったため、100°C/8MPa で 20min 反応して終了した (3 回目の工程チェックなし)。

○テスト No.22

製法がバッチ式かつ抽出溶媒がトルエンである原料 11.20g (HMF 純分 9.99g) を使って、通常条件 (100°C/8MPa) で 9+3hr (積算 12hr) 反応後に 1 回目の工程チェックを行った。FDCA 純度は 57.2%、FFCA は 34.9%、回収率は 50.4%であり、テスト No.21 よりも反応が遅いことが確認された。

No.21 と同様に触媒を初期仕込み量の 50wt%相当分追加して反応を 4.5hr (積算 16.5hr) 行い、2 回目の工程チェックを行った。反応促進効果がみられたものの、FFCA が 3.8%残った。

その後、追触なしで反応を 1.5hr (積算 18hr) 行い、3 回目の工程チェックを行った。FFCA が 0.2% となったので反応を終了した。このとき酸析品の回収率は 74.0% で、比較的良好な結果であった。

2-2. 後工程のテスト

オートクレーブから取り出した反応液を触媒ろ過 + 水洗後、ろ液を以下のフローに従い処理して FDCA 酸析品を得た (図 25、26)。

図 25. テスト No.21 の後処理フロー

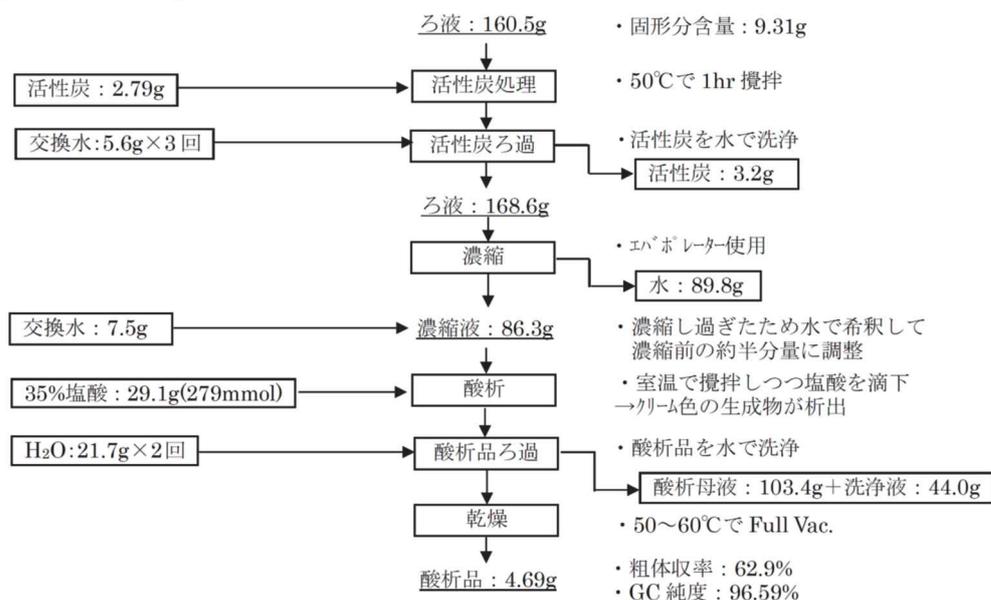


図 26. テスト No.22 の後処理フロー

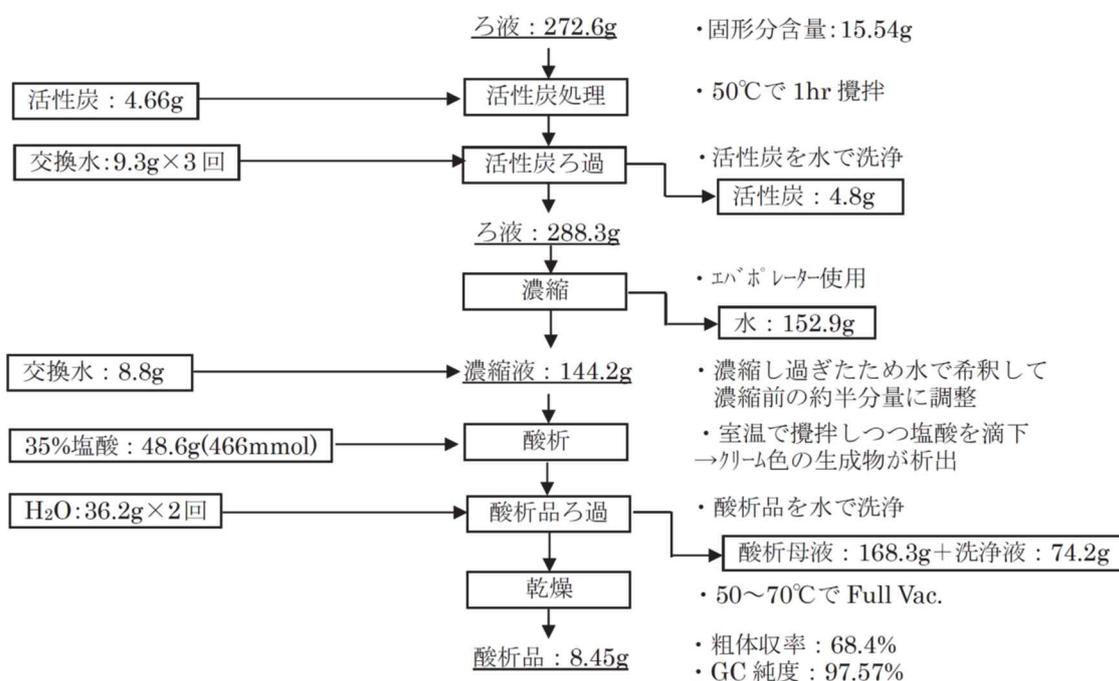
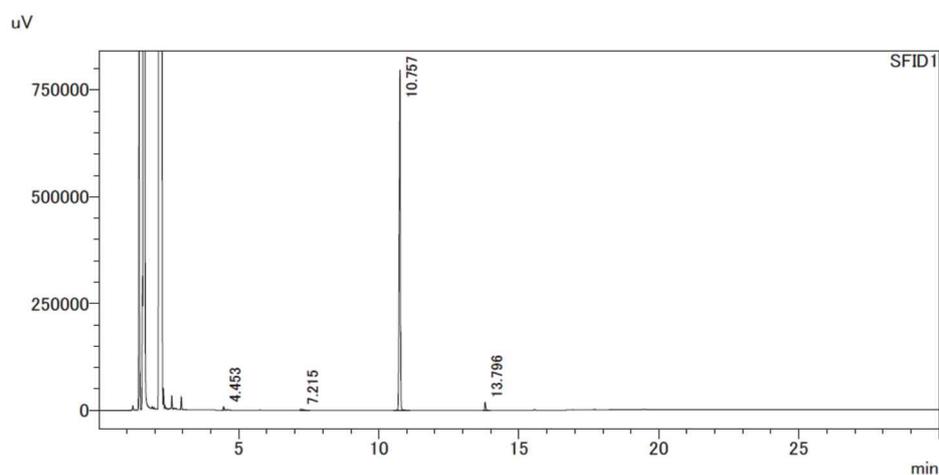
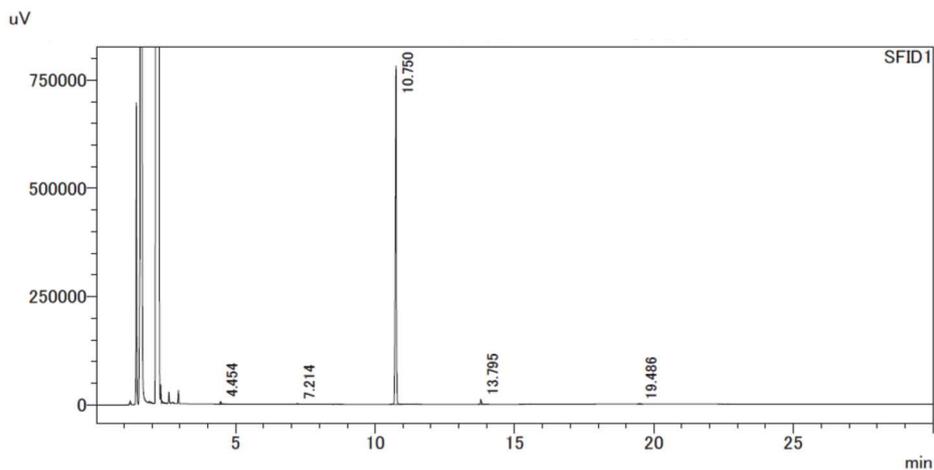


図 27. テスト No.21 FDCA 酸析品の GC 分析



保持時間	面積%	備考
4.5	0.83	
6.7	ND	HMF
7.2	0.55	FFCA
10.8	96.59	FDCA
13.9	2.03	
19.5	ND	
Total	100	

図 28. テスト No.22FDCA 酸析品の GC 分析



保持時間	面積%	備考
4.5	0.74	
6.7	ND	HMF
7.2	0.21	FFCA
10.8	97.57	FDCA
13.9	1.30	
19.5	0.17	
Total	100	

製法がバッチ式かつ抽出溶媒が MeOH である原料 6.77g (HMF 純分 6.03g) から FDCA 酸析品が 4.69g 得られた (図 27)。

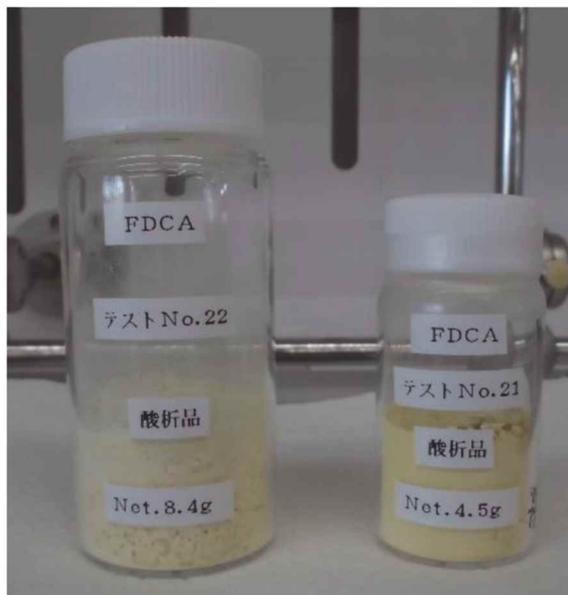
単離収率は 62.9%、GC 純度は 96.59% であり、前回のテスト No.20 の酸析品の結果とほぼ同じであった (図 28)。

外観は淡黄色で、黄色味が若干強い (写真 29)。

一方で製法がバッチ式かつ抽出溶媒がトルエンである原料 11.20g (HMF 純分 9.99g) からは FDCA 酸析品が 8.45g 得られた。

単離収率は 68.4%、GC 純度は 97.57%であり、これまでのテスト品の中では比較的良好な結果であった。外観は淡黄色で、No.21 よりも若干白かった。

写真 29. FDCA 精製品



3. まとめ

今回テストした原料 2 点は、いずれも試薬に比べて反応は遅かった。ただし追触によって反応を促進することは可能であった。

FDCA 酸析品の収率及び品質（GC 純度と外観）については、テスト No.22 のほうが良好であった。このことから原料を合成するときには、抽出溶媒をトルエンにするほうが良いのかもしれない。

【FDCA 合成テスト 5 クール目】

1. 概要

今回貴社にて合成されたバイオ糖由来の原料 (Lot.230206) 約 40g を用いて、従来と同じ反応条件 (100℃/8MPa) で FDCA の合成を試みた。

結果として反応の工程チェックで FDCA の生成が確認されなかった。原料起因の可能性が高く、今回の原料は使用不可と判断した。

2. 実験結果

2-1. 反応工程のテスト

1L オートクレーブに原料、MnO₂、NaHCO₃ を仕込んだ後に交換水を入れながらかき混ぜたところ、激しく発泡した。液が溢れそうだったのでピペットで一部回収したが、少量こぼれてしまった。

発泡が収まった後、残りの交換水と回収した液をオートクレーブに仕込んだ。

系内をガス置換 (O₂0.5MPa×3 回) 後、昇温昇圧して、所定の条件で反応した (表 11)。

反応を途中で止めて (冷却及び脱圧して) から工程チェックのため検体を採取して触媒除去→濃縮→酸析を行った。

表 11. 仕込み・反応条件・工程チェック（検体の酸析）の結果（試薬 HMF vs グリーンケミカル合成 HMF）

	テスト No. (特記事項)	23 (バイオ糖由来の貴社合成品使用)			17 (試薬原料使用)	
仕込み	HMF(g)	39.71	7.90 追加	8.06 追加	40.00	
	新品 MnO ₂ (g)	0			1.38	
	回収 MnO ₂ (g)	51.62	48.63			
	NaHCO ₃ (g)	53.76	54.16			
	交換水(g)	410	400			
反応	温度(°C)	100			←	
	圧力(MPa)	8			←	
	攪拌数(rpm)	540			←	
	積算時間(hr)	12	16	20	12	15
工程 チェック	検体中の固形分(g)	0.28	0.27	←	0.34	0.30
	*物質質量(mmol)	1.40	1.35	←	1.70	1.50
	酸析品の回収量(g)	回収できず	←	←	0.16	0.15
	*物質質量(mmol)				1.03	0.96
	回収率(%)				60.6	64.0
	FDCA 純度(%)				90.92	97.23
	FFCA 残り(%)				6.27	0.58

*検体中固形分 (FDCA の Na 塩と仮定) の分子量 200.06、 酸析品 (FDCA) の分子量 156.09 で計算

積算反応 12hr で検体採取して酸析を行ったが、塩酸を添加しても結晶の析出は見られなかった。

12hr の検体を酸析しないで直接 GC 分析したところ、原料ピークは未検出であった。このことから原料は消費されていると考えられる。

反応が遅いと判断し、触媒を 7.90g 追加（対原料比で 1.5 倍となる）して 4hr 反応を継続した。積算 16hr で検体採取して酸析したが、結晶の析出はみられなかった。

原料を仕込み中に発泡があったことから、酸塩基反応によって NaHCO₃ が一部消費されたことが影響している可能性があると考え、NaHCO₃ を 8.06g 追加

今回テストした原料（Lot.230206）からは FDCA を合成することが出来なかった。反応が上手く行かないのは、原料起因である可能性が高い。

そこで、HMF 原料中の不純物を同定し、不純物の除去を行った HMF 原料により FDCA 合成を行った。

不純物は酸性物質であり、パルプ糖 HMF でのみ観察されたが、塩基性物質を混ぜることで反応は落ち着いた。

6.2.3 HMF・FDCA 一貫生産装置の検討

6.2.3-1 一貫生産装置の概要設計

HMF の生成は溶媒を除去して HMF を精製することで終了する。FDCA 合成のスタートは HMF の水溶液を調整することから始まる。

したがって、個別に検討した HMF リアクター及び FDCA リアクターの連結部分に精製 HMF の水溶液調整槽を設定し、調整槽において HMF の流量及び純度等を精製調整する事で双方のプロセスを連結する事とした。

現時点では手作業で行っている精製調整について、パイロット設備では、手作業を廃して、自動化の上で連続することを視野に検討を進めた。

一貫生産体制に必要な HMF 品質や容器形式、容量などの仕様を検討し、概要設計書を作成した（秘密情報のため掲載せず）。

6.2.3-2 パルプ糖由来 HMF からの FDCA 合成検討

パルプ糖由来の HMF を少量ながら継続して試作できたため、これを用いてパルプ糖 FDCA を試作した。

最初のサンプルは残念ながら FDCA 合成ができなかったが、これはパルプ糖 HMF にはグルコース HMF と異なる成分が残っていたためであった。

そこで、当該成分の解析・同定を行い、事前の除去などを行った HMF を用いて FDCA 合成を行った。

- 試薬グルコース由来 HMF を原料とした FDCA 合成

試薬として購入したグルコースから合成された HMF を原料として酸素酸化による FDCA 合成を行った。



<実験操作と結果>

100 mL 容量のオートクレーブに対して、パルプ糖由来 HMF、炭酸カリウム、FDCA 触媒、蒸留水を加えた。

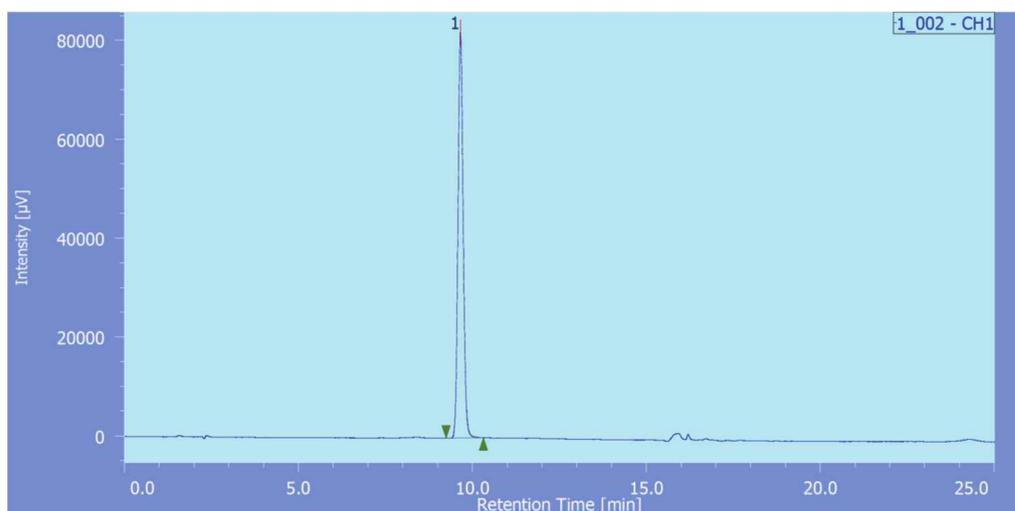
圧力が 15 atm となるまで酸素を充填し、120℃で 16 時間攪拌した。

反応溶液をセライトろ過することで触媒を除去し、pH 1 付近となるまで塩酸を滴下した。析出した固体を吸引ろ過によって回収し、水洗した。生成物の脱色するためにメタノールに溶解させてから活性炭で濾過処理し、エバポレーターでメタノールを留去し、白色粉末を得た。この方法で、合計 17.5 g の HMF を用い反応を繰り返し行った。その結果 10.8 g(収率 50%)の FDCA が得られた(写真 30)。HPLC による分析でも、FDCA の単一なピークが得られた(図 30)。

写真 30. 活性炭処理後に単離された FDCA



図 30. 試薬グルコース由来 HMF から合成した FDCA の HPLC チャート(測定波長 : 280 nm)



● パルプ糖由来 HMF を原料とした FDCA 合成

つづいてパルプ糖から合成した HMF を原料として酸素酸化による FDCA 合成を同様な手順で行った。



<実験操作と HPLC による結果>

100 mL 容量のオートクレーブに対して、パルプ糖由来 HMF、炭酸カリウム、FDCA 触媒、蒸留水を加えた。

圧力が 15 atm となるまで酸素を充填し、120 °C で 16 時間攪拌した。

反応終了後、反応溶液を HPLC で分析した (図 31)。その結果、パルプ糖由来 HMF のピーク (図 32) は完全に消失し、9.5 分に FDCA のピークが現れたことから、パルプ糖由来 HMF からの FDCA への変換を確認した。

図 31. パルプ糖由来 HMF の HPLC チャート(測定波長 : 280 nm)

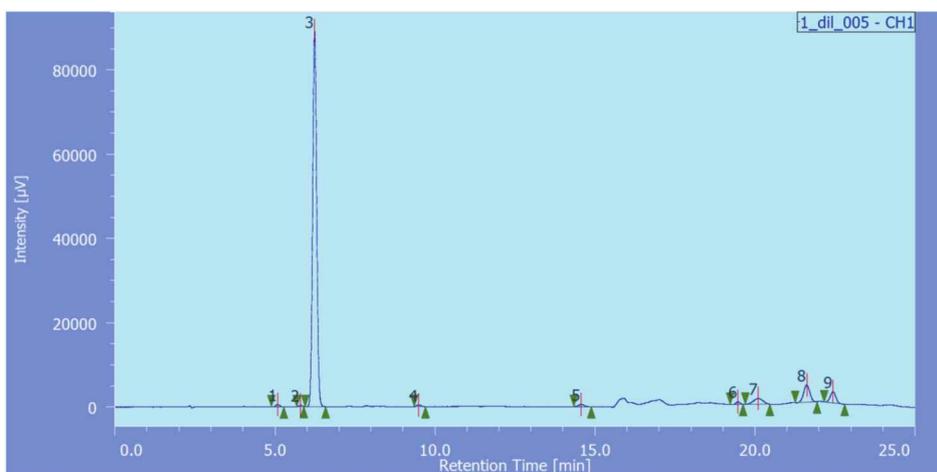
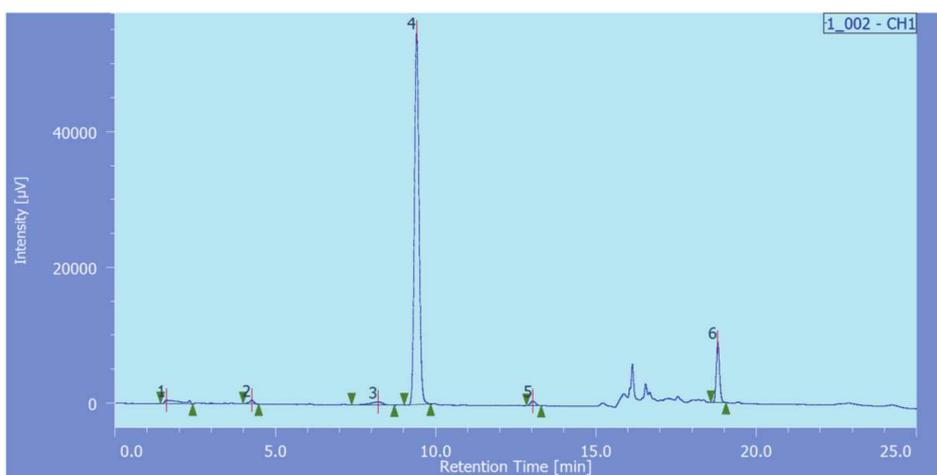


図 32. 反応終了後の溶液の HPLC チャート (測定波長 : 280 nm)



この反応の成功により、バイオ糖（パルプ糖）→HMF→FDCA の一貫生産を達成した。

6.2.4 HMF 及び FDCA それぞれのサンプル評価

東京工業大学において、グリーンケミカル社製 HMF および日興リカ製 FDCA の分析評価をおこなった。

目標値： HMF において純度 95%以上、収率 90%以上、
FDCA において収率 80%以上を目標値として確認

ラボ実績： HMF：純度 95%以上を確認
収率 40%（グルコース mol 比率）確認
FDCA：収率 55%

また、未反応グルコースの再利用が可能であることを実証した。

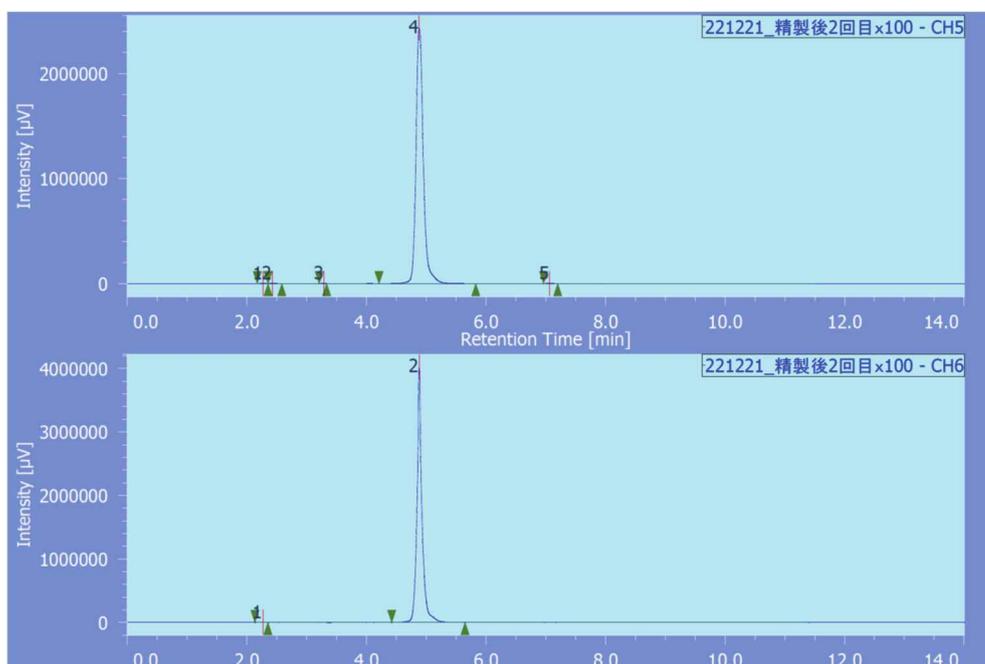
PEF 樹脂メーカーの協力を得て、FDCA サンプルの PEF 樹脂の品質に影響を及ぼす要素を確認した。以下の様な評価が得られた。

- ・ PEF 樹脂メーカーから「HMF の透明度は重要だが、色味は改良できる」とのコメントを頂いた。
- ・ HMF96%品は褐色でも、活性炭脱色により、FDCA はほぼ白色にできた
- ・ 品質チェックは需要家側の知見でお願いする事とし、飲料メーカーにおいて、FDCA 品質チェック項目（純度、呈色など）を確認頂いた。

- 試薬グルコースによる HMF 合成試験

試薬グルコースによる HMF 合成を行い、東工大で異なる 2 つの波長で HPLC 分析評価を行った所、いずれも 99%以上の純度を示した（図 33）。

図 33. HMF の HPLC 測定結果



クロマトグラム名 221221_精製後 2 回目x100-CH5
 サンプル名
 チャンネル名 285.0nm
 データ取り込み間隔 100 [msec]
 波形処理メソッド 水平ベースライン処理
 数値計算式
 判定式

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シンメトリー係数	警告
1	Unknown	5	2.272	11156	2098	0.054	0.086	N/A	4009	0.991	N/A	
2	Unknown	5	2.427	11717	1774	0.057	0.073	N/A	3249	5.878	N/A	
3	Unknown	5	3.288	10942	2539	0.053	0.104	N/A	11316	9.652	0.795	
4	HMF	5	4.880	20671880	2430171	99.781	99.677	N/A	8888	10.183	1.261	
5	Unknown	5	7.062	11554	1475	0.056	0.060	N/A	16101	N/A	1.164	

クロマトグラム名 221221_精製後 2 回目x100-CH6
 サンプル名
 チャンネル名 275.0nm
 データ取り込み間隔 100 [msec]
 波形処理メソッド 水平ベースライン処理
 数値計算式
 判定式

#	ピーク名	CH	tR [min]	面積 [μV·sec]	高さ [μV]	面積%	高さ%	定量値	NTP	分離度	シンメトリー係数	警告
1	Unknown	6	2.267	13019	2275	0.056	0.057	N/A	3609	19.582	0.815	
2	HMF	6	4.882	23141408	4022727	99.944	99.943	N/A	27917	N/A	1.171	

- グリーンケミカル合成 HMF を用いた FDCA 合成試験

<オートクレーブによる FDCA 合成>

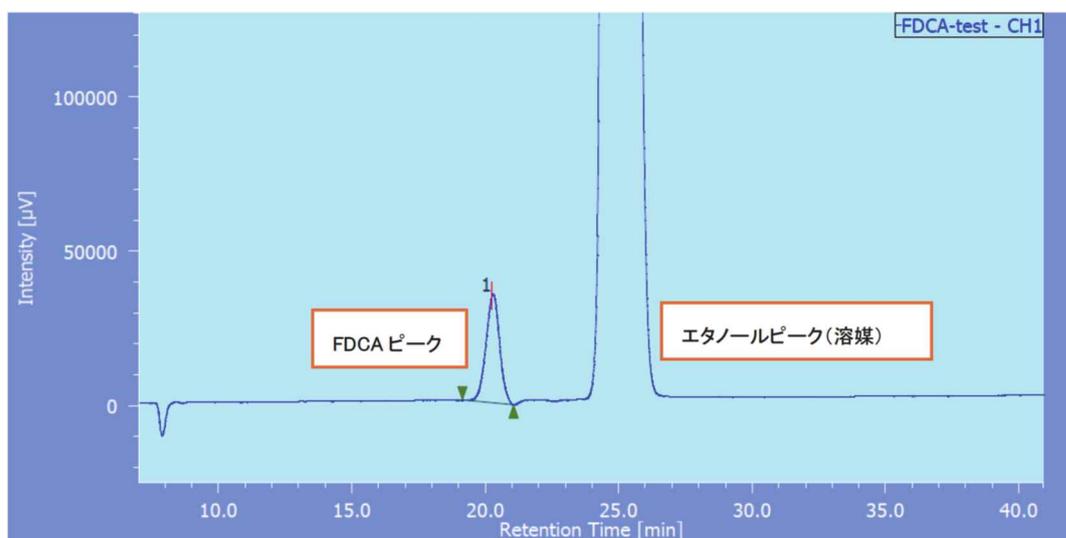
グリーンケミカルにおいて試薬グルコースから合成した HMF (NMR 測定結果純度 99%)、活性化 MnO₂、NaHCO₃ 及び蒸留水を原料に用いた。

前述の材料をラボスケールのオートクレーブ反応器で FDCA 合成を行った。

<HPLC 分析>

出来上がった FDCA 反応液のろ過、精製を行った上で、HPLC により FDCA 純度の分析を行ったところ、今回の HPLC の測定条件において、FDCA と溶媒のエタノール以外に顕著なピークは確認されなかったため、グリーンケミカルにて試薬グルコースから合成した HMF からの FDCA の合成に成功した(図 34)。

図 34. FDCA の HPLC 測定結果



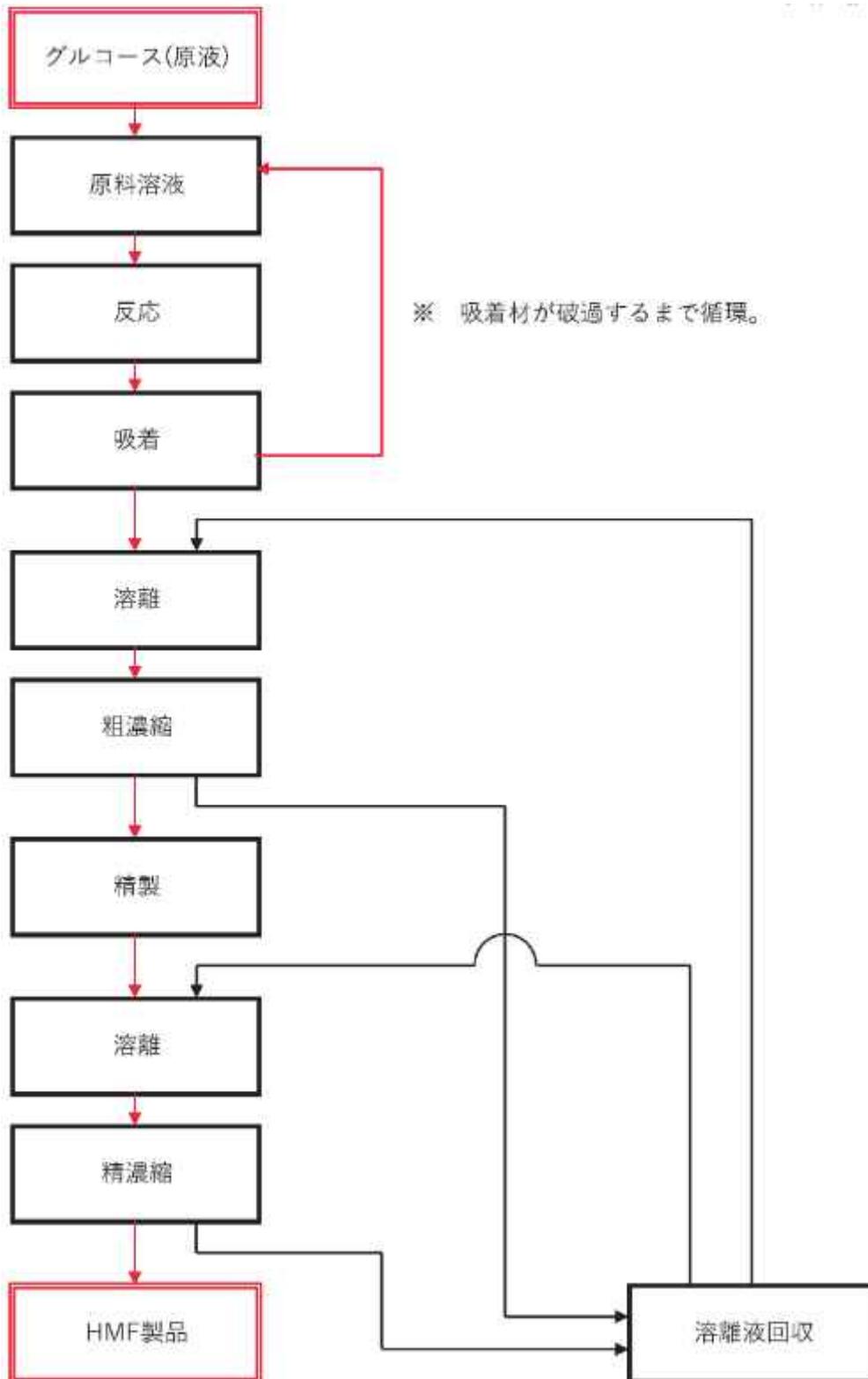
● 試験装置の構成

本事業で設計・製作を行った HMF 合成試作装置の構成、機能及び容量(表 12)、及びブロックフロー (図 35) を以下に示す。

表 12. 試験装置の構成

構成装置	機能	容量
リアクター部		
①原料槽	グルコース水溶液を貯蔵	2L
②リアクター	流通式、触媒成形品を充填	300ml
③吸着筒	流通式、吸着剤を充填	300ml
④ポンプ	①> ④> ②> ③> ①の循環を確保する	
濃縮装置		
⑤メタノール抽出液貯槽	③に HMF 抽出用のメタノールを供給。 ⑦から回収のメタノール抽出液を貯蔵	3L
⑥蒸発塔	メタノール抽出液からメタノールを気化分離 抽出液中の HMF は分離回収	
⑦コンデンサ	気化したメタノールを冷却し液化 回収メタノールは再利用する	
⑧HMF 回収タンク	分離回収した HMF は密閉容器に格納	

図 35. HMF 試作装置 ブロックフロー図



- リアクター 触媒成形品使用時 全景

触媒成形品（ペレットその他）を試行した結果、現状では大型の成形品を使用している。リアクター本体は令和3年度と変更はない。

青色ポンプは手前の原料タンク（写っていない）から糖液を汲み上げ、オイルバスの予熱部を経てリアクター（茶色の断熱材で覆われている）に到達し、適切な反応温度に保たれつつ内部の触媒と反応を行なう（写真31、32）

写真 31. リアクター部の現況



写真 32. リアクター胴部（Φ60）の内部



原料槽内（左側）とリアクター内（右側）の温度管理用の温度モニター。画面は沸点を超えたことを示している（写真 33）。

写真 33. 温度モニター



6.3 LCAの検証・評価

現時点で本事業において想定される、HMF および FDCA の製造および PEF 製品に関するライフサイクルアセスメント（LCA）および GHG 排出削減効果の調査を行った。

一般社団法人サステイナブル経営推進機構及び株式会社エティーサ研究所の協力を得て、PET 及び PEF に関するバックグラウンドデータの調査、並びに HMF 及び FDCA 合成の各プロセスにおけるフォアグラウンドデータの確認を行い、条件設定、検討・評価の状況、目標及び今後の実施手順について LCA 評価を実施した。

6.3.1 実施目的

本事業の HMF 製造および FDCA を原料とした PEF 製品に関して、ライフサイクルアセスメント（以下、LCA）手法に基づきライフサイクルの GHG 排出量およびベースラインに対する GHG 排出削減効果を定量的に評価することを目的とした。

ただし、実証事業であるため LCA を実施するためのプロセスデータ、前提条件、シナリオ設定などの重要な事項が完全な状態ではなく、現時点では多くの仮定が含まれている。

6.3.2 評価対象製品とベースライン

評価対象製品はバイオマス原料由来の HMF と FDCA を経て生産される PEF 樹脂から製造される製品とした。製品の用途はフィルム、シート、ボトルの3種類を想定した（表 13）。

ベースラインは化石資源由来の PET 樹脂と位置付けた。この理由は評価対象製品の原料である PEF 樹脂は PET 樹脂の代替原料として、同様の用途への利用が期待されているからである。

表 13. 評価対象製品とベースライン

評価対象製品	ベースライン
PEF フィルム	PET フィルム
PEF シート	PET シート
PEF ボトル	PET ボトル

6.3.3 機能単位

本事業の特徴は、化石資源から製造されている PET 樹脂に代わる素材として、PEF 樹脂を製造するために必須の中間原料となる HMF と FDCA の製造を実証するものである。これらの中間原料は最終製品ではなく、さらに同等の化学品が存在しないため、ライフサイクル GHG 排出量としての比較を行うことが困難である。また樹脂としての比較においても、既存の PET 製品は多種類が存在していること、用途によって廃棄段階における処理ルートが異なるため、製品を特定

した上で評価対象製品とベースラインの GHG 排出量を比較しなければならない。

したがって、評価対象製品は HMF と FDCA を経由して製造される PEF 製品の機能単位は、フィルム、シート、ボトル 1kg とした。ベースラインは PET 製品（フィルム、シート、ボトル）1kg とした。

評価対象製品の PEF 製品はベースラインの PET 製品と同等の機能を果たすものとした。

6.3.4 システム境界

評価対象製品のシステム境界は、原料調達から PEF 製品の製造を経て使用済みを廃棄するまでの範囲とした（図 36、38、40）。

ベースラインのシステム境界は、原料調達から PET 製品の製造を経て使用済みを廃棄するまでの範囲とした（図 37、39、41）。

図 36. 評価対象製品 (PEF フィルム) のシステム境界

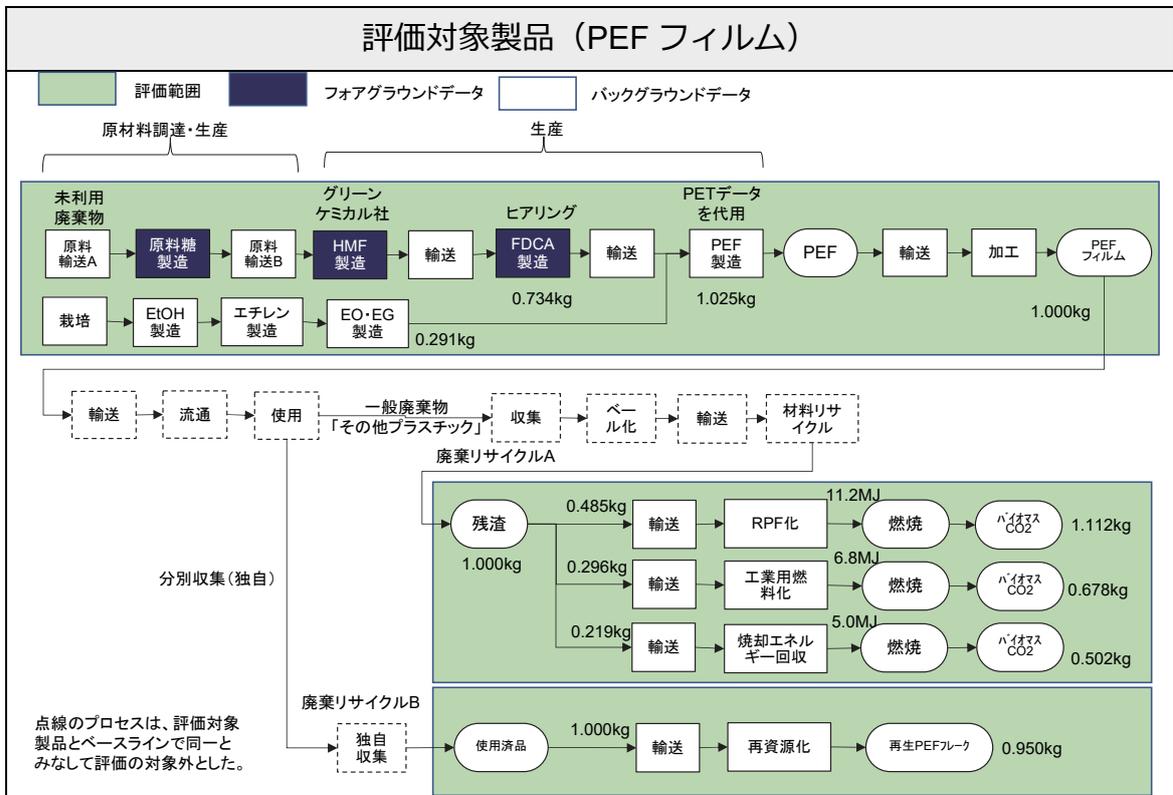


図 37. ベースライン (PET フィルム) のシステム境界

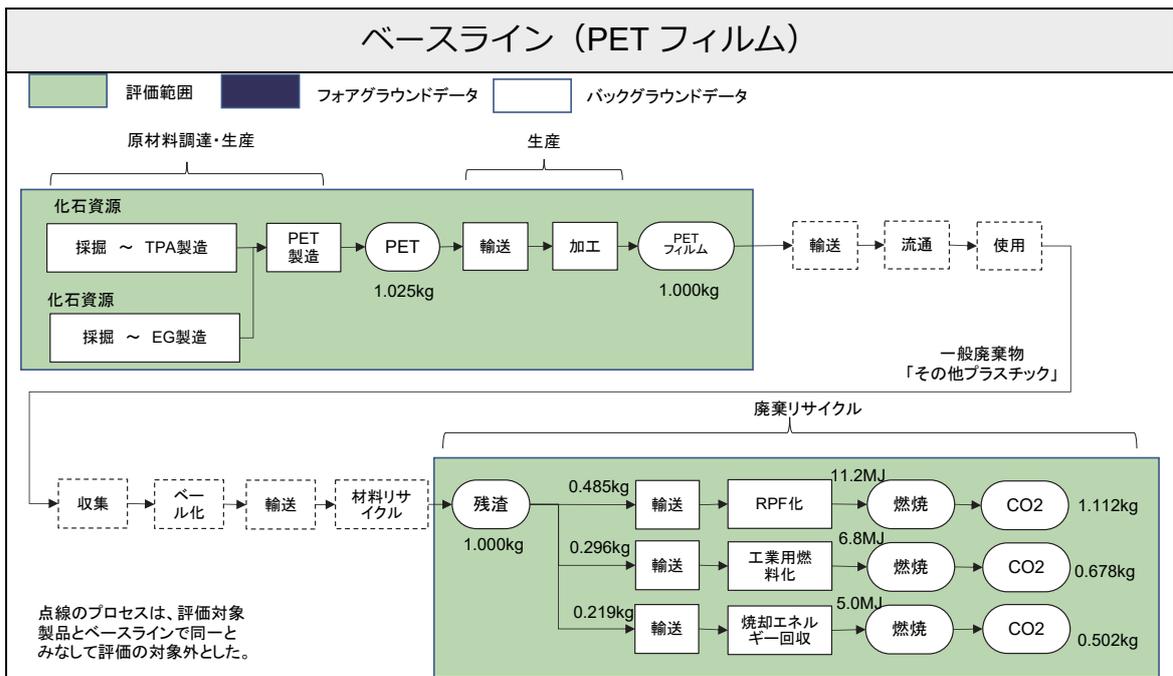


図 38. 評価対象製品 (PEF シート) のシステム境界

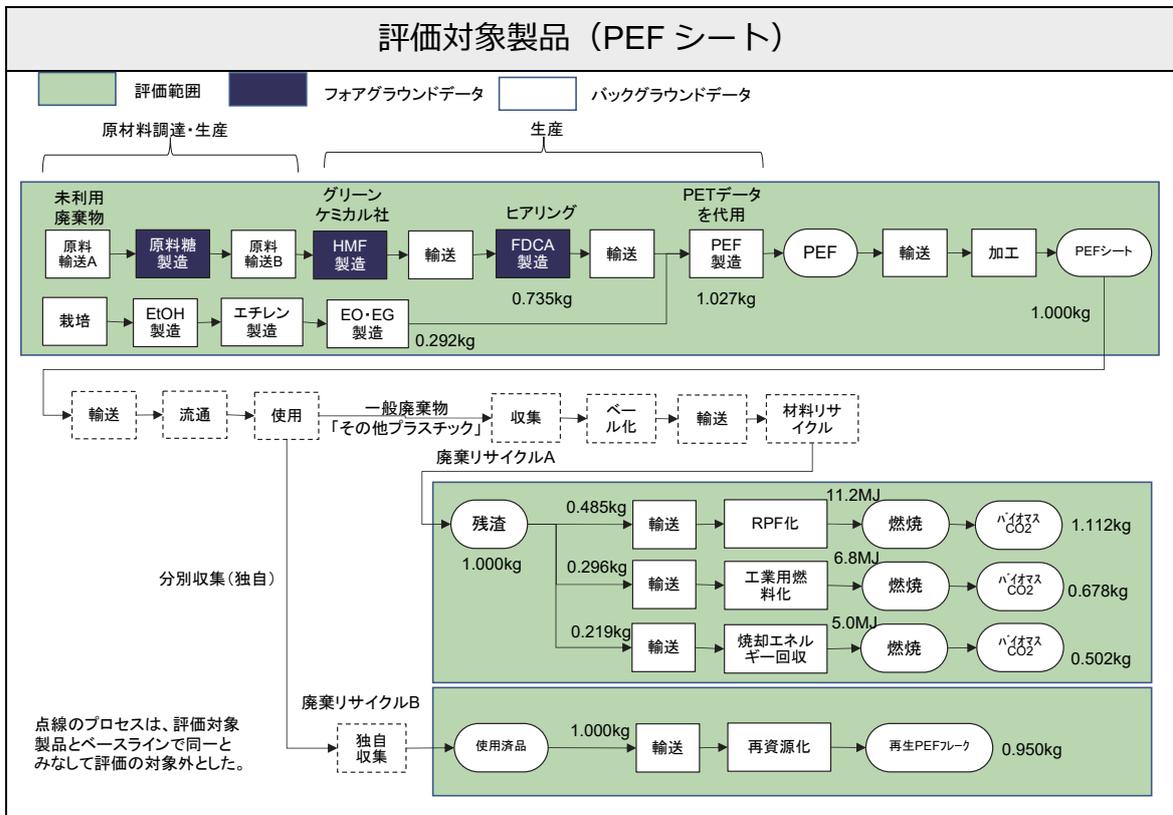


図 39. ベースライン (PET シート) のシステム境界

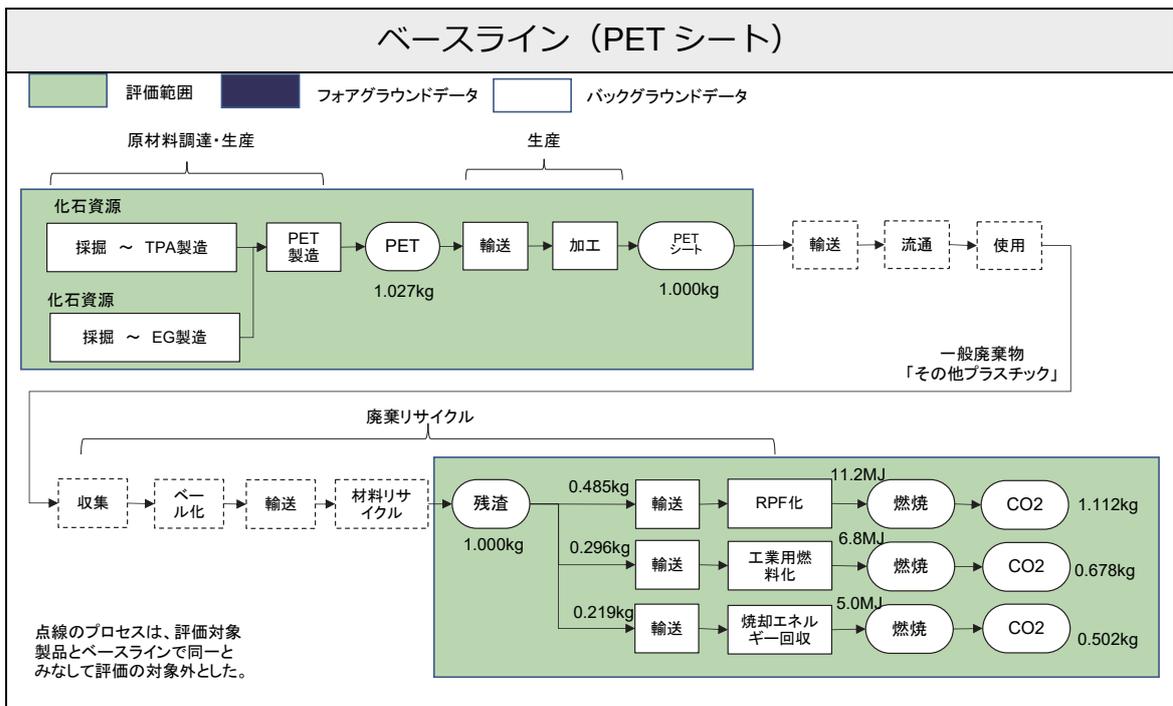


図 40. 評価対象製品 (PEF ボトル) のシステム境界

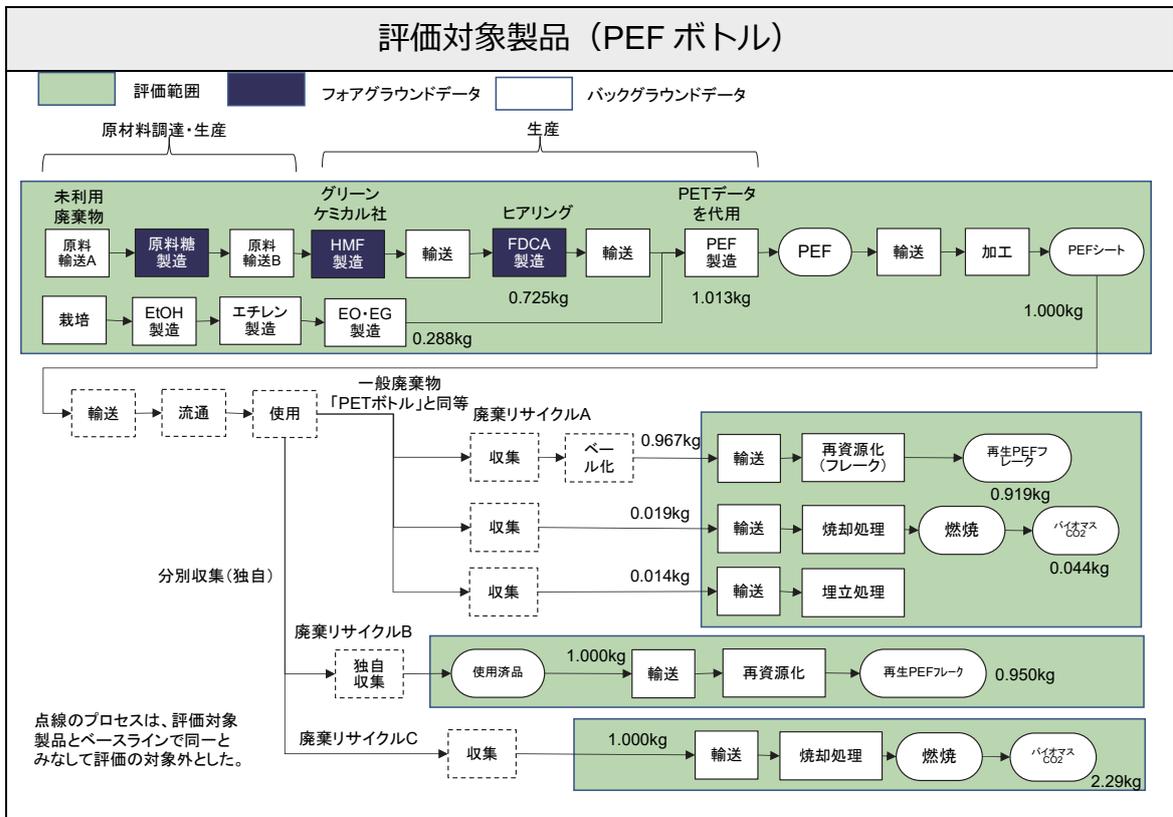
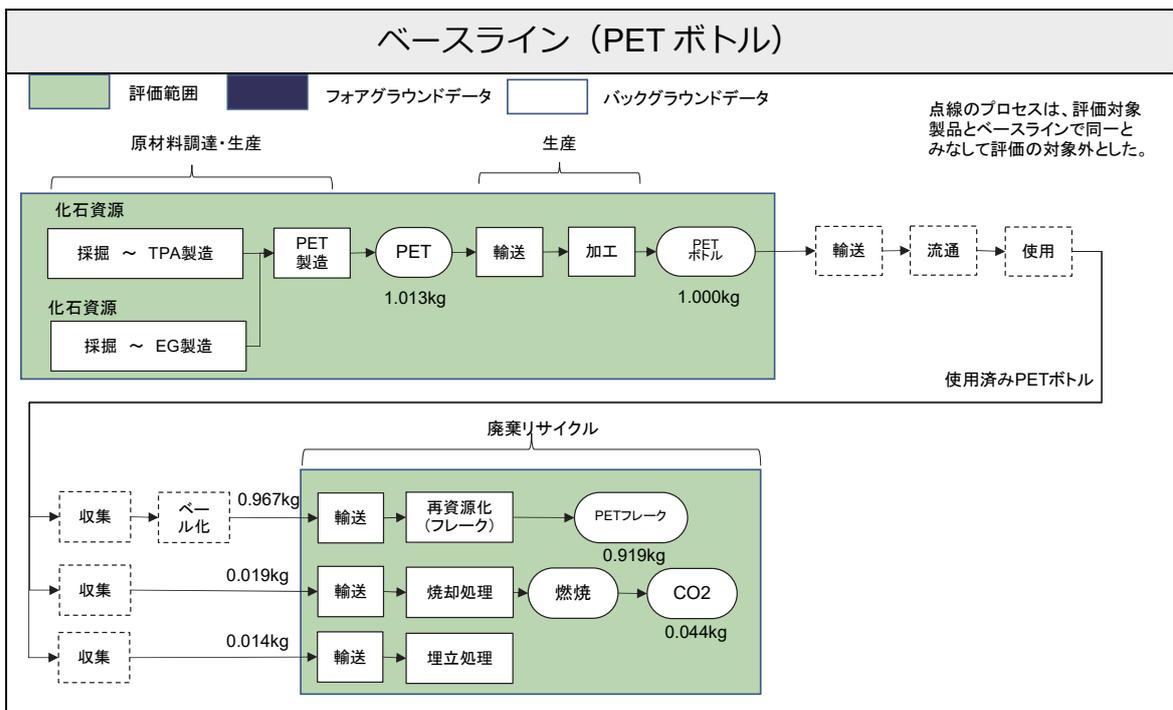


図 41. ベースライン (PET ボトル) のシステム境界



6.3.5 地理的条件

評価対象製品とベースラインは日本国内で提供される製品とした。

PEF を製造する際の原料であるエチレングリコール (EG) はブラジルのサトウキビ由来のバイオエタノールを輸入して、国内で E G までの生産を行うものとした。

6.3.6 影響領域

環境負荷の影響領域は地球温暖化とした。温室効果ガス (Greenhouse Gas : GHG) は二酸化炭素 (CO₂)、メタン (CH₄)、亜酸化窒素 (N₂O)、ハイドロフルオロカーボン類 (HFCs)、パーフルオロカーボン類 (PFCs)、六フッ化硫黄 (SF₆)、三フッ化窒素 (NF₃)が対象である。本書において記載する温室効果ガス排出量または削減貢献量に関する単位の表記は、kg-CO₂ または kg-CO₂eq とした。単位に付与されている eq は equivalent の略で、7つの温室効果ガス排出量に地球温暖化係数 (Global Warming Potential : GWP) を乗じて合算した数字であることを意味する。基本的に GWP は国連気候変動に関する政府間パネル (Intergovernmental Panel on Climate Change : IPCC) の第 5 次評価報告書 (2013 年) の 100 年値を用いている。

6.3.7 バックグラウンドデータ

GHG 排出原単位は基本的に IDEAver3.1 を使用した。IDEAver3.1 に収録されていない原料および製品に関する GHG 排出量は文献等から製造プロセスに関するデータを収集したものを利用した。

6.3.8 評価対象製品に関わる算定条件と GHG 排出量

6.3.8-1 原料輸送 A

バイオマス原料は未利用廃棄物を想定しており、生産工場の立地に合わせる見込みであることから近隣地域から輸送するものとし、距離は 10km で使用車両は軽トラックとした。トラックの積載率は平均のデータを使用した。

6.3.8-2 原料調達

HMF の粗原料であるグルコースは、バイオマス原料由来の未利用廃棄物を糖化処理して得られる。グルコースを生成するのエネルギー消費量は、化学プロセス集成 1) の電気使用量、燃料使用量、工業用水使用量に関するデータで代用した。

未利用のバイオマス廃棄物 1kg から得られるグルコースの生成量は 0.5kg とした。

6.3.8-3 原料輸送 B

HMF の原料となるグルコースは同一県内からの受け入れを想定しており、輸

送距離は 100km で使用車両は 4 トン車とした。トラックの積載率は平均のデータを使用した。

6.3.8-4 HMF 製造

グルコースから生成される HMF はラボレベルの試験結果から 95%とした。HMF の製造プロセスに必要なエネルギーは試験結果と溶剤回収時の試験結果から、必要電力量は 4.38kWh/kg-HMF と推計した。また製造過程で必要となる用水量は 2.34kg/kg-HMF として GHG 排出量を算出した。溶剤は循環利用しており、試験結果ではロス分の把握できないため GHG 排出量の計算対象から除外した。

6.3.8-5 HMF 輸送

FDCA の原料となる HMF は同一県内からの調達を想定しているため、輸送距離は 100km で使用車両は 10 トン車とした。トラックの積載率は平均のデータを使用した。

6.3.8-6 FDCA 製造

ラボレベルの試験結果から HMF1kg からの FDCA 生成量は 1.058kg とした。FDCA の製造プロセスに必要なエネルギーは試験結果から、必要電力量は 4.13kWh/kg-FDCA と推計した。また製造過程で必要となる炭酸水素ナトリウム、

35%塩酸、プロセス水は使用量に応じて GHG 排出量を算出した。その他の薬剤については回収して有効利用できるものと不可能なものの特定までは至らなかったため、GHG 排出量の計算対象から除外した。

6.3.8-7 FDCA 輸送

PEF の原料となる FDCA は同一県内からの調達を想定しているため、輸送距離は 100km で使用車両は 10 トン車とした。トラックの積載率は平均のデータを使用した。

6.3.8-8 バイオ EG 製造

PEF 重合の必要原料である EG については、HMF/FDCA と同様にバイオ由来ものを想定している。ただし、日本国内の現状ではバイオ EG の調達が容易ではないため、ブラジル産のバイオエタノールを輸入して国内でバイオエチレンを製造した後に EG の製造プロセスを経るものとして GHG 排出量を推計した。

経済産業省の資料 2)によれば、海上輸送を除くバイオエタノールの 1kg の製造に係る GHG 排出量は最大で 0.417kg-CO₂eq である。ブラジルから日本に輸入する際の海上輸送距離は 21,784km であり、石油タンカーの海上輸送時の GHG 排出原単位を用いて計算した結果、GHG 排出量は 0.212kg-CO₂eq となる。バイオエタノールからバイオエチレンを製造する際のエネルギー消費量はエタ

ノールの比熱 (2.42kJ/kg/°C) を用いて 20°Cから 160°Cの昇温に必要な熱量 0.3MJ/L-EtOH を電気で行う場合は 0.0941kWh/L-EtOH となる。エタノール 1kg から生成できるエチレンは 0.609kg であることから、バイオエチレンの製造に必要な電力は 0.155kWh/kg-バイオエチレンとして GHG 排出量を算出した。バイオエチレンから EG を製造する際の GHG 排出量は MiLCAver3.1 のデータから抽出した。

これらの GHG 排出量の計算結果から、バイオ EG の製造に係る GHG 排出量は 1.215kg-CO₂eq と推計した。

6.3.8-9 PEF 製造

PEF 樹脂を製造する際の原料とエネルギー消費量の詳細はデータ収集することができなかった。ただし、文献 3)において、PET 樹脂の製造時と大きく変わらないという記述がみられることから、MiLCAver3.1 を参考として PET 樹脂製造時の GHG 排出量のデータで代用した。主原料の FDCA と EG の所要量に関しては、FDCA と EG の投入モル比を 1:1 として算出した。

6.3.8-10 フィルム、シート、ボトル製造

PEF フィルム 1kg あたりの樹脂使用量はプラスチック循環利用協会の資料 4) を参考に PET フィルムと同じ 1.025kg とした。同様に PEF シート 1kg の樹脂

量は 1.027kg とした。PEF ボトルの必要樹脂量は環境省の資料 5)を参考に 1.013kg とした。

PEF 樹脂を原料とする製品として PET フィルム、PET シート、PET ボトルの製造に係る GHG 排出量は代用した 4)5)。フィルム、シート、ボトル製造時の GHG 排出量はエネルギー源の 50%を電力、残り 50%を蒸気で賄うものとして GHG 排出量を推計した。

6.3.8-11 PEF 製品の廃棄処理

PEF 製品はまだほとんど製品として流通していないため、PET 製品と同じ廃棄処理を行う際の GHG 排出量を推計した。さらに PEF 製品を材料リサイクルすることで生じる正味の GHG 排出削減効果を試算した。

6.3.8-11-1 PEF フィルムと PEF シートの廃棄処理

(1)廃棄処理 A

PEF フィルムが市場で利用された場合、使用済の PEF フィルムは一般廃棄物のプラスチック製容器包装（容リプラ）として排出されることが想定される。容リプラは自治体で分別収集された後に、ベール品（圧縮梱包品）として保管され、材料リサイクルやケミカルリサイクルによって再資源化されて有効利用されている。容リプラの処理量の 50%以上を占める材料リサイクルでは、PE と PP、

一部の PS が再資源化されて、他の成分は残渣となる。したがって、PEF は残渣として扱われることになる。公益財団法人容器包装リサイクル協会（以下、容リ協）の資料 6)によると、残渣の処理方法の内訳は RPF 化 48.5%、工業用燃料化 29.6%、焼却エネルギー回収 21.9%であることから、使用済の PEF フィルムはこの処理比率で廃棄処理されるものとした。RPF 化、工業用燃料化、焼却エネルギー回収に係る GHG 排出量は容リ協の LCA 報告書 7)のデータを用いて算出した。なお PEF はバイオマス由来であるため、RPF 化、工業用燃料化、焼却エネルギー回収の際に PEF が燃焼して発生する CO₂ はカーボンニュートラルとみなして GHG 排出量はゼロとした。

(2)廃棄処理 B

PEF フィルム、PEF シートが普及した場合、プラスチックの循環利用の観点から主に材料リサイクルを行うことが期待される。これらの製品を材料リサイクルによって再資源化することで削減される GHG 排出量を試算した。再資源化された PEF は破砕品（フレーク）状態とし、新規の PEF 樹脂と同等の品質を有するものと仮定した。PEF フレークは新規の PEF 樹脂を代替することができ、フレークが代替した PEF 樹脂の GHG 排出量に見合った分を差し引くことができるものとした。

6.3.8-11-2 PEF ボトルの廃棄処理

(1)廃棄処理 A

PEF ボトルが普及した場合、使用済の PEF フィルムは一般廃棄物の PET ボトルとして排出されることが想定される。PET ボトルは自治体やスーパーの店頭等で分別収集され、指定法人ルートや独自処理ルートで再資源化された後に有効利用される。PET ボトルの回収率は PET ボトルリサイクル推進協議会の資料 8)によると 96.7%に達している。PEF ボトルが現状の PET ボトルと同じ水準で再資源化された場合の GHG 排出量を推計した。回収されない PEF ボトルは焼却 1.9%、埋立 1.4%で処理されるものとした。

なお PEF はバイオマス由来であるため、焼却の際に PEF が燃焼して発生する CO₂ はカーボンニュートラルとみなして GHG 排出量はゼロとした。

再資源化された PEF は破砕品（フレーク）状態とし、新規の PEF 樹脂と同等の品質を有するものと仮定した。PEF フレークは新規の PEF 樹脂を代替することができ、フレークが代替した PEF 樹脂の GHG 排出量に見合った分を差し引くことができるものとした（表 14、16、18）。

(2)廃棄処理 B

PEF ボトルの 100%が再資源化することで削減される GHG 排出量を試算した。再資源化された PEF は破砕品（フレーク）状態とし、新規の PEF 樹脂と同

等の品質を有するものと仮定した。PEF フレークは新規の PEF 樹脂を代替することができ、フレークが代替した PEF 樹脂の GHG 排出量に見合った分を差し引くことができるものとした（表 15、17、19）。

(3)廃棄処理 C

PEF ボトルはバイオマス由来であり、仮にリサイクルせずに焼却処理された場合でも、PEF 樹脂が燃焼する際の CO₂ はカーボンニュートラルとみなして GHG 排出量はゼロとみなせる。この特徴から、リサイクルしないという選択肢も想定することができる。可燃ごみと同様に焼却処理を前提とした場合の GHG 排出量を試算した（表 20）。

6.3.8-12 評価対象製品の GHG 排出量

表 14. PEF フィルムの GHG 排出量（廃棄物処理 A）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PEF樹脂製造	8.16E+00		8.16E+00	
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02	
(3)PEFフィルム製造	7.65E-01		7.65E-01	
(4)廃棄リサイクル	RPF化	5.94E-02	0.00E+00	5.94E-02
	セメント原燃料化	3.95E-02	0.00E+00	3.95E-02
	焼却エネルギー回収		0.00E+00	0.00E+00
合計	9.04E+00	0.00E+00	9.04E+00	

表 15. PEF フィルムの GHG 排出量（廃棄物処理 B）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PET樹脂製造	8.16E+00		8.16E+00	
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02	
(3)PEFフィルム製造	7.65E-01		7.65E-01	
(4)廃棄リサイクル	再資源化(フレーク)	4.59E-01		4.59E-01
合計	9.40E+00	0.00E+00	9.40E+00	

表 16. PEF シートの GHG 排出量（廃棄物処理 A）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PEF樹脂製造	8.17E+00		8.17E+00	
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02	
(3)PEFシート製造	2.01E+00		2.01E+00	
(4)廃棄リサイクル	RPF化	5.94E-02	0.00E+00	5.94E-02
	セメント原燃料化	3.95E-02	0.00E+00	3.95E-02
	焼却エネルギー回収		0.00E+00	0.00E+00
合計	1.03E+01	0.00E+00	1.03E+01	

表 17. PEF シートの GHG 排出量（廃棄物処理 B）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PET樹脂製造	8.17E+00		8.17E+00	
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02	
(3)PEFフィルム製造	2.01E+00		2.01E+00	
(4)廃棄リサイクル	再資源化(フレーク)	4.59E-01	0.00E+00	4.59E-01
合計	1.07E+01	0.00E+00	1.07E+01	

表 18. PEF ボトルの GHG 排出量（廃棄物処理 A）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量		
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計
(1)原料～PEF樹脂製造	8.06E+00		8.06E+00
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02
(3)PEFボトル製造	2.59E+00		2.59E+00
(4)廃棄リサイクル	再資源化(フレーク)	4.28E-01	4.28E-01
	焼却	1.96E-02	1.96E-02
	埋立	4.87E-04	4.87E-04
合計	1.11E+01	0.00E+00	1.11E+01

表 19. PEF ボトルの GHG 排出量（廃棄物処理 B）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量		
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計
(1)原料～PET樹脂製造	8.06E+00		8.06E+00
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02
(3)PEFボトル製造	2.59E+00		2.59E+00
(4)廃棄リサイクル	再資源化(フレーク)	4.59E-01	4.59E-01
合計	1.11E+01	0.00E+00	1.11E+01

表 20. PEF ボトルの GHG 排出量（廃棄物処理 C）

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量		
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計
(1)原料～PET樹脂製造	8.06E+00		8.06E+00
(2)PEF樹脂輸送	1.62E-02		1.62E-02
(3)PEFボトル製造	2.59E+00		2.59E+00
(4)廃棄リサイクル	焼却	1.03E+00	1.03E+00
合計	1.17E+01	0.00E+00	1.17E+01

6.3.9 ベースラインに関わる算定条件と GHG 排出量

6.3.9-1 原料調達～PET 樹脂製造

原料調達から PET 樹脂の GHG 排出量は IDEAVer3.1 のデータを用いた。

6.3.9-2 PET 樹脂の輸送

PET 樹脂の輸送は、同一県内からの輸送とみなして、距離は 100km、使用車両は 10 トン車とした。トラックの積載率は平均のデータを使用した。

6.3.9-3 フィルム、シート、ボトルの製造

PET フィルム 1kg あたりの樹脂使用量は資料 4)を参考に 1.025kg とした。同様に PET シート 1kg の樹脂量は 1.027kg とした。PET ボトルの必要樹脂量は資料 5)を参考に 1.013kg とした。

PET 樹脂を原料とする製品として PET フィルム、PET シート、PET ボトルの製造に係る GHG 排出量は代用した 4)5)。フィルム、シート、ボトル製造時の GHG 排出量はエネルギー源の 50%を電力、残り 50%を蒸気で賄うものとして GHG 排出量を推計した。

6.3.9-4 PET 製品の廃棄処理

6.3.9-4-1 PET フィルムと PET シートの廃棄処理

使用済の PET フィルムは一般廃棄物のプラスチック製容器包装（容リプラ）として排出される。容リプラの処理量の 50%以上を占める材料リサイクルでは、PET は残渣として扱われることになる。資料 6)によると、残渣は RPF 化 48.5%、工業用燃料化 29.6%、焼却エネルギー回収 21.9%で処理されている。RPF 化、工業用燃料化、焼却エネルギー回収に係る GHG 排出量は容リ協 LCA 報告書 7) のデータを用いて算出した。なお PET は化石資源由来であるため、RPF 化、工業用燃料化、焼却エネルギー回収の際に PET が燃焼して発生する CO₂ は 2.29kg-CO₂/kg-PET で算出した（表 21、22）。

6.3.9-4-2 PET ボトルの廃棄処理

PET ボトルは自治体やスーパーの店頭等で分別収集され、指定法人ルートや独自処理ルートで再資源化される。PET ボトルの回収率は資料 8)から 96.7%とした。回収されない PET ボトルは焼却 1.9%、埋立 1.4%で処理されるものとした。PET が燃焼して発生する CO₂ は 2.29kg-CO₂/kg-PET で算出した。。

再資源化された PET フレークは新規の PET 樹脂を代替することができ、フレークが代替した PET 樹脂の GHG 排出量に見合った分を差し引くことができるものとした（表 23）。

表 21. PET フィルムの GHG 排出量

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PET樹脂製造	3.28E+00		3.28E+00	
(2)PET樹脂輸送	1.66E-02		1.66E-02	
(3)PETフィルム製造	7.65E-01	5.27E-02	8.18E-01	
(4)廃棄リサイクル	RPF化	5.94E-02	1.11E+00	1.17E+00
	セメント原燃料化	3.95E-02	6.78E-01	7.17E-01
	焼却エネルギー回収		5.02E-01	5.02E-01
合計	4.16E+00	2.34E+00	6.50E+00	

表 22. PET シートの GHG 排出量

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PET樹脂製造	3.28E+00		3.28E+00	
(2)PET樹脂輸送	1.66E-02		1.66E-02	
(3)PETシート製造	2.01E+00	6.19E-02	2.08E+00	
(4)廃棄リサイクル	RPF化	5.94E-02	1.11E+00	1.17E+00
	セメント原燃料化	3.95E-02	6.78E-01	7.17E-01
	焼却エネルギー回収		5.02E-01	5.02E-01
合計	5.41E+00	2.35E+00	7.77E+00	

表 23. PET ボトルの GHG 排出量

単位: kg-CO₂eq/kg

項目	GHG排出量			
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	計	
(1)原料～PET樹脂製造	3.24E+00		3.24E+00	
(2)PET樹脂輸送	1.64E-02		1.64E-02	
(3)PETボトル製造	2.59E+00	2.87E-02	2.62E+00	
(4)廃棄リサイクル	再資源化	4.44E-01	1.11E-01	5.54E-01
	焼却処理	1.96E-02	4.42E-02	6.38E-02
	埋立処理	9.55E-05		9.55E-05
代替効果(再生PET)	-2.94E+00		-2.94E+00	
合計	3.37E+00	1.84E-01	3.56E+00	

6.3.10 GHG 排出削減効果と開発目標

GHG 排出削減効果は、(1)と(2)の GHG 排出量の差をとって算出した。ラボレベルの試験結果から推計した GHG 排出量では、PEF フィルム、PEF シート、PEF ボトルはベースラインの GHG 排出量よりも大きいことがわかった。

ベンチレベルのプロセス設計では生産規模が大きくなるほか、HMF と FDCA の製造プロセスの必要エネルギー量などの精度が向上する見込みであり、PEF 樹脂製造までで 5kg-CO₂eq/kg-PEF の GHG 排出量に抑えることができれば、PET と同等以下の GHG 排出量になることが予想される。

(1)評価対象製品のライフサイクル GHG 排出量

(2)ベースラインのライフサイクル GHG 排出量

(3)上記(1)、(2)の結果から導出される GHG 排出量の削減量

ただし、(1)<(2)の場合に限る。

図 42. フィルムの GHG 排出量と開発目標

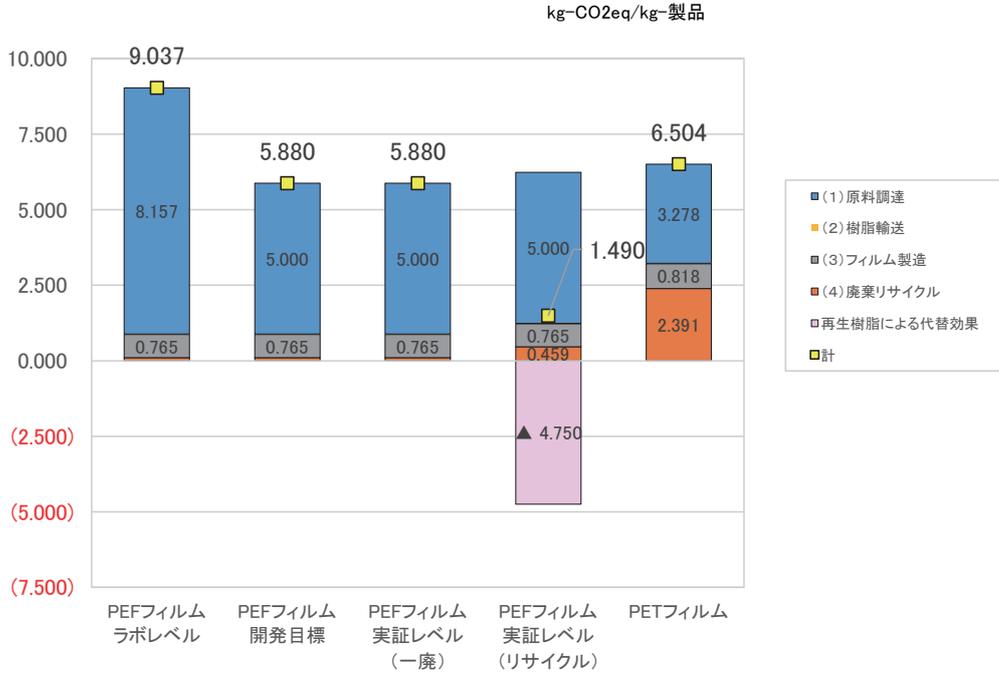


図 43. シートの GHG 排出量と開発目標

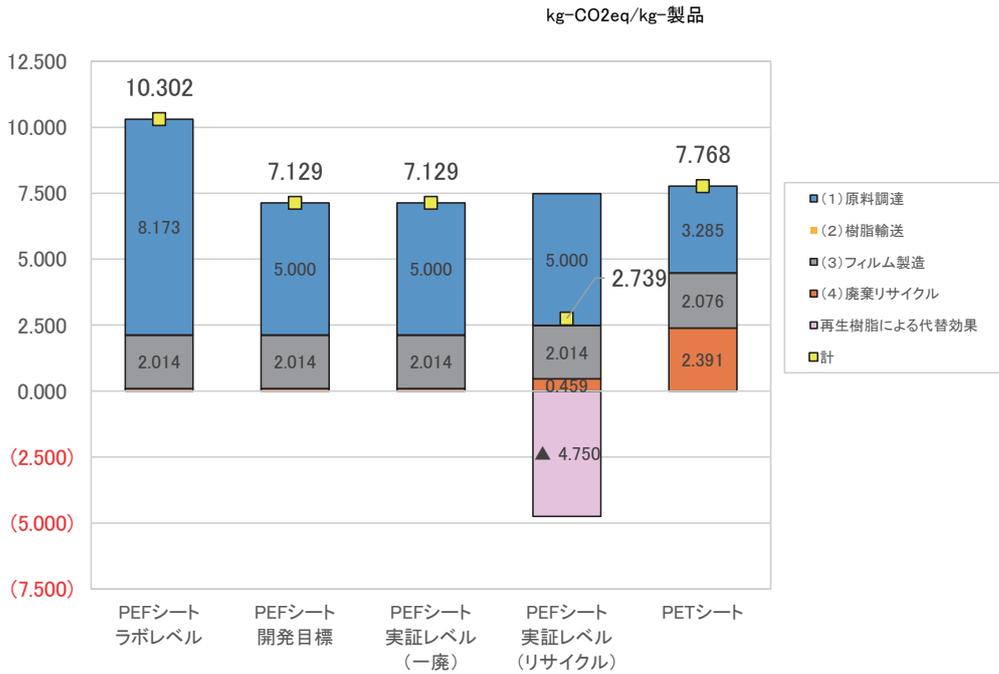


図 44. ボトルの GHG 排出量と開発目標



6.3.11 参考資料

- 1) 化学プロセス集成(1975)
- 2) 平成30年度石油産業体制等調査研究（バイオ燃料を中心とした我が国の燃料政策の在り方に関する調査）報告書、株式会社 日本総合研究所 2019年3月29日 p.68

https://www.meti.go.jp/meti_lib/report/H30FY/000306.pdf
- 3) Ex-ante life cycle assessment of polyethylenefuranoate (PEF) from bio-based monomers synthesized via a novel electrochemical process、Author links open overlay panelEmma A.R. Zuiderveen , Davide Ansovini , Gert-Jan M. Gruter , Li Shen
- 4) 「樹脂加工におけるインベントリデータ調査報告書／更新版 第2版」

(2011年12月)、社団法人プラスチック処理促進協会
- 5) 「平成16年度容器包装ライフ・サイクル・アセスメントに係る調査事業報告書－飲料容器を対象としたLCA調査－」(平成17年3月)、財団法人 政策科学研究所
- 6) (公益財団法人) 日本容器包装リサイクル協会、残さ処理方法 プラスチック製容器包装 | 公益財団法人 日本容器包装リサイクル協会 (jcpra.or.jp)

<https://www.jcpra.or.jp/recycle/recycling/tabid/434/index.php>
- 7) 「プラスチック製容器包装再商品化手法に関する環境負荷等の検討」(平成19年6月)、財団法人 日本容器包装リサイクル協会 プラスチック製容器包装再商品化手法に関する環境負荷等検討委員会

6.3.12 計算表

PEF製造に関するLCA分析

品質：PEF樹脂
 算定単位：PEF製品 1kg
 システム境界：原料糖の調達～HMF製造～原料糖の輸送～FDC製造～PEF製造まで
 影響領域：GHG排出量
 生産地域：日本

(1) 原料輸送A

原料の輸送に係るGHG排出量を算定する。

未利用バイオマスの輸送
 ⇒同一県内を想定

環境負荷物質	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
バイオマス	0.001714 t	10 km	2.43E+00 kg-CO2eq/tkm 軽トラック・積載率平均	4.18E-02 kg-CO2eq 工不起

(2) 原料調達

原料調達段階に係るGHG排出量を算定する。
 バイオマス系廃棄物が原料であるため、原料調達段階に係るGHG排出量はゼロとした。

i) 投入原料、ユーティリティ

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
バイオマス量 ⇒HMFに投入されるGluの2倍量と仮定	1.7139683 kg	- kg-CO2eq/kg	0.00E+00 kg-CO2eq 工不起
電力 プロセス集成1975、ブドウ糖を代用	0.2 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	1.13E-01 kg-CO2eq 工不起
重油(◎重油とした) プロセス集成1975、ブドウ糖を代用	13.32 MJ	8.42E-02 kg-CO2eq/L	1.12E+00 kg-CO2eq 工不起
工業用水	0.0171397 m3	1.36E-01 kg-CO2eq/kWh	2.34E-03 kg-CO2eq 工不起

ii) 産出物

産出物	数量	GHG排出原単位	算定結果
原料糖(グルコース)	0.8569842 kg		
廃棄物(産廃・きくず)	0.8569842 kg	1.13E-01 kg-CO2eq/kg	9.68E-02 kg-CO2eq 工不起

(3) 原料輸送B

原料の輸送に係るGHG排出量を算定する。

原料糖(グルコース)の輸送
⇒近郊地域を想定

環境負荷物質	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
グルコース	0.000857t	100km	4.89E-01 kg-CO2eq/tkm 4tトラック・積載率平均	4.18E-02 kg-CO2eq エネ起

(4) HMF製造

HMF製造に係るGHG排出量を算定する。

i) 投入原料、ユーティリティ

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
グルコース ⇒単離収率95%	0.8569842kg	- kg-CO2eq/kg	0.00E+00 kg-CO2eq
電力	3.5659111kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	2.02E+00 kg-CO2eq エネ起
工業用水	0.0019025m3	1.36E-01 kg-CO2eq/kWh	2.60E-04 kg-CO2eq エネ起

ii) 産出物

産出物	数量	GHG排出原単位	算定結果
HMF	0.814135kg		

(5) HMF輸送

HMFの輸送に係るGHG排出量を算定する。

⇒近郊地域を想定

環境負荷物質	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
HMF	0.0008141t	100km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10tトラック・積載率平均	1.32E-02 kg-CO2eq エネ起

(6) FDCA製造

FDCA製造に係るGHG排出量を算定する。

i) 投入原料、ユーティリティ

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
HMF ⇒グリリーンケミカル資料	0.814135 kg	- kg-CO2eq/kg	0.00E+00 kg-CO2eq
NaHCO3 ⇒3.32g(HMF2.23gに対する使用量)	1.2120754 kg	7.16E-01 kg-CO2eq/kg	8.68E-01 kg-CO2eq
35%塩酸	6.7204467 kg	4.16E-01 kg-CO2eq/kg	2.80E+00 kg-CO2eq
電力	3.56 kWh 2023.1.27	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	2.01E+00 kg-CO2eq
イオン交換膜法	0.0241247 m3	1.98E+00 kg-CO2eq/m3	4.78E-02 kg-CO2eq

ii) 産出物

産出物	数量	GHG排出原単位	算定結果
FDCA ⇒確認事項：FDCA2.36gのHMF所要量2.23g	0.8615957 kg	-	-
廃棄物(中和処理) ⇒純水使用量を計上	24.124681 kg	6.54E-03 kg-CO2eq/kg	1.58E-01 kg-CO2eq

(7) FDCA輸送

FDCAの輸送に係るGHG排出量を算定する。
⇒工場はどの地域か？トラックの輸送条件の設定

環境負荷物質	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
FDCA	0.0008616 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10tトラック・積載率平均	1.39E-02 kg-CO2eq

(8) PEF製造

PEF製造に係るGHG排出量を算定する。

PET樹脂製造プロセスの収率 (MLCAver3.1)	0.868754 kg
TPA	0.334592 kg
EG	1.203346
計	
収率	83.1%

i) 投入原料、ユーティリティ

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
FDCA ⇒C6H4O5 分子量156 156/(156+62)=0.716 71.6%	0.8615957 kg	kg-CO2eq/kg 上記(5)にて計算	= 0.00E+00 kg-CO2eq
EG 62/(156+62)=0.284 28.4%	0.3417503 kg	kg-CO2eq/kg	= 4.15E-01 kg-CO2eq 工不起
電力	0.0321526 kWh	kg-CO2eq/kWh	= 1.82E-02 kg-CO2eq 工不起
燃料(液化天然ガス:LNG) 各種燃料分をLNGとして計上	3.23 MJ	kg-CO2eq/MJ	= 2.10E-01 kg-CO2eq 工不起
純水	9.448E-05 m3	kg-CO2eq/m3	= 1.87E-04 kg-CO2eq 工不起
工業用水	0.023 m3	kg-CO2eq/m3	= 3.14E-03 kg-CO2eq 工不起

ii) 産出物

産出物	数量	GHG排出原単位	算定結果
PEF ⇒確認事項: [-OOC-C4H2O-COO-C2H4-]	1 kg		
廃棄物 ⇒確認事項: 廃棄物処理・廃液処理などが必要か? 調査中	0 kg	kg-CO2eq/kg	= 0.00E+00 kg-CO2eq 工不起

iii) 環境負荷

環境負荷物質	数量	GHG排出原単位	算定結果
GHG排出量 ⇒MILCAver3.1のPET製造プロセスにおけるGHG排出量	0.0255 kg-CO2eq	kg-CO2eq/kg-CH4	= 2.55E-02 kg-CO2eq 非工不起

PEF樹脂輸送

輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
PEF	0.001 t	100 km	$1.62E-01 \text{ kg-CO}_2\text{eq/tkm}$ 10トントラック・積載率平均	$1.62E-02 \text{ kg-CO}_2\text{eq}$ エネ起

PEFシート製造

PETシート製造に係るGHG排出量を算定する。
DEAに掲載されているデータを参照した。

投入原料・エネルギー	数量	GHG排出原単位	算定結果
PEF樹脂	1.027 kg		
電力	1.4331109 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	8.11E-01 kg-CO2eq
蒸気	4.2298465 kg	2.78E-01 kg-CO2eq/kg	1.18E+00 kg-CO2eq
ロス分の廃棄(焼却場までの輸送)			
PEF樹脂のロス	0.000027 t	50 km	
PEF樹脂のロスの焼却(産廃)	0.027 kg	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm 4トランク・積載率平均	3.99E-04 kg-CO2eq
PEF樹脂のロス燃焼分	0.027 kg	2.75E-02 kg-CO2eq/kg 産廃・焼却	2.75E-02 kg-CO2eq
		0.00E+00 kg-CO2/kg バイオマス	0.00E+00 kg-CO2eq

PEFフィルムの廃棄リサイクル

使用済みのPETフィルムは一般廃棄物として発生するものとした。
一般廃棄物の他のプラスチックとして収集され、密閉法に即して材料リサイクルにて処理されるものとした。
材料リサイクルプロセスではPEとPPが再資源化されて再生ペレットとなり、PETは比重分離の際に残渣として発生する。
材料リサイクルの残渣の処理状況は下記のとおり。

構成	重量(kg)
RPF化	48.5%
工業用燃料化	29.6%
焼却エネルギー回収	21.9%
エネルギー回収	0.219



注：下記出典ではその他の処理方法が2.3%であるため、上記3つの処理方法で100%となるように再配分している。

出典：(公益財団法人)日本容器包装リサイクル協会
残余処理方法 プラスチック製容器包装リサイクル協会 (cprra.or.jp)

輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
RPF化	0.0004852 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm	7.85E-03 kg-CO2eq
セメント原燃料	0.0002958 t	100 km	10トランク・積載率平均	
エネルギー回収	0.000219 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm	4.79E-03 kg-CO2eq
			10トランク・積載率平均	
			10トランク・積載率平均	3.55E-03 kg-CO2eq

①RPF化

RPF化	0.485 kg		
PEFの発熱係数	230 MJ/kg-PEF		
RPF燃焼時の発熱量	11.2 MJ		
エネルギー	数量	GHG排出原単位	算定結果
電力	0.0912098 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	5.16E-02 kg-CO2eq
	0.188 kWh/kg-投入プラ		
燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
RPF(全量PEF)	0.485 kg	0.00E+00 kg-CO2/kg	0.00E+00 kg-CO2eq
		バイオマス	非エネルギー

PEFボトル製造

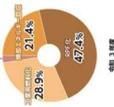
PETボトル製造に係るGHG排出量を算定する。IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
PEF樹脂	1.013 kg		
電力	1.8613963 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	1.05E+00 kg-CO2eq
蒸気	5.4939394 kg	2.78E-01 kg-CO2eq/kg	1.53E+00 kg-CO2eq
ロス分の廃棄(焼却場までの輸送)	0.0000125 t	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm	1.85E-04 kg-CO2eq
PEF樹脂のロス	0.013 kg	4トントラック・積載率平均	1.27E-02 kg-CO2eq
PEF樹脂のロスの焼却(産廃)	0.013 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg	1.32E-02 kg-CO2eq
PEF樹脂のロス燃焼分	0.013 kg	産廃・焼却	0.00E+00 kg-CO2eq
		バイオマス	非エネルギー

(4) PETボトルの廃棄リサイクル

使用済みのPETボトルは国内回収率にしたがって処理されるものとした。
国内におけるPETボトルの回収率は96.7%(PETボトルリサイクル推進協議会(2020年度))され、再資源化されて再生PETフレークになるものとした。
未回収分のPETボトル3.3%は焼却58.4%、埋立41.6%(プラスチック循環利用協会、フロン図、2020年)で処理されるものとした。

	構成	重量(kg)
再資源化(再生PETフレーク)	96.7%	0.967
焼却処理	1.9%	0.019
埋立処理	1.4%	0.014



輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
使用済PETボトル(再資源化)	0.000967 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm	1.57E-02 kg-CO2eq
焼却処理	1.927E-05 t	100 km	10トントラック・積載率平均	5.70E-04 kg-CO2eq
埋立処理	1.378E-05 t	100 km	4トントラック・積載率平均	4.06E-04 kg-CO2eq
			4トントラック・積載率平均	

①再資源化(再生PETフレーク)

再資源化投入量	0.967 kg		
再生PETフレーク	0.919 kg		
工程ロス	0.048 kg		

※PET分のみを想定しているため工程ロスは5%とした。
0.95

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
再生フレーク	0.919 kg	4.12E-01 kg-CO2eq/kg	3.79E-01 kg-CO2eq
工程ロス焼却	0.048 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg	4.93E-02 kg-CO2eq
		産廃・焼却	
燃焼時CO2		GHG排出原単位	
工程ロスのPEF焼却	0.048 kg	0.00E+00 kg-CO2/kg	0.00E+00 kg-CO2eq
		バイオマス	非エネルギー

PETフィルム製造に関するLCAデータ

製品: PETフィルム
 算定単位: PETフィルム1kg
 システム境界: 原料調達～PETフィルム製造～廃棄まで
 影響領域: GHG排出量
 生産地域: 日本

(1)原料調達～PET樹脂製造

PET樹脂製造に係るGHG排出量を算定する。
 IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	1.025 kg	3.20E+00 kg-CO2eq/kg	3.28E+00 kg-CO2eq エネ記

(2)PET樹脂輸送

PET樹脂の輸送に係るGHG排出量を算定する。

輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	0.001025 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	1.66E-02 kg-CO2eq エネ記

(3)PETフィルム製造

PETフィルム製造に係るGHG排出量を算定する。
 IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	1.025 kg	(1)にて計上	
電力	0.5350616 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	3.03E-01 kg-CO2eq エネ記
蒸気	1.5792424 kg	2.78E-01 kg-CO2eq/kg	4.39E-01 kg-CO2eq エネ記
ロス分の廃棄(焼却場までの輸送)			
PET樹脂のロス	0.000023 t	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm 4トラック・積載率平均	3.40E-04 kg-CO2eq エネ記
PET樹脂のロスの焼却(産廃)	0.023 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg 産廃・焼却	2.34E-02 kg-CO2eq エネ記
PET樹脂のロス燃焼分 ⇒(C10H8O4)n 基本分子量192 C含有量 120/192=0.625 燃焼時CO2排出量 0.625÷12×44=2.292	0.023 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	5.27E-02 kg-CO2eq 非エネ記

(4)PETフィルムの廃棄リサイクル

使用済みPETフィルムは一般廃棄物として発生するものとした。
 一般廃棄物の他のプラスチックとして収集され、容リ法に即して材料リサイクルにて処理されるものとした。
 材料リサイクルプロセスではPEとPPが再資源化されて再生ペレットとなり、PETは比重分離の際に残渣として発生する。
 材料リサイクルの残渣の処理状況は下記のとおり。

構成	重量(kg)
RFPE化	48.5%
工業用燃料化	29.6%
焼却エネルギー回収	21.9%
注: 下記出典ではその他の処理方法が2.3%であるため、上記3つの処理方法で100%となるように再配分している。	0.219

出典: (公益財団法人)日本容器包装リサイクル協会
 残渣処理方法: プラスチック製容器包装リサイクル協会 (topra.or.jp)



輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
RPF化	0.0004852 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・稼働率平均	= 7.85E-03 kg-CO2eq 工不起
セメント原燃料	0.0002958 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・稼働率平均	= 4.79E-03 kg-CO2eq 工不起
エネルギー回収	0.000219 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・稼働率平均	= 3.55E-03 kg-CO2eq 工不起

①RPF化

RPF化	0.485 kg
PETの発熱係数	23.0 MJ/kg-PET
RPF燃焼時の発熱量	11.2 MJ

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
電力	0.0912098 kWh 0.188 kWh/kg-投入プラ	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	= 5.16E-02 kg-CO2eq 工不起

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
RPF (全量PET)	0.485 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 1.11E+00 kg-CO2eq 非工不起

②セメント原燃料

セメント原燃量化	0.296 kg
PETの発熱係数	23.0 MJ/kg-PET
原燃料燃焼時の発熱量	6.8 MJ

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
電力	0.0562027 kWh 0.19 kWh/kg-投入プラ	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	= 3.18E-02 kg-CO2eq 工不起
軽油	0.0365184 MJ 0.00096 L/kg-投入プラ	7.88E-02 kg-CO2eq/MJ	= 2.88E-03 kg-CO2eq 工不起

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
セメント原燃料 (全量PET)	0.296 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 6.78E-01 kg-CO2eq 非工不起

③焼却エネルギー回収

焼却エネルギー回収	0.219 kg
PETの発熱係数	23.0 MJ/kg-PET
燃焼時の発熱量	5.0 MJ

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
焼却エネルギー回収 (全量PET)	0.219 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 5.02E-01 kg-CO2eq 非工不起

PETシート製造に関するLCAデータ

製品: PETシート
 算定単位: PETシート1kg
 システム境界: 原料調達～PETシート製造～廃棄まで
 影響領域: GHG排出量
 生産地域: 日本

(1) 原料調達～PET樹脂製造

PET樹脂製造に係るGHG排出量を算定する。
 IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・エネルギー	数量	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	1.027 kg	3.20E+00 kg-CO2eq/kg	3.28E+00 kg-CO2eq 工ネ起

(2) PET樹脂輸送

PET樹脂の輸送に係るGHG排出量を算定する。

輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	0.001027 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	1.66E-02 kg-CO2eq 工ネ起

(3) PETシート製造

PETシート製造に係るGHG排出量を算定する。
 IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・エネルギー	数量	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	1.027 kg		(1)にて計上
電力	1.4331109 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	8.11E-01 kg-CO2eq 工ネ起
蒸気	4.2288485 kg	2.78E-01 kg-CO2eq/kg	1.18E+00 kg-CO2eq 工ネ起
ロス分の廃棄(焼却場までの輸送)	0.000027 t	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm 4トントラック・積載率平均	3.99E-04 kg-CO2eq 工ネ起
PET樹脂のロス	0.027 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg 産廃・焼却	2.75E-02 kg-CO2eq 工ネ起
PET樹脂のロスの燃焼分 ⇒(C10H8O4)n 基本分子量192 C含有量 120/192=0.625 燃焼時CO2排出量 0.625×12×44=2.292	0.027 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	6.19E-02 kg-CO2eq 非工ネ起

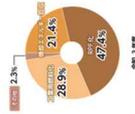
(4) PETシートの廃棄リサイクル

使用済みのPETシートは一般廃棄物として発生するものとした。
 一般廃棄物の他のプラスチックとして収集され、容リ法に即して材料リサイクルにて処理されるものとした。
 材料リサイクルプロセスではPEとPPが再資源化されて再生ペレットとなり、PETは比重分離の際に残渣として発生する。
 材料リサイクルの残渣の処理状況は下記のとおり。

	構成	重量(kg)
RPE化		48.5%
工業用燃料化		29.6%
焼却エネルギー回収		21.9%
焼却エネルギー回収		0.219

注: 下記出典ではその他の処理方法が2.3%であるため、上記3つの処理方法で100%となるように再配分している。

出典: (公益財団法人)日本容器包装リサイクル協会
 算定処理方法: プラスチック製容器包装 | 公益財団法人 日本容器包装リサイクル協会 (icpra.or.jp)



輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
RPF化	0.0004852 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	= 7.85E-03 kg-CO2eq 工不起
セメント原燃料	0.0002958 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	= 4.79E-03 kg-CO2eq 工不起
エネルギー回収	0.000219 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	= 3.55E-03 kg-CO2eq 工不起

①RPF化

RPF化	0.485 kg
PETの発熱係数	23.0 MJ/kg-PET
RPF燃焼時の発熱量	11.2 MJ

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
電力	0.0912098 kWh 0.188 kWh/kg-投入プラ	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	= 5.16E-02 kg-CO2eq 工不起

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
RPF (全量PET)	0.485 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 1.11E+00 kg-CO2eq 非工不起

②セメント原燃料

セメント原燃量化	0.296 kg
PETの発熱係数	23.0 MJ/kg-PET
原燃料燃焼時の発熱量	6.8 MJ

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
電力	0.0562027 kWh 0.19 kWh/kg-投入プラ	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	= 3.18E-02 kg-CO2eq 工不起
軽油	0.0365184 MJ 0.00096 L/kg-投入プラ 38.04 MJ/L-軽油、エネルギー源別標準発熱量・炭素排出係数(2018年度改訂)	7.88E-02 kg-CO2eq/MJ	= 2.88E-03 kg-CO2eq 工不起

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
セメント原燃料(全量PET)	0.296 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 6.78E-01 kg-CO2eq 非工不起

③精製エネルギー回収

焼却エネルギー回収	0.219 kg
PETの発熱係数	23.0 MJ/kg-PET
燃焼時の発熱量	5.0 MJ

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
焼却エネルギー回収(全量PET)	0.219 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 5.02E-01 kg-CO2eq 非工不起

PETボトル製造に関するLCAデータ

製品: PETボトル(耐熱用500mlを想定)
 算定単位: PETボトル1kg
 システム境界: 原料調達～PETボトル製造～廃棄まで
 影響領域: GHG排出量
 生産地域: 日本

(1) 原料調達～PET樹脂製造

PET樹脂製造に係るGHG排出量を算定する。
 IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	1.0125 kg	3.20E+00 kg-CO2eq/kg	= 3.24E+00 kg-CO2eq エネ記

(2) PET樹脂輸送

PET樹脂の輸送に係るGHG排出量を算定する。

輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	0.0010125 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	= 1.64E-02 kg-CO2eq エネ記

(3) PETボトル製造

PETボトル製造に係るGHG排出量を算定する。
 IDEAに搭載されているデータを参照した。

投入原料・ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
PET樹脂	1.0125 kg	(1)にて計上	
電力	1.8613963 kWh	5.66E-01 kg-CO2eq/kWh	= 1.05E+00 kg-CO2eq エネ記
蒸気	5.4939394 kg	2.78E-01 kg-CO2eq/kg	= 1.53E+00 kg-CO2eq エネ記
ロス分の廃棄(焼却場までの輸送) PET樹脂のロス	0.0000125 t	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm 4トトラック・積載率平均	= 1.85E-04 kg-CO2eq エネ記
PET樹脂のロスの焼却(産廃)	0.013 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg 産廃・焼却	= 1.27E-02 kg-CO2eq エネ記
PET樹脂のロスの燃焼分 ⇒(C10H8O4)n 基本分子量192 C含有量 120/192=0.625 燃焼時CO2排出量 0.625÷12×44=2.292	0.013 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	= 2.87E-02 kg-CO2eq 非エネ記

(4) PETボトルの廃棄リサイクル

使用済みのPETボトルは国内回収率にしたがって処理されるものとした。
 国内におけるPETボトルの回収率は96.7%(PETボトルリサイクル推進協議会(2020年度))され、再資源化されて再生PETフレイクになるものとした。
 未回収分のPETボトル3.3%は焼却58.4%、埋立41.6%(プラスチック循環利用協会、フロー図、2020年)で処理されるものとした。

構成	重量(kg)
再資源化(再生PETフレイク)	96.7% 0.967
焼却処理	1.9% 0.019
埋立処理	1.4% 0.014



輸送	数量	距離	GHG排出原単位	算定結果
使用済みPETボトル(再資源化)	0.000967 t	100 km	1.62E-01 kg-CO2eq/tkm 10トントラック・積載率平均	1.57E-02 kg-CO2eq 工不起
焼却処理	1.927E-05 t	100 km	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm 4トントラック・積載率平均	5.70E-04 kg-CO2eq 工不起
埋立処理	1.373E-05 t	100 km	2.96E-01 kg-CO2eq/tkm 4トントラック・積載率平均	4.06E-04 kg-CO2eq 工不起

①再資源化(再生PETフレーク)
 再資源化投入量 0.967 kg
 再生PETフレーク 0.919 kg
 工程ロス 0.048 kg
 ※PET分のみを想定しているため工程ロスは5%とした。
 0.95

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
再生フレーク	0.919 kg	4.12E-01 kg-CO2eq/kg 再生フレーク	3.79E-01 kg-CO2eq 工不起
工程ロス焼却	0.048 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg 産廃・焼却	4.93E-02 kg-CO2eq 工不起

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
工程ロスのPET焼却	0.048 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	1.11E-01 kg-CO2eq 非工不起

②焼却処理

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
使用済みPETボトルの焼却処理	0.019 kg	1.02E+00 kg-CO2eq/kg 産廃・焼却	1.96E-02 kg-CO2eq 工不起

燃焼時CO2	数量	GHG排出原単位	算定結果
使用済みPETボトルの焼却	0.019 kg	2.29E+00 kg-CO2/kg PET燃焼時のCO2	4.42E-02 kg-CO2eq 非工不起

③埋立処理

ユーティリティ	数量	GHG排出原単位	算定結果
使用済みPETボトルの埋立処理	0.014 kg	6.95E-03 kg-CO2eq/kg 産廃・埋立	9.55E-05 kg-CO2eq 工不起

6.3.13 付属資料

リサイクル性を考慮したCO2削減効果、事業性のライフサイクル評価				
・普及段階の年は2030年を基本としますが、事業の特性に応じて設定してください。				
2. 事業性				
2-1. 市場				
(A) 市場規模	(B) (A)における 真社のシェア (%)	(C) 年間販売量 (A) × (B) (トン)	(A) 市場規模の設定規模 (数字や数式を使って定量的に記載して下さい)	
単位		(トン)	本事業におけるPEFとしての想定値	
実証事業終了時点	200	0		
普及段階 2030年時点	100,000	0	本事業におけるPEFとしての想定値	
2-2. コスト				
・評価方法を検討中、データ未収集、評価対象外等の場合は備考欄に記載し、評価方法やデータ収集の検討状況、検討スケジュール、評価対象外の理由等を別添で記載ください。				
評価対象製品	コスト	データ源	備考	
原材料調達・生産				
生産	6,000,000,000	想定価格10,000~50,000円/kg-PEF、 30,000円/kgとして算出 (参照) R3年の本事業の報告書	コストではなく、市場規模の金額	
流通		ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
使用		ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
廃棄・リサイクル				
合計	6,000,000,000			
原材料調達・生産				
生産	40,000,000,000	300~500円/kg-PEF、400円/kgとして算出 (参照) R3年の本事業の報告書	コストではなく、市場規模の金額	
流通		ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
使用		ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
廃棄・リサイクル				
合計	40,000,000,000			

no.	段階	プロセス	使用データ源	LCAの目的との整合性 (左記データ源使用の理由)	実証事 業終了 時点	普及 段階
評価対象製品 (PEF製品)						
生産	原材料調達・生産	原料輸送A	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、積載率平均	輸送条件のうち、車両と積載率は一般値を適用、輸送距離は想定値を入力。	●	
生産	原材料調達・生産	原料調達 (グルコース製造)	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、工業用水道、産廃処理サービス、木くず	バイオマスからのグルコース製造量は50%と仮定。電力、燃料の使用はグルコース製造プロセスのデータで代用。	●	
生産	原材料調達・生産	原料輸送B	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、2トン車、積載率平均	輸送条件のうち、車両と積載率は一般値を適用、輸送距離は想定値を入力。	●	
生産	生産	HMF製造	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、工業用水道	グルコースからのHMF製造量は本事業の (現時点での) 成果を反映。電力、工業用水の使用量を本事業の成果を用いて推計した値。	●	
生産	生産	HMF輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	輸送条件のうち、車両と積載率は一般値を適用、輸送距離は想定値を入力。	●	
生産	生産	FDCA製造	IDEAver3.1 炭酸水素ナトリウム (重炭酸ナトリウム)、電力、日本平均、2018年度、純水、イオン交換膜法、工業用水道、中和処理サービス、産業廃棄物	HMFからのFDCA製造量は本事業の (現時点での) 成果を反映。電力、工業用水、薬剤の使用量を本事業の成果を用いて推計した値。	●	
生産	生産	FDCA輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	輸送条件のうち、車両と積載率は一般値を適用、輸送距離は想定値を入力。	●	
生産	生産	バイオE10H製造	平成30年度石油産業界等調査研究 (バイオ燃料) を中心とした我が国の燃料政策の在り方に関する調査報告書、株式会社 日本総合研究所 2019年3月29日 p.68	海上輸送を除くCO2排出量を使用。		
生産	生産	E10H海上輸送	IDEAver3.1 石油製品タンカー輸送サービス、<8万DWT	東京-ブラジル間を21784kmとした。		
生産	生産	バイオエチレン製造	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度	エタノール脱水時の比熱から電力使用量を推計。原料は除外して当該プロセス分のみのGHG排出量を算定。		
生産	生産	バイオE6製造	MILCAver3.1 (E6製造プロセス) データを代用。			
生産	生産	PEF製造	MILCAver3.1 (PET製造プロセス) データを代用。カ、日本平均、2018年度、純水、イオン交換膜法、工業用水道、液化天然ガス (LNG) の燃焼エネルギー	FDCAとE6の使用量はモル比1:1。PETの原料収率83.1%を適用。電力、工業用水、純水、燃料・LNGの使用量はPET製造データで代用。非エネルギーCO2はPET代用データの教値を適用。	●	
生産	生産	PEFフィルム製造	「樹脂加工におけるインベントリデータ調査報告書/更新版 第2版」(2011年12月)、社団法人プラスチック処理促進協会	OPPフィルム製造の一次エネルギー消費量をもとに動力源を電力50%、蒸気50%として計算。	●	
生産	生産	PEFシート製造	「樹脂加工におけるインベントリデータ調査報告書/更新版 第2版」(2011年12月)、社団法人プラスチック処理促進協会	PETシート製造の一次エネルギー消費量をもとに動力源を電力50%、蒸気50%として計算。	●	
生産	生産	PEFボトル製造	「平成16年度容器包装ライフ・サイクル・アセスメントに係る調査事業報告書-飲料容器を対象としたLCA調査-」(平成17年3月)、財団法人 政策科学研究所	PETボトル製造の一次エネルギー消費量をもとに動力源を電力50%、蒸気50%として計算。	●	
廃棄・リサイクル	廃棄・リサイクル	使用済PEFフィルムの輸送	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、蒸気	近郊地域を想定して輸送距離100kmとした。	●	
廃棄・リサイクル	廃棄・リサイクル	使用済PEFフィルムの廃棄処理	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、軽油、焼却処理サービス	ポリプロピレンの材料リサイクル残渣処理 (2021年度) としてRPF48.5%、セメント原燃料化29.6%、エネルギー回収21.9%の各処理プロセスを反映して計算。	●	
廃棄・リサイクル	廃棄・リサイクル	使用済PEFシートの輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	近郊地域を想定して輸送距離100kmとした。	●	

廃棄・リサイクル	使用済PEFシートの廃棄処理	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、軽油、焼却処理サービス 「フラスチック製容器包装再商品化手法」に関する環境負荷等の検討（平成19年6月）、財団法人、日本容器包装リサイクル協会、フラスチック製容器包装再商品化手法に関する環境負荷等検討委員会	●	容器の材料リサイクル残滓処理（2021年度）としてRPF48.5%、セメント原燃料化29.6%、エネルギー回収21.9%の各処理プロセスを反映して計算。
廃棄・リサイクル	使用済PEFボトルの輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	●	近郊地域を想定して輸送距離100kmとした。
廃棄・リサイクル	使用済PEFボトルの廃棄処理	IDEAver3.1 再生PETフレック、焼却処理サービス、一般廃棄物、発電なし（ごみ由来排出物を除く）、埋立処理サービス、一般廃棄物、廃プラスチック	●	PEFボトルから得られるPEFアルゲは95%とした。
廃棄・リサイクル	使用済PEFボトルの再資源化	PEF樹脂を代替したのとして、PEF樹脂製造分のGHG排出量を控除。	●	
ベースライン (PET)				
原材料調達・生産	TPA、EG製造	IDEAver3.1 PETのGHG排出量データに含まれる。	-	IDEAver3.1のデータは原料調達から当該製品までのGHG排出量が含まれるCradle to Gateであるため、生産段階の数値に含む。
生産	PET製造	IDEAver3.1 ポリエチレンテレフタレート「樹脂加工におけるインベントリデータ調査報告書/更新版 第2版」(2011年12月)、社団法人プラスチック処理促進協会	●	IDEAver3.1データを適用。
生産	PETフィルム製造	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、蒸気 「樹脂加工におけるインベントリデータ調査報告書/更新版 第2版」(2011年12月)、社団法人プラスチック処理促進協会	●	OPPフィルム製造の一次エネルギー消費量をもとに動力源を電力50%、蒸気50%として計算。
生産	PETシート製造	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、蒸気 「樹脂加工におけるインベントリデータ調査報告書/更新版 第2版」(2011年12月)、社団法人プラスチック処理促進協会	●	PETシート製造の一次エネルギー消費量をもとに動力源を電力50%、蒸気50%として計算。
生産	PETボトル製造	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、蒸気 「平成16年度容器包装ライフ・サイクル・アセスメント」に係る調査事業 報告書—飲料容器を対象としたLCA調査—J（平成17年3月）、財団法人、政策科学研究所	●	PETボトル製造の一次エネルギー消費量をもとに動力源を電力50%、蒸気50%として計算。
廃棄・リサイクル	使用済PETフィルムの輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	●	近郊地域を想定して輸送距離100kmとした。
廃棄・リサイクル	使用済PETフィルムの廃棄処理	IDEAver3.1 電力、日本平均、2018年度、軽油、焼却処理サービス 「フラスチック製容器包装再商品化手法」に関する環境負荷等の検討（平成19年6月）、財団法人、日本容器包装リサイクル協会、プラスチック製容器包装再商品化手法に関する環境負荷等検討委員会	●	容器の材料リサイクル残滓処理（2021年度）としてRPF48.5%、セメント原燃料化29.6%、エネルギー回収21.9%の各処理プロセスを反映して計算。
廃棄・リサイクル	使用済PETシートの輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	●	近郊地域を想定して輸送距離100kmとした。
廃棄・リサイクル	使用済PETシートの廃棄処理	IDEAver3.1 再生PETフレック、焼却処理サービス、一般廃棄物、発電なし（ごみ由来排出物を除く）、埋立処理サービス、一般廃棄物、廃プラスチック	●	容器の材料リサイクル残滓処理（2021年度）としてRPF48.5%、セメント原燃料化29.6%、エネルギー回収21.9%の各処理プロセスを反映して計算。
廃棄・リサイクル	使用済PETボトルの輸送	IDEAver3.1 トラック輸送サービス、10トン車、積載率平均	●	近郊地域を想定して輸送距離100kmとした。
廃棄・リサイクル	使用済PETボトルの廃棄処理	IDEAver3.1 再生PETフレック、焼却処理サービス、一般廃棄物、発電なし（ごみ由来排出物を除く）、埋立処理サービス、一般廃棄物、廃プラスチック	●	PEFボトルから得られるPEFアルゲは95%とした。
廃棄・リサイクル	使用済PETボトルの再資源化	PEF樹脂を代替したのとして、PEF樹脂製造分のGHG排出量を控除。	●	

リサイクル性を考慮したCO2削減効果、事業性のライフサイクル評価

3. CO2削減効果

・普及段階の年は2030年を基本としますが、事業の特性に応じて設定してください。
 ・評価方法を検討中、データ未収集、評価対象外等の場合は備考欄に記載し、評価方法やデータ収集の検討状況、検討スケジュール、評価対象外の理由等を別途記載ください。

		実証終了時 100t/年、2030年100,000t/年				
PEFファイルムの場合		(対象製品をご記入ください)				
	①評価対象製品	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	合計	データ源	備考(評価の進捗等)
実証事業 終了時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産 生産	500	0	500	1-2データ源のSheet参照	
	流通	78	0	78	1-2データ源のSheet参照	
	使用			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	10	0	10	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	合計	588	0	588	1-2データ源のSheet参照	
普及段階 2030年時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産 生産	500,000	0	500,000		
	流通	78,140	0	78,140		
	使用			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	9,890	0	9,890	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	合計	588,029	0	588,029		
	②ベースライン	(ベースラインをご記入ください)		合計	データ源	備考(評価の進捗等)
実証事業 終了時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産 生産	328	0	328	1-2データ源のSheet参照	
	流通	78	5	83	1-2データ源のSheet参照	
	使用			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	10	229	239	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	合計	416	234	650	1-2データ源のSheet参照	
普及段階 2030年時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産 生産	327,838	0	327,838		
	流通	78,180	5,272	83,452		
	使用			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	9,890	229,200	239,090	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	合計	415,908	234,472	650,380		

③削減量 (②-①)	エネルギー		非エネルギー起源	合計
	起源	起源		
実証事業 終了時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	(172)	0	(172)
	生産	0	5	5
	流通	0	0	0
	使用	0	0	0
	廃棄・リサイクル	0	229	229
	合計	(172)	234	62
普及段階 2030年時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	(172,162)	0	(172,162)
	生産	40	5,272	5,312
	流通	0	0	0
	使用	0	0	0
	廃棄・リサイクル	0	229,200	229,200
	合計	(172,121)	234,472	62,350

PFシートの場合		実証終了時 100t/年、2030年100,000t/年				
①評価対象製品		(対象製品をご記入ください)				
	エネルギー 起源	非エネル ギー起源	合計	データ源	備考 (評価の進捗等)	
実証事業 終了時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	500	0	500	1-2データ源のSheet参照	
	生産	203	0	203	1-2データ源のSheet参照	
	流通			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	使用			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	10	0	10	1-2データ源のSheet参照	
	合計	713	0	713		
普及段階 2030年時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	500,000	0	500,000		
	生産	202,995	0	202,995		
	流通			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	使用			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	9,890	0	9,890		
	合計	712,885	0	712,885		
②ベースライン		(ベースラインをご記入ください)				
	エネルギー 起源	非エネル ギー起源	合計	データ源	備考 (評価の進捗等)	
実証事業 終了時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	328	0	328	1-2データ源のSheet参照	
	生産	203	6	209	1-2データ源のSheet参照	
	流通			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	使用			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	10	229	239	1-2データ源のSheet参照	
	合計	541	235	777		
普及段階 2030年時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	328,478	0	328,478		
	生産	203,039	6,188	209,228		
	流通			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	使用			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	廃棄・リサイクル	9,890	229,200	239,090		
	合計	541,407	235,388	776,795		
③削減量 (②-①)		非エネルギー 起源				
	エネルギー 起源	非エネル ギー起源	合計			
実証事業 終了時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	(172)	0	(172)		
	生産	0	6	6		
	流通	0	0	0		
	使用	0	0	0		
	廃棄・リサイクル	0	229	229		
	合計	(171)	235	64		
普及段階 2030年時点 (t-CO2/年)	原材料調達・生産	(171,522)	0	(171,522)		
	生産	44	6,188	6,232		
	流通	0	0	0		
	使用	0	0	0		
	廃棄・リサイクル	0	229,200	229,200		
	合計	(171,479)	235,388	63,910		

PEFボトルの場合		実証終了時 100t/年、2030年100,000t/年 (対象製品をご記入ください)				
①評価対象製品	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	合計	データ源	備考(評価の進捗等)	
実証事業 終了時点 (t-C02/年)	原材料調達・生産 生産	500	0	500	1-2データ源のSheet参照	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。 ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	流通	261	0	261	1-2データ源のSheet参照	
	使用			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	廃棄・リサイクル	(415)	0	(415)	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	合計	346	0	346	1-2データ源のSheet参照	
普及段階 2030年時点 (t-C02/年)	原材料調達・生産 生産	500,000	0	500,000		ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。 ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	流通	260,844	0	260,844		
	使用			0	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	廃棄・リサイクル	(414,514)	0	(414,514)	ベースラインと共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	合計	346,330	0	346,330		
②ベースライン (ベースラインをご記入ください)						
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	合計	データ源	備考(評価の進捗等)	
実証事業 終了時点 (t-C02/年)	原材料調達・生産 生産	324	0	324	1-2データ源のSheet参照	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。 評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。 評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	流通	261	0	261	1-2データ源のSheet参照	
	使用			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	廃棄・リサイクル	(247)	15	(232)	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	合計	337	15	353	1-2データ源のSheet参照	
普及段階 2030年時点 (t-C02/年)	原材料調達・生産 生産	323,840	0	323,840		評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。 評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。
	流通	260,865	0	260,865		
	使用			0	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	廃棄・リサイクル	(247,485)	15,499	(231,986)	評価対象製品と共通のステージとみなして、評価対象外とした。	
	合計	337,219	15,499	352,718		
③削減量 (②-①)						
	エネルギー 起源	非エネルギー 起源	合計			
実証事業 終了時点 (t-C02/年)	原材料調達・生産 生産	(176)	0	(176)		
	流通	0	0	0		
	使用	0	0	0		
	廃棄・リサイクル	167	15	183		
	合計	(9)	15	6		
普及段階 2030年時点 (t-C02/年)	原材料調達・生産 生産	(176,160)	0	(176,160)		
	流通	20	0	20		
	使用	0	0	0		
	廃棄・リサイクル	167,029	15,499	182,527		
	合計	(9,111)	15,499	6,388		

機能単位
評価対象製品
ベースライン

PEFフィルム1kgの生産/廃棄A
PETフィルム1kgの生産/廃棄A

(単位)	①評価対象製品					②ベースライン					③削減量 (②-①)							
	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計
起源	5,000	0.781	省略	省略	0.099	5,880	3,278	0.782	省略	省略	0.099	4,159	▲ 1,722	0.000	省略	省略	0.000	▲ 1,721
-起源	0.000	0.000	省略	省略	0.000	0.000	0.000	0.053	省略	省略	2,292	2,345	0.000	0.053	省略	省略	2,292	2,345
	5,000	0.781	0.000	0.000	0.099	5,880	3,278	0.835	0.000	0.000	2,391	6,504	▲ 1,722	0.053	0.000	0.000	2,292	0.624
単位: kg-CO2eq/kg-PEF																		
単位: kg-CO2eq/kg-PEF																		

(単位)	①評価対象製品					②ベースライン					③削減量 (②-①)							
	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計
起源	500	78	省略	省略	10	588	328	78	省略	省略	10	416	▲ 172	0	省略	省略	0	▲ 172
-起源	0	0	省略	省略	0	0	0	5	省略	省略	229	234	0	5	省略	省略	229	234
	500	78	0	0	10	588	328	83	0	0	239	650	▲ 172	5	0	0	229	62
単位: t-CO2eq																		
単位: t-CO2eq																		

PEFフィルム
生産量(想定)
100 トン/年

機能単位
 評価対象製品
 ペースライン

PEFシート1kgの生産/廃棄A
 PETシート1kgの生産/廃棄A

(単位)	①評価対象製品				②ペースライン				③削減量(②-①)			
	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計
起源	5.000	2.030	省略	省略	0.099	7.129	3.285	2.030	省略	省略	0.099	5.414
-起源	0.000	0.000	省略	省略	0.000	0.000	0.000	0.062	省略	省略	2.292	2.354
	5.000	2.030	0.000	0.000	0.099	7.129	3.285	2.092	0.000	0.000	2.391	7.768
単位: kg-CO2eq/kg-PEF												
単位: kg-CO2eq/kg-PEF												

(単位)	①評価対象製品				②ペースライン				③削減量(②-①)			
	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計
起源	500	203	省略	省略	10	713	328	203	省略	省略	10	541
-起源	0	0	省略	省略	0	0	0	6	省略	省略	229	235
	500	203	0	0	10	713	328	209	0	0	239	777
単位: t-CO2eq												
単位: t-CO2eq												

PEFシート
 生産量(想定)
 100 トン/年

機能単位
評価対象製品
ベースライン

PEFボトル1kgの生産/廃棄A
PETボトル1kgの生産/廃棄A

原単位(開発目標)	①評価対象製品					②ベースライン					③削減量(②-①)							
	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計
起源	5.000	2.608	省略	省略	▲ 4.145	3.463	3.238	2.609	省略	省略	▲ 2.475	3.372	▲ 1.762	0.000	省略	省略	1.670	▲ 0.091
-起源	0.000	0.000	省略	省略	0.000	0.000	0.000	0.000	省略	省略	0.155	0.155	0.000	0.000	省略	省略	0.155	0.155
	5.000	2.608	0.000	0.000	▲ 4.145	3.463	3.238	2.609	0.000	0.000	▲ 2.320	3.527	▲ 1.762	0.000	0.000	0.000	1.825	0.064
単位: kg-CO2eq/kg-PEF																		
単位: kg-CO2eq/kg-PEF																		

PEFボトル 生産量(想定)	①評価対象製品					②ベースライン					③削減量(②-①)							
	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計	原材料調達・生産	生産	流通	使用	廃棄・リサイクル	合計
100 トン/年	500	261	省略	省略	▲ 415	346	324	261	省略	省略	▲ 247	337	▲ 176	0	省略	省略	167	▲ 9
起源	0	0	省略	省略	0	0	0	0	省略	省略	15	15	0	0	省略	省略	15	15
-起源	500	261	0	0	▲ 415	346	324	261	0	0	▲ 232	353	▲ 176	0	0	0	183	6
単位: t-CO2eq																		
単位: t-CO2eq																		

6.4 バイオ糖原料の市場調査及び実験評価

● バイオ糖原料の確保について

当該触媒はグルコースやマンノースなどのアルドヘキソースは全てHMFに変換できるが、天然物由来であるため、産地の偏在や季節変動への対応は必要である。また農業産物以外のバイオ糖をも原料として使用を想定するため、実際の原料所在分布と供給可能量の調査は引き続き必要となる。

6.4.1 副生成バイオ糖の入手及び実験評価

大手商社のご協力で、バイオ糖サプライヤー候補企業に関する情報収集を行った。原料糖候補として、工業生産における副生成物としてのバイオ糖を得て（写真34）、ただちにHMF合成試作を行ない、HMFを得ることに成功した。

写真 34. 工業生産プロセスからの副生成糖サンプル



【副生成糖の HMF 化テスト】

1. 実験手順

入手した副生成糖サンプルを希釈し、反応原液が 10wt% Glucose 相当になるように調整した。

データシートより、Glc,Fru 濃度が 77.4 %だったので、0.13 倍に希釈して反応原液を調整した。

2. 反応手順

10wt% Glc 溶液	100ml
触媒(リン酸チタニア)	7.5g
クラレコール	10 g
①150ml 容量耐圧ボトルにて	110℃ X 19 時間反応
②反応前 Glc、反応後液、クラレコール抽出液を HPCL にて分析	

3. 反応結果

	Conversion(%)	HMF Yield(%)	HMF Selectivity(%)
試薬 10wt% Glucose	15.5	13.8	89.0
副生成糖希釈液	15.4	12.1	78.6

4. 結果

試薬の 10wt% Glucose、および副生糖を 10wt%相当に希釈した溶液をそれぞれ同条件で HMF 生成反応を行った結果、副生糖希釈品は HMF の収率、選択率が下がるものの、HMF 生成反応は進行することが分かった。

しかし、原料に由来する成分 (HPLC リテンションタイム 8.9min) による影響のためか、HMF 抽出溶液の HMF 濃度、純度は試薬を使用した場合と比較すると低く、最後に HMF を濃縮するためにエバポレーションした際も、白い析出物が発生してしまったため (写真 35)、HMF の単離及び回収については更にステップを踏む必要があると考える。

写真 35. 副生成糖から合成した HMF 抽出溶液



6.4.2 パルプ糖の入手及び実験評価

国産パルプメーカーからもパルプ糖サンプルを得た（写真36）。

ただちにHMF合成試作を行ない、HMFを得ることに成功した。

今後の課題は、グルコース以外の含有物の影響を確認することと、安定的な供給さらには供給地の偏在によるコストへの影響である。

写真 36. パルプ糖サンプル



【パルプ糖の HMF 化テスト】

パルプ糖サンプルから、試薬グルコース及び副生成糖と同様の操作手順（糖液サンプルを恒温槽で結晶を溶かしたのち、濃度調整）でHMF合成を行った。その

結果、HMFの合成に成功したが、副生成糖との相違点として、結晶の沈降が見られた。

また、生成物でフルフラールが顕著に生成される点は試薬グルコースとの相違点であった。

秘密保持の関係上、具体的内容は明らかに出来ないが、今後、供給可能なパルプ糖の量・品質・コストは以下を要望している。

- ・量：数百Kg（現在）～数千 t（近い将来）
- ・品質：精製品～未精製品までいくつかのグレードを展開
- ・コスト：数百円/Kgレベル

非可食バイオ資源として工業的な生産もされているパルプ糖は実用化での重要な原料ソースと考えているが、現状では市場ニーズが小さいため供給メーカーが少ない。

また、現状では原料と確認されていないが潜在的な可能性のある原料糖も探索していきたい。その場合も非可食・安定供給が基準となる。

6.4.3 もみ殻糖の入手及び実験評価

- 秋田県大潟村でのもみ殻糖生産

秋田県大潟村には大量のもみ殻が安定的に存在するが、糖の生産についてはまだ現地で計画が描けていない。

大潟村では高橋村長以下、非常に協力的に対応して頂いているが、糖化技術を持つ企業との連携促進に助力したい。

したがって、今年度は秋田県立大学に依頼し、少量の「もみ殻糖」サンプルを試作の上で供給して頂いた。安定供給までには時間がかかると考えられるが、来年度以降も、今後の供給体制等に関する情報共有を行っていく予定である。

6.5 PEF 樹脂への適合性

合成した FDCA サンプルの PEF 重合への適性を評価するため、グリーンケミカルにおいて合成した HMF を原料とした FDCA サンプルを用いて、NMR により FDCA の構造及び純度の評価を行った。

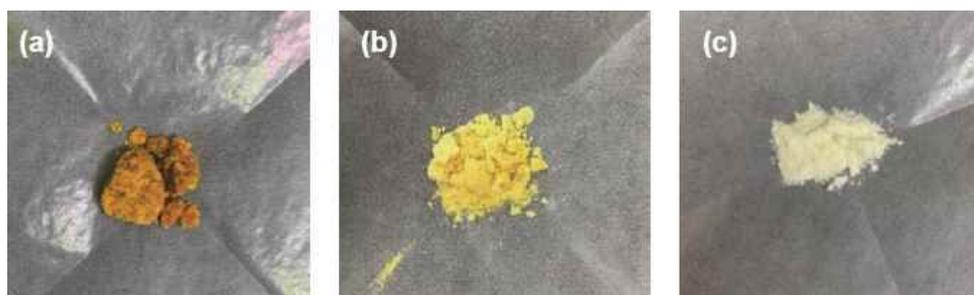
- オートクレーブによる FDCA の合成

PEF 樹脂評価用サンプルとして、グリーンケミカルで合成した HMF を使用して FDCA 合成を行った。反応条件は、オートクレーブを用いた加圧条件下で、反応温度は 120℃、反応時間は 16 時間とした。

反応溶液から触媒を除去し、塩析により得られた個体をろ過回収し、メタノールに溶解させてから活性炭で処理した。

合成直後の FDCA は、黄色く着色していたため、活性炭処理によって脱色を行った所、白色に脱色可能である事が確認出来た（写真 37）。

写真 37. (a)グリーンケミカル合成 HMF、(b)合成直後の FDCA、(c)活性炭処理後の FDCA



また、FDCA の構造を NMR で解析した所、 ^1H において 7.29、 ^{13}C において 118.46、147.08、158.98 に FDCA 由来のピークが見られたため、正しい構造の FDCA が合成されている事が検証された (図 45、46)。他のピークは、溶媒及び水由来のものであり、未反応 HMF、中間体や他の有機化合物のピークは全く見られなかったため、FDCA の純度はほぼ 100%と考えられる。

これらの結果から、グリーンケミカルで合成した HMF を原料とする FDCA は高純度、白色であり、PEF 重合への適合性を有する可能性が高い事が示唆された。来年度は、ラボスケール及びベンチスケールにおいて FDCA サンプルを合成し、PEF 重合による PEF への適合性評価を実施する計画である。

図 45. 合成した FDCA の ^1H -NMR (DMSO- d_6)

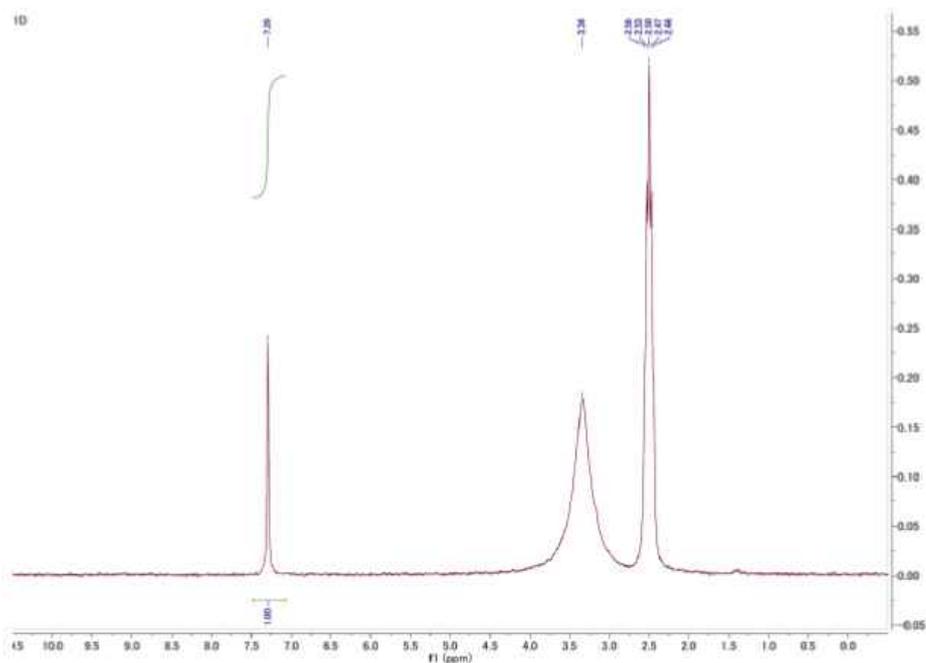
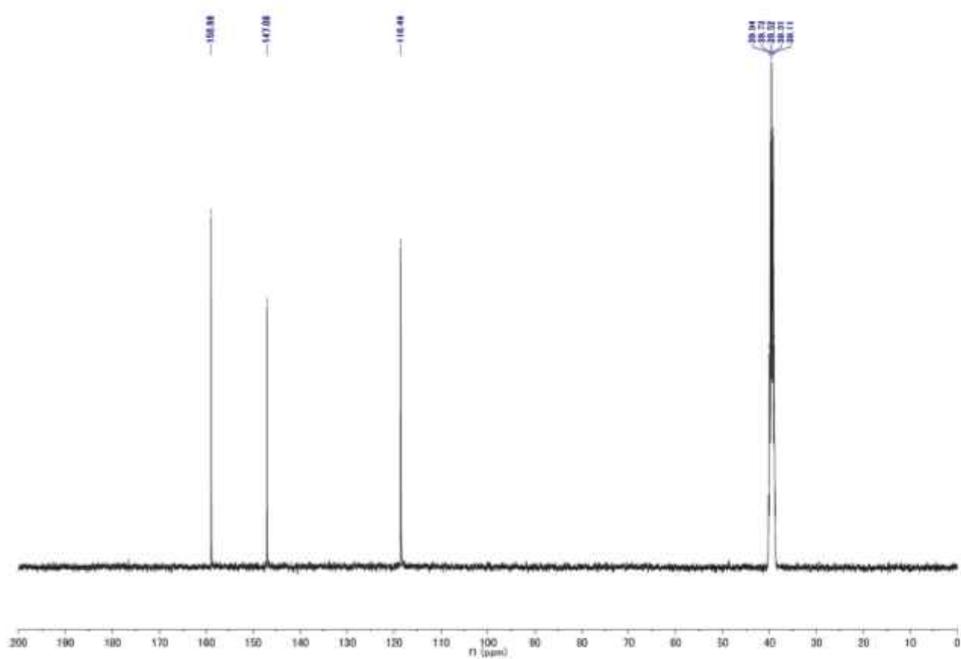


図 46. 合成した FDCA の ^{13}C -NMR (DMSO-d₆)



6.6 取り組みスケジュールの実績

【ラボ装置から実用装置への転換】

- HMFの合成における反応装置のスムーズな運転

- 1) 触媒形状の検討、比較、評価 4月～6月

ペレット形状は触媒効率が不足し、触媒の使用量が多くなるため不採用とし、粉末形状でフィルターに封入する事とした。

- 2) 触媒の増産 6月～2月

反応容器の大型化、反応回数の増加などを検討し、増産方法を確立した。製造装置の準備も終了した。

- 3) 固定床流通反応器の設計製作 4月～1月

ラボにおける300mlリアクターを構築した。さらに改良を加えている。

- 4) 固定床流通反応器でのテスト 6月～2月

小型リアクターを構築し、現時点での最適な運転条件による稼働に成功した。

- FDCAの合成における反応方法の検討

- 1) 重曹法反応条件の改善 4月～2月

重曹法及びアンモニア法において、反応時間の短縮及び収量増大の条件の比較

検討を行い、重曹法を選定し、FDCAの量産に成功した。

2) アンモニア法の小型装置での確認 4月～2月

小型リアクターにおいて、重曹法に比べて、副生成物の含有が多く見られたため、本事業におけるアンモニア法の検討は中止した。

● バイオ糖の市場調査

1) パルプ糖、副生成糖、もみ殻糖などの市場調査、サンプル入手

副生成糖とパルプ糖のサンプルを入手し、HMF合成に成功した。

FDCA合成段階でHMFに何らかの含有物により、純度の向上に課題があることが判明した。

2) サプライヤー企業・商社・自治体への調査を実施

市場調査により商社経由にてバイオ糖サプライヤー企業の初期情報を入手し、当該候補企業と直接の面談等により、サンプル入手及び今後の供給体制の確認を行った。

6.7 共同実施者等との打合せ

● 会議の開催

開催した主な会議を以下に示す（表 24）。

表 24. 開催した主な会議

日付	会議名	参加者
4月14日	社内打ち合わせ	グリーンケミカル（以下、GC）
4月21日	東工大と打ち合わせ	GC、東京工業大学（以下、東工大）
4月27日	社内打ち合わせ	GC
5月13日	LCA 打ち合わせ	GC、SuMPO、エティーサ研
5月17日	小田製作所と打ち合わせ	GC、小田製作所
5月26日	日興リカと打ち合わせ	GC、日興リカ
6月27日	大潟村とWEB会議	GC、東工大、大潟村村長
7月21日	バイオ糖打ち合わせ	GC
8月9日	東工大と打ち合わせ	GC、東工大
8月19日	MiChS社と打ち合わせ	GC、MiChS
8月29日	小田製作所と打ち合わせ	GC、小田製作所
9月8日	LCA 打ち合わせ	GC、SuMPO、エティーサ研
9月22日	大潟村とWEB会議	GC、東工大、大潟村村長
10月4日	東工大と打ち合わせ	GC、東工大
10月20日	大潟村とWEB会議	GC、東工大、大潟村村長
10月21日	環境省中間期報告会	GC、評価審査委員、環境省担当官等
10月21日	日興リカと打ち合わせ	GC、日興リカ

11月10日	パルプ糖打ち合わせ	GC、サプライヤー
11月24日	日興リカと打ち合わせ	GC、日興リカ
12月5日	小田製作所と打ち合わせ	GC、小田製作所
12月20日	環境省現地視察会	GC、評価審査委員、環境省担当官等
2月9日	環境省期末審査会	GC、評価審査委員、環境省担当官等

- 進捗打ち合わせ

全体会議はコロナ感染防止のためWEB会議に切り換えた。

- 出張の実績

無し。コロナ感染防止のためWEB会議に切り換えた。

7. 事業実施の成果と課題

7.6 事業の成果と課題（まとめ）

これまで述べて来た令和4年度の本事業の成果と課題を以下にまとめる（表25）。

表 25. 実証内容とその目標、成果、達成度、課題（2023年3月現在）

実証内容	担当	R4年度		R5年度
		目標	成果と達成度	
1. HMF触媒・反応プロセスの検討	グリーンケミカル	<ul style="list-style-type: none"> ・ HMF触媒 1 kg/週の増産法確立 ・ 純度 95%以上、収率 90%以上 (※収率→単離収率) 	<ul style="list-style-type: none"> ・ HMF触媒 1 kg/週装置案作成 ・ 反応条件・精製法の改良 ・ 実験装置で純度 96%、単離収率 90%超を達成 	<ul style="list-style-type: none"> ・ HMF 回収率を更に向上 ・ 触媒の長寿命化
	日興リカ		<ul style="list-style-type: none"> ・ ラボ（1L）スケール回収率 40% (※参考文献の回収率 49%と同レベル) 	
2. FDCA触媒	グリーン	<ul style="list-style-type: none"> ・ FDCA触媒 1 kg/週の増産法確立 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 活性化 MnO₂触媒を選定。安定的に増産可能 	<ul style="list-style-type: none"> ・ FDCA 反応プロセスのフロー化

反応プロセスの検討	ケミカル 日興リカ	・収率 80%以上 (※収率→回収率)	・HMF サンプルから FDCA 合成に成功 ・生産性向上のため高濃度 HMF 原料で合成 1 回当りの収量が 2.9~3.5 倍向上、回収率 50~74%、純度 97~99%	
3. HMF・FDCA 一貫生産装置の検討	グリーン ケミカル 日興リカ	・一貫生産装置の仕様検討	・仕様の概要設計図を策定	・ベンチスケール装置(1t/年規模を想定)構築と検証 し、拡張(20t/年規模を想定)に向けた課題を抽出
4. HMF・FDCA サンプル評価	東京工業 大学	・HMF・FDCA の純度・収率の目標値達成に向けた分析評価及び助言	・HMF・FDCA の分析評価及び改善策の提言を行い、純度・収率の目標値を概ね達成	・HMF・FDCA の収率・収量・品質評価における分析評価及び助言
5. バイオ糖原料の評価	グリーン ケミカル	・バイオ糖原料候補の比較検討	・パルプ糖、副生成糖及びもみ殻糖からの HMF 合成を実証	・バイオ糖供給体制と品質の確認

6. LCA 評価	グリーン ケミカル	・PETとPEFの比較によるCO2削減効果の検討	・ラボスケールデータにおいて機能単位ファイルム・シート・ボトルでPETとの比較でCO2削減効果が見込まれる	・改良ラボスケール装置及びビベンチスケール設備でのフォアグラウンドデータ取得とLCA評価
-----------	--------------	--------------------------	---	--

※参照文献：1. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 388-389(2014)100-105、2. ACS Catalysis:2019.9,4277-4285

7.7 事業化へ向けての課題と令和5度における取り組み

令和5年度の取り組みは、事業化パートナー企業（共同実施者）と共に HMF と FDCA の工程を平準化して一貫生産ラインをめざす。

そのためには、原料である HMF の品質面と量的な平準化を調整していく。

- 触媒の機能発揮に粉体のままでの反応最適化を図る。吸着材も同様。専門企業と連携して検討実行。
- HMF の濃縮工程に精製装置を導入して高純度化を図る。これにより FDCA の品質向上を図る。
- FDCA の 24 時間反応を短縮し生産効率アップを図る。
- 触媒の小ロット生産プロセスを大型化し、生産効率を高める。

● 固定床流通方式（フローシステム）によるHMF製造プロセスの実証

300ml 試験機で HMF 反応液をつくり、分離回収技術を実証した。反応条件の詳細比較は小型のフローシステムで実施した。分離回収技術は活性炭吸着法と溶媒抽出法の双方で実施し、手法を確立できた。

● 触媒の増産

HMF触媒は1kg/週の触媒生産を可能とする製法を確立し、装置の設計も行った。ラボ内では設備投資を最小限にして触媒の増産を実行した。

FDCA触媒は、 β -MnO₂との比較検討の結果、一般的に入手可能な活性化MnO₂を用いる事とした。

- FDCA反応効率の向上

FDCAサンプルを重曹法で合成した。今後は、反応時間短縮などの効率化も検討していく。

FDCAを得るためにはHMFの品質の安定が重要であるため、現在、試作中のHMFをさらに改良していく。

8. 令和5年度の課題

8.1 当初より計画していた課題

- HMFの収率向上

HMFの収率（HMF／グルコース,モル比）において、

- ・ 原料濃度が低いほど収率が高いが、量を取れない。
- ・ 原料濃度が高いと未反応グルコースが多い

という相反する性質がある。

収量の確保と運転管理の両面から判断し、グルコース濃度 15～30%での安定反応を比較検証して運転方法を確立する。

- FDCA 一貫生産プロセス試作機の小型版（フロー化）の概要設計

パートナー企業において、1 t /年規模のベンチスケール設備でバイオ糖原料から FDCA までの一貫生産プロセスの実証検証を行う。

前半部分の HMF を安定供給するため、リース機器を活用した HMF 生産を継続する。

- FDCA ベンチ装置の検討

20 t /年規模のベンチスケール設備の構築に向けたスケールアップについて、グリーンケミカル及びパートナー企業等が共同で課題検討を行う。グリーンケミカルは、ラボスケール装置でのデータ取得及び技術移転に加えて、設計等に参加し、パートナー企業等との連携体制を構築する。

- バイオ糖原料の実験評価

パルプ糖やもみ殻糖の生産供給状況を調査し、調査結果から 20 t /年体制や 200 t /年体制でのサプライヤー候補企業をパートナー企業と協議の上で選定する。

また、入手を行ったバイオ糖サンプルのラボ評価も実施していく。

8.2 新たに見出された課題

- HMF 触媒のフミン除去

短時間でフミンが触媒表面に付着して活性を奪うため、洗浄により活性が復旧する事を実験で確認する。

高活性持続 3~4 時間であるので、「短時間切り替え」による HMF 量産方式と「ライン切り離し後に生成付着したフミンを洗浄分離排出する」洗浄機能を合体する事を想定している。

- HMF の運転管理

短時間切り替え運転を安定させる装置化を図る。

パルプ糖については HMF 反応を阻害する物質を事前に取り除く前処理システムを含めて構築する。

- LCA 対応の回収システム

現在、HMF 反応液から溶媒抽出法により HMF を分離回収しているが、その際の CO₂ 抑制策として、活性炭吸着も検討する。活性炭のグルコースと HMF の吸着力/破過量を組み合わせたシステムが適用出来ないか実証する。

特に工数作業が必要なカラム抽出工程については、最適規模の蒸留装置を装備して省力化する。

- FDCA 合成カラムリアクター

カラム内に触媒を充填して、原料 HMF 水溶液、加圧酸素を流しながら 100°C で反応させる。フローシステムの開発により、副生成物が低減された高純度 FDCA の合成が期待できる。

ベンチスケール設備（1 t/年）にて実現するため、仕様検討を行う。

- バイオ糖原料の多様性と調達シナリオ

それぞれのバイオマス由来糖は生産地の季節変動による品質や量の変動が考えられる。また、天然品ながらもトレーサビリティとサステナビリティの確保は必要となる。

それらを克服した多様で安定した調達のネットワークを構築して行くため、令和 5 年度では商社や糖メーカーと連携して柔軟な需給体制を調査検討する。

9. 用語説明

1. 5-ヒドロキシメチルフルフラール (HMF)

水酸基とホルミル基を有するフラン化合物。グルコースから得られるためバイオマス由来原料として、モノマーや燃料として検討されている。

2. ポリエチレンフラノエート (PEF)

ポリエチレングリコールと 2,5-フランジカルボン酸の重合体。ポリエチレンテレフタレート (PET) と比べ、食品等の劣化原因となる酸素のバリア能力が 10 倍程度高く、100%バイオ由来の原料で合成できるため、石油由来の PET の代替材料として注目されている。

3. 2,5-フランジカルボン酸 (FDCA)

両末端にカルボキシル基を有するフラン化合物。PET の原料であるテレフタル酸と類似の構造を有しているため、PET 代替ポリマーの原料として注目されている。

4. 水熱反応

高温高圧の熱水中で化合物を合成あるいは結晶成長させる方法。

5. ポリエチレンテレフタレート (PET)

エチレングリコールとテレフタル酸の脱水縮合により作られる、エステル結合が連なるポリエステルの一種。ペットボトルを中心に食品用の容器や

合成繊維などに使用されている。

6. メトキシメチルフルフラール (MMF)

アルデヒド基とエーテル (メトキシメチル) 基を持つフラン化合物。HMFと同様に、グルコースから得られるためバイオマス由来原料として検討されている。

リサイクル適性の表示:印刷用の紙にリサイクルできます。

この印刷物は、グリーン購入法に基づく基本方針における「印刷」に係る判断の基準にしたがい、印刷用の紙へのリサイクルに適した材料[Aランク]のみを用いて作製しています。

