

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
G01N 29/28 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02819616.3

[45] 授权公告日 2008 年 1 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 100360930C

[22] 申请日 2002.9.27 [21] 申请号 02819616.3

[30] 优先权

[32] 2001.10.2 [33] JP [31] 306713/2001

[86] 国际申请 PCT/JP2002/010047 2002.9.27

[87] 国际公布 WO2003/031964 日 2003.4.17

[85] 进入国家阶段日期 2004.4.2

[73] 专利权人 出光兴产株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 坪内俊之 青山昌二 福原干夫

[56] 参考文献

JP2159556 1990.6.19

JP200199818A 2001.4.13

JP2000180419A 2000.6.30

CN1096459A 1994.12.12

审查员 王树玲

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 王 健

权利要求书 1 页 说明书 7 页

[54] 发明名称

超声波诊断用传输介质

[57] 摘要

本发明是含有使用温度下具有 1000mPa·s 以上粘度的烃化合物和/或具有环结构的醚或酯化合物为特征的超声波诊断用介质。因此提供不成为被测体生锈的原因、没有使使用中的传输特性恶化的吸湿性、且在短时间内赋予固体密合性、横波超声波传输特别好的超声波诊断用传输介质。

1. 超声波诊断用传输介质，其特征在于含有使用温度下具有 $1000\text{mPa}\cdot\text{s}$ 以上粘度的烃化合物，前述烃化合物具有环结构或季碳原子。

2. 权利要求 1 所述的超声波诊断用传输介质，其特征在于前述超声波是横波超声波。

超声波诊断用传输介质

技术领域

本发明涉及超声波诊断用传输介质，详细地讲，涉及含有有特定粘度的烃、醚或酯为特征的超声波诊断用传输介质。

背景技术

近年来，在作为非破坏检查中一种的超声波探伤或超声波诊断中，着眼于测量灵敏度高，大多使用横波超声波。检查时，为了在被测体与探针之间提高传输效率而使用高粘度的传输介质，但众知过去是聚丙三醇或聚丙二醇作为传输介质。

然而，由于这些传输介质吸湿性大，存在使用后促进被测体生锈，或在使用中传输效率降低等的问题，期望开发吸湿性小的传输介质。

另外，过去的聚丙三醇或聚丙二醇与称之为触变性的固体的密合性不充分，对粘合与膜质的稳定需要2~3分钟。从检查效率化等的观点考虑，要求涂布传输介质后立即可以测量的传输物质，即固体密合性良好的传输介质。

此外，过去使被测体或探针浸渍在传输介质中进行测定的非接触状态下的测定中，存在不能传输横波超声波的问题，期望在非接触状态下也可以传输横波超声波的传输介质。

发明内容

本发明目的是提供不使被测体生锈、不具有使用中使传输特性恶化的吸湿性、且在短时间内赋予固体密合性、特别是横波超声波传输极好的超声波诊断用传输介质。

本发明另一个目的是提供即使在浸渍等的非接触状态下横波超声波传输也好的超声波诊断用传输介质。

本发明人为了达到上述目的潜心反复研究的结果，发现含有使用温度下有1000mPa·s以上粘度的烃化合物和/或有环结构的醚或酯化合物的

超声波诊断用传输介质，有吸湿性小、良好的传输特性，从而完成了本发明。

具体实施方式

所谓本发明中的超声波是指频率超过可听见频率范围的弹性波，是包括水平剪断波（SH波）、垂直剪断波（SV波）及纵波（L波）的任何一种的概念。

本发明中的传输介质，在使用温度即测定温度下，该传输介质的粘度必须是1000mPa·s以上，优选1000~300000mPa·s的范围，再优选1000~150000mPa·s的范围。粘度不足1000mPa·s时，不能传输横波超声波。而粘度超过300000mPa·s时，粘度太高、操作性差、有时难以作为传输介质使用。

本发明中的烃化合物，只要是满足粘度条件的烃则没有特殊限定，但优选有环结构或季碳的刚性化合物。

具体地，可列举双戊烯低聚物氢化物、聚丁烯、双环戊二烯低聚物氢化物、双环戊二烯-苯乙烯低聚物氢化物、聚苯醚、苯乙烯低聚物、苯乙烯低聚物氢化物、 α -甲基苯乙烯低聚物、 α -甲基苯乙烯低聚物氢化物等，其中，优选饱和脂环式化合物，特别优选2-甲基-3-甲基-2-[(3-甲基双环[2,2,1]庚基-2)-甲基]双环[2,2,1]庚烷、3-甲基-2-[(3-甲基双环[2,2,1]庚基-2)甲基]-2-[2,3-二甲基双环[2,2,1]庚基-2]甲基]双环[2,2,1]庚烷。

另外，本发明中的醚或酯化合物，必须满足粘度条件、且有环结构。这是由于没有环结构的柔软结构的场合，横波超声波的传输性低。

这里，作为环结构，具体地可列举环己烷环、十氢化萘环、环戊烷环、双环[2,2,1]庚烷环、双环[2,2,2]辛烷环、双环[3,2,1]辛烷环、双环[3,3,0]辛烷环等的饱和环，或苯环、萘环、蒽环、茚环、茚满环、茈环等的芳香族环等。

另外，上述化合物是极高粘度，或是树脂状的场合，可以混合石蜡

系烃或酯化合物作为混合基材。混合比例可在满足前述粘度条件的范围内任意选用，但通常是1~95质量%，优选是5~80质量%的范围内。

实施例

以下，通过实施例更详细地说明本发明，但本发明不受这些例子的任何限定。

(超声波传输特性评价)

图1是表示本发明中的超声波传输特性评价方法的概略图。

使用一定的应力(13MPa)使对抗型水平剪断波(SH波)探针与纵波(L波)探针固定在不锈钢SUS304试样上。然后，在SH探针与SUS304的界面涂布实施例与比较例的传输介质，在室温(25℃)下，使用频率5MHz的SH波及L波，测定接受信号灵敏度(V)。超声波收发信号与波形解析使用超声波诊断机器(东芝Tungalog(株)社制USH-B)

<实施例1>

向2升的不锈钢制高压釜中加入巴豆醛561g(8mol)及双环戊二烯352g(2.67mol)，在170℃反应3小时。冷却后，加入阮内镍催化剂(川研精细化学品株式会社制M-300T)18g，在氢压9kg/cm²、反应温度150℃条件下进行氢化4小时。冷却后，过滤分离催化剂，通过减压蒸馏滤液，得到105℃/20mm Hg馏分565g。通过质谱分析及核磁共振光谱的分析，该馏分鉴定为2-羟基甲基双环[2, 2, 1]庚烷。

然后，向外径20mm、长500mm的石英玻璃制流通式常压反应管中，加入γ-三氧化二铝20g(日挥化学株式会社制N612N)，在反应温度285℃、重量空间速度(WHSV)1.1小时⁻¹下进行脱水反应，得到含有2-亚甲基-3-甲基双环[2, 2, 1]庚烷及2, 3-二甲基双环[2, 2, 1]庚烯-2的2-羟基甲基-3-甲基双环[2, 2, 1]庚烷的脱水反应生成物。

接着，向500毫升的四口烧瓶中加入三氟化硼二乙醚络合物4.0g，及上述制得的烯烃化合物200g，使用机械搅拌器边搅拌边在20℃进行低聚物化反应6小时。使用稀氢氧化钠水溶液和饱和食盐水将该反应混合物洗涤后，向1升的高压釜中加入氢化用镍/硅藻土催化剂(日挥化学株式会社制N-113)6.0g进行氢化。氢化条件是氢压3MPa，反应温度250

℃，反应时间 5 小时。反应结束后，过滤除去催化剂，通过减压蒸馏滤液，得到沸点 160~163℃/1333Pa 馏分的 2-甲基-3-甲基-2[(3-甲基双环[2, 2, 1]庚基-2) 甲基]双环[2, 2, 1]庚烷（以下，称“流体 1”）145g、和沸点 240~250℃/1333Pa 馏分的 3-甲基-2-[(3-甲基双环[2, 2, 1]-庚基-2) 甲基]-2-[2, 3-二甲基双环[2, 2, 1]庚基-2-甲基]双环[2, 2, 1]庚烷（以下称“流体 2”）30g。

将流体 2（79 重量%）与流体 1（21 重量%）混合的混合流体作为超声波传输介质进行评价的结果示于第 1 表。

<实施例 2~12、比较例 1~7>

制备第 1 表所述的物质及混合量的试样，作为超声波传输介质进行评价。将结果示于第 1 表。

本发明的传输介质，横波超声波的接收信号灵敏度高、且纵波超声波的接收信号灵敏度与以往的甘油系传输介质相比也不逊色。

<比较例 8>

把刚涂布和涂布 5 分钟后的市售的聚丙三醇系传输介质作为超声波传输介质进行评价的结果示于第 1 表。

市售的聚丙三醇系传输介质随时间的经过接受诊断灵敏度明显地降低。

<实施例 13>

与实施例 1 同样的传输介质涂布 5 分钟后作为超声波传输介质进行评价的结果示于第 1 表。

本发明的传输介质，随时间的经过所产生的接受诊断灵敏度没有降低。

第1表-1

物质 (重量%)	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9	实施例10	实施例11	实施例12
流体 1	21			40	50	50	55	60				
流体 2	79	100	78									
矿物油 ⁶			22						56			
氯化萜烯树脂 ²				60	50				44	48		
氯化石油树脂 ³						50	45	40				
二烯烯二聚物氯化物 ⁴										52		
聚丁烯 ⁵											100	
聚苯醚 ⁶												100
粘度 (mPa·s@25℃)	12000	200000	8500	200000	18500	65000	16000	5700	8400	55000	21000	1200
SH 波接受信号灵敏度(V)	0.88	1.66	0.55	0.97	0.67	0.51	0.25	0.11	0.54	0.76	0.53	0.12
L 波接受信号灵敏度 (V)	0.26	0.11	0.27	0.12	0.26	0.06	0.07	0.11	0.17	0.13	0.11	0.68

*1 石蜡系矿物油 P-500

*2 Yasuhara 化学制品株式会社、商品名 Clearon P-85

*3 出光石油化学株式会社、商品名 Aimarb P100

*4 Yasuhara 化学制品株式会社、商品名 YS Oil DH

*5 出光石油化学株式会社、商品名 Polybutene 100H

*6 松村石油研究所株式会社、商品名会性 Polyphenyl ether 5P4E

第1表-2

物质 (重量%)	比较例 1	比较例 2	比较例 3	比较例 4	比较例 4	比较例 6	比较例 7	比较例 8	比较例 8 (涂布后 5 分)	实施例 13 (涂布后 5 分)
硅油 ⁷	100									
硅油 ⁸		100								
硅油 ⁹			100							
硅油 ¹⁰				100						
流体 1					50					21
流体 2					50					79
聚丙二醇 ¹¹						100				
矿物油 ¹							100		100	
聚丙三醇										
粘度 (mPa · s@25℃)	5000	10000	30000	100000	530	650	220	140000	140000	12000
SH 波接受信号灵敏度(V)	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.99	0.67	0.88
L 波接受信号灵敏度 (V)	0.01	0.03	0.01	0.01	0.52	0.23	0.46	0.46	0.34	0.26

*7 Toray Silicone 株式会社制、商品名 Toray Silicone SH200-5000cs

*8 Toray Silicone 株式会社制、商品名 Toray Silicone SH200-10000cs

*9 Toray Silicone 株式会社制、商品名 Toray Silicone SH200-30000cs

*10 Toray Silicone 株式会社制、商品名 Toray Silicone SH200-100000cs

*11 和光纯药工业株式会社制、聚丙二醇 三醇型

本发明的超声波用传输介质，是不引起被测体的生锈、且在使用中不引起传输特性降低、固体密合性良好、且在浸渍等的非接触状态下传输性也好的超声波用传输介质。本发明的超声波诊断用传输介质可以用于横波超声波及纵波超声波中的任何一种，特别是横波超声波的传输好，可有效地用于超声波探伤、超声波测量等。

专利名称(译)	超声波诊断用传输介质		
公开(公告)号	CN100360930C	公开(公告)日	2008-01-09
申请号	CN02819616.3	申请日	2002-09-27
申请(专利权)人(译)	出光兴产株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	出光兴产株式会社		
[标]发明人	坪内俊之 青山昌二 福原干夫		
发明人	坪内俊之 青山昌二 福原干夫		
IPC分类号	G01N29/28 A61B8/00		
CPC分类号	G01N29/28		
代理人(译)	王健		
优先权	2001306713 2001-10-02 JP		
其他公开文献	CN1564943A		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

本发明是含有使用温度下具有1000mPa·s以上粘度的烃化合物和/或具有环结构的醚或酯化合物为特征的超声波诊断用介质。因此提供不成为被测体生锈的原因、没有使使用中的传输特性恶化的吸湿性、且在短时间内赋予固体密合性、横波超声波传输特别好的超声波诊断用传输介质。

第1表-1

物质(重量)	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9	实施例10	实施例11	实施例12
液体1	21		40	50	50	55	60					
液体2	75	100	78									
液体3			22					56				
液体4				40	50		45	44	44			
液体5										52		
液体6											100	
液体7												100
液体8												100
液体9	2000	1850	2000	1850	1850	1850	1850	1850	1850	1850	1850	1850
液体10	1.88	1.66	0.55	0.97	0.67	0.51	0.25	0.11	0.54	0.76	0.53	0.12
液体11	0.16	0.11	0.27	0.12	0.26	0.16	0.07	0.11	0.17	0.13	0.11	0.08

- *1 石油系矿物油 P-5100
- *2 Yashihara 化学株式会社制、商品名 Clearon P-45
- *3 出光石油化学株式会社制、商品名 Amuro P100
- *4 Yashihara 化学株式会社制、商品名 VS Oil 2H
- *5 出光石油化学株式会社制、商品名 Polyvulene 100H
- *6 出光石油研究所株式会社制、商品名会性 Polyphenyl ether SP46