

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 897**

51 Int. Cl.:

**G01N 21/91** (2006.01)

**C09B 67/42** (2006.01)

**G01M 3/22** (2006.01)

**C09B 67/22** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.10.2014 PCT/EP2014/071407**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.04.2015 WO15052164**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2014 E 14789535 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018 EP 3055679**

54 Título: **Agente de ensayo de grietas, procedimiento para su preparación y uso del agente de ensayo de grietas**

30 Prioridad:

**09.10.2013 DE 102013016674**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**26.06.2018**

73 Titular/es:

**CHEMETALL GMBH (100.0%)  
Trakehner Strasse 3  
60487 Frankfurt am Main, DE**

72 Inventor/es:

**BONS, PETER;  
REIN, RÜDIGER;  
WÖRNER, JÖRG y  
AISTON, FINLAY**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 673 897 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Agente de ensayo de grietas, procedimiento para su preparación y uso del agente de ensayo de grietas

5 La invención se refiere a agentes de ensayo de grietas en forma de microemulsiones con bajo tamaño promedio de partícula y con alta transparencia, a procedimientos para preparar microemulsiones de agentes de ensayo de grietas a base de agua y a procedimientos para su elaboración en las cuales se encuentra contenido disuelto al menos un colorante en un disolvente orgánico, así como al uso del agente de ensayo de grietas para el ensayo y la detección de fallas el método de penetración, principalmente en pieza de trabajo metálicas. Sin embargo, los agentes de ensayo de grietas según la invención no son soluciones acuosas o a base de aceite y/o tensioactivo, sino que son microemulsiones que se componen de manera diferente a los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica y en comparación con estos son más amigables con el ambiente. Los agentes de ensayo de grietas se emplean, por ejemplo, en la industria aeroespacial, en la industria automotriz, en la construcción de aparatos y de máquinas y en la llamada industria general. Los agentes de ensayo de grietas se usan para la detección de fallos tales como, por ejemplo, poros finos y/o grietas finas. Principalmente sirven para la detección de fallos que se abren hacia la superficie, que tienen un diámetro de  $\geq 10 \mu\text{m}$  u opcionalmente incluso de  $\geq 1 \mu\text{m}$  y/o que presentan un ancho de ranura de  $\geq 10 \mu\text{m}$  u opcionalmente incluso de  $\geq 1 \mu\text{m}$ . Los fallos se hacen reconocibles al ojo humano adicionando al menos un colorante. Con frecuencia, el colorante se incorpora a un sistema colorante de modo que el término "sistema colorante" en el sentido de la presente solicitud comprende al menos un colorante y opcionalmente todos los aditivos útiles tales como, por ejemplo, un abrillantador, para la detección optimizada, para la incorporación estable del colorante y/o para la disolución del colorante. Disolventes esencialmente hidroinsolubles que caen bajo los compuestos de la fase C) esencialmente hidroinsoluble y los tensioactivos D) empleados aquí se seleccionan de tensioactivos aniónicos a), tensioactivos no iónicos b) y/o tensioactivos anfóteros c) son comprendidos por las sustancias C) y D) en el sentido de esta solicitud. En el estado de la técnica se diferencian agentes de ensayos de grietas según su diferenciación del color: ensayo de fluorescencia y/o ensayo de contraste de color, por ejemplo, en el contraste de rojo-blanco.

25 Los agentes de ensayo de grietas se dividen en clases de detectabilidad de fallos en AMS 2644 así como en ISO 3452, ante todo en las partes 2 y 3. A este respecto, los agentes de ensayo de grietas amarillos fluorescentes de acuerdo con la invención se dividen en las clases 0,5, 1, 2, 3 y 4; los agentes de ensayo de grietas para el ensayo de rojo-blanco, así como los agentes de ensayo de grietas rojos fluorescentes se dividen en las clases 1 y 2, en cuyo caso las clases 4 y 2 aclaran la sensibilidad de la prueba más alta.

30 Los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica son a) soluciones acuosas con al menos un tensioactivo que con frecuencia también contienen un contenido o incluso un alto contenido de disolventes orgánicos, o b) soluciones anhidras a base de disolvente orgánico si se prescinde de la absorción de humedad del aire y/o debido a impurezas, o c) soluciones a base de aceite, o d) soluciones anhidras a base de agentes tensioactivos. Se determina la solubilidad del colorante o sistema de colorante utilizado en las soluciones acuosas a) por el contenido y el tipo de agentes tensioactivos, por el contenido de agua y adicionando solventes hidrosolubles, habitualmente glicoles hidrosolubles y/o éteres de glicol hidrosolubles.

Los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica muestran al menos una de las siguientes desventajas:

40 1.) Son soluciones acuosas sin contenido de un disolvente esencialmente hidroinsoluble para el colorante hidroinsoluble y presentan un contenido de colorante tan bajo que se reduce ostensiblemente la detectabilidad de defectos debido al bajo contenido de colorante. Habitualmente contienen disolventes solubles en aceite y/o en disolventes orgánicos. Si bien estos agentes de ensayo de grietas son habitualmente amigables con el ambiente, debido al bajo contenido de colorante tienen una muy baja aptitud para detección de manera que, como agentes fluorescentes amarillos de ensayo de grietas, pertenecen a la clase 0,5.

45 2.) O contienen un sistema de disolvente a base de agua y alcoholes monohídricos hidrosolubles, alcoholes polihídricos y/o éteres de glicol, en el cual el colorante se disuelve sólo en una pequeña fracción de modo que se reduce sensiblemente la detectabilidad de defectos debido a la baja solubilidad del colorante o sistema colorante. Contienen habitualmente colorantes solubles en aceite y/o solubles en disolventes orgánicos. Por lo tanto, estos agentes de ensayo de grietas pertenecen, como agentes fluorescentes amarillos de ensayo de grietas a la clase 0,5 o 1 y habitualmente son en gran medida amigables con el ambiente, pero también tienen una detectabilidad de fallos relativamente débil.

50 3.) Habitualmente los colorantes empleados son solubles en aceite y/o en disolventes orgánicos, en cuyo caso estos colorantes no son hidrosolubles o los disolventes hidrosolubles  $> 20 \text{ g/L}$  son compuestos que contienen azufre o cloro, habitualmente no deseados. Si bien estos agentes de ensayo de grietas que contienen azufre o halógeno son hidrosolubles y son soluciones transparentes, habitualmente no se emplean debido al ataque corrosivo de materiales metálicos

55 4.) O los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica son a base de aceite e hidroinsolubles o, debido a contenidos muy altos de aditivos poco amigables con el ambiente como, por ejemplo, a) suavizantes con frecuencia muy por encima de 40% en peso, tal como, por ejemplo, b) disolventes orgánicos hidroinsolubles a base de ésteres

- y/o éteres con frecuencia muy por encima de 40% en peso y/o como, por ejemplo, c) tensioactivos con frecuencia muy por encima del 30% en peso, habitualmente muy perjudiciales con el ambiente. Al entregar, estos son completamente anhidros y son soluciones transparentes. En este caso, los agentes amarillos fluorescentes de ensayo de grietas con la más alta sensibilidad, es decir en las clases 3 y 4, presentan la desventaja de que al enjuagar el agente de ensayo de grietas en exceso antes del final de la prueba del agente de ensayo de grietas, los residuos pueden asentarse sobre la superficie del objeto de prueba, los cuales ya no pueden eliminarse al seguir lavando con agua. Solamente en el caso de una purificación posterior adicional, complicada, antes de la prueba visual y de la evaluación, estos residuos pueden eliminarse con un sistema emulsionante acuoso o con un disolvente orgánico o mezcla de disolventes.
- 5
- 10 La publicación DE 28 11 561 A1 divulgan una composición de colorante penetrante que puede enjuagarse con agua, que es resistente al lavado, que es capaz de degradarse biológicamente, la cual contiene colorante y al menos 70% en peso de etoxilado de un alcohol primario.
- 15 Las publicaciones DE 26 35 483 A1, WO 2008/011962 A1 y US 2 953 530 A divulgan respectivamente agentes de ensayo de grietas amigables con el ambiente, así como procedimientos con un agente penetrante de colorante que puede emocionarse posteriormente. En esto pueden manifestarse grietas y defectos en la superficie de un objeto y, por lo tanto, localizarse identificarse, por ejemplo, espacios huecos en la superficie, resquebrajaduras o fallos.
- Incluso si los colorantes empleados en este caso son capaces de emulsionarse con posterioridad, ni en la publicación DE 26 35 483 A1 ni en la publicación WO 2008/011962 A1 o en la publicación US 2 953 530 A se trata de microemulsiones en el sentido de la presente invención.
- 20 Todos los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica que son accesibles a los inventores en forma de mezclas o debido a sus datos característicos, son soluciones transparentes y no son emulsiones ni microemulsiones. Estos siempre muestran un tamaño medio de partícula medido con un Zetasizer Nano-ZS de Malvern por debajo de 1 nm, lo cual es una señal clara de las soluciones.
- 25 Debido a la baja solubilidad en agua de los colorantes, hasta ahora, se han tenido que añadir cantidades significativas de solventes orgánicos hidrosolubles como solubilizante. Los sistemas de colorante contienen habitualmente al menos un colorante orgánico, y opcionalmente al menos un abrillantador, que también es llamado un mejorador de color. Los disolventes orgánicos reducen la viscosidad, ayudan a mejorar la penetración, en particular en grietas, y/o funcionan como diluyentes en el caso de agentes de ensayo de grietas a base de aceite.
- 30 Por lo tanto, los agentes de ensayo de grietas a base de agua según el estado de la técnica habitualmente contienen 5 a 70% en peso de al menos un disolvente orgánico hidrosoluble y 30 a 75 % en peso de agua en composiciones libres de aceite o habitualmente 5 a 30 % en peso de al menos un disolvente orgánico y con frecuencia hidrosoluble, y en su mayoría 30 a 70 % en peso de composiciones anhidras o casi anhidras que contienen aceite. Los aceites son aquí habitualmente aceites minerales o sus derivados, así como opcionalmente con una adición de al menos un suavizante.
- 35 Estos agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica son ostensiblemente más perjudiciales para el ambiente que los de la presente invención, principalmente por la falta de contenido de agua o el bajo contenido de agua y/o por el contenido de aceite mineral y/o sus derivados en el aceite, si se comparan entre sí agentes de ensayo de grietas de la misma clase de detectabilidad de fallos. Estos disolventes sirven principalmente para disolver los componentes hidrosolubles, pero también para reducir la viscosidad y para mejorar el comportamiento de penetración principalmente en grietas. Habitualmente contienen 0,4 a 4 % en peso de componentes del sistema colorante en composiciones libres de aceite y habitualmente 0,4 a 7 % en peso en composiciones a base de aceite, así como 10 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo. En este caso, en muchos agentes de ensayo de grietas, al menos un tensioactivo sirve simultáneamente como disolvente orgánico, en cuyo caso la suma de todos los componentes constituye el 100% en peso. Una solubilidad baja de los componentes del colorante o el sistema colorante en mezclas ocasiona una sensibilidad de detección bastante baja. Esta baja sensibilidad de detección se encuentra, por ejemplo, en el caso de una solubilidad de no más de 0,3 % en peso de los componentes del colorante o el sistema colorante en mezclas con al menos 25 % en peso de tensioactivo en agua. Esta baja sensibilidad de detección se encuentra, por ejemplo, incluso a una solubilidad de no más de 3 % en peso de los componentes del colorante o sistema colorante en mezclas hasta con 50 % en peso de tensioactivo en agua.
- 45
- 50 Los agentes acuosos de ensayo de grietas sin contenido de solvente orgánico son muy limitados respecto de su sensibilidad de detección. Además, presentan un comportamiento complicado de aplicación que se caracteriza por dificultades al retirar el medio penetrante excesivo enjuagando con agua sobre la superficie. Un enjuague insuficiente de agente excesivo de ensayo de grietas después de la aplicación y después del tiempo de acción disminuye la detectabilidad de fallos por un contraste reducido el cual también puede lograrse mediante residuos del colorante o el sistema colorante sobre la superficie. El enjuague excesivo puede conducir rápidamente a retirar por lavado el medio de penetración del defecto, lo cual ocurre principalmente en el caso de soluciones acuosas.
- 55

A manera de ejemplo se utiliza Androx® 920A como solución que contiene tensioactivo con un alto contenido de agua en la prueba fluorescente de grietas. Además, se ofrece Checkmor® 240 como solución anhidra que contiene aceite para la prueba de rojo y blanco.

5 Los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica usan muchas veces disolventes orgánicos hidroinsolubles que son necesarios para la disolución de todos los componentes del colorante o del sistema colorante y, luego, con frecuencia también son anhídros.

10 Agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica cargan el agua de enjuague con compuestos orgánicos que no pueden retirarse con un tratamiento de agua residual convencional, porque también siempre contienen solubilizantes que son disolventes orgánicos miscibles con agua a base de alcoholes polihídricos y sus éteres. Debido a la buena solubilidad de tensioactivos y solubilizantes orgánicos en agua resultan altos valores de la demanda química de hidrógeno DQO y altos valores de la demanda biológica de oxígeno DBO.

15 Por lo tanto, el objetivo consistió en proponer agentes de ensayo de grietas que superaran al menos una de las desventajas antes mencionadas. Además, el objetivo consistió en proponer agentes de ensayo de grietas con la composición más simple posible, que pudieran prepararse lo más simple posible y/o que fueran bien aplicables para la detección de fallos. Además, el objetivo consistió en indicar procedimientos para la preparación de estos agentes de ensayo de grietas. Finalmente, el objetivo consistió en proponer procedimientos para el acabado y/o el descarte de estos agentes de ensayo de grietas.

20 Se ha encontrado ahora que es posible preparar agentes de ensayo de grietas que, en el caso de un contenido comparativamente alto de componentes disueltos del colorante o sistema colorante, presentan un contenido más alto de agua que los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica. También de esta manera son más amigables con el ambiente. Pueden absorber un contenido más alto de agua que las soluciones acuosas si se preparan microemulsiones. También de esta manera son estas más amigables con el ambiente. Pueden absorber un contenido más alto de agua que las soluciones acuosas si se preparan microemulsiones. Ahora, también se ha logrado disminuir ostensiblemente e incluso opcionalmente evitar el contenido de solubilizantes en agentes de ensayo de grietas que prácticamente siempre se necesitan en los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica y son perjudiciales para el ambiente. Los agentes de ensayo de grietas según la invención pueden emplearse de modo particularmente exitoso para la detección de fallos y superan muchas veces la detectabilidad de fallos de agentes de ensayo de grietas estado de la técnica. También han demostrado ser particularmente ventajosos para descartar los agentes de ensayo de grietas.

30 Ahora también se ha logrado proporcionar agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo y blanco y para la prueba fluorescente que también funcionan bien con una fracción elevada de agua y tienen una composición en gran medida amigable con el ambiente. Los agentes de ensayo de grietas según la invención son preferentemente libres de aceite o esencialmente libre de aceite, principalmente en composiciones amarillas fluorescentes. Sin embargo, en productos comerciales pueden aparecer ocasionalmente contenidos de aceite que no siempre están marcados. El aceite también puede mostrar un papel inferior en colorante rojos en calidad de disolvente.

35 En este caso, también se ha encontrado que es posible y particularmente ventajoso preparar a los agentes de ensayo de grietas como una microemulsión debido a que las microemulsiones exhiben poder de limpieza incrementado, debido a que a menudo permiten un contenido de agua mayor, y debido a que a menudo es posible añadir mayores cantidades de tinte de tal forma que se logra una clase de detectabilidad incrementada debido al contenido de tinte mayor. A pesar de pruebas e investigaciones exhaustivas de los agentes de ensayo de grietas en el mercado, no ha sido posible identificar algún agente de ensayo de grietas en la forma de microemulsiones.

40 Ahora, se ha encontrado que es posible y ventajoso reemplazar al menos parcialmente el alto contenido frecuente de solubilizantes (co-disolventes), que son por lo general alcoholes hidrosolubles y/o polioles hidrosolubles que tienen una solubilidad en agua a 20°C de al menos 10 g/L, con disolventes hidroinsolubles, con disolventes sustancialmente hidroinsolubles, y/o agentes tensioactivos, en donde la suma de los solubilizantes constituye a menudo al menos 20 % en peso menos que en el contenido original de solubilizantes de este tipo en productos del estado de la técnica. En este caso, principalmente para microemulsiones de aceite en agua, pueden utilizarse ante todo solventes tales como, por ejemplo, éteres de glicol sustancialmente hidroinsolubles, que se disuelven en agua en el intervalo de 0 a 60 g/L a 20°C a presión atmosférica, y/o en agentes tensioactivos no iónicos y/o aniónicos principalmente hidrosolubles, tales como etoxilatos de alcohol que tienen una solubilidad en agua a 20°C de al menos 10 g/L. Si las cifras de solubilidad están dadas a 20°C, entonces para los propósitos de esta solicitud siempre se parte de presión atmosférica. Estos disolventes tienen habitualmente muy buena solubilidad para los tintes y/o sistemas de tinte utilizados.

55 Durante la prueba de defectos hasta ahora existía el riesgo de que no se pudieran detectar de forma suficiente las grietas y otros defectos con agentes de ensayo de grietas convencionales a base de agua debido a la limpieza insuficiente de los objetos de prueba. Ahora, se ha encontrado que los agentes de ensayo de grietas en la forma de una microemulsión tienen alta actividad cinética interna debido a la reconfiguración constante de las micelas. Este efecto conduce a un poder de limpieza adicional que puede compensar una limpieza opcionalmente insuficiente y/o

un desengrasado de las partes que se van a probar. Por lo tanto, las microemulsiones de agente de ensayo de grietas de acuerdo con la invención son adecuadas de modo excelente para la detección confiable de fallos.

5 Las dispersiones y emulsiones son en algunos casos muy poco transparentes, y a menudo incluso lechosas. Las microemulsiones son mezclas macroscópicamente homogéneas, ópticamente transparentes o claras, de baja viscosidad y por lo general también termodinámicamente estables. A menudo muestran una viscosidad de menos de 30 mm<sup>2</sup>/s como se mide con un viscosímetro capilar a 20°C a presión atmosférica. Las emulsiones, microemulsiones y sus variantes segregadas se mencionan como dispersiones en el sentido de la presente solicitud con su concepto general.

10 En comparación con los agentes de ensayo de grietas puramente acuosos que contienen disolventes orgánicos altamente hidrosolubles, las microemulsiones de la invención pueden disolver una cantidad significativamente mayor de tinte hidrofóbico que incluye todos los componentes de un sistema de tinte tal como, por ejemplo, tinte y amplificador de fluorescencia. De esta forma, se logra una sensibilidad de detección con estos sistemas que contienen agua que previamente sólo estaba reservada para agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica con un contenido de al menos 50 % en peso de agentes tensioactivos, y opcionalmente un contenido de solubilizantes que pueden disolver los componentes del tinte o el sistema de tinte.

15 Por una microemulsión se entiende con frecuencia una dispersión termodinámicamente estable, ópticamente isotrópica, que contiene al menos dos líquidos, mezclas de líquidos o soluciones inmiscibles, y que opcionalmente se estabiliza mediante al menos un componente anfifílico tal como, por ejemplo, un emulsionante; una microemulsión en este caso es similar a una emulsión en la cual la fase dispersa de la microemulsión, tal como aceite o agua, forma pequeños dominios llamados "gotas" de modo que la luz visible no se dispersa o no se dispersa de forma significativa por ellos. Esto provoca que las microemulsiones sean tan transparentes o claras como, por ejemplo, agua, mientras que otras dispersiones y emulsiones son a menudo más opacas. Una falta de transparencia afecta ligeramente la detectabilidad de los defectos. Si la fase de aceite en la microemulsión forma la fase dispersa, el agua forma la fase continua y existe una microemulsión de aceite en agua (microemulsión O/W). Existen por el contrario microemulsiones de agua en aceite (microemulsiones W/O).

20 A menudo las microemulsiones no son emulsiones con gotas particularmente pequeñas de la fase dispersa, sino mezclas líquidas termodinámicamente estables de agua, sustancia hidrofóbica y agente tensioactivo. La estabilidad termodinámica, la formación espontánea y la transparencia óptica a menudo diferencian a las microemulsiones de las emulsiones. Sus propiedades características a menudo incluyen isotropía, claridad, transparencia y/o ligera opalescencia, estabilidad termodinámica y baja viscosidad. Tienen una alta transparencia y muchas veces también son estables a la centrifugación a 2000 rpm durante al menos 30 minutos con respecto a una separación de fases visible.

25 Las microemulsiones pueden someterse a una fuerte dinámica que puede conducir a procedimientos continuos de unión y degradación de los agregados debido a la fluctuación constante de moléculas individuales. Las microemulsiones pueden invertirse como las emulsiones convencionales si se modifica la relación de volumen de fase. Las microemulsiones a menudo son permanentemente estables y a menudo pueden formarse de forma espontánea. Las microemulsiones pueden ser de fase individual, o pueden estar presentes con una o dos otras fases. Estas dos fases adicionales se componen de fases acuosas o de fases orgánicas hidrofóbicas. Una microemulsión habitualmente contiene, además de los dos líquidos inmiscibles, al menos un agente tensioactivo. Esto puede contribuir a la formulación de micelas. Las micelas pueden absorber este segundo líquido inmiscible. Una vez que se agota la capacidad de absorción de las micelas, el resto del segundo líquido puede formar exceso de fases. Entonces también puede haber opcionalmente dos fases líquidas C) diferentes, esencialmente hidrofóbicas. Cuando un agente tensioactivo solo en la composición no es suficiente para formar una microemulsión, se recomienda que se añada al menos un agente tensioactivo adicional, como agente co-tensioactivo, y/o que se añada al menos un co-solvente, tal como, por ejemplo, añadir al menos un alcohol de cadena media. Una microemulsión de fase individual a menudo surge solamente en el caso de un contenido suficientemente alto de agente tensioactivo.

El objetivo se logra con un uso de un agente de ensayo de grietas para la detección de fallos según el procedimiento de penetración, principalmente para componentes metálicos y/o no metálicos, el cual se caracteriza porque es una microemulsión la cual contiene:

50 A) al menos 10 % en peso de agua A),

B) al menos 0,1 % en peso de al menos un colorante B) que tiene una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal que opcionalmente se presenta en un sistema colorante,

55 C) al menos 5 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica, en cuyo caso la solubilidad de los compuestos orgánicos esencialmente hidrofóbicos o hidrofóbicos de la fase C) esencialmente hidrofóbica a 20 °C bajo presión normal se encuentra en máximo 60 g/L en agua destilada, y

- D) al menos 2 % en peso de al menos un tensioactivo D) seleccionado de tensioactivos no iónicos, aniónicos y/o anfóteros,
- que opcionalmente también contiene al menos un aditivo E),
- 5 en cuyo caso opcionalmente un sistema colorante que contiene el colorante B) también está contenido en 0,11 a 20 % en peso, en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso y el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm medido con un Zetasizer Nano-ZS de Malvern, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm en una cubeta de cuarzo con 10 mm de grosor del líquido irradiado a una temperatura de 20 °C bajo presión normal, medida con un fotómetro CADA 100-V de la Hach Lange GmbH en una microemulsión similar, que no contiene colorante aparte del agente amarillo fluorescente de ensayo de grietas.
- 10 La suma de los componentes A), B), C) y D) no tiene que dar 100%, por ejemplo, si está contenido al menos un aditivo E), con el cual los componentes A), B), C) y D) dan como resultado 100 %. En todas las composiciones, en caso de necesidad, en lugar de "contener" puede emplearse "consiste esencialmente en" o "componerse de".
- 15 El tamaño medio de partícula se mide aquí, a diferencia de opcionalmente la transparencia, en una microemulsión que contiene colorante. Esto se debe a que, en los agentes de ensayo de grietas, para la prueba de rojo y blanco y en los agentes rojos fluorescentes de ensayo de grietas se mide el tamaño de partícula solamente en una microemulsión que no contiene colorante porque la intensidad del colorante rojo es demasiado fuerte.
- 20 En este caso se prefiere que sea una microemulsión de aceite en agua (O/W) o una microemulsión de agua en aceite (W/O) en la cual en lugar de aceite o conjuntamente con el aceite se use al menos otro líquido inmiscible con agua. De preferencia, la microemulsión de la invención contiene en calidad de microemulsión O/W al menos 30% de agua A) y como microemulsión de W/O al menos 10% en peso de agua A).
- El agente de ensayo de grietas según la invención es preferiblemente una microemulsión de O/W en caso de agentes amarillos o rojos fluorescentes de ensayo de grietas, la cual contiene
- A) 30 a 85 % en peso de agua A),
- 25 B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), que presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y se presenta opcionalmente en un sistema colorante,
- C) 5 a 50 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica,
- D) 2 a 60 % en peso de al menos un tensioactivo D) y
- opcionalmente también al menos un aditivo E),
- 30 en cuyo caso opcionalmente también está contenido un sistema colorante que contienen un colorante B) incluso en 0,11 a 20 % en peso,
- y la proporción en peso de los contenidos de C): D) se encuentra opcionalmente en el intervalo de 0,08 : 1 a 25 : 1, de 0,14 : 1 a 8 : 1, de 0,2 : 1 a 6 : 1, de 0,3 : 1 a 4 : 1 o de 0,6 : 1 a 2 : 1,
- y la suma de todos los componentes da como resultado 100 % en peso y
- 35 el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
- De manera particularmente preferida en este caso contiene
- A) 40 a 75 % en peso de agua A),
- 40 B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), que presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y se encuentra presente opcionalmente en un sistema colorante,
- C) 7 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica y
- D) 5 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo D).
- El agente de ensayo de grietas según la invención para la prueba de rojo y blanco es preferiblemente una microemulsión de O/W que contiene
- 45 A) 30 a 80 % en peso de agua A),

- B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), el cual presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y opcionalmente se encuentra presente en un sistema colorante,
- C) 5 a 45 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble,
- D) 2 a 55 % en peso de al menos un tensioactivo D) y
- 5 opcionalmente también al menos un aditivo E),
- en cuyo caso opcionalmente se encuentra contenido un sistema colorante que contiene el colorante B) incluso en un 0,11 a 20 % en peso,
- y la proporción en peso de los contenidos de C): D) opcionalmente se encuentra en el intervalo de 0,08 : 1 a 25 : 1, de 0,14 : 1 a 8 : 1, de 0,2 : 1 a 6 : 1, de 0,3 : 1 a 4 : 1 o de 0,6 : 1 a 2 : 1,
- 10 en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso y el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
- De modo particularmente preferido contiene en este caso
- A) 30 a 70 % en peso de agua A),
- 15 B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), que presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y se encuentra presente en opcionalmente en un sistema colorante,
- C) 7 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida esencialmente hidroinsoluble y
- D) 5 a 45 % en peso de al menos un tensioactivo D).
- El agente de ensayo de grietas según la invención, en el caso de un agente de ensayo de grietas que es amarillo o rojo fluorescente, es preferiblemente una microemulsión de W/O que contiene
- 20 A) 10 a 60 % en peso de agua A),
- B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), que tiene una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y opcionalmente se encuentra presente en un sistema colorante,
- C) 5 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble y
- 25 D) 2 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo D y
- opcionalmente también al menos un aditivo E),
- en cuyo caso opcionalmente también está contenido un sistema colorante que contiene un colorante B) en 0,11 a 20 % en peso,
- y la proporción en peso de los contenidos de C) : D) se encuentra opcionalmente en el intervalo de 0,08 : 1 a 25 : 1, de 0,14 : 1 a 8 : 1, de 0,2 : 1 a 6 : 1, de 0,3 : 1 a 4 : 1 o de 0,6 : 1 a 2 : 1,
- 30 y la suma de todos los componentes da como resultado 100 % en peso y el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partículas en el intervalo de 1 a 250 nm así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
- De modo particularmente preferido contienen este caso
- A) 20 a 50 % en peso de agua A),
- 35 B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), el cual presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y opcionalmente se encuentra presente en un sistema colorante,
- C) 10 a 35 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble y
- D) 10 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo D.
- El agente de ensayo de grietas según la invención para el ensayo de rojo y blanco es preferiblemente una
- 40 microemulsión de W/O que contiene

A) 10 a 60 % en peso de agua A),

B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), que presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y se encuentra presente opcionalmente en un sistema colorante,

C) 5 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida esencialmente hidroinsoluble y

5 D) 2 a 40 % en peso de al menos un tensioactivo D) y

opcionalmente también al menos un aditivo E),

en cuyo caso opcionalmente también está contenido un sistema colorante que contiene un colorante B) en 0,11 a 20 % en peso,

10 y la proporción en peso de los contenidos de C) : D) se encuentra opcionalmente en el intervalo de 0,08 : 1 a 25 : 1, de 0,14 : 1 a 8 : 1, de 0,2 : 1 a 6 : 1, de 0,3 : 1 a 4 : 1 o de 0,6 : 1 a 2 : 1,

y la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso y el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partículas en el intervalo de 1 a 250 nm, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.

De manera particularmente preferida en este caso contiene

A) 20 a 50 % en peso de agua A),

15 B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B) que presenta una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y se encuentra presente opcionalmente en un sistema colorante,

C) 10 a 35 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble y

D) 10 a 35 % en peso de al menos un tensioactivo D).

20 La microemulsión según la invención presentará con frecuencia un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm, de 1 a 200 nm, de 1 a 150 nm, de 1 a 100 nm o de 1 a 40 nm, así como una transparencia de al menos 70 %, de al menos 80 % o de al menos 90 % medida a 600 nm. El tamaño medio de partícula se mide con un Zetasizer Nano-ZS de Malvern. La transparencia se mide a 600 nm en una cubeta de vidrio de cuarzo con 10 mm de espesor del líquido irradiado a 20 °C bajo presión normal, con un fotómetro CADA 100-V de Hach Lange GmbH sobre una microemulsión similar que no contiene colorante, aparte del agente de ensayo de grietas que es amarillo fluorescente.

25 Si la dispersión es una microemulsión o una emulsión disociada, tendrá muchas veces un tamaño medio de partícula en el intervalo de 80 a 1500 nm o en el intervalo de 105 a 800 nm, así como una transparencia de máximo 20% o de máximo 5% a 600 nm, medidas ambas tal como se ha mencionado anteriormente; sin embargo, también puede tener una transparencia muy baja. Los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica son por el contrario soluciones transparentes que al medir el tamaño medio de partícula por debajo de 1 nm y en cuanto sean determinables dan como resultado una transparencia por encima de 90%.

30 Los tamaños medios de partícula de las microemulsiones de la invención se encuentran en menos de 250 nanómetros. Las microemulsiones de la invención son preferentemente claras o transparentes. Las microemulsiones de la invención muestran principalmente una transparencia de  $\geq 75$  %, de  $\geq 80$  %, de  $\geq 85$  %, de  $\geq 90$  % o de  $\geq 94$  % a 20 °C bajo presión normal, en cuyo caso los valores de transparencia de más de 80% para microemulsiones a 20 °C son más bien típicos. Particularmente se prefieren aquellas microemulsiones que presentan una transparencia, medida a 20 °C bajo presión normal, de 90 a 100 %. Las microemulsiones muestran principalmente una transparencia mayor o igual a 40% a 40 °C bajo presión normal, en cuyo caso los valores de transparencia de más de 80% son típicos para microemulsiones a 40 °C. Particularmente se prefieren aquellas microemulsiones que presentan una transparencia de 85 a 100%, medida a 40 °C bajo presión normal.

40 Los tamaños medios de partícula de las microemulsiones según la invención se encuentran preferentemente en el intervalo de 0,1 a 300 nm, de modo particularmente preferido en el intervalo de 1 a 250 nm, de 1,5 a 200 nm, de 1,6 a 150 nm, de 1,8 a 120, de 1,9 a 100 nm o de 2 a 80 nm. Las microemulsiones en el sentido de la presente invención muestran preferentemente tamaño de partícula de menos de 250 nm. Los tamaños de partícula de las microemulsiones según la invención son preferiblemente inferiores a 250 nm, de modo particularmente preferido se encuentran en el intervalo de 1 a 250 nm, de 1,5 a 200 nm, de 1,6 a 150 nm, de 1,8 a 120, de 1,9 a 100 nm o de 2 a 80 nm. Los tamaños de partícula y los tamaños de partícula medio calculados a partir de los mismos pueden medirse en el sentido de la invención con un Zetasizer Nano-ZS de Malvern.

50 Las distribuciones de tamaños de partícula esencialmente de una sola cumbre no presentan, además del pico principal, ningún otro pico de más de 25% de área de pico en comparación con el área total. Si se presentan distribuciones de tamaño de partícula de más de una cumbre, en las tablas se exponen los llamados "tamaños medios de partícula"

solamente para picos con al menos 25 % de área de pico. Los resultados de cálculos de área de pico son emitidos del aparato usado. Por lo tanto, en caso de distribuciones de tamaño de partícula con varias cumbres se exponen hasta tres "tamaños medios de partícula" que presentan, todos, un área de pico superior a 25% del área total.

5 Además, la luminosidad de los agentes de ensayo de grietas que son amarillos fluorescentes puede verificarse con un fluoro fotómetro del tipo S-291 de NDT Italiana en forma de luminosidad de fluorescencia. Ésta ha sido medida en % frente al lote de referencia Sherwin RC-77 No.92-B15. Aquí principalmente se produjeron valores medidos en películas secas de colorante del agente de ensayo de grietas y de la solución de referencia sobre un papel de filtro estandarizado - en el intervalo de 50 a más de 100 % en comparación con un sistema de referencia FP-4PE de Sherwin. Los agentes de ensayo de grietas pueden dividirse en clases de sensibilidad de acuerdo con ISO 3452 con respecto la luminosidad de fluorescencia porcentual de la película de colorante secada mediante una comparación visual con un patrón de referencia producido de modo idéntico y simultáneo i: clase 1/2 - al menos 50 %, clase 1 - al menos 65 %, clase 2 - al menos 80 %, clase 3 - al menos 90 % y clase 4 - al menos 95 %. De preferencia, el agente de ensayo de grietas según la invención presenta una luminosidad de al menos 60 %, de al menos 90 % o incluso de más de 100 %. Este procedimiento de medición presenta, no obstante, una incertidumbre de medición considerable. Sin embargo, la luminosidad ha demostrado ser buena como característica distintiva.

20 Como microemulsión en el sentido de la presente invención se designa una dispersión cuya fase dispersa forma dominios pequeños principalmente en forma de gotas, tubos o capas de manera que la luz visible no se dispersa o casi no se dispersa sobre estos. Esta es habitualmente transparente o clara. No pudo observarse un efecto Tyndall en dispersiones libres de colorante de tamaños particularmente pequeños de partícula, pero apareció regularmente por encima de un tamaño de partícula promedio de 70 nm, al menos como un efecto débil.

El agente de ensayo de grietas puede caracterizarse preferiblemente porque la dispersión es una microemulsión de aceite en agua (O/W).

25 El agente de ensayo de grietas según la invención se caracteriza alternativamente de manera preferente porque la dispersión es una microemulsión de agua en aceite (W/O), en la cual opcionalmente en lugar de aceite juntamente con aceite, se usa al menos otro líquido hidrofóbico tal como, por ejemplo, disolventes orgánicos hidrofóbicos o esencialmente hidrofóbicos como compuestos de la fase C) esencialmente hidrofóbico, los cuales son líquidos en las condiciones dadas tales como, por ejemplo, ésteres de ácido carboxílico, éteres y/o hidrocarburos no sustituidos.

30 En el caso de una microemulsión de O/W, el contenido de la fase C) esencialmente hidrofóbico se encuentra preferentemente en el intervalo de 5 a 50 % en peso, de 5 a 45 % en peso, de 7 a 40 % en peso, de 10 a 35 % en peso o de 15 a 30 % en peso y el contenido de tensioactivos D) se encuentra preferentemente en el intervalo de 2 a 60 % en peso, de 2 a 55 % en peso, de 5 a 50 % en peso, de 5 a 45 % en peso, de 8 a 40 % en peso o de 10 a 35 % en peso.

35 Por lo contrario, en el caso de una microemulsión de W/O, el contenido de la fase C) esencialmente hidrofóbico se encuentra preferentemente en el intervalo de 5 a 40 % en peso, de 8 a 38 % en peso, de 10 a 35 % en peso, de 12 a 30 % en peso o de 15 a 25 % en peso y el contenido de tensioactivos D) preferentemente en el intervalo de 2 a 50 % en peso, de 10 a 50 % en peso, de 3 a 45 % en peso, de 2 a 40 % en peso, de 10 a 35 % en peso o de 15 a 30 % en peso.

40 Fundamentalmente son posibles todas las transiciones en el intervalo grande entre microemulsiones de O/W y W/O y a menudo se presentan con fluidez. Cuando se forma una emulsión de O/W o una emulsión de W/O o una microemulsión de O/W o una microemulsión de W/O, puede esencialmente depender del tipo y/o de la cantidad de las sustancias usadas de la fase C) esencialmente hidrofóbico, del tipo y/o de la cantidad de los tensioactivos D) usados, incluyendo opcionalmente del tipo y/o de la cantidad de los tensioactivos D) que actúan opcionalmente como co-tensioactivos y/o como emulsionantes y/o del tipo y la cantidad de los solubilizantes usados de los aditivos E).

45 Se prefiere una microemulsión de O/W de las clases de sensibilidad 0,5 a 3 en los agentes de ensayo de grietas de la invención. Una microemulsión de W/O de la clase de sensibilidad 4 se prefiere en el caso de agentes amarillos fluorescentes de ensayo de grietas. Las clases de sensibilidad de las microemulsiones de los agentes de ensayo de grietas que son amarillos fluorescentes varían habitualmente de 0,5 a 4, en cuyo caso 4 representa el agente de ensayo de grietas más sensible. En las microemulsiones de la invención para la prueba de rojo y blanco y en los agentes de ensayo de grietas que son rojos fluorescentes habitualmente puede asignarse la clase de sensibilidad 2, en cuyo caso existen solamente dos clases: clase 1 con sensibilidad más baja y clase 2 con sensibilidad más alta. Con los agentes de ensayo de grietas según la invención, pueden establecerse todas las clases de sensibilidad dependiendo del perfil de propiedades, en cuyo caso el contenido principalmente de los colorantes amarillos fluorescentes influyen considerablemente en los costes del producto.

55 Particularmente se prefiere una microemulsión de O/W en el caso de agentes de ensayo de grietas que son particularmente amigables con el ambiente. Principalmente en el caso de agentes de ensayo de grietas que son amarillos fluorescentes se prefiere una microemulsión de O/W para agentes de ensayo de grietas con un intervalo

- ampliado de temperaturas de trabajo tal como, por ejemplo, de 5 a 90 °C. En este caso existen composiciones que se presentan como microemulsión a temperatura ambiente y a 50 °C como emulsión, tal como muestran también ejemplos individuales. Presentan al menos un tensioactivo no iónico con un punto más bajo de enturbiamiento. Al usar tensioactivos no iónicos, la capacidad de solución se disminuye para los disolventes C) esencialmente hidroinsolubles de los tensioactivos gracias al grado de hidratación que disminuye a temperatura creciente (= punto de enturbiamiento).
- El agente de ensayo de grietas según la invención preferiblemente no presenta tamaños medio de partícula superiores a 200 nm, superiores a 100 nm, superiores a 50 nm, superiores a 20 nm o superiores a 10 nm, medidos con un Zetasizer Nano-ZS de la compañía Malvern con la versión del software 6.20 a 25 °C en una cubeta de cuarzo con un grosor de capa de 10 mm, en cuyo caso las muestras se miden directamente sin una preparación adicional. Respectivamente se ha medido en al menos 2 intervalos, cada uno de al menos 10 mediciones. Puesto que el Zetasizer Nano-ZS ajusta el mismo su temperatura a aproximadamente 25 °C, no se observan otras condiciones de límite.
- En el caso de los agentes de ensayo de grietas en forma de microemulsiones según la invención se prefiere que, debido al pequeño tamaño de las partículas, en lo posible no puedan distinguirse visualmente de una solución. Casi todos los agentes de ensayo de grietas según la invención son claros como una solución. A partir de esto y de un contenido más alto de colorante, con frecuencia resultan una detectabilidad de fallos más alta. Las microemulsiones de agentes de ensayo de grietas según la invención pueden caracterizarse, por ejemplo, por una dispersión dinámica de luz en aparatos de medición de tamaño de partícula. En este caso, las dispersiones "normales" con frecuencia se caracterizan por tamaños medios de partícula (= tamaños medios de gotas) de más de 300 hasta 100.000 nm. Aquí las emulsiones se caracterizan por tamaños medios de gotas = tamaños de partícula de más de 100 hasta 100.000 nm y las microemulsiones por tamaños medios de partícula en el intervalo de 1 a aproximadamente 250 nm. Particularmente se prefieren tamaños medios de partícula de menos de 100 nm o de menos de 70 nm.
- Respecto de la transparencia, las emulsiones se caracterizan por una transparencia en el intervalo de 0 hasta aproximadamente 10 % y microemulsiones por una transparencia a 600 nm en el intervalo de 70 a 100 %.
- El objetivo preferido es, por lo tanto, una microemulsión estable, así como clara transparente. Una microemulsión se considera principalmente estable cuando durante más de al menos un mes no puede observarse una separación de fases a simple vista de modo que no pueden reconocerse gotas y capas, enturbiamiento dos ostensibles de la microemulsión ni una pérdida o casi ninguna pérdida de la claridad o la transparencia de la microemulsión.
- Una microemulsión estable se obtiene en algunas composiciones solamente si las sustancias necesarias para la formación de la microemulsión, a saber, principalmente agua, la fase C) esencialmente hidroinsoluble, el tensioactivo y opcionalmente el co-tensioactivo se encuentran en una relación determinada de cantidades entre sí. Esta relación de cantidades se determina esencialmente por el tipo de los tensioactivos D) y de la fase C) esencialmente hidroinsoluble. En la presencia de una proporción adecuada de cantidad, sin un gasto energético adicional como, por ejemplo, sin mezcla intensa y sin agitación intensa se forma habitualmente una mezcla monofásico estable en forma de microemulsión.
- De preferencia, la proporción de mezcla de agua A) a la fase C) esencialmente hidroinsoluble se encuentra en el intervalo de 0,25 : 1 a 17 : 1, de 0,60 : 1 a 17 : 1, de 0,40 : 1 a 12 : 1, de 0,30 : 1 a 10 : 1, de 0,40 : 1 a 9 : 1, de 0,50 : 1 a 8 : 1, de 0,55 : 1 a 5 : 1, de 0,60 : 1 a 6 : 1, de 0,65 : 1 a 16 : 1, de 0,75 : 1 a 10 : 1, de 0,80 : 1 a 5 : 1, de 1 : 1 a 11 : 1, de 1 : 1 a 4 : 1 o de 2 : 1 a 3 : 1, respecto de la proporción en peso de agua A) a tensioactivos D).
- De preferencia, la proporción de mezcla de agua A) a tensioactivos D) incluyendo opcionalmente tensioactivos D) que actúan como co-tensioactivos y/o emulsionantes se encuentra en el intervalo de 0,2 : 1 a 42,5 : 1, de 0,25 : 1 a 30 : 1, de 0,3 : 1 a 20 : 1, de 0,4 : 1 a 10 : 1, de 0,5 : 1 a 8 : 1, de 0,6 : 1 a 6 : 1, de 0,8 : 1 a 5 : 1, de 1 : 1 a 4 : 1 o de 2 : 1 a 3 : 1, respecto de la proporción en peso de agua A) a tensioactivos D).
- La estabilidad de estas mezclas monofásicos con frecuencia es muy dependiente de la temperatura cuando se usan agentes tensioactivos no iónicos, ya que debido al grado de hidratación decreciente con el incremento de la temperatura puede presentarse la disociación de una emulsión o una microemulsión; por lo contrario, usando tensioactivos, cuyo grado de hidratación es menos dependiente de la temperatura como, por ejemplo, tensioactivos aniónicos, con frecuencia se obtienen microemulsiones que son estables en un gran intervalo de temperatura como, por ejemplo, de 5 a 60 °C. La dependencia de temperatura se muestra al calentar con frecuencia por medio de un enturbiamiento del agente de ensayo de grietas hasta una descomposición completa de la microemulsión, lo cual es ostensiblemente reconocible con frecuencia por la separación de fases. Principalmente, en el intervalo de temperaturas de trabajo de 10 a 50 °C, fijado mediante especificaciones relevantes como, por ejemplo, AMS 2644 o DIN EN ISO 3452-2, es indeseable una disociación del agente de ensayo de grietas. Al usar tensioactivos no iónicos, preferiblemente se emplean aquellos con un punto de enturbiamiento de más de 50 °C, de más de 60 °C o de más de 70 °C.

- De preferencia, la microemulsión según la invención es clara y transparente. La microemulsión de la invención no tiene preferiblemente un enturbiamiento, ni un enturbiamiento con un fuerte efecto de Tyndall. Un efecto de Tyndall puede aparecer principalmente en el caso de agentes fluorescentes de ensayo de grietas independientemente del tamaño medio de partícula en presencia de colorante y en caso de dispersiones libres de colorante con tamaños medios de partícula aproximadamente superiores a tamaños medios de partícula de 70 nm.
- El agente de ensayo de grietas según la invención contiene en caso de microemulsiones de O/W al menos 30 % en peso de agua A) y en caso de microemulsiones de W/O al menos 10 % en peso de agua A). De preferencia, en caso de microemulsiones de O/W, contiene al menos 25 % en peso, al menos 30 % en peso, al menos 35 % en peso, al menos 40 % en peso, al menos 45 % en peso, al menos 50 % en peso, al menos 55 % en peso o al menos 60 % en peso o 25 a 80 % en peso, 30 a 75 % en peso, 35 a 70 % en peso, 40 a 65 % en peso o 45 a 60 % en peso de agua A).
- El agente de ensayo de grietas según la invención contiene en el caso de microemulsiones de W/O preferentemente al menos 15% en peso, al menos 20 % en peso, al menos 25 % en peso, al menos 30 % en peso, al menos 35 % en peso, al menos 40 % en peso o al menos 45 % en peso o 15 a 60 % en peso, 20 a 55 % en peso, 25 a 50 % en peso, 30 a 45 % en peso o 32 a 40 % en peso de agua A).
- En el caso de agentes de ensayo de grietas a base de microemulsiones amarillas o rojas fluorescentes de O/W, el contenido de agua A) se encuentra de preferencia en el intervalo de 32 a 80 % en peso, en el intervalo de 35 a 75 % en peso, en el intervalo de 40 a 70 % en peso, en el intervalo de 45 a 65 % en peso o en el intervalo de 48 a 60 % en peso.
- En caso de agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo y blanco a base de microemulsiones de O/W, el contenido de agua A) se encuentra de preferencia en el intervalo de 32 a 80 % en peso, en el intervalo de 25 a 75 % en peso, en el intervalo de 30 a 70 % en peso, en el intervalo de 35 a 65 % en peso o en el intervalo de 40 a 60 % en peso.
- En el caso de agentes de ensayo de grietas a base de microemulsiones amarillas o rojas fluorescentes de W/O, el contenido de agua A) se encuentra de preferencia en el intervalo de 10 a 60 % en peso, en el intervalo de 15 a 55 % en peso, en el intervalo de 20 a 50 % en peso, en el intervalo de 25 a 45 % en peso o en el intervalo de 30 a 42 % en peso.
- En el caso de agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo y blanco a base de microemulsiones de W/O, el contenido de agua A) se encuentra de preferencia en el intervalo de 10 a 60 % en peso, en el intervalo de 15 a 55 % en peso, en el intervalo de 20 a 50 % en peso, en el intervalo de 25 a 45 % en peso o en el intervalo de 30 a 42 % en peso.
- Si el contenido de agua de la gente de ensayo de grietas según la invención se encuentra por debajo del 30% en el caso de agentes amarillos o rojos fluorescentes de ensayo de grietas o por debajo de 10 % en peso en el caso de agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo y blanco, el agente de ensayo de grietas es menos amigable con el ambiente. Si el contenido de agua del agente de ensayo de grietas según la invención se encuentra por encima de 95 % en peso o para la respectiva microemulsión demasiado alto, el agente de ensayo de grietas es menos sensible y la detección de fallos es peor.
- Los agentes de ensayo de grietas según la invención contienen B) al menos un colorante B), que presenta una solubilidad en agua de menos de 20 g/L y principalmente de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal el cual puede incorporarse opcionalmente a un sistema colorante. Habitualmente, la hidrosolubilidad de los colorantes, para los agentes de ensayo de grietas según la invención, se encuentra en menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal; especialmente, por ejemplo, rodamina B (rojo solvente 49) presenta una hidrosolubilidad de aproximadamente 15 g/L a 20 °C bajo presión normal. El colorante es necesario para poder detectar fallos. Fundamentalmente, puede usarse cada colorante con una hidrosolubilidad tan baja que hace posible un contraste eficientemente alto como, por ejemplo, rojo, verde, azul o negro. También pueden utilizarse mezclas de colorantes como, por ejemplo, rojo y azul para lograr ciertos tonos de colorantes. La norma AMS 2644 limitan la selección de color anaranjado, rojo y violeta. Colorantes B) particularmente preferidos son rojos porque el ojo humano es particularmente sensible a los colores rojos. Particularmente se prefieren colorantes B) rojos de la serie C.I. (Colour Index o índice de color) tintes de disolvente, de una clasificación internacionalmente reconocida de colorantes y pigmentos. Colorantes B) muy particularmente preferidos son C.I. Rojo de disolvente de los números 1, 23, 24, 26, 111, 164, 197, 229 y/o 242. En este caso, el rojo disolvente 49, a base de colorante de xanteno, puede usarse opcionalmente como colorante B) rojo fluorescente. La norma AMS 2644 se refiere a colorantes de fluorescencia con emisión de fluorescencia verde, amarilla o anaranjada. Se prefiere amarillo de disolvente 43, amarillo disperso 199, verde disolvente 5 y/o verde disolvente 7, opcionalmente con un intensificador de fluorescencia tal como, por ejemplo, una cumarina y/o un estilbeno.
- Como colorante B) pueden usarse principalmente aquellos que no son solubles en agua a 20 °C o solamente son solubles con dificultad y que son bien solubles en una fase C) líquida esencialmente hidrosoluble, principalmente aquellos con una solubilidad a 20 °C de al menos 10 g/L en la fase C) esencialmente hidrosoluble o en la fase C)

- 5 esencialmente hidrosoluble y en al menos un tensioactivo D). El colorante B) y/o el sistema colorante que es/son frecuentemente una mezcla de varias sustancias B). Por ejemplo, se selecciona de antraquinonas, colorantes de azometina, colorantes azoicos sin complejo metálico, colorantes de complejo metálico como, por ejemplo, colorantes de complejo azo-metálicos, formazanos y/o ftalocianinas, benzodifuranonas, quinacridonas, dioxazinas, colorantes de metina, naftalimidias, perilenos, colorantes de polimetina, trifendioxazinas, colorantes de trifenilmetano y/o xantenos.
- Como colorante B) particularmente se prefiere al menos uno seleccionado del grupo que se compone de antraquinonas, colorantes azoicos, colorantes de complejos azo-metálicos, azometinas, colorantes de metino, naftalimidias, colorantes de polimetino, colorantes de trifenilmetano y xantenos.
- 10 Los colorantes Solvent Yellow (amarillo disolvente) 43, cumarina y fluoresceína se usan preferiblemente para la prueba fluorescente con composiciones amarillas, mientras que los colorantes a base de Solvent Red (rojo disolvente) siempre se emplean para agentes de ensayo de grietas rojo-blanco. Al usar rodamina B (= Neptune Red Base 546 de BASF) se obtienen agentes rojos fluorescentes de ensayo de grietas.
- 15 En lugar de un colorante B) individual, también puede emplearse un sistema colorante. El al menos un colorante B) puede estar contenido entonces, de manera preferida, en un sistema colorante que contiene opcionalmente al menos un abrillantador que actúa con frecuencia como amplificador de fluorescencia y, por lo tanto, como amplificador de color, al menos un aditivo de colorante y/o al menos otro colorante B) que tiene un efecto diferente con respecto al color y/o con respecto a la fluorescencia. En este caso, el al menos un colorante B) puede componerse opcionalmente de varios colorantes individuales, ante todo para lograr un tono de color determinado, también principalmente en caso de productos comercialmente disponibles. Además, el al menos un colorante B) puede estar presente en forma de solución en un disolvente adecuado tal como, por ejemplo, en al menos un disolvente a base de aceite mineral, alcohol y/o glicol. Además, tales preparados de colorante pueden contener opcionalmente además al menos un aditivo de colorante que se selecciona de aditivos tales como, por ejemplo, agentes reguladores, emulsionantes, agentes dispersantes y/o preservantes. Los colorantes disponibles comercialmente se encuentran presentes con frecuencia en forma de una solución en al menos un disolvente inorgánico el cual puede absorber el colorante habitualmente al menos con una solubilidad de 20 g/litro a 20 °C, tal como, por ejemplo, respectivamente al menos un aceite mineral, glicol y/o éster de glicol. Como abrillantador para el colorante B) fluorescente pueden usarse, por ejemplo, cumarinas y/o estilbenos. De preferencia se disuelve el al menos un abrillantador en al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidrosoluble o en toda la fase C).
- 20 Los abrillantadores son bien solubles en al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidrosoluble. Para una disolución más rápida de la cumarina sólida puede ser ventajoso usar una concentración más alta de fase C) o una concentración más alta de al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidrosoluble, la cual disuelve particularmente bien la cumarina. Si se emplean varios colorantes B) individuales o un sistema colorante en una mezcla, puede suceder que las sustancias individuales se disuelvan más o menos bien en la fase C) esencialmente hidrosoluble, principalmente dependiendo de la selección de las sustancias de la fase C) esencialmente hidrosoluble y de sus cantidades, de manera que se recomienda usar una mezcla de sustancias en la fase C) esencialmente hidrosoluble, en la cual al menos una sustancia de esta mezcla C) disuelva particularmente bien al menos una sustancia del colorante B) y/o al menos un abrillantador y/o al menos un aditivo de colorante.
- 25 Un colorante B) no disuelto puede estar presente, por ejemplo, en forma de un colorante, de preferencia en forma amorfa y/o cristalina y puede luego preferentemente incorporarse mediante disolución a la fase C) esencialmente hidrosoluble.
- 30 De preferencia, el agente de ensayo de grietas según la invención tiene un contenido de al menos un colorante B) fluorescente, de al menos un colorante B) que da color en el intervalo de la luz visible, de al menos un colorante B) que da color en el intervalo de la luz visible y es fluorescente y/o de al menos un colorante B) que es detectable bajo la luz ultravioleta. Si no se usa un colorante fluorescente ni uno detectable bajo la luz ultravioleta, preferiblemente se adiciona un colorante B) rojo porque el ojo humano es particularmente sensible al color rojo.
- 35 Al usar un colorante B) fluorescente, en las variantes de realización preferiblemente se aplica un procedimiento de prueba sin o con un revelador en el cual se operan con un revelador blanco o incoloro el cual saca el colorante fluorescente, de preferencia incluso a la superficie y de esta manera mejora la visibilidad. Este revelador se aplica por separado a continuación, después de aplicar el agente de ensayo de grietas según la invención. El revelador debe extraer la composición que contiene el colorante B) la cual ha penetrado en un sitio de fallo y debe representarla opcionalmente de manera más clara en contraste de color con el revelador blanco.
- 40 Al usar un colorante B) rojo en una variante de realización, puede aplicarse preferentemente el procedimiento de prueba de rojo-blanco, en el cual se opera con un revelador blanco. En otra variante de realización, el colorante B) rojo se emplea ya sea sin un revelador o sin un revelador blanco. Como revelador se usan preferiblemente sólidos cristalinos finos, amorfos y/o microporosos, orgánicos y/o inorgánicos de color blanco y/o incoloros tales como, por ejemplo, carbonatos, óxidos, silicatos y/o sólidos orgánicos que se encuentran presentes, al menos parcialmente en forma de sólidos, en el intervalo de temperatura de 10 a 50 °C. Estos casi siempre son insolubles ni en agua ni en disolventes orgánicos en cantidades de al menos 1 g/L a 20 °C. Estos incluyen, por ejemplo, óxidos de metales
- 45
- 50
- 55

alcalino-térreos, óxidos de aluminio, dióxido de silicio, dióxido de titanio, bentonita, talco, compuestos del ácido benzoico tales como, por ejemplo, sus sales, celulosa, derivados de celulosa, pentaeritritol y/o polialquilenglicoles.

El agente de ensayo de grietas según la invención contiene preferiblemente al menos un colorante B) el cual es esencialmente hidroinsoluble o completamente hidroinsoluble.

- 5 El agente de ensayo de grietas según la invención contiene B) al menos 0,1 % en peso, 0,1 a 20 % en peso o 0,5 a 15 % en peso de al menos un colorante B). Contiene de manera particularmente preferida al menos 0,5 o al menos 3 % en peso de al menos un colorante B) o 1 a 20 % en peso o 3 a 15 % en peso de al menos un colorante B), de manera muy particularmente preferida al menos 5 o al menos 7 % en peso de al menos un colorante B) o 5 a 12 % en peso o 7 a 10 % en peso de al menos un colorante B), en cuyo caso el colorante puede estar contenido hasta el límite de solubilidad, de preferencia a 20 °C en la fase C) esencialmente hidroinsoluble o en la fase C y en al menos un tensioactivo D). El contenido de un abrillantador puede encontrarse en el sistema colorante de preferencia en un intervalo de contenido de 0,01 a 8 % en peso o en el intervalo de 0,5 a 4 % en peso. Su contenido es habitualmente superior al contenido de colorantes B). De preferencia se emplea un sistema colorante si debe llevarse a cabo la prueba con fluorescencia bajo la luz ultravioleta. Como colorantes B) particularmente se prefieren azometinas y/o naftalimidias para el intervalo fluorescente y/o antraquinonas, colorantes azoicos, colorantes de complejos azo-metálicos, colorantes de metina, colorantes de polimetina, colorantes de trifenilmetano y/o xantenos para el intervalo de la luz visible. Sin embargo, también existe de manera aislada un colorante B) que puede emplearse en el intervalo de la luz visible y simultáneamente produce fluorescencia al irradiarse con luz ultravioleta, el cual puede investigarse en uno de los dos tipos de luz o simultáneamente bajo los dos tipos de luz tal como, por ejemplo, C.I. Solvent Red 49.
- 10
- 15
- 20 Un sistema colorante muy particularmente preferido es una mezcla fluorescente de una azometina o una naftalimida, respectivamente con un abrillantador a base de cumarina o de estilbena.

- Si el agente de ensayo de grietas según la invención contiene menos de 0,1 % en peso de al menos un colorante B), el agente de ensayo de grietas es demasiado insensible y la detección de fallos es peor. Si la gente de ensayo de grietas según la invención contiene más de 10% en peso de al menos un colorante B), habitualmente se sobrepasa el límite de solubilidad para el colorante. De otra manera, el agente de ensayo de grietas según la invención, en el caso de un contenido más bajo de agua, puede ajustarse de manera tal que se disuelva más colorante B) hidroinsoluble y/o esencialmente hidroinsoluble y de esta manera se mejoren la sensibilidad del agente de ensayo de grietas y la detección de fallos.
- 25

- 30 Cuando el agente de ensayo de grietas según la invención contiene menos de 0,1 % en peso de al menos un colorante o menos de 0,11 % en peso de al menos un sistema colorante, el agente de ensayo de grietas es demasiado insensible y es peor la detección de fallos. Si el agente de ensayo de grietas según la invención contiene más de 20% en peso de al menos un colorante o un sistema colorante, se sobrepasa el límite de solubilidad para el colorante B).

- Además, es posible usar al menos un disolvente orgánico esencialmente hidroinsoluble en el agente de ensayo de grietas según la invención, en el cual el al menos un colorante B) o el sistema colorante seleccionado puede disolverse, lo más completamente posible o completamente, preferiblemente incluso sin un contenido muy alto de tensioactivo, principalmente se disuelve lo más completamente posible o completamente a un contenido de tensioactivo D) de menos de 40% en peso en al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidroinsoluble. Si el colorante o el sistema colorante del agente de ensayo de grietas de la invención se disuelve completamente, en el intervalo de 10 a 50 °C no se presentan enturbiamientos ni sedimentaciones.
- 35

- 40 Esta es otra ventaja debido a que un alto contenido de tensioactivo es contaminante y conduce fácilmente a lixiviación del agente de ensayo de grietas de las grietas y de otros defectos. De esta manera, los agentes de ensayo de grietas según la invención hacen posible una concentración más alta del colorante o del sistema colorante en el agente de ensayo de grietas, por lo cual se produce una indicación mejorada de defectos y un incremento de la sensibilidad frente a los agentes de ensayo de grietas con un contenido más bajo de colorante o sistema colorante.

- 45 El agente de ensayo de grietas según la invención contiene al menos 5 % en peso o un contenido en el intervalo de 5 a 50 % en peso del al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidroinsoluble, líquida a 20 °C bajo presión normal. Esta fase C) esencialmente hidroinsoluble se encuentra presente casi siempre como mezclas de varias sustancias C). Si la fase C) esencialmente hidroinsoluble se compone de más de una sustancia, estas son habitualmente miscibles entre sí. Esta corresponde casi a la fase oleosa de la microemulsión de O/W- o W/O. Esta sirve principalmente como disolvente para al menos un colorante B) y/o para al menos otro componente del sistema colorante tal como, por ejemplo, para al menos un abrillantador. Además, puede ser posible que en la fase C) esencialmente hidroinsoluble se disuelvan también otros componentes tales como, por ejemplo, inhibidores de corrosión y/o agentes preservantes. Puede opcionalmente influir en la tensión interfacial del agente de ensayo de grietas y principalmente reducirla. En lo sucesivo, el al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidroinsoluble, líquida a 20 °C bajo presión normal, se designa principalmente como "fase C)".
- 50
- 55

El agente de ensayo de grietas según la invención se caracteriza preferentemente porque la fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble, contiene al menos un compuesto orgánico líquido a 20 °C bajo presión normal que se selecciona del grupo compuesto por hidrocarburos, incluidos "productos de petróleo" C1), alcoholes C2), ésteres y/o

amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), ésteres de ácido fosfórico C4), éteres C5), cetonas C6), aceites y sus derivados C7), que no son "productos de petróleo" y derivados de éteres-ésteres de dioles y polioles C8) o que se selecciona del grupo compuesto por alcoholes C2), ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), éteres C5) y cetonas C6).

- 5 El contenido de la fase C) esencialmente hidroinsoluble se encuentra preferiblemente en al menos 7 % en peso, en al menos 9 % en peso, en al menos 11 % en peso, en al menos 15 % en peso o en al menos 15 % en peso, en máximo 50 % en peso, en máximo 40 % en peso, en máximo 30 % en peso o en máximo 25 % en peso o en el intervalo de 5 a 50 % en peso, en el intervalo de 5 a 45 % en peso, en el intervalo de 5 a 40 % en peso, en el intervalo de 7 a 40 % en peso, en el intervalo de 10 a 35 % en peso, en el intervalo de 13 a 40 % en peso, en el intervalo de 15 a 30 % en peso o en el intervalo de 18 a 25 % en peso, en cuyo caso los intervalos de contenido pueden oscilar según el tipo de microemulsión y el tipo de agente de ensayo de grietas.

- 10 La solubilidad de los compuestos orgánicos esencialmente hidroinsolubles o hidroinsolubles de la fase C) esencialmente hidroinsoluble se encuentra de preferencia en máximo 60 g/L en agua destilada a 20 °C bajo presión normal, de preferencia máximo 50 g/L, en máximo 40 g/L, en máximo 30 g/L o en máximo 20 g/L. La solubilidad de la mezcla de los compuestos orgánicos esencialmente hidroinsolubles o hidroinsolubles de la fase C) esencialmente hidroinsoluble se encuentra a 20 °C bajo presión normal de preferencia en máximo 60 g/L en agua destilada, de preferencia máximo 50 g/L, en máximo 40 g/L, en máximo 30 g/L o en máximo 20 g/L. Este valor que parece alto significa, no obstante, altos contenidos de fase C) líquida de, por ejemplo, 30% en peso, que de los aproximadamente 300 g/L de esta fase C) líquida se encuentra contenida una fracción alta de agua no disuelta en el agente de ensayo de grietas.

- 15 Como componentes de la fase C) líquida a temperatura ambiente y esencialmente hidroinsoluble, pueden seleccionarse fundamentalmente muchos solventes orgánicos. Particularmente se prefiere que la fase C) líquida a temperatura ambiente disuelva tanto como sea posible el colorante B) deseado, principalmente en un intervalo de 10 a 300 g/L, de modo particularmente preferido de 20 a 200 g/L, y/o que sea particularmente amigable con el ambiente.

- 20 Un contenido de un tensioactivo que simultáneamente puede servir como disolvente orgánico se valora, no obstante, en el sentido de esta solicitud solamente como tensioactivo y no como disolvente de una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble, aunque también tenga una función como disolvente orgánico.

- 25 La fase C) esencialmente hidroinsoluble del agente de ensayo de grietas según la invención contiene al menos una sustancia que puede disolverse en agua a 20 °C bajo presión normal en máximo 60 g/L. De preferencia, está al menos una sustancia que puede disolverse a 20 °C bajo presión normal en máximo 50 g/L, en máximo 40 g/L, en máximo 30 g/L, en máximo 20 g/L, en máximo 10 g/L, en máximo 1 g/L o prácticamente no disolverse en agua. De preferencia, cada sustancia contenida en la fase C) esencialmente hidroinsoluble presenta una solubilidad en agua de este tipo. Por lo tanto, de preferencia, la o las sustancias contenidas en la fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble tienen una solubilidad en agua a 20 °C bajo presión normal en el intervalo de 0 a 60 g/L, de 0,1 a 50 g/L, de 1 a 40 g/L, de 5 a 30 g/L o de 10 a 20 g/L.

- 30 Este al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidroinsoluble puede seleccionarse del grupo de sustancias orgánicas hidroinsolubles y esencialmente hidroinsolubles y líquidas a 20 °C a presión normal que se componen de hidrocarburos, incluidos "productos de petróleo" C1), alcoholes C2), ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), ésteres de ácido fosfórico C4), éteres C5), cetonas C6), aceites y sus derivados C7), que no son "productos de petróleo" y derivados combinados de éteres-ésteres de dioles y polioles C8). El al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidroinsoluble contiene principalmente o se compone principalmente de hidrocarburos alifáticos sin grupos funcionales, hidrocarburos aromáticos sin grupos funcionales, ésteres alifáticos, ésteres aromáticos, éteres alifáticos, éteres, aceites, éteres monoalquílicos de glicol y/o diéteres de glicol. Particularmente se prefiere el uso de al menos una sustancia de los ésteres de ácido carboxílico C3) y/o de al menos una sustancia de los éteres C5). Muy particularmente se prefieren en este caso los ésteres dialquílicos de los ácidos dicarboxílicos con longitudes de cadena del hidrocarburo del ácido carboxílico en el intervalo de 2 a 8 átomos de C, principalmente de 4 a 6 átomos de C y/o los éteres monoalquílicos de alquilenglicol y/o éteres monoarílicos de alquilenglicol con longitudes de cadena de hidrocarburo del alquilenglicol en el intervalo de 2 a 8 átomos de C, principalmente de 2 a 6 átomos de C. De preferencia, las microemulsiones de O/W para agentes amarillos florecientes de ensayo de grietas y las microemulsiones de W/O para agentes rojos fluorescentes de ensayo de grietas y para agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo y blanco no tienen un contenido de aceite.

- 35 Ejemplos de tales hidrocarburos C1) son en este caso i) hidrocarburos alifáticos (= acíclicos), ii) hidrocarburos aromáticos iii) hidrocarburos cicloalifáticos (= alicíclicos) y iv) "productos de petróleo", que en calidad de aceites minerales contienen mezclas de i, ii y/o iii de petróleo y/o sus destilados, sus destilados y/o sus componentes individuales.

Ejemplos de hidrocarburos alifáticos i) son hidrocarburos alifáticos lineales o ramificados, saturados o insaturados y, de modo particularmente preferido, hidrocarburos alifáticos con 5 a 16 átomos de C tales como, principalmente, pentano, hexano, octano, 2-etilhexano y/o 3,5,5-trimetilhexano.

- 5 Ejemplos de hidrocarburos aromáticos ii) son hidrocarburos aromáticos alquilo-sustituídos una o varias veces tales como, por ejemplo, aquellos con uno, dos o tres grupos alquilo sustituyentes de uno a diez átomos de C, en cada caso independientemente entre sí tales como, por ejemplo, benceno dos como tolueno, xileno, mesitileno, cumeno, etilbenceno y/o hidrocarburos con sistemas anulares aromáticos tales como, por ejemplo, naftalina, principalmente 1-metilnaftalina, 2-metilnaftalina y dimetilnaftalina y/o hidrocarburos aromáticos condensados de modo asimétrico o heterogéneo tales como, por ejemplo, indano y/o tetralina.
- 10 Ejemplos de hidrocarburos cicloalifáticos iii) son hidrocarburos cicloalifáticos saturados y/o insaturados, opcionalmente alquilo-sustituídos una o varias veces tales como, por ejemplo, aquellos con uno, dos o tres grupos alquilo sustituyentes que tienen respectivamente, de modo independiente entre sí, uno a diez átomos de C por grupo alquilo tales como, por ejemplo, ciclohexano o metilciclopentano. En este caso también son de ventaja las mezclas de uno o varios hidrocarburos alifáticos y/o de uno o varios hidrocarburos aromáticos y/o de uno o varios hidrocarburos cíclicos, por ejemplo, los disolventes comercialmente disponibles de la serie EXXSOL® D, de la serie SOLVESSO® o de la serie ISOPAR® de Exxon Mobil Chemicals.
- 15 Ejemplos de iv) "productos de petróleo", que en calidad de aceites minerales contienen mezclas de i, ii y/o iii de petróleo y/o sus destilados, sus destilados y/o componentes individuales son, por ejemplo, mezclas de fracciones destiladas de aceite crudo del petróleo, White Spirit D100 o/e isooctano.
- 20 Ejemplos de alcoholes C2) son alcoholes saturados o insaturados, lineales o ramificados, primarios, secundarios o terciarios, alifáticos, alicíclicos o aromáticos; estos presentan de preferencia 4 a 22 átomos de C tales como, principalmente, ter.-butanol, 2-etilhexanol, octanol, dodecanol o alcohol bencílico.
- Como ejemplos de derivados de ácido carboxílico C3) se toman en consideración los ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y policarboxílicos tales como, por ejemplo, ácidos tri- y tetracarboxílicos, pero también ácidos carboxílicos de funcionalidad más alta, de preferencia ácidos carboxílicos respectivamente con 2 a 24 átomos de C por cadena de alquilo.
- 25 Ésteres preferidos C3) son los ésteres de alcoholes i) con 1 a 20 átomos de C, tales como, por ejemplo, metanol, etanol, isopropanol, isobutanol y/o 2-etilhexanol, y en el caso de alcoholes grasos también se prefieren principalmente glicerina y ésteres de glicol.
- 30 Ejemplos de ésteres de ácido monocarboxílicos ii) de los ésteres C3) son a) los ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos y/o aromáticos tales como, por ejemplo, ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos con cadenas de alquilo de 1 a 9 átomos de C tales como, por ejemplo, ésteres de ácido fórmico, ésteres de ácido acético y ésteres de ácido propiónico, b) los ésteres de ácido graso alifáticos tales como, por ejemplo, ésteres de ácido monocarboxílicos con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C, que pueden estar contenidos en aceites naturales o aceites vegetales o son de origen sintético y/o c) ésteres de ácido monocarboxílicos aromáticos con cadenas de alquilo de 7 a 24 átomos de C tales como, por ejemplo, ésteres de ácido benzoico y ésteres de ácido fenilacético.
- 35 Ejemplos de ésteres de ácido graso iii) de los ésteres C3) son aquellos de origen natural tales como, por ejemplo, aceites animales y aceites vegetales, así como también aquellos de origen sintético; como ésteres de ácido graso son particularmente preferidos ésteres de ácidos grasos con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C o de 12 a 24 átomos de C. los ésteres de ácido graso con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C son, por ejemplo, ésteres de ácidos grasos insaturados o saturados, con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C y son principalmente aquellos con un número par de átomos de carbono tales como, por ejemplo, de ácido láurico, ácido palmítico y principalmente ácidos grasos de C<sub>18</sub> tales como ácido esteárico, ácido oleico, ácido linoleico y ácido linoléico. Otros ejemplos de ésteres de ácido graso con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C son ésteres de glicerina y de glicol de ácidos grasos, como ácidos grasos con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C o sus productos de transesterificación tales como, por ejemplo, ésteres de ácido alquilo-graso como, principalmente, ésteres de ácido alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-graso de C<sub>10</sub>-C<sub>24</sub> tales como pueden obtenerse mediante transesterificación de los antes mencionados ésteres de ácido graso-glicerina y -glicol como ésteres de ácido graso con cadenas de alquilo de 10 a 24 átomos de C con alcoholes de 1 a 20 átomos de C tales como, por ejemplo, metanol, etanol, propanol y/o butanol. La transesterificación puede efectuarse según métodos conocidos tales como, por ejemplo, se describen en Römpp Chemie Lexikon, 9ª edición, volumen 2, página 1343, editorial Thieme Verlag Stuttgart. Ésteres de ácido graso preferidos son, por ejemplo, aceites de especies de plantas oleaginosas tales como, por ejemplo, aceite de soja, aceite de colza, aceite de germen de maíz, aceite de girasol, aceite de semillas de algodón, aceite de linaza, aceite de coco, aceite de palma, aceite de cártamo, aceite de nuez, aceite de oliva y/o aceite de ricino, principalmente aceite de colza, en cuyo caso por aceites vegetales también se entienden sus productos de transesterificación tales como, por ejemplo, ésteres de alquilo como éster metílico de aceite de colza o Ester etílico de aceite de colza. Ejemplos de ésteres de ácido dicarboxílico y ésteres de ácido policarboxílico son los ésteres completos de ácido oxálico, malónico, succínico, glutárico, 2-metilglutárico, adipico, pimélico, sebáico, azelaico, subérico, maleico, ftálico, tereftálico, melítico, trimelítico y polimaleico. Particularmente se prefieren ésteres alquílicos con cadenas de alquilo de 1 a 10 átomos de C tales como ésteres de metilo, ésteres de etilo, ésteres de n-propilo, ésteres de iso-propilo, ésteres de n-butilo, ésteres de iso-butilo, ésteres de sec.-butilo o ésteres de ter.-butilo. Ésteres de ácido dicarboxílico preferidos son los ésteres completos de ácido

succínico, glutárico, 2-metilglutárico y adípico. Los ésteres de alquilo presentan preferiblemente cadenas de alquilo de 1 a 10 átomos de C tales como ésteres de metilo, de etilo o de iso-butilo.

Amidas C3) preferidas son las N,N-dialquilamidas de ácidos carboxílicos con 6 a 20 átomos de C tales como, por ejemplo, ácido hexanoico, ácido decanoico y ácido esteárico y sus derivados que no presentan una alta hidrosolubilidad. Ejemplos de carboxamidas son N,N-dialquilacilamidas con una longitud de cadena de carbonos del residuo acilo de 6 a 20 átomos de C tales como, por ejemplo, dimetilamida de ácido octanoico y dimetilamida de ácido decanoico.

Como ésteres de ácido fosfórico C4) se toman en consideración, por ejemplo, triésteres del ácido fosfórico con alcoholes, en cuyo caso los alcoholes se seleccionan preferiblemente del grupo compuesto por 1) alcoholes monohídricos con 1 a 22 átomos de C tales como, por ejemplo, etanol, i-propanol y 2-etilhexanol, por 2) dioles y/o polioles tales como, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol y glicerina, por 3) alcoholes arílicos, alquil-arílicos, poli(alquil)arílicos y poli(arilalquil)arílicos como, por ejemplo, fenol y/o cresol, octilfenol, nonilfenol, triisobutilfenol y tristirilfenol así como por 4) alcoholes alcoxilados que se obtienen mediante conversión de los anteriores alcoholes mencionados en los puntos 1), 2) o 3) con óxidos de alquileo y de preferencia con óxidos de alquileo que tienen cadenas de alquilo de 1 a 4 átomos de C. Ésteres de ácido fosfórico particularmente preferidos son triésteres de ácido orto-fosfórico tales como, por ejemplo, fosfato de trietilo, fosfato de tributilo y fosfato de tri(butoxi)etilo.

Como éteres C5) se consideran, por ejemplo, éteres aromáticos cicloalifáticos y/o alifáticos. Éteres particularmente preferidos son éteres dialquílicos con cadenas de alquilo, independientemente entre sí, respectivamente de 3 a 12 átomos de C tales como, por ejemplo, éteres de dihexilo y éteres de dioctilo o mono- y diéteres de dioles y dioles mono- o polialcoxilados tales como, por ejemplo, etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol y tripropilenglicol, principalmente los éteres de mono- y dialquilo, respectivamente con al menos una cadena de alquilo 1 a 8 átomos de C y/o con al menos un grupo aromático tal como, por ejemplo, monopropiléter de propilenglicol, monopropiléter de dipropilenglicol, monobutiléter de tripropilenglicol, dibutiléter de propilenglicol, hexiléter de etilenglicol, dibutiléter de dietilenglicol, feniléter de dietilenglicol, feniléter de etilenglicol, feniléter de propilenglicol y feniléter de dipropilenglicol.

Como cetonas C6) se toman en consideración, por ejemplo, cetonas aromáticas, cicloalifáticas y/o alifáticas con grupos alquilo y arilo respectivamente de 4 a 24 átomos de C tales como, por ejemplo, acetofenona, benzofenona, dibutilcetona, diisobutilcetona e isobutil-heptil-cetona.

Ejemplos de aceites y sus derivados C7), que no son "productos de petróleo", pueden ser: a) aceites naturales tales como, por ejemplo, aceites y/o ésteres alquílicos de aceite a partir de plantas oleaginosas, tales como aceite de soja, aceite de colza, ésteres alquílicos de aceite de colza, aceite de germen de maíz, aceite de girasol, aceite de semillas de algodón, aceite de linaza, aceite de coco, ésteres alquílicos de aceite de coco, aceite de palma, ésteres alquílicos de aceite de palma, aceite de cártamo, aceite de nuez, aceite de cacahuete, aceite de oliva, ésteres alquílicos de aceite de oliva, aceite de ricino y/o ésteres alquílicos de aceite de ricino, sus destilados y/o sustancias individuales de los mismos, b) aceites etéricos y/o componentes individuales de los mismos tales como terpenos y/o terpenoides tales como, por ejemplo, d-limoneno y/o c) aceites sintéticos que pueden prepararse según procedimientos conocidos mediante polimerización o policondensación de compuestos adecuados, sus derivados y/o componentes individuales de los mismos, en cuyo caso también pueden obtenerse los correspondientes compuestos macromoleculares tales como, por ejemplo, polialfaolefinas, polialquilenglicoles y/o poliésteres. Como derivados se toman en consideración principalmente los ésteres.

Además, se toman en consideración combinaciones moleculares de las clases de sustancias previamente mencionadas tales como, por ejemplo, los derivados de éteres-ésteres combinados a nivel intramolecular de dioles y polioles C8), principalmente de ésteres de ácidos mono-alquil(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)éter-monocarboxílicos de dioles y/o dioles mono- o polialcoxilados, principalmente acetatos de los mono-alquil(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)éteralcanoles tales como, por ejemplo, acetato de etilenglicolmonometiléter, acetato de propilenglicolmonobutiléter y acetato de dietilenglicol monometiléter.

Si el agente de ensayo de grietas según la invención contiene menos de 5% en peso de la fase C) esencialmente hidrosoluble, el agente de ensayo de grietas es demasiado insensible y la detección de fallos es peor. Si el agente de ensayo de grietas según la invención contiene como microemulsión de O/W más de 50% en peso o como microemulsión de W/O más de 40% en peso de la fase C) esencialmente hidrosoluble, puede producirse una disociación no deseada de la microemulsión, una microemulsión se encuentra con fases excesivas o resulta una emulsión inestable; además, el agente es más bien ya un contaminante.

De manera particularmente preferida, el agente de ensayo de grietas según la invención contiene respectivamente al menos un compuesto seleccionado del grupo de compuestos que se compone de alcoholes C2), ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), éteres C5) y cetonas C6) o seleccionado del grupo de compuestos que se compone de alcoholes C2), ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3) y éteres C5) o seleccionados del grupo de compuestos que se compone de ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3) y éteres C5). De preferencia, en el agente de ensayo de grietas según la invención no están

contenidos otros compuestos de la fase C) esencialmente hidroinsoluble distintos de los compuestos que pertenecen a uno de estos grupos.

5 En las microemulsiones según la invención, se requiere al menos un tensioactivo D) seleccionado de tensioactivos no iónicos, aniónicos y/o anfóteros. Algunas veces, también se encuentra contenido al menos un tensioactivo que actúa como emulsionante. El término "tensioactivo D)" significa el contexto de esta invención que como tensioactivo D) se comprenden al menos un tensioactivo, al menos un co-tensioactivo y/o al menos un emulsionante y que el al menos un tensioactivo D) es seleccionado de tensioactivos no iónicos, aniónicos y/o anfóteros. De modo particularmente preferido contienen al menos un tensioactivo no iónico y al menos un tensioactivo iónico, en cuyo caso al menos un tensioactivo también actúa como emulsionante.

10 El al menos un tensioactivo D) de las composiciones de la invención puede actuar como tensioactivo "habitual", como emulsionante, como limpiador y/o como disolvente. Los emulsionantes son igualmente tensioactivos y en el contexto de esta solicitud igualmente se designan como tensioactivos. Tensioactivos principalmente no iónicos pueden actuar como emulsionantes principalmente con un valor de HLB de aproximadamente en el intervalo de 8 a 20 o de 9 a 18 principalmente en el caso de microemulsiones de aceite-agua (O/W) o con un valor de HLB de aproximadamente en el intervalo de 0 a 10 o de 3 a 8, principalmente en el caso de microemulsiones de agua-aceite (W/O). También pueden emplearse o adicionarse de manera complementaria microemulsiones con tensioactivos que tienen valores de HLB entre 5 y 15, pero no siempre pueden clasificarse tan específicamente entre estas microemulsiones diferentes.

20 Los tensioactivos D) y/o tensioactivos individuales de los tensioactivos D) contenidos pueden servir, por ejemplo, como emulsionante, como preservante, como disolvente, por ejemplo, para al menos un colorante B), como limpiador, como estabilizante, por ejemplo, para al menos un colorante B) y/o para la microemulsión, como inhibidor de corrosión para influir en la viscosidad del agente de ensayo de grietas y/o como agente humectante para disminuir la tensión interfacial con el propósito de una mejor humectación de la superficie que va ensayarse por medio del agente de ensayo de grietas. En un agente de ensayo de grietas con varios tensioactivos D), cada uno de los tensioactivos D) adicionados puede presentar opcionalmente otras capacidades.

25 El agente de ensayo de grietas según la invención contiene al menos 2 % en peso de al menos un tensioactivo D), de preferencia al menos 4 % en peso o 2 a 60 % en peso, 4 a 70 % en peso, 6 a 60 % en peso, 8 a 50 % en peso, 10 a 40 % en peso, 12 a 30 % en peso o 14 a 25 % en peso, en cuyo caso los intervalos de contenido según el tipo de microemulsión y el tipo de agente de ensayo de grietas pueden oscilar ostensiblemente.

30 En agentes de ensayo de grietas a base de microemulsiones amarillas o rojas fluorescentes de O/W, el contenido de al menos un tensioactivo D) se encuentra de preferencia en el intervalo de 2 a 60 % en peso, en el intervalo de 6 a 50 % en peso, en el intervalo de 8 a 40 % en peso o en el intervalo de 10 a 30 % en peso.

En agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo-blanco a base de microemulsiones de O/W, el contenido de al menos un tensioactivo D) se encuentra de preferencia en el intervalo de 2 a 55 % en peso, en el intervalo de 8 a 45 % en peso, en el intervalo de 10 a 40 % en peso o en el intervalo de 15 a 30 % en peso.

35 En agentes de ensayo de grietas a base de microemulsiones amarillas o rojas fluorescentes de W/O, el contenido de al menos un tensioactivo D) se encuentra de preferencia en el intervalo de 2 a 50 % en peso, en el intervalo de 10 a 40 % en peso, en el intervalo de 15 a 35 % en peso o en el intervalo de 20 a 30 % en peso.

40 En agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo-blanco a base de microemulsiones de W/O, el contenido de al menos un tensioactivo D) se encuentra preferentemente en el intervalo de 2 a 40 % en peso, en el intervalo de 10 a 40 % en peso, en el intervalo de 15 a 35 % en peso o en el intervalo de 20 a 30 % en peso.

45 Fundamentalmente es importante que el agente de ensayo de grietas según la invención contenga un tensioactivo D), en cuyo caso la clase de tensioactivo, y opcionalmente también el compuesto específico tensioactivo, ejerzan habitualmente al menos una influencia determinada principalmente en la viscosidad y la tensión interfacial y, por lo tanto, en la calidad del agente de ensayo de grietas. La elección del (los) tensioactivo(s) y disolvente(s) C) influye habitualmente en el intervalo de trabajo para el ajuste y la estabilidad de una microemulsión.

50 En algunas formas de realización, al agente de ensayo de grietas según la invención de los tensioactivos D) se adiciona al menos un tensioactivo ante todo limpiador y al menos un tensioactivo que actúa ante todo como emulsionante o al menos un tensioactivo ante todo limpiador, al menos un tensioactivo que estabiliza ante todo la microemulsión, en calidad de co-tensioactivo y al menos un tensioactivo que tiene ante todo un efecto emulsionante. En este caso, los tensioactivos ante todo limpiadores y los co-tensioactivos muestran con frecuencia un efecto emulsionante más o menos fuerte. Todos los tensioactivos tienen un efecto limpiador más o menos fuerte. Muchos tensioactivos tienen un efecto más o menos fuerte en la estabilización de la microemulsión.

55 De preferencia, al agente de ensayo de grietas según la invención en muchas formas de realización se adiciona al menos un tensioactivo D) que actúa ante todo como emulsionante. De preferencia, al agente de ensayo de grietas según la invención, en muchas formas de realización también se adiciona al menos un tensioactivo ante todo limpiador,

el cual hace posibles tareas secundarias tales como, por ejemplo, la capacidad de lavado de la superficie ensayada y/o el ajuste de viscosidad del agente de ensayo de grietas.

5 En este caso, los componentes D1 a D7 de la tabla 1 actúan de preferencia como emulsionantes y los componentes D8 a D14 de la tabla 1 actúan de preferencia como co-tensioactivos para la estabilización de la microemulsión. Los componentes D16 y D17 de la tabla 1 actúan de preferencia como tensioactivo limpiador. Estas clasificaciones también dependen, sin embargo, parcialmente de los otros tensioactivos presentes y de la estructura básica de la microemulsión y, por lo tanto, pueden cambiar. Todas las microemulsiones necesitan habitualmente al menos un tensioactivo D) que actúe como emulsionante.

10 Los tensioactivos D) del agente de ensayo de grietas según la invención se seleccionan de tensioactivos aniónicos a), tensioactivos no iónicos b) y/o tensioactivos anfóteros c). El agente de ensayo de grietas según la invención contiene como tensioactivo D) preferentemente al menos un tensioactivo aniónico a), al menos un tensioactivo no iónico b) y/o al menos un tensioactivo anfótero c).

15 Particularmente se prefiere el uso de un tensioactivo aniónico con una longitud mínima de cadena de alquilo de 6 átomos de C. También se prefiere particularmente el uso de un tensioactivo no iónico con una longitud mínima de cadena de alquilo de 8 átomos de C. Para agentes amarillos y rojos fluorescentes de ensayo de grietas y en el caso de agentes de ensayo de grietas para la prueba de rojo-blanco, en el caso de microemulsiones de O/W se prefiere un contenido de al menos un tensioactivo D) que como alcohol etoxilado no iónico presenta una cadena de alquilo con 9 a 11 átomos de C del alcohol graso y 5 a 10 grupos de EO. En agentes de ensayo de grietas en forma de emulsiones de W/O para la prueba de rojo-blanco se prefiere un contenido de al menos un tensioactivo D), el cual como alcohol etoxilado no iónico presenta una cadena de alquilo con 10 a 18 átomos de C del alcohol graso y 2 a 10 grupos EO.

20 El agente de ensayo de grietas según la invención pueden contener principalmente una combinación de al menos un tensioactivo iónico y al menos un tensioactivo no iónico, principalmente en una proporción en peso de tensioactivos aniónicos a no aniónicos en el intervalo de 1 : 0,05 a 1 : 10. Particularmente también se prefiere la combinación de al menos un tensioactivo bien hidrosoluble, que es soluble en agua en al menos 1% en peso a temperatura ambiente, con un tensioactivo soluble en aceite.

La formación de micelas de al menos un tensioactivo D) puede ayudar en este caso a incrementar la estabilidad de una emulsión o una microemulsión, a estabilizar la mezcla monofásica en un intervalo ampliado de temperatura y/o a estabilizar para hacerse insensible frente a influencias desequilibrantes tales como, por ejemplo, la dilución.

30 Ejemplos de tensioactivos aniónicos a) son sulfatos, sulfonatos, fosfatos y fosfonatos de hidrocarburos, ácidos carboxílicos y/o derivados de ácido carboxílico que pueden contener opcionalmente unidades de óxido de alquileo. Los sulfatos, sulfonatos, fosfatos, fosfonatos y ácidos carboxílicos pueden estar presentes en forma de ácidos o de sales. Se prefieren tensioactivos aniónicos de la fórmula general (I):



35 en la cual Q = -O-SO<sub>3</sub>M, -SO<sub>3</sub>M, -O-PO<sub>3</sub>HM, -PO<sub>3</sub>HM o -COOM, donde M es igual a H o es un catión, principalmente un catión de metal tal como un ion de metal alcalino, un ion de metal alcalinotérreo o un ion amonio R<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>HN<sup>+</sup>, donde R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> son, independientemente entre sí, hidrógeno y/o residuos de alquilo, cicloalquilo y/o arilo opcionalmente sustituidos que pueden ser idénticos o diferentes, independientemente entre sí. Residuos preferidos son, por ejemplo, hidrógeno y 2-hidroxietilo o 2-hidroxipropilo. R es preferentemente un residuo de hidrocarburo no sustituido o sustituido, con una o varias cadenas de alquilo respectivamente de 1 a 30 átomos de C, el cual puede estar enlazado por medio de unidades de óxido de alquileo, o R es preferiblemente una unidad de óxido de alquileo. Por el término unidades de óxido de alquileo se entienden principalmente unidades de óxido de alquileo con 2 a 10 átomos de C tales como, por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno y/o óxido de butileno, en cuyo caso las unidades pueden ser iguales o diferentes independientemente entre sí, y estar mezcladas de manera aleatoria o dispuestas en bloques. R es preferiblemente a) un residuo de alquilo con 1 a 20 átomos de C tal como, por ejemplo, metilo, etilo, propilo y/o butilo; b) un residuo de arilo con 6 a 24 átomos de C tal como, por ejemplo, fenilo, bifenilo y/o naftilo que opcionalmente pueden portar uno o varios residuos independientemente entre sí tales como, por ejemplo, grupos alquilo respectivamente con 1 a 20 átomos de C, tal como, por ejemplo, alquilo lineal o ramificado como sec.-butilo, dodecilo o un residuo de un ácido mono-, di- o policarboxílico y/o derivados correspondientes de a) o b) tales como, por ejemplo, ésteres o amidas. En este caso se prefieren particularmente ésteres de ácido dicarboxílico tales como, por ejemplo, éster dihexílico de ácido succínico (succinato de dihexilo) y/o éster di-(2-etilhexílico) de ácido succínico (succinato de di-(2- etilhexilo).

55 Tensioactivos aniónicos particularmente preferidos son sulfonatos de alquilarilo tales como, por ejemplo, sulfonatos de dodecibenceno como, por ejemplo, de la serie Lutensit®-A de BASF, sulfonatos de alquilo tales como, por ejemplo, sulfonatos de dodecilo como, por ejemplo, de la serie Hostapur® de Clariant, sulfosuccinatos de dialquilo como, por ejemplo, sulfo succinatos de di-(2-etilhexilo) como, por ejemplo, de la serie AEROSOL® de Cytec y/o carboxilatos de ácidos carboxílicos con 2 a 24 átomos de C como, por ejemplo, caprilato de sodio, caprilato de potasio, sebacato de sodio, sebacato de potasio e isononanoato de amonio. Tensioactivos aniónicos más particularmente preferidos son

fosfatos de alquilo(polioxi-etileno) tales como, por ejemplo, fosfatos de n-alquil(polioxi-etilo) tales como, por ejemplo, de la serie Phosphetal de Zschimmer & Schwarz y/o de la serie Rhodafac® de Solvay (antiguamente Rhodia)

- 5 Como tensioactivos no iónicos b) son adecuados principalmente alcoxilados tales como, por ejemplo, etoxilados, propoxilados, butoxilados y sus mezclas. Por el término alcoxilados se entienden compuestos que contienen unidades de óxido de alquileo, principalmente unidades de óxido de alquileo con 2 a 10 átomos de carbono como, por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno y/u óxido de butileno en cuyo caso las unidades dentro del tensioactivo son iguales o diferentes de manera independiente entre sí y en tal caso pueden estar mezcladas de manera aleatoria o disponerse en forma de bloques. Ejemplos de alcoxilados son compuestos de la fórmula general (II)



- 10 en la cual  $R^4$  se selecciona preferentemente de H, OH y grupos alquilo con 1 a 30 átomos de C, en cuyo caso  $R^4$  puede ser lineal, ramificado o cíclico y saturado o insaturado. En este caso, alquilo se selecciona de modo particularmente preferido de metilo, etilo, propilo, butilo, 2-etilhexilo, dodecilo, octadecilo, octadecenilo o de arilo con 6 a 24 átomos de C como principalmente fenilo o naftilo, en cuyo caso arilo puede portar opcionalmente uno o varios residuos tales como, por ejemplo, aril-alquilo con 1 a 30 átomos de C, tales como principalmente etilfenilo o alquilo con 1 a 30 átomos de C, en cuyo caso los grupos alquilo pueden ser, independientemente entre sí, lineales o ramificados y de preferencia son 2-etilhexilo o dodecilo.  $R^4$  puede ser ariloxi con 6 a 24 átomos de C como principalmente fenoxi, en cuyo caso el anillo aromático puede portar opcionalmente uno o varios residuos como aril-alquilo con 1 a 30 átomos de C, tal como principalmente etilfenilo o alquilo con 1 a 30 átomos de C, en cuyo caso los grupos alquilo pueden ser independientemente entre sí lineales o ramificados tales como, principalmente, 2-etilhexilo o dodecilo. Además,  $R^4$  puede ser un residuo de éster de sorbitán, un residuo de éster de glicerina o alquilo-NR<sup>6</sup> con un grupo alquilo que tiene 1 a 30 átomos de C y de preferencia alquilo-NR<sup>6</sup> con un grupo alquilo que tiene 10 a 20 átomos de C, en cuyo caso el grupo alquilo puede ser lineal o ramificado y saturado o insaturado y principalmente dodecilo, hexadecilo, octadecilo o octadecenilo, y en cuyo caso  $R^6$  puede ser H o un grupo alquilo con 1 a 20 átomos de C que puede ser lineal o ramificado y saturado o insaturado y de preferencia metilo, etilo, butilo, dodecilo y/o octadecenilo. En este caso,  $R^5$  es preferentemente H o un grupo alquilo que tiene 1 a 6 átomos de C que puede ser lineal o ramificado y que es principalmente metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo.

- 15 En la fórmula general (II) W es un número entero del intervalo de 1 a 200 y AO es una unidad de óxido de alquileo tal como principalmente (EO)<sub>x</sub>(PO)<sub>y</sub>(BO)<sub>z</sub>. Aquí, EO son una unidad de óxido de etileno, PO una unidad de óxido de propileno, BO una unidad de óxido de butileno, x un número entero del intervalo de 0 a 200, y un número entero del intervalo de 0 a 200 y z es un número entero del intervalo de 0 a 200, en cuyo caso la suma x + y + z es al menos igual a 1. La unidad de óxido de alquileo tal como, principalmente, (EO)<sub>x</sub>(PO)<sub>y</sub>(BO)<sub>z</sub> pueden mezclarse de modo aleatorio o estructurarse en forma de bloques.

- 20 Tensioactivos no iónicos b) particularmente preferidos son alcoholes alcoxilados b1). Estos son principalmente etoxilados, propoxilados y/o butoxilados de alcoholes lineales o ramificados b1) con 1 a 30 átomos de C tales como, por ejemplo, aquellos de la serie Neodol® de Shell. De manera alternativa o adicional, como tensioactivos d) no iónicos preferidos pueden dirigirse aquellos de al menos uno de los siguientes grupos mencionados b2) a b8). Particularmente también se prefieren copolímeros en bloque de óxido de alquileo b2) tales como, por ejemplo, copolímeros en bloque de óxido de etileno (EO)-óxido de propileno (PO)-óxido de etileno (EO) y/o copolímeros en bloque de óxido de butileno (BO)-óxido de etileno (EO) b3) tales como, por ejemplo, de la serie Pluronic® de BASF. Particularmente también se prefieren poli(óxidos de alquileo) b4) tales como, principalmente, poli(óxidos de etileno), poli(óxidos de propileno) y/o poli(óxidos de butileno) que pueden estar sustituidos en uno de los dos átomos de oxígeno terminales con residuo de hidrocarburo de 1 a 24 átomos de C y de preferencia residuos de alquilo de 10 a 22 átomos de C con residuos de alquilo de cadena recta o ramificados de 10 a 22 átomos de C tales como, principalmente, decilo, dodecilo, tetradecilo o hexadecilo. Particularmente se prefieren también éteres de poliglicol b5), que se encuentran sustituidos de modo particularmente preferido con isotridecilo tales como, por ejemplo, en el caso de la serie Genapol® de Clariant. Particularmente se prefieren también aceites alcoxilados b6) tales como, preferentemente, aceites como en el caso de muchos aceites vegetales como, por ejemplo, aceite de ricino alcoxlado y principalmente etoxilado como los de la serie Emulsogen® de Clariant. Particularmente se prefieren también aminas grasas b7) también alcoxladas, principalmente etoxiladas, un grupo alquilo principalmente de 10 a 22 átomos de C, tal como la serie de Ethomeen® de Akzo Nobel y/o ésteres alquílicos de sorbitán b8) alcoxlados, principalmente etoxilados, con un grupo alquilo principalmente de 6 a 22 átomos de C tal como los de la serie AG® de Akzo Nobel.

Ejemplos de tensioactivos anfóteros c) son dipropionatos de alquilimino tales como, por ejemplo, dipropionatos de laurilimino, dipropionatos de 2-etilhexilimino y dipropionato de cocoalquilimino o betaínas tales como, por ejemplo, cocoamidopropilbetaína o sultainas tales como cocoamidopropilhidroxisultaina.

- 55 Entre los tensioactivos D) particularmente se prefieren tensioactivos aniónicos a) y/o tensioactivos no iónicos b). Muy particularmente se prefieren contenidos de monoésteres y/o diésteres de ácido fosfórico de alcoholes alcoxilados alifáticos, cicloalifáticos y/o aromáticos tales como, por ejemplo, hexaetoximonofosfato de tridecanol, tetraetoximonofosfato de fenilo, di-(fenil-tetraetoxi)-monofosfato, dodecanol-pentaetoximonofosfato y/o di-(dodecanol-pentaetoxi)-monofosfato y/o contenidos de alcoholes alcoxilados b1) lineales o ramificados, principalmente con

longitudes de cadena de alcohol en el intervalo de 9 a 11 átomos de C y/o con longitudes de cadena de alcoxilado en el intervalo de 5 a 9 unidades de alcoxilado tales como, por ejemplo, EO, y/o de copolímeros en bloque de óxido de alquileno b2) tales como, por ejemplo, copolímeros en bloques de óxido de etileno (EO)-óxido de propileno (PO)-óxido de etileno (EO) y/o de copolímeros en bloque de óxido de butileno (BO)-óxido de etileno (EO) b3).

- 5 Si el agente de ensayos de grietas según la invención contiene menos de 2 % en peso de al menos un tensioactivo, con frecuencia no se presenta una microemulsión o se produce con frecuencia una emulsión inestable. Si el agente de ensayo de grietas según la invención contiene más de 30% en peso de al menos un tensioactivo, habitualmente es una composición perjudicial para el ambiente.

- 10 De manera particularmente preferida, el agente de ensayo de grietas según la invención contiene respectivamente al menos un compuesto seleccionado del grupo de compuestos que se compone de tensioactivos aniónicos a) y/o tensioactivos no iónicos b). De preferencia, en el agente de ensayos de grietas según la invención no se encuentran contenidos otros compuestos de los tensioactivos B) que los compuestos que pertenecen a estos.

- 15 En caso de necesidad, el agente de ensayos de grietas según la invención también puede contener al menos un aditivo E); principalmente agentes preservantes, inhibidores de corrosión, agentes de neutralización, aditivo de reología, hidrótropos (solubilizantes) y/o o tensioactivos catiónicos. Puede servir principalmente como biocida, inhibidor de corrosión, solubilizante, aditivo de reología y/o agente de neutralización. El aditivo E) puede componerse principalmente del grupo que se compone de agentes preservantes tales como, por ejemplo, Dantoguard® Plus Liquid de Lonza, Parmetol® MBX de Schülke, de inhibidores de corrosión tales como, por ejemplo, ácido octilo fosfónico, N-oleilsarcosina y/o aminas O de Ciba®, de tensioactivos catiónicos tales como, por ejemplo, de la fórmula general  
 20  $R^6R^7R^8R^9N^+X^-$  y/o de aditivos de reología tales como, por ejemplo, espesantes tales como, por ejemplo, Rheovis® AT 120 de BASF. El aditivo E) puede componerse opcionalmente de varias sustancias que se adicionan opcionalmente en forma de una solución, dispersión o pasta. Como líquido de soporte sirve habitualmente agua, al menos un alcohol, al menos un glicol y/o al menos un aceite mineral. El contenido del al menos un aditivo E) se encuentra de preferencia en un intervalo de 0,01 a 8 % en peso, de 0,1 a 7 % en peso, de 1 a 6 % en peso, de 2 a 5 % en peso o de 3 a 4 %  
 25 en peso o de 0 % en peso, en cuyo caso particularmente se prefiere 0,01 a 1 % en peso de agente preservante y/o 0,5 a 4 % en peso de un inhibidor de corrosión.

- 30 Como tensioactivos catiónicos son adecuados, por ejemplo, compuestos cuaternarios de amonio de la fórmula general  $R^6R^7R^8R^9N^+X^-$ , en cuyo caso los residuos  $R^6$  a  $R^9$  independientemente entre sí se seleccionan de grupos alquilo lineales, ramificados y/o cíclicos, saturados o insaturados, con 1 a 24 átomos de C, que opcionalmente están sustituidos y en los cuales  $X^-$  es un anión correspondiente tal como, por ejemplo, un haluro o un metosulfato. De modo particularmente preferido es metosulfato. Puesto que con frecuencia presentan un contenido de halógeno y/o azufre, los tensioactivos catiónicos son adecuados más bien menos, pero pueden emplearse ventajosamente, por ejemplo, como biocidas.

- 35 Adicionalmente, el agente de ensayo de grietas según la invención, en caso de ser necesario, también puede contener una fase bien hidrosoluble en calidad de solubilizante, la cual pertenece a los aditivos E). Este solubilizante puede ayudar a incrementar o a mantener la estabilidad de la microemulsión, principalmente en el caso de una dilución preferiblemente con agua o en el caso de un incremento de temperatura y/o fluctuación de temperatura. La hidrosolubilidad del solubilizantes encuentra preferentemente en más de 10 g/L a 20 °C. En esta categoría pueden emplearse alcoholes hidrosolubles con 2 a 3 átomos de C y/o polioles que presentan 2 a 5 grupos de OH y 2 a 10  
 40 átomos de C independientemente entre sí por un grupo alquilo tales como, por ejemplo, glicerina, glicoles, dietilenglicoles y dipropilenglicoles. El contenido total de estos solubilizantes se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,01 a 10 % en peso o de 0,1 a 5 % en peso.

- 45 De preferencia, la dispersión contiene adicionalmente al menos un aditivo E), que actúa como agente preservante, inhibidor de corrosión, agente de neutralización, solubilizante y/o aditivo de reología. De modo particularmente preferido, el agente de ensayo de grietas según la invención contiene como aditivos E) solamente aditivos que actúan como agentes preservantes, inhibidores de corrosión, agentes de neutralización, solubilizantes y/o aditivos de reología. Tal como muestran algunos de los ejemplos de la invención, la adición de al menos un solubilizante y/o de un aditivo E) que actúa de otra manera es posible, pero con frecuencia no es necesario.

- 50 Los agentes de ensayo de grietas según la invención son preferentemente libres de compuestos que contienen halógeno y/o libres de compuestos que contienen azufre o presentan un contenido de halógenos inferior a 200 ppm. Si el agente de ensayo de grietas según la invención contiene compuestos que contienen azufre, se prefiere que el contenido de azufre en el agente de ensayo de grietas se encuentre en menos de 200 ppm.

Particularmente se prefiere un agente de ensayo de grietas para la detección de fallos según el procedimiento de penetración que contenga:

- 55 A) como microemulsión de O/W al menos 30 % en peso o 30 a 85 % en peso, o como microemulsión de W/O al menos 10 % en peso o 10 a 60 % en peso de agua A),

- B) al menos 0,1 % en peso de al menos un colorante B), el cual tiene una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C a presión normal y el cual se presenta opcionalmente en un sistema colorante y el cual es soluble en una fase C) líquida, esencialmente hidrosoluble, con una solubilidad de al menos 10 g/L a 20 °C a presión normal,
- 5 C) al menos 5 % en peso o 5 a 50 % en peso o 5 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrosoluble, seleccionadas del grupo de sustancias orgánicas hidrosolubles y esencialmente hidrosolubles y líquidas a 20 °C bajo presión normal, que se componen de hidrocarburos que incluyen "productos de petróleo" C1), alcoholes C2), ésteres de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), fosfatos C4), éteres C5), cetonas C6), aceites sin "productos de petróleo" C7) y derivados combinados de éteres-ésteres C8),
- 10 D) al menos 2 % en peso o 2 a 60 % en peso o 2 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo D) seleccionado de tensioactivos aniónicos a), tensioactivos no iónicos b) y/o tensioactivos anfóteros c) y opcionalmente E) al menos un aditivo E),
- 15 donde la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso, donde la proporción de mezcla del agua A) a los tensioactivos D), incluidos opcionalmente co-tensioactivos y/o emulsionantes presentes y a la fase C) esencialmente hidrosoluble se encuentra preferentemente en el intervalo determinado por los vértices de 0,5 : 1 : 10, 20 : 1 : 10, 0,5 : 1 : 2 y 20 : 1 : 2 respecto de la proporción en peso y donde el agente de ensayo de grietas a una temperatura de 20 °C a presión normal tiene una transparencia de al menos 70 % medida a 600 nm en una cubeta de cuarzo con un grosor del líquido irradiado de 10 mm en un fotómetro CADA 100-V de la Hach Lange GmbH de una microemulsión similar, pero que no contiene colorante y un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm a distribuciones de tamaño de partícula esencialmente de una cúspide medido con un Zetasizer Nano-ZS de Malvern.
- 20 Durante esta determinación se indica aproximadamente el índice de refracción de la fase C) hidrosoluble y se toma en cuenta durante la medición para obtener un resultado de medición más exacto.
- Se prefiere mucho un agente de ensayo de grietas para la detección de fallos según el procedimiento de penetración que contenga:
- 25 A) como microemulsión de O/W al menos 30 % en peso o 30 a 85 % en peso o como microemulsión de W/O al menos 10 % en peso o 10 a 60 % en peso de agua A),
- B) al menos 0,1 % en peso de al menos un colorante B), el cual tiene una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal y el cual se presenta opcionalmente en un sistema colorante, en cuyo caso como colorante se selecciona al menos uno del grupo compuesto por naftalimidias, colorantes azoicos, antraquinonas, colorantes de metino y xanteno, así como opcionalmente en calidad de abrillantador se selecciona al menos un estilbena o al menos una cumarina,
- 30 C) al menos 5 % en peso o 5 a 50 % en peso o 5 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrosoluble, seleccionada de al menos una sustancia de los ésteres de ácido carboxílico de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3) y/o al menos una sustancia de los éteres C5) tales como, por ejemplo, éteres dialquílicos con cadenas de alquilo independientemente entre sí respectivamente de 3 a 12 átomos de C,
- 35 D) al menos 2 % en peso o 2 a 60 % en peso o 2 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo D), en cuyo caso se encuentran contenidos al menos un tensioactivo aniónico a) con una longitud mínima de la cadena de alquilo de 6 átomos de C o al menos un tensioactivo no iónico b) con una longitud mínima de la cadena de alquilo de 8 átomos de C o una combinación de al menos un tensioactivo D) bien hidrosoluble que es soluble al menos en 1% en peso en agua a temperatura ambiente, con un tensioactivo D) soluble en aceite y
- 40 opcionalmente E) al menos un aditivo E) seleccionado de preservantes, inhibidores de corrosión, agentes de neutralización, solubilizantes y aditivos de reología,
- en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100 % en peso,
- 45 en cuyo caso la proporción de mezcla de agua A) tensioactivos D), incluidos los co-tensioactivos y/o emulsionantes opcionalmente presentes, y a la fase C) esencialmente hidrosoluble de preferencia en el intervalo caracterizado por los vértices de 0,5 : 1 : 10, 20 : 1 : 10, 0,5 : 1 : 2 y 20 : 1 : 2 respecto de la proporción en peso y en cuyo caso el agente de ensayo de grietas presenta a una temperatura de 20 °C bajo presión normal una transparencia de al menos 70% que se mide a 600 nm en una cubeta de cuarzo con un espesor de capa de 10 mm en un fotómetro CADA 100-V de la Hach Lange GmbH de una dispersión similar, pero que no contiene un colorante y un tamaño medio de partícula de al menos 1 nm medido con un Zeta-Sizer Nano-ZS de Malvern.
- 50 El objetivo también se logra con un procedimiento para la preparación de un agente de ensayo de grietas en forma de una microemulsión, el cual se caracteriza porque primero se disuelve al menos un colorante B) o un sistema colorante en al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidrosoluble o en la fase C) esencialmente hidrosoluble y porque a esta solución a continuación se le agrega una solución y/o una dispersión de al menos un tensioactivo D) y

opcionalmente también al menos un aditivo E) así como finalmente se adiciona agua a esta mezcla (variante de procedimiento 1) o porque primero se carga inicialmente al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidrofóbica o la fase C) esencialmente hidrofóbica conjuntamente con al menos un tensioactivo D) o con los tensioactivos D), porque después se agrega al menos un colorante B) o un sistema colorante y porque finalmente se  
 5 adiciona agua a esta mezcla (variante del procedimiento 2) o porque primero se carga agua, antes de agregar los otros componentes (variante del procedimiento 3), en cuyo caso en todas las variantes de procedimiento se usa un mezclado y opcionalmente un agitado ligero, pero no un movimiento más vigoroso. En la variante del procedimiento 3, al agua previamente cargada se agrega una sustancia de la fase C) esencialmente hidrofóbica o la fase C) esencialmente hidrofóbica, después el al menos un tensioactivo D), luego el al menos un colorante B) o un sistema  
 10 colorante y al final opcionalmente al menos un aditivo E). En todas las variantes de procedimiento siempre resulta, no obstante, una microemulsión igual con las propiedades iguales.

Si bien la variante del procedimiento 2 no requiere el uso de un segundo recipiente para disolver previamente el colorante o el sistema colorante, no obstante, para la formación de una microemulsión puede exigirse más tiempo, en ciertas circunstancias más de 60 minutos. En todas las variantes del procedimiento, por lo regular se forma  
 15 autónomamente una microemulsión desde un punto de vista termodinámico. En todas las variantes de procedimiento, por lo regular es suficiente si en caso de ser necesario se emplea una agitación ligera como medida de apoyo.

Los diferentes componentes de las microemulsiones según la invención pueden mezclarse conjuntamente en mezcla de diferentes maneras y en diferentes secuencias, en cuyo caso muchas veces no ocurre en grandes diferencias en la mezcla y en la cantidad de tiempo y esfuerzo. Al usar tensioactivos con un carácter marcadamente hidrofóbico como,  
 20 por ejemplo, debido a largas cadenas de alquilo no ramificadas como, por ejemplo, en el fosfato de octadecenil(hexa(oxietil)) o poli-(oxietil)oleato pueden formarse agregados en una microemulsión predominantemente acuosa debido a las fuerzas de atracción intermoleculares, que provocan primero un incremento ostensible de la viscosidad hasta la formación de un gel debido a la entrada de tensioactivo al agua. En este caso es ventajoso disolver el tensioactivo en la fase C) esencialmente hidrofóbica y sólo entonces mezclar con agua A).

Al usar tensioactivos aniónicos en forma de su ácido libre, es ventajoso dispersar este primero, ajustar a un valor de pH en el intervalo neutro con un producto alcalino o una amina y, a continuación, mezclar con una mezcla de la fase C) esencialmente hidrofóbica, colorante B) o sistema colorante y opcionalmente el aditivo E).

Las microemulsiones pueden prepararse de diferentes maneras. La preparación de las microemulsiones puede efectuarse, por ejemplo, de manera sencilla mezclando una fase C) hidrofóbica con sustancias solubles en aceite tales como, por ejemplo, colorante y/o aditivo, calentando la fase hidrofóbica y, a continuación, agregando mientras se agita una fase que contiene tensioactivo D) acuoso con un contenido de sustancia hidrosoluble. Una microemulsión termodinámicamente estable se forma luego, habitualmente de manera espontánea, en cuyo caso eventualmente todavía se agita un poco.

En todas las variantes de preparación, puede efectuarse el preparado de la microemulsión según la invención en el intervalo de temperaturas superior a 0 °C y hasta aproximadamente 50 °C, principalmente a temperatura ambiente. La microemulsión también puede almacenarse en este rango de temperaturas. Esta presenta preferiblemente un valor de pH en el intervalo de 6 a 11. Preferentemente se emplea sin diluirse para el ensayo.

Pueden ocurrir errores en la preparación del agente de ensayo de grietas según la invención si, por ejemplo, se opera mecánicamente demasiado duro con un Ultraturax. Luego se forma principalmente una microemulsión si la proporción en peso de la fase C) esencialmente hidrofóbica a los surfactantes D), incluidos los co-tensioactivos y/o emulsionantes opcionalmente presentes en una microemulsión de O/W es de más de 3 : 1 o de más de 5 : 1, o si la proporción en peso de agua A) a tensioactivos B), incluidos los co-tensioactivos y/o emulsionantes opcionalmente presentes en una microemulsión de W/O es de más de 2 : 1 o de más de 4 : 1. Si se emplea una temperatura por encima de 50 °C, puede ocurrir rápidamente una separación de fases; pero ésta dispersión puede transferirse con frecuencia a una microemulsión agitando o sacudiendo a una temperatura por debajo de 50 °C.

Las microemulsiones de acuerdo a la presente invención son de preferencia del tipo aceite en agua (O/W). Las microemulsiones contienen luego como fase exterior preferentemente agua y, además, al menos un tensioactivo tal como, por ejemplo, al menos un (oligo)glicósido de alquilo y opcionalmente también un co-tensioactivo diferente de este, así como al menos un compuesto en calidad de fase C) esencialmente hidrofóbica. Las microemulsiones también pueden, no obstante, presentarse como emulsión de agua en aceite (W/O), principalmente si como tensioactivos D) se usan de manera preponderante tensioactivos anfóteros y/o tensioactivos no iónicos con bajo grado de etoxilación tal como, por ejemplo, con 1-4 EO por mol, ya que su estructura espacial favorece la formación de microemulsiones de W/O.

Para la generación de una microemulsión es indispensable agua A), al menos un disolvente esencialmente hidrofóbico de la fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica, así como al menos un tensioactivo D), en cuyo caso el opcionalmente único tensioactivo D) o al menos un tensioactivo D) también puede ser al menos un emulsionante. Para la microemulsión según la invención se requiere luego además la adición de colorante B) o un sistema colorante. En el caso de presentarse intervalos diferentes y específicos de concentración, individualmente según el sistema

químico, para cada componente, la microemulsión se forma habitualmente por sí sola sin la acción de fuerzas intensas de cizalla. Un mezclado sencillo de los componentes conduce directamente de manera habitual a la formación de la microemulsión objetivamente clara transparente. Con frecuencia, la proporción en peso adecuada de tensioactivo a agua y opcionalmente también la proporción en peso adecuada de tensioactivo a disolvente de la fase C) líquida esencialmente hidroinsoluble es decisiva si se forma una microemulsión llamada completa, o una microemulsión con al menos una fase en exceso. La microemulsión completa se prefiere porque en este caso el colorante se distribuye frecuentemente mejor que en la microemulsión con al menos una fase en exceso. Otro factor de influencia en la formación de una microemulsión es opcionalmente la temperatura, ya que la acción emulsionante de los tensioactivos cambia bajo la influencia de la temperatura. Ante un incremento de temperatura, el grado de hidratación puede disminuir el componente hidrofílico de moléculas de los tensioactivos. Principalmente en el caso de tensioactivos no iónicos, esto puede conducir a una disminución de la hidrosolubilidad, lo cual puede hacer notable un enturbiamiento de la mezcla previamente homogénea. Al aproximarse a o al sobrepasar el punto de enturbiamiento, el tensioactivo puede ya no ejercer su función mediadora entre agua y aceite y puede suceder un rompimiento o una disociación de la microemulsión. De preferencia, el punto de enturbiamiento de los tensioactivos adicionados se encuentra por encima de 50 °C, por encima de 70 °C o por encima de 85 °C. Al sobrepasar una temperatura límite, la microemulsión puede disociarse lo cual se hace notable por el enturbiamiento y/o la separación de una o varias fases. La temperatura límite puede determinarse sólo de manera experimental.

En el caso de microemulsiones de W/O preponderantemente no acuosas, en muchas variantes de realización se necesita 10 a 60 % en peso de agua A), 5 a 40 % en peso de disolvente esencialmente hidroinsoluble de la fase C esencialmente hidroinsoluble, así como 10 a aproximadamente 40 % en peso de tensioactivo D), incluidos los co-tensioactivos y emulsionantes opcionalmente presentes, para generar una microemulsión. En el caso de microemulsiones de O/W preponderantemente acuosas, en muchas variantes de realización se necesitan 30 a 85 % en peso de agua A), 5 a 50 % en peso de disolvente esencialmente hidroinsoluble de la fase S) esencialmente hidroinsoluble, así como 10 a aproximadamente 40 % en peso de tensioactivo D), incluidos co-tensioactivos y emulsionantes opcionalmente presentes para generar una microemulsión.

La microemulsión según la invención pueden desestabilizarse, por ejemplo, químicamente, por ejemplo, por ejemplo, al modificar los valores de pH mediante una adición de ácido, mecánicamente, por ejemplo, con una centrifuga, diluyendo y/o incrementando la temperatura, de manera que las sustancias hidroinsolubles y esencialmente hidroinsoluble se separan del agua. Esto es debido a que por la coalescencia de las gotas de líquido pueden surgir gotas más grandes que siguen creciendo conjuntamente y luego pueden formar una capa líquida. Se habla entonces de ruptura o disociación de una emulsión o microemulsión. Si se encuentra presente una capa separada, esta puede quitarse fácilmente. La contaminación del ambiente por compuestos orgánicos puede seguir disminuyendo todavía quitando esta capa.

La selección del al menos un tensioactivo D) también puede contribuir a la decisión de si se forman microemulsiones de tipo O/W o W/O. Si el valor de HLB del al menos un tensioactivo D) y principalmente de al menos un tensioactivo no iónico se encuentra en el intervalo aproximadamente entre 3 y 9 o entre 5 y 7, se forman frecuentemente de manera preferible microemulsiones de W/O, mientras que en el caso de valores de HLB de aproximadamente entre 8 y 20 o entre 10 a 18 frecuentemente se crean de manera preferida microemulsiones de O/W. Muchas veces, en los agentes de ensayo de grietas según la invención se usa una mezcla de tensioactivos D), en la cual no todos los tensioactivos de un agente de ensayo de grietas tienen que presentar un valor de HLB en este intervalo, principalmente dependiendo de la función del tensioactivo individual en el agente de ensayo de grietas.

Puesto que el valor de HLB depende de la temperatura, un cambio en la temperatura también puede influir en el comportamiento micelar del tensioactivo. En el caso de un cambio de temperatura, en ciertas circunstancias las interacciones de un tensioactivo hidrofílico pueden aumentar o disminuir en la medida que en el caso de un incremento de temperatura puede ocurrir una inversión de fase de un sistema de O/W a un sistema de W/O y que en el caso de una disminución de temperatura puede ocurrir una inversión de fase de un sistema de W/O a un sistema de O/W.

La estructura nanodispersa de la microemulsión se forma con frecuencia con un esfuerzo mínimo de agitación, mientras que una emulsión debido a sus dominios mucho más grandes con frecuencia sólo se genera mediante una emulsión complicada. Las microemulsiones son habitualmente estables, en tanto su composición y temperatura no cambien, y no muestran signos de envejecimiento. Las emulsiones son, por el contrario, sensibles a la temperatura y a los impactos. Su calentamiento, con enfriamiento posterior a la temperatura de partida, conduce por lo regular a una modificación irreversible de la estructura dispersa lo cual puede tener como consecuencia el rompimiento de la emulsión, de modo que las gotas de emulsión confluyen (coalescencia) durante la desestabilización. Puede ser preferible en algunas formas de realización agregar un emulsionante para reducir de forma adicional la tensión interfacial.

Ahora se ha encontrado que usando disolventes orgánicos limitadamente hidrosolubles de la fase C) esencialmente hidroinsoluble, los agentes de ensayo de grietas según la invención que van a descartarse, los residuos contaminados de la gente de ensayo de grietas según la invención, las aguas de lavado y las aguas residuales pueden dividirse en una fase orgánica y en una fase acuosa mediante una disociación de la emulsión, lo cual es ventajoso para el acabado y/o el descarte de los agentes de ensayo de grietas según la invención y de los líquidos contaminados con estos.

5 El acabado y/o el descarte de un agente de ensayo de grietas, de los residuos contaminados de un agente de ensayo de grietas y/o de las aguas de lavado contaminadas con estos y/o las aguas residuales pueden efectuarse en presencia de al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidrofóbico en la cual se activa una disociación de la emulsión disminuyendo el valor de pH y/o incrementando la temperatura y en la cual los líquidos que van a tratarse y/o a descartarse se separan en una fase orgánica y una fase acuosa.

10 La presente invención hace posible la reducción de los contenidos de componentes orgánicos, principalmente en el caso de disolventes orgánicos C) y/o de tensioactivos D), así como el incremento de la participación de agua en los agentes de ensayo de grietas, en las aguas de lavado empleadas al ensayar y purificar y en líquidos durante el descarte de estos productos y de agua de lavado. Ésta hace posible el empleo de agentes de ensayo de grietas que son más amigables con el ambiente que las del estado de la técnica y que permiten descartarse más fácilmente y de modo más amigable con el ambiente que las del estado de la técnica. Hace posible el empleo de agentes de ensayo de grietas que pueden retirarse más fácilmente de los objetos de prueba que los agentes de ensayos de grietas del estado de la técnica. Hace posible el mejoramiento de la detección de fallos con un agente de ensayo de grietas y hace posible, además, una estabilidad de almacenamiento mejorada, principalmente a temperaturas por debajo de 10 °C.

Fue sorprendente que utilizando una microemulsión compuesta de modo bastante amigable con el ambiente pudieran prepararse agentes de ensayo de grietas con una alta, incluso muy alta, sensibilidad de detección.

20 También fue sorprendente que los agentes de ensayo de grietas en forma de una microemulsión presentaran un rendimiento adicional de limpieza que pudiera compensar una limpieza y/o desengrasado opcionalmente insuficientes de las partes que iban a probarse.

25 También fue sorprendente que la estabilidad durante el almacenamiento de la microemulsión según la invención se mejorará con frecuencia principalmente a temperaturas por debajo de 10 °C al originarse una cristalización del colorante y/o un sedimento de colorante en comparación con los agentes de ensayo de grietas del estado de la técnica. Además, fue sorprendente que seleccionando un disolvente C) y un tensioactivo D) adecuados pudieran prepararse agentes fluorescentes de ensayo de grietas con sensibilidad alta y ultra-alta (clases 3 y 4) a la vez que tenían al mismo tiempo un alto contenido de agua.

El agente de ensayo de grietas según la invención o el agente de ensayo de grietas preparados según la invención pueden usarse principalmente de manera ventajosa en la detección fluorescente de fallos o en la detección de fallos en el intervalo de la luz visible y/o principalmente de poros y/o grietas.

30 El agente de ensayo de grietas de la invención o el agente de ensayo de grietas preparados según la invención pueden usarse principalmente en la construcción de automóviles, en la industria aeroespacial, en la ingeniería de planta, en tuberías, en ingeniería mecánica, ingeniería de potencia y en el sector industrial general. En este caso puede utilizarse de manera ventajosa en la preparación de componentes individuales y de estructuras que consisten en una pluralidad de componentes individuales, así como en el mantenimiento y el reemplazo de componentes individuales y de construcciones. De manera particularmente preferida se utilizan para la inspección de tuberías y carcasas de bombas en el sector de las centrales de energía.

#### Ejemplos y ejemplos comparativos:

Los ejemplos (B) y los ejemplos comparativos (VB) descritos a continuación deben ilustrar más detalladamente el objeto de la invención.

40 Fueron preparadas composiciones acuosas mediante mezclado, cuyas composiciones se indican en las tablas 2a y 2b como composiciones de baño.

#### Ejemplo 1:

45 A un vaso de precipitado se cargaron inicialmente 16 partes en peso de Rhodiasolv® DIB, que es una mezcla de succinato, glutarato y adipato de diisobutilo, y 12,3 partes en peso de Dowanol® PnB (éter n-butílico de propilenglicol). Agitando ligeramente se agregaron 0,8 partes en peso de C.I. Solvent Yellow 43 y 2,5 partes en peso de cumarina 1 (7-N,N-dietilamino-4-metil-cumarina) y se disolvieron. A la solución amarilla se agregaron 2,5 partes en peso de propilenglicol, 5,8 partes en peso de Aerosol® OT (sulfosuccinato de dioctilo) en forma de 6,8 partes en peso del Aerosol® OT-85 AE que contiene agua, 7,4 partes en peso de Neodol® 91-6 y 7,4 partes en peso de Etilan® 1003 y se homogeneiza agitando ligeramente. Agitando ligeramente, a la mezcla fueron agregadas ahora 45,3 partes en peso de agua desmineralizada, y después de algunos pocos segundos agitando se alcanzó una solución ópticamente clara, amarilla. Las mismas propiedades de las microemulsiones preparadas se obtuvieron habitualmente 1.) Independientemente del tipo de la secuencia de adición, tal como se expone como variantes de procedimiento 1, 2 y 3 y 2.) Independientemente de la falta de una agitación o con agitación ligera, en cuyo caso pueden aparecer solamente retrasos en el tiempo sin agitación, pero con frecuencia se necesita una agitación ligera por razones de tiempo.

5

En los resultados de medición de la tabla 2, resultaron unas desviaciones aisladas de la asignación de luminosidad a una clase de detectabilidad de fallos, puesto que esta asignación fue efectuada mediante pruebas de aplicación industrial a las cuales no pertenece la determinación de luminosidad. Algunos de estos valores fueron inesperadamente altos, en cuyo caso las películas secas de colorante presentaron realmente una luminosidad que puede determinarse visualmente, ostensiblemente más fuerte que la película de colorante estándar, la cual fue preparada del mismo tipo y simultáneamente como referencia para este propósito. Por lo tanto, se confirma que los agentes de ensayo de grietas que presentan una luminosidad por encima de 110%, podrían clasificarse en una clase más nueva, aún más alta de detectabilidad de fallos.

Tabla 1: Resumen de sustancias añadidas en el experimento como componentes C a E

Código	Nombre del producto	Caracterización del producto	Clase química
C1	Rhodiasolv® DIB	Ester dibásico: mezclas de succinato, glutarato y adipato de diisobutilo	C3)
C2	Dowanol® PnB	Éter n-butílico de propilenglicol	C5)
C3	Rhodiasolv® RPDE	Mezcla de succinato, glutarato y adipato de dimetilo	C3)
C4	Rhodiasolv® IRIS	Glutarato de dimetil-2-metilo	C3)
C5	Dowanol® DPnB	Éter n-butílico de dipropilenglicol	C5)
C6	Dowanol® EPh	Éter monofenílico de etilenglicol	C5)
C7	Rhodiasolv® INFINITY	Glutarato de dimetilo-2-metilo, contiene fracción D	C3)
C8	Flexisolv® 2100C	Mezcla de succinato, glutarato y adipato de dimetilo, contiene fracción D	C3)
C9	-	Alcohol bencílico	C2)
C10	Prifer® 6813	Ésteres, composición secreta	C3)
C11	Dowanol® TPnB	Éter n-butílico de tripropilenglicol	C5)
C12	-	Tridecanol	C2)
C13	-	Diisobutilcetona	C6)
C14	Rhodiasolv® ADMA	Dimetildecanamida	C3)
C15	Dowanol® PPh	Éter monofenílico de propilenglicol	C5)
C16	Dowanol® DPH 255	Mezcla de éter mono fenílico de etilenglicol y éter mono fenílico de dietilenglicol	C5)
D1	Aerosol® OT	Sulfosuccinato de dioctilo	D) a)
D2	Neodol® 91-6E	Alcohol de C <sub>9</sub> -C <sub>11</sub> hexaetoxilado	D) b)
D3	Etilan® 1003	Alcoholes de C <sub>10</sub> trietoxilado	D) b)
D4	Etilan® 1005	Alcohol de C <sub>10</sub> pentaetoxilado	D) b)
D5	Lutensol® ON30	Alcohol graso de cadena corta trietoxilado	D) b)
D6	Neodol® 91-8E	Alcoholes de C <sub>9</sub> -C <sub>11</sub> octaetoxilado	D) b)
D7	-	Sulfonato de cumeno-sodio	D) a)
D8	Sulfetal® 4105	2-Etilhexilsulfonato de sodio	D) a)
D9	-	Caprilato de sodio	D) a)
D10	Ampholak® YJH-40	Octiliminodipropionato de sodio	D) c)
D11	Lakeland® AMA 30	Lauriliminodipropionato de sodio	D) c)
D12	Triton® H-66	Éster fosfato de alcohol graso de potasio	D) a)
D13	-	Caprilato de potasio	D) a)
D14	Rhodafac® HA-70	Éster fosfato de polioxietilenfenilo	D) a)
D15	Rhodafac® RS-610E	Isotridecanol-hexaetoxi-monofosfato	D) a)
D16	Softanol® 50	Alcohol graso de C <sub>12</sub> - C <sub>15</sub> pentaetoxilado	D) b)

Código	Nombre del producto	Caracterización del producto	Clase química
D17	Tergitol® 15-S-9	Alcohol graso de C <sub>12</sub> - C <sub>15</sub> nonaetoxilado	D) b)
D18	Mulsifan® RT24	Alcohol graso etoxilado	D) b)
D19	Tween®80	Monooleato de sorbitán poli(20)etoxilado	D) b)
D20	Rhodafac® RS-710E	Isotridecanol-nonaetoxi-monofosfato	D) a)
D21	Rhodafac® RA-600E	Éter fosfato de polietoxialquilo	D) a)
E1	-	Propilenglicol, solubilizante	E
E2	-	Butilenglicol, solubilizante	E
E3	-	Hidróxido de sodio, agente de neutralización	E
E4	Amine O	Derivado de imidazolina, inhibidor de corrosión	E
E5	AMP 95	2-Amino-2-metilpropanol-1, inhibidor de corrosión, agente de neutralización	E
E6	Dantoguard® Plus liq.	Mezcla de DMDM, y hidantoina y yodopropinilbutilcarbamato, biocida/preservante	E
E7	-	Dipropilenglicol, solubilizante	E
E8	-	Trietanolamina, inhibidor de corrosión, agente de neutralización	E
E9	Rhodafac® ASI-80	Ácido octilo-fosfónico, inhibidor de corrosión	E
E10	-	Monoetanolamina, inhibidor de corrosión, agente de neutralización	E
E11	-	Butildiglicol, solubilizante	E
E12	Unamina O	Derivado de imidazolina, inhibidor de corrosión	E
E13	Irgamet BTZ	Benzotriazol, inhibidor de corrosión	E

5 De manera análoga al ejemplo 1 fueron preparados y ensayados los ejemplos B2 a B50 expuestos en las tablas 2 b, en cuyo caso la al menos una sustancia C) fue cargada previamente y sólo después fueron agregados los colorantes B), después los tensioactivos D) y finalmente los aditivos E), en cuyo caso esta mezcla fue incorporada al agua mediante agitación. En los ejemplos B51 a B62 se despidió de esto cargando previamente la al menos una sustancia C) y sólo después adicionando las sustancias B), D) y E), en cuyo caso el agua fue incorporada a esta mezcla mediante agitación. Por esta diferencia en el procedimiento industrial no resultó ninguna diferencia para las microemulsiones.

Tabla 2a: Composición y propiedades de un agente de ensayo de grietas del estado de la técnica en comparación con un agente de ensayo de grietas similar según la invención

Ejemplo/Ejemplo comparativo	VB0	VB1	VB2	B0
Composición en % en peso:				
A agua desmineralizada		51,6		62,3
B1 Solvent Yellow 43	0,5	0,3	0,3	0,2
B abrillantador 1: Cumarina 1	0,8	1,1	1,0	0,5
C2 Dowanol® DPnB (éter n-butílico de dipropilenglicol)				16,0
D2 Neodol® 91-6E	16,7	17,5		
D6 Neodol® 91-8E				10,0
D14 Rhodafac® HA-70				4,0
D16 Softanol® 50			50,0	
D17 Tergitol® 15-S-9	12,0	17,5	48,7	7,0
E11 Butildiglicol	70,0	12,0		
Suma:	100,0	100,0	100,0	100,0
Propiedades:				
Solución a base de ... * = Disolvente miscible con agua	*	Agua y *	Tensioactivos	
Emulsión	No	No	No	Si
Microemulsio	No	No	No	Si
Tipo de emulsión				O/W
Estabilidad a 50 °C	Estable	Estable	Estable	Estable
Estabilidad a 0 °C	Estable	Estable	Estable	Estable
Tamaño medio de partícula en nm	< 1	< 1	< 1	23
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	93	91	89	93

ES 2 673 897 T3

Ejemplo/Ejemplo comparativo	VB0	VB1	VB2	B0
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	K	K	K
Clase de detectabilidad de fallo n. AMS 2644 e ISO 3452	1	1	1	1
Propiedades:				
Luminosidad de agentes amarillos fluorescentes en %	67	69	68	70
Para el tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	G	G	G	G
Capacidad de disociarse en fase acuosa y fase orgánica	No	No	No	Si

Tabla 2b: Composición y propiedades de agente de ensayo de grietas; el contenido de agua de los materiales añadidos se tabula de acuerdo con el agua desmineralizada A)

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10
Composición en % en peso										
A agua desmineralizada	45.3	60.4	67.0	71.0	50.0	63.0	46.0	68.7	57.4	46.2
B1 Solvente Yellow 43	0.8				2.5	1.0	1.0	0.3	0.6	0.8
B2 fluoresceína		0.4	1.0	1.0						
B abriillantador 1: cumarina 1	2.5	1.2	2.0	2.0	5.0	6.0	6.0	1.0	2.0	3.0
C1 Rhodiasolv® DIB (éster dibásico)	16.0	12.0								
C2 Dowanol® PnB (éter n-butílico de propilenglicol)	12.3	6.0			5.0	6.0	6.0	20.3	26.7	33.3
C3 Rhodiasolv® RPDE (éster dibásico)			12.0	12.0	17.5	16.0	16.0			
D1 Aerosol® OT	5.8	5.6	5.6	4.2	8.8	8.0	25.0	4.0	5.3	6.7
D2 Neodol® 91-6 E	7.4	6.0	6.0	4.0	11.2			6.0	8.0	10.0
D3 Etilan® 1003	7.4	6.0								
D4 Etilan® 1005			4.0	4.0						
E1 propilenglicol	2.5	2.4	2.4	1.8						
Suma	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10
Propiedades:										
Emulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si
Microemulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si
Tipo de emulsión	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
Solubilidad a 50 °C	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Estable	Estable
Estabilidad a 0 °C	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable
Tamaño medio de partícula en nm	35	32	4	4	24	102	3	14	12	14
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	91	92	89	87	91	72	90	92	93	92
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	K	K	K	K	T	K	K	K	K
Clases de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	3	0,5	2	2	3	4	4	2	2	3
Luminosidad de medio amarillo fluorescente en %	n.d.	n.d.	60	62	n.d.	91	92	n.d.	n.d.	n.d.
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluor.:R-W, G, R-F	G	G	G	G	G	G	G	G	G	G

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B11	B12	B13	B14	B15	B16	VB17	B18	B19	VB20
Composición en % en peso										
A agua desmineralizada	56.5	66.5	68.0	48.3	55.0	51.5	58.8	61.0	65.8	65.8
B1 Solvente Yellow 43	0.5	0.5				2.5		2.0	0.3	0.3
B2 fluoresceína							2.0			
B3 Neozapon ® rojo 335 (solvent red 122)			2.0	2.0						
B4 Automate Red IK-HF (solvent red 164)					2.0					
B abrillantador 1 cumarina 1	1.0	1.0				5.0	1.2	4.0	0.9	0.9
C1 Rhodiasolv® DIB							12.0			
C2 Dowanol® PnB (éter n-butílico de propilenglicol)							6.0	14.0		
C3 Rhodiasolv® RPDE										
C4 Rhodiasolv® iris (éster dibásico)	13.0				20.0	17.5				
C5 Dowanol® DPnB (éter n-butílico de dipropilenglicol)			20.0	33.0		5.0		4.0		
C6 Dowanol® EPH (éter monofenílico de dipropilenglicol)		13.0								
C7 Rhodiasolv® INFINITY (éter monofenílico de etilenglicol)									33.0	
C8 Flexisolv® 2100C										33.0
D1 Aerosol® OT	5.0	4.0	4.0	6.7	7.0	3.0	5.6	6.0		
D2 Neodol® 91-6 E	9.0	6.0	6.0	10.0	11.0	11.5	6.0			
D3 Etilan® 1003							6.0			
D4 Etilan® 1005						4.0				
D5 Lutensol® ON30	9.0	9.0								
D6 Neodol® 91-8E								9.0		
E1 propilenglicol							2.4			
E2 butilglicol	3.0									
E11 butilidiglicol	3.0				5.0					
Suma	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B11	B12	B13	B14	B15	B16	VB17	B18	B19	VB20
Propiedades:										
Emulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si
Microemulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	No	Si	Si	NO
Tipo de emulsión	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
Estabilidad a 50 °C	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Inestable, separación de fases	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Inestable, separación de fases
Estabilidad a 0 °C	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Inestable, separación de fases
Tamaño medio de partícula en nm	7	23	4	3	3	12	No medible	4	35	108
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	89	85	88	89	91	81	73	93	94	3
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	K	K	K	K	K	T	K	K	M
Clase de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	2	2	2	2	2	3	2	3	1	1
Luminosidad de agente amarillo fluorescente en %	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	G	G	R-W	R-W	G	G	G	G	G	G

Ejemplo/Ejemplo comparativo	VB21	B22	B23	VB24	B25	VB26	B27	B28	B29	B30
Composición en % en peso										
A agua desmineralizada	61,0	53,2	54,0	89,2	56,1	60,0	57,4	60,2	61,4	55,0
B1 Solvente Yellow 43	2,0	1,0	1,0	0,2	0,9	1,0	0,9	0,9	0,9	
B4 Automate Red IK-HF (solvent red 164)										7,0
B abrillantador 1: cumarina 1	4,0	6,0	6,0	0,6	2,8	3,0	2,7	2,7	2,7	
C2 Dowanol® PnB (éter n-butílico de propilenglicol)		6,0	6,0							
C3 Rhodiasolv® RPDE	14,0	16,0	16,0							
C4 Rhodiasolv® iris (éster dibásico)						18,0	14,1	7,2		
C5 Dowanol® DPnB (éter n-butílico de dipropilenglicol)	4,0						5,3			
C7 Rhodiasolv® INFINITY con alto contenido de D					37,4					
C8 Flexisolv® 2100C				10,0						
C9 Alcohol bencílico								10,9	16,7	18,0
D1 Aerosol® OT	6,0	6,8	17,0			9,8	7,4	7,6	7,8	8,4
D2 Neodol® 91-6 E	9,0	11,0								
D7 Sulfonato de cumeno – sodio							2,8	3,6	3,6	4,0
D8 Sulfetal® 4105					2,8	4,0	6,2	3,6	3,6	4,0
E1 propilenglicol						4,2	3,2	3,3	3,3	3,6
Suma	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Ejemplo/Ejemplo comparativo	VB21	B22	B23	VB24	B25	VB26	B27	B28	B29	VB30
Propiedades:										
Emulsión	Si	Si	Si	Si	Si	No	Si	Si	Si	Si
Microemulsión	No	Si	Si	No	Si	No	No	Si	Si	NO
Tipo de emulsión	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
Estabilidad a 50 °C	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Estable	Estable
Estabilidad a 0 °C	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Estable	Inestable, separación de fases
Tamaño medio de partícula en nm	610	87	24	420	32	>1000	23	13	12	12
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	1	89	90	2	91	n.d.	95	94	94	86
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	M	K	K	M	K	M	K	K	K	K
Clase de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	4	4	4	1	3	3	3	3	3	2
Luminosidad de agente amarillo fluorescente en %	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	89	88	87	n.d.
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	G	G	G	G	G	G	G	G	G	R-W

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B31	B32	B33	B34	B35	VB36	B37	B38	B39	B40
Composicion en % en peso										
A agua desmineralizada	51,2	47,0	49,6	51,0	51,0	52,0	49,2	42,7	31,2	53,2
B1 Solvente Yellow 43				0,9	0,9	0,2	1,0	0,9	0,2	0,2
B4 Automate Red IK-HF (solvent red 164)	6,5	6,5	6,1							
B abrantador 1 cumarina 1				2,7	2,7	0,6	3,0	2,7	0,6	0,6
C3 Rhodiasolv® RPDE										5,6
C5 Dowanol® DPnB									10,0	5,6
C9 Alcohol bencílico	18,7	20,5	17,4	17,8			19,6	18,2	10,0	7,
C10 Prifer® 6813					17,8	19,2				
D1 Aerosol® OT	7,9									
D6 Neodol® 91-8E	5,6	26,0	6,9	7,1	7,1	8,0	7,8	5,5	8,0	5,6
D7 Sulfonato de cumeno – sodio	3,0									
D8 Sulfetal® 4105	3,7									
D9 capriato de sodio			20,0	20,5	20,5					21,7
D10 Ampholak® YJH-40						20,0				
D11 Lakeland® AMA 30							19,4			
D12 Triton® H-66								30,0	40,0	
E1 propilenglicol	3,4									
Suma	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B31	B32	B33	B34	B35	VB36	B37	B38	B39	B40
Propiedades:										
Emulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si
Microemulsión	Si	Si	Si	Si	Si	No	Si	Si	Si	NO
Tipo de emulsión	OW	OW	OW	OW	OW	OW	OW	O/W	O/W	O/W
Estabilidad a 50 °C	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Estable	Inestable, separación de fases	Estable	Estable	Estable	Estable
Estabilidad a 0 °C	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Inestable	Estable	Estable	Estable	Estable
Tamaño medio de partícula en nm	14	83	3	3	4	280	126	47	42	11
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	90	86	90	90	91	2	79	80	82	95
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	K	K	K	K	M	T	K	K	K
Clase de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	2	2	2	3	3	1	3	3	1	1
Luminosidad de agente amarillo fluorescente en %	n.d.	n.d.	n.d.	88	89	n.d.	n.d.	89	54	n.d.
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	R-W	R-W	R-W	G	G	G	G	G	G	G

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B41	B42	B43	B44	B45	B46	B47	B48	B49	B50
Composición en % en peso	68,5	49,2	64,4	68,1	68,1	67,8	38,4	48,4	59,7	30,2
A agua desmineralizada	0,3	0,5	0,3	0,3	0,3	0,3	0,7	0,7		
B abrillantador 1 cumarina 1	1,0	1,0	1,2	1,2	1,2	1,2	4,5	4,5		
B4 Automate Red IK-HF (solvent red 164)										4,8
B5 Rhodamina B									2,0	
C3 Rhodiasolv® RPDE	7,7									
C4 Rhodiasolv® iris (éster dibásico)					5,0	5,0				
C5 Dowanol® DPnB	6,7		19,0	18,0	13,0	13,0	19,0		12,4	18,8
C9 alcohol bencílico		34,0					6,0	5,0		
C11 Dowanol® TPnB								16,0		
C12 tridecanol										2,0
D1 Aerosol® OT		8,3								
D2 Neodol® 91-6 E			6,0		2,0	2,0	16,0	12,0		
D6 Neodol® 91-8E	4,8			4,0	2,0	2,0	9,0	7,0		
D9 caprilato de sodio	6,6		8,0							
D13 caprilato de potasio				7,7	7,7	7,7				
D14 Rhodafac® HA-70	2,9									
D15 Rhodafac® RS-610E							5,0	5,0	4,0	6,0
D16 Softanol® 50									8,0	
D17 Tergitol® 15-S-9									11,0	22,4
D18 Mulsifan® RT24										12,8

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B41	B42	B43	B44	B45	B46	B47	B48	B49	B50
E3 hidróxido de sodio	1,1									
E4 Amina O	0,2					0,2				
E5 AMP 95	0,1									
E6 Dantoguard® Plus liq.	0,1					0,1				
E7 dipropilenglicol		7,0								
E8 trietanolamina			0,9	0,5	0,5	0,5	0,9	0,9		
E9 Rhodafac® ASI-80			0,2	0,2	0,2	0,2			0,6	0,6
E10 monoetanolamina							0,5	0,5	0,9	1,0
E12 Unamina O									0,8	0,8
E13 Irgamet BTZ									0,6	0,6
Suma	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B41	B42	B43	B44	B45	B46	B47	B48	B49	B50
Propiedades:										
Emulsión	Si									
Microemulsión	Si	NO								
Tipo de emulsión	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	W/O	W/O	O/W	W/O
Estabilidad a 50 °C	Estable									
Estabilidad a 0 °C	Estable									
Tamaño medio de partícula en nm	37	62	11	10	10	10	45	74	5 + 32	6 + 44
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	95	74	93	95	95	95	92	92	94	95
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	T	K	K	K	M	T	K	K	K
Clase de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	2	2	2	2	2	2	4	4	2	2
Luminosidad de agente amarillo fluorescente en %	n.d.	n.d.	92	93	93	93	113*	112*	n.d.	n.d.
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	G	G	G	G	G	G	G	G	R-F	R-W

\*Para los agentes de ensayo de grietas B47 y B48, las microemulsiones tienen significativamente mejor luminosidad que las conocidas en la técnica anterior para la clase de detectabilidad de defectos 4. El solicitante experto no tiene conocimiento de algún agente de ensayo de grietas que tenga esta luminosidad.

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B51	B52	B53	B54	B55	B56	B57	B58	B59	B60
Composición en % en peso										
A agua desmineralizada										
B1 Solvent Yello 43	56,2	61,25	59,55	61,25	59,55	73,7	70,2	56,5	62,35	55,0
B2 Neozapon® rojo 335 (solvent red 122)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2				0,2	
B3 Rhodamina B	0,8	0,45	0,45	0,45	0,45				0,45	
B5 Rhodamina B						2,0	2,0			2,0
C5 Dowanol® DPnB		5,0					5,0			
C6 Dowanol® EPh (éter monofenílico de etilenglicol)								10,0		
C9 alcohol bencílico				2,5			2,0			
C13 diisobutilcetona	10,0									
C14 Rhodiasolv® ADMA		10,0								
C15 Dowanol® PPh			12,0	10,0		6,0				
C16 Dowanol® DPH 255					12,0				8,0	14,0
D2 Neodol® 91-6E	4,0					7,0		10,0		
D6 Neodol® 91-8E	4,0		10,0	10,0			6,0		14,0	14,0
D9 capriato de sodio					10,0					
D16 Softanol® 50										
D17 Tergitol® 15-S-9		10,0	10,0	8,0	10,0		7,0		9,0	9,0
D19 Tween® 80	15,0	11,0						11,0		
D20 Rhodafac® RS-710E			5,0	4,5	5,0		5,0		3,8	3,8
D21 Rhodafac® RA-600E	6,0					6,0				

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B51	B52	B53	B54	B55	B56	B57	B58	B59	B60
E8 trietanolamina		1,1	1,1	1,1	1,1		1,1	0,5	0,5	0,5
E9 Rhodafac ASI-80		0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3		0,3	0,3
E10 monoetanolamina	3,8		0,7	0,7	0,7	4,3	0,7		0,7	0,7
E12 Unamina O		0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4		0,4	0,4
E13 Irgamet BTZ		0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3		0,3	0,3
Suma	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B51	B52	B53	B54	B55	B56	B57	B58	B59	B60
Propiedades:										
Emulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si
Microemulsión	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	NO
Tipo de emulsión	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W	O/W
Estabilidad a 50 °C	Inestable, enturbiamiento	Estable								
Estabilidad a 0 °C	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable	Estable
Tamaño medio de partícula en nm	3+12+580	35	7+64	5+49	6+39	8+57	65	43	5+36	6+38
Transparencia a 600 nm y 20 °C presión normal en %	90	92	89	90	91	93	90	89	92	91
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	K	K	K	K	M	T	K	K	K
Clase de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	2	1	1	1	1	2	2	2	1	2
Luminosidad de agente amarillo fluorescente en %	n.d.	68	70	68	69	n.d.	n.d.	n.d.	71	n.d.
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	G	G	G	G	G	R-F	R-F	R-F	G	R-W

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B61	B62								
Composición en % en peso										
A agua desmineralizada	50,8	60,8								
B3 Neozapon® rojo 335 (solvent red 122)	2,0									
B5 Rhodamina B		2,0								
C6 Dowanol® EPh (éter monofenilico de etilenglicol)	18,0	8,0								
C16 Dowanol® DPH 255										
D6 Neodol® 91-8E	14,0	14,0								
D17 Tergitol® 15-S-9	9,2	9,2								
D20 Rhodafac® RS-710E	3,8	3,8								
E8 trietanolamina	0,5	0,5								
E9 Rhodafac ASI-80	0,3	0,3								
E10 monoetanolamina	0,7	0,7								
E12 Unamina O	0,4	0,4								
E13 Irgamet BTZ	0,3	0,3								
Suma	100,0	100,0								

Ejemplo/Ejemplo comparativo	B61	B62																		
Propiedades:																				
Emulsión	Si	Si																		
Microemulsión	Si	Si																		
Tipo de emulsión	O/W	O/W																		
Estabilidad a 50 °C	Estable	Estable																		
Estabilidad a 0 °C	Estable	Estable																		
Tamaño medio de partícula en nm	6+40	5+35																		
Transparencia a 600 nm y 20 °C	89	91																		
presión normal en %																				
Visualmente clara/transparente/lechosa: K, T o M a 20 °C	K	K																		
Clase de detectabilidad de fallos n. AMS 2644 e ISO 3452	2	2																		
Luminosidad de agente amarillo fluorescente en %	n.d.	n.d.																		
Para tipo de ensayo rojo-blanco, amarillo/rojo fluorescente: R-W, G, R-F	R-W	R-F																		

Es deseable producir microemulsiones estables y tan amigables con el medio ambiente como sea posible, y al mismo tiempo, ya sea aquellas que también cumplen los requerimientos de AMS 2644 e ISO 3452 al mayor grado posible, y/o aquellas que cumplen con una clase de detectabilidad más baja o más alta, según como sea necesario, frente a los requerimientos y/o costes de producto.

- 5 El éxito de una composición que da por resultado un buen agente de ensayo de grietas habitualmente no puede determinarse previamente, sino que ha de ensayarse en cada caso individual, ya que los componentes individuales pueden demostrar en la mayoría de los casos una interacción imprevisible.

- 10 En múltiples ejemplos se ha mostrado que a partir de una gran variación de diferentes materias primas del grupo de colorantes, disolventes, tensioactivos y aditivos es posible preparar agentes de ensayo de grietas en forma de microemulsiones que sean estables y tan amigables con el ambiente como sea posible y que se distingan ventajosamente frente al estado de la técnica.

- 15 Las normas AMS 2644 e ISO 3452 pueden cumplirse en la mayoría de los ejemplos. El incumplimiento de estas dos normas se fundamenta del modo más probable en un contenido elevado de halógeno y/o de azufre debido a las adiciones individuales, debido a una ligera tendencia hacia la corrosión por adiciones individuales y/o en la selección de al menos un tensioactivo no iónico con un punto bajo de enturbiamiento, de modo que puede presentarse un enturbiamiento del agente de ensayo de grietas al elevarse la temperatura.

Se producen microemulsiones inestables con separación de fases en los experimentos, principalmente si la proporción en peso de agua a la fase S) líquida, esencialmente hidrofóbica, se encuentra en una proporción desfavorable principalmente para los surfactantes empleados y las temperaturas utilizadas.

- 20 El agente de ensayo de grietas del ejemplo un B30 es inestable a baja temperatura y estable alta temperatura debido a que al enfriar se separa el colorante puesto que ha sido sobrepasado el límite de solubilidad para el colorante.

- 25 La clasificación de un agente de ensayo de grietas en una clase de detectabilidad de fallos depende en primer lugar del contenido de colorante y del colorante seleccionado y, en cierta medida, el tipo y de la cantidad de la al menos una sustancia C) como disolvente de colorante, pero es independiente en gran medida de la claridad, transparencia y lechosidad. Sin embargo, si el contenido de colorantes demasiado alto, puede llegarse a sistemas inestables y lechosos. Puesto que el contenido de colorante se asocia esencialmente con los costes del producto, los agentes de ensayo de grietas con frecuencia se seleccionan de modo correspondiente a la necesidad de tener que emplear una clase de detectabilidad de fallos alta o solamente baja.

- 30 El ensayo visual de claridad, transparencia aspecto lechoso puede no estar estrictamente correlacionada con los valores del ensayo de transparencia a 600 nm, porque solamente se ensaya una determinada longitud de onda de luz.

Además, se ha demostrado en los experimentos que es particularmente ventajosa una suficiente miscibilidad con agua para la fase C) líquida esencialmente hidrofóbica con al menos un tensioactivo D, lo cual con frecuencia es detectable por una transparencia en el intervalo de 70 a 100 %. En el intervalo de 70 a 80 % de transparencia se presenta un intervalo de transición de claridad limitada.

- 35 En los experimentos se encontró que el tamaño promedio de partícula de las microemulsiones debe estar preferentemente en el intervalo de 1 a 130 nm, 1 a 85 o 3 a 70 nm, para obtener y/o usar agentes de ensayo de grietas estables que puedan usarse bien.

- 40 En otros experimentos, en algunas composiciones de ejemplos de alta calidad, que en la tabla 2b formaron microemulsiones estables en todo el intervalo de temperatura, se intercambié el colorante. En este caso, el contenido del colorante se adaptó en relación al límite respectivo de solubilidad y al comportamiento de solubilidad de este colorante y de manera alternativa se empleó sin y con abrillantador adicional. En este caso no se produjeron modificaciones significativas en comparación con las composiciones originales y propiedades de la tabla 2b de modo que por esto no se exponen datos detallados sobre estos otros experimentos. Esto es debido a que el tamaño medio de partícula y la transparencia a 600 nm a presión normal en % cambiaron sólo dentro de un ancho de banda de  $\pm 5\%$ . La claridad y la transparencia, así como la aptitud como agente de ensayo de grietas cambiaron sólo muy poco. Dispersiones fueron todas microemulsiones. Estas todas fueron estables a 0 °C y a 50 °C. Sólo la clase de detectabilidad de fallos osciló en el contenido de colorante ajustado comparable, opcionalmente alrededor de una clase de detectabilidad de fallos hacia arriba o hacia abajo, si fue usado otro colorante.

- 50 El agente de ensayo de grietas del ejemplo B30 es inestable a baja temperatura y estable alta temperatura ya que al enfriarse se separa el colorante puesto que el límite de solubilidad ha sido sobrepasado para el colorante.

La clasificación de un agente de ensayo de grietas en una clase de detectabilidad de fallos depende en primer lugar del contenido de colorante y del colorante seleccionado y en cierta medida del tipo y la cantidad de la al menos una sustancia C) como disolvente de colorante, pero en gran medida es independiente de la claridad, la transparencia y la lechosidad. Sin embargo, si el contenido de colorantes demasiado alto, puede llegarse a sistemas inestables y

lechosos. Puesto que el contenido de colorante se asocia esencialmente a los costes del producto, los agentes de ensayo de grietas se seleccionan con frecuencia de manera correspondiente a la necesidad para tener que emplear una clase de detectabilidad de fallos alta o solamente baja.

- 5 El ensayo visual de claridad, transparencia y apariencia lechosa puede no correlacionarse estrictamente con los valores del ensayo de transparencia a 600 nm porque se ensaya solamente una determinada longitud de onda de luz.

Además, en los experimentos se ha mostrado que una miscibilidad suficiente con agua para la fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica, con al menos un tensioactivo D) es particularmente ventajosa, lo cual es detectable por una transparencia en el intervalo de 70 a 100 %. En el intervalo de 70 a 80 % de transparencia ocurre un intervalo de transición de claridad limitada.

- 10 En los experimentos se mostró que el tamaño medio de partícula de las microemulsiones, debe encontrarse de preferencia en el intervalo de 1 a 130 nm, 1 a 85 o 3 a 70 nm para obtener y/o usar agentes de ensayo de grietas que sean estables y capaces de usarse bien.

- 15 En otros experimentos, en algunas composiciones de los ejemplos de alta calidad que formaron microemulsiones estables en la tabla 2b por todo el intervalo de temperatura ha sido intercambiado el colorante. En este caso, el contenido del colorante fue adaptado en relación al límite respectivo de solubilidad y al comportamiento respectivo de solubilidad de este colorante y fue empleado alternativamente sin y con abrillantador adicional. En este caso no resultaron modificaciones significativas en comparación con las composiciones y propiedades originales en la tabla 2b, de modo que por esto no fueron expuestos datos detallados sobre estos experimentos. Esto es debido a que el tamaño medio de partícula y la transparencia a 600 nm y 20 °C bajo presión normal en % cambiaron sólo dentro de un ancho de banda de  $\pm 5$  %. También la claridad y la transparencia, así como la aptitud como agente de ensayo de grietas cambiaron sólo muy poco. Las dispersiones fueron todas microemulsiones. Todas fueron estables a 0 °C y a 50 °C. Sólo la clase de detectabilidad de fallos fluctuó en un contenido de colorante ajustado comparable, opcionalmente alrededor de una clase de detectabilidad de fallos hacia arriba o hacia abajo, si ha sido usado otro colorante.

**REIVINDICACIONES**

1. Uso de un agente de ensayo de grietas para la detectabilidad de fallos según el procedimiento de penetración, caracterizado porque es una microemulsión que contiene:
- A) al menos 10 % en peso de agua A),
- 5 B) al menos 0,1 % en peso de al menos un colorante B), el cual tiene una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C a presión normal,
- C) al menos 5 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica, en cuyo caso la solubilidad de los compuestos esencialmente hidrofóbicos u orgánicos hidrofóbicos de la fase C) esencialmente hidrofóbica a 20 °C se encuentra bajo presión normal en máximo 60 g/L en agua destilada, y
- 10 D) al menos 2 % en peso de al menos un tensioactivo D) seleccionado de tensioactivos no iónicos, aniónicos y/o anfóteros,
- en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100 % en peso,
- en cuyo caso el agente de ensayo de grietas tiene un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm medido con un Zetasizer Nano-ZS de Malvern así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm en una cubeta de cuarzo con 10 mm de grosor del líquido irradiado a una temperatura de 20 °C bajo presión normal medida con un fotómetro CADA 100-V de la Hach Lange GmbH en una microemulsión similar, que no contiene colorante, excepto en el caso de un agente amarillo fluorescente de ensayo de grietas.
- 15
2. Uso de un agente de ensayo de grietas según la reivindicación 1, caracterizado porque es una microemulsión de aceite en agua (O/W) o una microemulsión de agua en aceite (W/O) en la cual en lugar de aceite se usa al menos otro líquido inmiscible con agua.
- 20
3. Uso de un agente de ensayo de grietas según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque es una microemulsión de O/W, la cual contiene al menos 30 % en peso de agua A), o es una microemulsión de W/O, la cual contiene al menos 10 % en peso de agua A).
4. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en el caso de un agente amarillo o rojo fluorescente de ensayo de grietas es una microemulsión de O/W la cual presenta
- 25
- A) 30 a 85 % en peso de agua A),
- B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), el cual tiene una solubilidad en agua de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal,
- 30 C) 5 a 50 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica y
- D) 2 a 60 % en peso de al menos un tensioactivo D),
- en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100 % en peso y
- en cuyo caso el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
- 35
5. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque es una microemulsión de O/W para el ensayo de rojo y blanco, que contiene
- A) 30 a 80 % en peso de agua A),
- B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), que presenta una hidrosolubilidad de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal,
- 40 C) 5 a 45 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidrofóbica,
- D) 2 a 55 % en peso de al menos un tensioactivo D) y en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso y el agente de ensayo de grietas presenta un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
- 45
6. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque es una microemulsión de W/O en el caso de un agente amarillo o rojo fluorescente de ensayo de grietas, la cual contiene

- A) 10 a 60 % en peso de agua A),
- B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), el cual presenta una hidrosolubilidad de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal,
- C) 5 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble y
- 5 D) 2 a 50 % en peso de al menos un tensioactivo D),
- en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso y
- el agente de ensayo de grietas tiene un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
7. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque es una microemulsión de W/O para el ensayo de rojo-blanco, la cual contiene
- 10 A) 10 a 60 % en peso de agua A),
- B) 0,1 a 10 % en peso de al menos un colorante B), el cual presenta una hidrosolubilidad de menos de 0,1 g/L a 20 °C bajo presión normal,
- C) 5 a 40 % en peso de al menos una fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble y
- 15 D) 2 a 40 % en peso de al menos un tensioactivo D), en cuyo caso la suma de todos los componentes da como resultado 100% en peso y el agente de ensayo de grietas tiene un tamaño medio de partícula en el intervalo de 1 a 250 nm, así como una transparencia de al menos 70 % a 600 nm.
8. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la microemulsión tiene un contenido de al menos un colorante B) fluorescente, de al menos un colorante B) que da color en el intervalo de la luz visible, de al menos un colorante B) que da color en el intervalo de la luz visible y fluorescente y/o de al menos un colorante B) detectable bajo la luz ultravioleta (UV).
- 20 9. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en la dispersión se usa al menos un disolvente orgánico esencialmente hidroinsoluble, en el cual el al menos un colorante B) o el sistema colorante, con un contenido de tensioactivo D) de menos de 40% en peso, se disuelve completamente en al menos un compuesto de la fase C) esencialmente hidroinsoluble.
- 25 10. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fase C) líquida, esencialmente hidroinsoluble, contiene al menos un compuesto orgánico, líquido a 20 °C bajo presión normal, que se selecciona del grupo compuesto por hidrocarburos, incluidos "productos de petróleo" C1), alcoholes C2), ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), fosfatos C4), éteres C5), cetonas C6), aceites y sus derivados C7), que no son "productos de petróleo", y derivados de éteres-ésteres de dioles y polioles C8) o que se selecciona del grupo compuesto de alcoholes C2), ésteres y/o amidas de ácidos mono-, di- y/o policarboxílicos C3), éteres C5) y cetonas C6).
- 30 11. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque contiene como tensioactivo D) al menos un tensioactivo no iónico y al menos un tensioactivo aniónico, en cuyo caso al menos un tensioactivo D) también actúa como emulsionante.
- 35 12. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la microemulsión contiene adicionalmente al menos un aditivo E) el cual actúa como agente preservante, inhibidor de corrosión, agente de neutralización, solubilizante y/o aditivo de reología.
- 40 13. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la microemulsión se encuentra presente en una fase o conjuntamente con una o dos otras fases.
14. Uso de un agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque presenta una luminosidad de al menos 60 %, de al menos 90 % o incluso de más de 100 %.
- 45 15. Procedimiento para preparar microemulsiones a base de agua de agentes de ensayo de grietas según una de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque primero se disuelve al menos un colorante B) o un sistema colorante en al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidroinsoluble o en la fase C) esencialmente hidroinsoluble y porque a esta solución, a continuación, se adiciona una solución y/o una dispersión de al menos un tensioactivo D) así como finalmente agua a esta mezcla (variante de procedimiento 1) o porque primero se carga previamente al menos una sustancia de la fase C) esencialmente hidroinsoluble o la fase C) esencialmente hidroinsoluble

- conjuntamente con al menos un tensioactivo D) o con los tensioactivos D), porque después se agrega al menos un colorante B) o un sistema colorante y porque a esta mezcla finalmente se agrega agua (variante de procedimiento 2) o porque primero se carga inicialmente agua, antes de que se agreguen los otros componentes (variante de procedimiento 3), en cuyo caso en todas las variantes de procedimiento se usa solamente un mezclado y opcionalmente una agitación ligera, pero no un movimiento más vigoroso.
- 5
16. Uso del agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones 1 a 14 y/o preparado según la reivindicación 15 en la detección fluorescente de fallos y/o en la detección de fallos en el intervalo de la luz visible y/o de poros y/o de grietas.
- 10
17. Uso del agente de ensayo de grietas según al menos una de las reivindicaciones 1 a 14 y/o preparado según la reivindicación 15 en la construcción de automóviles, en la industria aeroespacial, en la ingeniería de una planta, en tuberías, en de ingeniería mecánica, en la tecnología energética y en la industria en general.