



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101195703 B

(45) 授权公告日 2012. 05. 30

(21) 申请号 200710201516. 2

CN 1153667 A, 1997. 07. 09, 全文.

(22) 申请日 2007. 08. 29

US 4559827 A, 1984. 04. 11, 全文.

(66) 本国优先权数据

CN 1096459 A, 1994. 12. 21, 全文.

200610021896. 7 2006. 09. 19 CN

CN 1070927 A, 1993. 04. 14, 全文.

审查员 李丽

(73) 专利权人 二重集团(德阳)重型装备股份有限公司

地址 618013 四川省德阳市珠江西路 460 号

(72) 发明人 白敏

(74) 专利代理机构 成都虹桥专利事务所 51124

代理人 武森涛

(51) Int. Cl.

*C08L 71/08* (2006. 01)

*C08K 5/09* (2006. 01)

*G01N 29/04* (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1161863 A, 1997. 10. 15, 全文.

US 4365516 A, 1982. 12. 28, 全文.

GB 1564408 A, 1980. 04. 10, 全文.

权利要求书 3 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种探伤用耦合剂及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于有机化工领域,公开了一种水溶性防锈型超声波探伤用耦合剂及其制备方法。本发明水溶性防锈型超声波探伤用耦合剂含有水溶性的防腐剂 0.5%~50%,重均分子量  $M = 400 \sim 1000$  的聚乙二醇 10%~50% 和重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$  的聚乙二醇 5%~50% 或聚醚 (40°C 下  $20000 \sim 100000 \text{mm}^2/\text{s}$ ) 10%~50%,非硅型化合物消泡剂、染料、香料助剂 0.01%~2%,水为余量。该种耦合剂具有优良的超声波耦合性能及对金属特别是不锈钢堆焊层有优良的防锈防腐性能。

1. 一种探伤用耦合剂,其特征在于:按重量百分比该探伤用耦合剂含有:

重均分子量 $M=400 \sim 1000$ 的聚乙二醇	10%~50%
重均分子量 $M=2000 \sim 10000$ 的聚乙二醇	5%~50%
40℃下粘度为 $20000 \sim 100000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 的聚醚	10%~50%
水溶性防腐剂	0.5%~50%
水为余量;	

所述水溶性防腐剂由脂肪酸、含氮化合物和环氧化合物三种成分经酸催化反应制备而成;所用三种成分的摩尔比为:脂肪酸 0.85 ~ 1.05、含氮化合物 0.95 ~ 1.25、环氧化合物 0.15 ~ 0.3。

所述探伤用耦合剂通过如下步骤制得:(1) 制备水溶性的防腐剂:a. 在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按摩尔比为 0.85 ~ 1.05 : 0.95 ~ 1.25 : 0.15 ~ 0.3 分别加入脂肪酸、含氮化合物和环氧化合物,滴加 98%浓硫酸,控制滴加速度,以保证体系温度控制在 50℃之内;b. 加完后升温至 185 ~ 195℃,保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入硫酸摩尔数 2 倍量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液及无水硫酸钠干燥;d. 过滤,滤液中加入 1/8 体积的活性炭,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集 150 ~ 165℃的馏分制得水溶性防腐剂;

(2) 在另一反应装置中加入经上述步骤制取的水溶性防腐剂,升温至  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  后加入重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$  的聚乙二醇,加热至  $120^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ ,充分搅拌 25 ~ 45 分钟;

(3) 再加入分子量  $M = 400 \sim 1000$  的聚乙二醇和聚醚,待产物的粘度达到 40℃下  $50 \sim 150 \text{ mm}^2/\text{s}$  之间和酸值小于 0.01 时,停止反应;

(4) 自然冷却,补加余量的蒸馏水,制得水溶性防腐型探伤用耦合剂。

2. 根据权利要求 1 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述脂肪酸的碳链为  $\text{C}_6 \sim \text{C}_{18}$ ,为己酸、辛酸、癸二酸、月桂酸、油酸中的至少一种。

3. 根据权利要求 1 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述含氮化合物为乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺或吡啶中的至少一种。

4. 根据权利要求 1 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述环氧化合物是环氧乙烷或环氧丙烷中的至少一种。

5. 根据权利要求 1 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述催化反应过程中,催化剂为浓度 98%的硫酸,其用量以控制到体系显酸性为准。

6. 根据权利要求 1 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述聚醚是由环氧乙烷与环氧丙烷按摩尔比 1 : 3 聚合而成,它的粘度为 40℃下  $20000 \sim 100000 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

7. 制备权利要求 1 所述探伤用耦合剂的方法,包括如下步骤:

(1) 制备水溶性的防腐剂:a. 在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按摩尔比为 0.85 ~ 1.05 : 0.95 ~ 1.25 : 0.15 ~ 0.3 分别加入脂肪酸、含氮化合物和环氧化合物,滴加 98%浓硫酸,控制滴加速度,以保证体系温度控制在 50℃之内;b. 加完后升温至 185 ~ 195℃,保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入硫酸摩尔数 2 倍量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液及无水硫酸钠干燥;d. 过滤,滤液中加入 1/8 体

积的活性碳,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集 150 ~ 165℃的馏分制得水溶性防腐剂;

(2) 在另一反应装置中加入经上述步骤制取的水溶性防腐剂,升温至  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  后加入重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$  的聚乙二醇,加热至  $120^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ ,充分搅拌 25 ~ 45 分钟;

(3) 再加入分子量  $M = 400 \sim 1000$  的聚乙二醇和聚醚,待产物的粘度达到  $40^\circ\text{C}$  下  $50 \sim 150\text{mm}^2/\text{s}$  之间和酸值小于 0.01 时,停止反应;

(4) 自然冷却,补加余量的蒸馏水,制得水溶性防腐型探伤用耦合剂。

8. 一种探伤用耦合剂,其特征在于:按重量百分比该探伤用耦合剂由以下组分组成:

重均分子量 $M=400 \sim 1000$ 的聚乙二醇	10%~50%;
重均分子量 $M=2000 \sim 10000$ 的聚乙二醇	5%~50%;
$40^\circ\text{C}$ 下粘度为 $20000 \sim 100000 \text{mm}^2/\text{s}$ 的聚醚	10%~50%;
水溶性防腐剂	0.5%~50%;
助剂	0.01%~2%;

水为余量;其中助剂为非硅型消泡剂、染料或香料中的至少一种;

所述水溶性防腐剂由脂肪酸、含氮化合物和环氧化合物三种成分经酸催化反应制备而成;所用三种成分的摩尔比为:脂肪酸 0.85 ~ 1.05、含氮化合物 0.95 ~ 1.25、环氧化合物 0.15 ~ 0.3;

所述探伤用耦合剂通过如下步骤制得:(1) 制备水溶性的防腐剂:a. 在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按摩尔比为 0.85 ~ 1.05 : 0.95 ~ 1.25 : 0.15 ~ 0.3 分别加入脂肪酸、含氮化合物和环氧化合物,滴加 98% 浓硫酸,控制滴加速度,以保证体系温度控制在  $50^\circ\text{C}$  之内;b. 加完后升温至  $185 \sim 195^\circ\text{C}$ ,保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入硫酸摩尔数 2 倍量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液及无水硫酸钠干燥;d. 过滤,滤液中加入  $1/8$  体积的活性碳,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集  $150 \sim 165^\circ\text{C}$  的馏分制得水溶性防腐剂;

(2) 在另一反应装置中加入经上述步骤制取的水溶性防腐剂,升温至  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  后加入重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$  的聚乙二醇,加热至  $120^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ ,充分搅拌 25 ~ 45 分钟;

(3) 再加入分子量  $M = 400 \sim 1000$  的聚乙二醇和聚醚,待产物的粘度达到  $40^\circ\text{C}$  下  $50 \sim 150\text{mm}^2/\text{s}$  之间和酸值小于 0.01 时,停止反应;

(4) 自然冷却,补加余量的蒸馏水,制得水溶性防腐型探伤用耦合剂;

所述步骤(4)中,自然冷却到  $80^\circ\text{C}$  以下时,还按重量百分比加入 0.01% ~ 2% 助剂,所述助剂为非硅型消泡剂、染料或香料中的至少一种。

9. 根据权利要求 8 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述脂肪酸的碳链为  $\text{C}_6 \sim \text{C}_{18}$ ,为己酸、辛酸、癸二酸、月桂酸、油酸中的至少一种。

10. 根据权利要求 8 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述含氮化合物为乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺或吡啶中的至少一种。

11. 根据权利要求 8 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述环氧化合物是环氧乙烷或环氧丙烷中的至少一种。

12. 根据权利要求 8 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述催化反应过程中,催化剂为浓度 98%的硫酸,其用量以控制到体系显酸性为准。

13. 根据权利要求 8 所述探伤用耦合剂,其特征在于:所述聚醚是由环氧乙烷与环氧丙烷按摩尔比 1 : 3 聚合而成,它的粘度为 40℃下 20000 ~ 100000mm<sup>2</sup>/s。

14. 制备权利要求 8 所述探伤用耦合剂的方法,包括如下步骤:

(1) 制备水溶性的防腐剂:a. 在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按摩尔比为 0.85 ~ 1.05 : 0.95 ~ 1.25 : 0.15 ~ 0.3 分别加入脂肪酸、含氮化合物和环氧化合物,滴加 98%浓硫酸,控制滴加速度,以保证体系温度控制在 50℃之内;b. 加完后升温至 185 ~ 195℃,保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入硫酸摩尔数 2 倍量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液及无水硫酸钠干燥;d. 过滤,滤液中加入 1/8 体积的活性炭,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集 150 ~ 165℃的馏分制得水溶性防腐剂;

(2) 在另一反应装置中加入经上述步骤制取的水溶性防腐剂,升温至 50±5℃后加入重均分子量 M = 2000 ~ 10000 的聚乙二醇,加热至 120℃~ 140℃,充分搅拌 25 ~ 45 分钟;

(3) 再加入分子量 M = 400 ~ 1000 的聚乙二醇和聚醚,待产物的粘度达到 40℃下 50 ~ 150mm<sup>2</sup>/s 之间和酸值小于 0.01 时,停止反应;

(4) 自然冷却,补加余量的蒸馏水,制得水溶性防腐型探伤用耦合剂;

所述步骤 (4) 中,自然冷却到 80℃以下时,还按重量百分比加入 0.01%~ 2%助剂,所述助剂为非硅型消泡剂、染料或香料中的至少一种。

## 一种探伤用耦合剂及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种探伤用耦合剂及其制备方法,属于有机化工领域。

### 背景技术

[0002] 在机械制造、化工等众多行业都需要对工件的焊缝及堆焊层进行无损探伤检测,比如超声波检测。当探头和工件表面之间有空气层,超声波的反射率几乎为 100%,难以射入工件达不到探伤的目的,因此为了保证超声波的理想传播,实施超声波检测时需要在工件表面涂上一种传递声波的介质即耦合剂。

[0003] 现有公开的技术资料及中国专利 CN1161863A、CN1161863A、CN1070927A 等中公开了以水、机油、煤油、甘油、乳化石蜡、羧甲基纤维素、海藻酸钠、丙烯酸聚合物等作为超声波检测耦合剂。这些公开技术虽然能满足人体医用及某些金属超声波检测对耦合剂的要求,但尚存若干缺陷。如没有充分考虑耦合剂与金属表面接触后将会引起的变化,没有解决耦合剂中某些成份将造成钢铁表面的堆焊层严重锈蚀,而前述的中国专利 CN1161863A 的技术领域主要是人体医用超声波检测, CN1161863A、CN1070927A 两个中国专利虽然可用于金属超声波检测,但它们的主要目的都是降低成本,并没有把防止钢铁及堆焊层表面的锈蚀作为自己技术发明的重点和关键点;根据金属防腐知识可以了解到在所述的耦合剂中加入三乙醇胺、苯甲酸钠后耦合剂的防锈能力并不强,更不能消除某些离子对不锈钢的晶间腐蚀。同时,根据工件表面粗糙度、耦合剂在工件表面厚度和超声波透射间的关系,在堆焊层表面使用这些耦合剂不能得到理想的耦合效果。

[0004] 另外,钢铁的超声波检测还涉及许多重要的其它因素。如当无损探伤是在制造过程结束进行的最终检查,或没有特殊要求时,通常可以使用矿物油一类的材料作为耦合剂,如牌号为 N32 的机械油等。而当制造过程尚未结束,还需对焊缝及堆焊层作消除应力的热处理时,就不能使用矿物油,因为涂施在焊缝及堆焊层表面的矿物油很难完全除去,况且除去的费用十分昂贵,这些残留的矿物油受热后将对焊缝及堆焊层产生危害。普通矿物油只是在金属表面形成一层油膜,它具有一定的润滑性能,使探伤探头能在焊缝或堆焊层表面自由滑动,但不具备防腐性能,无法防止焊缝及堆焊层在湿热、金属性污染物存在的环境中锈蚀。

[0005] 为了满足热处理等对耦合剂的要求,在探伤检测中应使用非矿物油型探伤用耦合剂,目前得到普遍采用的有羧甲基纤维素、聚乙烯醇类、甘油等化学浆糊类物质。如中国专利 CN1161863A、CN1038346A、CN1070927A 中提出的超声波探伤耦合剂。这些现有的非矿物油型探伤用耦合剂存在的明显不足是对钢铁的防腐防锈性能较差,探伤检测后的焊缝及堆焊层表面容易出现锈蚀。而且这些探伤用耦合剂中通常含有使表面致蚀的成分,如氯离子、醋酸根离子、高浓度的氢氧根离子等,如 CN1070927A, CN1161863A 均存在这样的问题;在 CN1038346A 中还存在使用危害人体健康的亚硝酸盐等问题。因此这些探伤用耦合剂特别不适宜于大型化工设备,如加氢反应器及核电反应堆筒体焊缝及堆焊层的超声波探伤。这类设备的焊缝及堆焊层均是由不锈钢组成,氯离子等卤素对它们的危害作用早已为人们所认

识,在选用探伤用耦合剂是必须加以考虑的。在生产现场,很容易形成铁素体污染的碳素钢粉尘会对不锈钢产生腐蚀作用,而打磨堆焊不锈钢基体的碳素钢是必须的生产工序,因此要完全消除由此带到焊缝及堆焊层表面的粉尘几乎是不可能的。与清除表面使用矿物油的情况相似,凭借清洗的方法清除焊缝及堆焊层表面的粉尘,不仅需要支付颇大的成本,而且还花费很大的工作量,它在实际操作环境中有时是无法清除的。因此,解决这些腐蚀不仅是保护产品的必然要求而且也是使生产得以顺利进行的重要措施。其它非矿物油型探伤用耦合剂,如甘油(丙三醇)等,不仅防腐性能与上述矿物油相似,而且它的其它性能如粘度等随温度、水份变化的情况很不理想。温度、水份的微小变化就造成厚度的较大变化,而我们知道厚度与超声波探伤的反射波高密切相关,这种变化给探伤检测带来分析判断上的困难,因而也不适用。

[0006] 综上所述,现有的超声波检测用耦合剂或者不能满足产品制造工艺要求,或者具有性能上的缺陷:如非矿物油型探伤耦合剂防腐性能不佳,在大型化工及核电设备焊缝及堆焊层超声波检测中耦合效果不佳,难以满足工艺及防止不锈钢晶间腐蚀的要求。本领域急需开发新的探伤用耦合剂。

### 发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题之一是提供一种探伤用耦合剂,该探伤用耦合剂是一种水溶性防锈型超声波探伤用耦合剂,能很好地满足无损探伤检测对超声波耦合及防腐性能的要求,并且容易完全去除。

[0008] 本发明解决该技术问题所采用的技术方案是:本发明探伤用耦合剂,按重量百分比该探伤用耦合剂含有:

[0009] 聚乙二醇(重均分子量  $M = 400 \sim 1000$ ) 10%~50%

[0010] 聚乙二醇(重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$ ) 5%~50%

[0011] 聚醚(40℃下  $20000 \sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ ) 10%~50%

[0012] 水溶性防腐剂 0.5%~50%

[0013] 水为余量。

[0014] 进一步地,本发明探伤用耦合剂按重量百分比由以下组分组成:

[0015] 聚乙二醇(重均分子量  $M = 400 \sim 1000$ ) 10%~50%

[0016] 聚乙二醇(重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$ ) 5%~50%

[0017] 聚醚(40℃下  $20000 \sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ ) 10%~50%

[0018] 水溶性防腐剂 0.5%~50%

[0019] 非硅型化合物消泡剂、染料、香料助剂 0.01%~2%

[0020] 水为余量

[0021] 本发明所要解决的技术问题另一是提供一种上述探伤用耦合剂的制备方法。

[0022] 本发明解决该技术问题所采用的技术方案是:本发明的耦合剂的制备方法,包括如下步骤:

[0023] (1) 制备水溶性防腐剂, a. 在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按摩尔比为:脂肪酸0.85~1.05,含氮化合物0.95~1.25,环氧化合物0.15~0.30加入各原料,滴加98%浓硫酸,控制滴加速度,控制体系温度在50℃之内;b. 加完后升温至185~195℃,

保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入过量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液及无水硫酸钠干燥;d. 过滤,滤液加入适量活性炭,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集 150 ~ 165℃的馏分制得水溶性防腐剂;

[0024] (2) 水溶性防腐剂进一步酯化:在另一反应装置中加入经上述步骤制取的水溶性防腐剂预备物,升温至  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  后再加入重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$  的聚乙二醇并加热至  $120^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ ,充分搅拌 25 ~ 45 分钟;

[0025] (3) 加入聚乙二醇(重均分子量  $M = 400 \sim 1000$ )和聚醚( $40^\circ\text{C}$ 下  $20000 \sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ )待产物的粘度达到  $40^\circ\text{C}$ 下  $50 \sim 150\text{mm}^2/\text{s}$ 之间和酸值小于 0.01 时,停止反应;

[0026] (4) 自然冷却,补加余量的蒸馏水,制得水溶性防腐型探伤用耦合剂。

[0027] 进一步的技术方案是在上述步骤(4)中,当自然冷却到  $80^\circ\text{C}$ 以下时,还按配制的耦合剂总重量百分比加入 0.01% ~ 2%非硅型化合物消泡剂、染料、香料助剂。

[0028] 本发明的有益效果是:提供了一种水溶性防锈型超声波探伤用耦合剂,本发明耦合剂为水溶性,它可以用水方便去除,附着在焊缝或堆焊层表面的成分在后续热处理工序中或者自行蒸发、或者不会产生有害产物,本发明耦合剂在探伤过程中及探伤检测之后具有防腐功能,它特别能保护堆焊层表面的蓝色氧化膜不会转变为褐色铁锈。因此,本发明耦合剂对于大型化工和核电设备的焊接质量制造检测具有十分重要的意义。本发明探伤用耦合剂的制备方法,简单易操作,对制备设备无特殊要求。

### 具体实施方式

[0029] 下面结合具体实施方式进一步说明本发明。

[0030] 本发明探伤用耦合剂,按重量百分比含有:水溶性的防腐剂 0.5% ~ 50%、聚乙二醇(重均分子量  $M = 400 \sim 1000$ )10% ~ 80%和重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$ 的聚乙二醇 5% ~ 50%或聚醚( $40^\circ\text{C}$ 下  $20000 \sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ )10% ~ 50%等,其中:所述水溶性的防腐剂由 C6 ~ C12 脂肪酸、有机胺、环氧化合物在催化剂存在下首先反应而成水溶性防腐剂然后再与聚乙二醇进一步发生反应生成酯;

[0031] 作为一种优选的实施方式,本发明探伤用耦合剂按重量百分比由以下组分组成:水溶性的防腐剂 0.5% ~ 50%,聚乙二醇(分子量  $400 \sim 1000$ )10% ~ 80%和重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$ 的聚乙二醇 5% ~ 50%或聚醚( $40^\circ\text{C}$ 下  $20000 \sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ )10% ~ 50%,非硅型化合物消泡剂、染料、香料助剂 0.01% ~ 2%,水为余量。

[0032] 其中,上述水溶性的防腐剂由脂肪酸、含氮化合物、环氧化合物和催化剂在指定条件下反应制备而成,所用各物料的摩尔比为:脂肪酸 0.85 ~ 1.05、含氮化合物 0.95 ~ 1.25、环氧化合物 0.15 ~ 0.3。所述脂肪酸的碳链为  $\text{C}_6 \sim \text{C}_{18}$ ,更具体说它们可以是己酸、辛酸、癸二酸、月桂酸、油酸中的一种或几种的组合物。所述含氮化合物为乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、吡啶及其衍生物等,纯度应在 99%以上。所述环氧化合物是环氧乙烷、环氧丙烷,1,4 氮氧己烷及其衍生物等催化剂为浓度为 98%的硫酸,其用量以控制在体系显酸性为度。

[0033] 其中,聚醚是由环氧乙烷与环氧丙烷按摩尔比 1 : 3 的聚合而成,它的粘度为  $40^\circ\text{C}$ 下  $20000 \sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ ;聚乙二醇的重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$ 。

[0034] 上述非硅型化合物消泡剂的作用是减少耦合剂的泡沫,可以采用 GXP-112-C、GXP-112-D 等;香料助剂的作用是改善耦合剂气味,可以采用玫瑰香精、芙蓉香精。染料作用是调整耦合剂颜色,可以采用中性玫瑰红染料等。这些辅料根据具体需要按本领域的常识进行配合使用。

[0035] 本发明探伤用耦合剂为非矿物油型耦合剂,而且是水溶性的,因此它可以用水方便去除,附着在焊缝或堆焊层表面的成分在后续热处理工序中或者自行蒸发、或者不会产生有害产物,耦合剂在探伤过程中及探伤检测之后具有防腐功能,它特别能保护堆焊层表面的蓝色氧化膜不会转变为褐色铁锈。本发明探伤用耦合剂的生产原料来源广泛,均为常见的化工材料,产品及生产成本较低,而且不会对人体及环境产生危害。

[0036] 本发明同时还提供了制备上述探伤用耦合剂的方法,该制备方法简单,对制备设备无特殊要求。本发明探伤用耦合剂的制备方法,包括如下步骤:(1) 制备水溶性防腐剂, a. 在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按组分加入脂肪酸、环氧化合物和纯度为 99% 的含氮化合物,滴加 98% 浓硫酸,控制滴加速度,控制体系温度在 50℃ 之内;b. 加完后升温至 185 ~ 195℃,保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入过量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液用无水硫酸钠干燥;d. 过滤,滤液加入适量活性炭,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集 150 ~ 165℃ 的馏分制得水溶性防腐剂;(2) 在另一反应装置中加入经上述步骤制取的水溶性防腐剂,升温至 90 ± 5℃ 后再加入重均分子量  $M = 2000 \sim 10000$  的聚乙二醇,充分搅拌,反应 25 ~ 45 分钟,(3) 加入聚乙二醇(分子量  $M = 400 \sim 1000$ ) 和聚醚(40℃ 下 20000 ~ 100000 mm<sup>2</sup>/s) 待混合物的粘度达到 40℃ 下 50 ~ 150 mm<sup>2</sup>/s 和酸值小于 0.01 时,停止搅拌;(4) 自然冷却,补加余量的蒸馏水,制得水溶性防腐型探伤用耦合剂。在所述步骤(4)中,自然冷却到 80℃ 以下时,还可按重量百分比加入 0.01% ~ 2% 非硅型化合物消泡剂、染料、香料助剂。

[0037] 以下通过具体实施例的方式对本发明做进一步详述,但不应理解为是对本发明主题范围的限定,凡基于上述发明主题作出的修改、替换实现的技术方案均属于本发明的保护范围。本发明中的 mm<sup>2</sup>/s 是指粘度的单位;酸值表示体系中酸性物质的总量,定义为中和 1g 树脂所需消耗的氢氧化钾毫克数,以“mg/g”为单位。

[0038] 实施例一制备水溶性防腐剂

[0039] (1)、在装有空气冷凝器和温度计的反应装置中,按组分加入月桂酸 1 摩尔,含氮化合物吡啶 1.15 摩尔,环氧丙烷 0.2 摩尔,滴加 98% 浓硫酸,控制滴加速度使反应体系为酸性,控制体系温度在 50℃ 之内;

[0040] (2)、加完后升温至 185 ~ 195℃,保温反应 1.5 ~ 2.5 小时,反应生成的水同时被蒸出;c. 冷却上述反应物,加入过量的氧化钙,进行蒸馏,馏出液用无水硫酸钠干燥;

[0041] (3)、过滤,滤液加入适量活性炭,然后回流 30 ~ 50 分钟,收集 150 ~ 165℃ 的馏分,制得水溶性防腐剂。

[0042] 重复上述步骤,制备所需量的水溶性防腐剂。

[0043] 实施例二制备本发明探伤用耦合剂

[0044] (1) 在 2000ml 三颈瓶中加入实施例一制备的水溶性防腐剂 100 克,升温至 90 ± 5℃ 后再加分子量 6000 的聚乙二醇 300 克,充分搅拌 25 分钟后,待反应物的酸值 ≤ 0.01 mg/g,粘度达到 1650 mm<sup>2</sup>/s 以上后,加入聚乙二醇(分子量  $M = 400$ ) 500 克和粘度为



40℃下 25000mm<sup>2</sup>/s 的聚醚 250 克加热至温度控制在 40℃~45℃,待产物的粘度达到 60~70mm<sup>2</sup>/s(40℃下)之间,酸值小于 0.01 时,停止反应;

[0045] (2) 停止反应后自然冷却到 80℃以下,充分搅拌后补加余量的蒸馏水 340 克,再搅拌 3~5 分钟即可。这样就得到本发明所述的探伤用防腐型耦合剂。

[0046] 实施例三制备本发明探伤用耦合剂

[0047] (1) 在 3000ml 三颈瓶中加入实施例一制备的水溶性防腐剂 200 克,升温至 90±5℃后再加的分子量 8000 聚乙二醇 100 克,充分搅拌 30 分钟,待反应物的酸值 ≤ 0.01mg/g,粘度 ≥ 1650mm<sup>2</sup>/s 后,加入聚乙二醇(分子量 M = 800)790 克,粘度为 40℃下 45000mm<sup>2</sup>/s 的聚醚 350 克、加热至 45℃~50℃,待产物的粘度达到 60~70mm<sup>2</sup>/s(40℃下)之间,酸值小于 0.01 时,停止反应;

[0048] (2) 停止反应后自然冷却到 80℃以下,等比加入助剂非硅型化合物消泡剂 GXP-112-D、中性玫瑰红染料、芙蓉香精共 10 克(0.6%),充分搅拌后补加余量的蒸馏水 150 克,再搅拌 3~5 分钟即可。

[0049] 实施例四制备本发明探伤用耦合剂

[0050] (1) 在 500ml 三颈瓶中加入实施例一制备的水溶性防腐剂 90 克,升温至 90±5℃后再加分子量 10000 的聚乙二醇 235 克,充分搅拌 40 分钟,待反应物的酸值 ≤ 0.01mg/g,粘度 ≥ 1650mm<sup>2</sup>/s 后,加入聚乙二醇(分子量 M = 1000)50 克,粘度为 40℃下 65000mm<sup>2</sup>/s 聚醚 10 克加热至温度控制在 40℃~45℃,待产物的粘度达到 60~70mm<sup>2</sup>/s(40℃下)之间,酸值小于 0.01 时,停止反应;

[0051] (2) 停止反应后自然冷却到 80℃以下,加入助剂非硅型化合物消泡剂 GXP-112-D、中性玫瑰红染料、芙蓉香精共 1 克,充分搅拌后补加余量的蒸馏水 19 克,再搅拌 3~5 分钟即可。

[0052] 实施例五制备本发明探伤用耦合剂

[0053] (1) 在 10 升反应釜中加入实施例一制备的水溶性防腐剂 1.5 公斤,升温至 90±5℃后再加分子量 6000 的聚乙二醇 1.8 公斤,充分搅拌 35 分钟,待反应物的酸值 ≤ 0.01mg/g,粘度 ≥ 1650mm<sup>2</sup>/s 后,加入聚乙二醇(分子量 M = 600)2.5 公斤,40℃下 45000mm<sup>2</sup>/s 的聚醚 0.2 公斤加热至 45℃~50℃,待产物的粘度达到 60~70mm<sup>2</sup>/s(40℃下)之间,酸值小于 0.01 时,停止反应;

[0054] (2) 停止反应后自然冷却到 80℃以下,加入助剂非硅型化合物消泡剂 GXP-112-C、中性玫瑰红染料、玫瑰香精共 0.02 公斤,充分搅拌后补加余量的蒸馏水 1.48 公斤,再搅拌 3~5 分钟即可。

[0055] 试验例一本发明耦合剂的性能检测试验

[0056] 上述各实施例二到五所制得耦合剂的性能检测结果如下:

[0057] 1 耦合性能:用友联 PXUT-360 超声波探伤仪在厚度为 200mm、不锈钢堆焊层厚度为 70mm 钢件上进行几种耦合剂的对比检测其结果是:

[0058] 耦合剂名称;机油 甘油 工业浆糊 本发明各实施例结果平均值

[0059] 波高(Db) 10 20 15 36

[0060] 同时,本发明各实施例制备的耦合剂的其它声学性能检测结果平均值是:声速(M/s):1980;声阻抗(×10<sup>6</sup>g/cm.s):1.97,超声衰减(dB/cm.M):≤0.03

[0061] 2 本发明耦合剂的防锈防腐性能如表 1 所示：

[0062] 表一 本发明耦合剂性能检测结果

		实施例 二	实施例 三	实施例 四	实施例 五	检测方 法
外观		红色	黄色	红色	红色	目测
pH 值		8.0	8.5	8.0	8.0	pH 计
运动粘动 (40℃)		53.5	61.1	57.2	72.6	GB265
[0063] 防锈 性	迭片	合格	合格	合格	合格	SY1576
	单片	合格	合格	合格	合格	
腐蚀 实验 /55℃	钢片	合格	合格	合格	合格	SY2752
	铸铁 片	合格	合格	合格	合格	SY2752
泡 沫 (ml/30 分钟)		0.5	1.5	0	0.5	
湿热试验 (铸铁片, 7 天)		一级	一级	一级	一级	GB2361

[0064] 因此,从上述声学性能、在不锈钢表面与超声波的耦合性能及防锈防腐性能等实测数据我们可以看出本发明的耦合剂与已有的耦合剂相比,不光具有优良的耦合性能,而且还具有其它耦合剂完全不具备的防锈防腐及工艺优点。此外,本发明的探伤用耦合剂的生产原料成本低,毒性小,同时本发明的探伤用耦合剂的制备方法简单,对制备设备无特殊要求,得到的探伤用耦合剂对人体安全可靠,为大型化工及核电设备焊缝及堆焊层探伤检查提供了一种新的性能优良的必需材料,具有很好的应用前景。