



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116368370 A

(43) 申请公布日 2023. 06. 30

(21) 申请号 202180070148.0

(22) 申请日 2021.10.12

(30) 优先权数据

2020-172722 2020.10.13 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2023.04.13

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2021/037735 2021.10.12

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/080367 JA 2022.04.21

(71) 申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

(72) 发明人 野田敦裕 堀江一司 中谷香织

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事  
务所(普通合伙) 11277

专利代理师 刘新宇 李靖

(51) Int.Cl.

G01N 21/359 (2006.01)

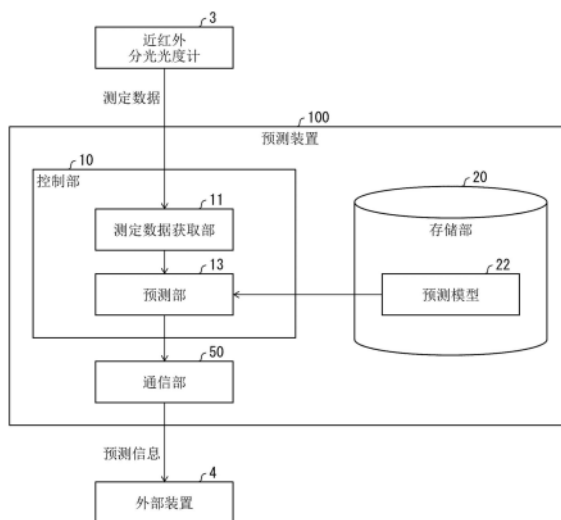
权利要求书2页 说明书19页 附图13页

(54) 发明名称

预测方法、预测装置

(57) 摘要

在树脂粉末的制造工序中,根据近红外吸收光谱来预测吸水性树脂粉末的物性。预测装置(100)具备:测定数据获取部(11),其获取近红外测定数据;以及预测部(13),其将近红外测定数据及基于近红外测定数据生成的1种以上加工数据之中的至少一类输入到预测模型,并且输出与该树脂粉末的物性相关的预测信息。



1. 一种预测方法，  
其是预测树脂粉末的物性的预测方法，  
所述树脂粉末是以下任一方：吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物，  
所述预测方法包括：  
近红外测定数据获取步骤，获取近红外测定数据，其中该近红外测定数据示出所述树脂粉末的近红外吸收光谱；以及  
预测步骤，将两类数据中的至少一类输入到预测模型，并且输出与该树脂粉末的物性相关的预测信息，其中该两类数据为所述近红外测定数据、以及基于所述近红外测定数据而生成的1种以上加工数据。
2. 根据权利要求1所述的预测方法，  
所述预测模型由机器学习生成，所述机器学习将以下至少一种组合用作了学习数据：  
组合(1)，其由近红外测定数据和与该近红外测定数据对应的最终产物的物性信息组成，其中，该近红外测定数据包括过去制造过而物性已知的多种既制树脂粉末的近红外吸收光谱；及  
组合(2)，其由另一近红外测定数据和与该另一近红外测定数据对应的中间产物的物性信息组成，其中，该另一近红外测定数据包括各种既制树脂粉末的制造工序中生成过而物性已知的多种既生成中间产物的近红外吸收光谱。
3. 根据权利要求2所述的预测方法，其中，  
所述预测模型使用线性回归及非线性回归之中的任一者来生成。
4. 根据权利要求2或3所述的预测方法，其中，  
所述预测模型使用主成分回归及偏最小二乘回归之中的任一者来生成。
5. 根据权利要求1~4中任一项所述的预测方法，  
其包括生成所述加工数据的预处理步骤，  
所述预处理步骤中，进行离群值清除处理、平均化处理、波长范围选择处理、及微分处理之中的任一者以上。
6. 根据权利要求1~5中任一项所述的预测方法，其中，  
所述预测信息包括以下中至少任一者：  
(1) 作为所述中间产物的含水凝胶的质均粒径(凝胶D50)、  
(2) 所述树脂粉末的无加压下吸收倍率(CRC)、  
(3) 所述树脂粉末的加压下吸收倍率(AAP)、  
(4) 所述树脂粉末的食盐水导流性(SFC)、  
(5) 所述树脂粉末的质均粒径(D50)、及  
(6) 所述树脂粉末的固体成分含量或固体成分率。
7. 根据权利要求1~6中任一项所述的预测方法，  
所述树脂粉末的所述制造工序包括聚合工序及干燥工序，  
所述近红外吸收光谱在以下至少任一阶段测定：所述聚合工序之前、所述聚合工序与所述干燥工序之间、及所述干燥工序之后，  
基于所述预测步骤中输出的所述预测信息，对所述树脂粉末的制造工序中使用的1个

以上的任意制造装置进行控制。

8. 一种预测装置，

其是预测树脂粉末的物性的预测装置，

所述树脂粉末是以下任一方：吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物，

所述预测装置具备：

测定数据获取部，其获取近红外测定数据，其中该近红外测定数据示出就所述树脂粉末而测得的近红外吸收光谱；以及

预测部，其将两类数据中的至少一类输入到预测模型，并且输出与该树脂粉末的物性相关的预测信息，其中该两类数据为所述近红外测定数据、以及基于所述近红外测定数据而生成的1种以上加工数据。

9. 一种树脂粉末的制造方法，

其包括聚合工序及干燥工序，其中，

基于由权利要求1~7中任一项所述的预测方法而得到的预测信息，在所述树脂粉末的1个以上的任意制造工序中，对该制造工序的制造条件进行控制。

10. 权利要求1~7中任一项所述的预测信息在树脂粉末的制造方法的控制上的运用。

11. 一种测定方法，

其测定权利要求1~6中任一项所述的预测方法中所用的树脂粉末的近红外吸收光谱，所述测定方法包括：

向所述树脂粉末照射红外线的步骤；以及

根据对来自所述树脂粉末的反射光及透射光之中的至少一者所测得的测定值来计算所述树脂粉末的近红外吸收光谱的步骤，

所述树脂粉末是以下任一方：吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物。

## 预测方法、预测装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种预测吸水性树脂粉末的物性的预测方法及预测装置。

### 背景技术

[0002] 吸水性树脂(Super Absorbent Polymer,以下简记为“SAP”)是水溶胀性及不溶性水的树脂。SAP多为粉末状(或颗粒状)。作为吸水性树脂的性能,已知的有吸水倍率(CRC)、负荷下吸水倍率(AAP)、吸水速度、SFC(生理盐水导流性)等。根据所用的用途,具体根据所用的卫生材料的种类及构成,所要求的物性值及其范围也不同,因此,要求一种随最终产品的形态而示出各种各样物性值的SAP。

[0003] 为了确认SAP粉末的物性,每种物性测定项目需要采用不同测定方法,并且各测定需要一定时间。在SAP的制造中,难以实时把握各工序中SAP的物性值,因此可能生产出不合格的产品。即SAP制造的产率可能降低。

[0004] 专利文献1揭载了一种针对吸水性树脂运用特定的拉曼光谱来预测吸水性树脂物性的方法。

(现有技术文献)

[0005] 专利文献1:国际公布第2020/109601号

### 发明内容

(发明要解决的问题)

[0006] 拉曼光谱的测定中,将特定的单一波长光照射到对象试料,测定特定范围波数的散射光。由于这样的照射光的特性,拉曼光谱不易受到测定对象的粒径的影响。因此,拉曼光谱不适用于准确测定所测对象的粒径。

[0007] 与此相对,采用近红外吸收光谱的方法则是向对象试料照射多个波长或连续光谱的近红外光(通常为波长750nm~2500nm),并且测定透射、吸收、折射、反射、散射的光,因此能够进行包括对象试料的粒径信息在内的测定。另外,与拉曼光谱测定相比,使用近红外光时,能够在更宽的波长范围进行测定,因此能够得到对象试料更准确的平均信息。

[0008] 本发明的一个方面的目的是在吸水性树脂粉末的制造工序中,根据近红外吸收光谱来预测吸水性树脂粉末的物性。

(用以解决问题的技术手段)

[0009] 为解决上述课题,本发明的一个方面的预测方法是预测树脂粉末的物性的方法(注:所述树脂粉末是指以下任一方:吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物),所述预测方法包括:测定数据获取步骤,获取近红外测定数据,其中该近红外测定数据示出所述树脂粉末的近红外吸收光谱;以及预测步骤,将两类数据中的至少一类输入到预测模型,并且输出与该树脂粉末的物性相关的预测信息,其中该两类数据为所述近红外测定数据和基于所述近红外测定数据而生成的1种以上加工数据。

[0010] 另外,为解决上述课题,本发明的一个方面的预测装置是预测树脂粉末的物性的

预测装置(注:所述树脂粉末是指以下任一方:吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物),所述预测装置具备:测定数据获取部(获取测定数据,该测定数据示出就所述树脂粉末而测得的近红外吸收光谱)、以及预测部(将1种以上加工数据两类数据中的至少一类输入到预测模型,并且输出与该树脂粉末的物性相关的预测信息,其中该两类数据为所述近红外测定数据、及基于所述近红外测定数据而生成的1种以上加工数据)。

(发明的效果)

[0011] 通过本发明的一个方面,实现能够根据近红外吸收光谱来预测吸水性树脂粉末的物性的效果。

## 附图说明

[0012] 图1是具备本发明实施方式1之预测装置的预测系统的一例结构框图,其。

图2是预测装置的主要部分的一例结构功能框图。

图3是由预测装置执行的处理流程的流程图。

图4是生成预测模型的预测装置的主要部分的一例结构功能框图。

图5示出近红外测定数据的数据构造。

图6示出物性信息的数据构造。

图7是由执行机器学习的预测装置所进行的处理流程的流程图。

图8是本发明的实施方式2中的预测系统的一例框图。

图9是示出本发明的实施方式2之预测装置所获取的MAC地址与近红外分光光度计之间的对应的表。

图10是示出凝胶D50的实测值与预测值之间的关联性的图表。

图11是示出CRC的实测值与预测值之间的关联性的图表。

图12是示出AAP的实测值与预测值之间的关联性的图表。

图13是示出SFC的实测值与预测值之间的关联性的图表。

图14是示出D50的实测值与预测值之间的关联性的图表。

图15是示出含水率(固体分量)的实测值与预测值之间的关联性的图表。

## 具体实施方式

[0013] (实施方式1)

以下,对本发明的实施方式进行详细说明。

[0014] (预测系统1000的结构)

首先,通过图1,对具备本发明的一实施方式的预测装置100的预测系统1000结构进行说明。图1是预测系统1000的一例结构框图。

[0015] 预测系统1000具备预测装置100、近红外分光光度计3、及外部装置4。

[0016] 预测装置100具备CPU1及存储器2。如图1所示,预测装置100可以以能够与近红外分光光度计3及外部装置4通信的方式,与近红外分光光度计3及外部装置4连接着。预测装置100与近红外分光光度计3之间的通信可以是近距离无线通信、有线连接、及通过因特网等网络来进行的通信。或者,预测装置100与近红外分光光度计3之间的通信也可以通过USB

端子等连接器来直接连接。预测装置100与外部装置4之间的通信也类似于预测装置100与近红外分光光度计3之间的通信。

[0017] 图1所示的情况中,以能够与预测装置100通信的方式与预测装置100连接着的近红外分光光度计3及外部装置4虽各示出了一个,但不限于此。以能够与预测装置100通信的方式与预测装置100连接着的近红外分光光度计3及外部装置4既可各为1个,也可各为多个。

[0018] 预测装置100将以下两类数据的至少任一类输入到预测模型,并输出与树脂粉末的物性相关的预测信息,该两类数据为:从近红外分光光度计3获取的、示出近红外吸收光谱的近红外测定数据;及基于近红外测定数据而生成的1种以上加工数据。本说明书中,“示出近红外吸收光谱的测定数据”也简记为近红外吸收光谱(近红外测定数据)。

[0019] 近红外分光光度计3测定将近红外线照射到树脂粉末时从该树脂粉末反射的光及该树脂粉末的透射光,并且算出表达该树脂粉末之近红外线吸收特性的近红外吸收光谱。其中,近红外线是指具有750~2500nm的波长范围的光。关于近红外吸收光谱将后述。

[0020] 外部装置4可以是接收由预测装置100输出的预测结果的任意装置。作为一例,外部装置4可以是任意的显示装置,或也可以是对树脂粉末的制造工序进行管理的管理者所使用的计算机。或者,外部装置4也可以是用以执行树脂粉末的制造工序中的处理的任意制造装置。

[0021] (预测装置100的结构)

以下,通过图2,对使用预测模型22来预测吸水性树脂粉末(以下,也简记为“树脂粉末”)物性的预测装置100的结构进行说明。图2是预测装置100的主要部分的一例结构功能框图。

[0022] 其中,可通过将下列(1)及(2)的至少任一者用作学习数据的机器学习处理,来生成预测模型22。

[0023] 组合(1),其由近红外测定数据和与该近红外测定数据对应的最终产物的物性信息组成,其中,该近红外测定数据包括过去制造过而物性已知的多种既制树脂粉末的近红外吸收光谱。

[0024] 组合(2),其由另一近红外测定数据和与该另一近红外测定数据对应的中间产物的物性信息组成,其中,该另一近红外测定数据包括各种既制树脂粉末的制造工序中生成过而物性已知的多种既生成中间产物的近红外吸收光谱。

[0025] 在一例中,可将已完成了学习的预测模型22预先导入到预测装置100。或者,预测装置100可还具备进行机器学习处理的功能,所述机器学习处理将上述(1)及(2)的至少任一者用作学习数据。

[0026] 预测装置100通过使用由这样的机器学习所生成的预测模型22,能够根据近红外吸收光谱,来对被测定了该近红外吸收光谱的树脂粉末进行其物性的准确预测。关于预测模型22的生成方法将后述。

[0027] 如图2所示,预测装置100具备:用以对预测装置100的各部分进行整体控制的控制部10、用以存储供控制部10所用的各种数据的存储部20、及用以向外部装置4输出预测结果的通信部50。控制部10与图1的CPU1对应,存储部20与图1的存储器2对应。

[0028] 通信部50用以与外部装置4进行数据通信。预测装置100与外部装置4之间的通信

可以是近距离无线通信、有线连接、及通过因特网等网络来进行的通信。或者，预测装置100与外部装置4之间也可通过USB端子等连接器来直接连接。

[0029] 控制部10具备测定数据获取部11及预测部13。

[0030] 测定数据获取部11从近红外分光光度计3获取近红外吸收光谱。测定数据获取部11也可以将获取了的近红外吸收光谱作为近红外测定数据(未图示)存储在存储部20。或者，测定数据获取部11也可以根据该近红外测定数据来读取过去存储了的近红外吸收光谱，并用于后续预测。

[0031] 预测部13将近红外吸收光谱输入到后述的预测模型22，并且输出与树脂粉末的物性相关的预测信息。

[0032] 另外，预测部13也可以基于近红外吸收光谱来生成1种以上加工数据。其中，加工数据与近红外吸收光谱的直接数据不同，其是对近红外吸收光谱实施1个以上的规定的预处理而得到的数据。预测部13也可以对由测定数据获取部11所获取的近红外吸收光谱，进行由预测模型22所决定的预处理(预处理步骤)。预处理包括以下列举的处理中的至少一者。

- 离群值清除处理

离群值清除处理是指：对在树脂粉末的多个位置上测得的近红外吸收光谱进行相互比较时，检测较其他近红外线吸收光谱而言明显(有意义地)偏离的近红外吸收光谱，并除去该近红外吸收光谱。“在树脂粉末的多个位置上测得的”相当于指：向由树脂粉末构成且具有规定面积的测定对象试料的多个不同区照射测定光并进行测定。作为具体的离群值检测方法，可举出单类支持向量机处理(One Class SVM处理)、利用马哈拉诺比斯距离来进行的检测、LOF(Local Outlier factor, 局部异常因子算法)、多重比较法(Tukey法)、邻域法等。

- 平均化处理

平均化处理是指：根据在树脂粉末的多个位置上测得的多个近红外吸收光谱，来计算1个平均光谱数据。

- 波长选择处理

波长选择处理是指：选择要向后述预测模型22输入的光谱数据的波长范围。例如，波长范围处理中，可以针对每一种被测出了近红外吸收光谱的树脂粉末，各自选择其特征性吸收谱能得到体现的波长范围。

- 微分处理

微分处理是指：就波长来对光谱数据进行微分，从而生成微分数据。微分数据可以包括就波长来对光谱数据进行一次微分而得到的数据及进行二次微分而得到的数据。

- 基线校正处理

基线校正处理是指：使在树脂粉末的多个位置上测得的多个近红外吸收光谱的基线一致。

[0033] 以上列举的预处理仅为一例，预测部13所进行的预处理不限定为这些。例如，预测部13也可以对近红外吸收光谱进行以下列举的处理。

- 平滑处理(加权移动平均处理、平滑样条处理等)

- 差示光谱处理

- 标准化处理(SNV(Standard Normal Variate,标准正态变换)处理)
- 多元散射校正处理(MSC(Multiplicative Scatter Correction)处理)
- 通过主成分分析(PCA)来降维

其他也可进行分组及聚类。

[0034] 预测部13所进行的预测方法例如可以包括平均化步骤:在该树脂粉末的多个位置获取示出树脂粉末近红外吸收光谱的近红外测定数据,对获取了的多个近红外吸收光谱进行平均化处理,计算出平均光谱数据。预测步骤中,该平均光谱数据可作为加工数据被输入到预测模型22。或者,平均化步骤也可以是由预测模型22所决定的处理。

[0035] 预测部13所进行的预测方法例如还可以包括波长范围选择步骤:选择要向预测模型22输入的平均光谱数据的波长范围。另外,预测步骤中,该波长范围内的该平均光谱数据也可以作为加工数据被输入到预测模型22。另外,波长范围选择步骤也可以是由预测模型22所决定的处理。

[0036] 预测部13所进行的预测方法例如还可以包括微分数据生成步骤:就波长来对上述波长范围内的平均光谱数据进行微分,从而生成微分数据。另外,预测步骤中,该微分数据也可以作为加工数据被输入到预测模型22。另外,微分数据生成步骤也可以是由预测模型22所决定的处理。

[0037] (预测装置100所进行的处理)

以下,通过图3,对预测装置100所进行的处理进行说明。图3是预测装置100所进行的处理流程的流程图。

[0038] 首先,测定数据获取部11获取由近红外分光光度计3测定的近红外吸收光谱,即近红外测定数据(步骤S1:近红外测定数据获取步骤)。

[0039] 然后,预测部13从存储部20读取预测模型22(步骤S2)。

[0040] 预测部13将步骤S1获取了的近红外测定数据输入到预测模型22(步骤S3)。此时,预测部13可以基于预测模型22,对获取了的近红外吸收光谱进行上述预处理。预测部13可以进行上述预处理之中的1种,也可进行2种以上。预测部13所进行的预处理将在后文中具体举例来说明。

[0041] 然后,预测部13基于预测模型22,根据经预处理后的近红外测定数据、或未处理的近红外测定数据来对预测对象的物性进行预测(步骤S4:预测步骤)。

[0042] 通信部50将从预测部13输出了的示出预测结果的预测信息,输出到外部装置4(步骤S4)。

[0043] <预处理的例子>

这里,作为一例,具体举例说明根据制造树脂粉末的制造工序中的中间产物即含水凝胶的近红外吸收光谱来预测凝胶D50时的、由预测部13所进行的具体的预处理。

[0044] 预测部13对由测定数据获取部11获取了的多个近红外吸收光谱进行离群值检测处理(例如,One Class SVM等),以除去较其他近红外线吸收光谱而言明显偏离的近红外吸收光谱。

[0045] 然后,预测部13对剩余的多个近红外吸收光谱进行平均化处理,生成1个平均光谱数据。

[0046] 预测部13所进行的预处理也可以视近红外吸收光谱测定对象是制造树脂粉末的

制造工序中哪个阶段的产物,以及视预测对象是何种物性而不同。即,预测部13可以进行对光谱数据的波长范围进行选择的波长选择处理。或者,预测部13也可以进行就波长来光谱数据进行微分而生成微分数据的微分处理。或者,也可以组合进行这些处理。

[0047] 像这样,视近红外吸收光谱的测定对象是制造树脂粉末的制造工序中的哪个阶段产物,以及视预测对象的物性是何种物性,来进行适当的预处理,从而能够提高预测装置100的预测精度。

[0048] (预测装置100的结构)

接着,通过图4,对预测装置100的结构进行说明,该预测装置100进行用以生成预测模型22的机器学习。图4是生成预测模型22的预测装置100的主要部分的一例结构功能框图。为便于说明,对与图1中说明了的部件具有相同功能的部件赋予相同的附图标记并省略说明。预测装置100可以通过进行任意公知的监督机器学习,来生成预测模型22。

[0049] 控制部10具备测定数据获取部11、预测部13、及预测模型生成部18。

[0050] 测定数据获取部11获取近红外测定数据21内所含的、被预测模型生成部18指定的多个近红外吸收光谱(也称为近红外吸收光谱群),并且将该近红外吸收光谱群输出到预测部13。

[0051] 预测部13从预测模型生成部18读取由预测模型生成部18生成的候选预测模型(后述)。接着,将近红外测定数据21内所含的、被预测模型生成部18指定的近红外吸收光谱群,输入到候选预测模型,并且将就与此输入的近红外吸收光谱群相对应的物性群进行预测而得的预测结果,输出到预测模型生成部18。

[0052] 预测模型生成部18生成通过机器学习来进行学习·验证的候选预测模型。候选预测模型是指事前的机器学习尚未完成的预测模型。若完成了规定的机器学习且预测精度满足基准,则候选预测模型作为预测模型22而存储到存储部20。另外,预测模型生成部18从存储部20所具有的近红外测定数据21及物性信息23当中指定出需提供给机器学习的数据群。

[0053] 预测模型生成部18可以对下列(1)与(2)进行比较,从而计算模型评价指标。

[0054] (1)从预测部13输出的、由候选预测模型所预测的预测结果

(2)包含在从存储部20读取的物性信息23内的、与输入到候选预测模型的近红外吸收光谱群对应着的物性群。

其中,模型评价指标例如是指:用于对(1)所述的预测结果与(2)所述的包含在物性信息23内的物性群之间的误差进行评价的指标。模型评价指标可以是能够对预测结果的精度进行评价的任意指标,可以是均方误差,也可以是决定系数( $R^2$ )。

[0055] 预测模型生成部18基于模型评价指标,判断候选预测模型是否满足规定的评价基准。规定的评价基准是用于评价候选预测模型的预测精度而预先定好的任何基准。

[0056] 若候选预测模型满足规定的评价基准,则预测模型生成部18将该候选预测模型作为最佳预测模型存储在预测模型22。另一方面,若生成的候选预测模型不满足规定的评价基准,则预测模型生成部18对该候选预测模型进行更新。

[0057] “候选预测模型的更新”可以包括:以使预测结果与物性信息23所包含的物性之间的误差最小的方式,对候选预测模型的权重及超参数等进行更新从而更新候选预测模型;以及生成新的候选预测模型。候选预测模型的更新也可以采用误差反向传播算法等。

[0058] 物性信息23包括与近红外测定数据对应的最终产物的物性信息,该近红外测定数

据包括过去制造过而物性已知的多种既制树脂粉末的近红外吸收光谱在内的近红外测定数据。另外,物性信息23包括与另一近红外测定数据21对应的中间产物的物性信息,该另一近红外测定数据21示出了在各种既制树脂粉末的制造工序中生成过而物性已知的多种既生成中间产物的近红外吸收光谱。物性信息可以是后述的与吸水性树脂粉末的物性相关的信息。

[0059] 物性信息23也可以包括作为物性的:成为测定对象的树脂粉末的实测值或中间产物的实测值。另外,各物性可以被赋予有测定ID。物性信息23可以包括根据候选预测模型来生成预测模型22的机器学习上所使用的物性群。

[0060] 近红外测定数据21包括:成为测定对象的树脂粉末或中间产物的近红外吸收光谱的数据文件。该数据文件例如可以是csv文件及文本文件。另外,各近红外吸收光谱的数据文件可以分别被赋予有测定ID。近红外测定数据21可以包括根据候选预测模型来生成预测模型22的机器学习上使用的近红外吸收光谱群。

[0061] 这里,通过图5及6,对近红外测定数据21中包含的近红外吸收光谱与物性信息23中包含的物性之间的对应关系进行说明。

[0062] 图5示出近红外测定数据21的数据构造,图6示出物性信息23的数据构造。图5中,近红外测定数据21具有多个近红外吸收光谱的数据文件,各近红外吸收光谱的数据文件被赋予了测定ID。

[0063] 另外,图6中,物性信息23具有多种物性(实测值)的数据文件,各物性被赋予了测定ID。如图6所示,关于该测定ID,可以与前述近红外吸收光谱的数据文件所被赋予的测定ID相同,或者具有同一ID的近红外吸收光谱及物性信息也可以是对同一生成物所测定的结果。例如,图5中被赋予了测定ID“001”的近红外吸收光谱、与图6中被赋予了测定ID“001”的物性也可以是对同一树脂粉末或中间产物所测定的数据。

[0064] 预测部13使用由预测模型生成部18指定了的候选预测模型。预测部13也可以获取由预测模型生成部18指定了的近红外吸收光谱的测定ID,并将与从存储部20读取出的近红外吸收光谱群相对应的、具有与该测定ID相同测定ID的物性群,作为有关同一生成物的信息来进行比较。或者,从预测部13输出了的预测结果也可以被赋予与输入给候选预测模型近红外吸收光谱的测定ID相同的测定ID。预测模型生成部18可以将从预测部13输出了的预测结果、以及与从存储部20读取出的近红外吸收光谱群相对应的具有与该预测结果相同的测定ID的物性群,作为有关同一生成物的信息来进行比较。

[0065] 其中,赋予于近红外吸收光谱的测定ID与赋予于物性的测定ID也可以不同。各自的测定ID不同时,物性的测定ID与近红外吸收光谱的测定ID构成对应即可。

[0066] 预测模型22可以通过基于线性回归及非线性回归之中任一者的机器学习来生成。关于用以生成预测模型22的机器学习,例如,作为线性回归,可举出PLS(偏最小二乘回归)、PCR(主成分回归)、单回归、多重回归、脊回归、拉索回归、贝叶斯线性回归等。作为非线性回归的例子,可举出(卷积)神经网络、支持向量回归、k邻域法、及回归树等。也可以采用对以上列举的方法进行组合而得的集成学习。另外,预测模型22可以是对各种物性值进行数值预测的模型,也可以是对该物性值是否合格进行判断预测的模型。

[0067] 本发明中,优选采用基于PLS及PCR的机器学习来进行预测模型22的生成。

[0068] 预测模型22也可以决定需要对近红外吸收光谱施以的预处理。

[0069] (预测模型22的生成处理)

使用图7,对由预测装置100所进行的处理进行说明。图7是由执行机器学习的预测装置所进行的处理流程的流程图。这里,进行说明时所列举的例子中,预测装置100使用了近红外测定数据21和与该近红外测定数据21相对应的物性信息23的组合作为学习数据,从而生成预测模型22。

[0070] 首先,测定数据获取部11从存储部20读取近红外测定数据21所包含的、被预测模型生成部18指定了的近红外吸收光谱群,以供候选预测模型所用。另外,测定数据获取部11读取物性信息23所包含的、与近红外吸收光谱群对应着的物性群(步骤S11)。

[0071] 然后,预测模型生成部18生成候选预测模型,并且将该候选预测模型输出到预测部13(步骤S12)。

[0072] 预测部13将由测定数据获取部11获取的近红外吸收光谱群输入到候选预测模型(步骤S13)。

[0073] 预测部13就与输入给候选预测模型的近红外吸收光谱群相对应的物性群进行预测,并输出预测结果(步骤S14)。

[0074] 预测模型生成部18对与输入的近红外吸收光谱群对应着的物性群、和从预测部13输出的预测结果进行比较,计算模型评价指标(步骤S15)。

[0075] 预测模型生成部18基于模型评价指标来判断候选预测模型是否满足规定的评价基准(步骤S16)。若候选预测模型满足规定的评价基准(步骤S16为“是”),则预测模型生成部18将该候选预测模型作为最佳候选预测模型存储在预测模型22(步骤S19)。

[0076] 另一方面,若候选预测模型不满足评价基准(步骤S16为“否”),则预测模型生成部18对候选预测模型进行更新(步骤S12)。其中,预测模型生成部18在步骤S12中,也可以对不满足评价基准的候选预测模型的权重及超参数等进行更新,也可以生成新的候选预测模型。

[0077] 反复进行步骤S12~S16的处理,直至步骤S16为“是”。

[0078] 图7举例说明的处理中,预测模型生成部18生成1个候选预测模型,根据该1个候选预测模型,通过机器学习来生成预测模型22,但不仅限于此。例如,预测模型生成部18也可以生成多个候选预测模型。这种情况下,可以分别对每一候选预测模型执行图7所示的机器学习,然后将预测精度最高的候选预测模型作为最佳候选预测模型存储在预测模型22。另外,也可以采用具备了预处理能力的预测模型来进行机器学习。

[0079] (得到近红外吸收光谱的测定方法)

本发明的近红外吸收光谱的测定方法是:对上述预测装置100的预测方法上所要用到的树脂粉末的近红外吸收光谱进行测定的方法。所述测定方法包括:向所述树脂粉末照射近红外线的步骤、以及根据测定值来计算所述树脂粉末的近红外吸收光谱的步骤,其中,所述测定值是对来自该树脂粉末反射的光及透射光的至少任一者进行了测定而得的。所述树脂粉末是以下任一者:吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物。以下,对近红外吸收光谱进行说明。

[0080] (近红外吸收光谱)

这里,对预测装置100在树脂粉末的物性预测中所用的近红外吸收光谱进行说明。

[0081] <测定仪器>

近红外吸收光谱通过近红外分光法来测定,即通过将特定波长区域的近红外线照射到试料,并检测透射光或反射光。近红外吸收光谱例如可通过近红外分光光度计来测定。近红外分光光度计并无特别限定,例如,可以使用FT-NIR NIRFlex(注册商标)N-500系列及NIRMaster系列(BUCHI制造)、IRMA51系列及IRMD51系列(株式会社CHINO制造)、IR Tracer100NIR系统(岛津制作所制造)、Spectrum3 NIR(PerkinElmer制造)以及MATRIX系列FT-NIR分光仪(BRUKER制造)等。所得到的光谱数据的分析可使用市售的软件来进行。其中,不同制造商也有时将近红外分光光度计记作近红外多成分分析仪或近红外分析仪等。

[0082] <近红外线的波长>

近红外线是波长在750~2500nm波长区域的光。通过照射含有波长在所述波长区域的近红外线的光,来测定近红外线光谱。照射光的波长可以是近红外波长区域的全波长,也可以是所选择的1个以上的特定波长。本发明的近红外吸收光谱测定中,将上述照射光照射到测定对象吸水性树脂,并且测定透射、吸收、折射、反射、漫射的光,因此,不仅能够收集化学信息,还能够收集物理信息。换言之,测定受到测定对象试料的温度、测定光路中的气氛(有无蒸汽、有无氮气置换、气压等)、表面粗糙度、试料厚度、试料填充状态、测定的等待时间等的影响。因此,从预测精度的观点来看,获取近红外吸收光谱时,优选尽量在上述物理条件均一的条件下进行测定。另外,根据需要,也可以另行测定上述物理条件(例如所述试料温度),并且基于该测定值,来校正相应的近红外吸收光谱。

[0083] 本发明中,近红外吸收光谱可以在聚合工序之前、聚合工序与干燥工序之间、及干燥工序之后的至少任一时间点进行测定,预测步骤中输出的所述预测信息可以用于对树脂粉末的制造工序中所用的任1个以上制造装置进行控制。

[0084] 本发明中,使用近红外吸收光谱的优点可举出:(1)能够迅速得到分析结果,(2)是非接触且非破坏性分析,(3)能够同时对多成分进行定量分析,(4)能够测定物理量(粒度等),(5)操作容易。

[0085] (吸水性树脂粉末的物性)

本发明的预测方法输出与吸水性树脂粉末、及制造该吸水性树脂粉末的制造工序中生成的中间产物的这其中至少任一方的物性相关的预测信息。

[0086] 能够成为预测装置100之预测对象的物性可以包括以下(1)~(16)之中的至少任一类。

- [0087] (1)凝胶D50  
(2)CRC  
(3)AAP  
(4)SFC  
(5)T20、U20、K20  
(6)Vortex  
(7)D50  
(8)含水凝胶的含水率  
(9)固体成分率  
(10)Residual Monomers  
(11)FSR

- (12)FSC
- (13)Flow Rate
- (14)Density
- (15)Ext
- (16)凝胶Ext

能够预测装置100之预测对象的物性优选为(1)凝胶D50、(2)CRC、(3)AAP、(4)SFC、(6)Vortex、(7)D50、(8)含水凝胶的含水率、(9)固体成分率之中的至少任一类。

[0088] <吸水性树脂>

本发明中，“吸水性树脂”是指水溶胀性的不溶水性交联聚合物，其一般为颗粒状。另外，“水溶胀性”是指NWSP 241.0.R2(15)所规定的无加压下吸收倍率(CRC)为5g/g以上，“不溶水性”是指NWSP 270.0.R2(15)所规定的可溶分量(Ext)为50质量%以下。

[0089] 所述吸水性树脂可以根据其用途来适当设计，并无特别限定，优选是，具有羧基的不饱和单体进行交联聚合而得到的亲水性交联聚合物。另外，吸水性树脂无需全量(100重量%)都是聚合物形态，在维持上述性能的范围，吸水性树脂也可以是表面交联了的或含有添加剂的组合物。

[0090] 作为一例，“吸水性树脂”可以是“聚(甲基)丙烯酸(盐)”，其以作为重复单元的(甲基)丙烯酸及/或其盐为主成分。

[0091] “NWSP”表示“Non-Woven Standard Procedures-Edition2015”，是EDANA(European Disposales And Nonwovens Associations:欧洲无纺布工业协会)及INDA(Association of the Nonwoven Fabrics Industry:北美无纺布工业协会)在美国及欧洲统一并共同发布的、无纺布及其产品的评价方法，示出了吸水性树脂的标准测定方法。除特别说明外，本发明中依准“NWSP”来测定吸水性树脂的物性。

[0092] <凝胶D50>

凝胶D50是质均粒径，其是以作为中间产物的含水凝胶的固体分量所换算的。凝胶D50依准W02016/204302所述的方法来测定。本发明的凝胶D50是与W02016/204302所述的SolidD50相对应的值。

[0093] 本发明中，凝胶D50可以在聚合工序之后且干燥工序之前进行测定。若通过水溶液聚合来制造吸水性树脂，则凝胶D50在后述凝胶粉碎工序之后、或干燥工序之前进行测定。

[0094] <CRC> (NWSP241.0.R2(15))

“CRC”是Centrifuge Retention Capacity(离心分离保持容量)的简称，意指吸水性树脂的无加压下吸水倍率(也称为“吸水倍率”)。

[0095] 具体而言，是指：将吸水性树脂0.2g放入无纺布袋，然后，在过剩量的0.9重量%氯化钠水溶液中浸渍30分钟，使吸水性树脂自由溶胀，之后，用离心分离机(250G)除去水分而得到的吸水倍率(单位:g/g)。

[0096] <AAP> (NWSP242.0.R2(15))

“AAP”是Absorption Against Pressure的简称，意指吸水性树脂的加压下吸水倍率。

[0097] 具体而言，AAP是指：相对于过剩量的0.9重量%氯化钠水溶液，使吸水性树脂0.9g在2.06kPa(21g/cm<sup>2</sup>、0.3psi)负荷下溶胀1小时后的吸水倍率(单位:g/g)。其中，有时也将

负荷条件变更为4.83kPa(49g/cm<sup>2</sup>、0.7psi)来进行测定。

[0098] <SFC>

“SFC”是(Saline Flow Conductivity/生理盐水导流性)的简称,是指0.69重量%氯化钠水溶液相对于负荷2.07kPa下的吸水性树脂的渗液性(单位: $\times 10^{-7} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1}$ )。“SFC”依准美国专利第5669894号所记载的SFC试验方法来测定。

[0099] <T20>

“T20”是吸水时间,是1g树脂粉末吸收0.9重量%氯化钠水溶液20g所需的时间(单位:秒),依准美国公开专利公报US2012/0318046所记载的测定方法来测定。

[0100] <U20>

“U20”是指20分钟吸收量(单位:g/g),依准美国公开专利公报US2012/0318046所记载的测定方法来测定。

[0101] <K20>

“K20”是指20分钟有效透过率(单位:m<sup>2</sup>),依准美国公开专利公报US2012/0318046所记载的测定方法来测定。

[0102] <Vortex>

Vortex(吸水时间)按照以下过程来测定。首先,向预先制备的生理盐水(0.9质量%氯化钠水溶液)1000质量份中添加作为食品添加剂的食用蓝色1号(亮蓝)0.02质量份,然后将液温调整为30℃。

[0103] 然后,在容量100ml的烧杯中量取上述生理盐水50ml,用长度40mm、直径8mm的搅片,一边以600rpm搅拌,一边加入吸水性树脂2.0g。以投入吸水性树脂时为起始点,将直至吸水性树脂吸收生理盐水而覆盖了搅片为止的时间作为Vortex(吸水时间)(单位:秒)来测定。

[0104] <D50>

本发明中,“D50”是干燥工序中制造的树脂粉末的后述质均粒径。质均粒径(D50)以与美国专利第7638570号所记载的“(3) Mass-Average Particle Diameter (D50) and Logarithmic Standard Deviation of Particle Diameter Distribution”相同的方法来测定。

[0105] <含水凝胶的含水率及固体成分率>(NWSP230.0.R2)

含水凝胶的含水率及固体成分率是干燥前的含水凝胶的含水率及树脂固体成分率。含水凝胶的含水率及固体成分率可以在聚合工序之后且干燥工序之前进行测定。即,既可以是粉碎前的含水凝胶的含水率及固体成分率,也可以是粉碎后的颗粒状含水凝胶的含水率及固体成分率。

[0106] 含水凝胶的含水率依准NWSP来测定。其中,测定时,将试料的质量变更为2.0g,将干燥温度变更为180℃,将干燥时间变更为24小时。具体而言,在底面直径50mm的铝杯中加入含水凝胶2.0g,然后,正确称量试料(含水凝胶与铝杯)的总质量W1(g)。然后,将上述试料静置在气氛温度设定为了180℃的烘箱内。经过24小时后,将该试料从上述烘箱取出,正确称量总质量W2(g)。将提供给本测定的含水凝胶的质量设为M(g),按照(式1),求取含水凝胶的含水率(100- $\alpha$ )(质量%)。其中, $\alpha$ 是含水凝胶的固体成分率(质量%)。

[0107] (100- $\alpha$ )(质量%) = {(W1-W2)/M}  $\times$  100  $\cdot \cdot \cdot$  (式1)。

[0108] <凝胶CRC>

“凝胶CRC”是干燥前的含水凝胶的CRC。凝胶CRC可以在聚合工序之后且干燥工序之前进行测定。即,既可以是粉碎前的含水凝胶的CRC,也可以是粉碎后的颗粒状含水凝胶的CRC。

[0109] 具体而言,“凝胶CRC”是指:将含水凝胶0.6g放入无纺布袋,然后,在过剩量的0.9重量%氯化钠水溶液中浸渍24小时,使吸水性树脂自由溶胀,之后,用离心分离机(250G)除去水分而得到的吸水倍率(单位:g/g)。

[0110] <Ext> (NWSP270.0.R2(15))

“Ext”是Extractables的简称,意指水可溶分量(水可溶成分量)。具体而言,将吸水性树脂1.0g添加到0.9重量%氯化钠水溶液200mL中并搅拌16小时后的溶解聚合物量(单位:重量%)。溶解聚合物量的测定可通过pH滴定来进行。

[0111] <凝胶Ext>

“凝胶Ext”是干燥前的含水凝胶的Ext。凝胶Ext可以在聚合工序之后且干燥工序之前进行测定。即,既可以是粉碎前的含水凝胶的Ext,也可以是粉碎后的颗粒状含水凝胶的Ext。

[0112] 具体而言,基于上述“Ext”的测定方法,将试料变更为2.0g来测定,并计算相对于单位固体成分量的水可溶成分的质量%。

[0113] <Residual Monomers> (NWSP210.0.R2(19))

“Residual Monomers”是指吸水性树脂中残留的单体(monomer)量,依准NWSP210.0.R2(19)来测定。

[0114] <FSR>

“FSR”是吸水速度(单位:g/g/s),依准国际公布第2009/016055号所记载的测定方法来测定。

[0115] <FSC> (NWSP240.0.R2(15))

“FSC”是Free Swell Capacity的简称,意指吸水性树脂的无加压悬空下吸水倍率。FSC依准NWSP240.0.R2(15)来测定。

[0116] <Flow Rate> (NWSP251.0.R2(15))

“Flow Rate”意指吸水性树脂的流下速度。Flow Rate依准NWSP251.0.R2(15)来测定。

[0117] <Density>

“Density”意指吸水性树脂的堆体积比重。Density依准NWSP251.0.R2(15)来测定。

[0118] 上述物性可以在树脂粉末的制造工序的任何时机来测定。

[0119] (树脂粉末的制造方法)

上述树脂粉末的各物性在吸收性树脂粉末的制造工序内进行测定。以下,对树脂粉末的制造方法进行说明。

[0120] 本发明中,作为吸水性树脂粉末的制造方法,可采用公知方法或它们的组合。作为一例,吸水性树脂粉末的制造方法可以包括聚合工序、干燥工序,作为优选例,可以具有凝胶粉碎工序、后交联工序、及整粒工序。以下,对各工序进行说明。

[0121] <聚合工序>

作为一例,聚合工序使含有以丙烯酸(盐)为主成分的单体及至少1种聚合性内部交联剂的单体水溶液聚合,从而得到含水凝胶状交联聚合物(以下,记作“含水凝胶”)。

[0122] [聚合引发剂]

本发明所使用的聚合引发剂可根据聚合形态等来适当选择,并无特别限定,例如,可举出热分解型聚合引发剂、光分解型聚合引发剂、或并用了促进这些聚合引发剂分解的还原剂的氧化还原系聚合引发剂。具体而言,可以使用美国专利第7265190号所记载的聚合引发剂之中的一种或两种以上。另外,从聚合引发剂的处理性及颗粒状吸水剂或吸水性树脂的物性的观点来看,优选使用过氧化物或偶氮化合物,更优选使用过氧化物,进而优选使用过硫酸盐。

[0123] 此外,代替上述聚合引发剂,也可通过照射放射线、电子束、紫外线等活性能量射线来实施所述聚合反应。这些活性能量射线的照射与聚合引发剂可并用。

[0124] [聚合形态]

作为适用于本发明的聚合形态,并无特别限定,从含水凝胶的吸水特性及聚合的易控制性等观点来看,优选喷雾液滴聚合、水溶液聚合、反相悬浮聚合,更优选水溶液聚合、反相悬浮聚合,进而优选水溶液聚合。其中,连续水溶液聚合尤其优选,连续带式聚合、连续捏合机聚合也均适用。

[0125] <凝胶粉碎工序>

凝胶粉碎工序是将聚合工序中得到的含水凝胶进行凝胶粉碎从而得到颗粒状含水凝胶的工序。通过喷雾液滴聚合、反相悬浮聚合来制造吸水性树脂时,能够得到颗粒状含水凝胶,因此可以不进行凝胶破碎工序。另外,也可以如连续捏合机聚合那样,与聚合工序同时进行凝胶破碎工序。尤其是从得到高吸水速度的SAP的观点来看,本凝胶粉碎工序中,优选对含水凝胶进行细粒化从而制造凝胶D50在预期范围的颗粒状含水凝胶。

[0126] [凝胶粉碎机]

作为本工序中使用的聚合时或聚合后的凝胶粉碎装置,并无特别限定,可举出批次型或连续型的双臂型捏合机等、具有多个旋转搅拌叶片的凝胶粉碎机、单轴挤出机、双轴挤出机、绞肉机、螺旋型挤出机、具有破碎装置的多轴型混炼机等。

[0127] 其中,优选在壳体的一端设置有多孔板的螺旋型挤出机,具体而言,例如,可举出日本特开2000-63527号公报及W02011/126079所记载的螺旋型挤出机。

[0128] [凝胶粉碎范围]

本发明中的上述凝胶粉碎在聚合工序的途中及/或之后进行,更优选对聚合工序后的含水凝胶状聚合物进行。若为捏合机聚合等在聚合中进行凝胶粉碎的形态,则单体水溶液随着聚合时间的经过而连续地变化为含水凝胶状聚合物。因此,对达到最高聚合温度时以后的含水凝胶状聚合物、或单体聚合率为90摩尔%以上的含水凝胶状聚合物进行凝胶粉碎即可。其中,聚合温度的最大值也称为聚合峰值温度。单体的聚合率也称为转化率。单体的聚合率根据聚合物量及残存单体量来计算,其中,聚合物量根据含水凝胶状聚合物的pH滴定来计算。

[0129] 另外,上述聚合工序若为带式聚合,则在进行凝胶粉碎前,可以将聚合工序的途中及/或之后的含水凝胶状聚合物,优选将聚合工序后的含水凝胶状聚合物切割或粗碎为约

数10cm的大小。通过该操作,能够更容易地将含水凝胶状聚合物填充到凝胶粉碎装置,从而更顺利地实施凝胶粉碎工序。其中,作为上述切割或粗碎装置,优选能够以不揉压含水凝胶状聚合物的方式来进行切割或粗碎的装置,例如,可举出闸刀式剪切机等。另外,上述切割或粗碎所得到的含水凝胶状聚合物的大小及形状只要能够填充到凝胶粉碎装置即可,并无特别限定。

#### [0130] <干燥工序>

干燥工序是对颗粒状含水凝胶进行干燥直至达到预期固体成分率,从而得到颗粒状干燥物的工序。作为干燥方法,并无特别限定,例如,可举出加热干燥、热风干燥、减压干燥、流动层干燥、红外线干燥、微波干燥、滚筒干燥机干燥、与疏水性有机溶剂的共沸脱水干燥、运用高温水蒸汽的高湿干燥等。另外,可以在本干燥工序中使用后述的后交联剂,从而通过干燥工序得到后交联(也称为表面交联)了的吸水性树脂粉末。

#### [0131] [干燥装置]

作为干燥工序中使用的干燥装置,并无特别限定,可适当选择传热传导型干燥机、辐射传热型干燥机、热风传热型干燥机、介电加热型干燥机等中的1种或2种以上。干燥装置可为批次式或连续式。另外,干燥装置可为直接加热式或间接加热式。另外,干燥装置可为材料静置型、材料搅拌型、材料搬运型、及热风输送型中的任一种干燥装置。例如,可举出通气带式、通气回路式、通气立式、平行流带式、通气隧道式、通气搅拌式、通气旋转式、带加热管的旋转式、流化层式、气流式等传热型干燥机。

#### [0132] [干燥温度]

干燥工序中的干燥温度为80℃以上,优选为100℃以上,更优选为120℃以上,尤其优选为150℃以上。另外,干燥温度优选为250℃以下,优选为230℃以下,更优选为220℃以下。干燥温度的上限值及下限值可任意组合。若干燥温度低于80℃,则得到较佳树脂固体成分量(含水率)为止的干燥时间较长,因此不优选。另外,可能生成未干燥物,后续粉碎工序时可能发生阻塞。干燥温度若超过250℃,则存在安全方面及产生着色异物等问题,因此不优选。其中,关于干燥温度,直接加热时,指的是干燥所用的热媒的温度,热风干燥时,指的是干燥所用的热风的温度,间接加热时,指的是干燥所用的传热面的温度。

#### [0133] [干燥时间]

干燥工序中的干燥时间指的是固体分量达到80重量%以上而花费的时间,优选为60分钟以下,依次优选为40分钟以下、30分钟以下、25分钟以下。考虑到干燥效果,干燥时间的下限值为1分钟左右。另外,总干燥时间优选为120分钟以下,依次优选为100分钟以下、80分钟以下、60分钟以下。干燥时间过短,则可能生成未干燥物,后续粉碎工序时可能发生阻塞。

#### [0134] [树脂固体分量]

上述凝胶粉碎工序中得到的颗粒状含水凝胶在上述干燥工序中干燥为干燥聚合物。根据干燥聚合物的干燥减量(将粉末或颗粒1g在180℃下加热3小时并测定)来求取的树脂固体分量优选80重量%以上,更优选85~99重量%,进而优选86~98重量%。

#### [0135] <后交联工序>

本工序是向聚合后的含水凝胶及其干燥物中添加与吸水性树脂的官能基(尤其是羧基)反应的后交联剂来进行交联反应的工序。由于主要是从吸水性树脂颗粒的表面起进

行交联,因此也称为表面交联、或2次交联。作为一例,本工序中,向颗粒状含水凝胶及/或颗粒状干燥物中添加后交联剂并使之反应。本工序具有后交联剂添加工序、热处理工序,也可以根据需要在热处理工序后具有冷却工序。

[0136] <整粒工序>

本工序是对颗粒状干燥物、或后交联了的颗粒状干燥物的粒度进行调整的工序。通过该整粒工序,能够得到粒径或粒度分布得以更积极控制了吸水性树脂粉末。

[0137] 优选地,整粒工序包括破碎步骤及/或分级步骤。破碎步骤是将经过干燥工序或加热处理工序后而轻度凝聚的颗粒状干燥物,用破碎机破碎,从而对粒径进行调整的步骤。分级步骤是使用分级机,从颗粒状干燥物或后交联了的颗粒状干燥物、或者它们的破碎物中,将粗颗粒及微粉除去工序。理想的整粒工序仅通过粉碎步骤就能得到粒径及粒度分布受到控制的吸水性树脂粉末。视吸水性树脂粉末的粒径及粒度分布,吸水性能、处理性、及用于纸尿裤和生理用品等卫生材料时的使用感会变动,因此,优选通过上述整粒工序来得到具有预期粒径及粒度分布的吸水性树脂粉末。

[0138] <其他工序>

吸水性树脂粉末的制造方法除了上述工序之外,还可以包括冷却工序、单体水溶液的制备工序、各种添加剂的添加工序、微粉除去工序及微粉回收再利用工序。另外,也可以包括其他公知工序。

[0139] (实施方式2)

以下,对本发明的其他实施方式进行说明。其中,为便于说明,对于与上述实施方式中说明了的部件具有相同功能的部件赋予相同的附图标记并省略其说明。

[0140] (预测系统1000a的结构)

例如,预测装置100可以在吸水性树脂粉末的制造工序所包括的聚合工序之前、聚合工序与干燥工序之间、及干燥工序之后的至少任一阶段,测定中间产物的近红外吸收光谱,并且输出与上述工序的任意阶段的中间产物(或成品树脂粉末)的物性相关的预测信息。

[0141] 另外,树脂粉末的制造方法中,基于由预测装置100输出的预测信息,吸水性树脂粉末的任1个以上制造工序中的制造条件可以受到控制。

[0142] 另外,为了对树脂粉末的制造方法进行控制,可以使用由预测装置100输出的预测信息。

[0143] 此外,执行树脂粉末的制造工序所包含的任意处理工序的某制造装置(对应于图1的外部装置4)也可以基于由预测装置100输出的预测信息来受到控制。通过图8来对具有如此结构的预测系统1000a进行说明。图8是本发明其他实施方式的预测系统1000a的一例结构框图。

[0144] 图8中,预测系统1000a具备预测装置100、近红外分光光度计3a~3f、及外部装置4a~4e。预测装置100与近红外分光光度计3a~3f、及外部装置4a~4e连接着。作为一例,外部装置4a~4e是用于进行各工序(聚合工序、粉碎工序等)的控制装置。

[0145] 这里,作为一例,说明对吸水性树脂粉末的凝胶D50进行预测的情况。例如,凝胶D50是凝胶粉碎工序之后测定的吸水性树脂粉末的物性。图8设想的情况中,外部装置4b是对凝胶粉碎工序进行控制的装置,近红外分光光度计3c是对凝胶粉碎工序后的近红外吸收

光谱进行测定的近红外分光光度计。

[0146] 首先,近红外分光光度计3c将所测得的吸水性树脂粉末的近红外吸收光谱输出到预测装置100。预测装置100基于预测模型,对获取的近红外吸收光谱进行预处理。作为预处理的一例,可举出离群值清除处理及平均化处理。预测装置100基于预测模型,根据经过预处理后的近红外吸收光谱来预测凝胶D50。预测装置100一例如将预测结果输出到外部装置4c。外部装置4c例如可以是对干燥工序进行控制的装置。

[0147] 例如,若预测装置100的预测结果是凝胶D50的大小大于规定值,则对干燥工序进行控制的外部装置4c可以对工序中的条件进行变更,比如以在高于规定温度的条件下加热树脂粉末的方式等来进行控制。

[0148] 另外,若预测装置100的预测结果是凝胶D50的大小大于规定值,则对凝胶粉碎工序进行控制的外部装置4b可以使凝胶粉碎负荷大于规定值。具体而言,外部装置4b可以对工序中的条件进行变更,比如以提高转数来向凝胶施加更高剪切力的方式来进行控制。

[0149] 作为其他例,例如,若预测装置100的预测结果是作为最终产品物性的CRC高于产品规格,则可以以减少聚合工序中的交联剂量的方式来进行控制。另外,例如,若作为最终产品物性的AAP低于产品规格,则以改变后交联工序的处理剂组分的方式来进行控制。

[0150] 本实施方式中,预测装置100也可能够识别出是从多个近红外分光光度计之中的哪个近红外分光光度计获取到的近红外测定数据。作为一例,预测装置100可以预先获取预测系统1000a内的各近红外分光光度计的MAC地址、及各近红外分光光度计的设置场所。作为一例,图9示出了MAC地址与近红外分光光度计之间的对应表。如此,在获取近红外测定数据时,预测装置100能通过同时获取近红外分光光度计的MAC地址,来识别出其是预测系统1000a内哪个工序的近红外测定数据。

[0151] 具有如此结构的预测系统1000a能够在短时间内高精度地预测制造树脂粉末的各工序的中间产物的物性(例如,凝胶粒径等粉碎凝胶物性)或作为最终产品的树脂粉末的物性(例如,上述CRC及AAP)。在对制造树脂粉末的制造工序中的各处理加以执行的制造装置(外部装置4a~4e)的控制上,若运用预测信息,则能够实时调整各制造工序中的物性操控因素,从而有效抑制不合规格的产品产生。

[0152] 另外,近红外分光光度计3a~3f通常较便宜(至少比拉曼光谱仪便宜)。因此,在树脂粉体的制造工序中,可以降低设置多个近红外分光光度计3a~3f所需的费用。

[0153] (基于软件的实现例)

实施方式1及实施方式2所述的预测装置100的控制块(尤其是控制部10)既可通过形成在集成电路(IC芯片)等中的逻辑电路(硬件)来实现,又可通过软件来实现。

[0154] 通过软件来实现时,预测装置100具备执行用以实现各功能的软件程序命令的计算机。该计算机例如具备1个以上处理器、以及以计算机能读取的方式存储有上述程序的存储介质。并且,所述计算机中,通过由所述处理器从所述存储介质中读出所述程序并加以执行,本发明的目的即可达成。作为所述处理器,例如可使用CPU(Central Processing Unit)。作为所述存储介质,可以使用“非暂存式有形介质”、例如ROM(Read Only Memory)等、以及存储带、存储盘、存储卡、半导体存储器、可编程逻辑电路等。此外,还可具备供展开所述程序的RAM(Random Access Memory)等。此外,所述程序也可通过能传送该程序的任意传送介质(通信网络及广播波等)来提供给上述计算机。另外,即使所述程序的形态是通过

电子式传输来得以体现的载置于载波中的数据信号,本发明的一个方面也能实现。

[0155] 本发明不限定为上述各实施方式,可在说明书所示的范围内进行各种变更,对不同实施方式中分别揭载的技术手段进行适当组合而得到的实施方式也包含在本发明的技术范围内。

(实施例)

[0156] 以下,将对本发明的一实施例进行说明。其中,为了调整供进行近红外线吸收光谱测定的试料的物性,对所述聚合工序、凝胶粉碎工序、干燥工序、后交联工序、整粒工序及其他工序的条件进行适当变更,得到了作为测定对象的试料。后述聚合工序中,例如变更了作为内部交联剂的聚乙二醇二丙烯酸酯的量。后述凝胶粉碎工序中,例如变更了多孔板的孔径。后述干燥工序中,例如变更了干燥时间。此外,后述后交联工序中,例如变更了后交联剂的种类及使用量,并且变更了热处理时的温度及时间。

[0157] <吸水性树脂(SAP)的制备>

(聚合工序)

在内径50mm、容量120mL的聚丙烯容器中,将丙烯酸23.2g、聚乙二醇二丙烯酸酯(重量平均分子量(Mw)523Da)0.135g(0.080摩尔%)、2.0重量%的二乙三胺五乙酸三钠水溶液0.071g、离子交换水22.2g及48.5重量%的氢氧化钠水溶液9.6g混合,制备了溶液(A)。

[0158] 一边用磁搅子搅拌,一边在开放体系中花费约5秒向调温至了45℃的上述溶液(A)中添加并混合了48.5重量%的氢氧化钠水溶液9.8g,从而制备了单体水溶液(1)。该混合过程中产生的中和热及溶解热使该单体水溶液(1)的液温上升至约80℃。

[0159] 然后,在所得到的单体水溶液(1)的温度达到78℃时,添加4.5重量%的过硫酸钠水溶液1.01g,搅拌了约3秒。然后,在开放体系中将所得到的反应液(1)注入到不锈钢培养皿内。

[0160] 上述不锈钢培养皿的尺寸为内径88mm高20mm。上述不锈钢培养皿的表面温度用加热板(NEO HOTPLATE H1-1000、(株式会社)井内盛荣堂制造)预先加热至了50℃。

[0161] 供给了上述反应液(1)后,快速用具有排气口的玻璃容器覆盖不锈钢培养皿,用真空泵进行抽引直至壳体外的压力达到85kPa。另外,壳体外的压力为101.3kPa(常压)。

[0162] 上述反应液(1)倒入上述不锈钢培养皿后不久,开始了聚合。一边产生水蒸汽,一边向上地朝四面八方膨胀发泡地来进行聚合,最后收缩至比底面略大的尺寸。该膨胀收缩在约1分钟内结束。在聚合容器(即,用玻璃容器覆盖着不锈钢培养皿而形成的容器)内保持3分钟后,将含水凝胶状交联聚合物(以下,称为“含水凝胶”) (1)取出。

[0163] (凝胶粉碎工序)

将所得到的含水凝胶(1)用具有以下规格的螺旋挤出机(绞肉机)来凝胶粉碎。上述螺旋挤出机在其前端部具有多孔板,该多孔板的直径为82mm,孔径8.0mm,孔数33个,厚度9.5mm。另外,作为凝胶粉碎的条件,含水凝胶(1)的投入量为约360g/分钟,一边投入凝胶,一边以50g/分钟来添加90℃的去离子水,由此进行凝胶粉碎。将该凝胶粉碎了的颗粒状含水凝胶(1)用于后述凝胶D50的评价。

[0164] (干燥工序)

将上述凝胶粉碎了的颗粒状含水凝胶(1)铺展在网眼850μm的不锈钢金属网上,在190℃下热风干燥30分钟。然后,将该干燥操作得到的干燥聚合物(1)用辊磨机(有限会社井

之口技研制造, WML型辊粉碎机) 粉碎后, 用网眼710 $\mu\text{m}$ 及网眼175 $\mu\text{m}$ 的JIS标准筛来分级, 得到了吸水性树脂粉末(1)。

[0165] (后交联工序)

向上述吸水性树脂粉末(1) 100g, 喷雾并混合由乙二醇二缩水甘油醚0.025g、碳酸亚乙酯0.3g、丙二醇0.5g及去离子水2.0g组成的表面交联剂溶液。将该混合物在200 $^{\circ}\text{C}$ 下加热处理35分钟, 从而得到表面交联了的吸水性树脂粉末(2)。

[0166] 通过上述一系列操作, 得到了无规破碎状的吸水性树脂粉末(1)及(2)。将该吸水性树脂粉末用于后述CRC、AAP、SFC、D50及含水率(固体分量)的评价。

[0167] <吸水性树脂的测定>

近红外吸收光谱的测定仪器及条件如下。

[0168] (i) 仪器: FT-NIR NIRFlex(注册商标)N-500 (BUCHI制造)

测定波长: 800~2500nm

测定方式: 漫射反射测定

(ii) 仪器: IRMA5184S(株式会社CHINO制造)

测定波长(8波长): 1320、1460、1600、1720、1800、1960、2100、2310nm

测定方式: 近红外吸收式

[0169] <就吸水性树脂粉末的各物性来对预测装置的性能进行评价>

将所得到的近红外吸收光谱的波长数据作为特征量, 将测定了的试料的物性信息作为目的变量, 通过PCR或PLS(Partial least square)回归分析法, 求取了两者的关系式。以下, 分别就吸水性树脂粉末的物性(1)凝胶D50、(2)CRC、(3)AAP、(4)SFC、(5)D50及(6)固体分量, 对预测装置的性能进行评价。

[0170] 评价所用的数据集包括: 由近红外测定数据、和与该近红外测定数据对应着的物性所组成的多个组合。将数据集划分为学习数据及验证数据来用于评价。其中, 学习数据包括近红外吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性的实测值, 其是用于事前机器学习的数据。另外, 验证数据是指不属于学习数据的数据。本实施例中, 将评价所用的数据集随机划分, 针对学习数据制作了基于PLS或PCR的预测模型。

[0171] 首先, 对多份吸水性树脂粉末(1)及(2)的近红外吸收光谱及物性进行了测定, 由此准备了数据集, 该数据集包括: 由近红外吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的N个组合。将数据集划分为学习数据及验证数据, 80%的组合用于学习, 剩余20%的组合用于验证。

[0172] 以下说明就各物性所标绘的坐标图。各图中, “训练集(training)”所示的数据是学习数据, “检验集(test)”所示的数据是验证数据。图内的虚线表示物性的实测值与物性的预测值完全一致时得出的真回归直线。就学习数据及验证数据分别标绘了相对于物性实测值的物性预测值。各图中, 所标绘的实测值及预测值的点与回归直线越接近, 则可以判断为预测装置的性能越高。

[0173] (1)凝胶D50

数据集具有36组由近红外测定吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的组合。将数据集随机划分为学习数据及验证数据, 80%用于学习, 20%用于验证。针对学习数据制作了基于PCR的预测模型。图10是在80~190 $\mu\text{m}$ 的范围内就凝胶D50来标绘相

对于实测值的预测值而得的坐标图。

[0174] (2) CRC

数据集具有79个组由近红外测定吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的组合。将数据集随机划分为学习数据及验证数据,80%用于学习,20%用于验证。针对学习数据制作了基于PLS的预测模型。图11是在24~31g/g的范围内就CRC来标绘相对于实测值的预测值而得的坐标图。

[0175] (3) AAP

数据集具有69组由近红外测定吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的组合。将数据集随机划分为学习数据及验证数据,80%用于学习,20%用于验证。针对学习数据制作了基于PLS的预测模型。图12是在24.5~27g/g的范围内就AAP来标绘相对于实测值的预测值而得的坐标图。

[0176] (4) SFC

数据集具有64组由近红外测定吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的组合。将数据集随机划分为学习数据及验证数据,80%用于学习,20%用于验证。针对学习数据制作了基于PLS的预测模型。图13是在 $20\sim 110(\times 10^{-7} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{s} \cdot \text{g}^{-1})$ 的范围内就SFC来标绘相对于实测值的预测值而得的坐标图。

[0177] (5) D50

数据集具有90组由近红外测定吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的组合。将数据集随机划分为学习数据及验证数据,80%用于学习,20%用于验证。针对学习数据制作基于了PLS的预测模型。图14是在250~450 $\mu\text{m}$ 的范围内就D50来标绘相对于实测值的预测值而得的坐标图。

[0178] (6) 含水率(固体成分率)

数据集具有29组由近红外测定吸收光谱、和与该近红外吸收光谱对应着的物性所组成的组合。将数据集随机划分为学习数据及验证数据,80%用于学习,20%用于验证。针对学习数据制作了基于PLS的预测模型。图15是在96.5~98.5wt%的范围内就含水率来标绘相对于实测值的预测值而得的坐标图。固体分量通过 $100 - \text{含水率}(\text{重量}\%)$ 来求取,因此也可以说本图就固体成分率示出了相对于其实测值的预测值。

[0179] <评价结果>

无论哪种物性,预测值都表现出了与实测值的良好相关性。另外,关于不属于学习数据的验证数据,也成功地与学习数据相同的精度预测了各物性,由此表明预测装置100具有良好的性能。

<附图标记说明>

100 预测装置

11 测定数据获取部

13 预测部

22 预测模型

23 物性信息

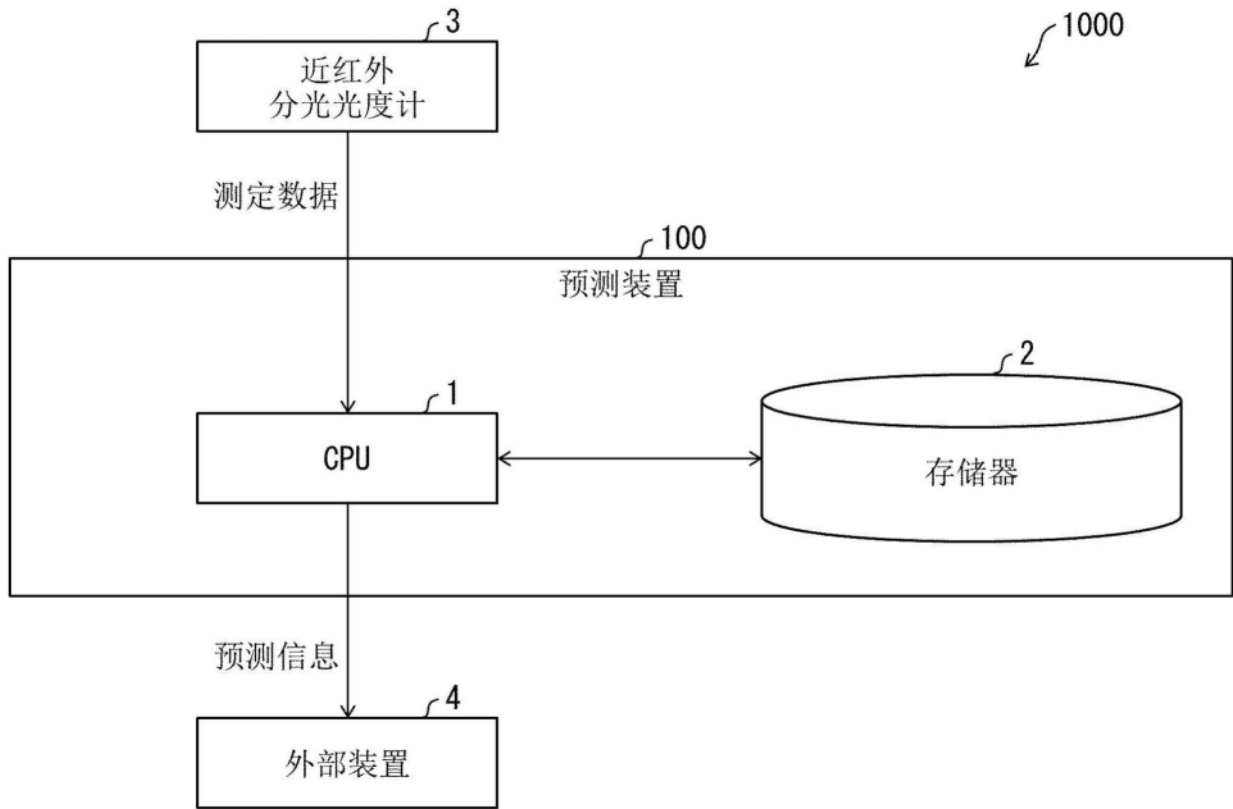


图1

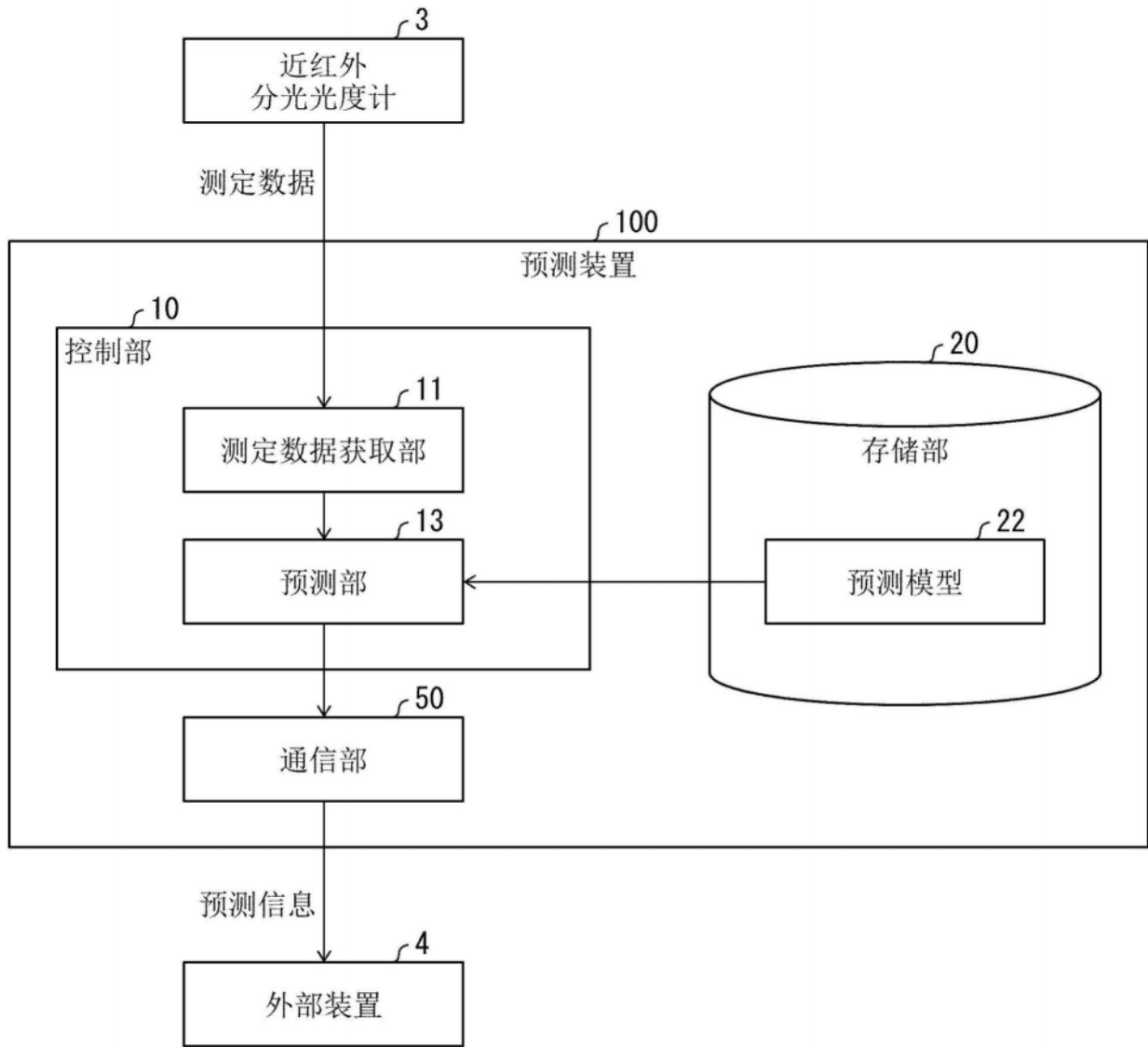


图2

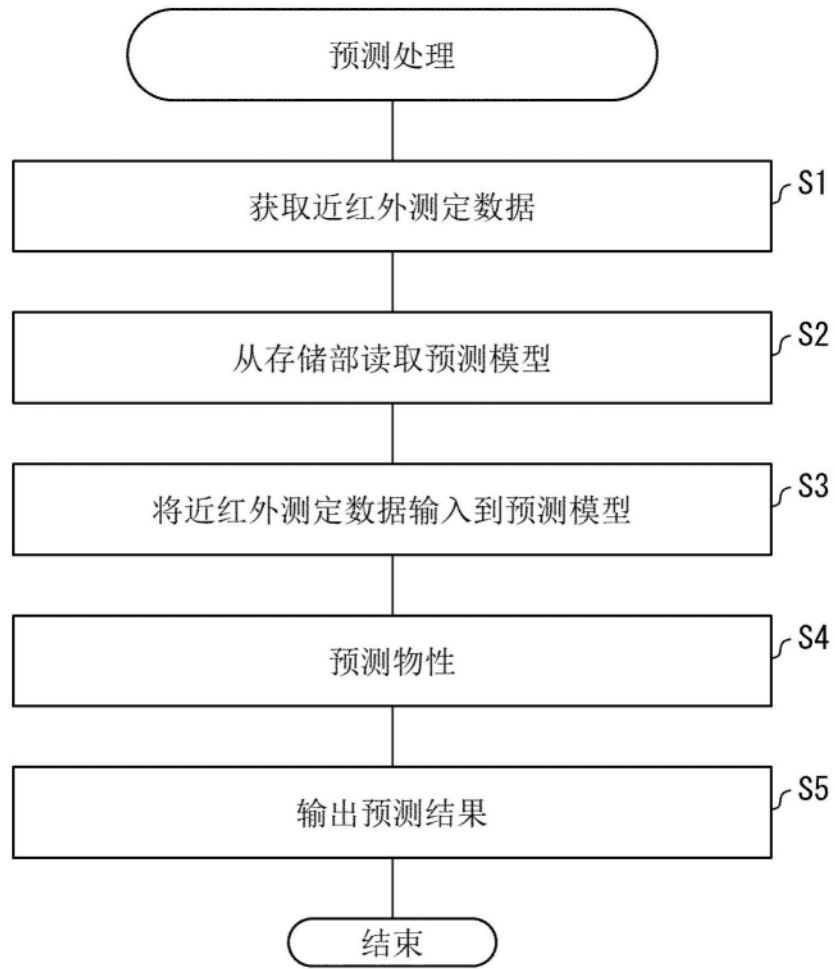


图3

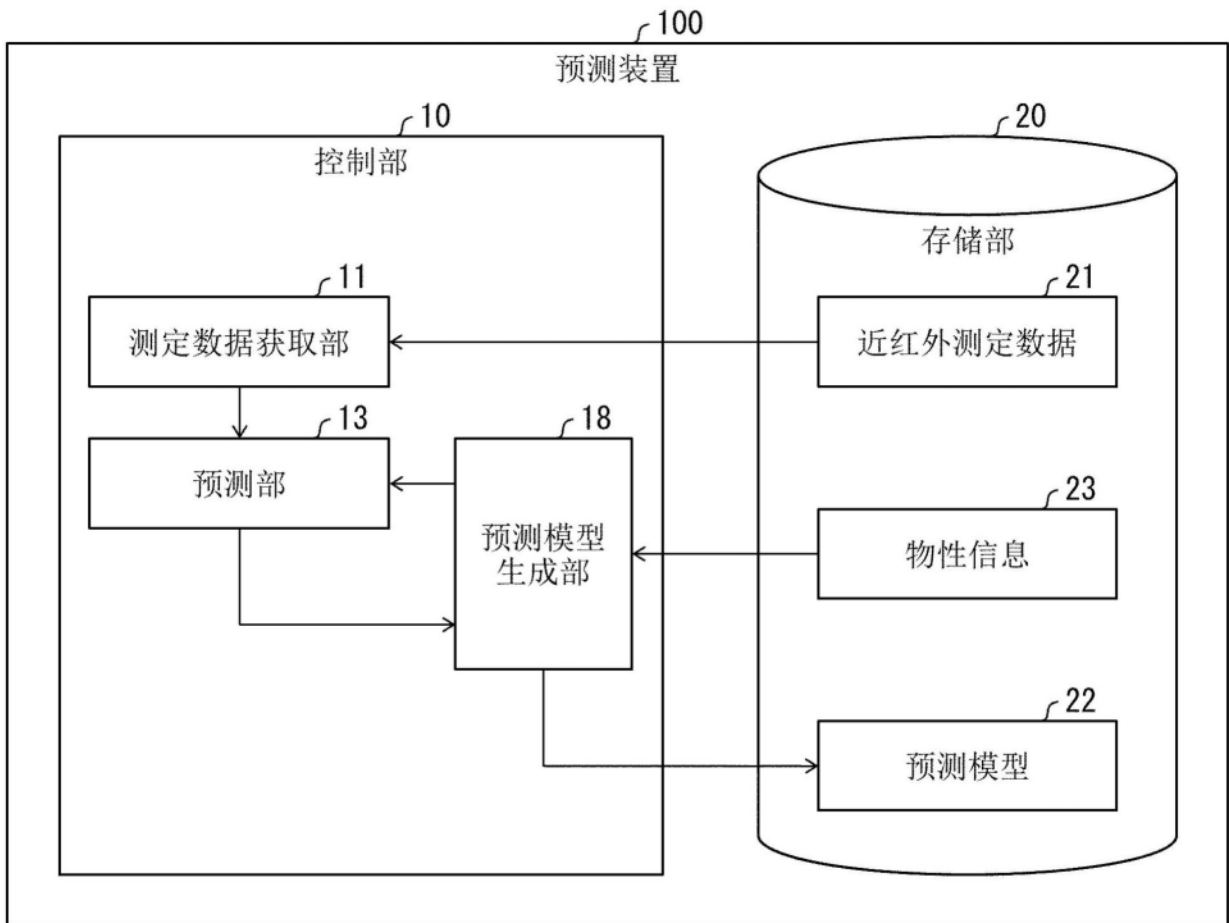


图4

测定ID	近红外吸收光谱
001	
002	
...	...

图5

23

测定ID	物性（实测值）
001	
002	
...	...

图6

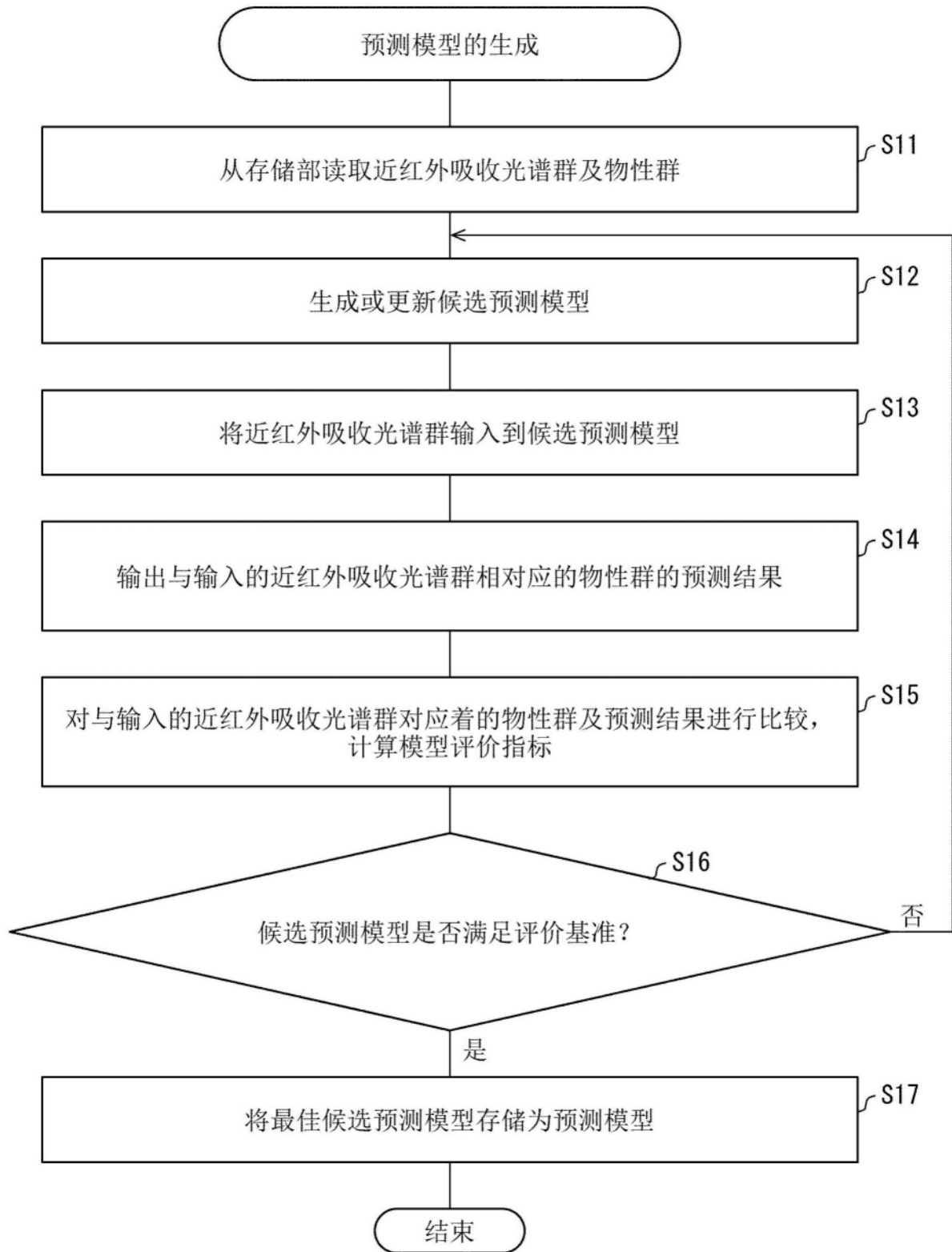


图7

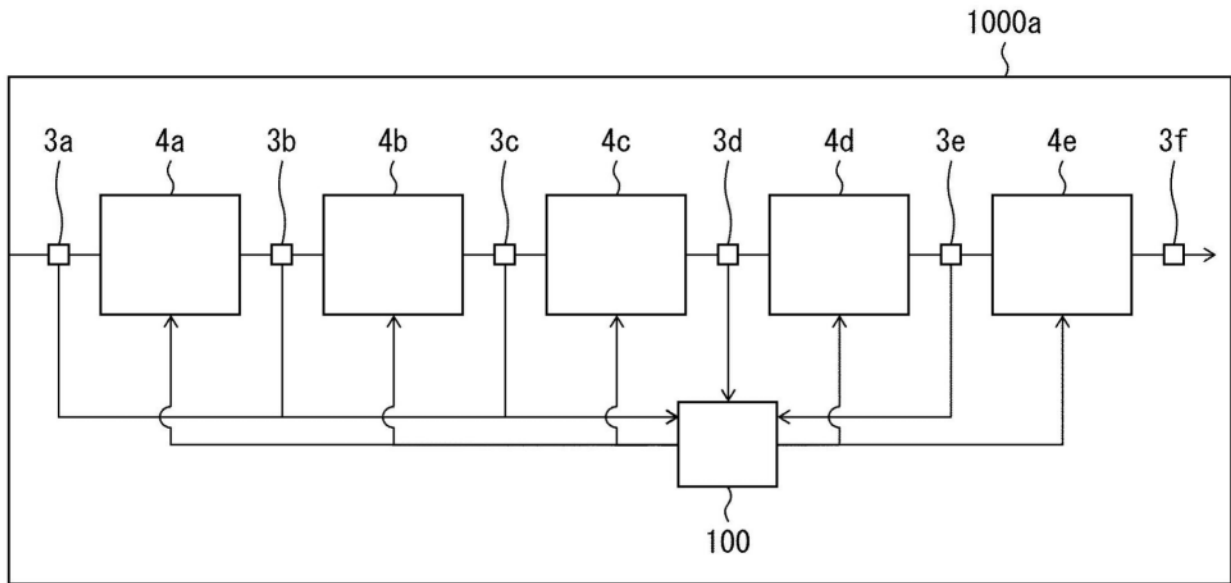


图8

MAC地址	装置
11:11:11:xxxx	近红外分光光度计A
aa:aa:aa:xxxx	近红外分光光度计B
...	...

图9

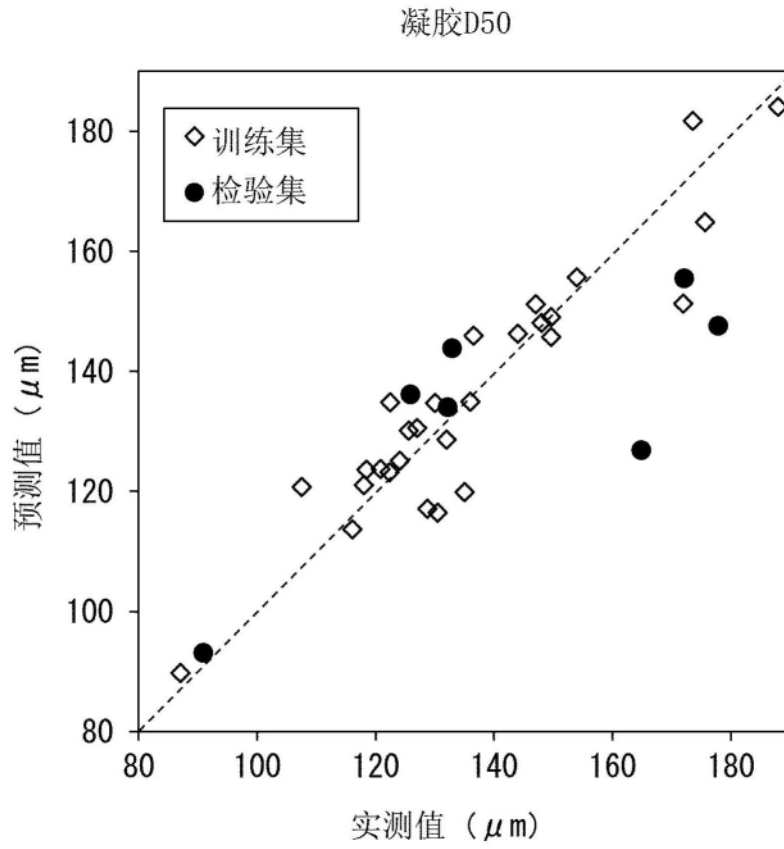


图10

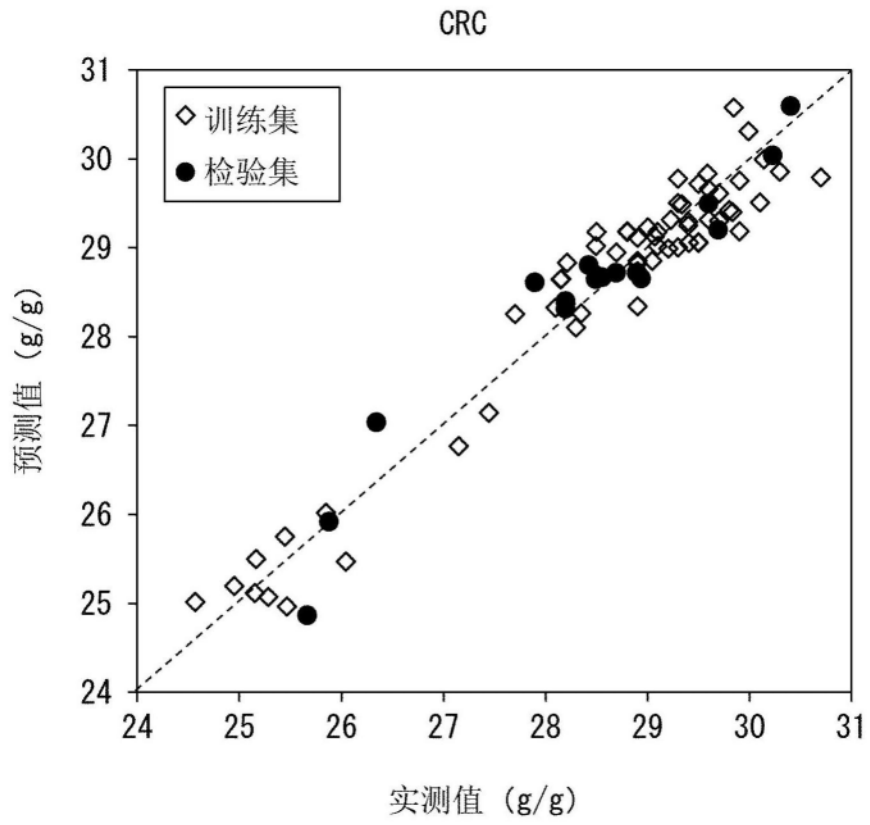


图11

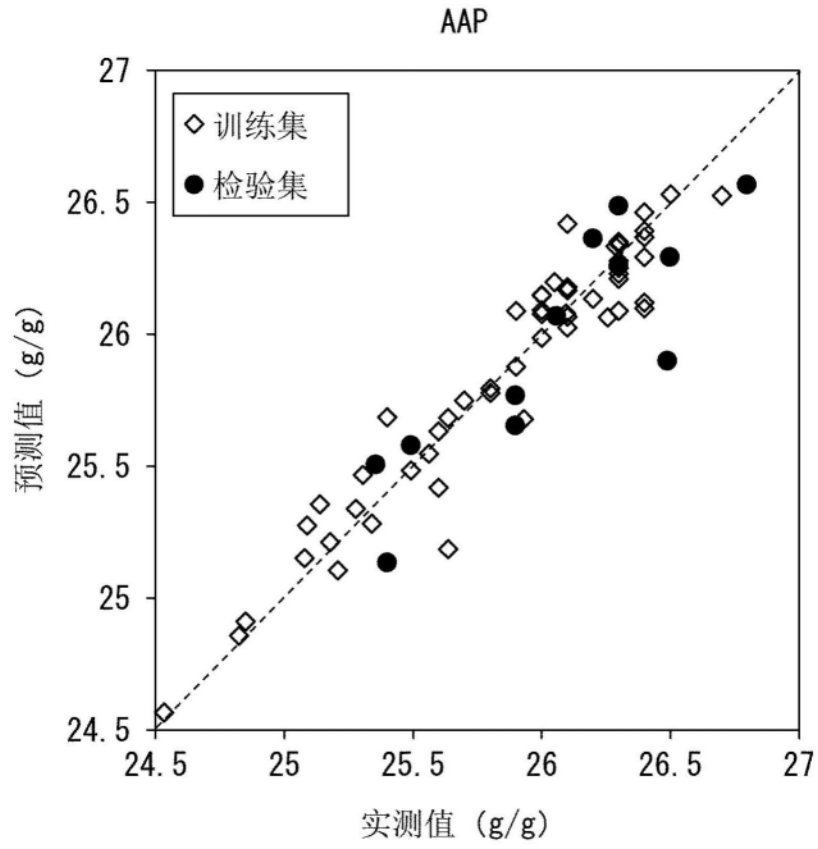


图12

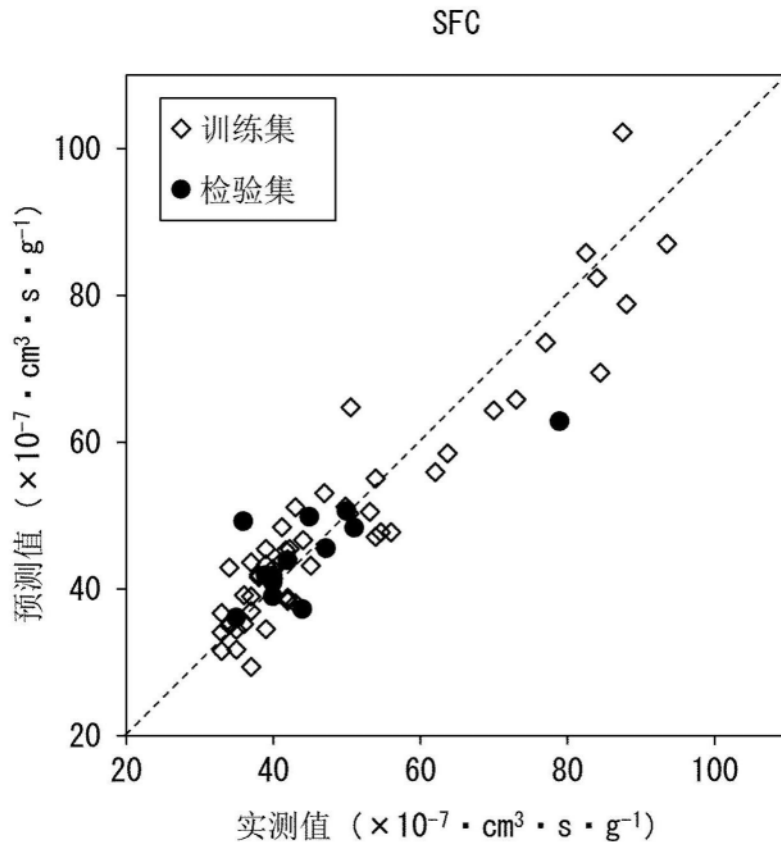


图13

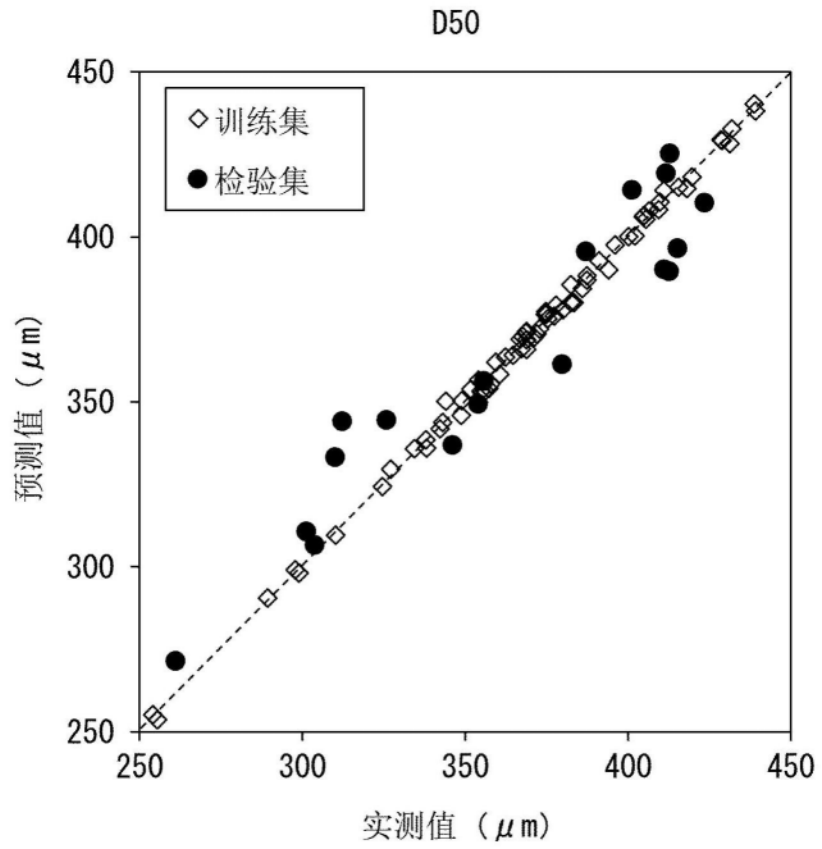


图14

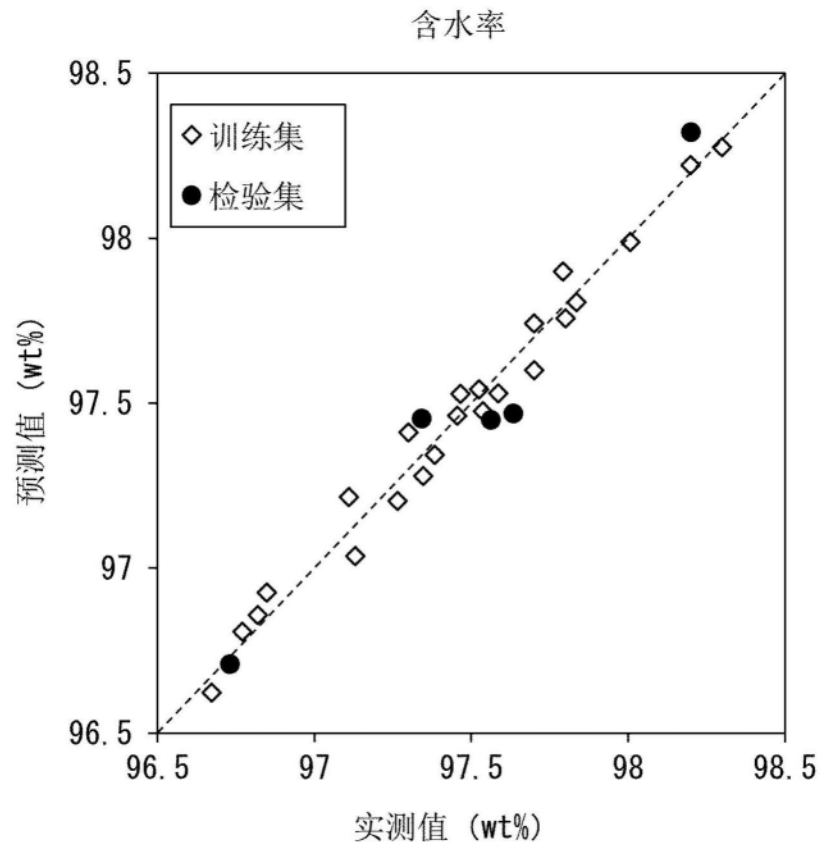


图15