

高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業
技術評価報告書(中間評価)

平成31年3月

産業構造審議会産業技術環境分科会
研究開発・イノベーション小委員会
評価ワーキンググループ

はじめに

研究開発の評価は、研究開発活動の効率化・活性化、優れた成果の獲得や社会・経済への還元等を図るとともに、国民に対して説明責任を果たすために、極めて重要な活動であり、このため、経済産業省では、「国の研究開発評価に関する大綱的指針」(平成28年12月21日、内閣総理大臣決定)等に沿った適切な評価を実施すべく「経済産業省技術評価指針」(平成29年5月改正)を定め、これに基づいて研究開発の評価を実施している。

経済産業省において実施している「高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業」は、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助するものである。今回の評価は、上記プロジェクトに関する評価であり、実際の評価に際しては、省外の有識者からなる中間評価検討会(座長:一般財団法人エネルギー総合工学研究所 研究顧問 小野崎正樹)を開催した。

今般、当該検討会における検討結果が技術評価報告書の原案として産業構造審議会産業技術環境分科会研究開発・イノベーション小委員会評価ワーキンググループ(座長:森俊介 東京理科大学工学部経営工学科教授)に付議され、内容を審議し、了承された。

本書は、これらの評価結果を取りまとめたものである。

平成31年3月
産業構造審議会産業技術環境分科会
研究開発・イノベーション小委員会評価ワーキンググループ

産業構造審議会産業技術環境分科会
研究開発・イノベーション小委員会 評価ワーキンググループ
委員名簿

座長	森 俊介	東京理科大学工学部経営工学科教授
	大島 まり	東京大学大学院情報学環教授・東京大学生産技術研究所教授
	亀井 信一	株式会社三菱総合研究所研究理事
	斉藤 栄子	VALUENEX 株式会社ソリューション事業推進本部本部長代理
	鈴木 潤	政策研究大学院大学教授
	高橋 真木子	金沢工業大学大学院イノベーションマネジメント研究科教授
	津川 若子	東京農工大学大学院工学研究院准教授
	西尾 好司	株式会社富士通総研経済研究所上席主任研究員
	浜田 恵美子	日本ガイシ株式会社取締役

（敬称略、座長除き五十音順）

「高効率な石油精製技術の基礎となる石油の構造分析・反応解析
等に係る研究開発事業及び高効率な石油精製技術に係る研究
開発支援事業費補助金」中間評価検討会

委員名簿

座長	小野崎 正樹	一般財団法人エネルギー総合工学研究所 研究顧問
	里川 重夫	成蹊大学理工学部物質生命理工学科 教授
	関根 泰	早稲田大学理工学術院先進理工学部応用化学科 教授
	増田 隆夫	北海道大学大学院 工学研究院長 教授
	室井 高城	アイシーラボ 代表

(敬称略、五十音順)

技術評価に係る省内関係者

【中間評価時】

(平成 30 年度)

資源エネルギー庁 資源・燃料部 石油精製備蓄課長 竹田 憲(事業担当課長)

産業技術環境局 研究開発課 技術評価室長 大本 治康

【事前評価時】

(平成 25 年度)

資源エネルギー庁 資源・燃料部 石油精製備蓄課長 竹谷 厚(事業担当課長)

産業技術環境局 産業技術政策課 技術評価室長 飯村 亜紀

中間評価の審議経過

第 1 回評価検討会(平成 30 年 12 月 13 日)

- ・事業の概要について
- ・評価の進め方について

第 2 回評価検討会(平成 31 年 3 月 4 日)※書面開催

- ・技術評価報告書(中間評価)について

◆産業構造審議会産業技術環境分科会研究開発・イノベーション小委員会

評価ワーキンググループ

(平成 31 年 3 月 13 日)

- ・技術評価報告書(中間評価)(案)について

目 次

はじめに	2
評価ワーキンググループ委員名簿	3
評価検討会委員名簿	4
技術評価に係る省内関係者	5
審議経過	6
I. 高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業(プロジェクト)概要	8
(1) 個別テーマ毎の概要	9
テーマ1 RDS／RFCC 全体最適処理技術開発	9
テーマ2 劣質原油処理における腐食機構の解明と対策	22
テーマ3 ブタンの脱水素によるブタジエン製造技術の開発	33
テーマ4 先進的膜分離による高付加価値品回収技術開発	46
テーマ5 非在来型原油および残渣油の2次装置反応性解析	59
テーマ6 重質残渣油のRFCC原料化のためのRDS触媒システム開発	71
テーマ7 重質油処理における機器閉塞機構解明及び対策技術開発	83
(上記個別研究テーマごと)	
1. 事業アウトカム	
2. 研究開発内容及び事業アウトプット	
3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ	
4. 研究開発の実施・マネジメント体制等	
5. 費用対効果	
(2) 補助事業全体	98
1. 当省(国)が実施することの必要性	98
2. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ	98
3. 研究開発の実施・マネジメント体制等	99
4. 費用対効果	100
II. 外部有識者(評価検討会等)の評価	101
1. 事業アウトカムの妥当性	101
2. 研究開発内容及び事業アウトプットの妥当性	103
3. 当省(国)が実施することの必要性	104
4. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップの妥当性	105
5. 研究開発の実施・マネジメント体制等の妥当性	106
6. 費用対効果の妥当性	107
7. 総合評価	108
8. 今後の研究開発の方向等に関する提言	110
III. 評点法による評点結果	112
IV. 産業構造審議会評価ワーキンググループの所見及び同所見を踏まえた改善点等	113

【事業の概要】

国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出製油所の台頭による国際競争の激化等、我が国石油精製業を取り巻く環境は厳しくなっている。こうした中、我が国のエネルギー安定供給に貢献し、製油所の国際競争力を強化することを目的として、「石油のノーブル ユース」・「稼働信頼性の向上」に資する技術開発に対して支援を行う。

○実施期間：平成28年度～平成32年度（5年間）

○実施形態：国からの直執行

○予算総額：16. 56億円

（平成28年度：6. 76億円 平成29年度：5. 70億円 平成30年度：5. 00億円）

○実施者（平成30年度事業時点）：

事業管理：一般財団法人石油エネルギー技術センター

事業実施：出光興産株式会社、JXTGエネルギー株式会社

※本補助事業では、7つの個別研究テーマを実施している。そのため、(1)として、個別研究テーマごとの内容（「事業アウトカム」、「研究開発内容及び事業アウトプット」、「事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ」、「研究開発の実施・マネジメント体制等」、「費用対効果」）について記載。続けて、(2)として、補助事業全体の内容（「当省（国）が実施することの必要性」、「事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ」、「研究開発の実施・マネジメント体制等」、「費用対効果」）を記載することとする。

	石油のノーブルユース	稼働信頼性向上
実用化 技術開発 補助率： 2/3	テーマ3：ブタンの脱水素によるブタジエン製造技術の開発 JXTGエネルギー【1301】 テーマ4 先進的膜分離による高付加価値品回収技術開発 JXTGエネルギー【1302】	
実証 技術開発 補助率： 1/2	テーマ1：RDS/RFCC全体最適処理技術開発 出光興産【1303】 テーマ5：非在来型原油および残渣油の2次装置反応性解析 JXTGエネルギー【1305】 テーマ6：重質残渣油のRFCC原料化のためのRDS触媒システム開発 JXTGエネルギー【1306】	テーマ2：劣質原油処理における腐食機構の解明と対策 出光興産【1304】 テーマ7：重質油処理における機器閉塞機構解明及び対策技術開発 テーマ7 JXTGエネルギー【1307】

 委託事業との連携テーマ（ペトロリオミクス関連）

 H32年度まで継続するテーマ

 H30年度で終了するテーマ

(1)個別テーマ毎の事業概要

【テーマ1】RDS／RFCC全体最適処理技術開発

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「RDS／RFCC 全体最適処理技術開発」（1303）
行政事業レビューとの関係	平成３０年度事業番号０２０４
上位施策名	科学技術・イノベーション
担当課室	石油精製備蓄課

プロジェクトの目的・概要

省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。

本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。

予算額等（補助（補助率：１／２））				（単位：百万円）
開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体
平成２８年度	平成３２年度	平成３０年度	平成３３年度	出光興産(株)
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28FY&H29FY)	総予算額
６７	６２	１１１	１２９	２４５

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

1. 事業アウトカム

事業アウトカム指標		
① 重油直接脱硫（RDS）装置にて、更なる重質処理運転促進を狙い、RDS 装置前段部（ガード）での偏流を大きく低減する。 ② 重油直接脱硫（RDS）装置と重油流動接触分解（RFCC）装置の組合せにおいて、常圧残油（AR）を原料にした際の RFCC によるガソリンや軽油留分等、高付加価値燃料油への転換効率を向上する。		
指標目標値		
事業開始時（H28 年度）	計画：終了時評価のベース	実績：
中間評価時（H30 年度）	計画： 終了時評価時のアウトカム指標達成に向けて、H29 年度分までの技術開発目標を 100%達成する。	実績（見込み）： 計画通り目標を達成した。
終了時評価時（H33 年度）	計画： ① ガード触媒層の水平温度差（ ΔT ）を 20℃以下で 1 年間維持する。 ② RFCC での転化率を液収率で 0.3vol%以上向上する。	実績：
目標最終年度（H32 年度予定）	計画：	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

(1) 研究開発内容

背景

日本国内の製油所は、原料原油のほぼ全量の中東中心の産油国からの輸入に頼っていることに加え、国内の消費はガソリン等に代表されるクリーン液体燃料（主に油送用）とナフサ・アロマ（BTX）等から派生する化成品用途である特徴を有する。そのため、国内製油所の多くは国際競争力を維持するため、早くから重油からの高付加価値品への転換技術（重油アップグレーディング）導入に務めてきた。その中でも重油直接脱硫（RDS）装置と重油流動接触分解（RFCC）装置との組合せを採用している割合が世界的にも高く、それ故 RDS+RFCC 組合せシステムの最大活用・最大効率運転は石油の更なるノーブル・ユースに直結し、我が国石油精製技術の国際競争力アップのため強く望まれている。

しかしながら、RDS 原料である常圧残油（AR）をさらに重質化することや、処理量アップを狙った高負荷運転等、更なる効率運転のためには、RDS 装置の特に前段（ガード）部でのスケール詰まり等からの偏流に起因する触媒寿命低下、の原因を解明し根本からの対策を施すことにより、新たな設備を追加することなしに長期連続運転を可能にすることが必須である。

一方で、RDS+RFCC 組合せシステムのポテンシャルを最大限に引き出すためには、超多成分+巨大分子から構成される重油を分子レベルで、RDS を経て RFCC にて分解され有用な軽油、ガソリンや化成品原料に変換する過程を解明し、コーキングもしくはガス等への望まれない反応を避けることが望まれている。昨今の JPEC 主導によるいわゆるペトロリオミクス技術開発により、重油を含む複雑反応の分子レベルでの解析技術展開が現実的になってきたこの機会を活かし、分子レベルでの反応メカニズム把握に立脚した RDS+RFCC 組合せシステムで全体最適運転技術開発を行う。

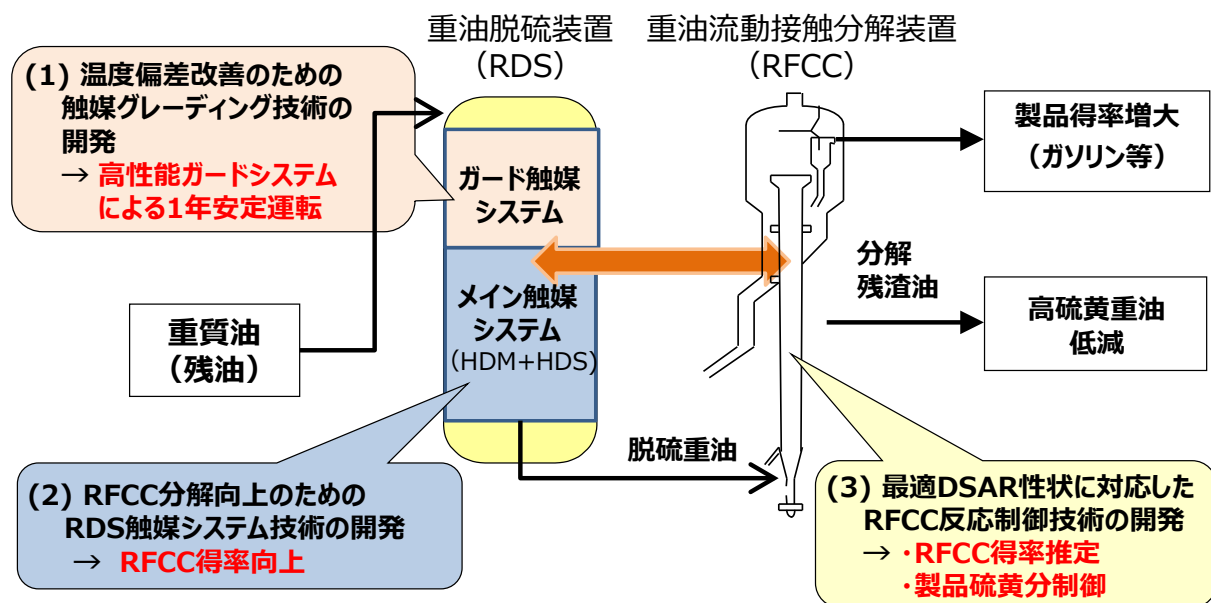
目的

- ① 重油直接脱硫（RDS）装置にて、更なる重質処理運転促進を狙い、RDS 装置前段部（ガード）での偏流を大きく低減する技術開発を行う。
- ② 重油直接脱硫（RDS）装置と重油流動接触分解（RFCC）装置の組合せにおいて、常圧残油（AR）を原料にした際の RFCC によるガソリンや軽油留分等、高付加価値燃料油への転換効率向上を最大限に発揮可能な技術開発を行う。

内容

上記目的の実現に向けて以下の 3 項目の技術開発を行う。（図：RDS-RFCC 全体最適処理技術開発）

- ① RDS 流動反応シミュレーション（SIM）技術活用に基づく反応温度偏差改善のための触媒グレーディング技術開発
- ② RFCC 分解向上のための RDS 触媒システム技術開発
- ③ 最適 DSAR 性状に対応した RFCC 反応制御技術の開発



それぞれの項目について、下記の年度目標に従って着実に研究開発を推進し、最終目標の達成を目指す。

実施内容 ／ 年度	① 温度偏差改善のための触媒グレーディング技術開発	② RFCC分解向上のためのRDS触媒システム技術開発	③ 最適DSAR性状に対応したRFCC反応制御技術の開発
H28	実際の触媒形状を考慮した触媒グレーディング評価技術 (MICRO-SIM) の開発に着手	ベンチ運転条件探索等により触媒システム+運転条件の影響把握	特性の異なるDSARを用いたRFCC分解性への影響把握
H29	MICRO-SIMを適用レベルで開発。偏流時の流動状態予測技術着手	RFCC分解向上に資するRDS触媒システムを探索し、有望システムを見出す	各種DSARのペトリタリク技術による詳細解析とRFCC分解反応性の相関性把握
H30	開発SIM (MICRO+MACRO) を実機適用レベルで活用。新規ガードシステム提案	実機に適用できるレベルでの新規RDS触媒システムの適用判断	最適DSARに適合した有望RFCC触媒選定 (製品中硫黄分布制御考慮)
H31	1. 開発SIM技術に基づく新規触媒グレーディング技術 (RDS装置ガード部) ならびに新規RDS触媒システムによる実機RDS実証運転実施 2. 開発技術適用により実機RFCC運転にて分解向上性を把握し、開発評価技術の妥当性を評価		
H32	実機実証運転実績を踏まえた評価と再チューニングにより開発SIMを完成	1. 実機RDS実証運転結果の実績評価 2. 実機RFCC実証運転の実績評価と開発評価技術の完成度向上 3. 必要に応じ更なる改良の検討	
最終目標	実機RDS装置運転において、ガード触媒層水平温度差 (ΔT) 20℃以下維持を可能とし、1年間連続運転を達成する。	実機RDS+RFCC装置運転にて常圧残油 (AR) を原料にした際のRFCCによる高付加価値燃料油への転換効率向上を可能にする技術開発を行う。実機RFCCにて有効成分液収率0.3vol%以上 (脱硫重油・DSARを100%通油換算)	

(2) 事業アウトプット

事業アウトプット指標		
①RDS 流動反応シミュレーション (SIM) 技術活用に基づく反応温度偏差改善のための触媒グレーディング技術 ②RFCC 分解向上のための RDS 触媒システム技術 ③最適 DSAR 性状に対応した RFCC 反応制御技術		
指標目標値 (計画及び実績)		
事業開始時 (H28 年度)	計画 :	実績 :
中間評価時 (H30 年度)	計画 : ①必要なシミュレーション技術 (マクロ SIM、ミクロ SIM) を開発する。 ②新たなコンセプトに基づく RDS 触媒システムを構築する。 ③DSAR 性情に対応した RFCC 触媒・添加剤のコンセプトを考案する。	実績 (見込み) : ①、②、③、いずれも 100%達成
終了時評価時 (H32 年度)	計画 : ①開発 SIM に基づく触媒グレーディング技術を構築し、その有用性を実機で実証する。 ②新規 RDS 触媒システムを構築し、その優位性を実機で実証する。 ③DSAR 性状に適合した触媒・添加剤システムを選定し、その有効性を実機で実証する。	実績 :

< 共通指標実績 >

論文数	論文の被引用度数	特許等件数 (出願を含む)	特許権の実施件数	ライセンス供与数	国際標準への寄与	プロトタイプ作成
0	0	0	0	0	0	0

個別要素技術のアウトプット指標・目標値及び達成状況

個別要素技術	アウトプット指標・目標値	達成状況 (実績値・達成度)	原因分析 (未達成の場合)
①RDS 流動反応シミュレーション (SIM) 技術活用に基づく反応温度偏差改善のための触媒グレーディング技術	①H29 年度までに、実際の触媒形状を考慮した触媒グレーディング評価技術 (マイクロ SIM) の開発に着手し、それを適用レベルで開発する。また、偏流時の流動状態予測技術 (マクロ SIM) の開発に着手する。H30 年度は、マイクロ SIM・マクロ SIM を実機適用レベルで活用し、新規ガードシステムを提案する。	①100%達成	
②RFCC 分解向上のための RDS 触媒システム技術	②H29 年度までに、ベンチ運転条件探索等により触媒システム+運転条件の影響を把握し、RFCC 分解向上に資する RDS 触媒システムを探索し、有望システムを見出す。H30 年度は、実機に適用できるレベルで新規 RDS 触媒システムの採用可否を判断する。	②100%達成	
③最適 DSAR 性状に対応した RFCC 反応制御技術	③H29 年度までに、特性の異なる DSAR を用いて RFCC 分解性への影響を把握する。また、各種 DSAR のペトロリオミクス技術による詳細組成と RFCC 分解反応性の相関性を把握する。H30 年度は、最適 DSAR に適合した有望 RFCC 触媒を選定する。	③100%達成 ※何れも H30 年度見込み	

進捗状況

触媒グレーディング技術の開発におけるマイクロ SIM モデルの構築においては、異なる形状・サイズの触媒を積層したモデルを開発し、層界面の気液流動・微粒子滞留への影響も解析できるようにした。(図 1 : 触媒積層のマイクロ SIM モデル)

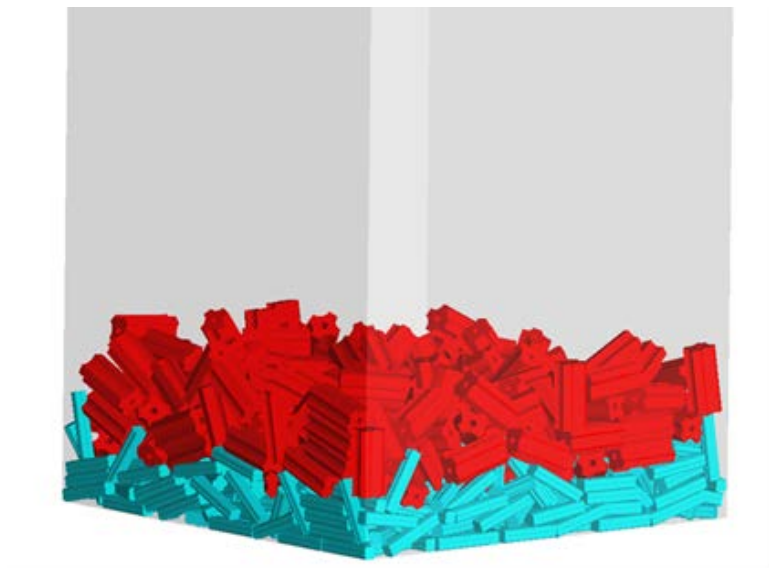


図 1 : 触媒積層のマイクロ SIM モデル

この多層モデルに微粒子 (250 μ m) を含む液を流し、粒子の滞留場所を詳細に解析して、触媒 3 個が形成したデッド部分、大きい触媒に外面に小さい触媒が接した角等に滞留することを見出した。(図 2 : 積層モデル内の粒子の滞留)

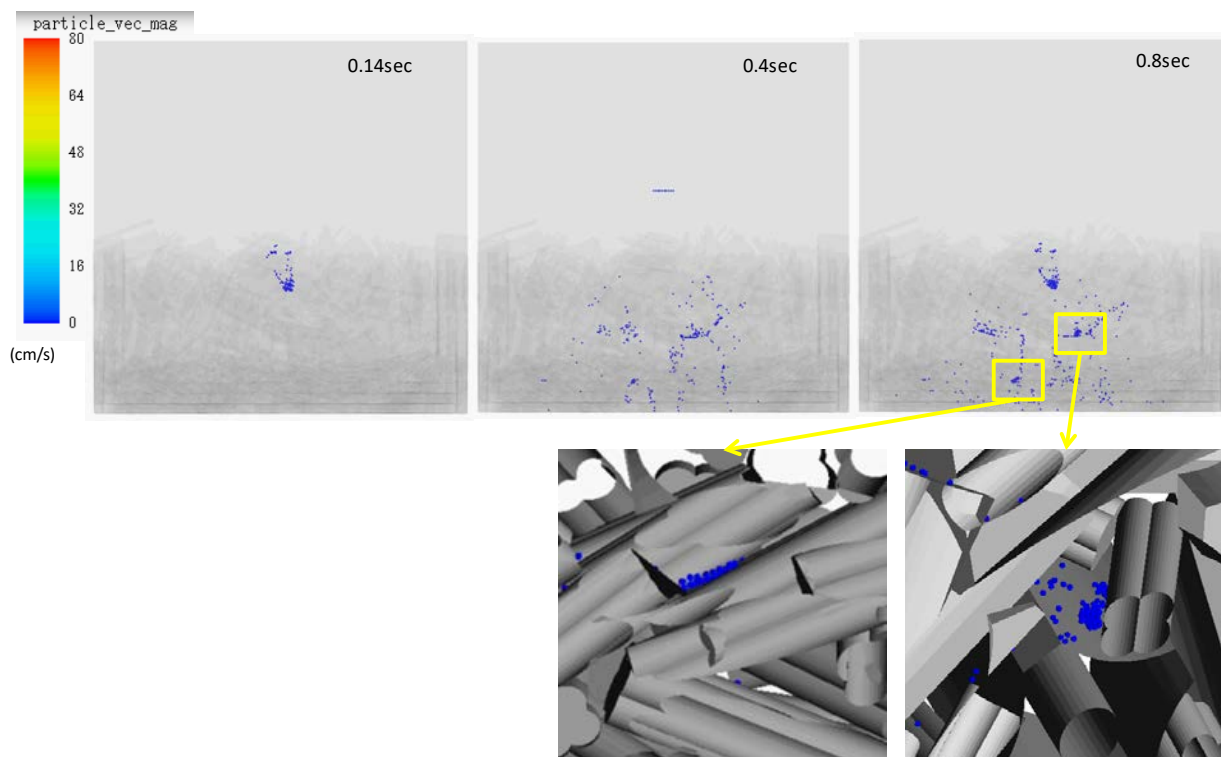


図 2：積層モデル内の粒子の滞留

マクロ SIM モデルの構築では、液と表面が接触することで反応熱を発生するモデルを組み込んで、固化部で温度が上がりその下流部で温度が下がる傾向を再現することに成功し、固化・偏流・ホットスポット現象をシミュレーションできる目処を得た。(図 3：固化部とその周辺の温度分布)

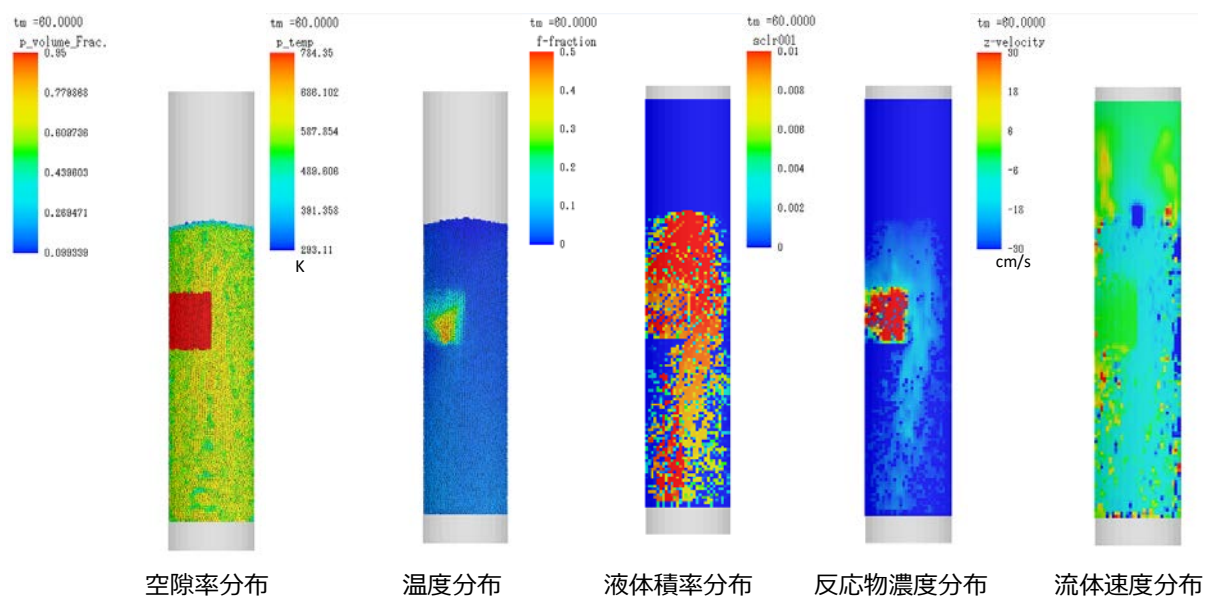


図 3：固化部とその周辺の温度分布

RDS システム技術の開発では、反応実験により RDS 運転条件による RFCC 反応性への影響を調べて、シビアな脱硫により DSAR の反応性指標を上げることができ、RFCC での分解率を向上できることを見出した。(図4：RDS のシビア脱硫による指標 UP と FG 得率の向上)

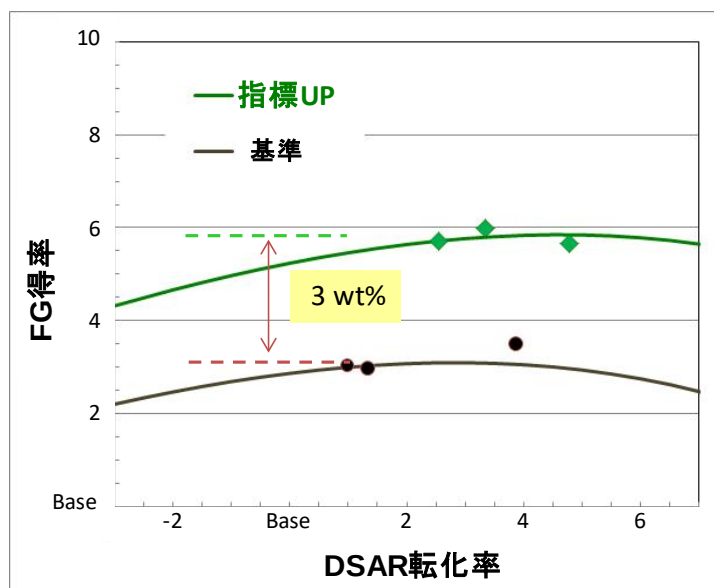


図4：RDS のシビア脱硫による指標 UP と FG 得率の向上

この結果を踏まえて、シビアな脱硫を行っても活性の低下が少ない RDS 触媒システムを探索し、高活性かつ安定なシステムの構築に成功した。(図5：積算通油量(横軸)に対する相対脱硫活性(縦軸))

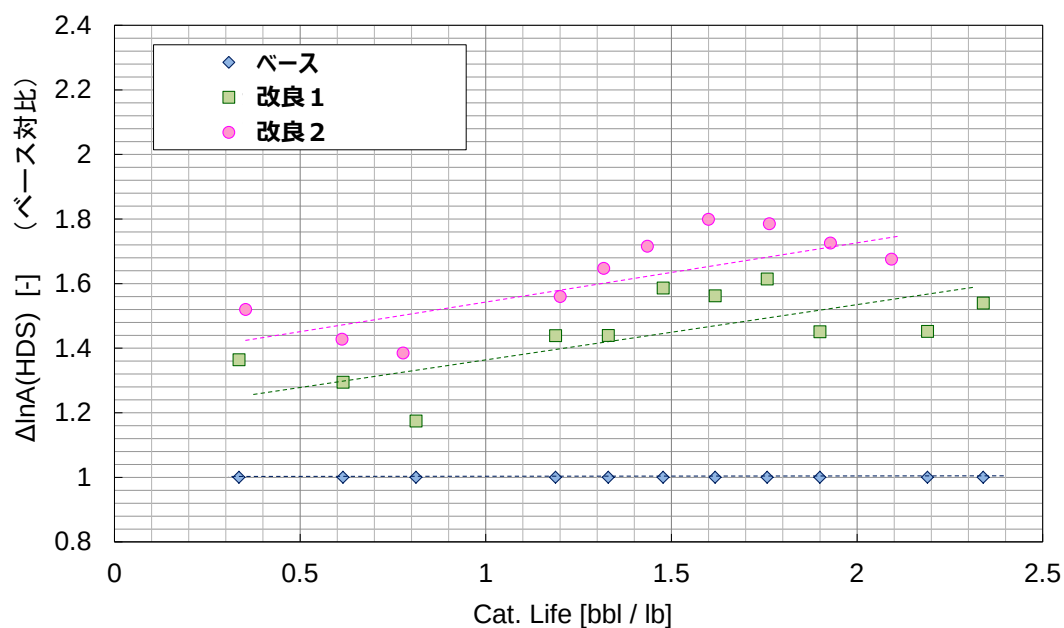


図5：積算通油量(横軸)に対する相対脱硫活性(縦軸)

RFCC 反応制御技術の開発では、最先端の DSAR 反応性評価装置 (ACE-MAT Model C) を導入し、JPEC 基盤研で詳細組成構造解析した 6 種類 DSAR について MAT 実験を行い、反応性の差異を把握した。これを踏まえ、現在組成・構造と反応性の相関を解析中である。(図 6 : DSAR 反応性評価装置)

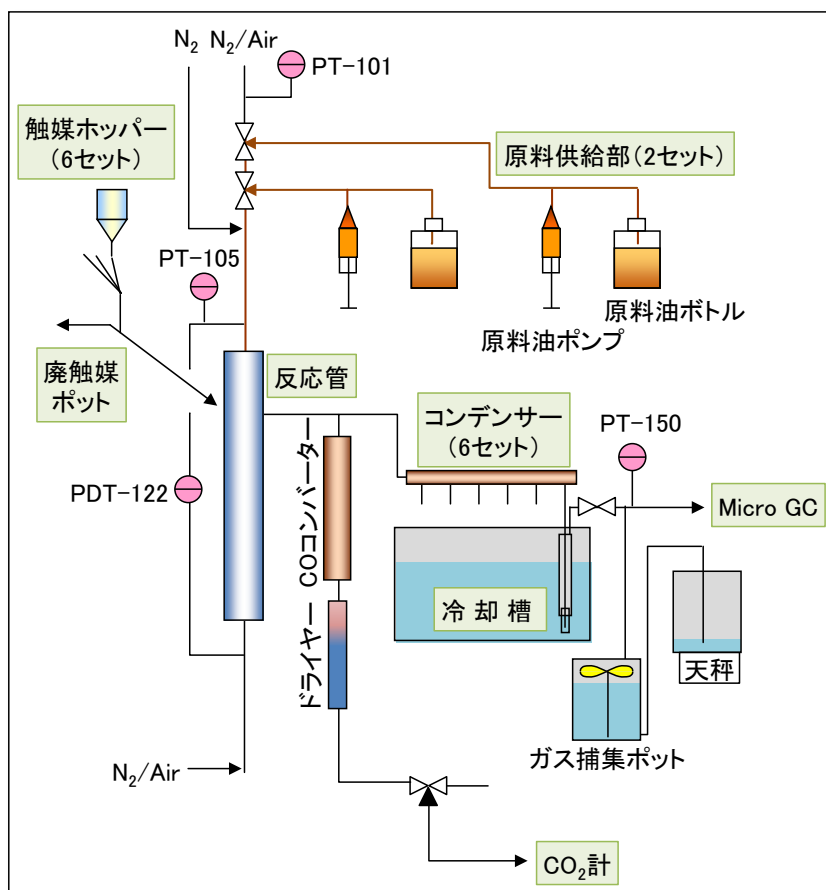
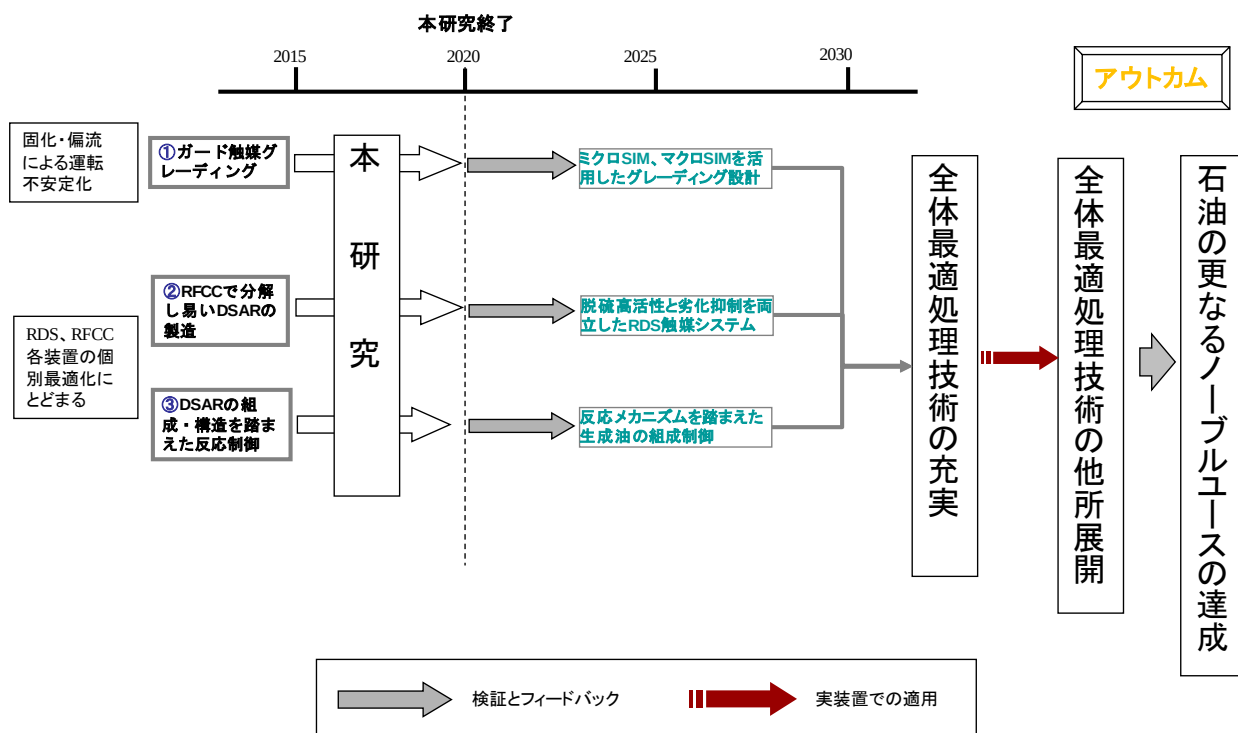


図 6 : DSAR 反応性評価装置

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

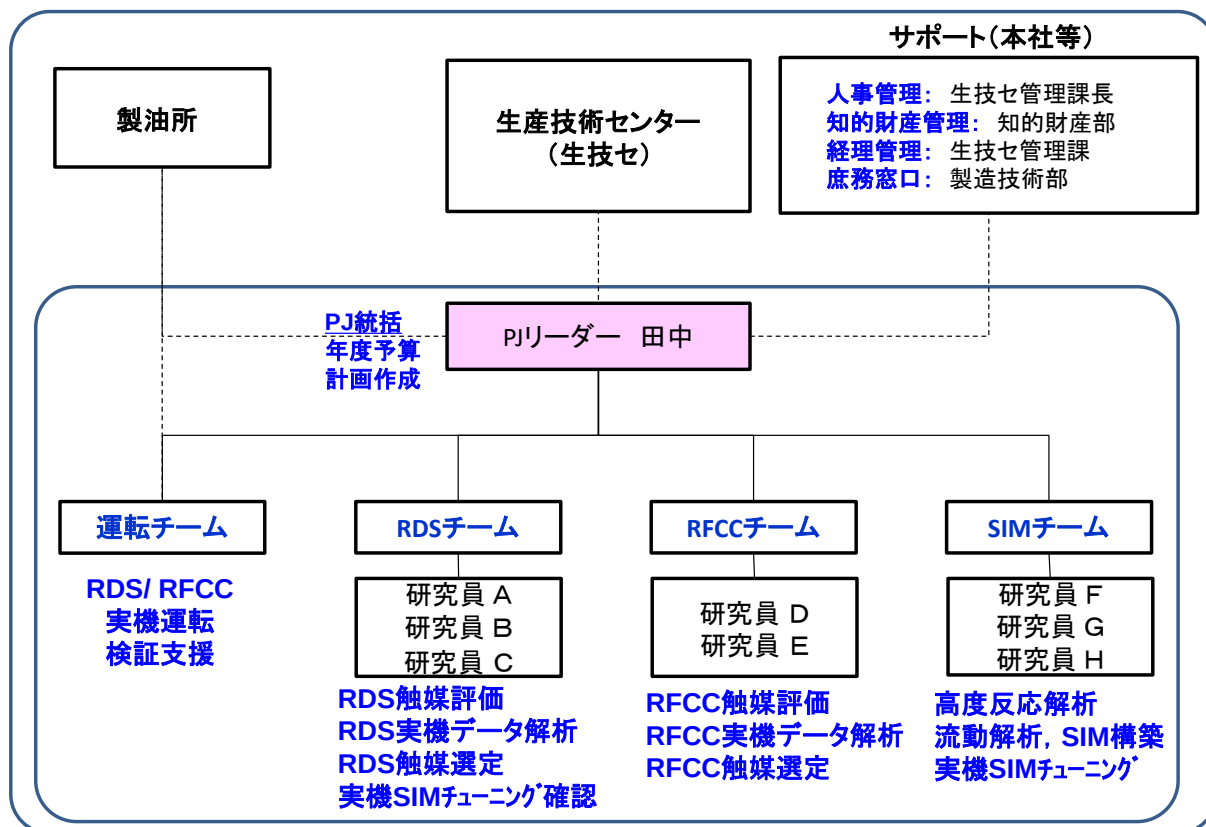
本研究により得られる成果により、RDS-RFCC 装置を 1 年間安定に運転し、RDS-RFCC 全体として最適な処理を可能にできる技術が確立される。これを製油所の運転に数年間適用し、効果の検証とそのフィードバックにより技術を充実させた上で他所への適用を図る。最終的には国内の同システムに展開することで日本全体として石油のノーブル・ユースを実現する。



4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

(1) 研究実施体制

本研究は、以下の体制にて遂行する。



(2) 研究支援体制

ア. 当該プロジェクトは以下のライン管理下にて活動を実施し、出光興産・生産技術センターのマネジメントにてコンプライアンスを遵守する。

第一管理者： 生産技術センター長

第二管理者： 統括マネジャー

イ. さらに人事（勤務）、知的財産、経理ならびに庶務事項に関し、当該プロジェクトとは独立した別担当にて管理し、漏れやエラーを排除する。

- ・ 人事管理担当者
生産技術センター管理課課長
- ・ 知的財産管理担当者
知的財産部知的財産センター知財1グループ
- ・ 経理管理担当者
生産技術センター管理課経理担当者
- ・ 庶務窓口担当者
製造技術部総括課担当者

更に、採択・評価委員会、事業推進連携会議等を通じて PDCA サイクルを着実に回し、効果的効率的に研究を推進する。

5. 費用対効果

当該技術開発は、特殊な設備に頼らず、日本の既存製油所の多くが保有する RDS/RFCC を最大限に活用することを目的としているため、汎用性が高く横展開が期待できる。具体的には、下記の通り、日本全体で約 15 億円/年の効果が見込まれる。

RFCC 得率 0.3vol%UP による効果（原油種、処理量一定）

（全日本） $1,050 \text{ kBD (26)} \times 0.159 \times 0.003 = 500 \text{ kL/D}$

$500 \text{ kL/D} \times 9,000 \text{ ¥/kL}^{\ast 1} \times 330 \text{ D} = \text{約 } 15 \text{ 億円/年}$

$\ast 1$ VHHGO と DSAR の値差：9,000 円/kL

一方、プロジェクトの実施費用は、5 年間の予算総額で 7.7 億円であり、費用対効果は大きい。

【テーマ2】劣質原油処理における腐食機構の解明と対策

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「劣質原油処理における腐食機構の解明と対策」（1304）
行政事業レビューとの関係	平成３０年度事業番号０２０４
上位施策名	科学技術・イノベーション
担当課室	石油精製備蓄課

プロジェクトの目的・概要

省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。

本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。

予算額等（補助（補助率：１／２））（単位：百万円）

開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体
平成２８年度	平成３０年度	平成３０年度	平成３３年度	出光興産(株)
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28FY&H29FY)	総予算額
１６	１２	１０	２８	３９

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

1. 事業アウトカム

事業アウトカム指標		
異なる腐食性を持つ原油の腐食性データベースを構築することにより、処理する前に腐食性を予測し、設備の信頼性を確保し、劣質原油の処理を確保する。		
指標目標値： 5種類の原油腐食データベースの構築		
事業開始時（平成28年度）	計画： —	実績： —
中間評価時（平成30年11月）	計画： —	実績： —
終了時評価時（平成30年度）	計画： 5	実績： 5
目標最終年度（平成30年度予定）	計画： 5	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

（1）研究開発内容

ア. テーマの背景

近年、石油精製プラントで処理される原油の多様化に伴い、劣質原油を処理した際に想定外の腐食を引き起こした事例が報告されている。原油中に含まれる腐食性物質としては、硫黄化合物、窒素化合物、塩化物、有機酸（ナフテン酸）などが挙げられる。石油精製プラントの装置の中で常圧蒸留装置は、最も上流に配置されているため、原油中の腐食性物質の影響を直接受ける。図1は、常圧蒸留装置の主蒸留塔をイメージし、原油中に含まれる腐食性物質が蒸留塔の各セクションでどのように影響するかを整理したものである。保全上対応方法が明確になっているものと、技術的に解明できておらず対応方法が明確になっていないものを区別した。

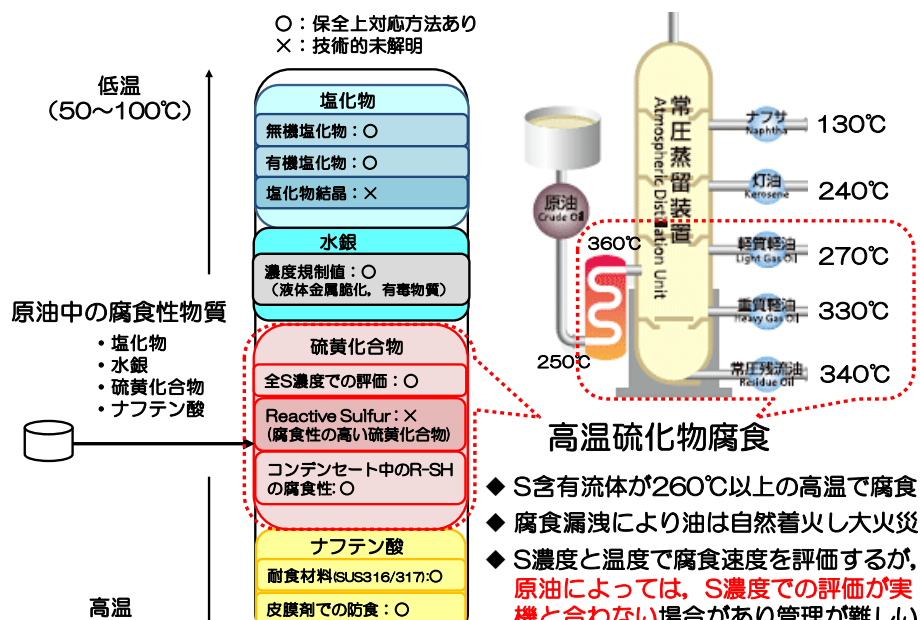


図1 劣質原油の腐食性物質と現状の技術・保全上対応方法

本研究では、原油中の腐食性物質の中で、硫黄化合物による腐食性に焦点を当てて、開発を

進めた。原油中の硫黄化合物による腐食は、流体温度が 230～260℃を越える環境で、高温硫化物腐食という形で腐食が進行する。腐食速度は修正版マッコノミー線図によって流体中の全硫黄濃度と温度から評価される。高温硫化物腐食は高温流体にて発生するため、腐食開孔により流体が漏洩すると可燃性流体である熱油が自然着火することによって、大火災を引き起こす可能性が高い。したがって、高温硫化物腐食は、腐食環境を評価しながら、適切な検査、使用される材質、運転によって、適切な寿命管理が行われる必要がある。

そういった中で、修正版マッコノミー線図で推定される腐食速度を大幅に超える腐食が、実装置で発生する事例が散見されている。これは、全硫黄（以後、全 S）濃度が同じでも、硫黄化合物（以後、S 化合物とする）のタイプが異なると腐食性に大きな違いが生じるためであることが予想される。ただし、その機構は明らかとなっていない。原油の種類によって含有する S 化合物のタイプが異なることも想定されるが、これを整理し腐食性を評価した検討結果は公表されていない。

イ. 目的

高温硫化物腐食の機構を解明し、腐食予測技術と防食対策技術の高度化により稼働信頼性技術の向上を図り、劣質原油処理を可能とすることによって国際競争力の向上につなげることを目的として、開発を進めた。

以下の各技術開発要素での最終目標を達成することにより、高温硫化物腐食の腐食予測技術と防食対策技術の高度化を図り、装置の信頼性技術の向上により事故の未然防止を図ることを目標とする。

① 腐食性物質の特定

油中の S 化合物が加熱された際の H₂S 発生量を評価し、高温硫化物腐食に影響を及ぼす腐食性物質を特定する。

② 塔内 S 化合物濃度分布予測

原油の S 化合物ピーク分布から常圧蒸留塔各段での S 化合物濃度分布を予測し、腐食発生箇所を予測する技術を確立する。

③ 腐食速度予測

腐食試験により腐食速度に及ぼす各種因子の影響を評価し、①、②項の結果も併せて原油の S 化合物ピーク分布から腐食箇所と腐食速度を予測する技術を確立する。

④ 防食対策方法の確立

検査箇所・周期の最適化及び原油希釈による防食方法を確立する。また、材質毎の耐食性を評価し、原油腐食データベースに耐食性情報を盛り込む。

最終的なイメージを、図 2 に示す。原油を常圧蒸留装置で処理し、常圧蒸留塔で各留分に分留するフローの中で、各留分での腐食性が原油の種類によって大きく異なる現象を図示している。ある原油では軽油留分、ある原油では重質原油留分に腐食が激しい箇所が認められ、これは、腐食性が高い硫黄化合物が濃縮していることが推定されるというイメージ図である。腐食性が高い硫黄化合物とは、加熱され熱分解によって H₂S が発生しやすい硫黄化合物と考えており、原油の種類によってその傾向が異なることが想定される。そこで、これらを整理し、腐食予測技術を高度化することを目指して研究を進めた。

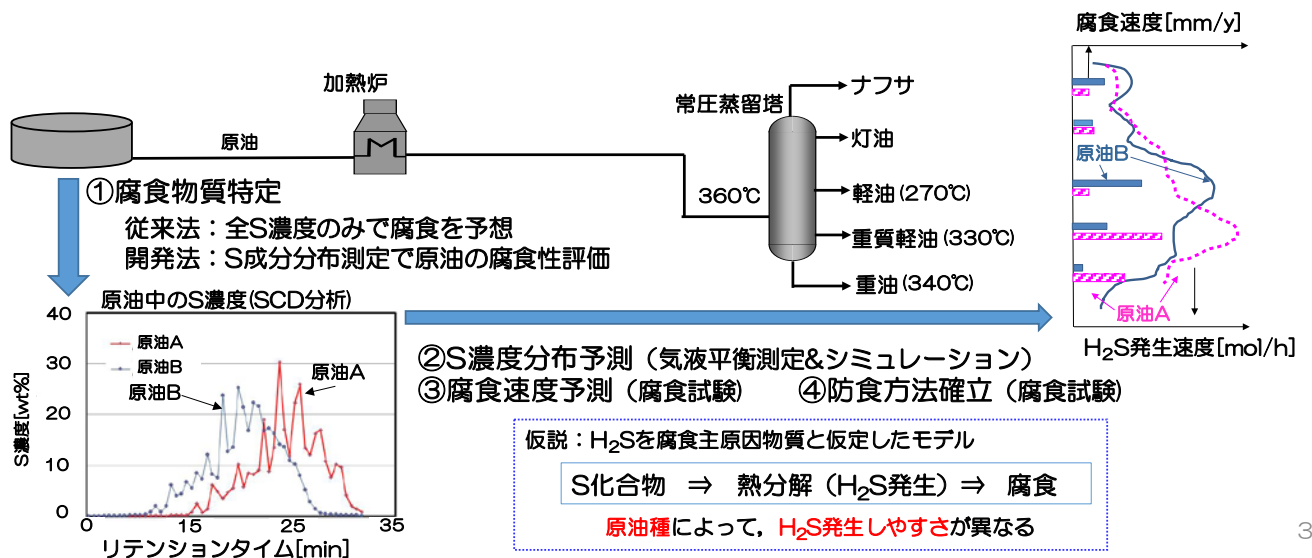


図 2 最終形のイメージ

ウ. 進捗状況

①腐食物質特定

油中の S 化合物が、加熱して H₂S を発生し、腐食を引き起こすといった H₂S 腐食モデルを検証するために、油の加熱分解試験を行い、H₂S 発生量を測定した。油中の S 化合物が加熱した際に発生する H₂S 量を測定する方法として、図 3.1 に示した熱分解ガスクロマトグラフィー（Py-GC/MS）を適用した。本装置により、加熱して発生した瞬時の H₂S 量を測定することは可能であるが、ある一定の加熱時間を維持させて測定することは不可能なため、図 3.2 に示した On-line マイクロ反応サンプラーを熱分解炉に組み込んだ。

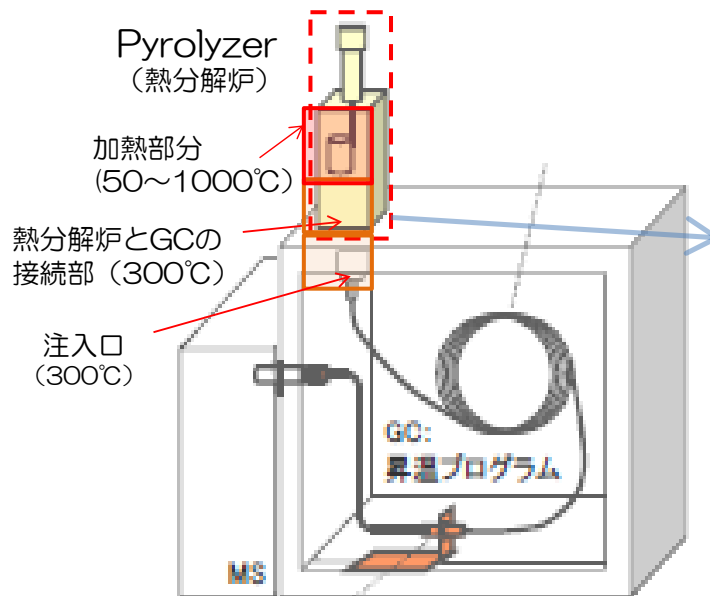


図 3.1 On-line マイクロ反応サンプラー加熱方式の熱分解ガスクロ概略図

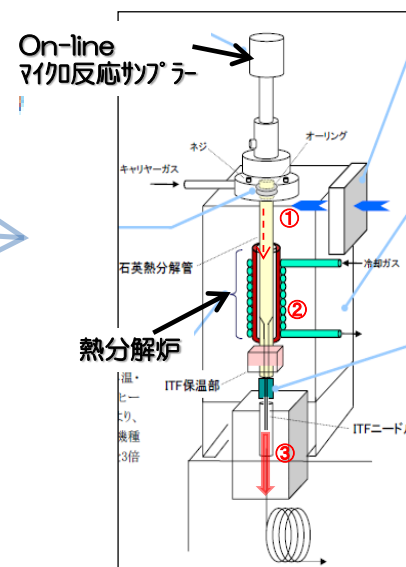


図 3.2 熱分解炉と On-line マイクロ反応サンプラー拡大図

S 化合物の異なる留分を用いて、試験を行ったところ、図 3-3 に示したとおり、R-SH（メルカプタン）濃度が高い留分は、H₂S 発生量が高くなることが確認された。この手法により、H₂S 発生量の違いを評価する手法を見出すことができた。ただし、この方法では H₂S のピーク面積

の違いによる比較という相対評価となるため、 H_2S 発生速度で評価するためには、定量的な評価が必要となることが判明した。よって、 H_2S ピーク面積と H_2S 発生速度の相関データを得ることにより、図 3.4 のような関係を見出し、 H_2S 発生量の定量評価を可能とした。

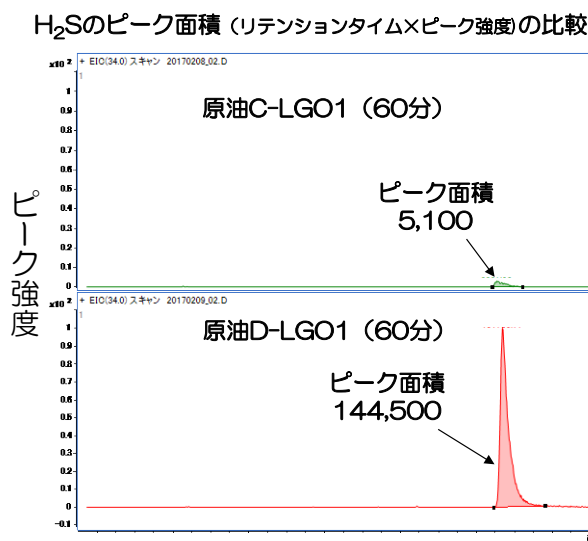


図 3.3 留分の違いによるピーク面積での H_2S 発生量の比較

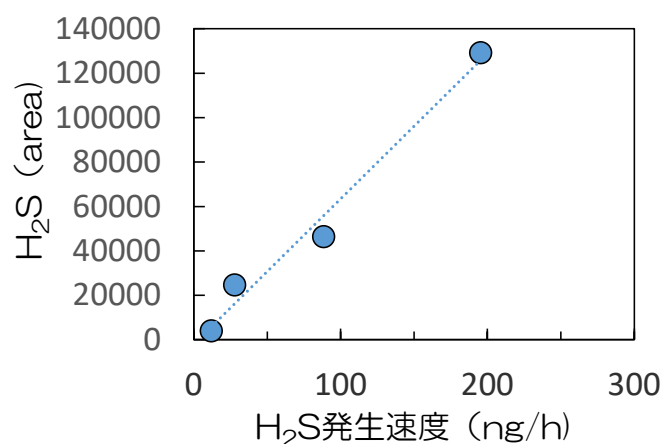


図 3.4 H_2S ピーク面積と H_2S 発生速度の関係

②塔内 S 濃度分布予測

常圧蒸留塔内での S 化合物による腐食を考える場合、蒸留塔内での S 成分の挙動（塔内濃度分布）を知る必要がある。蒸留塔内での S 成分の分布を知るためにはプロセスシミュレーターによる蒸留計算が必要である。プロセスシミュレーターには各 S 分の気液平衡関係に関するパラメータ（蒸気圧および活量係数）を入力する必要がある。そのため、ここでは S 化合物の気液平衡（VLE）を測定し、プロセスシミュレーションに必要な物性のパラメータを決定した。

決定したパラメータを用いて、汎用プロセスシミュレーターにより蒸留塔内での S 化合物の濃度を算出した。図 4 は、15 段蒸留で分析した各留分での S 化合物の分析結果とシミュレーションでの S 化合物の算出濃度の分布を示したものである。縦軸は蒸留塔の各セクション、横軸は S 化合物の濃度を示している。この結果より、分析結果及びシミュレーションにおいて、軽油（LGO）から重質軽油留分（HGO）である 27 段付近で S 化合物の濃縮を認めている。更にシミュレーションでの結果は、分析結果よりも濃度が高くなっており、連続蒸留である実際の蒸留塔は、LGO から HGO 留分において単蒸留よりも S 化合物が濃縮することが判明した。これより、一般的に実機で経験されている HGO 段での腐食が著しいといった現象を説明することができた。

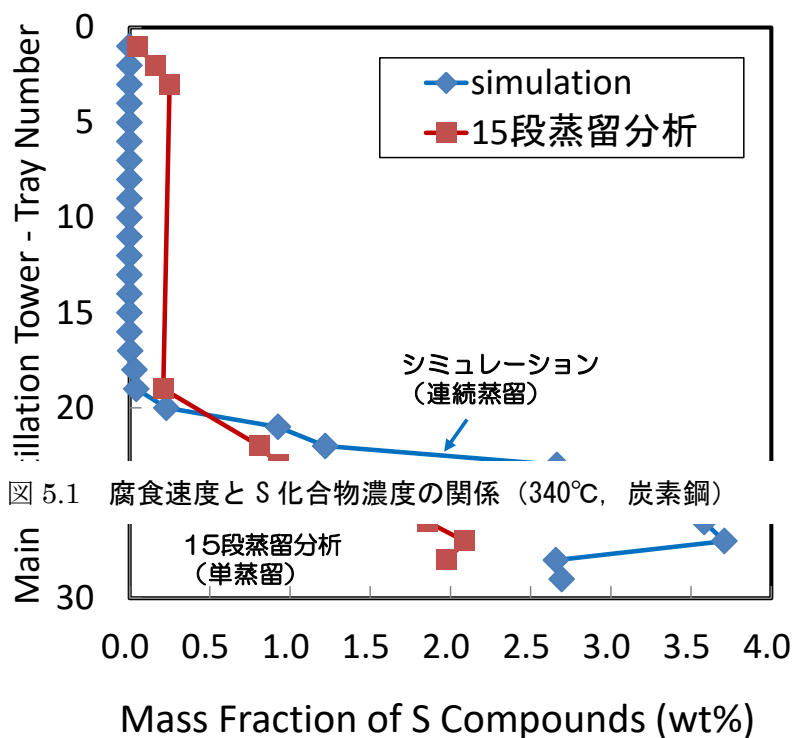
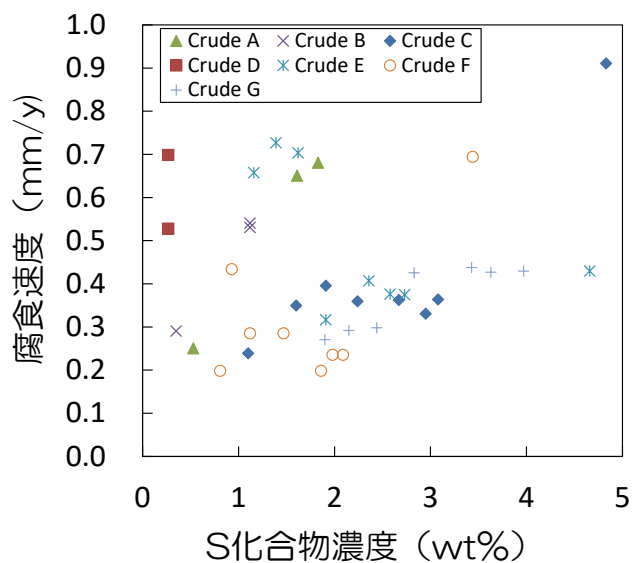


図 5.1 腐食速度と S 化合物濃度の関係 (340°C, 炭素鋼)

図 4 シミュレーションによる各段での S 化合物濃度分布と 15 段蒸留各留分での S 化合物分析結果の比較

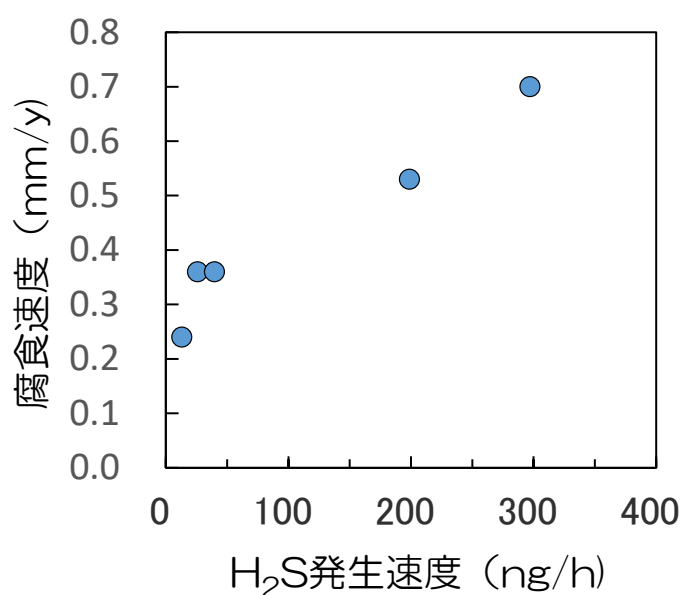
③腐食速度予測

腐食試験を行い、S 化合物、R-SH 濃度と腐食速度との相関関係を調査した。図 5.1 は、340°C における炭素鋼での油中の S 化合物濃度と腐食速度の関係を示した。これより、腐食速度は S 化合物濃度との相関は見られないことが分かった。これは、S 化合物には様々なタイプのものが存在しており、加熱して H₂S に分解しやすいものとそうでないものがあるため、同じ S 化合物濃度でも腐食性に差異を生じるものと思われた。



そこで、S 化合物濃度ではなく、腐食速度に及ぼす H₂S 発生速度の影響を検討した。それぞれの留分において加熱分解試験により H₂S 発生速度を測定し、同じ留分で行った腐食試験で測定した腐食速度との関係を調査した。図 5.2 に H₂S 発生速度と腐食速度の関係を示す。H₂S 発生速度と腐食速度には良い相関関係が得られ、腐食には S 化合物濃度ではなく H₂S 発生速度が大きく影響していることが明らかとなった。これより、油中の S 化合物は加熱により H₂S を発生させ、その発生速度が腐食速度に影響を及ぼすといった現象を説明することができた。

図 5.2 H₂S 発生速度と腐食速度の関係



さらに、腐食速度の予測において、S 因子という新たな概念を導入した。これは、下の式に示したとおり、油中の全 S 濃度と R-SH 濃度に原油種によって定めた係数を乗じて S 因子とする。表 5.1 に原油毎の S 因子の係数を示す。

$$S\text{因子} = a_i S_{ij} + b_i M_{ij}$$

a, b : factor
 S : S濃度[wt%]
 M : メルカプタン濃度[wt%]
 i : 原油種
 j : 留分

表 5.1 S 因子の係数

	a_i	b_i
原油 A	2	80

原油 B	3	80
原油 C	1	80
原油 D	5	80
原油 E	1	80
原油 F	1	80
原油 G	1	80

この S 因子を横軸として腐食速度との関係を示すと、図 5.3 のとおり、腐食速度とのよい相関関係が示された。これより、R-SH はそれ以外の S 化合物よりも腐食に影響を及ぼしやすいことが明らかとなった。S 化合物の係数 a_i の値を変化させ、表 5.1 の数値を適用することによって算出した S 因子は、腐食速度との間に良い相関を示すことが分かった。

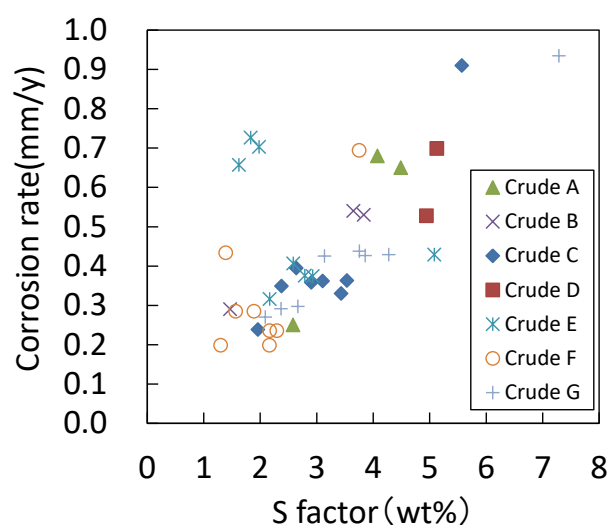


図 5.3 腐食速度と S 因子の関係

④防食方法確立

腐食試験によって、各種材料での耐食性を評価した。Cr 量の異なる材料において各原油での各留分における腐食性を評価した結果、図 6.1～図 6.4 に示すように、Cr 量が 18%含まれる SUS316 は良好な耐食性を有することが確認された。ただし、Cr 量が 9%以下の材料ではその耐食性能は油種あるいは留分により異なることが確認された。

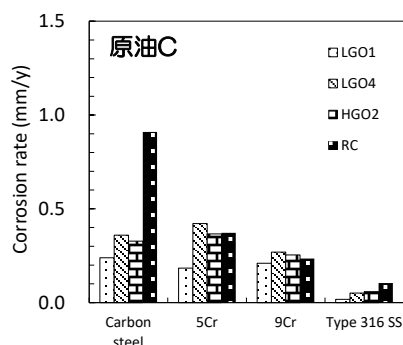


図 6.1 耐食性評価 (340°C, 原油

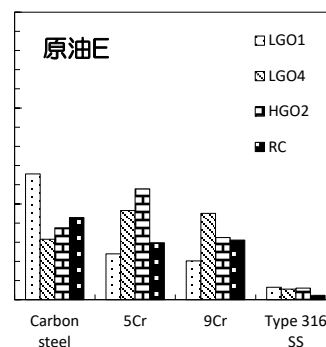


図 6.2 耐食性評価 (340°C, 原油 E)

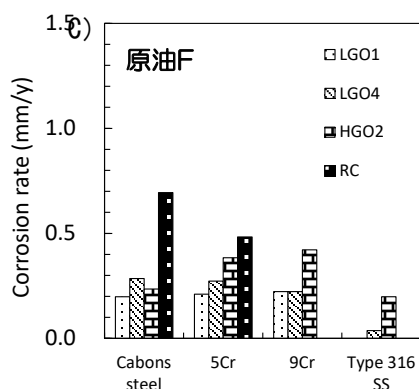


図 6.3 耐食性評価 (340°C, 原油 F)

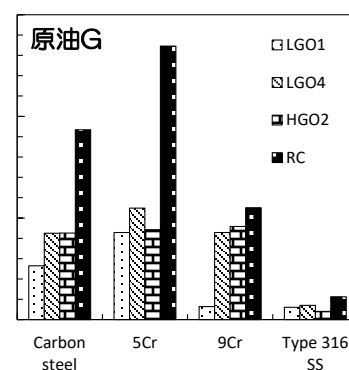


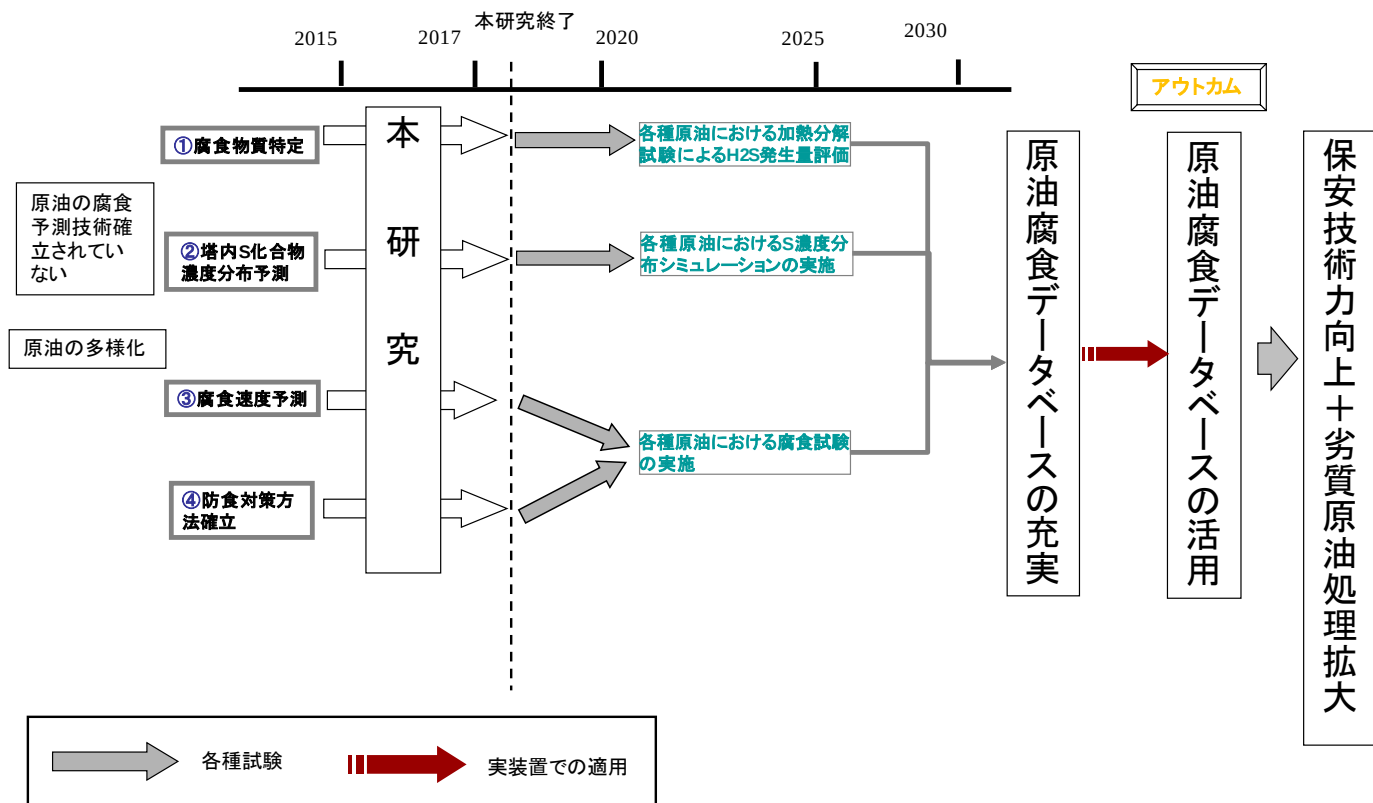
図 6.4 耐食性評価 (340°C, 原油 G)

(2) 事業アウトプット

事業アウトプット指標		
蒸留塔でのS分布を推定することで腐食箇所を予測し、腐食速度予測技術を確立する。		
指標目標値 (計画及び実績)		
事業開始時 (平成28年度)	計画: H ₂ S 発生量評価	実績: 油種と H ₂ S 発生量差異を評価
中間評価時 (平成30年11月)	計画: H ₂ S 腐食モデル検証	実績: 腐食と H ₂ S 発生量関係評価
終了時評価時 (平成30年度)	計画: 腐食予測技術確立	実績: H ₂ S 発生挙動より腐食を予測

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

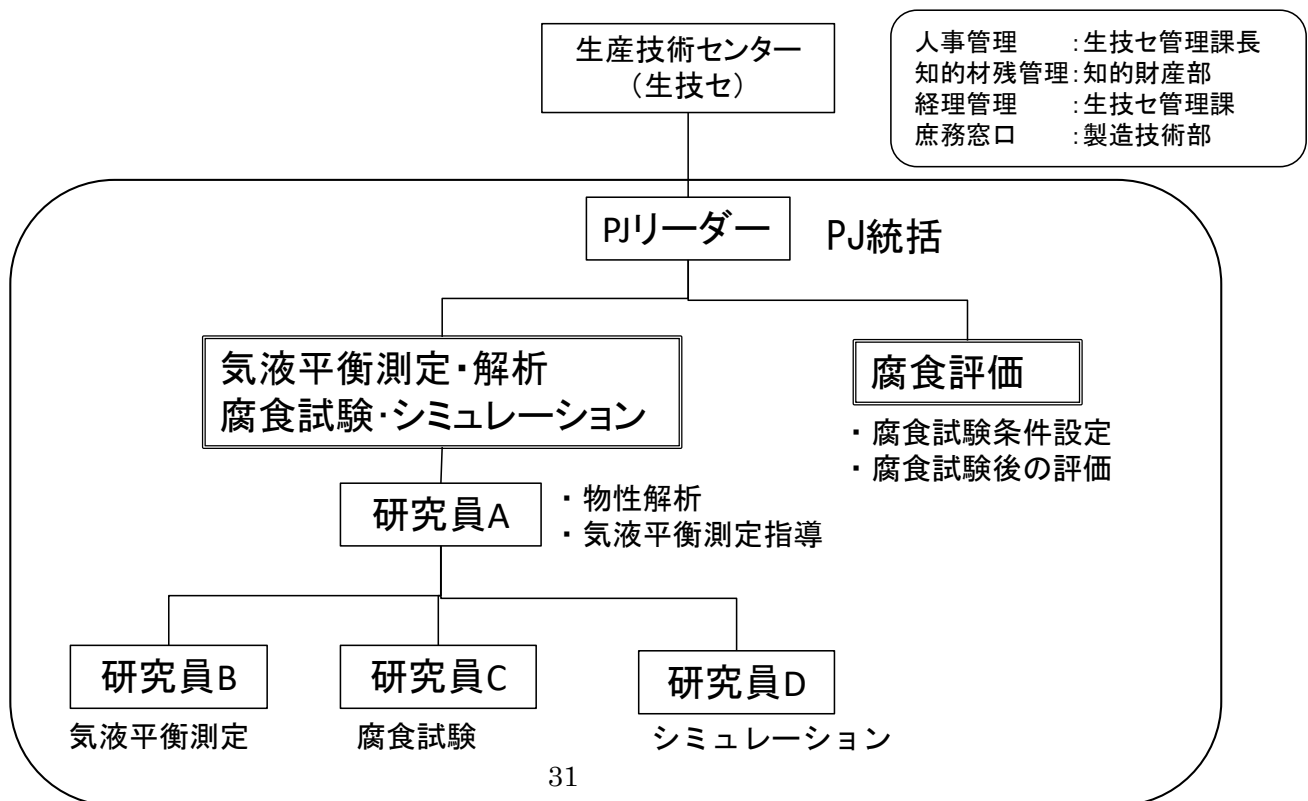
本研究において、原油の腐食データベースが構築され、製油所設備で活用されることによって、従来は困難であった劣質原油処理時の腐食予測技術を高度化することが可能となる。これによって、製油所設備の保安技術力向上による石油製品の安定供給を達成し、さらに、劣質原油処理拡大により国際競争力の強化に寄与することが期待できる。



4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

(1) 研究実施体制

本研究は、以下の体制にて遂行する。



(2) 研究支援体制

ア. 当該プロジェクトは以下のライン管理下にて活動を実施し、出光興産・生産技術センターのマネジメントにてコンプライアンスを遵守する。

第一管理者： 生産技術センター長

第二管理者： 統括マネジャー

第三管理者： 設備技術グループリーダー

イ. 人事（勤務）、知的財産、経理ならびに庶務事項に関し、当該プロジェクトとは独立した別担当にて管理し、漏れやエラーを排除する。

- ・ 人事管理担当者

生産技術センター管理課課長

- ・ 知的財産管理担当者

知的財産部知的財産センター知財1グループ

- ・ 経理管理担当者

生産技術センター管理課経理担当者

- ・ 庶務窓口担当者

製造技術部総括課担当者

ウ. 採択・評価委員会、事業推進連携会議等を通じて PDCA サイクルを着実に回し、効果的・率的に研究を推進する。

5. 費用対効果

処理困難な劣質原油を安全に処理し石油製品を安定供給することは、我が国の石油精製業界共通の課題である。しかしながら、コストの安い劣質原油は腐食性が高いため、処理量を増加することによって、腐食による重大な事故を発生させるリスクを伴う。一方で、原油の腐食予測技術は未だ確立されておらず、実装置での運転・保全の経験から設備管理がなされているのが実状である。現状のままであれば、装置の保安を確保しながら処理原油の多様化に対応していくことは困難であると考えられ、腐食予測技術の高度化が我が国石油業界における大きな課題となっている。

本研究により、これまで解明できていなかった腐食機構を解明し、原油の腐食データベースを構築することによって、腐食予測技術を高度化することができれば、腐食による重大な事故発生リスクを低減させながら、劣質原油の処理を可能とし、国際競争力の強化に寄与することが可能となる。腐食のため処理制約がかけられた劣質原油の処理量を、腐食対策を講じて10%増加できた場合、20億円／年／1製油所の経済効果が見込まれる。そのため、本研究に必要な費用に対する期待効果は妥当と考える。

【テーマ3】ブタンの脱水素によるブタジエン製造技術の開発

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「ブタンの脱水素によるブタジエン製造技術の開発」(1301)
行政事業レビューとの関係	平成30年度事業番号0204
上位施策名	科学技術・イノベーション
担当課室	石油精製備蓄課

プロジェクトの目的・概要

省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中、将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。

本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。

予算額等（補助（補助率：2／3））				（単位：百万円）
開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体
平成28年度	平成30年度	平成30年度	平成33年度	JXTGエネルギー(株)
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28FY&H29FY)	総予算額
133	28	34	161	195

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

1. 事業アウトカム

事業アウトカム指標		
高付加価値品（ブタジエン）の収率		
指標目標値		
事業開始時（平成 28 年度）	計画：－	実績：－
中間評価時（平成 30 年度）	計画：－	実績：－
終了時評価時（平成 30 年度）	計画：20%	実績：20%見込み
目標最終年度（平成 30 年度 予定）	計画：20%	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

（1）目的

製油所や石化工場において燃料用途で使用されているブタンを主とする留分から脱水素することによりブタジエンを製造する技術を開発する（図1）。製油所から製造される留分の中でも価値の低いブタンを高付加価値化することにより、石油のノーブル・ユース化を推進し、国内製油所の競争力強化を図る。

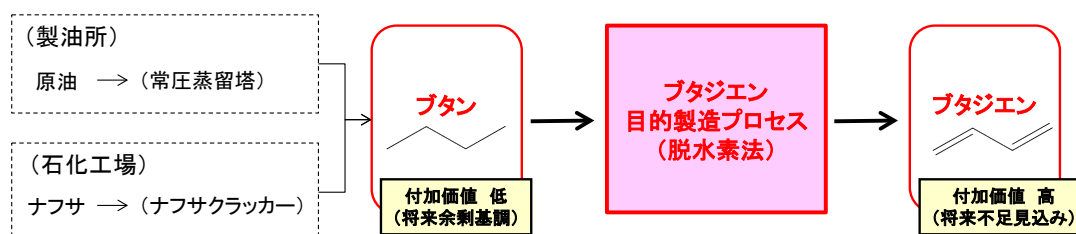


図1 技術開発スキーム

（2）背景

ブタジエンは、現状ほぼすべてがナフサを原料とするエチレン製造装置（ナフサクラッカー）の副生物として製造されている。そのためブタジエン供給は、エチレン製造装置の動向に大きく左右されるが、近年新設されるエチレン製造装置は、世界的にナフサに対し安価な天然ガスやシェールガス中のエタンを原料とするエチレン製造装置（エタンクラッカー）にシフトされつつある。

一方でブタジエンの観点から見ると、エタンクラッカーにおいてはエチレン以外の化学品はほぼ副生されないため、ブタジエンは製造されない。そのため、エチレンに比べブタジエン供給比率は相対的に低下している（図2）。

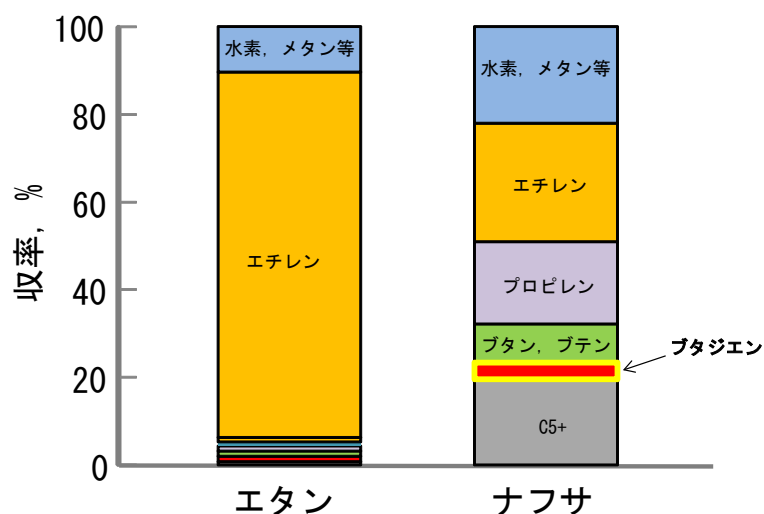


図2 エチレン製造装置の原料と生成物比率

ブタジエンの用途は、主に合成ゴムであり、特に自動車タイヤに使われるスチレン・ブタジエンゴム等は、中国等の世界的な自動車需要の伸びに伴い、今後も需要増加が見込まれる。

一方で、上述の通り、エチレン製造装置の原料はエタン等にシフトするなど多様化しており、相対的にナフサを原料とするエチレン製造装置の比率が減少傾向にあることから、ブタジエンの需要に比べて、ブタジエンの供給能力の伸びは相対的に低下し、一時的な市況価格の変動はあるものの、将来的なトレンドにおいて、ブタジエンの需給ギャップは拡大するものと見込まれる（図3）。

そのため、中長期的なブタジエン需要を満たすためには、エチレン製造装置からの副生とは異なる、ブタジエンの目的製造が必要となることを見込まれており、そうした技術開発が世界的にも要求されている。

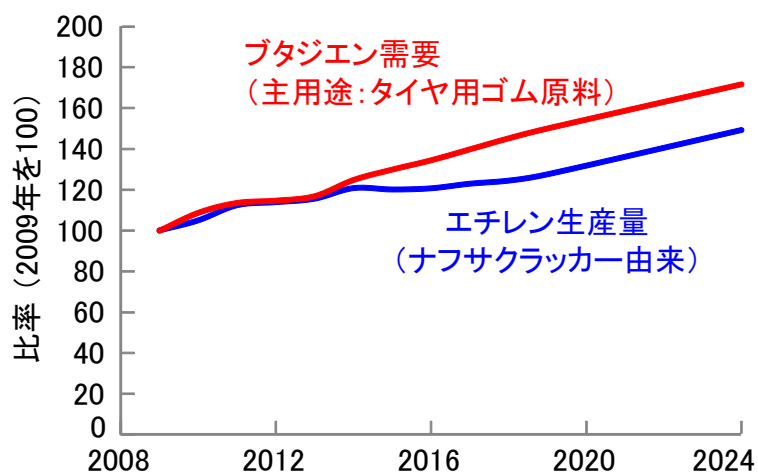


図3 ブタジエン需給ギャップの予測

ブタジエンの目的製造に用いる原料としては、ブタジエンと同じ炭素数4の留分（C4留分）を用いることが最も効率的である。C4留分は製油所の常圧蒸留塔（トッパー）の他、重質ナ

フサの接触改質装置（リフォーマー）や重油の流動接触分解装置（FCC）などから副生される。

C4留分のうち、イソブテンはメタクリル酸メチルやETBEなどの原料として使用され、ノルマルブテンもメチルエチルケトンやエチレンとの不均化によるプロピレン製造用の原料として使用されている。また、イソブタンはノルマルブテンと反応させることでアルキレートガソリンへ転換される。しかしながら、ノルマルブタンは蒸気圧調整を目的としたガソリンへのブレンドや、燃料用途としての利用に限定されている。ノルマルブタンを燃料の観点で見た場合においても、シェールガス生産の拡大により原油対比のガス価格が低下傾向にある中、原油由来のブタンよりもLNGを調達する方がコスト的に優位となる可能性がある（図4）。

製油所において、ブタンなどのガス燃料が余剰となると、製油所運転に制約が生じ、原油処理や分解装置の稼働を低下させなければならない環境となる可能性がある。そこで、将来余剰が見込まれるブタンを原料にブタジエンを目的製造することにより、ブタンの高付加価値化が実現でき、石油のノーブル・ユースを推進することが可能となる。

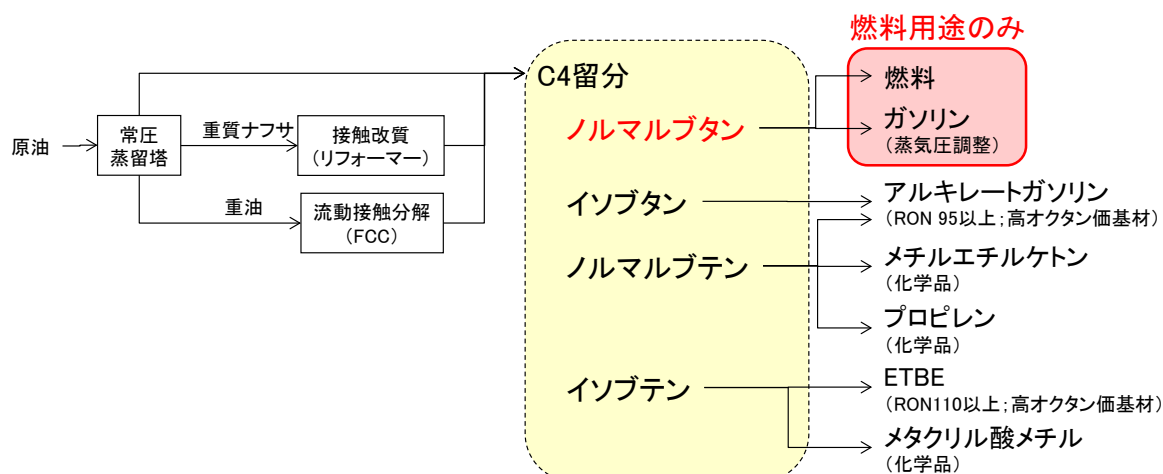


図4 C4留分の各種用途

（3）研究開発内容

製油所や石化工場において燃料用途で使用されているブタンを主とする留分から脱水素することによりブタジエンを製造する技術を開発する。

具体的には、以下の5項目の個別要素技術の開発を実施した。

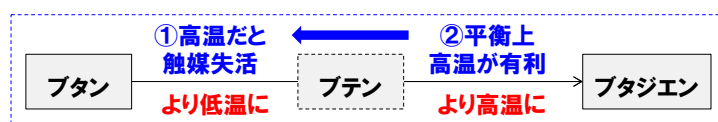
- (i) 触媒開発
- (ii) 触媒の工業製造検討
- (iii) 副生物の分析・同定
- (iv) プロセス検討
- (v) スケールアップ評価に向けた検討

(i) 触媒開発

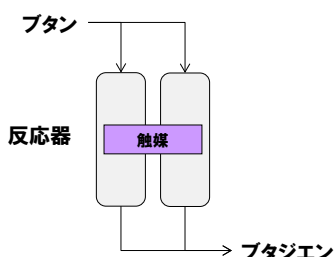
ブタジエン収率の向上並びに、コーク生成量を低減することを目的とし、アルミナベースの担体に白金を担持した触媒を開発した。スズ担持量によって、ブタン脱水素活性やブテン脱水

素の耐久性を高めることが分かった。ブタンからブタジエンを1段で得るためにはより高温が必要となるが、劣化が早くなる。ブタジエンを高収率で得るためには、平衡上、高温が必要となるが、スズ担持量を多くすることでブテン脱水素の耐久性が高い触媒を見出すことができた。一方、ブタンを脱水素する触媒はスズ担持量が少ないため劣化は大きい。ブタンからブテンを生成させるだけであれば、平衡上、より低温とすることができる。すなわち、ブタンからブテンを生成させる触媒（ブタン脱水素用触媒）と、ブテンからブタジエンを生成させる触媒（ブテン脱水素用触媒）に分け、ブタン脱水素用触媒はより低温として劣化を緩和し、ブテン脱水素触媒の耐久性は高いため、より高温とすることでブタジエンを高収率で得られるのではないかと考えた。具体的には、ブタン脱水素用、ブテン脱水素用とスズ担持量の異なる2種類の触媒を使用し、2段に分けて反応性評価を実施した結果、本コンセプト（図5）において、ブタジエン収率の向上と劣化抑制を両立できることが分かった。

<コンセプト>



<従来方式>



<新方式>

反応器を分割し、条件/触媒を最適化

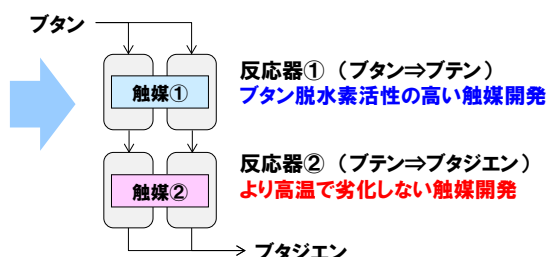


図5 ブタジエン収率向上のためのコンセプト

また、反応工程にリサイクルされるブタン・ブテンを考慮した原料がブタジエン収率に与える影響を検討した結果、リサイクルされるブタン・ブテンとフレッシュフィードのブタンが合流した際の組成はおおよそ、ブタン70%、ブテン30%と試算されたため、この組成での2段反応評価を実施した（図6）。その結果、高活性かつ劣化抑制が可能な改良触媒を用いることで、ブタジエン収率が2～3%向上し、2018年度目標であるブタジエン収率20%を達成見込みである。

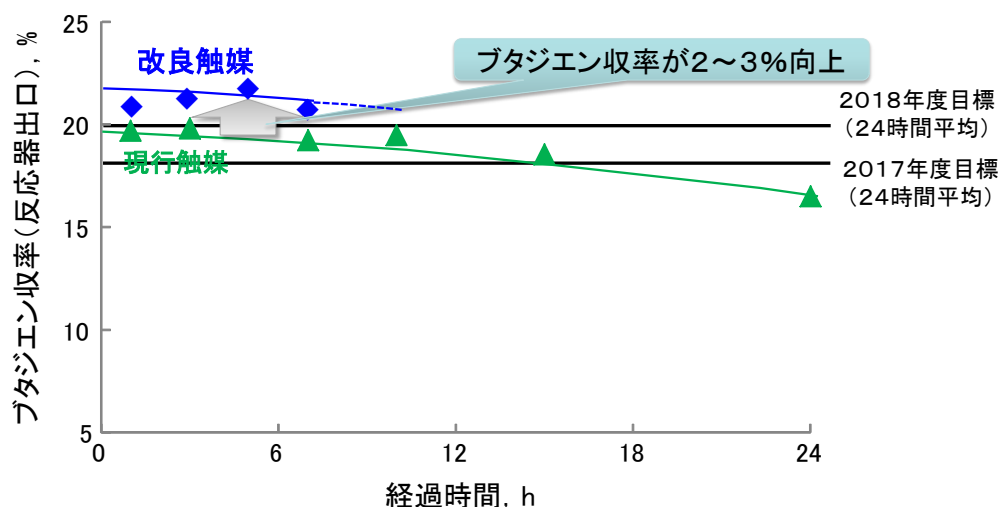


図6 ブタジエン収率の推移

(ii) 触媒の工業製造検討

JXTGエネルギー(株)にて開発した前段並びに後段触媒を、触媒メーカーにて工業製造検討を実施した。工業製造可能な製法にて製造し、得られた触媒を評価した結果、同社で試作したラボ試作品と同等性能を示すことが分かった(図7)。以上より、本技術で使用する触媒の工業製造方法を確立できた。

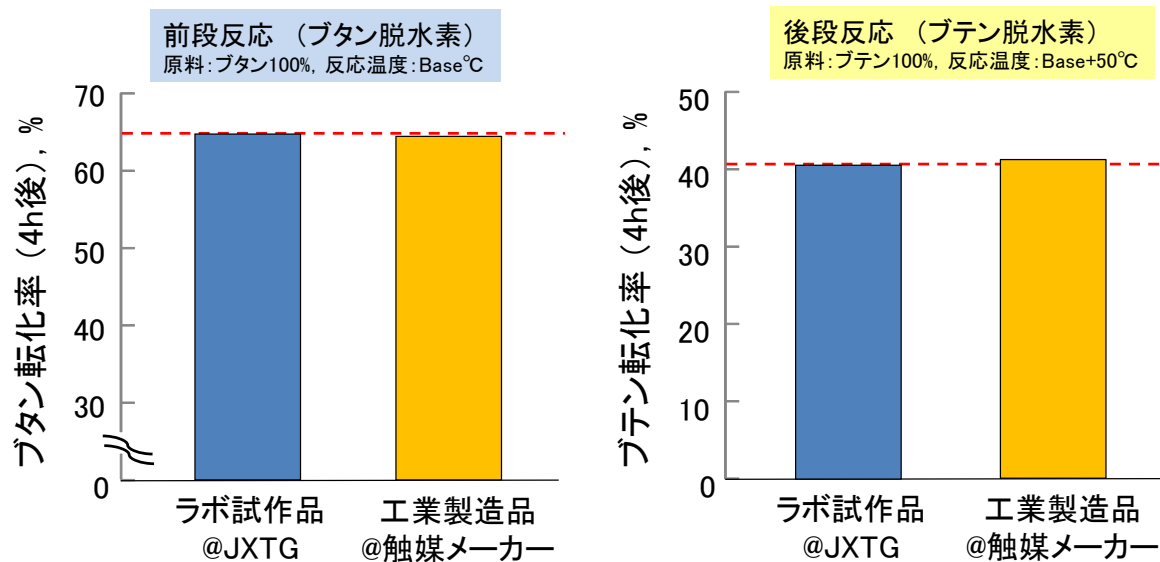


図7 前段、後段触媒のラボ試作品と工業製造品の活性比較結果

(iii) 副生物の分析・同定

開発技術で工業的にブタジエンを製造する場合、脱水素反応により生成したブタジエンは蒸留精製を行った後、ブタジエン抽出装置により高純度のブタジエンに精製されることになるが、単にブタジエンの純度を満たすだけでは製品化できず、現行の製品ブタジエンに含まれるアセ

チレン類や1, 2-ブタジエンなどが現行濃度以下である必要がある。また、現行の製品ブタジエン中には含まれない成分の混入可能性を把握する必要がある。そこで、アセチレン類や1, 2-ブタジエンをはじめ、製品ブタジエン中に混入する可能性のある不純物を分析でき、かつ未精製の反応器出口ガスの分析も可能なガスクロマトグラフを2016年度に導入した(図8)。また、分析条件を検討し、反応器出口ガス中の各ピークを分離できる条件を設定した。本装置に加え、一部、GC-Mass装置も活用することで、ブタンの2段脱水素反応(ブタン⇒ブテン⇒ブタジエン)後のガス中の不純物を同定できた(図9)。



図8 ガスクロマトグラフ外観

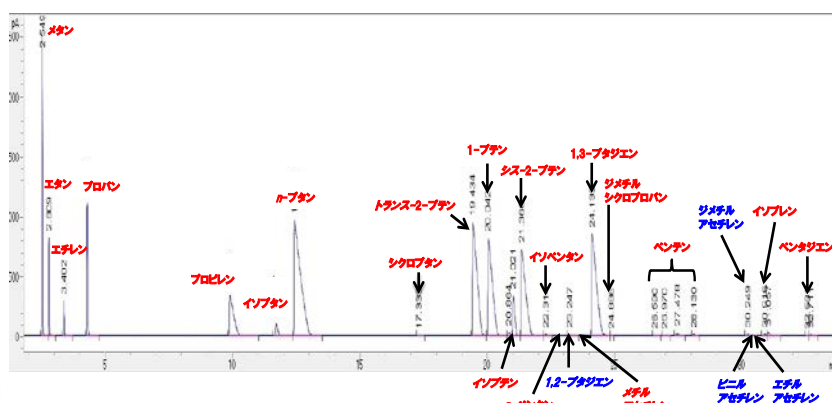


図9 反応器(2段反応)出口ガスの分析結果例

(iv) プロセス検討

本プロセスでは、図10に示した通り、反応圧力を低くするほどブタジエンの平衡収率が高くなる。すなわち、脱水素反応の圧力を低くするほど、よりブタジエン収率を高くできるため、反応圧力は減圧とする必要がある。

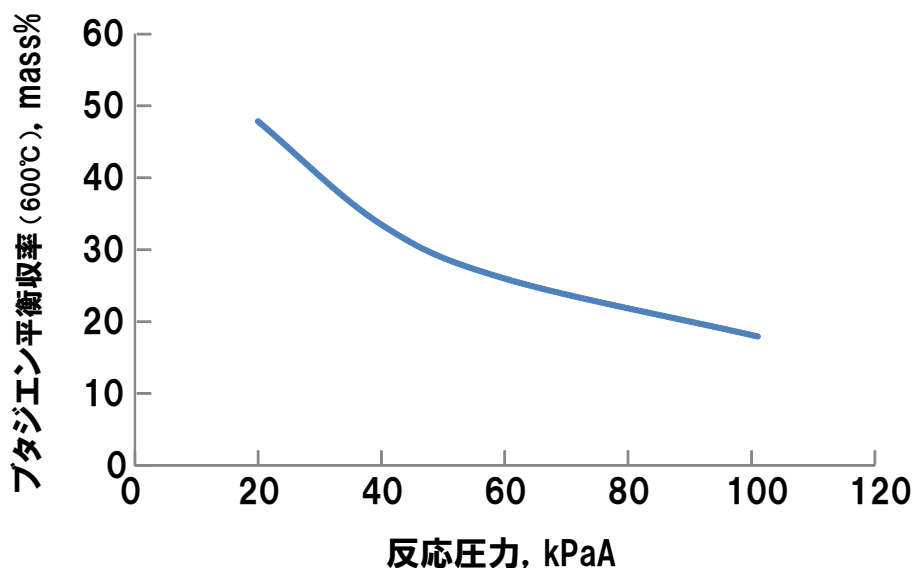


図10 圧力とブタジエン平衡収率の関係(600°C)

表 1 に商業機に適用可能な反応器形式を示した。円筒型反応器はコストが安いものの、触媒層の差圧 (ΔP) が数 10 kPa となり、反応圧力が高くなってしまいうという欠点があった。連続触媒再生型反応器 (Continuous Catalyst Replacement ; CCR) も同様に、触媒層の ΔP が数 10 kPa となるため採用は難しいと考えられた。そこで、低圧損タイプの反応器として実績も多いラジアルフロー型反応器を選択した (図 1 1)。ラジアルフロー型反応器は低圧損という利点がある一方で、反応器内の触媒層を薄くしているため、触媒量に対する反応器のサイズは円筒型反応器と比べ、大きくなることが見込まれている。

表 1 反応器形式の候補

反応器形式	選定可否	考察
円筒型	△	・ 触媒層 ΔP が数 10 kPa となり反応圧力が高くなる
ラジアルフロー型	○	・ 低圧損を実現可能。反応器としての実績も多い ・ 反応器サイズ大きくなる
連続触媒再生 (CCR) 型	×	・ 再生の熱を反応に利用することで熱的に有利 ・ 触媒層 ΔP が数 10 kPa となり反応圧力が高くなる

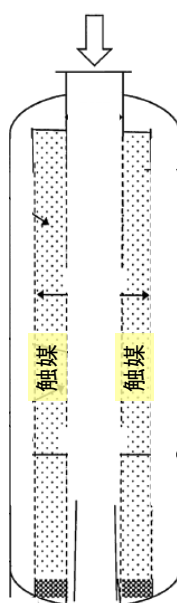


図 1 1 ラジアルフロー型反応器

ブタン脱水素プロセスでは、高温、減圧、反応器の 2 4 時間交互再生などの要素を必要とする。反応器形式並びに、加熱方式を選定し、プロセスフローを策定した (図 1 2)。まず、原料の C 4 L P G 中に含まれるイソブタンを脱イソブタン工程で除去した後、ノルマルブタンを反応工程にフィードする。反応工程で得られた生成ガスは圧縮・分離工程に送られ、水素、

メタン、二酸化炭素などの軽質ガスを除去した後、精製工程で製品ブタジエンとなる純度まで精製する。精製工程で分離されたブタンやブテンは反応工程にリサイクルする。

【全体ブロックフロー】

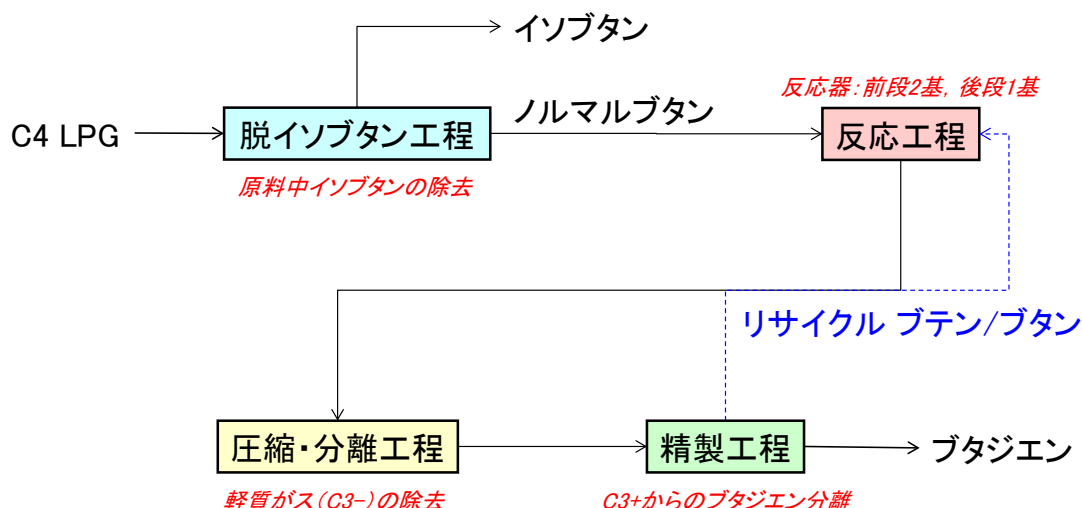


図 1 2 プロセス全体のブロックフロー

(v) スケールアップ評価に向けた検討

エンジニアリング会社とともにスケールアップ計画について議論および検討した。作成したプロセスフローの各工程について、商業機の設計の可能性を評価した。脱イソブタン工程についてはすでに製油所に実績があり、また、圧縮・分離工程や精製工程については機器の構成がナフサクラッカーと類似のため、商業機の設計が可能との結論を得た。一方、反応工程については、後段反応器の偏流が懸念されたために、現時点では十分に商業機の設計ができる状態ではないことが分かった（表 2）。本開発プロセスと他の商業プロセスとの相違点は、24 時間毎の反応・再生サイクル、かつ減圧反応であることである。反応時は減圧のためガスボリュームが多いのに対し、再生時は微加圧であり、ガスボリュームが少なくなる。現在、想定のプロセスでは、再生時の反応器の ΔP は反応時と比べ、約 1/10 程度となる。そのため再生時に偏流が生じ、触媒の再生が十分に行われなく懸念がある。以上より、後段反応器の偏流の懸念に対し、検討する必要があることが分かった。

表 2 商業機設計の可能性（工程ごと）

	脱イソブタン 工程	反応 工程	圧縮・分離 工程	精製 工程
商業機の設計	○	△	○	○
考察	製油所で実績あり	後段反応器の 偏流に懸念	機器構成がナフサクラッカーと 類似	

触媒層の差圧測定と流動解析を実施した結果（図 1 3）、後段反応に偏流はなく、均一な流れであることが判明した。その結果、2018 年度に商業機（反応器廻り）のプロセスデザインを作成完了見込みである。

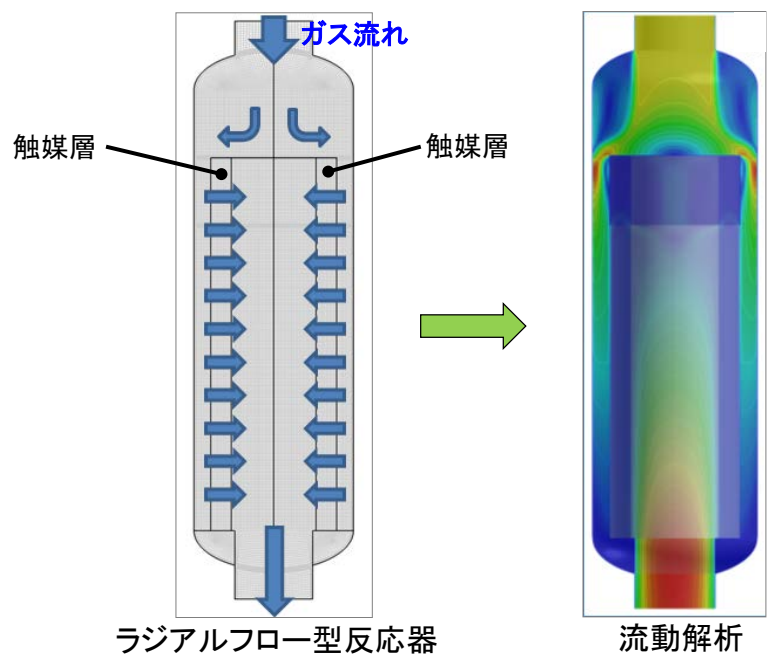


図 1 3 後段反応の反応器周りの流動解析結果

（2）事業アウトプット

事業アウトカム指標		
高付加価値品（ブタジエン）の収率		
指標目標値		
事業開始時（平成 28 年度）	計画：－	実績：－
中間評価時（平成 30 年度）	計画：－	実績：－
終了時評価時（平成 30 年度）	計画：20%	実績：20%見込み
目標最終年度（平成 30 年度予定）	計画：20%	

<共通指標実績>

論文数	論文の 被引用度数	特許等件数 （出願を含む）	特許権の 実施件数	ライセンス 供与数	国際標準への寄与	プロトタイプ の作成
0 件	0 件	15 件	0 件	0 件	0 件	0 件

＜個別要素技術のアウトプット指標・目標値及び達成状況＞

個別要素技術	アウトプット指標・目標値	達成状況(実績値・達成度)	原因分析(未達成の場合)
①触媒開発	触媒改良を実施し、反応器出口のブタジエン収率を20wt%に到達させる。	2018年度末に達成見込み	－
②触媒の工業製造検討	工業的に製造可能な製法を確立する。	達成	－
③副生物の分析・同定	副生物の分析・同定を実施し、生成物中のC1～C4の成分を明らかにする。	達成	－
④プロセス検討	最適な反応器形式、加熱システムを検討し、プロセスフローを策定する。	達成	－
⑤スケール評価に向けた検討	スケールアップ評価の基本コンセプトを策定する。 反応器周りのプロセスデザインを作成する。	達成 2018年度末に達成見込み	－ －

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

触媒改良並びにプロセス検討により、最終目標であるブタジエン収率20%を達成できる見込みである。また、商業化に向けて、スケールアップ計画を策定することができたため、プロセスデザインを作成完了見込みである。事業アウトカム達成に至るまでのロードマップを図14に示す。本事業終了後、FS検討を実施し、ブタジエン製造技術の完成を目指す。その後、ブタジエン市況等の事業環境を踏まえて、本技術の事業化を実施するかどうか判断する。

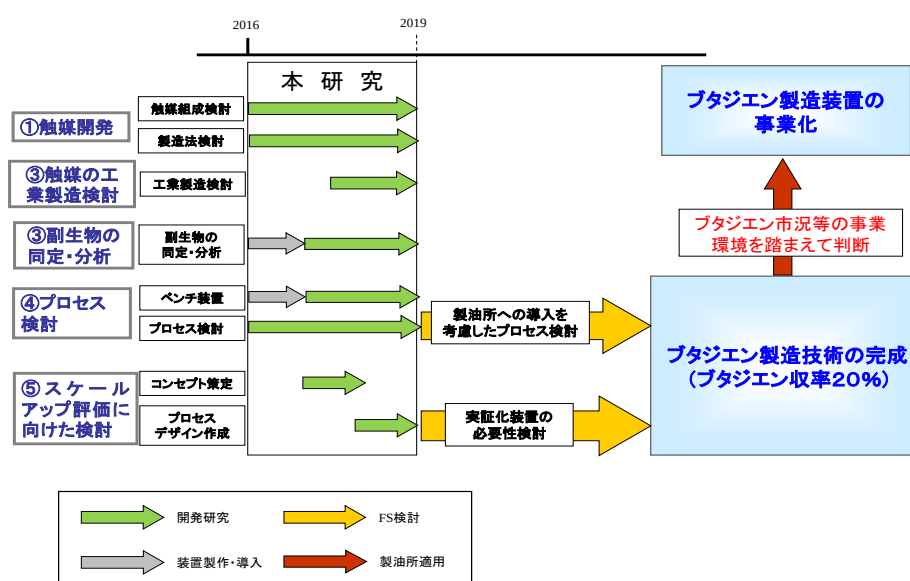


図14 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

事業成果や進捗確認は、METI採択評価委員会（年2回開催）並びに、事業推進連携会議（年2回開催）にて適切な指導、助言を受けながら事業を実施した。これらの推進体制にて、適宜PDCAを回すことにより、中間評価における事業目標達成に導いた。なお、JXTGエネルギー(株)内のマネジメント体制を図15に示す。

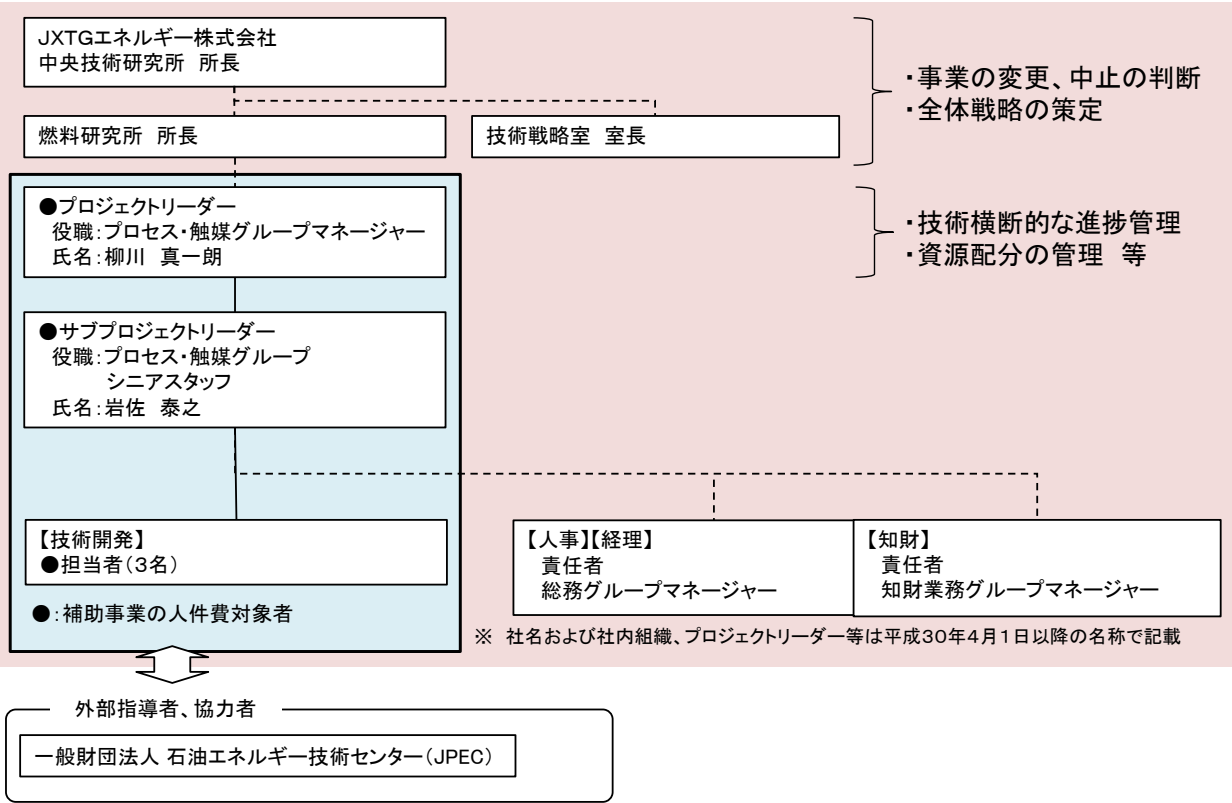


図15 研究開発の実施・マネジメント体制

5. 費用対効果

本技術開発を商業化することで、将来余剰が見込まれる燃料ブタンの消費並びに、付加価値の高いブタジエンを目的生産することにより、国内製油所において、大きなメリットが得られると考えられる。例えば、ブタジエン生産量が世界需要の約1%の10万トン／年程度であれば、数十億円／年以上のメリットが期待できる。

また、ブタンの脱水素によりブタジエンを製造する際には、多量の水素が併産される。現在、製油所によっては接触改質装置から副生される水素だけでは足りない際に、ブタンなどのLPGを高温で水蒸気改質して水素を製造（HPU；Hydrogen Product Unit）しているが、HPUを用いた際の水素製造コストは高い。ブタジエンの製造で副生する水素を利用することで製油所のHPUの稼働を下げられるためより一層の競争力の向上を図ることができる。製油所運転環境によってはHPUの稼働を停止できる場合もあり、競争力強化に大きく寄与する（図16）。

以上より、投入する予定の国費総額（2.0億円）に対して大きな効果が得られると考える。

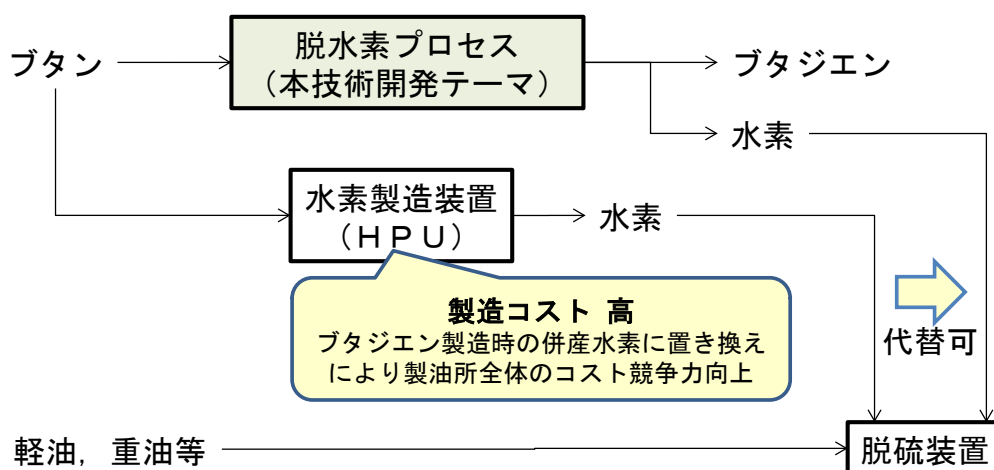


図16 本技術を製油所へ導入した場合の副生水素の影響

【テーマ4】先進的膜分離による高付加価値品回収技術開発

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「先進的膜分離による高付加価値品回収技術開発」(1302)
行政事業レビューとの関係	平成３０年度事業番号０２０４
上位施策名	科学技術・イノベーション
担当課室	石油精製備蓄課

プロジェクトの目的・概要

省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。

本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。

予算額等（補助（補助率：２／３））				（単位：百万円）
開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体
平成２８年度	平成３２年度	平成３０年度	平成３３年度	JXTG エネルギー(株)
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28FY&H29FY)	総予算額
６７	５５	８７	１２２	２１０

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

近年、新しい分離技術として、ゼオライト膜など無機膜による炭化水素の分離が進められている。膜分離は、精密蒸留のように還流の必要がなく、既存分離技術より少ないエネルギーで炭化水素を分離するポテンシャルがある。炭化水素分離用の膜としては高温での耐溶剤（石油留分）性の高い無機膜、特にゼオライト膜が有望である。ゼオライト膜は、高分子膜の活用が難しい高温領域での炭化水素の分離にも利用できる可能性がある。また、分離膜メーカーが脱水プロセス用などで実績を積みユーザー側からみて分離膜の性能や品質、安定供給に対する信頼性が上がってきている。そこで、少ないエネルギーで炭化水素を分離するポテンシャルがある膜分離技術の個別要素技術開発を行い、既存分離技術ではエネルギー消費量が多いため経済性が成り立たず導入が見送られている用途への展開を主に検討し、石油精製プロセスにおける高付加価値品の得率を向上させるための実用化検討を行う。具体的には、石油留分やオフガスから水素、アロマ・オレフィン・ノルマルパラフィン等を高濃度で分離回収する分離膜・膜分離プロセスの実用化技術開発を行う。これにより付加価値の低い原料（軽質ナフサ等）から付加価値の高い製品（化学品、潤滑油基油、アロマ等）を製造する石油のノーブルユース化を推進することで製油所競争力強化に貢献する。

本技術開発は平成28年度から平成32年度までの5年間で計画しており、平成30年度末までに要素技術開発を完成させるべく開発を進めている。ベンチスケールでの評価によって有望テーマの絞り込みを行い、平成31年度から2年間の実証化を通して要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得する。

1. 事業アウトカム

事業アウトカムとして、技術開発（シーズ）側の指標として膜分離技術に期待される消費エネルギーの小ささを表す指標である「省エネ指数」、用途展開（ニーズ）側の指標として分離膜・膜分離プロセスによる高付加価値品の得率の向上を表す指標である「ノーブルユース指数」で評価する。

事業アウトカム指標 既存炭化水素分離技術に対する消費エネルギーの削減率（省エネ指数）		
既存分離技術を用いた時の目的生産物あたりの消費エネルギー（A）と開発する分離技術の目的生産物あたりの消費エネルギー（B）を求め、 $(1-B/A) \times 100$ を消費エネルギーの削減率（C）として事業アウトカム指標の1つ「省エネ指数」とする。目標設定にあたり最新の熱交換型の省エネルギー蒸留システム（ https://www.toyo-eng.com/jp/ja/products/environment/superhidic/ ）の「省エネ指数」が50%以上であることから50%を目標値とする。		
指標目標値 既存分離技術に対するエネルギー削減率50%		
事業開始時（H28年度）	計画：比較対象となる既存分離技術の消費エネルギー調査	実績：達成
中間評価時（H30年度）	計画：ベンチデータに基づくプロセスシミュレーションによる膜分離プロセスの消費エネルギーおよび省エネ指数ポテンシャルの算出	実績：達成 省エネ指数ポテンシャル45%～65%
終了時評価時（H32年度）	計画：省エネ指数30%	実績：達成見込み
目標最終年度（H34年度予定）	計画：省エネ指数50%	

事業アウトカム指標 膜分離プロセス導入による高付加価値品の得率（ノーブルユース指数）		
分離膜・膜分離プロセスへの付加価値の低い原料の供給量（D）に対して得られる付加価値の高い製品の製造量（E）から、分離膜・膜分離プロセスによる高付加価値品の得率を（E/D）×100により求め、事業アウトカム指標の1つ「ノーブルユース指数」とする。		
指標目標値 膜分離プロセス導入による高付加価値品の得率17%		
事業開始時（H28年度）	計画：低付加価値品（軽質ナフサ）の膜分離プロセスによる高付加価値品（オレフィン・アロマ）の得率ポテンシャル6%	実績：達成 高付加価値品（オレフィン・アロマ）の得率ポテンシャル6%
中間評価時（H30年度）	計画：低付加価値品（重質軽油）の膜分離プロセスによる高付加価値品（潤滑油基油用ワックス）の得率ポテンシャル12%	実績：達成見込み 高付加価値品（潤滑油基油用ワックス）の得率ポテンシャル4～35%
終了時評価時（H32年度）	計画：ノーブルユース指数17%	実績：達成見込み
目標最終年度（H32年度予定）	計画：ノーブルユース指数17%	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

（1）研究開発内容

これまで実証化された製油所における石油のノーブルユース化の試みとしては、石油コンビナート高度統合運営技術研究組合（RING）が行った「コンビナート・ルネッサンス事業」がよく知られている。この事業の中で、深冷分離など当時の既存の要素分離技術を用いた石油製品のノーブルユース化が行われている（化学工学 第71巻 第5号（2007）266頁）。一方、この事業で実証化されていない要素分離技術として、ゼオライト膜など無機膜による炭化水素の分離がある。膜分離は、精密蒸留における還流操作を、膜の分離機能で代替するため、還流に伴い多量に消費するエネルギーを少なくできる。そのため、当該膜分離技術に対する期待は大きく、主に海外で多くの特許出願がなされてきた（エクソン 特表平11-511685）が、商業規模の分離膜を量産できず実用化には至っていない。しかし、近年日本のセラミックメーカーを中心に主にアルコールの脱水、天然ガス中のCO₂分離のためのゼオライト膜開発が進んでおり、炭化水素用の膜が開発できれば実用化できる可能性は高い。最近の炭化水素分離膜の開発の一例として「2次成長法による Silicalite-1 膜」がある。本研究は石油精製への新規要素技術調査研究として平成24年度重質油等高度対応処理技術開発事業の中で行われた（重質油等高度対応処理技術評価小委員会及び技術研究会報告書JPEC-2012-T-01）。支持体上に Silicalite-1 と呼ばれるゼオライトの結晶を隙間なくかつ薄く結晶成長させているところに特徴がある。

本技術開発ではこの Silicalite-1 膜を中心にゼオライト膜の要素技術開発を行い、既存分離技術ではエネルギー消費量が多く経済性が成り立たないため導入が見送られている用途への展開を主に検討し、石油のノーブルユース化として石油精製プロセスにおける高付加価値品の得率を向上させるための実用化検討を行う。開発スケジュールとしては平成28年度から平成32年度までの5年間で計画しており、平成30年度末までに要素技術開発を完成させるべ

く開発を進めている。ゼオライト膜を石油精製プロセスとして用いるには複雑な組成からなる実石油留分・実ガスでも選択性を発現する分離膜の開発・選定が重要である。平成28年度から平成30年度までの3年間でこの高性能な膜を大学との共研を活用したテストピースの試作・評価により見出す。また分離膜を高表面積化するためセラミックメーカーのノウハウを活用して膜を1m長エレメントへ長尺化する。さらに長尺エレメントを束ねたモジュールをシミュレーションの活用により開発し、不純物除去等まで含めた連続運転2年以上が可能な膜分離プロセスの実証機のプロセス全体の基本設計を行う（図2-1）。平成30年度末までのベンチスケールでの評価によって有望テーマの絞り込みを行い、平成31年度から2年間の実証化を通して要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得する。

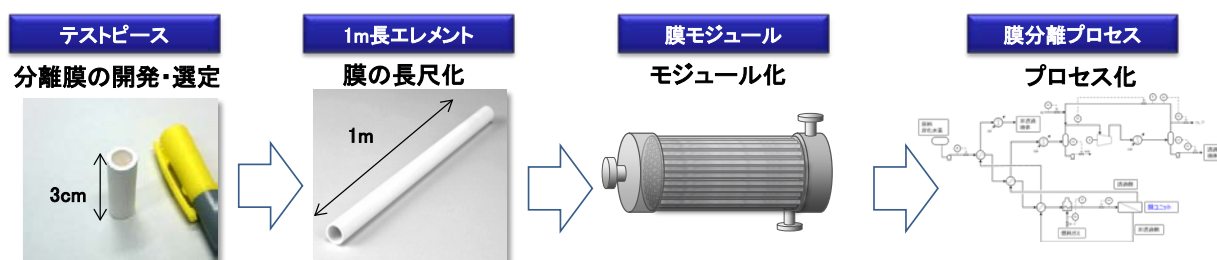


図2-1 分離膜・膜分離プロセスの開発

（2）事業アウトプット

製油所の石油・ガス留分中に含まれる特定成分を分離膜により分離することで、石油・ガス留分の物性改善を図り、石油精製プロセスにおける高付加価値品の得率を向上させ、石油のノーブルユース化を推進するためには、膜分離プロセスの個別要素技術の完成に加え、適切な用途を選定し実証化を通して要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得することが重要である。その事業アウトプットは次の（ア）～（オ）の5つである。

（ア）～（ウ）によって石油精製プロセスで使われる膜分離プロセスの個別要素技術の完成を目指し、（エ）によって要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得する。（オ）は実証化からセミコマーシャルスケール、さらに商業化とスケールアップ検討を進めて行く過程において、工業的に可能な手法で量産される分離膜の品質管理や受入検査に必須の評価技術である。

（ア）実石油留分でも選択性を発現する分離膜を開発する

（イ）さらに分離膜の性能低下要因を明らかにしその膜性能を最大限発揮できるように不純物除去等まで含めた膜分離プロセスのプロセス全体の設計を行う

（ウ）製油所で用いられることを想定し、現場でも膜エレメントの交換が可能な長尺エレメントを束ねたモジュールを開発し、製油所定修に合わせて保守点検ができるよう連続運転2年以上が可能な膜分離プロセスの設計を行う

（エ）ベンチスケールでの評価によって有望テーマ（用途）の絞り込みを行い、技術完成後の実装まで考慮したテーマを選定し、2年間の実証化を通して要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得する

（オ）工業的な生産方法で量産された分離膜の迅速な評価方法を開発し、有望テーマ（用途）に必要な機能を担保する分離膜の閾値を求め、品質管理手法を確立する

事業アウトプット指標（ア）実石油留分・実ガスでも用途に応じた必要な選択性を発現する分離膜の開発・選定		
分離膜を石油精製プロセスとして用いるには複雑な組成からなる実石油留分・実ガスでも選択性を発現する分離膜の開発・選定が重要である。ただし、分離性能については、１００％に近い石油化学製品等の高純度でなくとも、石油留分の物性を有意に高めることができればよく、軽質ナフサ、灯油からのノルパラ分離の場合、分離係数２０もしくは目的物濃度９０％以上に濃縮、軽油からのノルパラ分離の場合、分離係数１０もしくは目的物濃度５０％以上に濃縮を目標とする。さらに分離膜を高表面積化するため工業的に可能な製法にて膜を１ｍの長尺エレメントへ長尺化する。		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（平成２８年度）	計画： ①分離係数 20 または目標物濃度 90%以上 ②1m長尺エレメントの製作	実績：達成 ①分離係数 33、目的物（ノルマルパラフィン）濃度 97mol% ②1m長尺エレメントの製作
中間評価時（平成３０年度）	計画： ①軽質ナフサ、灯油からのノルパラ分離の場合、分離係数２０もしくは目的物濃度９０％以上に濃縮、軽油からのノルパラ分離の場合、分離係数１０もしくは目的物濃度５０％以上に濃縮 ②テストピース並に性能を維持したまま１ｍの長尺エレメントまでスケールアップ	実績：達成 ①分離係数 150、目的物（ノルマルパラフィン）濃度 96mol% ②工業製造可能な手法で製作した１ｍの長尺エレメントにて目標値に到達
終了時評価時（平成３２年度）	計画：同上	実績：同上

事業アウトプット指標（イ）不純物除去等まで含めた膜分離プロセスの設計		
前処理装置による不純物除去等まで含めた膜分離プロセスの実証機のプロセス全体の基本設計を行う（実証機規模はその用途によって変わりうる）。		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（平成２８年度）	計画：劣化に関わる不純物の特定	実績：達成 不純物候補物質（硫黄化合物等）の影響確認し、モデル原料による実験結果と仮説との整合性を検証
中間評価時（平成３０年度）	計画：不純物除去等まで含めた膜分離プロセスの実証機（１ｍ長エレメント１ｍ ^２ 以上のプロセス又は生産量０．５ｋｇ／ｈ以上）の基本設計	実績：達成見込み 前処理装置としてノルマルパラフィン濃縮装置等を設置することにより原料油の重質化による透過流束の低下が抑え

		られ、さらに膜分離装置のコンパクト化が可能な見込み
終了時評価時（平成32年度）	計画：不純物除去等まで含めた膜分離プロセス（1m長エレメント10m ² 以上のプロセス又は生産量5kg/h以上のプロセス）の設計	実績：同上

事業アウトプット指標（ウ）連続運転2年以上が可能な膜分離プロセス設計		
製造の現場でも膜エレメントの交換が可能な長尺エレメントを束ねたモジュールを、シミュレーションを活用して開発し、製油所のメジャー定修に合わせて保守点検ができるようプロセス全体で連続運転2年以上が可能な膜分離プロセスの設計を行う。		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（平成28年度）	計画：膜エレメント本数100本規模モジュールの設計検討	実績：達成 モジュール構造の基本設計完了
中間評価時（平成30年度）	計画：①実証機に用いるモジュールの評価による目的物濃度90%以上、目的物の透過による回収率60%以上 ②製油所で採取された実油による評価時間3000時間以上相当の加速劣化試験	実績：達成見込み 期中につき現在評価中
終了時評価時（平成32年度）	計画：製油所で採取された実油による評価時間16000時間以上（2年）相当の加速劣化試験	実績：達成見込み

事業アウトプット指標（エ）平成30年度までにベンチスケールでの評価による有望テーマの絞り込みを行い、平成31年度から実証化		
平成30年度末までのベンチスケールでの評価によって有望テーマ（用途）の絞り込みを行い、技術完成後の実装まで考慮したテーマを選定する。平成31年度から2年間の実証化を通して要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得する。		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（平成28年度）	計画：実石油留分・実ガスで目標とする分離性能を発現したSilicalite-1膜の分離対象として、商業規模を想定した時に現状で最も有望と考えられるノ	実績：達成 最もメリット額が大きかった「軽質ナフサからのノルマルパラフィン分離によるアロマ・オレフィン増産」を優先して検

	ルマルパラフィン分離をベースに検討	討
中間評価時（平成３０年度）	計画：同上	実績：達成見込み 初期投資額に対するメリット額が大きかった「重質軽油からのノルマルパラフィン分離による潤滑油基油増産」を実証化の第一候補として検討
終了時評価時（平成３２年度）	計画：要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得	実績：達成見込み

事業アウトプット指標（オ）炭化水素の膜分離における膜の品質管理手法を設定		
分離膜の品質管理方法を設定するため、膜分離技術のスケールアップ検討を進めて行く過程において、工業的な生産方法で量産された分離膜の迅速な評価方法を開発し、有望テーマ（用途）に必要な機能を担保する分離膜の閾値を求め、品質管理手法を確立する		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（平成２８年度）	計画：膜の品質管理方法の検討（目標：既存手法と炭化水素分離性能との関係把握）	実績：達成 性能担保における評価方法と性能指標との相関検討しテストピースについて閾値決定
中間評価時（平成３０年度）	計画：モジュールに使用する規模（１００本以上）での品質管理手法の設定	実績：達成 長尺エレメントの迅速な品質管理方法である等圧透過試験を確立
終了時評価時（平成３２年度）	計画：同上	実績：膜の品質管理に関する検証を実証時に合わせて行う計画

<共通指標実績>

論文数	論文の被引用度数	特許等件数（出願を含む）	特許権の実施件数	ライセンス供与数
2	0	4	0	0

表２－１に（１）～（６）の個別要素技術の５年間の開発スケジュールを記す。このうち（１）～（３）は「ものづくり」に関わるシーズ寄りのアウトプットであり、（４）～（５）は要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたニーズ寄りのアウトプットである。（６）は膜分離の原理原則を明らかにし課題発見とともにその優先順位付け、解決策提案のためのチェック機構としてのアウトプットである。

表 2-1 個別要素技術の5年間の開発スケジュール

年 度	平成28年度	平成29年度	平成30年度	平成31年度	平成32年度
項 目					
(1) 分離膜開発・選定	①分離膜テストピースの開発 ②長尺エレメントへのスケールアップ		達成		
(2) プロセス検討				達成見込み	
(3) 品質管理方法検討			達成		
(4) 分離膜寿命評価・予測		①モジュール設計・製作・評価 ②実油による評価・寿命予測		達成見込み	
(5) 実証装置 基本設計			①実証機の基本設計	達成見込み	
設計・製作・運転 ※品管方法の検証				①実証機の製作/運転 ②分離膜の品質管理方法の検証 ③経済性評価	
(6) 膜透過・劣化メカニズム解明			達成		

個別要素技術の目標と達成状況を表 2-2 に示す。実石油留分・実ガスでも選択性を発現する分離膜の開発・選定 ((1) ①) とその 1 m 長エレメントへ長尺化 ((1) ②)、および工業的な生産方法で量産された 1 m 長分離膜エレメントの迅速な評価方法 ((3)) の開発は完了した。平成 30 年度末までのベンチスケールでの評価によって有望テーマの絞り込みを行う計画に基づき、早期実装の可能性を上げるため、商業規模の初号機としては規模が小さな「重質軽油を原料とした高付加価値品（潤滑油基油用ワックス）分離」を主用途として絞り込み、プロセス検討を進めている ((2))。原料油重質化のため透過流束の低下やファウリングによる寿命低下が懸念されていたが、大学との共同研究の成果である Silicalite-1 膜によるノルマルパラフィン分離の透過・劣化メカニズムの仮説 ((6)) に基づきプロセス全体として対策を考え膜分離装置の前処理装置等により透過流束の低下等を抑制できそうなデータが得られている ((4) ②)。一方、装置実証規模については、本用途は規模が小さいうえにモジュールのシール方法などの要素技術は開発済み ((4) ①) であるため、モジュールをスケールアップした実証運転よりもモジュールに前後処理装置などの付帯設備も含めプロセス全体として実証運転を行うことがより重要であるとの認識に至り、実証規模を当初計画の 1 m 長エレメント 50 m² 以上のプロセス又は生産量 50 kg/h 以上から 1 m 長エレメント 1 m² 以上のプロセス又は生産量 0.5 kg/h 以上に計画を修正するものである ((5) ①) (ただしプロセス設計は 1 m 長エレメント 10 m² 以上のプロセス又は生産量 5 kg/h 以上まで行う)。平成 31 年度から 2 年間の実証化を通して要素技術の検証のほか寿命や経済性の評価など事業化に向けたデータを取得する計画に変更はない ((5) ②③)。

表 2-2. 個別要素技術の目標

個別要素技術	アウトプット 指標・目標値	達成状況 (実績値・達成度)	原因分析 (未達成の場合)
(1) 分離膜開発・選定			
① 分離膜テストピースの開発	① 軽質ナフサ、灯油からの ノルパラ分離の場合、分離 係数 20 もしくは目的物 濃度 90% 以上に濃縮、軽 油からのノルパラ分離の 場合、分離係数 10 もしく は目的物濃度 50% 以上 に濃縮	① 達成	
② 長尺エレメントへのスケ ールアップ	② テストピース並に性能 を維持したまま 1 m の長 尺エレメントまでスケ ールアップ	② 達成	
(2) プロセス検討	(2) 不純物除去等まで含め た膜分離プロセス (1 m 長エレメント 10 m ² 以上 のプロセス又は生産量 5 kg/h 以上のプロセス) の設計	(2) 達成見込み	(2) 期中のため 前処理装置としてノルマル パラフィン濃縮装置等を設 置することにより原料油の 重質化による透過流束の低 下が抑えられ、さらに膜分 離装置のコンパクト化が可 能な見込み
(3) 品質管理方法検討	(3) モジュールに使用する 規模 (100 本以上) での 品質管理手法の設定	(3) 達成 長尺エレメントの迅 速な品質管理方法で ある等圧透過試験を 確立した	
(4) 分離膜寿命評価・予測	(4)	(4)	(4)
① モジュール開発	① 実証機に用いるモジュ ールの評価による目的物 濃度 90% 以上、目的物の 透過による回収率 60% 以上	① 達成見込み	① 期中のため シール方法などの要素技術 は開発済み
② 実油による評価・寿命予	② 製油所で採取された実	③ 達成見込み	② 計画通り

個別要素技術	アウトプット 指標・目標値	達成状況 (実績値・達成度)	原因分析 (未達成の場合)
測	油による評価時間 1 6 0 0 0 時間以上 (2 年) 相当 の加速劣化試験		期中までに実油による評価 時間 3 0 0 0 時間以上相当 の加速劣化試験を実施
(5) 実証装置 基本設計 ①実証機の設計/製作/運転	(5) ①不純物除去等まで含め た膜分離プロセスの実証 機 (1 m 長エレメント 1 m ² 以上のプロセス又は生産 量 0. 5 k g / h 以上) の 設計	(5) ①達成見込み	(5) ①計画通り 期中までに (2) に記載の不純 物除去等まで含めた膜分離 プロセスの実証機の基本設 計を実施
②分離膜の品質管理方法の 検証	②膜の品質管理に関する 検証を実証時に合わせて 行う。	②達成見込み	②計画通り 期中までに品質管理のため の膜検査装置を製作し次年 度から検証する計画
③経済性評価	③膜再生法の検討と保守 費算出、商用装置の設計 (目的物 1 0 0 B D 以上 のプロセス検討)	③達成見込み	③計画通り 次年度から検証する計画 (テ ーマ選定のための F S は期 中に実施)
(6) 膜透過・劣化メカニズム 解明	(6) 計算化学シミュレーシ ョン等を通じた炭化水素 膜分離の透過・劣化メカニ ズムの仮説提示と実験に よる検証	(6) 達成 Silicalite-1 膜によ るノルマルパラフィ ン分離の透過・劣化 メカニズムの仮説提 示と実験による検証	

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

事業アウトカム達成に至るまでのロードマップを表 4-1 に示す。事業アウトカムのうち省エネ指数については、中間評価時にはベンチデータに基づくプロセスシミュレーションによる消費エネルギーを計算に用いるため期待値となるが、45%～65%と目標値50%を達成できそうな結果が得られている。しかし、終了評価時には省エネ指数を求めるのに用いる「既存分離技術を用いた時の目的生産物あたりの消費エネルギー (A)」が規模の大きな商用機であるのに対し、「開発する分離技術の目的生産物あたりの消費エネルギー (B)」は放熱の影響を受けやすい規模の小さな実証機の数値を用いるため、省エネ指数は30%となる見込みである。今

後、製品評価、事業性評価をクリアし小型商用機による事業化検討が行える段階に移行できれば、この小型商用機にて目標50%を達成する見込みである。ノーブルユース指数に関しては規模の影響を受けないため、終了評価時の実証機にて目標17%を達成する見込みである。

事業アウトプットの目標値のうち個別要素技術については中間評価時までには達成する見込みである。残りの事業アウトプットについても終了評価時には達成する見込みである。なお用途選定と前処理装置の導入により膜分離装置の実証機の規模が縮小できそうなため、実証機の建設期間が短縮できる見通しであり、かつ劣化メカニズムが解明され膜の加速劣化試験が可能になるため、2年相当の評価が短期間で終わる可能性もある。その場合は事業アウトプットの目標は平成31年度に達成することになる。知的財産についてはこれまで本事業の成果として4件特許出願している。今年度行った用途の絞込みに合わせて本事業参画前に出願した特許も含めて知財戦略の見直しを行った。今後出願した特許の優先権を活用した権利の拡充を図る計画である。また用途の絞込みにより本技術開発による製品が潤滑油基油用ワックスとなったことから、本ワックスを用いたユーザーワークによる製品評価と事業性評価（フィージビリティスタディー）を行う予定である。

表4-1 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

年 度	平成28年度	平成29年度	平成30年度	平成31年度	平成32年度	平成33年度	平成34年度
項 目							
(1) ラボスケール検討 (個別要素技術開発)	個別要素技術の完成★						
(2) デモンストレーション (実証機によるプロセス性能検証)			要素技術の検証★ 寿命・経済性★				
			製品評価△ 事業性評価△				
(3) セミコマーシャル (小型商用機による事業化検討)				事業化検討☆ 立地・規模検討☆ 事業性再評価△		セミコマ機による事業性評価☆	
(4) コマーシャル (商用機による事業化)						プロセスデザインパッケージ作成☆	
事業アウトカム 省エネ指数 (目標50%) ノーブルユース指数 (目標17%)				30%☆ 目標17%達成★		目標50%達成★	
事業アウトプット (ア) 分離膜開発 (イ) 膜分離プロセス全体設計 (ウ) モジュール開発と連続2年運転 (エ) 用途選定と実証化 (オ) 分離膜の品質管理手法確立	テストピース★ 長尺エレメント★ 不純物特定★ 基本設計★ 全体設計★			16000時間相当★ 8000時間相当★			
		モジュール試作★ 実証モジュール★		用途選定・実証機設計★ 建設★ 運転★			
知財	要素技術の知財化		▲知財戦略見直し	優先権主張による拡充			

4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

研究開発の実施・マネジメント体制を図5－1に示す。プロジェクトの管理、遂行はプロジェクトリーダーにより執り行う。これに加えて、テーマ全体の管理に関しては、中央技術研究所およびソリューションセンター全体でフォローすると共に、技術戦略室においてもサポートを行う体制としている。

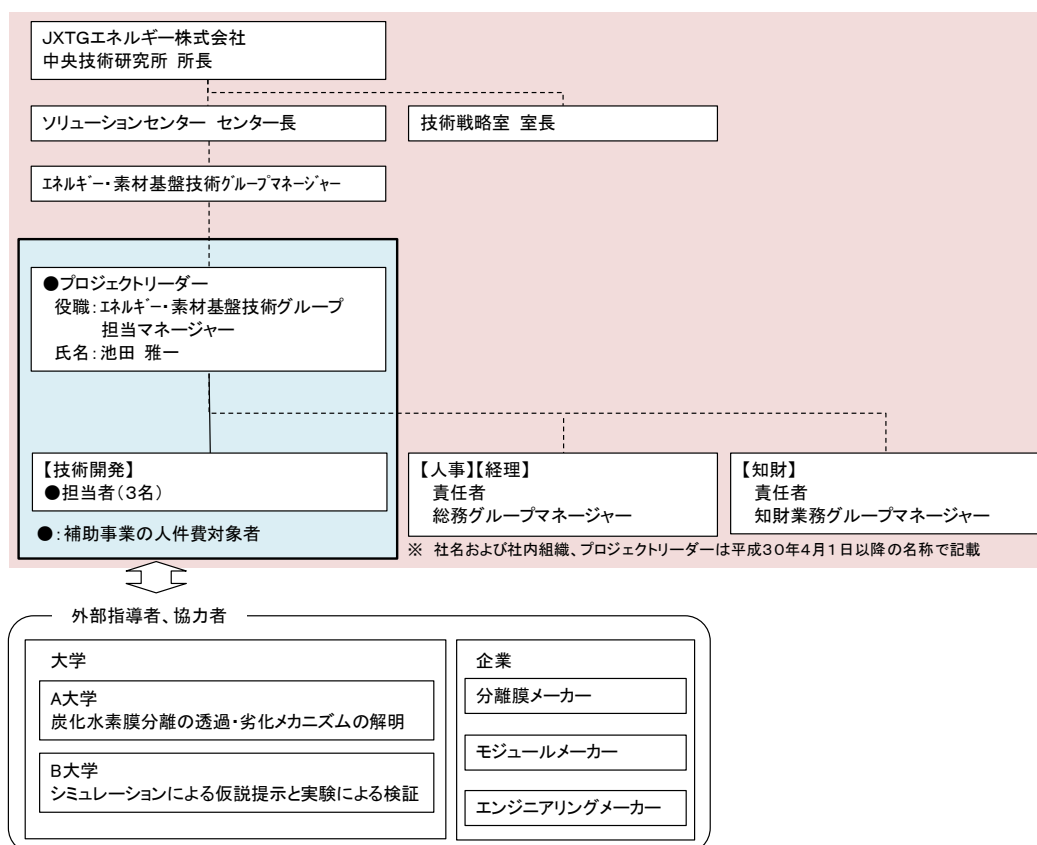


図5－1 研究開発の実施・マネジメント体制

主な役割を以下に記す。

- ・プロジェクトリーダー（実施責任者）：プロジェクト全体を統括、マネジメントを行う。
- ・研究担当：研究および評価の実務を行う。
- ・人事担当：プロジェクトに関わるメンバーの従事時間の管理を行う。
- ・経理担当：研究費用の適正な管理を行う。
- ・知財担当：研究成果に対して知財戦略に基づき特許出願管理を行う。

研究活動の不正行為（ねつ造、改ざん、盗用）については、「研究活動の不正行為への対応に関する指針」（平成19年12月26日 経済産業省策定）に基づき、不正行為の未然防止の観点から、プロジェクトリーダーおよび総務担当者による教育を行うと共に、研究管理責任を明確とする。また、告発等の窓口としては社内に既に設置してあるコンプライアンスホットライン（社内窓口：総務部長、社外窓口：A法律事務所）を活用する。知的財産の管理においては、社内における知財戦略会議にて策定した基本方針に基づき、必要な特許については十分議論の

上、出願、権利化を目指す。研究費の不正な使用および不正な受給（不正使用等）については、「公的研究費の不正な使用等への対応に関する指針」（平成20年12月3日 経済産業省策定）に基づき、不正使用等の未然防止の観点から、プロジェクトリーダーおよび経理担当者による教育を行うと共に、経理責任を明確とする。研究費は、正確な申請と管理を実施する。また、告発等の窓口としては社内に既に設置してあるコンプライアンスホットライン（社内窓口：総務部長、社外窓口：A 法律事務所）を活用する。事務処理要領を作成し、これに則り管理を実施する。

5. 費用対効果

これまでに検討してきた主な用途である「軽質ナフサからのノルマルパラフィン分離によるアロマ・オレフィン増産」「重質軽油からのノルマルパラフィン分離による潤滑油基油増産」を図6-1に示す。本技術開発を商業化することで装置規模や市況価格にもよるがノーブルユース化によって、国内製油所において、大きなメリットが得られると考えられる。例えば2018年11月下旬の市況価格（ナフサ：52.5\$/B、エチレン：1010\$/t、ベンゼン：700\$/t、113円/\$）における図6-1に示す「軽質ナフサからのノルマルパラフィン分離によるアロマ・オレフィン増産」の想定メリット額は約30億円であり、検討2テーマだけで想定メリット額は20億円～40億円と推算できる。膜分離技術の用途としてはこの他にも多くありその用途展開によるメリットも含めて事業費2.1億円に対する費用対効果は十分にあると考える。

	軽質ナフサからのノルマルパラフィン分離によるアロマ・オレフィン増産	重質軽油からのノルマルパラフィン分離による潤滑油基油増産
概略図	＜研究開発例：軽質ナフサからのノルパラ分離＞ 分離した「ノルパラ留分」をエチレン装置で処理し、オレフィンを増産。高オクタン価の「非ノルパラ留分」はガソリンとし、ガソリンプールからアロマを抜き出す	＜研究開発例：軽油留分から潤滑油基油向けワックス製造＞ 軽油留分から膜によりノルパラ(ワックス)を分離し、潤滑油基油に適用
分離対象	軽質ナフサ	重質軽油
回収物	透過物：エチレン装置基材 → オレフィン 非透過物：高オクタン価基材 → アロマ	透過物：潤滑油基油 非透過物：各種基材
膜の種類	ゼオライト(silicalite-1)	ゼオライト(silicalite-1)
透過分子種	ノルマルパラフィン	ノルマルパラフィン
想定商業規模	大（数万BD）	中（数千BD）
想定メリット	大（数十億円）	中（数億円）

図6-1 これまでに検討してきた主な用途の概要

【テーマ5】非在来型原油および残渣油の2次装置反応性解析

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「非在来型原油および残渣油の２次装置反応性解析」（1305）
行政事業レビューとの関係	平成３０年度事業番号０２０４
上位施策名	科学技術・イノベーション
担当課室	石油精製備蓄課

プロジェクトの目的・概要

省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。

本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。

予算額等（補助（補助率：１／２）				（単位：百万円）	
開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体	
平成２８年度	平成３２年度	平成３０年度	平成３３年度	JXTG エネルギー（株）	
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28&H29FY)	総予算額	
１４８	２７６	９２	４２４	５１９	

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

1. 事業アウトカム

事業アウトカム指標		
製油所の2次処理装置において適用可能な非在来型原油を含む未利用原油の種類		
指標目標値		
事業開始時（H28年度）	計画：0原油	実績：-
中間評価時（H30年度）	計画：3原油	実績：3原油（見込み）
終了時評価時（H32年度）	計画：10原油	実績：-
目標最終年度（H32年度）	計画：同上	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

（1）研究開発内容

近年、地球環境問題への意識が高まり、低炭素化・循環型社会構築への動きが進展していることにより、国内の石油製品需要は減退の見通しである一方、エネルギー基本計画では、石油は今後とも活用していく重要なエネルギー源として位置づけられている。このため、我が国の石油産業は国内市場が縮小していく中で、製油所の国際競争力を更に高めて生き残りを図り、将来にわたって石油製品を安定的に供給することが求められている。

ガソリン製造コストのうち、最も大きな割合を占めるのが原油コストである。この原油コストを低減させることが国内製油所の競争力強化の観点から非常に重要であり、今後更なる競争力強化を目指すために、低価格な非在来型原油を含む未利用原油および超重質原油を処理する必要性が高まってくる。

通常国内の製油所で処理している原油のAPI度は25～40程度であるが、非在来型原油として多く産出される超重質原油（API度25程度以下）においては、低価格な反面極端にAPI度が低く（重質に）なるため、構成する各留分の収率を通常の中東系原油と比較すると、付加価値の高い軽質留分が少なく、付加価値の低い残渣油留分（VR留分）が占める割合が高くなる傾向がみられる（図1）。

また、非在来型超重質原油から得られるVR留分は、中東系の在来型原油と比較して「質」も大きく異なり、2次処理装置での反応に悪影響を及ぼすと考えられる重質なアスファルテン分やメタル分等の物質を多く含んでいることが想定される。そのため、非在来型超重質原油を2次処理装置で処理することは技術的に困難である。そこで、これら反応に悪影響を及ぼすと想定される物質の構造を特定し、2次処理装置の反応へ与える影響を評価し明確にすることで、非在来型超重質原油の価値をより高い精度で判断し、この選択を可能とし、各種燃料や化学品の生産を最大化することで石油のノーブル・ユースに寄与させたいと考える。

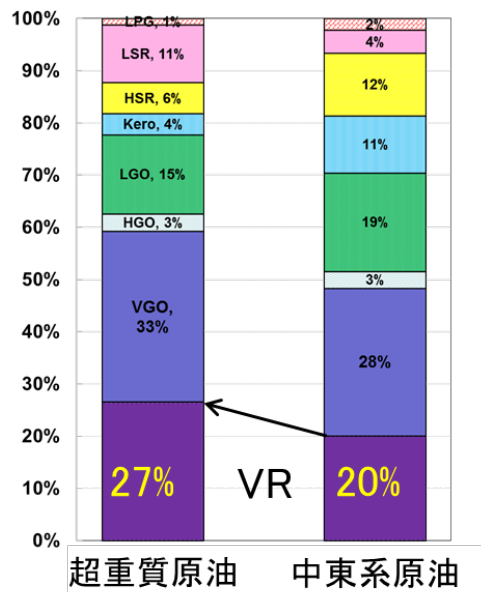


図1 超重質原油と中東系原油の収率比較

非在来型超重質原油を付加価値の高い軽質留分に転換するためには、蒸留精製した残渣油を溶剤脱れき装置（SDA）でアスファルテン分を除去した脱れき油（DAO：DeAsphalted Oil）を直接脱硫装置（RDS）で前処理した後に接触分解装置（FCC）で分解する装置構成が有効である。しかし、これら残渣油にはSDA装置で抽出率を低下させ、RDS装置での反応性を悪化させる重質なアスファルテン分、またRDS装置での反応性やFCC装置での反応性および選択性を悪化させるメタル分が多く含まれると想定される。そのため、このSDA-RDS-FCCの装置構成を想定し、一連の反応性や生成油収率・性状を把握できる評価スキーム（評価体制並びに評価技術）を確立したいと考える。また、この評価スキームで得られたDAOやRDS生成油およびFCC生成油を、これまでにJPECにて開発を進めてきたペトロリオミクス技術や非在来型原油成分分析技術を活用することで詳細組成構造分析を行う（図2）。

上述の技術を用いて、在来型原油及び非在来型原油の10種類程度を処理した際の詳細組成構造分析データ等の情報をデータベースにまとめ、このデータベースを用いて反応モデルの構築を行う。これにより、廉価ではあるものの反応性が悪い非在来型超重質原油の利用を拡大することが可能となり、大幅に原油の選択可能性が増大し、国内製油所の競争力強化に寄与することができる。

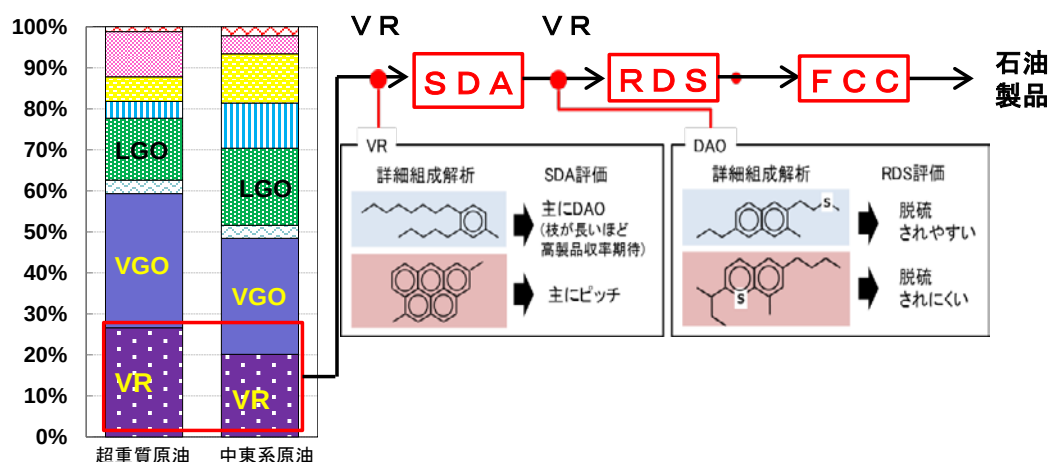


図 2 詳細組成構造解析のイメージ

以下の 4 項目について、具体的なアウトプットを説明する。

- ① 2 次処理装置反応性評価の技術開発
- ② 詳細組成構造解析の適用範囲拡大の技術開発
- ③ プロセス挙動を表現するモデルの技術開発
- ④ データベースの構築

① 2 次処理装置反応性評価の技術開発

溶剤脱れき装置（SDA）は、常圧蒸留残渣または減圧蒸留残渣を溶剤と混合し、抽出操作により脱れき油（DAO）と SDA ピッチに分離するプロセスである。RDS 装置および FCC 装置で必要な原料油を考慮して、処理量 0.5 BD の SDA 実験装置を平成 28 年度から平成 29 年度までに設計・建設した（図 3）。その後、平成 30 年度から運転を開始した。運転条件として抽出温度や溶剤と原料油の比率などの操作因子を変更し、種々の SDA 抽出率の DAO を採取した（図 4）。高 SDA 抽出率ほど、DAO は高メタル濃度となることを確認した。さらに、ターゲットの SDA 抽出率・メタル濃度に近い運転条件を確認し、標準条件を確定した。

FCC プロセスは、粉体（平均粒子径：75～100 μm）のゼオライト含有触媒と原料油である重油を接触させ、重油を分解して主に燃料（ガソリン）を製造するプロセスである。FCC 実験装置として、処理量 0.1 BD の装置を平成 28 年度から平成 29 年度までに設計・建設した（図 5）。その後、平成 30 年度から運転を開始し、各種生成油を採取した。その中で、触媒循環量を調整するために、再生塔スライドバルブ（SV）の開度を調整し、触媒循環量の変化を確認した（図 6）。ターゲット C/O（Cat/Oil）である 6.5 w/w を達成するための再生塔 SV 開度を確認し、標準条件を確定した。



図3 SDA実験装置の外観
影響

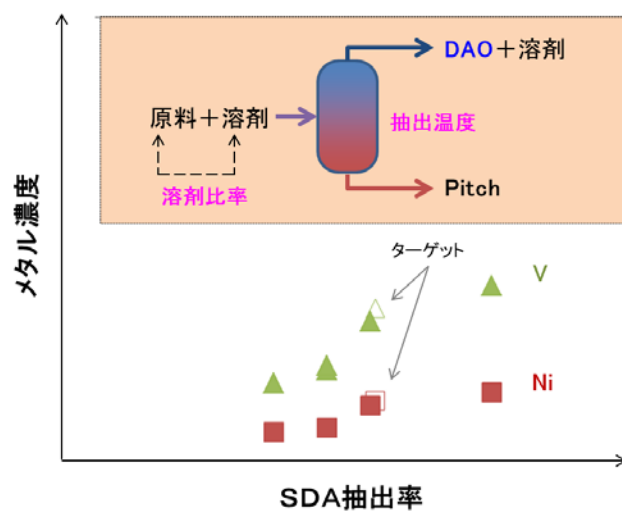


図4 SDAプロセスにおける運転条件の



図5 FCC実験装置の外観

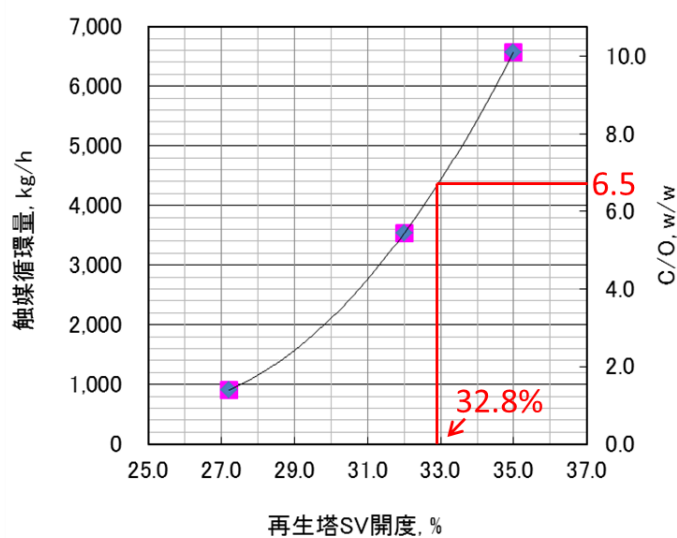


図6 再生塔SV開度と触媒循環量の関係

RDSプロセスは、常圧蒸留装置の残渣分であるAR留分に含まれる硫黄分、窒素分、メタル分などの不純物を水素化反応により除去する装置である。RDS装置から回収されたRDS生成油は、後段のFCC装置に供され、分解反応により軽質化される。採取した原油を蒸留し、RDS原料となるAR留分を回収した。回収したAR留分の一般性状を表1に示す。5種類のARと1種類のDAOについてRDS反応性評価を行った。なお、超重質原油由来ARは、動粘度が高く、実験装置の配管が閉塞する懸念があったため、超重質原油由来ARと中質原油①由来ARを50mass%ずつ混合したものを原料油として使用している。脱硫反応のアレニウスプロットの結果を図7に示す。グラフの傾きに相当する活性化エネルギーは、DAOを除き全てのARにおいてほぼ同等の値であった。一方、グラフの切片に相当する頻度因子は、原料油ごとに異なる値を示した。

このようにSDA/RDS/FCCの各プロセスの反応評価体制を整え、データを蓄積している。

表1 RDS原料性状

年度	平成28年度		平成29年度			
性状／油種	ALT-AR	超重質-AR	DAO	中質-AR	重質-AR	軽質-AR
密度(15℃) , g/cm ³	0.9723	1.014	0.9908	0.9883	0.9944	0.9347
硫黄分 , mass%	3.47	2.31	3.23	3.35	4.56	0.85
微量窒素 , mass%	0.20	0.40	0.281	0.297	0.223	0.195
アスファルテン分 , mass%	2.9	13.4	0.3	4.3	8	0.4

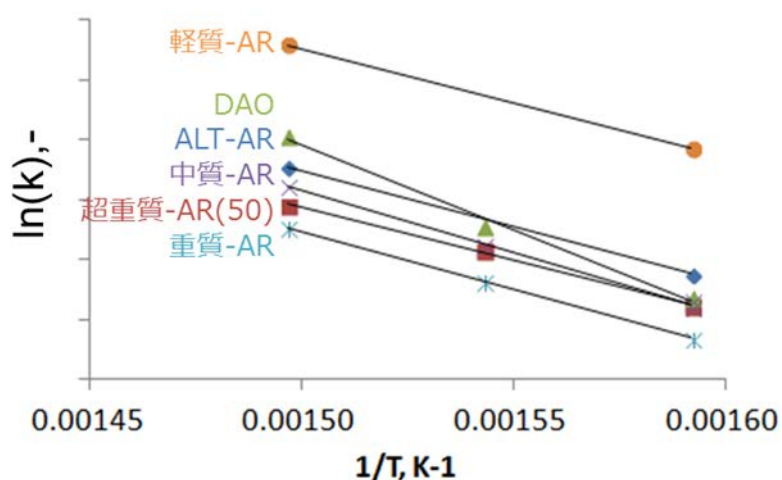


図7 RDS反応性結果

②詳細組成構造解析の適用範囲拡大の技術開発

各種原料油および生成油に関してJPECにて確立されたペトロリオミクス技術を用いて、詳細組成構造解析を実施した。これにより、種々のAR・DAO・RDS生成油の特徴を分子レベルで把握することができた。なお、詳細組成構造解析の原理については、平成27年度までの重質油等高度対応処理技術開発事業成果報告書を参照されたい。詳細組成構造解析は、中質原油由来原料と同様に超重質原油由来原料についても適用可能であることを確認した。また、JPECが開発した全石油データベース（Comcat）において、超重質油由来原料に含まれる分子情報のカバー率が低いことを確認した。解析精度向上のためには、このデータベースのカバー率の向上は必要であり、現在JPECでデータベースの拡充を検討している。

③プロセス挙動を表現するモデルの技術開発

RDSプロセスのモデルの技術開発のために、RDS反応性と種々の原料油性状との相関を整理した。その結果、横軸をアスファルテン分とした場合に、縦軸に示す同一反応温度での脱硫反応速度と強い相関が見られた（図8）。このことから、脱硫反応性にはアスファルテン分が強い影響を与えることが分かった。原因としては、アスファルテン分が触媒の活性点を被毒し、結果として反応性を低下させるためと考えている。上記の知見を用いて、JPECが開発したRDS分子反応シミュレーションモデルに対して、原料油のアスファルテン量に応じた頻度因子を設定できる改良シミュレーションモデルを開発した。その結果、シミュレーション誤差が10%以内に改善されることを確認した（図9）。

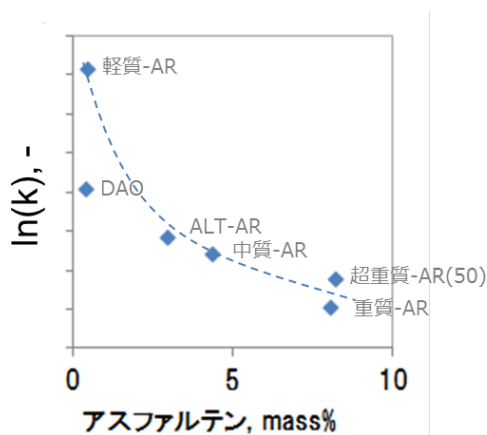


図8 RDS反応性とアスファルテンの相関
モデルの改良結果

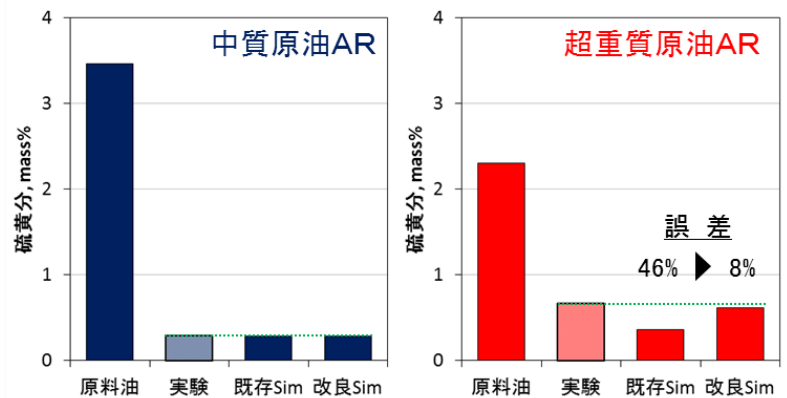


図9 RDSシミュレーションモ
デルの改良結果

SDAプロセスの原料であるVRの詳細組成構造解析を行った。解析結果について、JPECの全石油データベースを活用し、各分子の $n-C5$ とのハンセン溶解度パラメータ差 (ΔHSP) を確認した (図10)。その結果、全環数が少なく側鎖の炭素数が多い分子は ΔHSP が小さく、全環数が多く側鎖の炭素数が少ない分子は ΔHSP が大きいことを確認した。次に、SDAプロセスの原料 (VR) と生成油 (DAO) の詳細組成構造解析結果を基に、 ΔHSP とSDA抽出率の相関を確認した (図11)。その結果、原料VRの中で ΔHSP が小さい分子ほど溶剤である $C5$ への溶解性が高く、SDA抽出率が高くなることを確認した。上記の結果から、SDAプロセスがハンセン溶解度パラメータで整理できることを見出した。

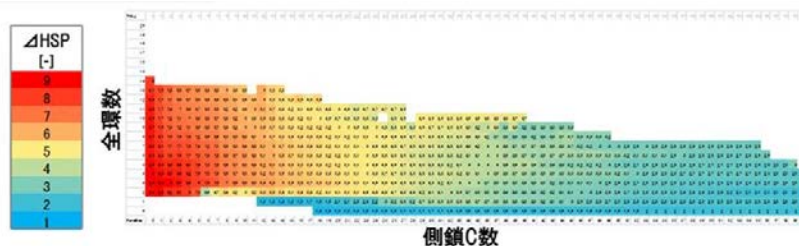


図10 VRの詳細組成構造解析結果 ($n-C5$ とのハンセン溶解度パラメータ差: ΔHSP)

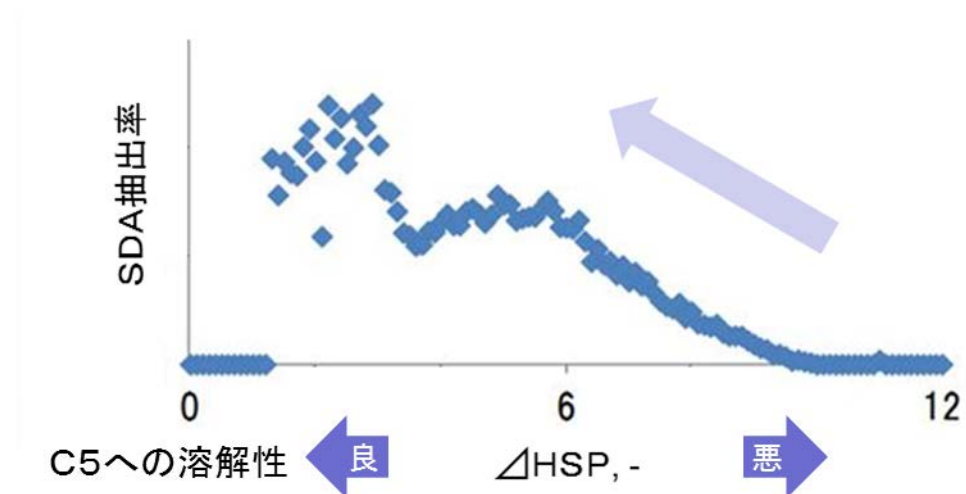


図 SDAプロセスの原料油および生成油の ΔHSP 分布

④データベースの構築

採取原油の収率、RDS原料性状、RDS反応性因子に関してデータベースとしてまとめた（表2）。特にこのデータベースは重質油の2次処理装置の運転に役立てることを主目的に構築するため、RDS反応性因子として、アスファルテン量やRDS分子反応モデルのパラメータを含む形で整理した。今後、実験装置の運転および生成油の分析・解析を進めることで、SDAプロセスの性能因子を追加する。

表2 データベース

[illegible]

(2) 事業アウトプット

事業アウトプット指標		
非在来型原油を含む原油の２次処理装置での反応性評価のデータベース数		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（Ｈ２８年度）	計画：０原油	実績：－
中間評価時（Ｈ３０年度）	計画：３原油	実績：３原油（見込み）
終了時評価時（Ｈ３２年度）	計画：１０原油	実績：－

＜共通指標実績＞

論文数	特許等件数 (出願を含む)
1	6

個別要素技術	アウトプット指標・目標値	達成状況 (実績値・達成度)	原因分析 (未達成の場合)
① 2次処理装置反応性評価の技術開発	・SDA実験装置およびFCC実験装置の設計・建設を完了、運転を開始し、本検討に適した反応性評価方法を確立 ・既存のRDS実験装置を使用し、本検討に適した反応性評価方法を確立	達成 達成	

② 詳細組成構造解析の適用範囲拡大の技術開発	・ 詳細組成構造解析技術が、非在来型超重質原油に適用可能であることを確認し、課題がある場合にはその改善策を提案	達成	
③ プロセス挙動を表現するモデルの技術開発	・ RDS反応性評価結果を分子反応モデルに適用し、計算と実測の差異から、プロセス内部の反応挙動について検証し、モデルを改良 ・ SDAプロセスのモデルに関する知見を収集し、モデルを検討	達成 達成見込み	
④ データベースの構築	・ 要素研究により反応性を判断するに重要な指標を見出し、3原油のデータベースを構築	達成見込み	

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

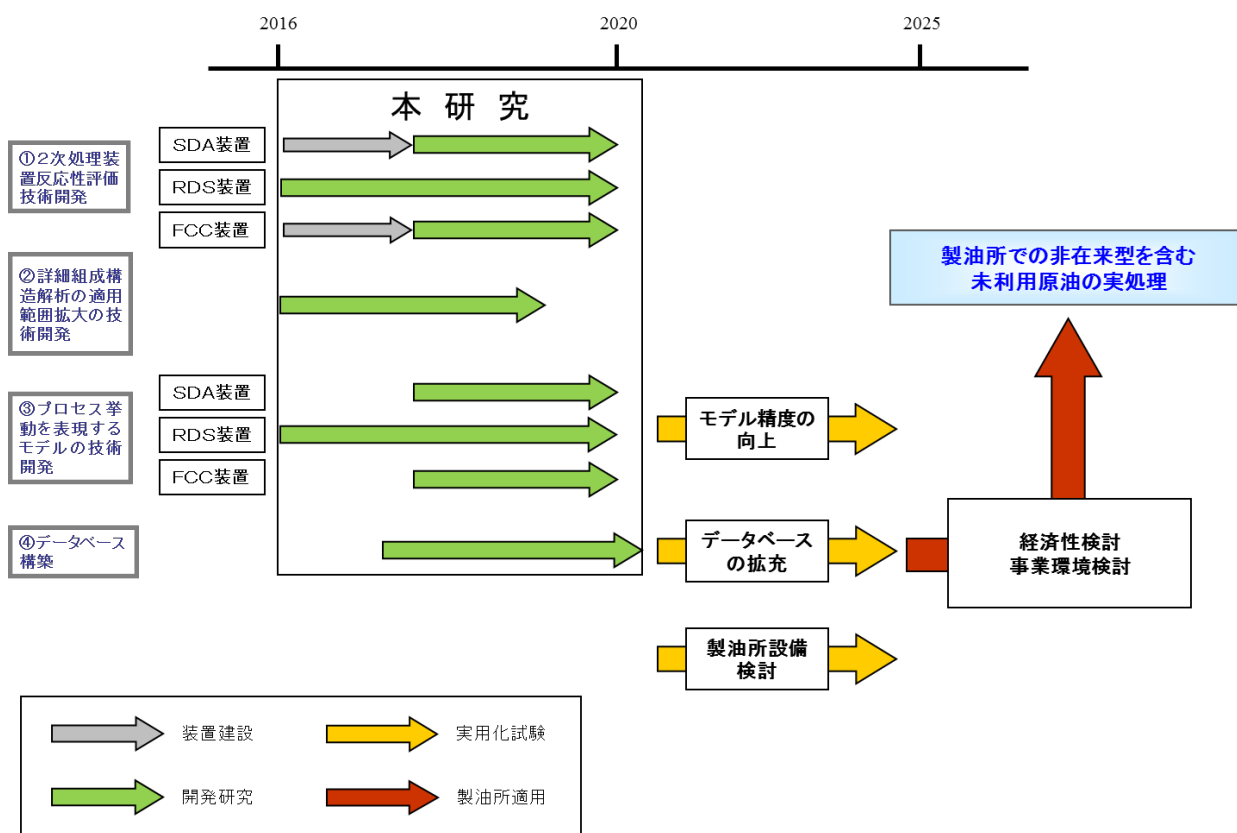


図12 事業アウトカム達成に至るまでロードマップ

本技術開発において、事業アウトカムの中間目標である、製油所の2次処理装置において適用可能な非在来原油を含む未利用原油3種類の目処を立てた。今後、実験装置を活用し、各種原油の処理を行うことで、事業終了時には事業アウトプットであるデータベース数を10原油とする。その結果として事業アウトカム目標である製油所に適用可能な原油として10原油を達成する計画である。事業終了後の製油所の2次処理装置における非在来型原油を含む未利用原油の処理までのロードマップを図12に示す。事業終了後、各プロセスのモデル精度向上、データベースの拡充、製油所設備の検討を行い、経済性・事業環境を鑑みて、製油所での実処理を実施し、製油所競争力の強化に貢献していく。

4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

事業成果や進捗確認は、METI採択評価委員会（年2回開催）並びに、事業推進連携会議（年2回開催）にて適切な指導、助言を受けながら事業を実施した。これらの推進体制にて、適宜PDCAを回すことにより、中間評価における事業目標到達に導いた。なお、JXTGエネルギー(株)内のマネジメント体制を図13に示す。

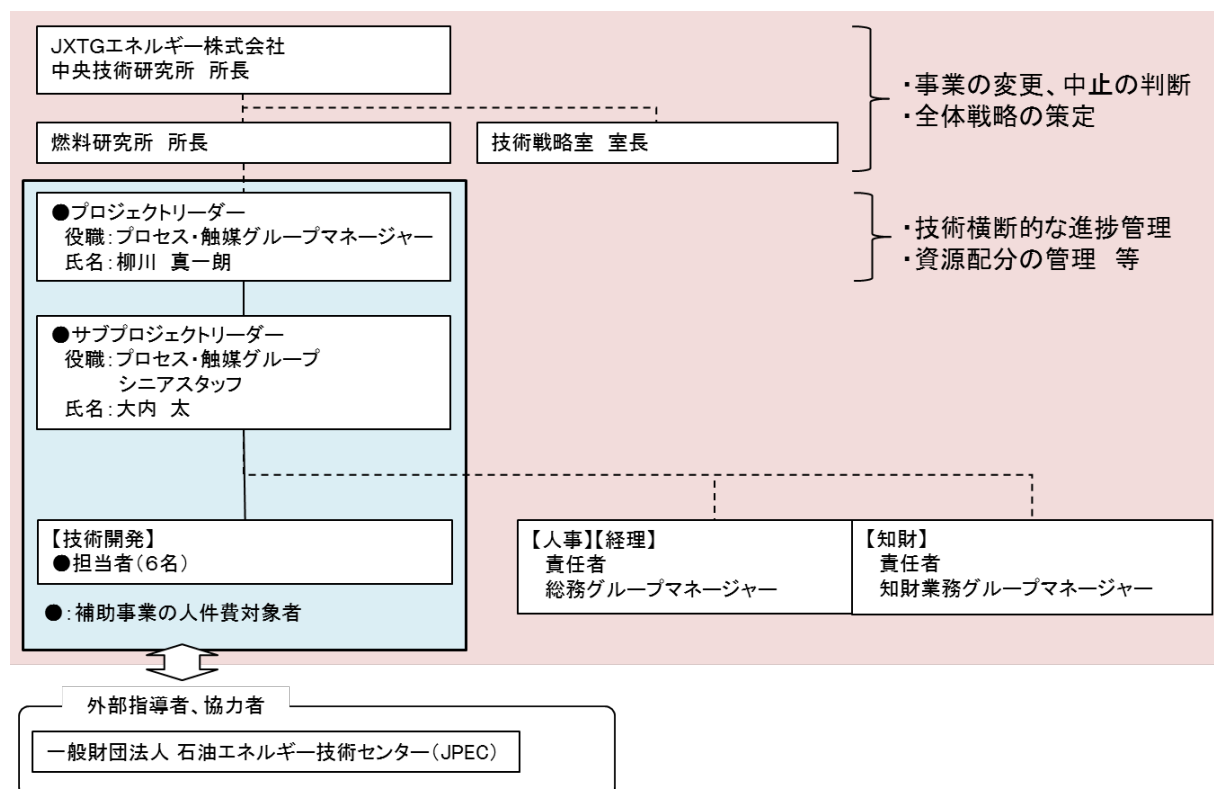


図13 研究開発の実施・マネジメント体制

5. 費用対効果

今後も非在来型原油を含む未利用原油の増処理技術や重質油の高付加価値技術が望まれており、本技術開発は、そのために必要な技術と言える。非在来型を含む未利用原油を適切に処理することで、その処理量を増やし、さらに従来重油として使用される留分から、ガソリン、BTXなどの石化原料へ変換できることになり、効果は非常に大きい。

本開発によるデータベースに基づき原油選択が最適化されたケースとして、原油処理量30万BDの製油所で、在来型の中東原油から非在来型超重質原油へ5%振替えると想定した場合、それぞれの購入単価の値差を5\$/Bとすると、24億円／年程度のメリットが想定される。

また、国内製油所の原油処理量400万BDを同様に振り替えたと想定した場合、315億円／年程度のメリットが享受されると想定される。

このように、投入する予定の国費総額（6億円）に対して大きな効果が得られると考える。

【テーマ6】重質残渣油のRFCC原料化のためのRDS触媒システム開発

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「重質残渣油の RFCC 原料化のための RDS 触媒システム開発」 (1306)
行政事業レビューとの関係	平成30年度事業番号0204
上位施策名	科学技術・イノベーション
担当課室	石油精製備蓄課

プロジェクトの目的・概要

省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中、将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。

本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。

予算額等（補助（補助率：1／2）

（単位：百万円）

開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体
平成28年度	平成32年度	平成30年度	平成33年度	JXTG エネルギー（株）
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28FY&H29FY)	総予算額
90	20	96	110	205

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

1. 事業アウトカム

事業アウトカム指標		
① RDSで1年間安定処理可能なDAOを採取するSDA抽出率 ② DAOを原料としたRDS生成油を用いた際のRFCC転化率の向上分		
指標目標値		
事業開始時（H28年度）	計画： ① 50% ② base	実績：-
中間評価時（H30年度）	計画： ① 70%	実績：70% (達成度：100%)
終了時評価時（H32年度）	計画： ① 70% ② base + 1%	実績：-
目標最終年度（H33年度予定）	計画：同上	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

(1) 研究開発内容

国内の石油需要は年々低下傾向にあり、とりわけ重油製品の需要低下が顕著で、今後もさらに縮小していくと予想されている。一方で、低価格な非在来型の超重質原油の処理ニーズは今後ますます高まっていく。超重質原油は、重質留分である減圧蒸留残渣（VR）の比率が高く、このVRに多く含まれるアスファルテンは、多環芳香族、硫黄、V、Ni、長鎖アルキル基から構成された巨大分子であり、分子内・分子間で π - π 結合やファンデルワールス力などの結合力により強力に凝集している。よって、アスファルテン分子内に取り込まれている硫黄分や金属分を除去するのは非常に難しく、加えて、触媒活性点を被毒して、失活させる。この対処法として、アスファルテン凝集緩和法などが提案されているが、直接的にアスファルテンを取り除くことが本質的に有効かつ効率的な技術であるといえる。

そこで、溶剤脱れき（SDA）プロセスを活用すれば、VRのアスファルテンをSDAで抽出除去した脱れき油（DAO）を得ることができる。このDAOを処理するために最適なRDS触媒システムを構築することで、RDSで処理したDAOを原油流動接触分解装置（RFCC）にて分解することが可能となる（図1）。

これにより、VR留分をガソリンやBTX（ベンゼン、トルエン、キシレン）などの化学品原料に変換することができ、石油のノーブル・ユース化が図れる。また、VR留分を多く含む超重質原油を処理することも可能となり、国内製油所の競争力強化に寄与することができる。

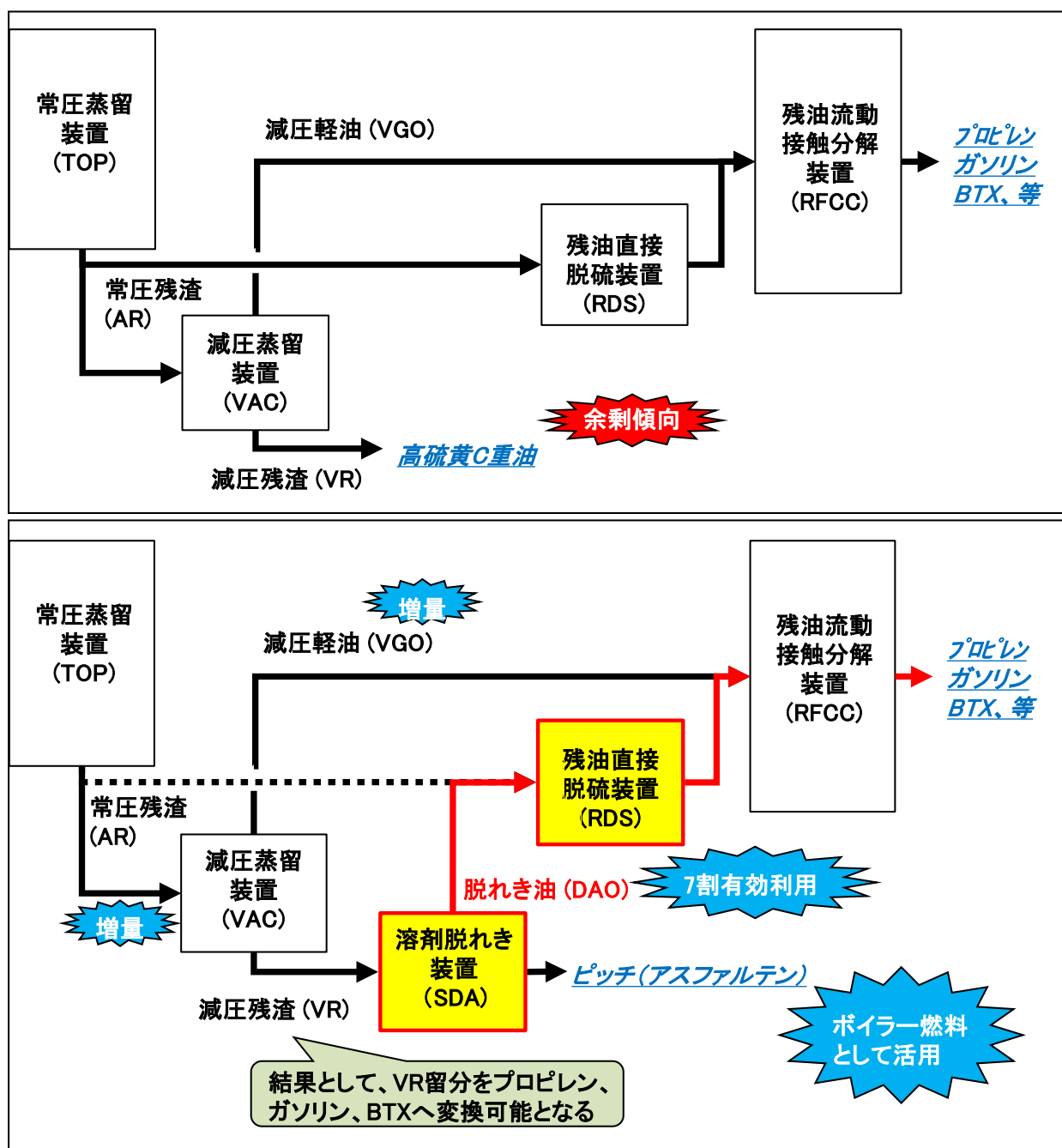


図1 従来プロセス（上）と開発プロセス（下）の比較

DAOは、常圧残渣（AR）と比較して低硫黄、低アスファルテンながら、RDS触媒における触媒劣化が大きいことがわかっており、DAO処理に適したRDS触媒システムの設計が望まれている。

さらに、副生成分のピッチ量を削減するためにはSDAの抽出率を上げる必要があるが、その場合、DAOの性状は悪化してしまうため、世界で稼働している装置の多くは抽出率の低い（抽出率50%以下の）プロパン脱れき装置である。抽出率50%以下ではほとんど金属分は含まれず、硫黄分も原料VRの30%以下しか含まれない。しかし、抽出率が70%を超える

と、金属含有量が急激に増加し、また、後段のR F C Cでコーク生成を引き起こすと言われている残留炭素分（CCR）も多くなり、D A Oの性状が急激に悪化してしまう（図2）。

そこで、本事業では、抽出率の高い（抽出率70%以上の）S D Aから得られる、劣悪な性状を有するD A O処理を想定した難易度の高い技術開発を目指している。

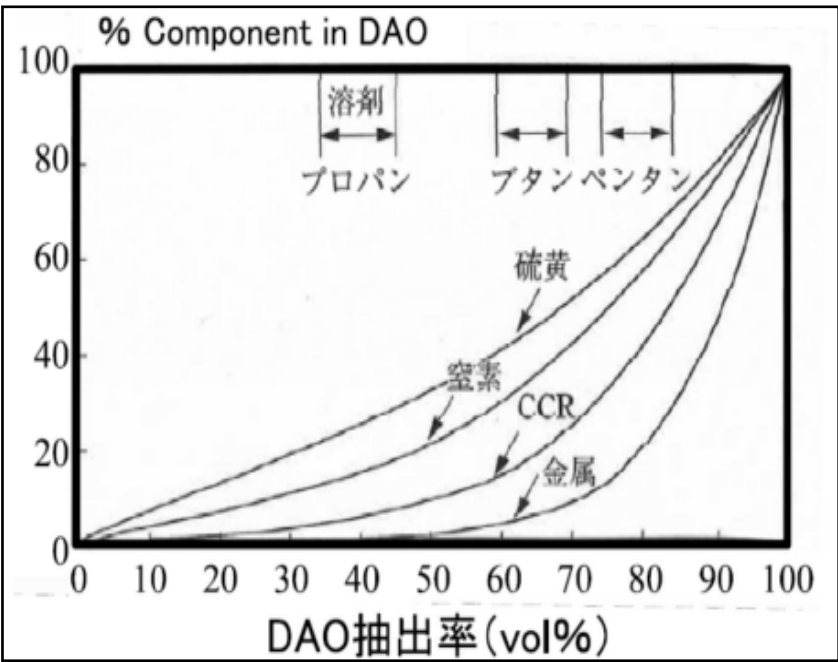


図2 D A O抽出率とD A O中の各種被毒物質の関係
(出典：石油学会「石油精製プロセス」)

D A O処理時の触媒劣化状況を把握するため、従来のA R処理型R D S触媒システムを用いて、D A Oを原料油に用いた事前検討結果（寿命試験）を示す。触媒システムは、実機装置で使用されている触媒（脱メタル触媒2種、脱硫触媒2種）を用い、2塔反応装置で実験を行った。反応に用いた原料油の性状を表1に示す。実験は、実機装置と同様に、生成油中に残存する硫黄分が目標硫黄分になるように、触媒の劣化とともに反応器の温度を上げていった（いわゆる、生成物硫黄分一定運転）。

表1 事前検討寿命試験時の原料油比較

		A R	D A O	V R (参考)
メタル(N i + V)	w t p p m	6 0	6 3	1 7 6
アスファルテン	w t %	2 . 8	0 . 0 2	8 . 0

寿命試験の結果を図3に示す。運転開始当初は、D A O処理の場合、補正温度（目標硫黄分を採取するのに必要な温度）は低く推移したが、運転日数200日経過付近から徐々に劣化が

見られ、最終的には、AR処理時よりも短寿命となった。従来のAR処理では、1年運転が可能な触媒システムでありながら、アスファルテンを含まないDAOを処理した場合、劣化がむしろ急激になるという、予想に反した結果であった。

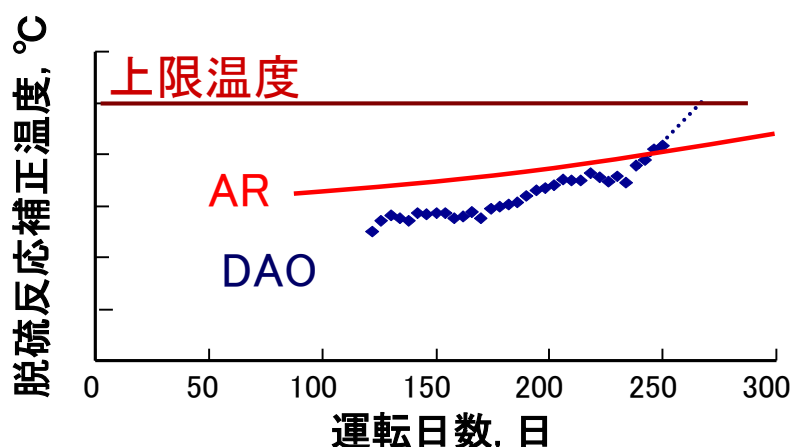


図3 AR処理用触媒システムを用いたDAO処理寿命試験結果

以上のように、DAOは反応性が高いように見える油種でありながら、従来のAR処理用触媒システムでは、1年間運転を行うことが困難であることが確認されたので、今後、DAOをRFCCで処理しようとする場合、DAO処理に特化したRDS触媒システムの開発が必要となる。

以下、具体的なアウトプット項目ごとに説明する。

5カ年の研究開発において、前半は脱メタル触媒システムの構築により、SDA抽出率が70%時においても、DAOをRDSで1年間安定的に処理できることを可能とする技術開発を進めてきた。脱メタル触媒システムの構築のために、以下の4項目を実施した。

- ① 原料油メタル分の詳細解析技術
- ② 脱メタル触媒の劣化機構解明技術
- ③ 脱メタル触媒の必要機能明確化
- ④ 脱メタル触媒システム構築

① 原料油メタル分の詳細解析技術

原料油および生成油に含まれるメタル分の詳細構造を把握し、DAOとARの違いを明確化し、必要とされる触媒反応を数値化して、シミュレーションへ反映させた。

重質油には、多くの重金属成分が含まれており、RDS装置において触媒被毒の原因となる。そこで、本研究において、重金属分の詳細分析も極めて重要な要素技術である。GPC-ICPは、分子サイズの違いによりGPCカラムで分離された成分を、ICP分析する方法であり、

重油中に含まれる硫黄分、バナジウム分、ニッケル分等を含む化合物の分子量分布を測定することができる。分子量の定量性は決して高くないが、およそその分子サイズの大小を議論することができる装置である。

図4（左）のようにSDA装置での抽出率が異なる試料（3条件）について、GPC-ICP分析を行った際のバナジウム化合物の分子量分布測定結果を図4（右）に示す。SDAでは、図1に示す通り、元々減圧蒸留残渣分であるVRを原料としているため、DAOは高沸点留分である。抽出率が異なる試料で比較すると、SDAの抽出率が高くなるほど、全体的にバナジウムの量が多くなることはこれまでも知られていたが、GPC-ICPの結果から、総量だけでなく分子量の大きいバナジウム化合物が増えていることが分かった。

参考までに、ARのGPC-ICP分析結果も示す。ARとDAOではバナジウム化合物の分子量分布が異なり、ARでは高分子側のバナジウム化合物が多く存在しているのに対して、DAOでは高分子側のバナジウム化合物はほとんど含まれておらず、比較的分子量の小さいバナジウム化合物の比率が多いことが分かった。これは、SDA工程でピッチとして分子量の大きいメタル化合物が除去されているためと予想される。

一般的に、分子量の大きいメタル化合物の方が難反応性であると予想されることから、DAOは、炭化水素の分子量こそ大きい、バナジウム化合物は比較的小さい、反応性の高い留分であることが示唆された。

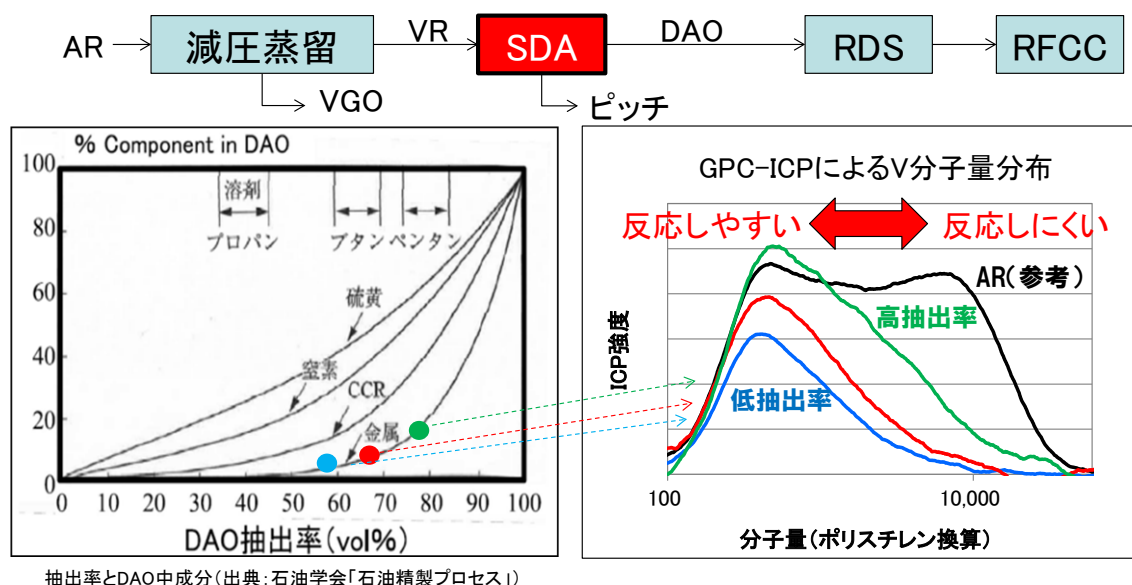


図4 抽出率が異なるDAOのGPC-ICP分析結果（バナジウム）

② 脱メタル触媒の劣化機構解明技術

DAO処理特有の劣化要因を明確化し、1年間運転可能とするために必要な対策を講じた。

DAO処理時の触媒劣化機構の解明のために、DAOとARの反応性を比較した。触媒には市販触媒を用い、高圧流通式固定床装置に充填して、原料油にARまたはDAOを用いて試験を行った。

脱硫反応と脱メタル（バナジウムとニッケル）反応について、接触時間の影響を図5に示した。脱硫率（左図）で見ると、ARもDAOも同様の挙動を示していた。それに対して、脱メタル率（右図）の挙動は全く異なっていた。すなわち、DAOの方が反応性は高く、高い脱メタル率を示していた。これは、前述の通り、DAOにはARに含まれるような高分子金属化合物が少ないため、脱メタル反応が進行しやすい結果になったと考えられる。以上の結果を基に、脱メタル反応性の違いを数値化することができ、シミュレーターへ反映することが可能となった。

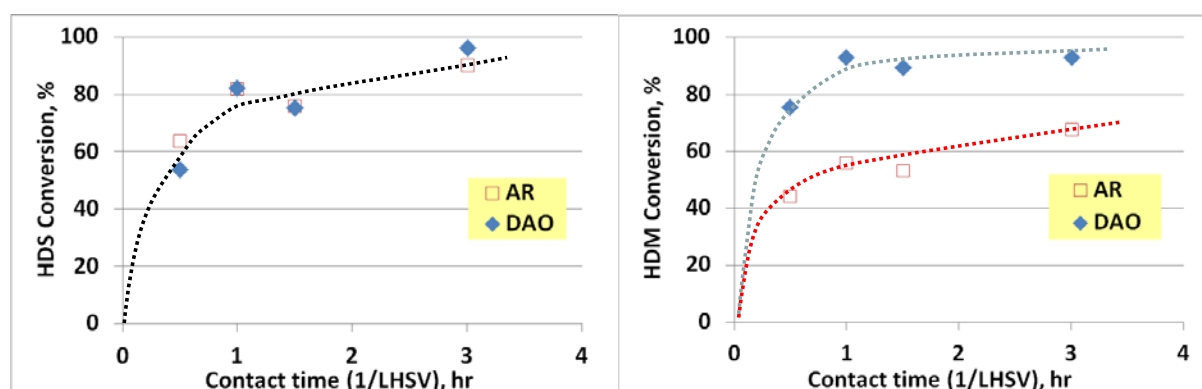


図5 ARとDAOの反応性比較

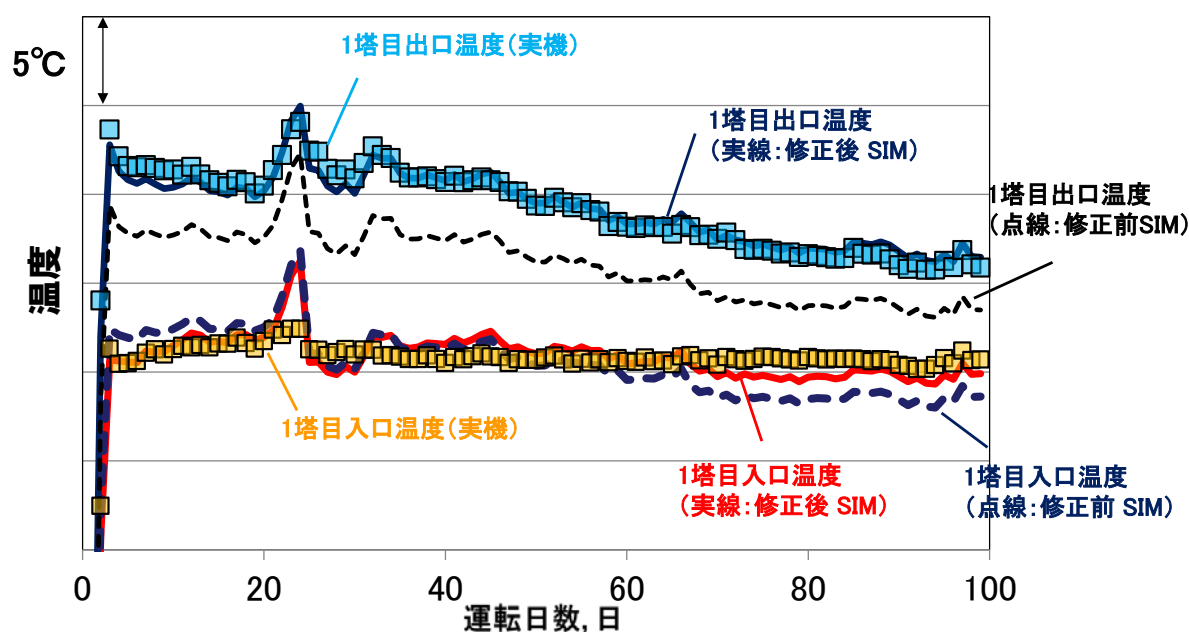


図6 実機温度のシミュレーション結果

触媒寿命シミュレーターは、RDS装置の運転に極めて大事なツールである。D A Oの脱メタル反応性が、A Rのそれと大きく異なる点に加え、発熱状態も異なることが分かったので、断熱型反応器、および多塔反応器を用いて、実機運転に近い試験を行い、シミュレーターのチューニングを行って、実機RDS装置の運転を予測した結果を図6に示す。修正前のシミュレーション結果（点線）は、実機反応温度（プロット）とズレが見られたが、チューニング後のシミュレーション結果（実線）では、ほぼ実機反応温度をフォローできるようになり、D A O処理する際のRDS触媒寿命を、正確に予測できるようなシミュレーターを構築することができた。

③ 脱メタル触媒の必要機能明確化

D A O処理時に期待される触媒の特徴を明確化し、従来のA R処理用RDS触媒では処理できなかった、重質なD A Oを処理できるような脱メタル触媒を見出した。

従来使用してきた触媒に加え、各種市販触媒を評価した結果を、図7に示す。その結果、従来のA R用脱硫触媒システムでは使用していなかった新規触媒を見出すことができた。図には、標準触媒（HDM-2）を基準とした相対脱硫活性、相対脱メタル活性、メタルキャパシティ（金属堆積耐性の度合い）を示す。HDM-3は、HDM-2に対してメタルキャパシティは下がるものの、脱硫活性や脱メタル活性が優れており、かつ、HDS-1よりも大幅にメタルキャパシティが改善され、HDM-2とHDS-1を補完できる触媒であることを見出した。さらに、当触媒をHDM-2の一部と置き換えた触媒システムを用い、前述の最適化したシミュレーターにより寿命予測をしたところ、D A O処理時の当プロセスで有効に働くことが推測された。

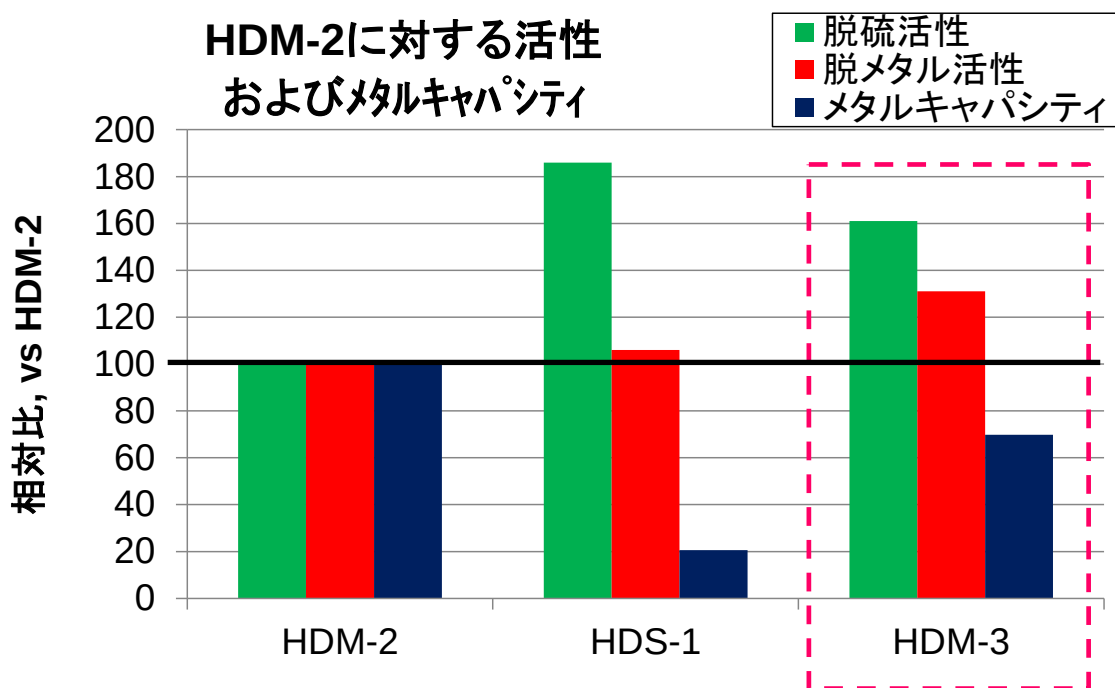


図7 市販触媒の性能比較

④ 脱メタル触媒システム構築

前記①～③の知見を基に、脱メタル触媒のグレーディング方法を確立し、D A Oを処理した1年間の安定運転を検証した。

図8に、パイロット試験装置を用いた寿命試験結果を示す。従来触媒システムに対して、脱メタル触媒HDM-2の一部を新触媒HDM-3に置き換えた開発触媒システムでは、280日時点で約10℃程度高活性であることが確認された。従来触媒システムでは、300日付近で実機RDS装置の上限温度に相当する温度に達してしまい、1年運転できないのに対して、開発触媒システムでは1年運転できる見込みである。

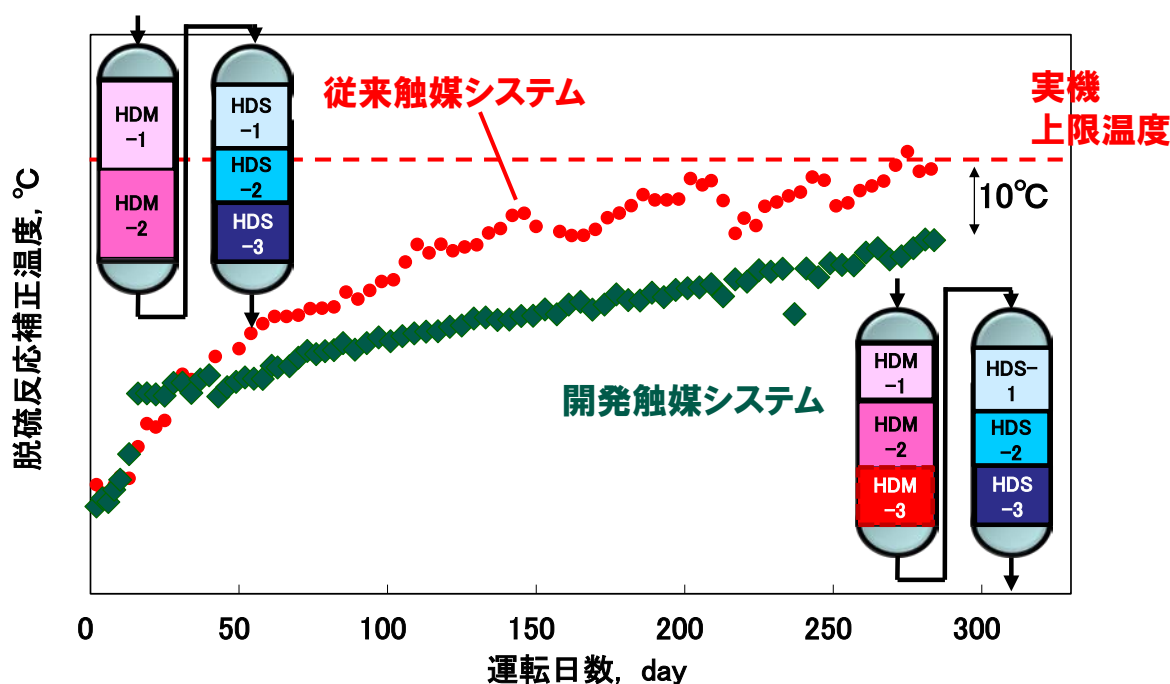


図8 市販触媒の性能比較

なお、5か年の研究開発の後半では、D A O処理に特化した脱硫触媒システムの構築により、S D A抽出率70%条件において、R F C C転化率が従来比+1%が可能となるプロセスを見出すことを目標としている。本件については、これまでの検討から、従来のA Rと比較してD A Oは、メタル分に大きな特徴がある一方、硫黄分、残炭分、窒素分には大きな構造差、反応差は無いことが分かってきた。したがって、今後検証が必要であるものの、D A O処理には、脱メタル触媒システムを特別に構築する必要があるが、脱硫触媒システムは、従来のA Rを処理するR D S触媒システムの延長技術で、対応可能であると予想している。

以上のように、おおよそS D A抽出率70%で得られたD A Oを処理する場合の、脱メタル触媒システムおよび脱硫触媒システムの構築に目途がたてられた。

(2) 事業アウトプット

事業アウトプット指標		
① SDA抽出率50%から70%に増加した場合に、1年間安定運転できる脱メタル触媒システムの構築		
② DAO処理RDSボトムを用いたRFCCで転化率を1%向上できる脱硫触媒システムの構築		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時 (H28年度)	計画： ①触媒システムなし（1年運転不可） ②触媒システムなし（1年運転不可）	実績：－
中間評価時 (H30年度)	計画： ① 構築した脱メタル触媒システムでの1年運転	実績： ① 1年運転可能 (100%)
終了時評価時 (H32年度)	計画： ①構築した脱メタル触媒システムでの1年運転 (実機による検証を含む) ②構築した脱硫触媒システムでの1年運転 (実機による検証を含む)	実績：－

<共通指標実績>

論文数	特許等件数（出願を含む）
2	5

個別要素技術	アウトプット指標・目標値	達成状況 (実績値・達成度)	原因分析 (未達成の場合)
①原料中メタル分の詳細解析技術	原料油及び生成油に含まれるメタル分の詳細構造を把握し、DAOとARの違いを明確化し、必要とされる触媒反応を数値化して、シミュレーションへ反映させる。	達成	
②脱メタル触媒の劣化機構解明技術	DAO処理特有の劣化要因を明確化し、1年間運転可能とするために必要な対策を講じる。	達成	
③脱メタル触媒の必要機能明確化	DAO処理時に期待される触媒の特徴を明確化し、従来のAR処理用脱硫触媒では処理できなかった、重質なDAOを処理できるような脱メタル触媒を見出す。	達成	

④脱メタル触媒システムの構築	上記①～③の知見を基に、脱メタル触媒のグレーディング方法を確立し、DAOを処理した1年間の安定運転を検証する。	達成	
----------------	---	----	--

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

本技術開発において、中間評価時点において、事業アウトカムの中間目標である、SDA抽出率を70%とした場合のRDS処理1年間の運転にめどを立てた。今後、脱硫触媒システムの構築により、DAOを処理したRDS生成油をRFCC処理した際に、RFCC転化率の1%向上を目指す。また、実機装置での触媒システムの検証試験も計画している。事業アウトカム達成に至るまでのロードマップを図9に示す。

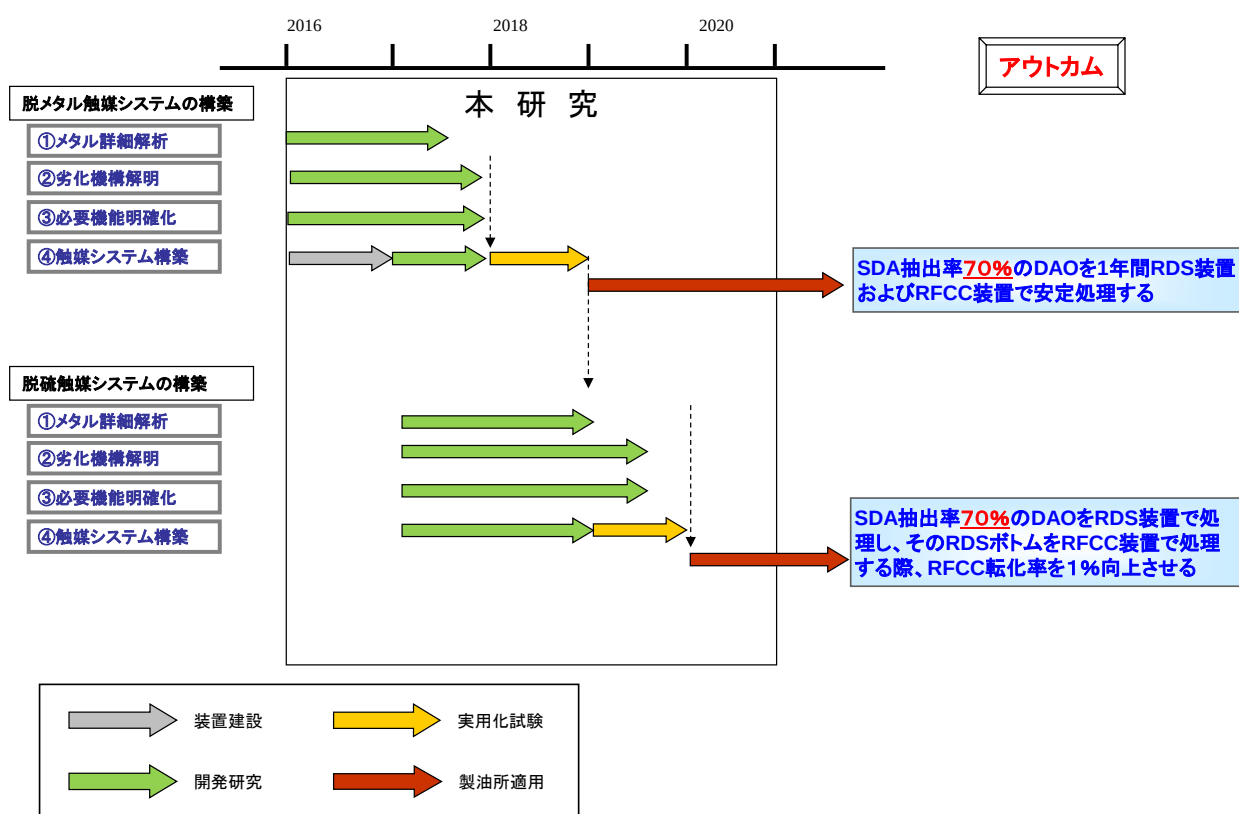


図9 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

事業成果や進捗確認は、METI 採択評価委員会（年2回開催）並びに、事業推進連携会議（年2回開催）にて適切な指導、助言を受けながら事業を実施した。これらの推進体制にて、適宜PDCAを回すことにより、中間評価における事業目標到達に導いた。なお、JXTGエネルギー(株)内のマネジメント体制を図10に示す。

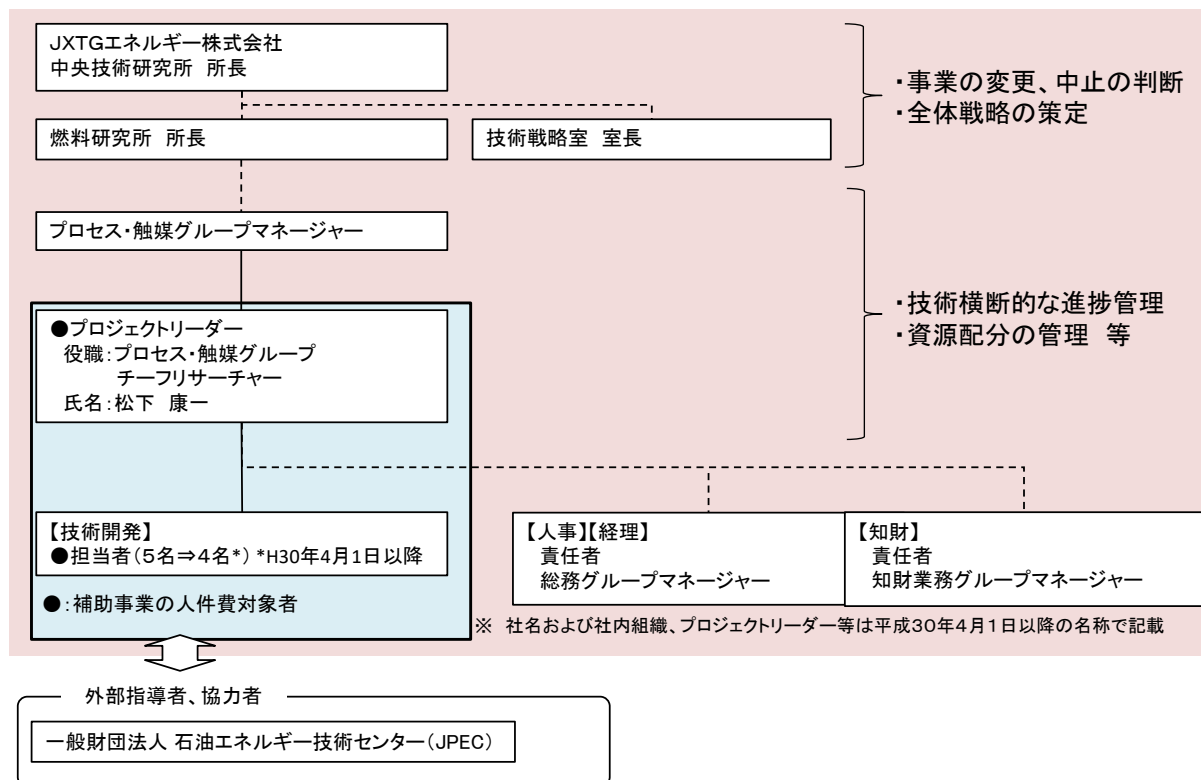


図10 研究開発の実施・マネジメント体制

5. 費用対効果

今後も重質油の低減技術が望まれており、本技術開発は、そのために必要な技術と言える。SDAの抽出率を50%から70%まであげることにより、重油にしかない留分をRFCC原料に用いることが可能となり、標準的なSDA装置規模を想定すると、約40億円／年のメリットに相当する。

加えて、実操業上、製品変換によるメリットが志向される。すなわち、触媒システムの性能向上によりRDS生成油の性状が改善（硫黄分・窒素分・残留炭素分の低減）した場合、RFCCの転化率の向上が図られ、国内の全ての製油所に配備されているFCC装置に展開した場合、約36億円／年のメリットに相当する。

以上のように、当技術開発完了時には我が国における石油精製技術への貢献は大きく、平成26年度から5カ年の総事業費想定額2.9億円に対する想定メリット額は76億円／年に相当し、費用対効果は十分大きい。

【テーマ7】重質油処理における機器閉塞機構解明及び対策技術開発

プロジェクト名	高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業費補助金 テーマ名「重質油処理における機器閉塞機構解明及び対策技術開発」 (1307)			
行政事業レビューとの関係	平成３０年度事業番号０２０４			
上位施策名	科学技術・イノベーション			
担当課室	石油精製備蓄課			
<u>プロジェクトの目的・概要</u> 省エネの進展等による国内石油需要の減少、アジア新興国における大型・輸出型製油所の台頭による国際競争の激化など、我が国石油精製業を取り巻く事業環境は厳しくなっている。こうした中将来にわたり石油の安定供給を確保していくために、コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること（石油のノーブル・ユース）や精製設備の稼働を長期間安定させること（稼働信頼性の向上）など石油製品を効率的に生産する能力を高めることで、原油の有効利用や調達原油の多角化（中東依存度の低減）を図る。 本事業では、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図る観点から、付加価値の高い化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術開発に必要な費用を補助する。				
予算額等（補助（補助率：１／２）） （単位：百万円）				
開始年度	終了年度	中間評価時期	終了時評価時期	事業実施主体
平成２８年度	平成３０年度	平成３０年度	平成３３年度	JXTGエナジー（株）
H28FY 執行額	H29FY 執行額	H30FY 予算額	総執行額 (H28FY & H29FY)	総予算額
９５	９１	５２	１８６	２４３

I. 研究開発課題（プロジェクト）概要

1. 事業アウトカム

事業アウトカム指標		
製油所で処理可能な劣質原油の処理比率増加		
指標目標値 10%		
事業開始時（28年度）	計画：1%	実績：達成
中間評価時（30年度）	計画：10%	実績：達成見込
終了時評価時（30年度）	計画：＜同上＞	実績：＜同上＞
目標最終年度（30年度予定）	計画：	

2. 研究開発内容及び事業アウトプット

（1）研究開発内容

重質油処理の高度化（劣質原油利用、高分解率化）に際しては、ボトム油中のセジメント生成に伴う装置流路での閉塞を回避することが重質油処理プロセスに共通した重要な技術課題であるが、現状では有効な解決策の確立には至っていない。そこで、セジメントの生成メカニズム解明を通して、その管理方法を開発し、重質油の有効活用に貢献することを目的として研究開発を実施した。

今回の検討では、機器閉塞が比較的高頻度で発生し運転上の制約要因となっている商業運転中の減圧残油水素化分解装置を対象とした。当該装置のフロー概略図を、閉塞が生じた際の熱交換器の写真とともに図1に示す。

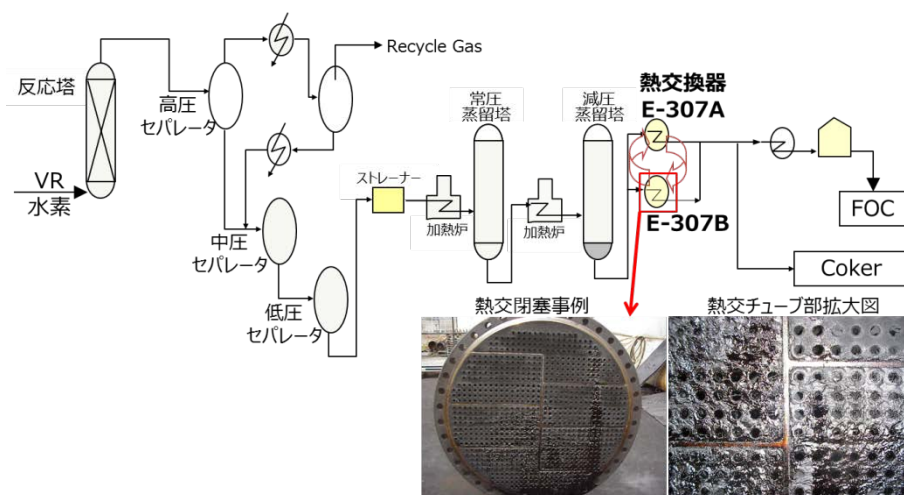


図1 減圧残油水素化分解装置のフロー概略と閉塞した熱交換器の状況

減圧蒸留装置のボトム油（VR）は水素と共に、直列2基の反応塔に導入される。反応塔内では触媒が沸騰床状態となっている。水素化分解油は高圧セパレータ、中圧セパレータ、低圧セパレータによって順次圧力が下げられ、ストレーナーを経て常圧蒸留塔、減圧蒸留塔で構成されるフラクショネータセクションに送られる。

常圧蒸留塔では、ガス、ナフサ留分、LG0 留分が分離回収され、常圧残油はさらに減圧蒸留

塔に送られて VG0 留分が分離回収される。なお図 1 は機器閉塞に着目したフロー図のため、フラクショネータで分離回収される軽質留分は非表示としている。減圧蒸留塔の残油は熱交換器（E-307）を通り、一部は更に熱交換器を経由してタンクに送られ重油のブレンド基材として使用される。また E-307 熱交換器を出た減圧残油の一部はパイプラインを経由してコーカーに送られ更にアップグレーディング処理が行われている。

減圧残油の第一熱交換器である E-307 において日常的に閉塞が進行し、通常、約 10 日に 1 回の頻度でシェル&チューブ型熱交を開放し洗浄作業を行っている。熱交の閉塞物は比較的ソフトな炭化水素であり、アスファルテンの析出が原因と考えられている。E-307 は並列 2 系統構成（E-307A、E-307B）となっており、交互に運転と洗浄とを切り替えることで、水素化分解装置本体を停止させることなく連続運転を行えるようになっている。しかしながら、想定を超える速度で閉塞が進行すると洗浄作業が間に合わなくなるため、装置の稼働率等に影響を及ぼすこととなる。

こうした課題に対し、機器閉塞現象を理解し効率的な対策技術を開発することを目的として、以下に示す 6 項目の取組を行った。

- ①実機におけるサンプル性状とセジメント・機器閉塞のデータベース蓄積
- ②ラボ試験装置を用いた現象把握・解析
- ③原油種、フィード性状の影響解析
- ④セジメント予測・管理手法検討
- ⑤実機へのセジメント管理手法、抑制方法の適用検討
- ⑥重質油処理におけるセジメント生成、機器閉塞に関する調査

得られたアウトプットを以下に説明する。

①実機におけるサンプル性状とセジメント・機器閉塞のデータベース蓄積

基本的に週 1 回の頻度で約 3 年間にわたり減圧残油水素化分解装置のフィード VR-D とプロダクト VR-T を採取し、セジメント濃度を測定するとともに物理・化学的特性や組成・構造を分析した。併せて、サンプリング試料に対応する処理原油比率、運転条件、熱交換器の閉塞速度をモニタリングし、データベースを構築した。

図 2 に E-307 熱交換器（閉塞が高頻度で発生して装置運転上の制約要因となっている熱交ユニット：図 1 参照）の 2015 年 5 月から 2018 年 7 月までの約 38 か月間の閉塞速度の推移を示す。ここで熱交閉塞速度の指標として圧力損失の増加速度[kPa/day]を用いた。

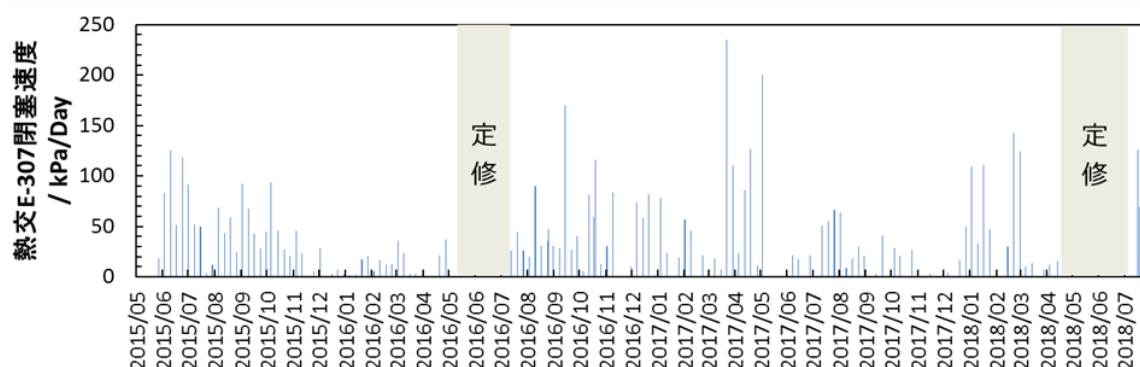


図 2 熱交閉塞速度の推移

この間のトレンドを見ると、2015 年 5 月後半から 6 月前半にかけて閉塞速度が比較的高く、続く 7 月から 10 月にかけては若干低下し、11 月以降 2016 年 5 月の定修までの期間は低い閉塞速度で推移した。定修後は再び高い閉塞速度が観測されるようになったが、その後も閉塞速度が高い時と低い時とが入り混じっている。幅広い閉塞速度のデータを採取することができており、閉塞現象を解析する上で有効なデータが得られている。

熱交の閉塞物は、冷却に伴って析出したアスファルテンが凝集してできたセジメントの一部が熱交壁面に付着したものと考えられることより、熱交を流れる VR-T のセジメント濃度を測定した。セジメントの測定は 150℃での熱濾過法で行った。VR-T 中セジメント濃度の推移を図 3 に示す。

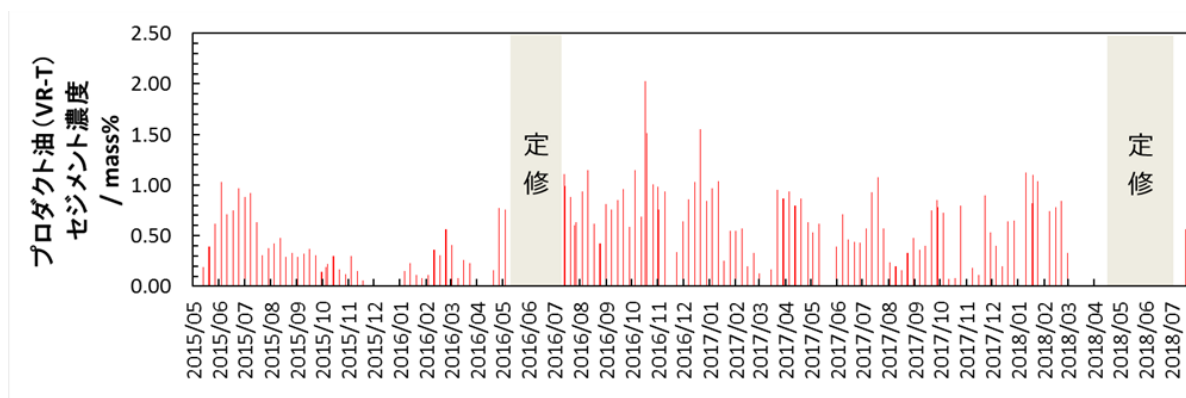


図 3 セジメント濃度の推移

この間のセジメントの増減挙動は図 2 に示される熱交閉塞速度の挙動とほぼ一致している。このことより熱交の閉塞とセジメントの生成・析出とは現象面で相関があり、対応策も共通すると考えられる。なお、図 2、図 3 に例示された実機データは、後述する④セジメント予測・管理手法検討において詳細に解析され、セジメント予測モデルの構築に活用された。

②ラボ試験装置を用いた現象把握・解析

実機プラントにおいてプロダクトボトムが冷却される過程で、VR 中に含まれるアスファルテン分の溶解度が低下し固相として析出することで熱交が閉塞すると考えられているが詳細なメカニズムは分かっていない。その理由として、実機プラントでは熱交を流れるプロセス油と運転条件が変動するため、熱交閉塞に及ぼす影響因子を特定し定量化することが困難であることがあげられる。これに対し熱交シミュレータではプロセス油と運転条件を規定できるため影響因子を定量的に評価、考察することができ現象理解を深めることができると期待される。さらに、運転の安定性が重視される実機プラントではリスクを伴う挑戦的な検討は難しいが、冷却熱交をシミュレートできるラボ試験装置が実用化できれば、実機では試行できなかった条件設定も可能となるため、閉塞対策を効率的に検討することが可能となる。

そこで、閉塞現象が生じている冷却熱交の温度条件を模擬しうる熱交シミュレータを開発した。

装置構成の概念図を図 4、外観を図 5 にそれぞれ示す。

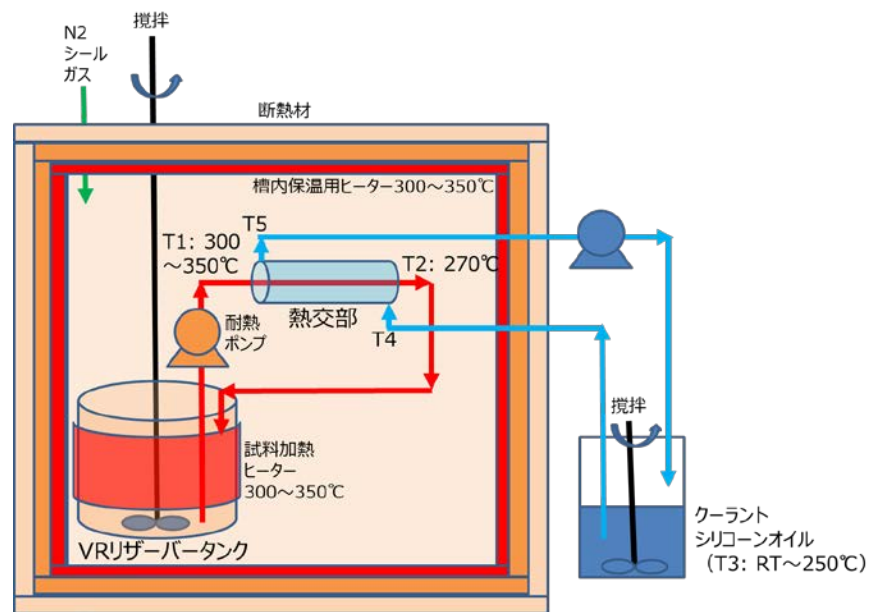


図4 熱交シミュレータの装置構成概念図



図5 熱交シミュレータの装置外観

熱交シミュレータが実機を模擬できているか確認する観点で、セジメント濃度の異なる VR-T を用いて熱交シミュレータの試験を行った。VR-T セジメント濃度と熱交内壁析出物質量の関係を図 6 に示す。実機と同様に熱交付着物量はセジメント濃度と相関を有していることが確認された。実機の模擬装置としての熱交シミュレータの有効性が確認され、アスファルテン析出抑制効果を有する製油所基材やケミカルの効果を、実機では不可避だった変動要因を排除した条件下で、正しく評価できる体制を構築することができた。

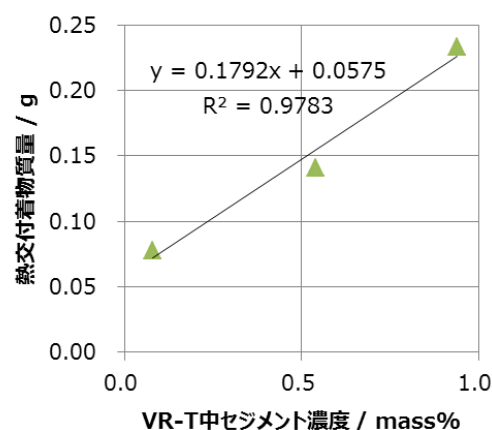


図 6 熱交シミュレータ試験における付着物量のセジメント濃度依存性

③原油種、フィード性状の影響解析

減圧残油水素化分解プロセスにおけるセジメント生成・機器閉塞現象には原油種の影響が大きいことが知られているが、実機においては常時 10 種程度の原油が混合処理されているため、個別原油のファウリング傾向を把握することは困難である。そこで、パイロットプラントを用いて個別原油のフィード性状とセジメント生成特性との関連を把握することにした。実機のリアクターを模した Robinson-Mahoney 型（以下 RM 型）の沸騰床型パイロット試験機を用いた。図 7 にパイロット試験機のフロー図を、図 8 にリアクターの構造をそれぞれ示す。リアクターにおいてミキサーの攪拌により円筒形の籠内部の触媒を流動化させることで、沸騰床を模擬している。

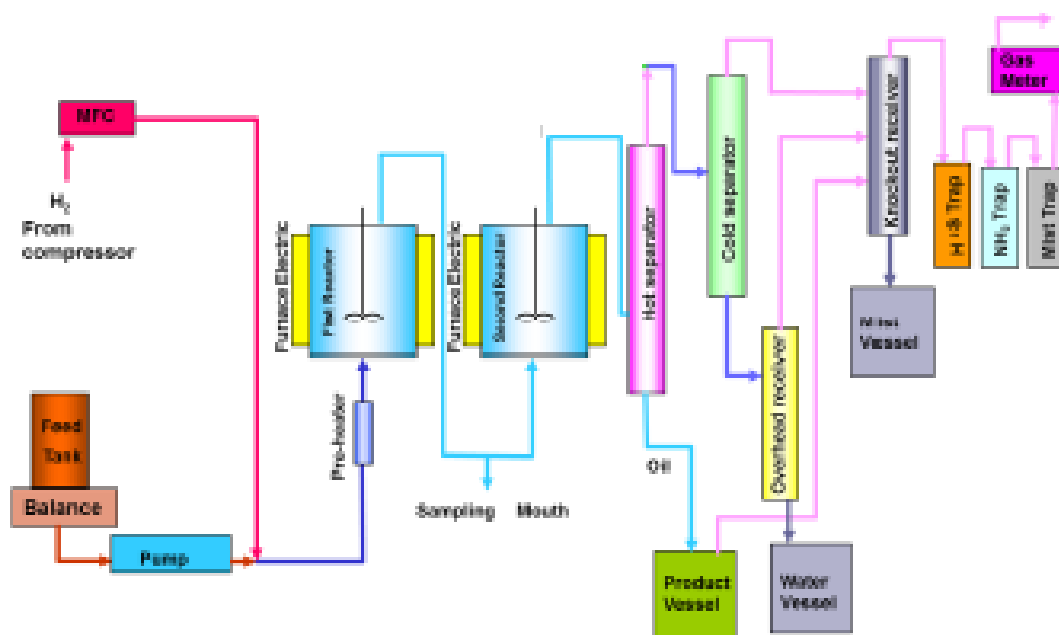


図 7 沸騰床型パイロット試験機フロー図

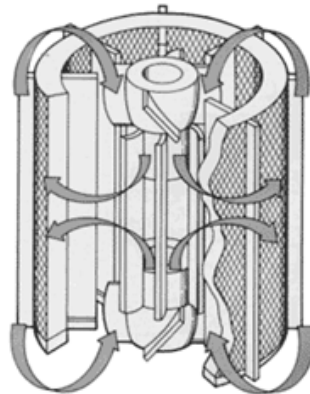


図 8 Robinson Mahoney 型リアクター

個別原油の評価に際しては、表 1 記載の判断基準に基づいて 5 種の原油（原油 A～E）を選定した。

表 1 パイロットプラント試験で評価する原油の選択指針

実機での実績	原油の特徴	原油の産地
実機で十分実績がありファウリングの傾向が既知の原油から選択した。 安定的に運転するため、実機では高ファウリング原油の処理比率を制限しており、高濃度で処理されるケースがない。そのため、実機のデータ解析では、他原油の比率が大きすぎてこれらの原油がどのような反応でどのようなプロダクトを生成しているのか分からない。 このような原油を単体で試験することで実機のデータ解析では得られない情報が得られると期待される。	単純にアスファルテンが超高濃度で高ファウリングとなっているようなケースであれば高ファウリングの原因が明確であり、あえて単体原油のパイロットプラント試験で評価する意義は小さい。 実機では原油中のアスファルテンが少ないにもかかわらず、高ファウリングな原油の存在が確認されており、このような原油のアスファルテンのフィード/プロダクトの特徴に注目することで、ファウリングに対する原油の影響を明確化できると期待できる。	中東産原油であれば高サルファー/高アスファルテン、東南アジア産原油であれば低サルファー/低アスファルテンといったように、原油産地毎に大まかな傾向がある。 試験結果を汎用化するためには産地の広がりが必要であると考え、可能な範囲で別エリアの原油を選択した。

原油 A～E の特徴と想定ファウリングメカニズムを表 2 にまとめる。

表 2 原油 A～E の特徴とパイロット試験結果から推察されるファウリングメカニズム

原油種	A 原油	B 原油	C 原油	D 原油	E 原油
特徴	低アスファルテン/低サルファーで低ファウリング原油	低アスファルテン/低サルファーで高ファウリング原油	高アスファルテン/高サルファーで高ファウリング原油	高サルファー/高アスファルテンで高ファウリング原油	低アスファルテン/低サルファーで高ファウリング原油

	実機での実績も多数ある。B原油・E原油の比較対象として選択した。	実機での実績も多数あるが、高ファウリングであるため、処理比率を制限している。	ロット毎のバラツキが大きく、特に2016年10月に実機で処理した際には特に高ファウリングとなった。これまでの検討により、アスファルテン中のナフテン環数が多いことがファウリングに影響を及ぼした可能性が示唆されている。	この原油の産地周辺の同程度のアスファルテン濃度のものと比較して高ファウリングとなっている。ロット毎のバラツキが大きい。ファウリング以外にもガス含有量が多いという特徴がある。	高ファウリングであるため、実機では処理比率を制限している。B原油とよく似た特徴を持っているが、B原油とは別エリアで産出されており、対比する観点で選択した。
パイロットプラント試験から推察されるファウリングメカニズム	原油VR中のアスファルテンが少なく、かつ分解率が高いため、反応後のVR中のアスファルテンが減少する。そのため低ファウリングとなっているものと考えられる。	VR全体としての分解率は高いが、アスファルテンの分解率は非常に低い。その結果、プロダクトVR中のアスファルテン濃度は大幅に高くなりセジメント濃度が増加する。これが高ファウリングのメカニズムと考えられる。	アスファルテンの分解率も高いが、原油VR中のアスファルテンが他原油よりも高いため、結果的にプロダクトVR中のアスファルテンが高くなり、高ファウリングになっているものと考えられる。また、他の原油と比較して特に粘度が高いことも高ファウリングの一因になっている可能性がある。	(H30FY解析中)	(H30FY解析中)

④セジメント予測・管理手法検討

要素現象・プロセスを記述するサブモデルを、現象理解に立脚した統計解析手法によって構築することとした。

要素現象・プロセスとしては、図9に示される3つのサブモデル、すなわち「フィード性状サブモデル」、「コンバージョンサブモデル」、「セジメント生成サブモデル」を設定した。サブモデル化の利点として、プロセス毎にセジメント生成への寄与度が大きい因子の感度解析や検証が可能となること、ならびに、将来の触媒変更や装置改修等に際してサブモデル単位の改定で対応が可能であることが挙げられる。

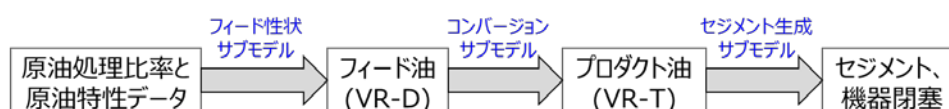


図9 セジメント生成・機器閉塞現象を記述する3つのサブモデル

④ー１ セジメント生成サブモデル

「セジメント生成サブモデル」は、セジメント生成や機器閉塞（具体的には熱交閉塞速度）を、減圧残油水素化分解装置のプロダクトボトム油（VR-T）の組成・性状から推算するサブモデルである。

具体的な手順としては、VR-T の SARA 組成や密度、動粘度、各種の元素含有量等を説明変数候補として、ステップワイズ多変量解析を用いてセジメント生成に対して有意なパラメータを抽出し、セジメント予測式を導出した。
得られた式を右に示す。

$$\begin{aligned} \text{VR-T Sediment / mass\%} = & \\ & +0.014 \quad * \quad \text{VR-T Viscosity (@170 } ^\circ\text{C) /} \\ & \text{cSt} \\ & -0.023 \quad * \quad \text{VR-T Aromatics / mass\%} \end{aligned}$$

④ー２ コンバージョンサブモデル

「コンバージョンサブモデル」は、プロダクトボトム油（VR-T）の組成・性状を、フィード油（VR-D）の組成・性状と水素化分解装置の運転条件から推算するサブモデルである。

$$\begin{aligned} & +0.016 \quad * \quad \text{VR-T Resins / mass\%} \\ & +0.482 \end{aligned}$$

$$(R^2=0.662)$$

具体的な手順としては、前項（セジメント生成サブモデル）で導かれたセジメント生成量計算に必要なパラメータ（VR-T の動粘度、芳香族濃度、レジン濃度の 3 パラメータ）を、VR-D の性状と装置の運転条件から推算するためのモデル式を統計解析によって導出した。

④ー３ フィード性状サブモデル

「フィード性状サブモデル」は、フィード油（VR-D）の組成・性状を、減圧残油処理装置にかけられた原油の比率と各原油の組成・性状データから推算するサブモデルである。前項のコンバージョンサブモデルの入力変数である、VR-D の動粘度、芳香族濃度、レジン濃度の 3 パラメータを処理原油比率から推算するモデル式を導出した。

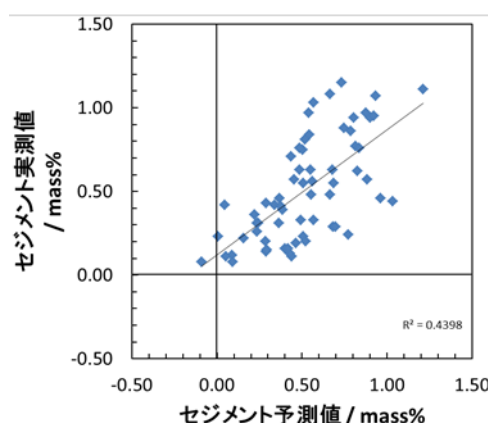


図 10 3 サブモデル連結によるセジメント予測統合モデルの推算精度

④-4 セジメント予測統合モデル

上述の手順によって導かれた 3 つのサブモデルを統合し、処理原油比率と実機プラントの運転条件からセジメント生成量を予測するためのセジメント予測統合モデルを構築した。モデルから計算されたセジメント予測値を実機サンプルのセジメント実測値と比較し推算精度を確認した。結果を図 10 に示す。予測精度を示す決定係数 R^2 は 0.44 であり、改善の余地はあるものの供試に値する一定水準の精度を有していることが確認された。

⑤実機へのセジメント管理手法、抑制方法の適用検討

従来、新規の原油処理に際しては硫黄含有量、窒素含有量や SARA 組成等の性状データや近隣の産地の原油の処理実績等の基づき経験的に原油のファウリング傾向を予測してきたが、実際には予測と乖離する原油も少なからず存在していた。

これに対し、今回導かれたセジメント生成サブモデルでは、新たに動粘度を組み込むことによってセジメント生成サブモデルの精度が大幅に向上することが判った。更に、コンバージョンサブモデル、フィード性状サブモデルを開発し、3 つのサブモデルを統合したセジメント生成予測統合モデルを構築することができた。

このセジメント生成予測統合モデルを用いれば、個別原油のセジメント生成ポテンシャルや原油混合処理時のセジメント濃度を推算することができる。従来は経験則をベースとしつつ、どちらかと言うと保守的・安全サイドで管理してきた処理原油選択を、現象理解に基づき科学的に管理できる可能性が開けてきた。

これにより、実機で処理した際に想定外の機器閉塞を起こして稼働信頼性を落とすことなく、といって必要以上に安全サイドに管理し過ぎて安価な原油の調達・処理機会を逸することもなく、許容可能な範囲内でリスクを管理しつつ、重質油処理を最大化することが可能になることが期待される。

⑥重質油処理におけるセジメント生成、機器閉塞に関する調査

近年、重質油に対する解析技術・処理技術の進展は目を見張るものがあり、それらの知見を取り込むことで本研究開発の成果を最大化することができると考えられる。石油エネルギー技術センター（JPEC）ペトロリオミクス研究室との連携で得られた知見を⑥-1、⑥-2に、本研究開発の展開・活用可能性を調査した結果を⑥-3にそれぞれまとめる。

⑥-1 熱交堆積物・セジメントの構成物質に関わる知見

図 11 は熱交堆積物を THF（テトラヒドロフラン）溶媒で抽出した物質を対象に、FT-ICR MS（フーリエ変換イオンサイクロトロン共鳴質量分析計）分析を行った結果を DBE プロットしたものである。（ここで DBE プロットとは、カーボン数を X 軸に、不飽和度 DBE を Y 軸にとり、検出カウンタ数をコンター表示したものである。）図 11 中に示された存在範囲の右上部分はカーボン数で 70、不飽和度 DBE で 50 に達するが、このような高縮合の多環環状化合物は一般に反応前の減圧残油中には含まれておらず、水素化分解反応の結果、生成されたものと考えられる。

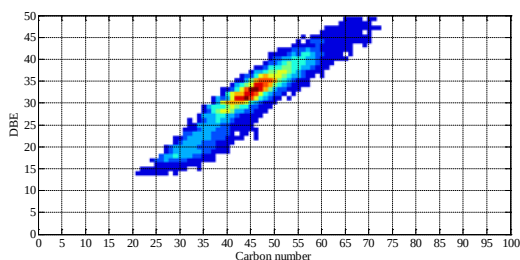


図 1 1 熱交堆積物の THF 抽出物の DBE プロット

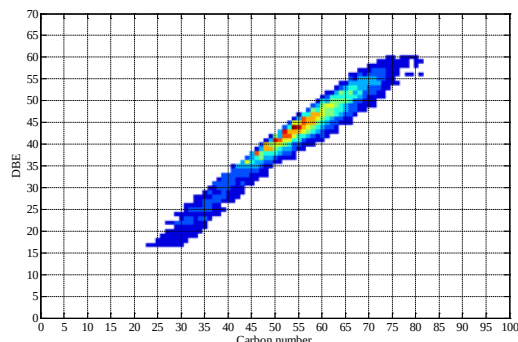


図 1 2 高セジメント VR-T の
トルエン不溶-THF 可溶分の DBE プロット

一方、図 1 2 は高セジメント VR-T 試料からトルエン不溶-THF 可溶分を回収し同様に FT-ICR-MS 分析を行った結果である。プロット中の存在範囲は図 16 の熱交堆積物の THF 抽出物と良く似ていることより、熱交閉塞の原因物質として VR-T 中のトルエン不溶-THF 可溶分に注目する必要が示唆された。

⑥-2 セジメントに対する高溶解性物質群に関する知見

図 1 3 は、実機において熱交閉塞レベルが大きく異なる 2 つのタイミングで採取されたフィード VR-D (原料 VR) とプロダクト VR-T (生成油 BTM) の DBE プロットである。

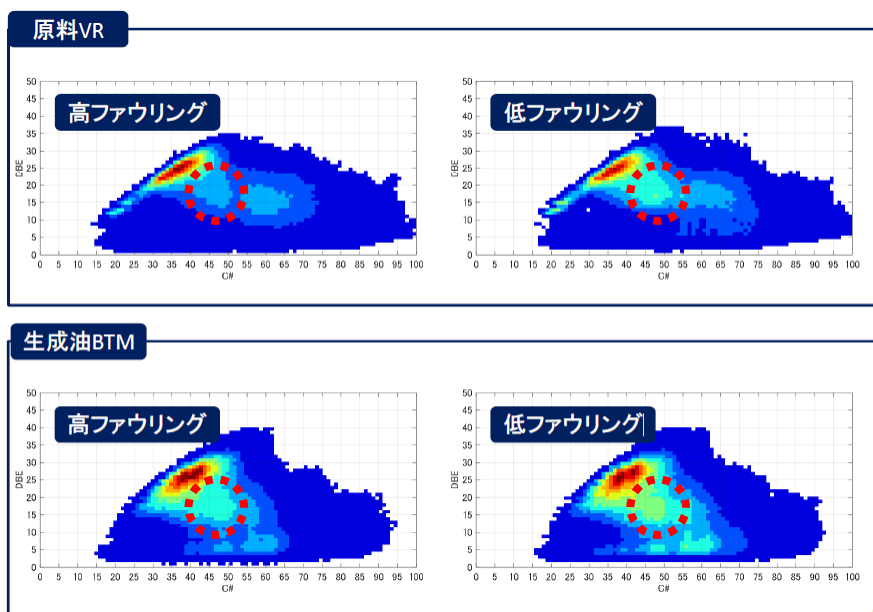


図 1 3 高ファウリング時、低ファウリング時の VR-D と VR-T の DBE プロット比較

図中下段のプロダクト VR-T (生成油 BTM) 間を比較すると、低ファウリング (低閉塞) 時には赤丸印で示されるカーボン数 50 前後、DBE15 前後の物質の存在量が多いことが判る。この相違は図中上段のフィード VR-D (原料 VR) においてもわずかであるが確認されており、水素化分解反応後にその差が拡大していることが判る。この領域は 3 環以上の芳香族 (3A+)、極性レジン (Po)、多環レジン (PA) の分布域に対応し、マルテン中のこれらの成分がアスファルテン

の溶解性に特に影響している可能性が示唆された。これらの成分に着目した解析もまた今後のセジメント予測モデルの構築ならびに機器閉塞の抑制策検討に有効と考えられる。

⑥－３ 他のユーザーや重質油処理プロセスへの今回の開発技術の展開可能性について

沸騰床型の減圧残油水素化分解装置のユーザーが一堂に会した国際会議に参加し、ファウリング抑制や原油評価に関する各社の取り組みを情報収集するとともに意見交換を行った。本研究におけるファウリング予測モデル開発や個別原油の評価に対しては大きな関心が寄せられた。特にアメリカメキシコ湾岸、アジア、ヨーロッパのユーザーは原油最適化とそれに伴うファウリングの増減に関心が高かった。自前でパイロットプラント試験を行っているケースやライセンサーが作成したモデルを活用しているケースなど、ユーザーごとに様々な対応が試みられており、ファウリング抑制と原油評価に関するニーズが高いことが確認された。

他の重質油プロセスへの展開可能性に関しては、残油直脱装置（RDS）においてもアスファルテンに起因するリアクターのコーキングとそれに伴う偏流や ΔP 上昇が問題になっている。ただし、減圧残油水素化分解装置のボトム熱交ほど汚れが顕著ではないため、単にアスファルテンの処理量を制限するなどの現時点での対策は限定的であり、原油毎のアスファルテン性状の差によるコーキング度合の差までは着目していないようである。仮に着目したとしても、それを検証するためのデータ採取が困難と考えられる。そのため本研究においてアスファルテンの質がファウリングに与えるメカニズムが解明できれば、RDS等のボトム装置にも有効な知見となり、展開が可能と考えられる。

（２）事業アウトプット

事業アウトプット指標		
①実機のサンプル性状とセジメント・機器閉塞について 110～130 組のデータベースを構築する。 ②実機では実施困難な対策技術を検討するためのラボ試験装置（熱交シミュレータ）を開発する。 ③原油 5 種について分解反応性、セジメント生成ポテンシャルに及ぼす影響を明らかにする。 ④上記①、②、③で得られた知見から、セジメント・機器閉塞を予測するモデルを開発する。 ⑤モデルを活用し、実機のセジメント・機器閉塞を抑制する対策技術を検討・立案する。 ⑥技術調査により研究開発を効率的に進めるとともに他の重質油処理への波及可能性も検討する。		
指標目標値（計画及び実績）		
事業開始時（28年度）	計画： ①データベース目標数 30～40 組 ②熱交シミュレータの設計・試作 ③パイロットプラント試験原油を選定するため主要原油 12 種の性状を評価 ④セジメント濃度をプロダクト性状から予測するモデルを開発 ⑤＜平成 29 年度よりの実施項目＞ ⑥原油性状評価・推算技術ならびに重質油の効率的評価技術の調査	実績： ①達成（36 組） ②達成 ③達成 ④達成 ⑥達成

中間評価時（３０年度）	計画： ①累積データベース目標数 110～130 組 ②熱交シミュレータを活用した機器閉塞抑制候補技術の定量的評価・検討 ③機器閉塞・セジメント生成に特異的な原油について水素化分解反応特性とセジメント生成への影響を評価 ④セジメント予測統合モデル構築 （同統合モデルは、①セジメント濃度をプロダクト性状から、②プロダクト性状をフィード性状と装置運転条件から、③フィード性状を処理原油比率と原油性状データから、それぞれ推算する３つのサブモデルを統合したセジメント予測モデル） ⑤セジメント予測モデル等から得られた知見の実機への反映 ⑥内外の事例・技術開発動向を調査し研究開発を効率的に推進すると共に、他の重質油処理装置への展開可能性を検討	実績： ①達成見込（124 組） ②達成見込（熱交出口温度変更・FCC ボトム添加・ケミカル添加による機器閉塞緩和効果を実証） ③達成見込（5 原油種） ④達成見込 ⑤達成見込 ⑥達成
終了時評価時（３０年度）	計画： <同上>	実績： <同上>

<共通指標実績>

論文・学会発表数
8

3. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ

本研究開発事業の成果として、従来比で 10%処理比率を増加させうる原油を見出すことができた。事業終了後には、その成果を更に活用・充実させることで、処理可能な劣質原油の種類を更に拡大していく計画である。その際、本研究開発で確立された要素技術を用いて、有望と考えられる原油や有望と考えられる対策技術を計画・立案・評価し、実現性があるものについては製油所への適用を図り、その効果を検証し、次の方針を策定する PDCA サイクルを回すことで、劣質原油の更なる利用拡大を追求していく。図 1 4 にそのロードマップを示す。

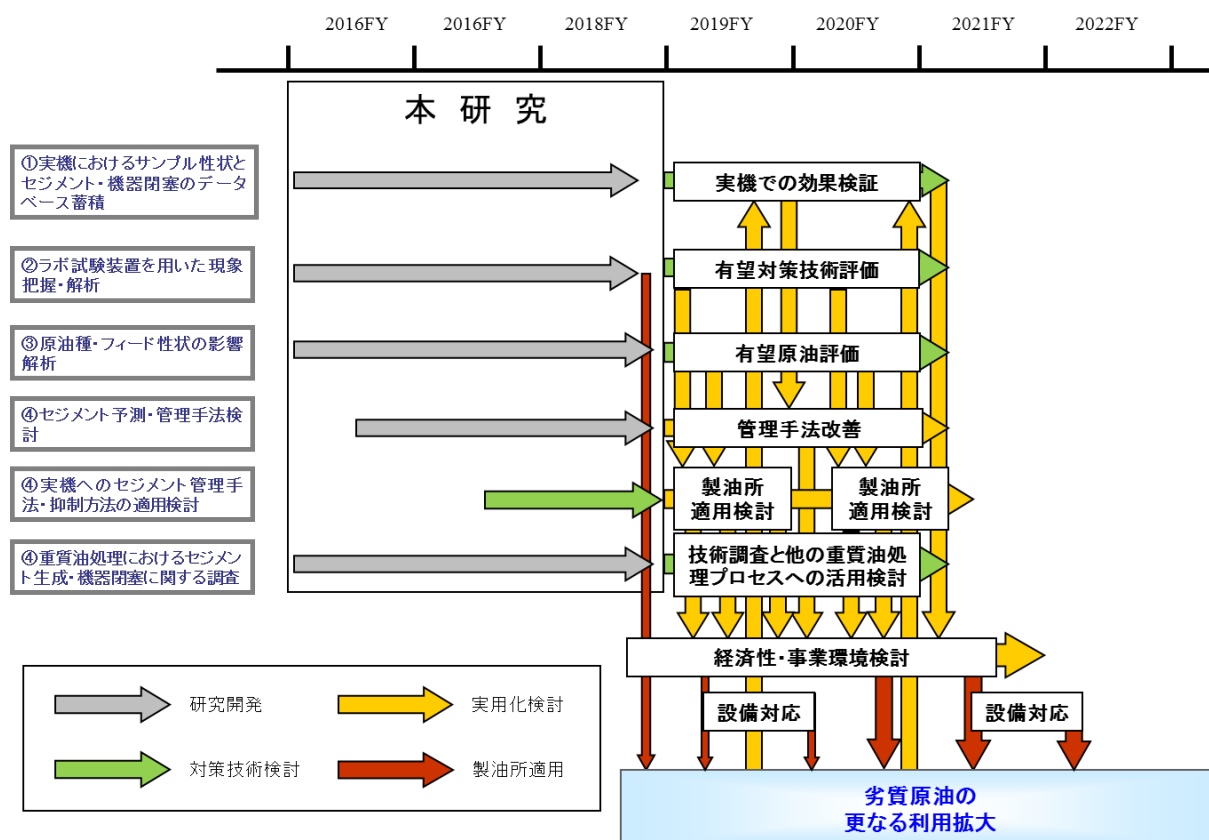


図 1 4 研究開発のロードマップ

4. 研究開発の実施・マネジメント体制等

採択・評価委員会、ならびに、事業推進連携会議にて、研究計画・進捗状況・成果を適宜報告し、指導・助言を受けながら事業を適切に実施し、事業目的の達成見通しを得た。

本研究プロジェクトに係る JXTG エネルギー(株)内のマネジメント体制を図 15 に示す。

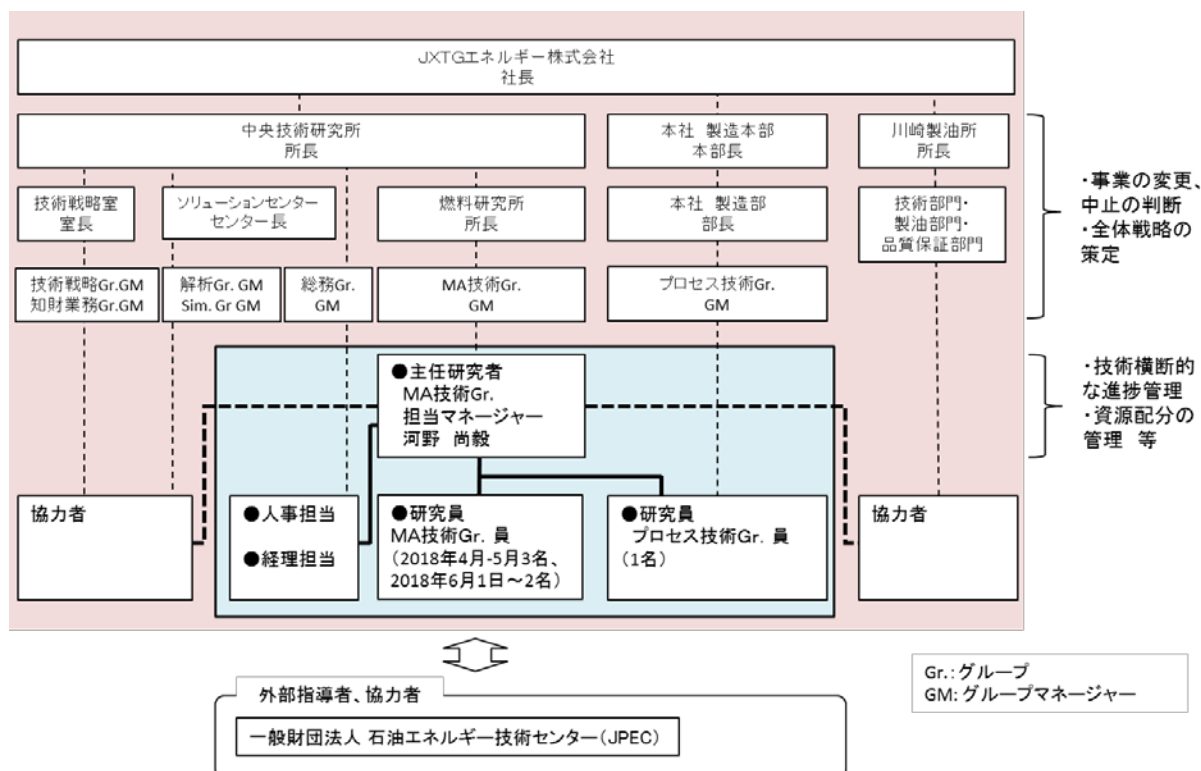


図 15 研究開発の実施・マネジメント体制

5. 費用対効果

今回検討対象とした減圧残油水素化分解装置において、機器閉塞のリスクにより従来は処理比率が制約されていた劣質原油を現状比 10%増加させることにより、年間 6 億円程度のコスト削減効果が見込まれる。更に、得られた知見・技術は、他の重質油処理装置、例えば直脱装置にも波及できることが期待され、その場合、原油処理量に応じた効果を想定すると、国内全体で 54 億円程度の効果が期待される。研究開発に投入予定の国費総額（約 2.4 億円）に対して大きなリターンが想定される費用対効果の高い技術開発プロジェクトである。

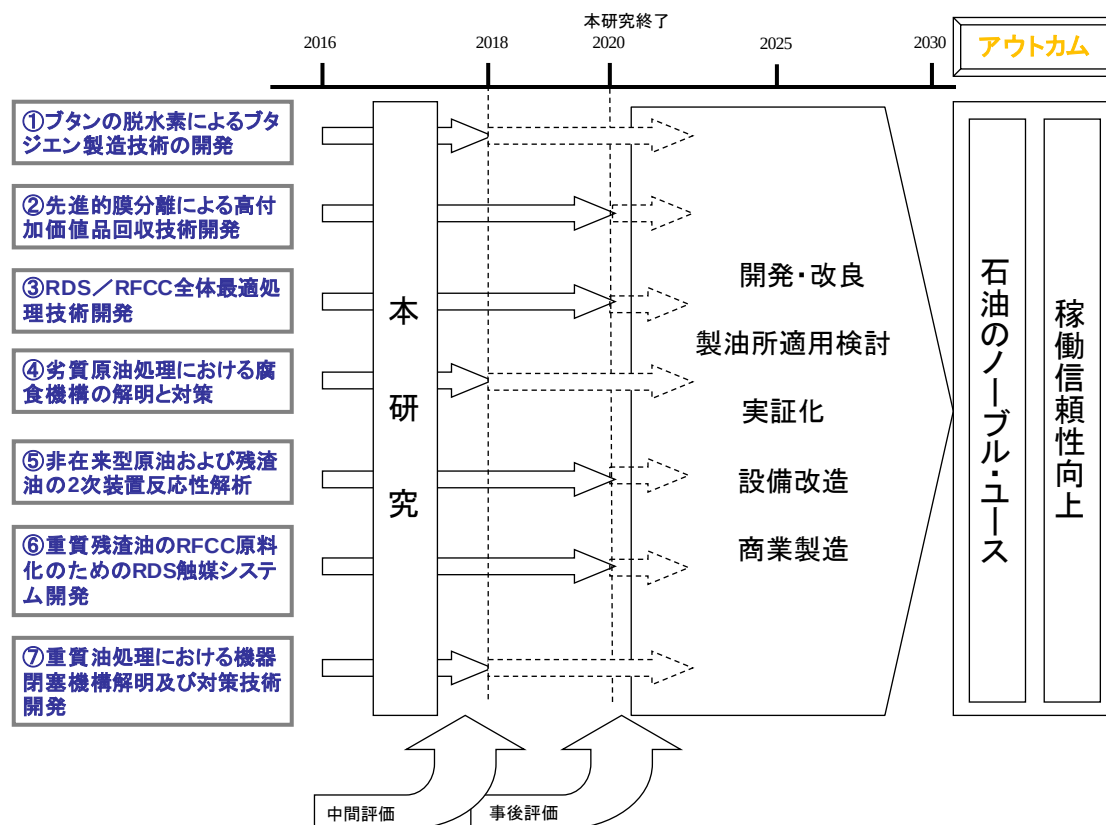
(2)補助事業全体

1. 当省(国)が実施することの必要性

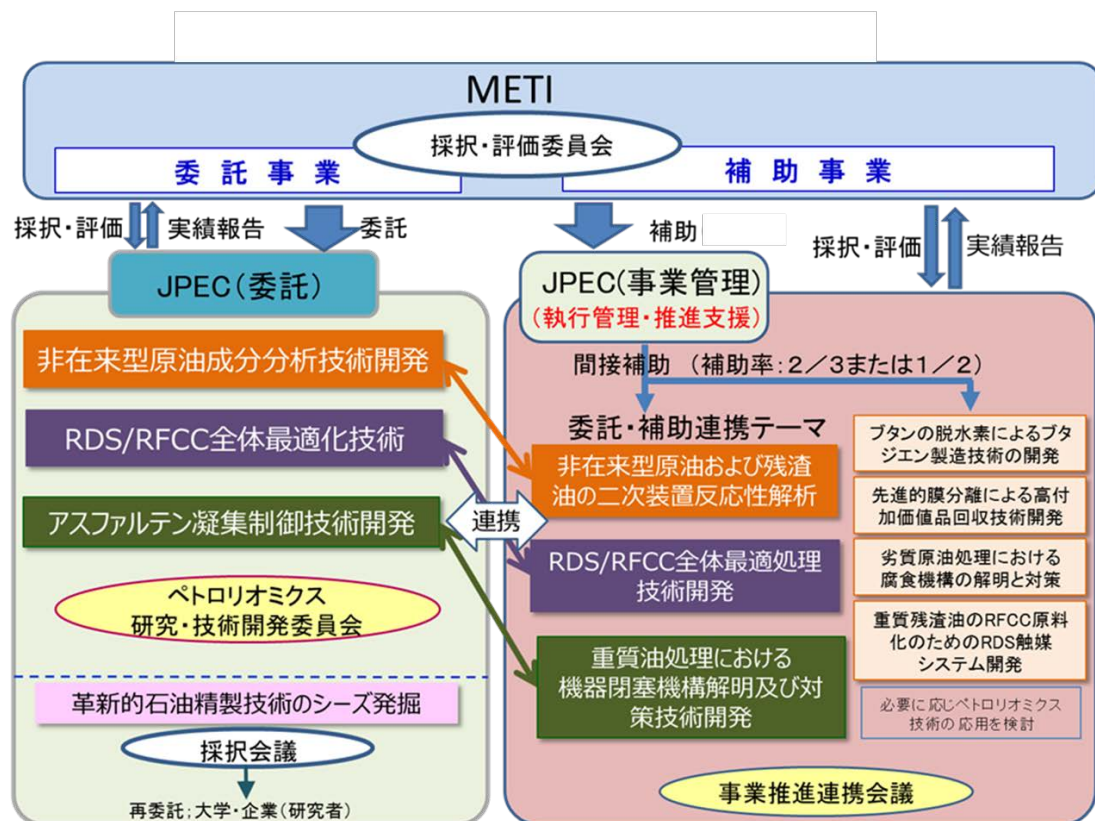
本事業では、製油所の生産性を高める上で有効な取組である石油のノーブル・ユース(コストの安い原油等から高付加価値の製品を生産すること)、稼働信頼性の向上(精製設備の稼働を長期間安定させること)を実現するため、化学製品を効率的に生産する技術や、低廉な重質原油を用いて石油製品を効率的かつ安定的に生産する技術のうち、大きな効果が見込めるものの技術的な難易度が高い技術の開発を行う。本事業を通じて確立される新たな生産手法が国内の各製油所に横展開されることにより、原油の有効利用や調達原油の多角化(中東依存度の低減)が可能となり、石油の安定供給が図られる。

本事業は、原油の有効利用や調達原油の多角化につながるため、石油の安定供給の観点から、国として推進することが望ましい。本事業で開発する技術は、国内石油精製業の技術基盤の底上げを図るものであるが、開発の技術的難易度が高いために投資回収リスクが高く、また、原油の多角化、重質油分解能力の向上は、民間企業にとっては、原油市場の動向次第(軽質油が安価な場合など)では、経済性を確保出来ないため、自発的な投資が進みにくい。このため、国の助成措置により企業の取組を促す必要がある。

2. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップ



3. 研究開発の実施・マネジメント体制等



(参考) 委託事業との連携について

本事業と「高効率な石油精製技術の基礎となる石油の構造分析・反応解析等に係る研究開発事業(以下「委託事業」という。)」は、上図の通り連携し、双方の技術開発をより効率的に促進している。

具体的には、両事業の技術開発情報の定期的な連携会議を行い、意見交換、助言等を実施することにより、関連する開発技術内容の共有化およびブラッシュアップを行っている。

また、補助事業の試料分析に当たり、ペトロリオミックスの要素技術を集約したデータベース(PIP: ペトロ・インフォマティクス・プラットフォーム)を利用した解析をするなど、委託事業で得られた知見を活用するといった連携を実施している。

委託事業の PIP 活用による補助事業における技術開発への貢献(例)

補助事業のテーマ名	PIP 活用実績
③RDS/RFCC 全体最適処理技術開発	- RFCC 原料の詳細組成構造解析 - RFCC 得率モデルの活用
⑤非在来型原油および残渣油の 2 次装置反応性解析	- 各種原料油、生成油の詳細組成構造解析 - RDS 分子反応モデルの活用 - MCAM により溶剤脱れきプロセスの解析
⑦重質油処理における機器閉塞機構解明及び対策技術開発	- 各種原料油、生成油の詳細組成構造解析 - セジメント生成機構の解析/予測技術の構築

4. 費用対効果

テーマ名	予算概算額 (億円)	試算効果 ^{*2} (億円/年)
ブタンの脱水素による ブタジエン製造技術の開発	2 ^{*1}	数10
先進的膜分離による 高付加価値品回収技術開発	4	20～40
RDS/RFCC全体最適処理技術開発	3	15
劣質原油処理における腐食機構の解明と対策	<1 ^{*1}	20
非在来型原油および残渣油の 2次装置反応性解析	6	320
重質残渣油のRFCC原料化のための RDS触媒システム開発	3	80
重質油処理における機器閉塞機構解明 及び対策技術開発	3 ^{*1}	50

*1: 3カ年の予算額(その他は、5カ年の予算見込み額)

*2: 各社試算結果を引用した概数

Ⅱ. 外部有識者(評価検討会等)の評価

1. 事業アウトカムの妥当性

我が国では、重質油処理としてRDSおよびRFCC等のシステムが一般的であり、将来の超重質油への対応を図っていく上で、脱メタル、脱硫触媒、SDAの運用、これら下流の熱交換器閉塞対策が極めて重要である。この観点から、アウトカムが的確に設定されていると評価できる。

また、各事業のアウトカム指標についても、中長期的な非在来型原油を原料として利用するために必要なアウトカムであり、的確に設定されていると考えられる。

一方で、一部の指標についての考え方が明確でなかったため、今後は、数値の根拠を明確にするべきである。

【肯定的意見】

○我が国では、重質油処理としてRDSおよびRFCC、さらにはSDAを加えたシステムが一般的であり、将来の超重質油への対応を図っていく上で、脱メタル、脱硫触媒、SDAの運用、これら下流の熱交換器閉塞対策が極めて重要である。この観点から、各々の事業でアウトカムを的確に設定している。省エネの観点から膜分離の開発、また、将来不足するブタジエンの製造プロセスの開発を手掛けており、それぞれに、的確なアウトカムとなっている。(A委員)

○本事業は、わが国の石油産業の競争力強化のための実用化・実証技術開発事業であり、それぞれのテーマの重要性は十分に吟味して設定されている。

(B委員)

○うまく進んでいる課題はペトロリオミクスとの親和性が高い課題が多い。

(C委員)

○石油精製プロセスの高度化に関して、短期的と中長期的な観点で7つの課題を設定してそれぞれにKPIを設定している。特に低級オレフィンの需要にマッチングさせるためにブタジエンの収率向上、重質油の処理工程としてのRDS/RFCCシステムの最適化、腐食防止、配管閉塞抑制に関連する技術開発が並行して行われている。これらは中長期的な非在来型石油を原料として利用するために必要なアウトカムであり、在来型石油と比較してアスファルテンの分子サイズ、脱硫黄性、脱メタル性などが難しくなることから、本事業としてのアウトカムは合理性がある。(D委員)

【問題あり・要改善とする意見】

○アウトカム指標として、原油の種類数のみが示されているなど、一部に規定の仕方が曖昧なケースがある。(A委員)

○一部、継続が必要なのか疑問な課題もある。(C委員)

○各事業でKPIが値として設定される場合には、その数値の根拠が明確にされることを望む。(D委員)

○今後、燃料油の需要は減少する。ガソリンの需要も減少する。劣質原油の需要が増加する

とは予測しがたい。むしろガソリンから石油化学品を合成するような例えばGasolfinのような触媒プロセスや天然ガスから液体燃料合成のようなプロジェクトを推進する必要がある。(E委員)

2. 研究開発内容及び事業アウトプットの妥当性

実施された全ての課題において、それぞれ明確なアウトプット指標が設定されており、また、成果が十分に得られていると評価できる。

特に、ペトロリオミクス技術開発を実施している国の委託事業（「高効率な石油精製技術の基礎となる石油の構造分析・反応解析等に係る研究開発事業」）との連携を通じ、重質油に科学の要素を組み込んで合理的な精製プロセスを構築する試みは成功していると判断される。

一方で、一部定性的なアウトプット指標が見受けられるため、可能な限り定量的な指標の設定を検討すること。

【肯定的意見】

- 超重質油処理に向けて、SDA、RDS、RFCC等からなるシステムを、試験装置によるデータ取得やペトロリオミクスと連携したシミュレーションを通して、効率向上に資するアウトプットを示している。膜分離については長尺での実証、ブタジエン製造については、エンジニアリング会社の検討まで進んでおり、事業のアウトプットとして十分なレベルにある。（A委員）
- それぞれ明確な目標が設定されている。（B委員）
- 課題により粒度や達成度が大きくばらついているが、うまく行っているものは問題なし。（C委員）
- 実施された全ての課題において、成果は十分に得られている。特に、非在来型石油も含めた重質油の精製プロセスを高度化のためのRDS／RFCC、セジメント生成、腐食、反応性に関して、複雑系の重質油の性状を示す特性値を現有設備を活用してデータ収集を行い、その値をペトロリオミクスのモデルを活用して表現している。また、その際にモデルを実用レベルに改善も行っている。そうして得られた実用モデルを用いて、設定した目標値が達成するための重質油の性状を調整することで、装置レベルで目標とするKPIを達成している。複雑系の重質油に科学の要素を組み込んで合理的な精製プロセスを構築する試みは成功していると判断される。（D委員）

【問題あり・要改善とする意見】

- 実用技術の開発が主眼のため、論文数は少ない。特許については、事業ごとに異なるが、各社が戦略的に申請しているもの考える。（A委員）
- アウトプットをどう定量的に評価するかについては再考が必要。（C委員）
- 各事業でKPIが値として設定される場合には、その数値の根拠が明確にされることを望む。（D委員）
- 一応それぞれそれぞれのテーマについて目標、成果は達成されているが、全体としてテーマの内容が小さすぎる。もっと広範囲なものにすべきである。一部の重質油が使えるようになって日本製の油所の構造が変わるわけではない。懸濁床触媒反応も研究すべきである。（E委員）

3. 当省(国)が実施することの必要性

我が国にとっては、原油の幅広い油種への対応、特に超重質油処理が求められる状況の中で、製油所に設置されている、RDS、RFCC、SDA等のシステムを効率的に運用する上での技術開発は、エネルギーセキュリティを確保する上で欠かせない。これら知見を可能な限り、国内全体で共有することで、我が国の競争力を高め、ひいてはエネルギーセキュリティに資するものであり、そういった観点から、国が実施することは妥当である。

一方で、個別テーマについては、毎年度、補助対象とすべき案件かどうか検証をすることも必要。したがって、本補助事業の採択案件を決定する「採択・評価委員会」において、今回の意見を踏まえた精査が行われることを期待する。

【肯定的意見】

○我が国にとっては、原油の幅広い油種への対応、特に超重質油処理が求められる状況の中で、製油所に設置されているSDA、RDS、RFCCのシステムを効率的に運用する上での技術開発は、セキュリティ確保とコストダウンを進める上で欠かせない。これら知見を可能な限り、企業間で共有することで、我が国の競争力を高めるものであり、国が実施する意義がある。世界動向の中でブタジエンが不足するので、ブタンからの製造技術開発を国が実施する意義がある。省エネ効果が高い分離膜は、期待されながら、実プラントでの利用が広がっていない。このようにノルマルパラフィンをターゲットに端緒を開く意味は大きく、国が実施するに相応しい。(A委員)

○石油産業の全体の課題であり、国が実施するのは妥当である。(B委員)

○日本のエネルギー安全保障の一つとして石油の安定輸入が挙げられる。中長期的には非在来型石油の導入の可能性が高い。そのためには、導入の際に懸念される諸課題を克服する技術開発が望まれ、そのツールとしてペトロリオミクスによるモデルの構築が急がれる。ただ、技術的難度が高く、モデルの構築と妥当性の検証には長期の研究期間と設備投資が必要である。また、実証化のために現有設備を活用しているが、本事業のための改修に大きな経費が必要である。本来の目標を達成するために、国の支援による事業は妥当である。(D委員)

【問題あり・要改善とする意見】

○自社で進めるべき内容も含まれており、一律補助が良いのかは一考の余地がある。(C委員)

○企業努力によって行われるべきものがないか、精査が必要。(E委員)

4. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップの妥当性

石油精製の工程の中でも、重質油を白油化する工程に重点を置き、ペトロリオミクス技術を活用して、推算される重質油の特性に応じて重質油の調整や各工程の操作法を設定する方法を科学的な要素を組み入れて開発しているが、そのためには、ベンチレベルの実データ収集とペトロリオミクスモデルの改善、そしてデータの蓄積が必要となる。これらを考慮すると、実用化までのロードマップとして妥当と判断できる。

また、達成時期も妥当であると評価できる。

なお、今後は、知財の取り扱いについても戦略的に対応していくことが望ましい。

【肯定的意見】

○実用化を目指したロードマップとなっており、達成時期もほぼ妥当である。(A委員)

○非在来型石油導入を見越した中長期的な石油精製の工程の中でも、重質油を改質する工程に重点を置き、ペトロリオミクス技術を活用して、推算される重質油の特性に応じて重質油の調整や各工程の操作法を設定する方法を科学的な要素を組み入れて開発している。そのためには、ベンチレベルの実データ収集とペトロリオミクスのモデルの改善、そしてデータの蓄積が必要である。これらを考慮するとロードマップは妥当と判断される。また、事業化の時期であるが、非在来型石油の本格的導入時期は想定が困難であり、工程によっては事業化時期が不明な部分がある。(D委員)

【問題あり・要改善とする意見】

○本事業には、国際標準化、規制緩和などは、馴染まないものの、知財の取扱い、特に特許については戦略的な対応が望まれる。(A委員)

○国内で非在来型石油の本格導入時期は不明であるが、可能であれば海外に技術移転して油元で実施する場合について、但し書きにはなるが、ロードマップを付記することも検討していただきたい。(D委員)

○ロードマップの時間軸が長い。(E委員)

5. 研究開発の実施・マネジメント体制等の妥当性

各社、研究開発部門が中心となり、優秀な研究開発実施者が担当している。また、委託事業としてのペトロリオミクスのプラットフォーム形成事業と、本補助事業とは極めて密接な関係が維持されているなど、マネジメント体制が良く機能していると判断される。

したがって、事業全体として、適切な組織体制のもと実施されていると評価できる。

【肯定的意見】

- おおむね、各社、研究開発部門が中心となり、優秀な研究開発実施者が担当してきた。(A委員)
- 適切な組織体制のもと実施されている。(B委員)
- うまく行っている課題については問題ない。(C委員)
- 委託事業としてのペトロリオミクスのプラットフォーム形成事業と、本補助事業とは極めて密接な関係が維持されている。その結果、油性状評価とペトロリオミクスのモデルを活用して、装置レベルで実施している各課題が目標値を達成している。マネジメント体制が良く機能していると判断される。(D委員)
- 不備なテーマもあるが一応アウトカム達成まで記されている。(E委員)

【問題あり・要改善とする意見】

- 研究開発部門が製油所、技術部門、本社企画部門と連携を取りながら進めて来たものと考えられるが、今後、実用化を目指す上では、全社が一体となって戦略を立てて進めていただきたい。(A委員)
- 継続する必然性について精査することが必要。(C委員)

6. 費用対効果の妥当性

超重質油への対応の観点から、RDS、RFCC、SDA等のシステムを効率的に運用できるデータ、技術、それらを踏まえた知見が得られており、費用対効果は妥当と判断できる。また、石油精製各社間で情報を共有することで、費用対効果が増すと考えられるため、可能な範囲で積極的な情報共有を期待する。

なお、複数の事業者で類似した課題を扱っているので、波及効果の算定の際は、ダブルカウントしないように注意が必要である。

【肯定的意見】

- 超重質油への対応の観点から、SDA、RDS、RFCCのシステムを効率的に運用できるデータ、技術、それらを踏まえた知見が得られており、費用対効果は極めて大きい。(A委員)
- 石油産業共通の課題であり、費用対効果は十分に発揮できる。(B委員)
- 本事業は石油資源の安定供給のための中長期的な事業と判断される。短期的には数10倍の費用対効果と考えられるが、非在来型石油を多く導入する際には、必須の技術であり、石油業界において共通基盤技術としてのペトロリオミクスの実用モデルと、それに基づく精製技術を早急に構築しておく必要がある。また、現在の在来型石油の重質油改質工程の改善にも繋がり、本事業を進めることは妥当である。(D委員)

【問題あり・要改善とする意見】

- 石油精製各社間での情報を共有することで、費用対効果が増す。(A委員)
- 類似のテーマもあるのでダブルカウントしないように注意してほしい。(B委員)
- 国費を使っていることを鑑み、国としてやるべきテーマを精査すべき。(C委員)
- 数字上は妥当になっているが、金額が小さい。(E委員)

7. 総合評価

本事業は、我が国石油産業の競争力強化のための技術開発事業であり、それぞれの重要度や優先度などに基づき、毎年事業計画の見直しもなされている。進捗状況についても、全体としての的確なアウトプットが得られており、順調に進捗していると評価できる。

また、本事業による技術開発とペトロリオミクスの技術パッケージ化は、非在来型原油を導入する際、日本の排他的技術になると考えられる。

事業の実施にあたって、研究開発部門が、製油所、技術部門、本社企画部門等と連携を取りながら進めて来ていると評価できる。引き続き、全社一体となった取組を進めていただきたい。

上記の通り、本事業全体としては評価できる一方で、個別テーマについては、毎年度、補助対象とすべき案件かどうか検証をすることも必要。したがって、本補助事業の採択案件を決定する「採択・評価委員会」において、今回の意見を踏まえた精査が行われることを期待する。

なお、複数の事業者で類似した課題を扱っているため、波及効果の算定の際は、ダブルカウントしないように注意が必要である。

アウトプットの明確化、産油国との連携にも配慮して進めていただきたい。

【肯定的意見】

○我が国では、重質油処理としてRDSおよびRFCC、さらにはSDAを加えたシステムが一般的であり、将来の超重質油への対応を図っていく上で、脱メタル、脱硫触媒、SDAの運用、これら下流の熱交換器閉塞対策が極めて重要である。全体として、的確なアウトプットが得られており、実用化ができる点から、逐次進め、我が国の競争力強化に役立てていただきたい。省エネの観点から膜分離の開発、また、将来不足するブタジエンの製造プロセスの開発を手掛けており、それぞれの的確な成果を踏まえて、実用化へ向けた検討を推進していただきたい。(A委員)

○本事業は、わが国の石油産業の競争力強化のための技術開発事業であり、それぞれの重要度や優先度などに基づき、毎年事業計画の見直しもなされており、事業全体としてはバランスよく順調に進捗しているとえる。(B委員)

○うまく行っている課題は問題ない。(C委員)

○開発されたペトロリオミクスのモデルを活用した科学的な取り扱いにより、在来型石油の重質油の改質工程の高度化と、中長期的に非在来型石油を活用することを想定した精製工程の操作条件の設定を可能とする取り組みである。その結果、ペトロリオミクスのモデルはベンチレベルの装置データを良く表現する実用レベルとなり、これらの技術パッケージ化は近い将来に非在来型原油を導入する際に日本の排他的技術となると確信できる。(D委員)

【問題あり・要改善とする意見】

○研究開発部門が製油所、技術部門、本社企画部門と連携を取りながら進めて来たものと考えられるが、今後、実用化を目指す上では、全社が一体となって戦略を立てて進めていた

だきたい。(A委員)

○複数の事業者で類似した課題を扱っているので、波及効果の算定の際はダブルカウントしないように注意してほしい。(B委員)

○国費を使っていることを踏まえ、アウトプットが明確に見えるものに注力すべき。(C委員)

○開発技術を基に非在来型石油の油元国との連携も深めてもらいたい。(D委員)

○各企業努力で取り組むべき課題となっていないか精査が必要。(E委員)

8. 今後の研究開発の方向等に関する提言

本事業のような実用化技術開発は、技術的なハードルが高いだけでなく、経済性についても大きなハードルがある。そのような中、これまでの成果と今後の見通しに基づいて、研究計画の変更などがなされている。これは、確実に成果が上げられるように検討された結果であり、目的達成のために柔軟に研究計画を検討していることは評価できる。引き続き、ペトロリオミクス技術との連携を深め、我が国独自の技術の確立に取り組んでいくことを期待する。

また、本事業の実施にあたっては、各社は、研究開発部門が製油所、技術部門、本社企画部等と一体となって推進していただくとともに、得られた成果を国内事業者で共有することで、我が国の競争力強化に貢献することを期待する。

なお、本事業に限らず、今後の研究開発の方向性として、CO₂削減の視点や、ガソリン需要の減少を踏まえた石油化学原料・製品製造へのシフトといった技術を開発することが必要ではないか。

【各委員の提言】

- ペトロリオミクスとの連携を深め、時間がかかっても我が国独自の技術開発に役立てていただきたい。この事業で得られた成果を各社間で情報共有することで、我が国の競争力強化に貢献していただきたい。社内で現場、技術部門、研究部門が一体となって、実用化を推進していただきたい。(A委員)
- 実用化技術開発は技術的なハードルが高いだけでなく経済性についても大きなハードルがある。これまでの成果と、今後の見通しに基づいて、一部事業の早期終了や、目的プロセスの変更などがなされており、確実に成果が上げられるように検討された結果と思われる。実証技術開発は、どれも着実に進んでいる感じである。稼働信頼性向上のテーマは3年で終了するので、今後はこれらの技術の活用を進めてほしい。石油のノーブル・ユースに関しては、委託事業と緊密に連携して進められており、大きな成果に繋げてほしい。(B委員)
- 本技術は我が国の強みとなる。開発技術を基に油元国との連携も深めてもらいたい。(D委員)
- 1) 燃料油の需要が減少する状況の中で、劣質原油や重質油の研究に注視する意味はあまり明確ではない。
 - 2) 研究はむしろガソリン成分を石化原料に転換するとか
 - 3) 石油の蒸留をやめて、ExxonMobilがシンガポールで始めたような原油を直接クラッカーに導入し、燃料ではなく石化原料を製造するCTC(Crude to Chemicals)のような技術開発を促進すべきである。
 - 4) CO₂削減という意味では重質油の需要は減少することも考えられる。
 - 5) 重質油利用のCO₂のLCAを明確にしておく必要がある。
 - 6) プロジェクトが小柄で改善技術に近い。
 - 7) もっと大きなプロジェクトに取り組むべきである。(E委員)

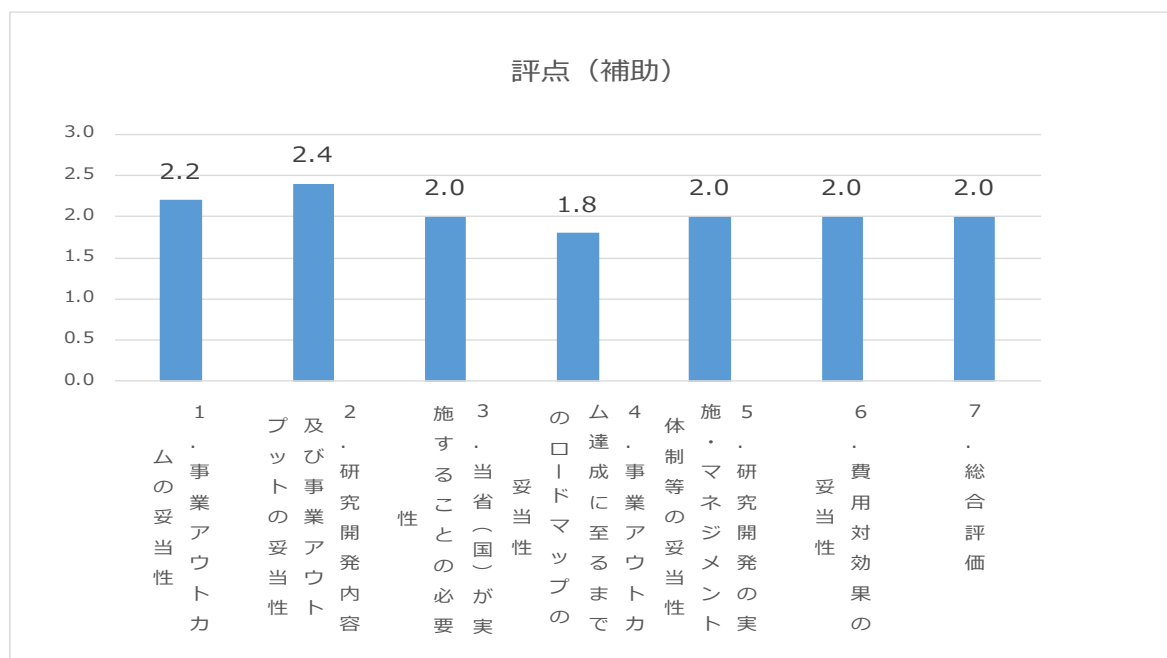
＜上記提言に係る担当課の対処方針＞

今後とも、これまでの研究開発の成果や見通しを踏まえ、研究開発の計画を柔軟に検討しつつ、引き続き、石油精製技術の高度化に向けた研究開発を実施したい。

また、本事業を継続実施するに当たり、更に開発体制を強化する観点から、実施事業者に対して全社一体で取り組むことを求めるとともに、得られた成果については、可能な限り国内で共有することで、我が国の国際競争力の強化につなげることとしたい。

Ⅲ. 評点法による評点結果

補助	評点	A委員	B委員	C委員	D委員	E委員
1. 事業アウトカムの妥当性	2.2	3	2	2	3	1
2. 研究開発内容及び事業アウトプットの妥当性	2.4	3	2	2	3	2
3. 当省(国)が実施することの必要性	2.0	3	2	1	3	1
4. 事業アウトカム達成に至るまでのロードマップの妥当性	1.8	2	2	1	3	1
5. 研究開発の実施・マネジメント体制等の妥当性	2.0	2	2	1	3	2
6. 費用対効果の妥当性	2.0	3	2	1	3	1
7. 総合評価	2.0	3	2	1	3	1



【評価項目の判定基準】

評価項目 1－6

- 3点：極めて妥当
- 2点：妥当
- 1点：概ね妥当
- 0点：妥当でない

評価項目 7 総合評価

- 3点：事業は優れており、より積極的に推進すべきである。
- 2点：事業は良好であり、継続すべきである。
- 1点：事業は継続して良いが、大幅に見直す必要がある。
- 0点：事業を中止することが望ましい。

IV. 産業構造審議会評価ワーキンググループの所見及び同所見を踏まえた改善点等

【高効率な石油精製技術に係る研究開発支援事業技術評価（中間評価）】（石油精製備蓄課）
産業構造審議会 産業技術環境分科会 研究開発・イノベーション小委員会
第48回評価ワーキンググループ 平成31年3月13日

評価ワーキンググループの所見【中間時評価】

＜事業アウトカム達成に至るまでのロードマップの妥当性＞

- ・「委託事業」と「補助事業」の二つの連携成果について、連携の意義が分かるように技術評価報告書に工夫して記載すること。
- ・プロジェクトの個別テーマごとに今後の評価を別途進めていくべきである。また、個別テーマごとの成果の濃淡や課題について、今後どのように扱うべきかについても、精査すべきである。

所見を踏まえた改善点（対処方針）等【中間時評価】

- ・石油精製技術に係る研究開発に関する「委託事業」及び「補助事業」の連携の意義について整理し、本報告書に反映することとする。
- ・プロジェクトの個別テーマの評価については、毎年度実施している外部有識者審査（「採択・評価委員会」）において、引き続き実施する。同委員会の評価の際は、本報告書の所見等を踏まえた精査を実施する。

評価ワーキンググループの所見【事前評価】

- ・コメントなし

所見を踏まえた改善点（対処方針）等【事前評価】

- ・特になし