

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第6部門第1区分  
 【発行日】令和5年7月31日(2023.7.31)

【国際公開番号】WO2022/080367  
 【出願番号】特願2022-557007(P2022-557007)  
 【国際特許分類】  
**G 0 1 N 2 1 / 3 5 9 ( 2 0 1 4 . 0 1 )**  
 【 F I 】  
 G 0 1 N 2 1 / 3 5 9

10

【手続補正書】  
 【提出日】令和5年7月10日(2023.7.10)  
 【手続補正1】  
 【補正対象書類名】明細書  
 【補正対象項目名】全文  
 【補正方法】変更  
 【補正の内容】  
 【発明の詳細な説明】  
 【技術分野】

20

【0001】

本開示は吸水性樹脂粉末の物性を予測する予測方法及び予測装置に関する。

【背景技術】

【0002】

吸水性樹脂(Super Absorbent Polymer、以下、略して「SAP」と記載する)は、水膨潤性及び水不溶性を有する樹脂である。SAPは、粉末状(又は、粒子状)とすることが多い。吸水性樹脂の性能としては、吸水倍率(CRC)、荷重下吸水倍率(AAP)、吸水速度、SFC(生理食塩水流れ誘導性)等が知られている。使用する用途、具体的には使用する衛生材料の種類や構成により、求められる物性値及びその範囲が異なるため、最終製品の形態に応じて多種多様な物性値を示すSAPが求められている。

30

【0003】

SAP粉末の物性を確認するためには、各物性測定項目毎に異なる測定方法を適用する必要があり、また、各測定には所定の時間を要する。SAPの製造において、各工程のSAPの物性値をリアルタイムで把握することが困難であることから、スペックアウト品を生産する虞がある。すなわち、SAPの製造時の歩留り低下を招く虞がある。

【0004】

特許文献1には、吸水性樹脂に特定のラマンスペクトルを用いて、吸水性樹脂の物性を予測する方法が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

40

【0005】

【特許文献1】国際公開第2020/109601号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ラマンスペクトルの測定では、特定の単一波長を対象試料に照射し、特定範囲の波数の散乱光を測定する。このような照射光の特性から、ラマンスペクトルは、測定対象の粒子径による影響を受けにくい。このため、ラマンスペクトルは、測定対象の粒子径を正確に測定することには不向きである。

【0007】

50

これに対し、近赤外吸収スペクトルを用いる方法は、対象試料に近赤外光（一般的には波長750nm～2500nm）の複数波長あるいは連続スペクトルを照射し、透過、吸収、屈折、反射、拡散された光を測定するため、対象試料の粒子径の情報を含んだ測定を行うことができる。さらに、ラマンスペクトル測定時に比べ、近赤外光を用いる場合は広い波長範囲で測定できるため、対象試料のより正確な平均情報を得ることができる。

【0008】

本開示の一態様は、吸水性樹脂粉末の製造工程において、近赤外吸収スペクトルから、吸水性樹脂粉末の物性を予測することを実現することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記の課題を解決するために、本開示の一態様に係る予測方法は、樹脂粉末の物性を予測する方法であって、（注：前記樹脂粉末は、吸水性樹脂粉末、及び該吸水性樹脂粉末を製造するための製造工程において生成される中間生成物のいずれかを指す）、前記樹脂粉末の近赤外吸収スペクトルを示す近赤外測定データを取得する測定データ取得ステップと、前記近赤外測定データ、及び、前記近赤外測定データに基づいて生成された1以上の加工データ、の少なくとも1つ以上を予測モデルに入力して、該樹脂粉末の物性に関連する予測情報を出力する予測ステップと、を含む。

10

【0010】

また、上記の課題を解決するために、本開示の一態様に係る予測装置は、樹脂粉末の物性を予測する予測装置であって、（注：前記樹脂粉末は、吸水性樹脂粉末、及び該吸水性樹脂粉末を製造するための製造工程において生成される中間生成物のいずれかを指す）、測定データ取得部（前記樹脂粉末について測定された近赤外吸収スペクトルを示す測定データを取得する）と、予測部（前記近赤外測定データ、及び、前記近赤外測定データに基づいて生成された1以上の加工データ、の少なくともいずれかを予測モデルに入力して、該樹脂粉末の物性に関連する予測情報を出力する）と、を備える。

20

【発明の効果】

【0011】

本開示の一態様によれば、近赤外吸収スペクトルから、吸水性樹脂粉末の物性を予測することができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

30

【0012】

【図1】本開示の実施形態1に係る予測装置を備える予測システムの構成の一例を示すブロック図である。

【図2】予測装置の要部構成の一例を示す機能ブロック図である。

【図3】予測装置が行う処理の流れを示すフローチャートである。

【図4】予測モデルを生成する予測装置の要部構成の一例を示す機能ブロック図である。

【図5】近赤外測定データのデータ構造を示す図である。

【図6】物性情報のデータ構造を示す図である。

【図7】機械学習を実行する予測装置が行う処理の流れを示すフローチャートである。

【図8】本開示の実施形態2における予測システムの一例を示すブロック図である。

40

【図9】本開示の実施形態2に係る予測装置が取得するMACアドレスと、近赤外分光光度計との対応を示す表である。

【図10】ゲルD50の実測値と予測値との相関を示すグラフである。

【図11】CRCの実測値と予測値との相関を示すグラフである。

【図12】AAPの実測値と予測値との相関を示すグラフである。

【図13】SFCの実測値と予測値との相関を示すグラフである。

【図14】D50の実測値と予測値との相関を示すグラフである。

【図15】含水率（固形分）の実測値と予測値との相関を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0013】

50

## 〔実施形態 1〕

以下、本開示の実施形態について詳細に説明する。

## 【0014】

(予測システム1000の構成)

まず、本開示の一実施形態に係る予測装置100を備える予測システム1000の構成について図1を用いて説明する。図1は、予測システム1000の構成の一例を示すブロック図である。

## 【0015】

予測システム1000は、予測装置100、近赤外分光光度計3、及び外部装置4を備えている。

## 【0016】

予測装置100は、CPU1及びメモリ2を備えている。予測装置100は、図1に示すように、近赤外分光光度計3及び外部装置4と通信可能に接続されていてもよい。予測装置100と近赤外分光光度計3との間の通信は、近距離無線通信、有線接続、及びインターネット等のネットワークを介した通信のいずれかであっても良い。あるいは、予測装置100と近赤外分光光度計3との間の通信は、USB端子等のコネクタで直接接続される構成であってもよい。予測装置100と外部装置4との間の通信も、予測装置100と近赤外分光光度計3との間の通信と同様である。

## 【0017】

図1には、予測装置100と通信可能に接続されている近赤外分光光度計3、及び外部装置4がそれぞれ1つの場合を示しているが、これに限定されない。予測装置100と通信可能に接続されている、近赤外分光光度計3及び外部装置4はそれぞれ1つであってもよいし、複数であってもよい。

## 【0018】

予測装置100は、近赤外分光光度計3から取得した近赤外吸収スペクトルを示す近赤外測定データ、及び、近赤外測定データに基づいて生成された1以上の加工データ、の少なくともいずれかを予測モデルに入力して、樹脂粉末の物性に関連する予測情報を出力する。本明細書では、「近赤外吸収スペクトルを示す測定データ」を、単に、近赤外吸収スペクトル(近赤外測定データ)と記す場合がある。

## 【0019】

近赤外分光光度計3は、樹脂粉末に近赤外線を照射したときの、該樹脂粉末からの反射光及び該樹脂粉末の透過光を測定し、該樹脂粉末の近赤外線吸収特性を表す近赤外吸収スペクトルを算出する機器である。ここで、近赤外線とは、750~2500nmの波長域を有している光である。近赤外吸収スペクトルについては後に説明する。

## 【0020】

外部装置4は、予測装置100から出力された予測結果を受信する任意の装置であってもよい。一例として、外部装置4は、任意の表示装置であってもよいし、樹脂粉末の製造工程を管理する管理者が使用するコンピュータであってもよい。あるいは、外部装置4は、樹脂粉末の製造工程の処理を実行するいずれかの製造装置であってもよい。

## 【0021】

(予測装置100の構成)

以下では、予測モデル22を用いて、吸水性樹脂粉末(以下、単に「樹脂粉末」と記す場合がある)の物性を予測する予測装置100の構成について、図2を用いて説明する。図2は、予測装置100の要部構成の一例を示す機能ブロック図である。

## 【0022】

ここで、予測モデル22は、下記の(1)及び(2)のうち少なくともいずれかを学習データとして用いた機械学習処理によって生成されたものであってもよい。

## 【0023】

(1)過去に製造された、物性が既知の複数の製造済樹脂粉末の近赤外吸収スペクトルを含む近赤外測定データと、該近赤外測定データに対応付けられている最終生成物の物性

10

20

30

40

50

情報との組み合わせ。

【 0 0 2 4 】

( 2 ) 各製造済樹脂粉末を製造するための製造工程において生成された、物性が既知の複数の生成済中間生成物の近赤外吸収スペクトルを含む近赤外測定データと、該近赤外測定データに対応付けられている中間生成物の物性情報との組み合わせ。

【 0 0 2 5 】

一例において、学習済の予測モデル 2 2 が、予測装置 1 0 0 に予め導入されていてもよい。あるいは、予測装置 1 0 0 が、上記 ( 1 ) 及び ( 2 ) のうち少なくともいずれかを学習データとして用いた機械学習処理を行う機能をさらに備えていてもよい。

【 0 0 2 6 】

予測装置 1 0 0 は、このような機械学習によって生成された予測モデル 2 2 を用いることにより、近赤外吸収スペクトルから、該近赤外吸収スペクトルが測定された樹脂粉末の物性を正確に予測することができる。予測モデル 2 2 の生成方法については後に説明する。

【 0 0 2 7 】

図 2 に示すように、予測装置 1 0 0 は、予測装置 1 0 0 の各部を統括的に制御する制御部 1 0、制御部 1 0 が使用する各種データを記憶する記憶部 2 0、及び外部装置 4 に予測結果を出力するための通信部 5 0 を備えている。制御部 1 0 は、図 1 の CPU 1 に対応しており、記憶部 2 0 は、図 1 のメモリ 2 に対応している。

【 0 0 2 8 】

通信部 5 0 は、外部装置 4 とのデータ通信を行うためのものである。予測装置 1 0 0 と外部装置 4 との間の通信は、近距離無線通信、有線接続、及びインターネット等のネットワークを介した通信のいずれかであってもよい。あるいは、予測装置 1 0 0 と外部装置 4 とが、USB 端子等のコネクタで直接接続される構成であってもよい。

【 0 0 2 9 】

制御部 1 0 は、測定データ取得部 1 1、及び予測部 1 3 を備えている。

【 0 0 3 0 】

測定データ取得部 1 1 は、近赤外分光光度計 3 から、近赤外吸収スペクトルを取得する。測定データ取得部 1 1 は、取得した近赤外吸収スペクトルを、記憶部 2 0 に近赤外測定データ ( 図示しない ) として記憶してもよい。また測定データ取得部 1 1 は、該近赤外測定データから、過去に記憶した近赤外吸収スペクトルを読み込み、続く予測に使用してもよい。

【 0 0 3 1 】

予測部 1 3 は、近赤外吸収スペクトルを後述する予測モデル 2 2 に入力して、樹脂粉末の物性に関連する予測情報を出力する。

【 0 0 3 2 】

また、予測部 1 3 は、近赤外吸収スペクトルに基づいて、1 以上の加工データを生成してもよい。ここで、加工データとは、近赤外吸収スペクトルの生データと異なり、近赤外吸収スペクトルに対して 1 以上の所定の前処理を施したデータである。予測部 1 3 は、測定データ取得部 1 1 によって取得された近赤外吸収スペクトルに対して、予測モデル 2 2 に定められた前処理を行ってもよい ( 前処理ステップ )。前処理には、以下に挙げる処理が少なくとも 1 つ含まれる。

・外れ値除去処理

外れ値除去処理は、樹脂粉末の複数箇所にて測定された近赤外吸収スペクトルを相互に比較したときに、他の近赤外線吸収スペクトルから有意に外れている近赤外吸収スペクトルを検出して、該近赤外吸収スペクトルを除去するための処理である。「樹脂粉末の複数箇所にて測定された」とは、樹脂粉末からなる所定の面積を有する測定対象試料の複数の異なる領域に測定光を照射して測定したことに相当する。具体的な外れ値検出方法として、One Class サポートベクトルマシン処理 ( One Class SVM 処理 )、マハラノビス距離を用いた検出、LOF ( Local Outlier facto

10

20

30

40

50

r、局所外れ値因子法)、T u k e y法、近傍法等が挙げられる。

- ・平均化処理

平均化処理は、樹脂粉末の複数箇所にて測定された複数の近赤外吸収スペクトルから、1つの平均スペクトルデータを算出する処理である。

- ・波長選択処理

波長選択処理は、後述する予測モデル22に入力するスペクトルデータの波長範囲を選択する処理である。波長範囲処理では、例えば、近赤外吸収スペクトルが測定された樹脂粉末毎に特徴的な吸収パターンが表れている波長範囲を選択してもよい。

- ・微分処理

微分処理は、スペクトルデータを波長について微分した微分データを生成する。微分データは、スペクトルデータを波長について一次微分したデータ、及び二次微分したデータを含んでいてもよい。

10

- ・ベースライン補正処理

ベースライン補正処理は、樹脂粉末の複数箇所にて測定された複数の近赤外吸収スペクトルのベースラインを揃える処理である。

【0033】

上に挙げた前処理は一例に過ぎず、予測部13が行う前処理は、これらに限定されない。例えば、予測部13は、近赤外吸収スペクトルに対して、以下に挙げる処理を行ってもよい。

- ・平滑化処理(加重移動平均処理、平滑化スプライン処理等)

20

- ・差スペクトル処理

- ・標準化処理(SNV(Standard Normal Variate)処理)

- ・多重散乱補正処理(MSC(Multiplicative Scatter Correction)処理)

- ・主成分分析(PCA)による次元削減

その他、分類及びクラスタリング等を行ってもよい。

【0034】

予測部13が行う予測方法では、例えば、樹脂粉末の近赤外吸収スペクトルを示す近赤外測定データを、該樹脂粉末の複数箇所において取得し、取得した複数の近赤外吸収スペクトルに対して平均化処理を行い、平均スペクトルデータを算出する平均化ステップを含んでもよい。予測ステップにおいて、該平均スペクトルデータが、加工データとして予測モデル22に入力されてもよい。また、平均化ステップは、予測モデル22によって定められた処理であってもよい。

30

【0035】

予測部13が行う予測方法では、例えば、予測モデル22に入力する平均スペクトルデータの波長範囲を選択する波長範囲選択ステップをさらに含んでもよい。また、予測ステップにおいて、該波長範囲における該平均スペクトルデータが、加工データとして予測モデル22に入力されてもよい。また、波長範囲選択ステップは、予測モデル22によって定められた処理であってもよい。

【0036】

40

予測部13が行う予測方法では、例えば、上述した波長範囲における平均スペクトルデータを波長について微分した微分データを生成する微分データ生成ステップをさらに含んでもよい。また、予測ステップにおいて、該微分データが、加工データとして予測モデル22に入力されてもよい。また、微分データ生成ステップは、予測モデル22によって定められた処理であってもよい。

【0037】

(予測装置100が行う処理)

以下、予測装置100が行う処理について、図3を用いて説明する。図3は、予測装置100が行う処理の流れを示すフローチャートである。

【0038】

50

まず、測定データ取得部 11 は、近赤外分光光度計 3 において測定された近赤外吸収スペクトルである、近赤外測定データを取得する（ステップ S 1：近赤外測定データ取得ステップ）。

【0039】

次に、予測部 13 は、記憶部 20 から予測モデル 22 を読み込む（ステップ S 2）。

【0040】

予測部 13 は、ステップ S 1 で取得した近赤外測定データを予測モデル 22 に入力する（ステップ S 3）。この際、予測部 13 は、予測モデル 22 に基づき、取得された近赤外吸収スペクトルに対して上述した前処理を行ってもよい。予測部 13 は、上述した前処理のうち、1つを行ってもよいし、2つ以上をおこなってもよい。予測部 13 が行う前処理については、後に具体例を挙げて説明する。

10

【0041】

続いて、予測部 13 は、予測モデル 22 に基づいて、前処理後の近赤外測定データ、又は未処理の近赤外測定データから予測対象の物性を予測する（ステップ S 4：予測ステップ）。

【0042】

通信部 50 は、予測部 13 から出力された予測結果を示す予測情報を、外部装置 4 に出力する（ステップ S 4）。

【0043】

< 前処理の例 >

ここでは、一例として、樹脂粉末を製造する製造工程における中間生成物である含水ゲルの近赤外吸収スペクトルから、ゲル D 50 を予測する場合に、予測部 13 が行う具体的な前処理を例に挙げて説明する。

20

【0044】

予測部 13 は、測定データ取得部 11 が取得した複数の近赤外吸収スペクトルに対して外れ値検出処理（例えば、One Class SVM 等）を行い、他の近赤外線吸収スペクトルから有意に外れている近赤外吸収スペクトルを除去する。

【0045】

続いて、予測部 13 は、残った複数の近赤外吸収スペクトルに対して平均化処理を行い、1つの平均スペクトルデータを生成する。

30

【0046】

なお、予測部 13 が行う前処理は、近赤外吸収スペクトルの測定対象が樹脂粉末を製造する製造工程におけるどの段階のものか、及び、予測対象の物性は何か、に応じて異なってもよい。すなわち、予測部 13 が、スペクトルデータの波長範囲を選択する波長選択処理を行ってもよい。あるいは、予測部 13 が、スペクトルデータを波長について微分した微分データを生成する微分処理を行ってもよい。また、これらの処理を組み合わせを行ってもよい。

【0047】

このように、近赤外吸収スペクトルの測定対象が樹脂粉末を製造する製造工程におけるどの段階のものか、及び、予測対象の物性は何か、に応じて、適切な前処理を行うことにより、予測装置 100 の予測精度を向上させることができる。

40

【0048】

（予測装置 100 の構成）

次に、予測モデル 22 を生成するための機械学習を行う予測装置 100 の構成について、図 4 を用いて説明する。図 4 は、予測モデル 22 を生成する予測装置 100 の要部構成の一例を示す機能ブロック図である。なお、説明の便宜上、図 1 にて説明した部材と同じ機能を有する部材については、同じ符号を付記し、その説明を繰り返さない。なお、予測装置 100 は、任意の公知の教師有り機械学習を行うことにより、予測モデル 22 を生成してもよい。

【0049】

50

制御部 10 は、測定データ取得部 11、予測部 13、及び予測モデル生成部 18 を備えている。

【0050】

測定データ取得部 11 は、予測モデル生成部 18 が指定した、近赤外測定データ 21 に含まれる複数の近赤外吸収スペクトル（近赤外吸収スペクトル群とも称する）を取得し、該近赤外吸収スペクトル群を予測部 13 へ出力する。

【0051】

予測部 13 は、予測モデル生成部 18 で生成された予測モデル候補（後述する）を予測モデル生成部 18 から読み込む。さらに、予測モデル生成部 18 が指定した、近赤外測定データ 21 に含まれる近赤外吸収スペクトル群を予測モデル候補に入力し、入力された近赤外吸収スペクトル群に対応する物性群を予測した予測結果を予測モデル生成部 18 へ出力する。

10

【0052】

予測モデル生成部 18 は、機械学習にて学習・検証を行う予測モデル候補を生成する。予測モデル候補とは、事前の機械学習が完了していない予測モデルである。所定の機械学習が完了し、予測精度が基準を満たした場合、予測モデル候補は予測モデル 22 として、記憶部 20 に格納される。また、予測モデル生成部 18 は、記憶部 20 に有する近赤外測定データ 21 及び物性情報 23 の中から、機械学習に供するデータ群を指定する。

【0053】

予測モデル生成部 18 は、下記の（1）と（2）とを比較して、モデル評価指標を算出してよい。

20

【0054】

（1）予測部 13 から出力された予測モデル候補が予測した予測結果

（2）記憶部 20 から読み込んだ物性情報 23 に含まれる、予測モデル候補に入力された近赤外吸収スペクトル群に対応付けられている物性群。

ここで、モデル評価指標は、例えば、（1）の予測結果と、（2）の物性情報 23 に含まれる物性群との誤差を評価するための指標である。モデル評価指標は、予測結果の精度を評価可能な任意の指標であってもよく、平均二乗誤差であってもよいし、決定係数（ $R^2$ ）であってもよい。

【0055】

予測モデル生成部 18 は、モデル評価指標に基づいて、予測モデル候補が、所定の評価基準を満たしているか否かを判定する。所定の評価基準は、予測モデル候補の予測精度を評価するために、予め任意に定められている基準である。

30

【0056】

予測モデル候補が所定の評価基準を満たしている場合、予測モデル生成部 18 は、該予測モデル候補を、最適な予測モデルとして、予測モデル 22 に格納する。一方、生成した予測モデル候補が所定の評価基準を満たしていない場合、予測モデル生成部 18 は、該予測モデル候補を更新する。

【0057】

「予測モデル候補の更新」は、予測結果と、物性情報 23 に含まれる物性との誤差が最小となるように予測モデル候補の重み、ハイパーパラメータ等を更新して予測モデル候補を更新すること、及び新たな予測モデル候補を生成することを含んでいてもよい。予測モデル候補の更新には、誤差逆伝播法等が適用されてもよい。

40

【0058】

物性情報 23 は、過去に製造された、物性が既知の複数の製造済樹脂粉末の近赤外吸収スペクトルを含む近赤外測定データに対応付けられている最終生成物の物性情報を含む。また、物性情報 23 は、各製造済樹脂粉末を製造するための製造工程において生成された、物性が既知の複数の生成済中間生成物の近赤外吸収スペクトルを示す近赤外測定データ 21 に対応付けられている中間生成物の物性情報を含む。物性情報とは、後に説明する、吸水性樹脂粉末の物性に関連する情報であり得る。

50

## 【 0 0 5 9 】

物性情報 2 3 には、物性として、測定対象となった樹脂粉末の実測値、又は中間生成物の実測値が含まれていてもよい。また、各物性には測定 ID が付与されていてもよい。物性情報 2 3 は、予測モデル候補から予測モデル 2 2 を生成するための機械学習に用いられる物性群を含んでいてもよい。

## 【 0 0 6 0 】

近赤外測定データ 2 1 には、測定対象となった樹脂粉末、又は中間生成物の近赤外吸収スペクトルのデータファイルが含まれる。このデータファイルは、例えば、c s v ファイル、及びテキストファイルであり得る。また、各近赤外吸収スペクトルのデータファイルには、それぞれ測定 ID が付与されていてもよい。近赤外測定データ 2 1 は、予測モデル候補から予測モデル 2 2 を生成するための機械学習に用いられる近赤外吸収スペクトル群を含んでいてもよい。

10

## 【 0 0 6 1 】

ここで、近赤外測定データ 2 1 に含まれる近赤外吸収スペクトルと、物性情報 2 3 に含まれる物性との対応関係について図 5 及び 6 を用いて説明する。

## 【 0 0 6 2 】

図 5 は、近赤外測定データ 2 1 のデータ構造、図 6 は、物性情報 2 3 のデータ構造を示す。図 5 において、近赤外測定データ 2 1 は、複数の近赤外吸収スペクトルのデータファイルを有しており、各近赤外吸収スペクトルのデータファイルには、測定 ID が付与されている。

20

## 【 0 0 6 3 】

また、図 6 において、物性情報 2 3 は、複数の物性（実測値）のデータファイルを有しており、各物性には、測定 ID が付与されている。図 6 に示すように、この測定 ID は、前述した、近赤外吸収スペクトルのデータファイルに付与された測定 ID と同じ ID が付与されてもよく、同じ ID 同士の近赤外吸収スペクトルと、物性情報とは同じ生成物を測定した結果であるとしてもよい。例えば、図 5 の測定 ID 「 0 0 1 」が付与されている近赤外吸収スペクトルと、図 6 の測定 ID 「 0 0 1 」が付与されている物性とは、同じ樹脂粉末又は中間生成物について測定されたデータであってもよい。

## 【 0 0 6 4 】

予測部 1 3 は、予測モデル生成部 1 8 によって指定された予測モデル候補を用いる。予測部 1 3 は、予測モデル生成部 1 8 によって指定された近赤外吸収スペクトルの測定 ID を取得し、該測定 ID と同じ測定 ID を有する、記憶部 2 0 から読み込んだ近赤外吸収スペクトル群に対応する物性群とを、同じ生成物に関する情報として比較してもよい。あるいは、予測部 1 3 から出力された予測結果には、予測モデル候補に入力された近赤外吸収スペクトルの測定 ID と同じ測定 ID が付与されてもよい。予測モデル生成部 1 8 は、予測部 1 3 から出力された予測結果と、該予測結果と同じ測定 ID を有する、記憶部 2 0 から読み込んだ近赤外吸収スペクトル群に対応する物性群とを、同じ生成物に関する情報として比較してもよい。

30

## 【 0 0 6 5 】

なお、近赤外吸収スペクトルに付与される測定 ID と、物性に付与される測定 ID とは異なってもよい。それぞれの測定 ID が異なる場合は、物性の測定 ID と、近赤外吸収スペクトルの測定 ID とが対応付けられていけばよい。

40

## 【 0 0 6 6 】

予測モデル 2 2 は、線形回帰、及び非線形回帰のうちのいずれかの機械学習を用いて生成されたものであってもよい。予測モデル 2 2 を生成する機械学習としては、例えば、線形回帰としては、P L S（部分的最小二乗回帰）、P C R（主成分回帰）、単回帰、重回帰、リッジ回帰、ラッソ回帰、ベイズ線形回帰等が挙げられる。非線形回帰の例としては、（畳み込み）ニューラルネットワーク、サポートベクター回帰、k 近傍法、及び回帰木等が挙げられる。上に挙げた手法を組み合わせたアンサンブル学習を用いてもよい。また予測モデル 2 2 は、各種物性値の数値予測を行うモデルであってもよいし、該物性値が合

50

格が不合格かについての判定予測を行うモデルであってもよい。

【0067】

本開示において、予測モデル22の生成には、PLS、及びPCRの機械学習が使用されることが好ましい。

【0068】

予測モデル22は、近赤外吸収スペクトルに対して行う、必要な前処理について定めていてもよい。

【0069】

(予測モデル22を生成する処理)

続いて、予測装置100が行う処理について図7を用いて説明する。図7は、機械学習を実行する予測装置100が行う処理の流れを示すフローチャートである。なお、ここでは、予測装置100が、学習データとして、近赤外測定データ21と該近赤外測定データ21に対応する物性情報23との組み合わせを使用して予測モデル22を生成する場合を例に挙げて説明する。

10

【0070】

まず、測定データ取得部11は、記憶部20から、予測モデル候補に用いるために予測モデル生成部18が指定した、近赤外測定データ21に含まれる近赤外吸収スペクトル群を読み込む。また、測定データ取得部11は、物性情報23に含まれる、近赤外吸収スペクトル群に対応付けられている物性群を読み込む(ステップS11)。

【0071】

次に、予測モデル生成部18は、予測モデル候補を生成し、該予測モデル候補を予測部13に出力する(ステップS12)。

20

【0072】

予測部13は、測定データ取得部11が取得した近赤外吸収スペクトル群を予測モデル候補に入力する(ステップS13)。

【0073】

予測部13は、予測モデル候補に入力された近赤外吸収スペクトル群に対応する物性群を予測した予測結果を出力する(ステップS14)。

【0074】

予測モデル生成部18は、入力された近赤外吸収スペクトル群に対応付けられている物性群と、予測部13から出力された予測結果と、を比較して、モデル評価指標を算出する(ステップS15)。

30

【0075】

予測モデル生成部18は、モデル評価指標に基づいて、予測モデル候補が所定の評価基準を満たしているか否かを判定する(ステップS16)。予測モデル候補が所定の評価基準を満たしている場合(ステップS16にてYES)、予測モデル生成部18は、該予測モデル候補を最適な予測モデル候補として、予測モデル22に格納する(ステップS17)。

【0076】

一方、予測モデル候補が評価基準を満たしていない場合(ステップS16にてNO)、予測モデル生成部18は、予測モデル候補を更新する(ステップS12)。なお、予測モデル生成部18は、ステップS12において、評価基準を満たさなかった予測モデル候補の重み、ハイパーパラメータ等を更新してもよく、新しい予測モデル候補を生成してもよい。

40

【0077】

ステップS16がYESになるまで、ステップS12~S16の処理を繰り返す。

【0078】

図7では、予測モデル生成部18が予測モデル候補を1つ生成し、該1つの予測モデル候補から機械学習によって予測モデル22を生成する処理を例に挙げて説明したが、これに限定されない。例えば、予測モデル生成部18は、予測モデル候補を複数生成してもよ

50

い。この場合、予測モデル候補の各々について、図7に示す機械学習を実行した後に、最も予測精度が高い予測モデル候補を、最適な予測モデル候補として予測モデル22に格納する構成であってもよい。また、前処理まで含めた予測モデルとして、機械学習を行ってもよい。

**【0079】**

(近赤外吸収スペクトルを得る測定方法)

本開示の近赤外吸収スペクトルの測定方法は、上述した予測装置100による予測方法に用いるための樹脂粉末の近赤外吸収スペクトルを測定する方法である。前記測定方法は、樹脂粉末に近赤外線を照射するステップと、該樹脂粉末からの反射光及び透過光のうちの少なくとも一方を測定した測定値から前記樹脂粉末の近赤外吸収スペクトルを算出するステップとを含む。前記樹脂粉末は、吸水性樹脂粉末、及び該吸水性樹脂粉末を製造するための製造工程において生成される中間生成物のいずれかである。以下に、近赤外吸収スペクトルについて説明する。

10

**【0080】**

(近赤外吸収スペクトル)

ここでは、予測装置100が、樹脂粉末の物性予測に用いる近赤外吸収スペクトルについて説明する。

**【0081】**

<測定機器>

近赤外吸収スペクトルは、特定の波長領域の近赤外線を試料に照射して、透過光又は反射光を検出する近赤外分光法を利用して測定される。近赤外吸収スペクトルは、例えば、近赤外分光光度計により測定することができる。近赤外分光光度計としては、特に限定されないが、例えば、FT-NIR NIRFlex (商標登録) N-500シリーズ及びNIRMasterシリーズ (BUCHI製)、IRMA51シリーズ及びIRMD51シリーズ (株式会社チノー製)、IR Tracer 100 NIRシステム (島津製作所製)、Spectrum 3 NIR (PerkinElmer製) 並びにMATRIXシリーズ FT-NIRスペクトロメータ (BRUKER製) 等を使用することができる。得られたスペクトルデータの解析は、市販のソフトウェアを用いることができる。なお、近赤外分光光度計は、近赤外多成分分析計や近赤外分析計等メーカーにより名称が異なって表記されている場合がある。

20

30

**【0082】**

<近赤外線の波長>

近赤外線は、750~2500nmの波長領域に属する波長を有する光である。近赤外線スペクトルは、前記波長領域に属する波長を有する近赤外線を含む光を照射して測定される。照射光の波長は近赤外波長領域の全波長でもよく、選択した1つ以上の特定波長であっても良い。本開示の近赤外吸収スペクトル測定においては、上記の照射光を測定対象の吸水性樹脂に照射し、透過、吸収、屈折、反射、拡散された光を測定するため、化学的な情報だけでなく物理的な情報を収集することができる。言い換えると、測定対象試料の温度、測定光路中の雰囲気 (蒸気有無、窒素置換有無、気圧など)、表面粗さ、試料厚み、試料充填状態、測定までの時間などの影響を受ける。従い、予測精度の観点からは、近赤外吸収スペクトルを取得する際は、できる限り上記の物理的条件が均一な条件下で測定することが好ましい。また必要に応じて、上記の物理的条件 (例えば前記試料温度) を別途測定しておき、当該測定値に基づいて、対応する近赤外吸収スペクトルを補正してもよい。

40

**【0083】**

本開示において、近赤外吸収スペクトルは、重合工程の前、重合工程と乾燥工程との間、乾燥工程の後の少なくともいずれかの時点において測定され、予測ステップにおいて出力される前記予測情報は、樹脂粉末の製造工程で使用されるいずれか1以上の製造装置の制御に利用されてもよい。

**【0084】**

50

本開示において、近赤外吸収スペクトルが利用できるメリットは、(1)分析結果が迅速に得られること、(2)非接触、かつ非破壊分析であること、(3)同時に多成分の定量分析が可能であること、(4)物理量(粒度等)が測定できること、(5)操作が容易であることが挙げられる。

【0085】

(吸水性樹脂粉末の物性)

本開示の予測方法は、吸水性樹脂粉末、及び該吸水性樹脂粉末を製造するための製造工程において生成される中間生成物の少なくともいずれかの物性に関連する予測情報を出力する。

【0086】

10

予測装置100が予測対象とし得る物性には、以下の(1)~(16)のうち少なくともいずれか1つを含んでもよい。

【0087】

(1)ゲルD50

(2)CRC

(3)AAP

(4)SFC

(5)T20、U20、K20

(6)Vortex

(7)D50

20

(8)含水ゲルの含水率

(9)固形分率

(10)Residual Monomers

(11)FSR

(12)FSC

(13)Flow Rate

(14)Density

(15)Ext

(16)ゲルExt

予測装置100が予測対象とし得る物性としては、(1)ゲルD50、(2)CRC、(3)AAP、(4)SFC、(6)Vortex、(7)D50、(8)含水ゲルの含水率、(9)固形分率のうち少なくとも1つであることが好ましい。

30

【0088】

<吸水性樹脂>

本開示における「吸水性樹脂」とは、水膨潤性水不溶性の架橋重合体を意味し、一般的に粒子状である。また、「水膨潤性」とは、NWSP 241.0.R2(15)で規定される無加圧下吸収倍率(CRC)が5g/g以上であることを意味し、「水不溶性」とは、NWSP 270.0.R2(15)で規定される可溶分(Ext)が50質量%以下であることを意味する。

【0089】

40

前記吸水性樹脂は、その用途に応じて適宜設計可能であり、特に限定されるものではないが、カルボキシル基を有する不飽和単量体を架橋重合させた、親水性架橋重合体であることが好ましい。また、全量(100重量%)が重合体である形態に限定されず、上記性能を維持する範囲内において、表面架橋されたものや添加剤等を含んだ組成物であってもよい。

【0090】

一例として、「吸水性樹脂」は、「ポリ(メタ)アクリル酸(塩)」であり、主成分として、(メタ)アクリル酸及び/又はその塩を繰り返し単位として含んでもよい。

【0091】

「NWSP」は、「Non-Woven Standard Procedures -

50

Edition 2015」を表し、EDANA (European Disposals And Nonwovens Associations: 欧州不織布工業会) とINDA (Association of the Nonwoven Fabrics Industry: 北米不織布工業会) とが、不織布及びその製品の評価法を米国及び欧州で統一して共同で発行したものであり、吸水性樹脂の標準的な測定法を示すものである。特に断りのない限り、本開示では「NWSP」に準拠して、吸水性樹脂の物性を測定する。

【0092】

<ゲルD50>

ゲルD50は、中間生成物である含水ゲルの固形分に換算した質量平均粒子径である。ゲルD50は、WO2016/204302に記載の方法に準拠して測定する。本開示のゲルD50は、WO2016/204302に記載のSolid D50に対応する値である。

10

【0093】

本開示において、ゲルD50は、重合工程の後から乾燥工程の前までにおいて測定することができる。水溶液重合で吸水性樹脂を製造する場合は、後述するゲル粉碎工程の後、又は乾燥工程の前に測定される。

【0094】

<CRC> (NWSP 241.0.R2(15))

「CRC」は、Centrifuge Retention Capacity (遠心分離保持容量) の略称であり、吸水性樹脂の無加圧下吸水倍率(「吸水倍率」と称する場合もある)を意味する。

20

【0095】

具体的には、吸水性樹脂0.2gを不織布製の袋に入れた後、大過剰の0.9重量%塩化ナトリウム水溶液中に30分間浸漬して吸水性樹脂を自由膨潤させ、その後、遠心分離機(250G)で水切りした後の吸水倍率(単位; g/g)のことをいう。

【0096】

<AAP> (NWSP 242.0.R2(15))

「AAP」は、Absorption Against Pressureの略称であり、吸水性樹脂の加圧下吸水倍率を意味する。

30

【0097】

AAPは、具体的には、吸水性樹脂0.9gを大過剰の0.9重量%塩化ナトリウム水溶液に対して、1時間、2.06kPa(21g/cm<sup>2</sup>、0.3psi)荷重下で膨潤させた後の吸水倍率(単位; g/g)のことをいう。なお、荷重条件を4.83kPa(49g/cm<sup>2</sup>、0.7psi)に変更して測定する場合もある。

【0098】

<SFC>

「SFC」は、(Saline Flow Conductivity / 生理食塩水流れ誘導性) の略称であり、荷重2.07kPaでの吸水性樹脂に対する0.69重量%塩化ナトリウム水溶液の通液性(単位;  $\times 10^{-7} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1}$ )をいう。「SFC」は、米国特許第5669894号に開示されたSFC試験方法に準じて測定される。

40

【0099】

<T20>

「T20」は、吸水時間のことであり、1gの樹脂粉末が0.9重量%塩化ナトリウム水溶液20gを吸収するために要する時間(単位; 秒)であり、米国公開特許公報US 2012/0318046に開示された測定方法に準拠して測定される。

【0100】

<U20>

「U20」は、20分での吸収(単位; g/g)であり、米国公開特許公報US 2012/0318046に開示された測定方法に準拠して測定される。

50

## 【0101】

&lt; K 2 0 &gt;

「K 2 0」は、20分での有効透過率（単位； $m^2$ ）であり、米国公開特許公報US 2012/0318046に開示された測定方法に準拠して測定される。

## 【0102】

&lt; V o r t e x &gt;

V o r t e x（吸水時間）は、以下の手順にしたがって測定する。まず、予め調整された生理食塩水（0.9質量%塩化ナトリウム水溶液）1000質量部に、食品添加物である食用青色1号（プリリアントブルー）0.02質量部を添加した後、液温を30に調整する。

10

## 【0103】

続いて、容量100mlのビーカーに、上記生理食塩水50mlを量り取り、長さ40mm、直径8mmのスターチップを用いて600rpmで攪拌しながら、吸水性樹脂2.0gを投入する。吸水性樹脂の投入時を始点とし、その吸水性樹脂が生理食塩水を吸液してスターチップを覆うまでの時間をV o r t e x（吸水時間）（単位；秒）として、測定する。

## 【0104】

&lt; D 5 0 &gt;

本開示において、「D 5 0」は、後述する、乾燥工程において製造された樹脂粉末の質量平均粒子径である。質量平均粒子径（D 5 0）は、米国特許第7638570号に記載された「(3) Mass - Average Particle Diameter (D 5 0) and Logarithmic Standard Deviation of Particle Diameter Distribution」と同様の方法で測定する。

20

## 【0105】

&lt; 含水ゲルの含水率及び固形分率 &gt; ( N W S P 2 3 0 . 0 . R 2 )

含水ゲルの含水率及び固形分率は、乾燥前の含水ゲルの含水率及び樹脂固形分率のことである。含水ゲルの含水率及び固形分率は、重合工程の後から乾燥工程の前までにおいて測定することができる。すなわち、粉碎される前の含水ゲルの含水率及び固形分率であってもよく、粉碎後の粒子状含水ゲルの含水率及び固形分率であってもよい。

30

## 【0106】

含水ゲルの含水率は、N W S Pに準拠して測定する。なお、測定に際し、試料の質量を2.0gに、乾燥温度を180に、乾燥時間を24時間にそれぞれ変更する。具体的には、底面の直径が50mmのアルミカップに含水ゲル2.0gを投入した後、試料（含水ゲル及びアルミカップ）の総質量 $W1$ （g）を正確に秤量する。次に、上記試料を、雰囲気温度180に設定されたオープン内に静置する。24時間経過後、該試料を上記オープンから取り出し、総質量 $W2$ （g）を正確に秤量する。本測定に供された含水ゲルの質量を $M$ （g）としたときに、下記（式1）にしたがって、含水ゲルの含水率（100 - ）（質量%）を求める。なお、は含水ゲルの固形分率（質量%）である。

## 【0107】

$$(100 - ) (\text{質量}\%) = \{ (W1 - W2) / M \} \times 100 \dots (\text{式}1)$$

40

## 【0108】

&lt; ゲルC R C &gt;

「ゲルC R C」は、乾燥前の含水ゲルのC R Cである。ゲルC R Cは、重合工程の後から乾燥工程の前までにおいて測定することができる。すなわち、粉碎される前の含水ゲルのC R Cであってもよく、粉碎後の粒子状含水ゲルのC R Cであってもよい。

## 【0109】

具体的には、「ゲルC R C」とは、含水ゲル0.6gを不織布製の袋に入れた後、大過剰の0.9重量%塩化ナトリウム水溶液中に24時間浸漬して吸水性樹脂を自由膨潤させ、その後、遠心分離機（250G）で水切りした後の吸水倍率（単位；g / g）のことを

50

いう。

【0110】

<Ext> (NWSP270.0.R2(15))

「Ext」は、Extractablesの略称であり、水可溶分（水可溶成分量）を意味する。具体的には、吸水性樹脂1.0gを0.9重量%塩化ナトリウム水溶液200mLに添加し、16時間攪拌した後の溶解ポリマー量（単位；重量%）である。溶解ポリマー量の測定は、pH滴定を用いて行う。

【0111】

<ゲルExt>

「ゲルExt」は、乾燥前の含水ゲルのExtである。ゲルExtは、重合工程の後から乾燥工程の前までにおいて測定することができる。すなわち、粉碎される前の含水ゲルのExtであってもよく、粉碎後の粒子状含水ゲルのExtであってもよい。

10

【0112】

具体的には、上述した「Ext」の測定方法に基づき、試料を2.0gに変更して測定し、固形分当たりの水可溶分の質量%として算出する。

【0113】

<Residual Monomers> (NWSP210.0.R2(19))

「Residual Monomers」は、吸水性樹脂中に残存する単量体（モノマー）量であり、NWSP210.0.R2(19)に準拠して測定される。

【0114】

<FSR>

「FSR」は、吸水速度であり（単位；g/g/s）、国際公開第2009/016055号に開示された測定方法に準拠して測定される。

20

【0115】

<FSC> (NWSP240.0.R2(15))

「FSC」は、Free Swell Capacityの略称であり、吸水性樹脂の無加圧下吊り下げ吸水倍率を意味する。FSCは、NWSP240.0.R2(15)に準拠して測定される。

【0116】

<Flow Rate> (NWSP251.0.R2(15))

「Flow Rate」は、吸水性樹脂の流下速度を意味する。Flow Rateは、NWSP251.0.R2(15)に準拠して測定される。

30

【0117】

<Density>

「Density」は、吸水性樹脂の嵩比重を意味する。Densityは、NWSP251.0.R2(15)に準拠し測定される。

【0118】

上述した物性は、樹脂粉末の製造工程のどのタイミングにおいて測定されてもよい。

【0119】

（樹脂粉末の製造方法）

以下に、樹脂粉末の製造方法について説明する。

40

【0120】

本開示において、吸水性樹脂粉末の製造方法としては、公知の方法又はその組み合わせが使用できる。吸水性樹脂粉末の製造方法は、一例として、重合工程、乾燥工程を含んでいけばよく、好ましい例としては、ゲル粉碎工程、後架橋工程、及び整粒工程を有していてもよい。以下に、各工程について説明する。

【0121】

<重合工程>

重合工程は、一例として、アクリル酸（塩）を主成分として含む単量体、及び少なくとも1種類の重合性内部架橋剤を含む単量体水溶液を重合させて、含水ゲル状架橋重合体（

50

以下、「含水ゲル」と表記する)を得る工程である。

【0122】

[重合開始剤]

本開示で使用される重合開始剤は、重合形態等によって適宜選択されるため、特に限定されないが、例えば、熱分解型重合開始剤、光分解型重合開始剤、又はこれらの重合開始剤の分解を促進する還元剤を併用したレドックス系重合開始剤等が挙げられる。具体的には、米国特許第7265190号に開示された重合開始剤のうちの、一種類又は二種類以上が用いられる。尚、重合開始剤の取り扱い性や粒子状吸水剤又は吸水性樹脂の物性の観点から、好ましくは過酸化物又はアゾ化合物、より好ましくは過酸化物、さらに好ましくは過硫酸塩が使用される。

10

【0123】

なお、上記重合開始剤に替えて、放射線、電子線、紫外線等の活性エネルギー線を照射して重合反応を実施してもよく、これらの活性エネルギー線と重合開始剤とを併用してもよい。

【0124】

[重合形態]

本開示に適用される重合形態としては、特に限定されないが、含水ゲルの吸水特性や重合制御の容易性等の観点から、好ましくは噴霧液滴重合、水溶液重合、逆相懸濁重合、より好ましくは水溶液重合、逆相懸濁重合、さらに好ましくは水溶液重合が挙げられる。中でも、連続水溶液重合が特に好ましく、連続ベルト重合、連続ニーダー重合の何れでも適用される。

20

【0125】

<ゲル粉砕工程>

ゲル粉砕工程は、重合工程で得られた含水ゲルをゲル粉砕して、粒子状含水ゲルを得る工程である。噴霧液滴重合、逆相懸濁重合により吸水性樹脂を製造する場合は粒子状含水ゲルを得ることができるので、ゲル粉砕工程を行わなくてもよい。また連続ニーダー重合のように重合工程と同時にゲル粉砕工程を行ってもよい。特に、吸水速度の高いSAPを得る観点からは、本ゲル粉砕工程において、含水ゲルを細粒化し、ゲルD50が所望の範囲である粒子状含水ゲルを製造することが好ましい。

【0126】

30

[ゲル粉砕機]

本工程で使用される重合時又は重合後のゲル粉砕装置としては、特に限定されず、バッチ型又は連続型の双腕型ニーダー等、複数の回転攪拌翼を備えたゲル粉砕機や、1軸押出機、2軸押出機、ミートチョッパー、スクリュウ型押出機、破砕手段を備えた複軸型混練機等が挙げられる。

【0127】

中でも、ケーシングの一方の端部に多孔板が設置されたスクリュウ型押出機が好ましく、具体的には、例えば、特開2000-63527号公報やWO2011/126079に開示されたスクリュウ型押出機が挙げられる。

【0128】

40

[ゲル粉砕領域]

本開示において上記ゲル粉砕は、重合工程の途中及び/又は後に行われ、より好ましくは重合工程後の含水ゲル状重合体に対して行われる。ニーダー重合等、重合中にゲル粉砕を行う形態の場合、単量体水溶液は重合時間の経過とともに連続的に含水ゲル状重合体に変化していく。それゆえ、重合温度が最大となった時点以降の含水ゲル状重合体、或いは単量体の重合率が90モル%以上の含水ゲル状重合体をゲル粉砕すればよい。ここで、重合温度の最大値は、重合ピーク温度とも称される。単量体の重合率は、転化率と称されることもある。単量体の重合率は、含水ゲル状重合体のpH滴定から算出されるポリマー量と、残存モノマー量とから算出される。

【0129】

50

また、上記重合工程がベルト重合の場合、ゲル粉碎を行う前に、重合工程の途中及び / 又は後の含水ゲル状重合体、好ましくは重合工程後の含水ゲル状重合体を、数 10 cm 程度の大きさに切断又は粗砕することができる。この操作によって、ゲル粉碎装置に含水ゲル状重合体を充填し易くなり、ゲル粉碎工程をより円滑に実施することができる。なお、上記切断又は粗砕する手段としては、含水ゲル状重合体を練らないように切断又は粗砕できる手段が好ましく、例えば、ギロチンカッター等が挙げられる。また、上記切断又は粗砕で得られる含水ゲル状重合体の大きさや形状は、ゲル粉碎装置に充填できればよく、特に限定されない。

#### 【0130】

##### < 乾燥工程 >

乾燥工程は、粒子状含水ゲルを、所望する固形分率まで乾燥させることで、粒状乾燥物を得る工程である。乾燥方法としては、特に限定されないが、例えば、加熱乾燥、熱風乾燥、減圧乾燥、流動層乾燥、赤外線乾燥、マイクロ波乾燥、ドラムドライヤー乾燥、疎水性有機溶媒との共沸脱水による乾燥、高温の水蒸気を利用した高湿乾燥等が挙げられる。また、後述する後架橋剤を本乾燥工程で使用し、乾燥工程で後架橋（表面架橋ともいう）された吸水性樹脂粉末を得てもよい。

10

#### 【0131】

##### [ 乾燥装置 ]

乾燥工程で使用される乾燥装置としては、特に限定されず、伝熱伝導型乾燥機、輻射伝熱型乾燥機、熱風伝熱型乾燥機、誘電加熱型乾燥機等の 1 種又は 2 種以上が適宜選択される。乾燥装置は、バッチ式でもよく、連続式でもよい。また、乾燥装置は、直接加熱式でもよく、間接加熱式でもよい。また、乾燥装置は、材料静置型、材料攪拌型、材料移送型、および熱風搬送型のうちのいずれかの乾燥装置であってもよい。例えば、通気バンド式、通気回路式、通気縦型式、平行流バンド式、通気トンネル式、通気攪拌式、通気回転式、加熱管付き回転式、流動層式、気流式等の伝熱型乾燥機が挙げられる。

20

#### 【0132】

##### [ 乾燥温度 ]

乾燥工程での乾燥温度は、80 以上であり、100 以上であることが好ましく、120 以上であることがより好ましく、150 以上であることが特に好ましい。また、乾燥温度は、250 以下であり、230 以下であることが好ましく、220 以下であることがより好ましい。乾燥温度の上限値と下限値はどのような組み合わせであっても好ましい。乾燥温度が 80 未満であると、好適な樹脂固形分（含水率）が得られるまでの乾燥時間が長くなるため好ましくない。また、未乾燥物が生成し、後の粉碎工程時に詰まりが生じ得る。乾燥温度が 250 を超えると、安全面及び着色異物の発生の問題があり好ましくない。なお、乾燥温度とは、直接加熱の場合には乾燥に用いる熱媒の温度を指し、熱風乾燥の場合には乾燥に用いる熱風の温度を指し、間接加熱の場合には乾燥に用いる伝熱面の温度を指す。

30

#### 【0133】

##### [ 乾燥時間 ]

乾燥工程での乾燥時間は、固形分が 80 重量% 以上となるまでの時間を指し、60 分間以下が好ましく、40 分間以下、30 分間以下、25 分間以下の順に好ましい。乾燥時間の下限値は、乾燥効率を考慮して 1 分間程度である。さらに、全乾燥時間は、120 分間以下であることが好ましく、100 分間以下、80 分間以下、60 分間以下の順により好ましい。乾燥時間が短いと、未乾燥物が生成し、後の粉碎工程時に詰まりが生じ得る。

40

#### 【0134】

##### [ 樹脂固形分 ]

上記ゲル粉碎工程で得られた粒子状含水ゲルは、上述した乾燥工程で乾燥され、乾燥重合体とされる。乾燥重合体の乾燥減量（粉末又は粒子 1 g を 180 で 3 時間加熱して測定）から求められる樹脂固形分は、好ましくは 80 重量% 以上であり、より好ましくは 85 ~ 99 重量% であり、さらに好ましくは 86 ~ 98 重量% である。

50

## 【 0 1 3 5 】

## &lt; 後架橋工程 &gt;

本工程は、重合後の含水ゲル、及びノ又はその乾燥物に吸水性樹脂の官能基（特にカルボキシル基）と反応する後架橋剤を添加して架橋反応させる工程である。主として、吸水性樹脂粒子の表面から架橋されるため、表面架橋、又は2次架橋とも呼ばれる。一例として、本工程において、粒状含水ゲル及びノ又は粒状乾燥物に後架橋剤を添加して反応させる。本工程は、後架橋剤添加工程と、熱処理工程とを有し、必要に応じて熱処理工程後に冷却工程を有していてもよい。

## 【 0 1 3 6 】

## &lt; 整粒工程 &gt;

本工程は、粒状乾燥物、又は後架橋された粒状乾燥物の粒度を調整する工程である。この整粒工程によって、粒子径、又は粒度分布がより積極的に制御された吸水性樹脂粉末が得られる。

10

## 【 0 1 3 7 】

好ましくは、整粒工程は、解砕ステップ及びノ又は分級ステップを含む。解砕ステップは、乾燥工程又は加熱処理工程を経て、緩く凝集した粒状乾燥物を解砕機で解して粒子径を整えるステップである。分級ステップは、分級機を用いて、粒状乾燥物若しくは後架橋された粒状乾燥物又は、それらの解砕物から粗大粒子及び微粉を除去する工程である。粉砕ステップのみで、粒子径及び粒度分布が制御された吸水性樹脂粉末を得る整粒工程が理想的である。吸水性樹脂粉末の粒子径及び粒度分布によって、吸水性能、取り扱い性、及びおむつや生理用品等の衛生材料に適用した際の使用感が変動するため、上記の整粒工程を経て、所望の粒子径及び粒度分布の吸水性樹脂粉末を得ることが好ましい。

20

## 【 0 1 3 8 】

## &lt; その他の工程 &gt;

吸水性樹脂粉末の製造方法には、上述の工程以外にも、冷却工程、単量体水溶液の調製工程、各種添加剤の添加工程、微粉除去工程及び微粉リサイクル工程を含んでいてもよい。さらに、他の公知の工程を含んでいてもよい。

## 【 0 1 3 9 】

## 〔 実施形態 2 〕

本開示の他の実施形態について、以下に説明する。なお、説明の便宜上、上記実施形態にて説明した部材と同じ機能を有する部材については、同じ符号を付記し、その説明を省略する。

30

## 【 0 1 4 0 】

## （ 予測システム 1 0 0 0 a の構成 ）

例えば、予測装置 1 0 0 は、吸水性樹脂粉末の製造工程に含まれる重合工程の前、重合工程と乾燥工程との間、及び乾燥工程の後の少なくともいずれかにおいて中間生成物の近赤外吸収スペクトルを測定し、上記工程の任意の段階の中間生成物（又は完成した樹脂粉末）の物性に関連する予測情報を出力してもよい。

## 【 0 1 4 1 】

また、樹脂粉末の製造方法において、予測装置 1 0 0 が出力する予測情報に基づき、吸水性樹脂粉末のいずれか 1 以上の製造工程において、その製造条件が制御されてもよい。

40

## 【 0 1 4 2 】

また、樹脂粉末の製造方法を制御するために、予測装置 1 0 0 が出力する予測情報を使用してもよい。

## 【 0 1 4 3 】

さらに、樹脂粉末の製造工程に含まれる任意の処理工程を実行するいずれかの製造装置（図 1 の外部装置 4 に対応）が、予測装置 1 0 0 から出力された予測情報に基づいて制御されてもよい。この様な構成を備える予測システム 1 0 0 0 a について、図 8 について説明する。図 8 は、本開示の別の実施形態に係る予測システム 1 0 0 0 a の構成の一例を示すブロック図である。

50

## 【0144】

図8において、予測システム1000aは、予測装置100、近赤外分光光度計3a~3f、及び外部装置4a~4eを備えている。予測装置100は、近赤外分光光度計3a~3f、及び外部装置4a~4eと接続されている。外部装置4a~4eは、一例として、各工程（重合工程、粉碎工程等）を行うための制御装置である。

## 【0145】

ここでは、一例として、吸水性樹脂粉末のゲルD50が予測される場合を説明する。ゲルD50は、例えば、ゲル粉碎工程の後に測定される吸水性樹脂粉末の物性である。図8において、外部装置4bがゲル粉碎工程を制御する装置であり、近赤外分光光度計3cがゲル粉碎工程後の近赤外吸収スペクトルを測定する、近赤外分光光度計である場合を想定する。

10

## 【0146】

まず、近赤外分光光度計3cは、測定した粒子状含水ゲルの近赤外吸収スペクトルを、予測装置100に出力する。予測装置100は、取得した近赤外吸収スペクトルに対して、予測モデルに基づき前処理を行う。前処理としては、一例として、外れ値除去処理及び平均化処理が挙げられる。予測装置100は、予測モデルに基づいて、前処理済の近赤外吸収スペクトルからゲルD50を予測する。予測装置100は、一例として、予測結果を外部装置4cに出力する。外部装置4cは、例えば、乾燥工程を制御する装置であってもよい。

## 【0147】

例えば、予測装置100が、ゲルD50の大きさが所定の値よりも大きいと予測した場合、乾燥工程を制御する外部装置4cは、所定よりも高温の条件で樹脂粉末を加熱するよう制御する等、工程における条件を変更してもよい。

20

## 【0148】

また、予測装置100が、ゲルD50の大きさが所定の値よりも大きいと予測した場合、ゲル粉碎工程を制御する外部装置4bは、所定よりもゲル粉碎負荷を上げてよい。具体的には、外部装置4bは、ゲルに対して、より高せん断がかかるように、回転数を速くするよう制御する等、工程における条件を変更してもよい。

## 【0149】

他の例としては、例えば、最終製品物性のCRCが、製品規格に対して高くなると予測装置100が予測した場合は、重合工程における架橋剤量を減らす制御を行うことが挙げられる。また、例えば、最終製品物性のAAPが製品規格に対して低い場合は、後架橋工程の処理剤組成を変更する制御を行うことが挙げられる。

30

## 【0150】

本実施形態において、予測装置100は、複数ある近赤外分光光度計のうち、どの近赤外分光光度計から取得した近赤外測定データであるかを識別できてもよい。一例として、予測装置100は、予測システム1000a内の各近赤外分光光度計のMACアドレスと、各近赤外分光光度計の設置場所とを予め取得しておく。一例として、図9にMACアドレスと、近赤外分光光度計との対応表を示す。このように、近赤外測定データを取得する際、近赤外分光光度計のMACアドレスを共に取得することにより、予測システム1000a内のどの工程における近赤外測定データであるかを、予測装置100が識別することができる。

40

## 【0151】

このような構成を備える予測システム1000aは、樹脂粉末を製造する各工程における中間生成物の物性（例えば、ゲル粒子径等の粉碎ゲル物性）または最終製品である樹脂粉末の物性（例えば、上述したCRCやAAP）を短時間に精度よく予測することができる。予測情報を、樹脂粉末を製造する製造工程の各処理を実行する製造装置（外部装置4a~4e）の制御に利用すれば、各製造工程における物性操作因子をリアルタイムに調整でき、スベックアウト品の発生を効果的に抑制することができる。

## 【0152】

50

また、近赤外分光光度計 3 a ~ 3 f は、一般的に安価（少なくともラマン分光計に比して安価）である。それゆえ、樹脂紛体の製造工程に、複数の近赤外分光光度計 3 a ~ 3 f を配置するための費用を低く抑えることも可能である。

【 0 1 5 3 】

〔ソフトウェアによる実現例〕

実施形態 1 及び実施形態 2 に記載の予測装置 1 0 0 の制御ブロック（特に制御部 1 0 ）は、集積回路（IC チップ）等に形成された論理回路（ハードウェア）によって実現してもよいし、ソフトウェアによって実現してもよい。

【 0 1 5 4 】

後者の場合、予測装置 1 0 0 は、各機能を実現するソフトウェアであるプログラムの命令を実行するコンピュータを備えている。このコンピュータは、例えば 1 つ以上のプロセッサを備えていると共に、上記プログラムを記憶したコンピュータ読み取り可能な記録媒体を備えている。そして、上記コンピュータにおいて、上記プロセッサが上記プログラムを上記記録媒体から読み取って実行することにより、本開示の目的が達成される。上記プロセッサとしては、例えば CPU（Central Processing Unit）を用いることができる。上記記録媒体としては、「一時的でない有形の媒体」、例えば、ROM（Read Only Memory）等の他、テープ、ディスク、カード、半導体メモリ、プログラマブルな論理回路等を用いることができる。また、上記プログラムを展開する RAM（Random Access Memory）等をさらに備えていてもよい。また、上記プログラムは、該プログラムを伝送可能な任意の伝送媒体（通信ネットワークや放送波等）を介して上記コンピュータに供給されてもよい。なお、本開示の一態様は、上記プログラムが電子的な伝送によって具現化された、搬送波に埋め込まれたデータ信号の形態でも実現され得る。

【 0 1 5 5 】

本開示は上述した各実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能であり、異なる実施形態にそれぞれ開示された技術的手段を適宜組み合わせ得られる実施形態についても本開示の技術的範囲に含まれる。

【実施例】

【 0 1 5 6 】

本開示の一実施例について以下に説明する。なお、近赤外線吸収スペクトル測定に供する試料の物性を調整するために、前記記載の重合工程、ゲル粉碎工程、乾燥工程、後架橋工程、整粒工程及びその他工程の条件を適宜変更し、測定対象の試料を得た。後述する重合工程では、例えば内部架橋剤であるポリエチレングリコールジアクリレート量を変更した。後述するゲル粉碎工程では、例えば多孔板の孔径の変更を行った。後述する乾燥工程では、例えば乾燥時間を変更した。さらに、後述する後架橋工程では、例えば後架橋剤種や使用量の変更、さらには熱処理時の温度及び時間の変更を行った。

【 0 1 5 7 】

< 吸水性樹脂（SAP）の作製 >

〔重合工程〕

内径 5 0 mm、容量 1 2 0 mL のポリプロピレン製容器にアクリル酸 2 3 . 2 g、ポリエチレングリコールジアクリレート（重量平均分子量（Mw）5 2 3 Da）0 . 1 3 5 g（0 . 0 8 0 モル%）、2 . 0 重量%のジエチレントリアミン 5 酢酸・3 ナトリウム水溶液 0 . 0 7 1 g、イオン交換水 2 2 . 2 g 及び 4 8 . 5 重量%の水酸化ナトリウム水溶液 9 . 6 g を混合し、溶液（A）を調製した。

【 0 1 5 8 】

マグネチックスターラーを用いて攪拌しながら、4 5 に調温した上記溶液（A）に 4 8 . 5 重量%の水酸化ナトリウム水溶液 9 . 8 g を開放系で約 5 秒間かけて加えて混合し単量体水溶液（1）を調製した。なお、該混合の過程で発生した中和熱及び溶解熱によって、該単量体水溶液（1）の液温が約 8 0 まで上昇した。

【 0 1 5 9 】

その後、得られた単量体水溶液（1）の温度が 7 8 になった時点で、4 . 5 重量%の

過硫酸ナトリウム水溶液 1.01 g を加え、約 3 秒間攪拌した。その後、得られた反応液 (1) をステンレス製シャーレ内に開放系で注いだ。

【0160】

上記ステンレス製シャーレのサイズは、内径 88 mm 及び高さ 20 mm であった。なお、上記ステンレス製シャーレの表面温度を、ホットプレート (NEO HOT PLATE H1-1000、(株)井内盛栄堂製) を用いて、予め 50 まで加熱した。

【0161】

上記反応液 (1) の供給後、速やかに、排気口を有するガラス製容器でステンレス製シャーレを覆い、ケース内の圧力が 85 kPa になるように真空ポンプで吸引した。なお、ケース外の圧力は 101.3 kPa (常圧) であった。

10

【0162】

上記反応液 (1) が上記ステンレス製シャーレに注がれた後、しばらくして重合が開始された。該重合は、水蒸気を発生しながら上方に向かって四方八方に膨張発泡しながら進行し、その後、底面よりもやや大きなサイズにまで収縮した。この膨張収縮は約 1 分以内に終了した。重合容器 (すなわち、ガラス製容器でステンレス製シャーレを覆ったもの) 内に 3 分間保持した後、含水ゲル状架橋重合体 (以下、「含水ゲル」と称する) (1) を取り出した。

【0163】

〔ゲル粉碎工程〕

得られた含水ゲル (1) を、以下の仕様を有するスクリュウ押出機 (ミートチョッパー) でゲル粉碎した。上記スクリュウ押出機は、その先端部に多孔板を備え、該多孔板の直径は 82 mm、孔径 8.0 mm、孔数 33 個、厚み 9.5 mm であった。またゲル粉碎の条件として、含水ゲル (1) の投入量は約 360 g/分、ゲル投入と並行して 90 の脱イオン水を 50 g/分で添加しながら、ゲル粉碎を行った。このゲル粉碎された粒子状含水ゲル (1) を後述するゲル D50 の評価に用いた。

20

【0164】

〔乾燥工程〕

上記ゲル粉碎された粒子状含水ゲル (1) を目開き 850  $\mu$ m のステンレス製金網上に広げ、190 で 30 分間熱風乾燥を行った。続いて、該乾燥操作で得られた乾燥重合体 (1) をロールミル (有限会社井ノ口技研社製、WML 型ロール粉碎機) で粉碎した後、目開き 710  $\mu$ m 及び目開き 175  $\mu$ m の JIS 標準篩を用いて分級し吸水性樹脂粉末 (1) を得た。

30

【0165】

〔後架橋工程〕

上記吸水性樹脂粉末 (1) 100 g に、エチレングリコールジグリシジルエーテル 0.025 g、エチレンカーボネート 0.3 g、プロピレングリコール 0.5 g 及び脱イオン水 2.0 g からなる表面架橋剤溶液を噴霧して混合した。この混合物を 200 で 35 分間加熱処理することにより、表面架橋された吸水性樹脂粉末 (2) を得た。

【0166】

上記の一連の操作により、不定形破砕状の吸水性樹脂粉末 (1) 及び (2) を得た。この吸水性樹脂粉末を後述する CRC、AAP、SFC、D50 及び含水率 (固形分) の評価に用いた。

40

【0167】

< 吸水性樹脂の測定 >

近赤外吸収スペクトルの測定機器及び条件は下記の通りである。

【0168】

(i) 機器: FT-NIR N I R F l e x (商標登録) N-500 (BUCHI 製)

測定波長: 800 ~ 2500 nm

測定方式: 拡散反射測定

(ii) 機器: IRMA 5184S (株式会社チノー製)

50

測定波長（8波長）：1320、1460、1600、1720、1800、1960、2100、2310 nm

測定方式：近赤外吸収式。

【0169】

< 吸水性樹脂粉末の各物性における予測装置の性能評価 >

得られた近赤外吸収スペクトルの波長データを特徴量とし、測定した試料の物性情報を目的変数として、PCR又はPLS (Partial Least Square) 回帰分析法により、これらの関係式を求めた。以下に吸水性樹脂粉末の物性(1)ゲルD50、(2)CRC、(3)AAP、(4)SFC、(5)D50及び(6)固形分それぞれについて、予測装置の性能を評価した。

10

【0170】

評価に用いるデータセットは、近赤外測定データと、該近赤外測定データに対応付けられている物性と、の組合せを複数個含む。データセットを学習データと、検証データとに分割して評価に用いる。ここで、学習データは、近赤外吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性の実測値とを含むデータであり、事前の機械学習に用いるためのデータである。また、検証データとは、学習データに含まれていないデータである。本実施例では、評価に用いるデータセットをランダムに分割し、学習データに対してPLS又はPCRによる予測モデルを作成した。

【0171】

まず、複数の吸水性樹脂粉末(1)及び(2)の近赤外吸収スペクトルと、物性とを測定し、近赤外吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせをN個含んだデータセットを用意する。データセットを、学習データと検証データとに分割して、80%の組み合わせを学習用、残り20%の組み合わせを検証用にした。

20

【0172】

以下に、各物性についてプロットしたグラフを示す。各グラフにおいて、「training」で示すデータは、学習データであり、「test」で示すデータは、検証データである。グラフ内の点線は、物性の実測値と、物性の予測値とが完全に一致するときを得られる真の回帰直線を示す。学習データ及び検証データの物性の実測値に対する物性の予測値をプロットした。各グラフにおいて、実測値と予測値とをプロットした点が回帰直線に近いほど、予測装置の性能が高いと判断できる。

30

【0173】

(1)ゲルD50

データセットは近赤外測定吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせを36個有する。データセットを、学習データと検証データとにランダム分割して、80%を学習用、20%を検証用に用いた。学習データに対してPCRによる予測モデルを作成した。図10は、ゲルD50の実測値に対する予測値を、80~190 μmの範囲においてプロットしたグラフである。

【0174】

(2)CRC

データセットは近赤外測定吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせを79個有する。データセットを、学習データと検証データとにランダム分割して、80%を学習用、20%を検証用に用いた。学習データに対してPLSによる予測モデルを作成した。図11は、CRCの実測値に対する予測値を、24~31 g/gの範囲においてプロットしたグラフである。

40

【0175】

(3)AAP

データセットは近赤外測定吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせを69個有する。データセットを、学習データと検証データとにランダム分割して、80%を学習用、20%を検証用に用いた。学習データに対してP

50

LSによる予測モデルを作成した。図12は、AAPの実測値に対する予測値を、24.5 ~ 27 g / g の範囲においてプロットしたグラフである。

【0176】

(4) SFC

データセットは近赤外測定吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせを64個有する。データセットを、学習データと検証データとにランダム分割して、80%を学習用、20%を検証用に用いた。学習データに対してPLSによる予測モデルを作成した。図13は、SFCの実測値に対する予測値を、20 ~ 110 ( $\times 10^{-7} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1}$ ) の範囲においてプロットしたグラフである。

【0177】

(5) D50

データセットは近赤外測定吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせを90個有する。データセットを、学習データと検証データとにランダム分割して、80%を学習用、20%を検証用に用いた。学習データに対してPLSによる予測モデルを作成した。図14は、D50の実測値に対する予測値を、250 ~ 450  $\mu\text{m}$  の範囲においてプロットしたグラフである。

【0178】

(6) 含水率 (固形分率)

データセットは近赤外測定吸収スペクトルと、該近赤外吸収スペクトルに対応付けられている物性との組み合わせを29個有する。データセットを、学習データと検証データとにランダム分割して、80%を学習用、20%を検証用に用いた。学習データに対してPLSによる予測モデルを作成した。図15は、含水率の実測値に対する予測値を96.5 ~ 98.5 wt% の範囲においてプロットしたグラフである。固形分は、100 - 含水率 (重量%) によって求められるため、本グラフは、固形分率における実測値に対する予測値を示すものとも言える。

【0179】

< 評価結果 >

いずれの物性においても、予測値は、実測値とよい相関を示した。また、学習データに含まれていない検証データについても、学習データと同様の精度で各物性が予測できており、予測装置100が良好な性能を有することが示された。

【符号の説明】

【0180】

100 予測装置

11 測定データ取得部

13 予測部

22 予測モデル

23 物性情報

10

20

30

40

50