(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-525536
(P2024-525536A)
(43)公表日　令和6年7月12日(2024.7.12)

(51)国際特許分類		ＦＩ		テーマコード（参考）
Ｇ０１Ｎ	*17/00 (2006.01)*	Ｇ０１Ｎ	17/00	２Ｇ０５０
Ｃ２３Ｆ	*15/00 (2006.01)*	Ｃ２３Ｆ	15/00	４Ｋ０６２

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全18頁）

(21)出願番号　特願2024-500110(P2024-500110)
(86)(22)出願日　令和4年6月15日(2022.6.15)
(85)翻訳文提出日　令和6年1月4日(2024.1.4)
(86)国際出願番号　PCT/EP2022/066277
(87)国際公開番号　WO2023/280537
(87)国際公開日　令和5年1月12日(2023.1.12)
(31)優先権主張番号　202141030059
(32)優先日　令和3年7月5日(2021.7.5)
(33)優先権主張国・地域又は機関
インド(IN)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　391008825
ヘンケル・アクチェンゲゼルシャフト・ウント・コムパニー・コマンディットゲゼルシャフト・アウフ・アクチェン
Ｈｅｎｋｅｌ ＡＧ ＆ Ｃｏ． ＫＧａＡ
ドイツ連邦共和国 デュッセルドルフ ヘンケルシュトラーセ ６７
Ｈｅｎｋｅｌｓｔｒａｓｓｅ ６７，Ｄ－４０５８９ Ｄｕｅｓｓｅｌｄｏｒｆ，Ｇｅｒｍａｎｙ
(74)代理人　100145403
弁理士　山尾 憲人
(74)代理人　100104592
弁理士　森住 憲一
(72)発明者　ターテ，ディーパク
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　侵食および／または腐食を監視するための電極

(57)【要約】
ａ）ベース層；ｂ）水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層；およびｃ）トップ層を含み、前記センサー層は、前記ベース層と前記トップ層との間にある電極。前記電極は、侵食および／または腐食の監視に使用することができる。

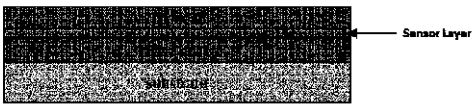


Fig. 1

【特許請求の範囲】
【請求項１】
ａ）ベース層；
ｂ）水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層；および
ｃ）トップ層
を含む電極であって、
前記センサー層は、前記ベース層と前記トップ層との間にある、電極。
【請求項２】
前記吸水性導電性組成物は、ビニル樹脂系組成物、２ｋエポキシ系組成物、ポリエステル系組成物、ポリウレタンとアクリレートとのコポリマー系組成物、ポリウレタンとポリエステルとのコポリマー系組成物、ビニルコポリマー系組成物およびそれらの混合物、好ましくはビニル樹脂系組成物または２ｋエポキシ系組成物からなる群から選択される、請求項１に記載の電極。
【請求項３】
前記吸水性導電性組成物は、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、セルロースエーテル、メチルセルロース、ヒドロキシルプロピルセルロース、アラビアガム、デンプン（デキストリン）、カゼイン（リンタンパク質）およびそれらの混合物からなる群から選択される、より好ましくはポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、メチルセルロースおよびそれらの混合物からなる群から選択される水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む、請求項１または２に記載の電極。
【請求項４】
前記センサー層は、
（ｉ）１～３００μｍ、好ましくは１０～２００μｍの厚さを有する；
および／または
（ｉｉ）５Ω～８００ｋΩ、好ましくは２０Ω～５００ｋΩの電気抵抗を有し、
ここで、前記電気抵抗はＡＳＴＭ　Ｄ２７３９－９７に従って測定される、請求項１～３のいずれかに記載の電極。
【請求項５】
前記ベース層は、エポキシ系組成物、ポリウレタン系組成物、アクリレート系組成物、ビニルエステル系組成物、ポリエステル系組成物、フェノキシシロキサン系組成物、エポキシシロキサン組成物およびそれらの混合物からなる群から選択され、
１００～５００μｍ、好ましくは１５０～４００μｍの厚さを有する、請求項１～４のいずれかに記載の電極。
【請求項６】
前記トップ層は、エポキシ系組成物、ポリウレタン系組成物、アクリレート系組成物、ビニルエステル系組成物、ポリエステル系組成物、フェノキシシロキサン系組成物およびその混合物からなる群から選択され、
１００～６００μｍ、好ましくは１２５～５００μｍの厚さを有する、請求項１～５のいずれかに記載の電極。
【請求項７】
前記ベース層は前記トップ層と同じ材料であるか、または前記ベース層は前記トップ層とは異なる材料である、請求項１～６のいずれかに記載の電極。
【請求項８】
（ｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りにより、基材上にベース層を設ける工程；
（ｉｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りにより、吸水性導電性組成物を含むセンサー層を適用する工程；および
（ｉｉｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りにより、吸水性

導電性組成物の層上にトップ層を適用する工程
を含む、請求項１～７のいずれかに記載の電極の製造方法。
【請求項９】
工程（ｉｉ）において、吸水性導電性組成物を含む前記センサー層は、前記ベース層の表面を完全にまたは部分的に覆い、工程（ｉｉｉ）において、前記トップ層は、前記吸水性導電性組成物層の表面を完全に覆う、請求項８に記載の方法。
【請求項１０】
吸水性導電性組成物を含む前記センサー層を適用した後、前記センサー層を１０分～１０時間、好ましくは３０分～８時間硬化させる、請求項８または９に記載の方法。
【請求項１１】
吸水性導電性組成物を含む前記センサー層を適用した後、前記層を２０～１５０℃、より好ましくは２５～１００℃で硬化させる、請求項８～１０のいずれかに記載の方法。
【請求項１２】
ベース層の適用（工程（ｉ））後、およびトップ層の適用（工程（ｉｉｉ））後、前記ベース層および／または前記トップ層を１０分～１０時間、好ましくは３０分～８時間硬化させる方法であって、前記硬化時間はベース層とトップ層とで同じであっても異なっていてもよい、請求項８～１１のいずれかに記載の方法。
【請求項１３】
ベース層の適用（工程（ｉ））後、およびトップ層の適用（工程（ｉｉｉ））後、前記ベース層および／または前記トップ層を２０～１５０℃、より好ましくは２５～１００℃で硬化させる方法であって、前記硬化温度はベース層とトップ層とで同じであっても異なっていてもよい、請求項８～１２のいずれかに記載の方法。
【請求項１４】
侵食および／または腐食を監視するための、請求項１～７のいずれかに記載の電極の使用。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、ａ）ベース層；ｂ）水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層；およびｃ）トップ層を含み、前記吸水性導電性組成物の層は、前記ベース層と前記トップ層との間にある電極に関する。本発明による電極は、侵食および／または腐食の監視に使用することができる
【背景技術】
【０００２】
通常、セラミック充填エポキシコーティングは、ポンプケーシングおよびプロペラを腐食および浸食から保護するための十分に確立された保護コーティングである。通常のセラミック充填エポキシコーティングは、用途や場所に応じて、通常、表面に２層でそれぞれ最大５００～１０００μｍで適用される。これらのコーティングは基材を環境から保護するために使用されるが、時間の経過および／または周囲の環境によりコーティングはその性能を失い始め、コーティングの欠陥により基材の劣化が生じる。言い換えれば、コーティングの浸食に続いて基材の腐食が発生する。場合により、コーティングの侵食が目に見えて検出しやすい場合もあるが、常にそうとは限らない。さらに、検出はコーティング材料が使用される場所に依存し、その場所が目で検出できない場合もある。例えば、化学プロセス環境では、コンテナ、パイプ、プロペラなどのコーティングが時間の経過とともにどのように侵食されるかを目だけで継続的に監視することは不可能である。同様に、さまざまなコーティング層下の基材の腐食を監視し続けることは困難である。
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００３】
デジタル化とＩｏＴのブームにより、センサーの使用が業界全体で増加している。現在

、市場には多くのセンサーが入手可能である。音響センサーと振動センサーは、機械学習および構造ヘルスモニタリング用途として十分に確立されている。しかし、それらは外部のものであり、コーティングの浸食を検出できるほど感度が高くない。応力、ひずみ、圧力、湿度、温度などを測定し、コーティングなどの劣化と相関させることができるプリンテッドエレクトロニクスに基づく埋め込み可能なセンサーがある。しかし、コーティング系との接着および適合性、さまざまなｐＨ溶液、化学薬品、摩耗、場合により高温を含む環境動作における長期安定性などのいくつかの制限がある。さらに、プリンテッドエレクトロニクスまたは半導体系ＭＥＭに基づくこれらの電流センサーの多くは、アセットに埋め込まれているか外部に取り付けられており、接着、バッテリー寿命、取り扱いの信頼性などの多くの制限がある。市場には、ワイヤレスと低コストの利点をもたらすパッシブＲＦＩＤセンサーが存在する。しかし、これらは主にアセットのタグ付けなどに使用され、ＲＦ信号の送信が金属によってブロックされ、金属基材上では機能しないため、構造ヘルスモニタリング用途への産業用途は非常に限られている。

【０００４】

したがって、保護コーティングの不可欠な部分である電極が必要とされている。

【図面の簡単な説明】

【０００５】

【図１】図１は基材上の本発明による電極を示す。

【図２】図２はセンサー用途の試験片（電極）を示す。

【図３】図３は、本発明による電極の電気抵抗測定を示す。

【０００６】

発明の概要

本発明は、ａ）ベース層；ｂ）水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層；およびｃ）トップ層を含み、前記センサー層は前記ベース層と前記トップ層との間にある、電極に関する。

【０００７】

本発明は、（ｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷、または刷毛塗りにより基材上にベース層を設ける工程；（ｉｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りにより吸水性導電性組成物を含むセンサー層を適用する工程（which on a sensor layer comprising water absorbing, electrically conductive composition is applied via coating, laminating, spraying, printing or brushing）；および（ｉｉｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りにより、吸水性導電性組成物の層上にトップ層を適用する工程を含む、本発明による電極の製造方法に関する。

【０００８】

本発明は、侵食および／または腐食を監視するための、本発明による電極の使用を包含する。

【発明を実施するための形態】

【０００９】

発明の詳細な説明

以下の文章では、本発明がより詳細に説明される。そのように説明された各態様は、特に反対のことが明確に示されない限り、他の任意の態様と組み合わせてよい。特に、好ましいまたは有利であると示された任意の特徴は、好ましいまたは有利であると示された他の任意の特徴と組み合わせてよい。

【００１０】

本発明の文脈において、使用される用語は、文脈により別段の指示がない限り、以下の定義に従って解釈されるべきである。

【００１１】

本明細書で使用される場合、単数形「ａ」、「ａｎ」および「ｔｈｅ」は、文脈上明らかに別段の指示がない限り、単数および複数の両方の指示対象を含む。

【００１２】
本明細書で使用される「含む（comprising）」、「含む（comprises）」、および「から構成される（comprised of）」という用語は、「含む（including）」、「含む（includes）」、または「含む（containing）」、「含む（contains）」と同義であり、包括的またはオープンエンドであり、追加の、非限定的なメンバー、要素、または方法ステップを排除しない。
【００１３】
本明細書で使用される場合、「からなる（consisting of）」という用語は、特定されていない要素、成分、メンバー、または方法ステップを除外する。
【００１４】
数値終点の記載には、記載された終点だけでなく、それぞれの範囲内に包含されるすべての数値および分数が含まれる。
【００１５】
本明細書で言及されるすべてのパーセンテージ、部、割合などは、特に示されない限り、重量に基づいている。
【００１６】
量、濃度、またはその他の値やパラメータが範囲、好ましい範囲、または好ましい上限値と好ましい下限値の形で表される場合、得られる範囲が文脈中に明確に言及されているかどうかを考慮することなく、任意の上限または好ましい値と、任意の下限または好ましい値とを組み合わせて得られる任意の範囲が具体的に開示されると理解すべきである。
【００１７】
本明細書で引用されるすべての参考文献は、その全体が参照により本明細書に組み込まれる。
【００１８】
他に定義しない限り、技術用語および科学用語を含む本発明の開示に使用されるすべての用語は、本発明が属する技術分野の当業者によって一般に理解される意味を有する。さらなる指針として、本発明の教示をよりよく理解するために用語の定義が含まれる。
【００１９】
本発明は、ａ）ベース層；ｂ）水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層；およびｃ）トップ層を含み、前記センサー層は、前記ベース層と前記トップ層との間にある、電極に関する。図１は、本発明による電極を示す。
【００２０】
出願人は、吸水性導電性コーティング組成物が、コーティングの侵食および／または基材の腐食を監視するためのセンサーとして使用できることを発見した。吸水性導電性コーティング組成物は、保護コーティングの２つの層（ベース層とトップ層）の間にセンサー層として組み込むことができる。センサー層はトップ層の下で保護されているため抵抗が安定しているが、トップ層が侵食され、センサー層が水にさらされると抵抗が数倍に増加し、コーティングの部分的な損傷のシグナルを引き起こし、エッジデバイスを介してアクションのためにエンドユーザーに送信される。エッジデバイスはセンサーから生信号を受信し、それをデジタル形式に変換し、ワイヤレス接続を介して分析用のクラウドベースソフトウェアに送信し、最終的には顧客のダッシュボードに送信する。
【００２１】
本発明は、セラミック充填エポキシ系保護コーティングの２つのコーティング層（ベース層およびトップ層）の間のセンサー層として、スマート導電層を使用する。水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層は、耐化学薬品性および耐摩耗性のトップ層によって水、スラリーなどのあらゆる流体から保護される。トップ層によって保護されているため、動作条件下での抵抗は安定しており変化しない。トップ層が時間の経過とともにキャビテーションにより浸食され、水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物で作られ

たセンサー層が水にさらされることになる。水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物を含むセンサー層が水を吸収すると、抵抗は数倍に上昇する。抵抗が突然増加すると、設定されたしきい値制限に基づいてアラームが引き起こされ、ＩｏＴデバイスを通じてエンドユーザーに部分的なコーティングの損傷に関する信号が送信され得る。信号は中間層で生成されるため、オペレータはベース層の残りの寿命を把握でき、それによってより遅い生産サイクル中にダウンタイムを計画でき、これにより機器の故障および損傷による損失を防ぐことができる。

【００２２】

本発明による電極は、ベース層を含む。ベース層の要件は、耐薬品性および耐摩耗性のコーティングを提供することである。本発明での使用に適したベース層は、任意の市販のコーティング組成物であり得る。

【００２３】

好ましくは、前記ベース層は、エポキシ系組成物、ポリウレタン系組成物、アクリレート系組成物、ビニルエステル系組成物、ポリエステル系組成物、フェノキシシロキサン系組成物、エポキシシロキサン組成物、およびそれらの混合物からなる群から選択される。

【００２４】

本発明での使用に特に適したベース層は、保護コーティングとして広く使用されているセラミック充填エポキシ系組成物に基づいてよい。例えば、市販の２成分、室温硬化性、耐食性、耐摩耗性、耐薬品性のエポキシコーティング系を本発明で使用できる。この種のコーティングシステムは、ポンプ、パイプ、熱交換器などの機器を過酷な環境から保護するために一般的に使用される。

【００２５】

本発明での使用に適した市販のベース層として、Henkel AG & Co. KGaA製のLoctite PC 7333が挙げられるが、これに限定されない。

【００２６】

好ましくは、ベース層は、１００～５００μm、好ましくは１５０～４００μmの厚さを有する。

【００２７】

ベース層は、流体が侵入してコーティングに損傷を与える漏れ経路となり得るピンホールまたは気泡を防ぐために、２つのコーティング層で適用されることが好ましい。例えば、ベース層は、それぞれ２５０μmの厚さ、またはそれぞれ１５０μmの厚さの２層で追加される。

【００２８】

本発明による電極は、トップ層を含む。トップ層の要件は、耐薬品性および耐摩耗性のコーティングを提供することである。本発明での使用に適したトップ層は、任意の市販のコーティング組成物であってよい。

【００２９】

好ましくは、トップ層は、エポキシ系組成物、ポリウレタン系組成物、アクリレート系組成物、ビニルエステル系組成物、ポリエステル系組成物、フェノキシシロキサン系組成物、およびそれらの混合物からなる群から選択される。

【００３０】

本発明での使用に特に適したトップ層は、保護コーティングとして広く使用されているセラミック充填エポキシ系組成物に基づいてよい。

【００３１】

本発明での使用に適した市販のトップ層としては、Henkel AG & Co. KGaA製のLoctite PC 7333、Loctite PC 7255、Loctite PC 7337およびLoctite PC 7226が挙げられるが、これらに限定されない。

【００３２】

好ましくは、トップ層は、１００～６００μm、好ましくは１２５～５００μmの厚さを有する。

【００３３】
トップ層の厚さが１００μｍ未満の場合、必要な範囲を適切にカバーし得ない。動作条件が厳しいほど、過酷な動作条件および環境に対して、ならびに化学エッチングに対して適切で信頼性の高い被覆を提供するには、トップ層をより厚くするべきである。
【００３４】
トップ層は、流体が侵入してコーティングを損傷する漏れ経路となり得るピンホールまたは気泡を防ぐために、２つのコーティング層で適用することが好ましい。例えば、トップ層はそれぞれ３００μｍの厚さ、またはそれぞれ２５０μｍの厚さの２層で追加される。
【００３５】
一実施形態では、ベース層はトップ層と同じ材料である。
【００３６】
一実施形態では、ベース層はトップ層とは異なる材料である。
【００３７】
一実施形態では、ベース層を適用する前に、薄いプライマーコーティング層を基材の表面に適用してよい。使用する基材に適した任意の市販のプライマーコーティング組成物を本発明に使用できる。任意のプライマー層は、２５～１００μｍの厚さを有してよい。
【００３８】
本発明による電極は、吸水性導電性組成物を含むセンサー層を含む。好ましくは、前記組成物は、ビニル樹脂系組成物、２ｋエポキシ系組成物、ポリエステル系組成物、ポリウレタンとアクリレートとのコポリマー系組成物、ポリウレタンとポリエステルとのコポリマー系組成物、ビニルコポリマー系組成物およびそれらの混合物からなる群から選択される。
【００３９】
好ましい実施形態において、吸水性導電性組成物は、塩化ビニルと酢酸ビニルとのコポリマー、ポリビニルアルコール樹脂、ポリビニルブチレート樹脂、およびそれらの混合物からなる群から選択される樹脂に基づく。
【００４０】
これらの樹脂は非酸化性であり、永久的に柔軟であるが、強靭で耐久性があるため好ましい。さらに、色、匂い、および味が無いことも特徴である。
【００４１】
したがって、前記組成物は、ビニル樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタンとアクリレートとのコポリマー、ポリウレタンとポリエステルとのコポリマー、ビニルコポリマー樹脂、およびそれらの混合物からなる群から選択される樹脂、好ましくは、ビニル樹脂またはエポキシ樹脂を含む。
【００４２】
樹脂は、本発明による吸水性導電性組成物中に、組成物の総重量の５～２５重量％、好ましくは７．５～２０重量％、より好ましくは９～１５重量％の量で存在してよい。
【００４３】
本発明による吸水性導電性組成物は、水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む。水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂は、水溶性であるか、水の存在下で膨潤するか、または水を吸収する任意の樹脂であり得る。好ましくは、水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂は、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、セルロースエーテル、メチルセルロース、ヒドロキシルプロピルセルロース、アラビアガム、デンプン（デキストリン）、カゼイン（リンタンパク質）およびそれらの混合物からなる群から選択され、より好ましくは、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、メチルセルロースおよびそれらの混合物からなる群から選択される。
【００４４】
ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）およびメチルセルロース

は、水溶性／吸水性に優れているため好ましい。

【００４５】

本発明での使用に適した市販の水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂としては、インド、Prime Specialities製のポリアクリル酸ナトリウム、Ashland Specialty Industries製のポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）、およびDOW Chemical Company製のメチルセルロースが挙げられるが、これらに限定されない。

【００４６】

水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂は、本発明による吸水性導電性組成物中に、組成物の総重量の５～３０重量％、好ましくは７．５～２５重量％、より好ましくは８～２２重量％の量で存在してよい。

【００４７】

出願人は、３０％を超える量は適用中に安定性の問題を引き起こし得るため、これらの量が好ましいことを発見した。５％未満の量では、望ましい水検出効果が得られない可能性がある。さらに、水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂の５～３０％の範囲が、センサーとしてより良好な応答を提供する最適であることが判明した。

【００４８】

本発明による吸水性導電性組成物は、導電性フィラーを含有する。理論的には、あらゆる導電性フィラーを使用してよい。好ましくは、前記導電性フィラーは、カーボン、カーボンブラック、カーボンナノチューブ、グラファイト、グラフェン、銀、ニッケル、銅、金、白金、アルミニウム、鉄、亜鉛、コバルト、鉛、錫合金、銀被覆銅、銀被覆グラファイト、銀被覆ポリマー、銀被覆アルミニウム、銀被覆ガラス、銀被覆カーボン、銀被覆窒化ホウ素、銀被覆酸化アルミニウム、銀被覆水酸化アルミニウムおよびそれらの混合物からなる群から選択され、より好ましくはカーボンブラック、カーボンナノチューブ、グラファイト、およびそれらの混合物からなる群から選択される。

【００４９】

一実施形態では、導電性フィラーはカーボンブラックである。

【００５０】

一実施形態では、導電性フィラーはカーボンナノチューブである。

【００５１】

一実施形態では、導電性フィラーはグラファイトである。

【００５２】

さらに別の実施形態では、導電性フィラーはカーボンブラックとグラファイトとの混合物である。

【００５３】

さらに別の実施形態では、導電性フィラーはカーボンブラック、グラファイト、およびカーボンナノチューブの混合物である。

【００５４】

本発明での使用に適した市販の導電性フィラーには、Imerys Graphite & Carbon製のTimrex SGF 15およびCabot Corporation製のVulcan PF、Cabot Corporation製のVulcan XC 72が含まれるが、これらに限定されない。

【００５５】

導電性フィラーは、本発明による吸水性導電性組成物中に、組成物の総重量の１０～３５重量％、好ましくは１２～３３重量％、より好ましくは１５～３０重量％の量で存在してよい。

【００５６】

導電性フィラーがカーボンブラック、カーボンナノチューブ、またはグラファイトの場合、その量は吸油量にも依存し得る。吸油量はカーボンブラック、カーボンナノチューブ、およびグラファイトにより異なり、導電性フィラーの粒径および比表面積に依存する。例えば、カーボンナノチューブはナノスケールの小さな粒子径を有するため、吸油量が大きい。一般的な指針として、吸油量が大きいほど粒子量は少なくなる。吸油量はＡＳＴＭ

-Ｄ２８１に準拠して測定される。

【００５７】

出願人は、２５％を超える量は適用中にレオロジーの問題が引き起こされ得るため、これらの量が好ましいことを発見した。一方、５％未満の量では、基材／アンダーコート／オーバーコート層に対して所望の接着力が得られない可能性がある。

【００５８】

本発明による吸水性導電性組成物は溶媒を含む。本発明での使用に適した溶媒は、沸点が２３５℃未満である。好ましくは、前記溶媒は、ｎ－ブタノール、ブチルカルビトール、１－メトキシ－２－プロパノールアセテート、イソプロピルアルコール、ブチルセロソルブおよびそれらの混合物からなる群から選択され、より好ましくは、ｎ－ブタノール、ブチルカルビトール、１－メトキシ－２－プロパノールアセテートおよびそれらの混合物からなる群から選択される。

【００５９】

好ましい溶媒であるｎ－ブタノール、ブチルカルビトール、１－メトキシ－２－プロパノールアセテートは、極性溶媒であり、組成物の加工中に作用するため望ましい。さらに、これらの溶媒は組成物中で融合助剤としても作用する。

【００６０】

本発明での使用に適した市販の溶媒には、Sigma Aldrich製のｎ－ブタノールが含まれるがこれに限定されない。

【００６１】

溶媒は、本発明による吸水性導電性組成物中に、組成物の総重量の１０～７０重量％、好ましくは２０～６５重量％、より好ましくは３０～６０重量％の量で存在してよい。

【００６２】

この溶媒量範囲は、基材上で良好な塗布性（組成物）を提供するため好ましい。

【００６３】

本発明による吸水性導電性組成物を含むセンサー層は、１０～３００μｍ、好ましくは５０～２００μｍの厚さを有してもよい、および／または５Ω～８００ｋΩ、好ましくは２０Ω～５００ｋΩの電気抵抗を有していてもよく、ここで前記電気抵抗はＡＳＴＭ　Ｄ２７３９-９７に従って測定される。

【００６４】

１０μｍ未満の厚さは、予想されるインクレオロジーおよび利用可能な適用方法により均一に塗布できない可能性があり得るため、前記厚さ範囲が好ましい。３００μｍを超える厚さではクラックが発生し得る。さらに、部品の許容差の問題を引き起こし得る全体のコーティング厚さが増加し得る。許容差の問題とは、電極の総厚の増加、すなわちベース層、センサー層、およびトップ層を合わせた厚さが厚くなりすぎることを意味し、例えばポンプの内径が減少し得、それによりポンプの許容直径に悪影響を及ぼす。

【００６５】

５Ω未満の抵抗はカーボン系インクでは確実に到達できない可能性があり、８００ｋΩを超える抵抗はセンサー感度の低下につながり得るため、前記抵抗範囲が好ましい。

【００６６】

センサー層はベース層を完全にまたは部分的に覆う。カバーの程度は用途によって異なる。完全にカバーされる非限定的な例としては、小型のポンプハウジングが挙げられる。

【００６７】

一方、トップ層はセンサー層を完全に覆う。

【００６８】

本発明は、（ｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷、または刷毛塗りによって、基材上にベース層を設ける工程；（ｉｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りによって、吸水性導電性組成物を含むセンサー層を適用する工程；および（ｉｉｉ）コーティング、ラミネート、スプレー、印刷または刷毛塗りによって、吸水性導電性組成物の層上にトップ層を適用する工程を含む、本発明による電極の製造方法に

関する。
【００６９】
好ましい実施形態では、工程（ｉｉ）において、吸水性導電性組成物を含むセンサー層は、ベース層の表面を完全にまたは部分的に覆い、工程（ｉｉｉ）において、トップ層は、吸水性導電性組成物層の表面を完全に覆う。
【００７０】
本発明による方法では、吸水性導電性組成物を含むセンサー層を適用した後、前記センサー層を１０分～１０時間、好ましくは３０分～８時間硬化させる。
【００７１】
本発明による方法では、吸水性導電性組成物を含むセンサー層を適用した後、前記センサー層を２０～１５０℃、より好ましくは２５～１００℃で硬化させる。
【００７２】
本発明による方法では、ベース層の適用（工程（ｉ））後、およびトップ層の適用（工程（ｉｉｉ））後、前記ベース層および／またはトップ層を、１０分～１０時間、好ましくは３０分～８時間硬化させ、ここで前記硬化時間は、ベース層とトップ層とで同じであっても異なっていてもよい。
【００７３】
本発明による方法では、ベース層の適用（工程（ｉ））後、およびトップ層の適用（工程（ｉｉｉ））後、ベース層および／またはトップ層を、２０～１５０℃、より好ましくは２５～１００℃で硬化させ、ここで前記硬化温度は、ベース層とトップ層とで同じであっても異なっていてもよい。
【００７４】
本発明は、侵食および／または腐食を監視するための、本発明による電極の使用に関する。
【００７５】
一実施形態では、本発明による電極は、基材の表面からの侵食および／または腐食を検出するために使用される。
【００７６】
一実施形態では、本発明による電極は、トップ層からの侵食および／または腐食を検出するために使用される。
【００７７】
一実施形態では、本発明による電極は、ベース層からの侵食および／または腐食を検出するために使用される。
【００７８】
例えば、前記電極は、浸食および／または腐食の監視のためにポンプハウジング、プロペラ、または貯蔵タンクのシェルに使用できる。
【実施例】
【００７９】
実施例では次の化学物質が使用される。
Imerys Graphite & Carbon製のTimrex SGF 15
Cabot Corporation製のVulcan PFおよびVulcan XC 72
Lyondell Chemical Company製のArcosolv PM Acetate
Dow Chemical Company製のブチルカルビトール
Dow Chemical Company製のUCAR Wagh
Ashland Specialities Ingredients製のポリビニルピロリドン（ＰＶＰ）
DOW Chemical Company製のメチルセルロース
Sigma Aldrich製のｎ－ブタノール
インド、Prime Specialities製のポリアクリル酸ナトリウム
【００８０】
熱可塑性バインダー中のＰＶＰまたはMethocel VLVに基づく吸水性ポリマーを含む

組成物を以下の表１に示す。１０％および２０％のＰＶＰおよびMethuen VLVを含む組成物を、高速ミキサー中、２０００ｒｐｍで３０分間調製した。

【００８１】

【表１】

原料	例１	例２	例３	例４	例５
Timrex SGF 15	13.39	13.5	12	13.5	12
Vulcan PF	-	6.75	6	6.75	6
Vulcan XC 72	13.39	-	-	-	-
ｎ－ブタノール	57.15	-	-	-	-
Arcosolv PM Acetate	-	19.17	17.04	19.17	17.04
ブチルカルビトール	-	38.43	34.16	38.43	34.16
UCAR Vagh	-	12.15	10.8	12.15	10.8
PVP	16.07	10	20		
Methocel VLV	-	-	-	10	20
% 固形分	42.85	42.4	48.8	42.4	48.8
% フィラー	26.78	20.25	18	20.25	18
P/B比	1.67	0.91	0.58	0.91	0.58

【００８２】

試験用電極の準備および電極の適用

寸法１２５×１２．７×３ｍｍの複合試験片を電極の性能研究に使用した。厚さ５０μｍの銅リード線を複合試験片の両端にシアノアクリレート接着剤を使用して取り付けた。これらの銅リード線は、コーティングされた試験片の抵抗を測定するためのワイヤのはんだ付けに使用された。試験片は３層のコーティングを適用することによって準備した。厚さ２００μｍのLoctite PC 7333（Henkel AG & Co. KGaA製）のベース層に、厚さ１００μｍの水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物の層、および厚さ２００μｍのLoctite PC 7333 （Henkel AG & Co. KGaA製）のトップ層を適用した。試料の画像を図２に示す。図２は、２ａ）裸の試料、２ｂ）ベース層＋吸水性導電性組成物の層（センサー層）、２ｃ）トップ層で覆われた１００％吸水性導電性組成物の層（センサー層）、２ｄ）トップ層で覆われた９０％が吸水性導電性組成物（センサー層）の層（１０％が開いている）を示す。ベース層を１００℃で１時間硬化させ、センサー層を１００℃で１時間硬化させ、トップ層を１００℃で１時

間硬化させた。

【００８３】

電極は水滴試験を使用することにより評価した。水滴試験は、コーティングされた試験片の中心に２～３滴の水を加えることによって行われ、水滴を加える前後の電気抵抗が記録された。試験片の電気抵抗は、Keysight DAQ970 A - Data Acquisition Systemを使用して測定した（システムを図３に示す）。

【００８４】

電極の中央上に水滴を加えた後の電気抵抗の変化を０分から１０分まで記録した。トップ層Loctite PC 7333で完全に覆われ試験片は、試験片上に水滴を加えた後でも電極の電気抵抗に変化は見られなかった（図２ｃ）。しかし、水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物の層（センサー）は、トップ層で完全には覆われていなかった（図２ｂ）。水溶性および／または水膨潤性および／または吸水性樹脂を含む吸水性導電性組成物の層（センサー）の９０％がトップ層Loctite PC 7333で覆われ（図２ｄ）、トップ層に水滴が加えられたとき、電気抵抗の変化が示された。開放電極試験片の水滴試験結果を表２に示す。例１は１０分間で２７０５４％という高い電気抵抗変化を示したのに対し、例４は２５．８６％の電気抵抗変化を示した。導電性コーティング上に水滴を加えると、吸水性ポリマーが水を吸収し、導電パスが切断されるため電極の電気抵抗が変化する。

【００８５】

【表２】

時間/例番号	例-1	例-2	例-3	例-4	例-5
初期	68.86 Ω	1.57 KΩ	51.6 KΩ	42 Ω	92.99 Ω
抵抗、1分	9700 Ω	1.87 KΩ	114.8 KΩ	43.4 Ω	106.7 Ω
% 変化	13985	18.6	122	2.35	14.7
抵抗、2分	18400 Ω	5.43KΩ	138.5 KΩ	44.36 Ω	121.9 Ω
% 変化	26618	244.6	168	4.63	31.1
抵抗、5分	18050 Ω	9.23 KΩ	186 KΩ	46.86 Ω	165.7 Ω
% 変化	26110	485.8	260	10.53	78.2
抵抗、10分	18700 Ω	9.9 KΩ	248.7 KΩ	53.35 Ω	216.7 Ω
% 変化	27054	528	381	25.86	133

【００８６】

比較例

以下の表３は、水溶性樹脂および／または水膨潤性樹脂および／または吸水性樹脂を含まない組成物を例示する。組成物を高速ミキサー中、２０００ｒｐｍで３０分間調製した。

【００８７】

【表３】

材料	比較例6
Timrex SGF 15	15
Vulcan PF	7.5
Arcosolv PM Acetate	21.3
ブチルカルビトール	42.7
UCAR Wagh	13.5
ポリアクリル酸ナトリウム	-
% 固形分	36
% フィラー	22.5
P/B比	1.67

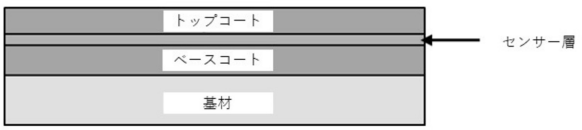
【００８８】
基材を例６による組成物でコーティングし、水滴試験を行うために使用した。比較例６の水滴試験の結果を下記表４に示す。比較例６は５分後でも電気抵抗に変化は見られなかった。
【００８９】

【表４】

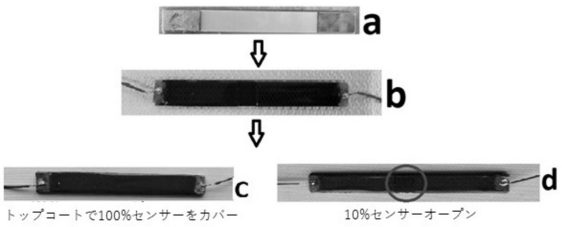
時間	比較例 1a
抵抗、0分、Ω	33.78
抵抗、5分、Ω	33.79
% 変化-5分、	0.03
抵抗、10分、Ω	-
% 変化-10分	-
抵抗、30分、Ω	-
% 変化-30分	-

【図面】

【図１】



【図２】



【図３】

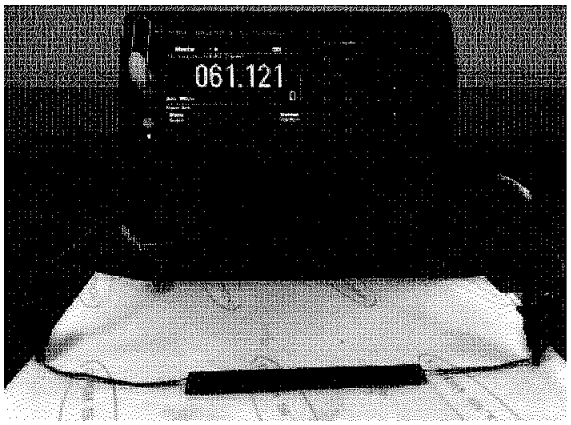


Fig. 3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2022/066277

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. G01N17/02 G01N17/04
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2016/334325 A1 (JAWOROWSKI MARK R [US] ET AL) 17 November 2016 (2016-11-17) figure 1 paragraphs [0023], [0027], [0029]	1-14
A	US 2013/089463 A1 (HEFNER REBECCA EVELYN [US] ET AL) 11 April 2013 (2013-04-11) figures 6-7 paragraphs [0027], [0044] - [0049]	1-14

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance;; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance;; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
25 August 2022	02/09/2022

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bockstahl, Frédéric

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2022/066277

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2016334325 A1	17-11-2016	US 2016334325 A1	17-11-2016
		WO 2015105504 A1	16-07-2015
US 2013089463 A1	11-04-2013	NONE	

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (April 2005)

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

インド４４３４０１マハーラーシュトラ、ディストリクト ー ブルダナ、タル ― ナンデュラ、エイ／ピー・ジガオン

(72)発明者 シャー，ジャイェシュ ピー

インド４１１００１プネー、コレガオン・パーク、シュリー・ゴバルダン・ナート、レイン・ビー、アパートメント３ビー

Ｆターム（参考） 2G050 AA01 BA12 EA01 EA02

4K062 AA10 EA04