OPIC
Office de la propriété intellectuelle du Canada

CIPO
Canadian Intellectual Property Office

(12) (19) (CA) **Demande-Application**

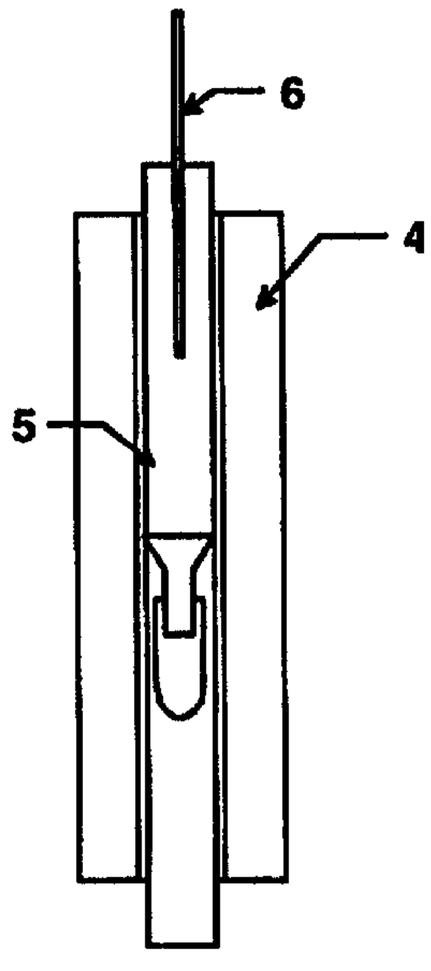
(21) (A1) **2,320,923**
(86) 1999/12/06
(87) 2000/06/29

(72) GATEAU, PATRICK, FR
(72) PAILLE, FABRICE, FR
(72) BOSCHER, YVES, FR
(71) INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE, FR

(51) Int.Cl.7 G01N 33/28
(30) 1998/12/22 (98/16294) FR

(54) **TEST DE LABORATOIRE DESTINE A EVALUER LA TENDANCE D'UNE ESSENCE, EVENTUELLEMENT ADDITIVEE, A FAIRE DES DEPOTS AU COURS DU FONCTIONNEMENT D'UN MOTEUR**

(54) **LABORATORY TEST FOR ASSESSING THE TENDENCY OF A GASOLINE, OPTIONALLY CONTAINING AN ADDITIVE, TO CAUSE DEPOSITS WHILE THE ENGINE IS RUNNING**



(57) Un nouveau test de laboratoire destiné à évaluer la tendance d'une essence, éventuellement additivée, à faire des dépôts au cours du fonctionnement d'un moteur comprend les étapes suivantes: on place un tube dans le four de l'injecteur d'un chromatographe en phase gazeuse; on maintient ledit tube à une température constante sous un débit d'air constant; on injecte l'essence ou l'essence additivée à évaluer à travers ledit tube; et on détermine la quantité de dépôts formés par pesée dudit tube après démontage.

(57) The invention concerns a novel laboratory test for assessing the tendency of a gasoline, optionally containing an additive, to cause deposits while the engine is running, comprising the following steps: placing a tube in the oven of a gas chromatograph oven; maintaining said tube at a constant temperature under a constant air flow; injecting the gasoline or additive-containing gasoline to be tested through said tube; and determining the amount of deposits formed by weighing the tube after removal.

PCT ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets 7 : G01N 33/28

A1

(11) Numéro de publication internationale: WO 00/37936

(43) Date de publication internationale: 29 juin 2000 (29.06.00)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/03027

(22) Date de dépôt international: 6 décembre 1999 (06.12.99)

(30) Données relatives à la priorité:
98/16294 22 décembre 1998 (22.12.98) FR

(71) Déposant *(pour tous les Etats désignés sauf US)*: INSTITUT FRANÇAIS DU PETROLE [FR/FR]; 1 et 4, avenue de Bois Préau, F–92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).

(72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants *(US seulement)*: GATEAU, Patrick [FR/FR]; 15 rue des Iles Glénan, F–78310 Maurepas (FR). PAILLE, Fabrice [FR/FR]; 177 avenue du Président Wilson, F–78520 Limay (FR). BOSCHER, Yves [FR/FR]; 34 rue de Nancy, F–95100 Argenteuil (FR).

(74) Mandataire: ANDREEFF, François; Institut Français du Pétrole, 1 et 4, avenue de Bois Préau, F–92852 Rueil Malmaison Cedex (FR).

(81) Etats désignés: CA, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Publiée
Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: LABORATORY TEST FOR ASSESSING THE TENDENCY OF A GASOLINE, OPTIONALLY CONTAINING AN ADDITIVE, TO CAUSE DEPOSITS WHILE THE ENGINE IS RUNNING

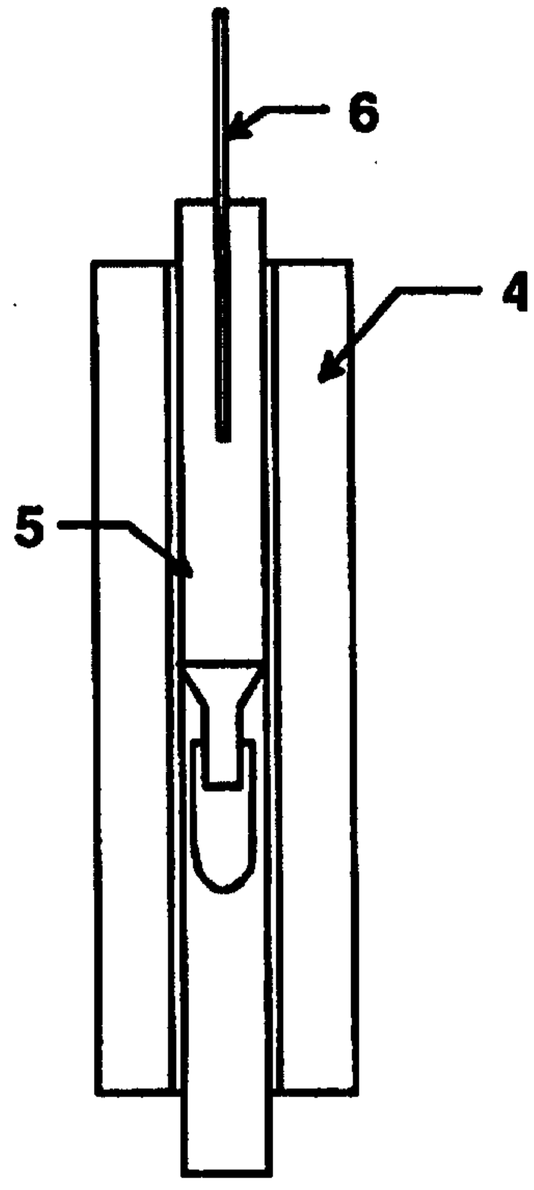
(54) Titre: TEST DE LABORATOIRE DESTINE A EVALUER LA TENDANCE D'UNE ESSENCE, EVENTUELLEMENT ADDITIVEE, A FAIRE DES DEPOTS AU COURS DU FONCTIONNEMENT D'UN MOTEUR

(57) Abstract

The invention concerns a novel laboratory test for assessing the tendency of a gasoline, optionally containing an additive, to cause deposits while the engine is running, comprising the following steps: placing a tube in the oven of a gas chromatograph oven; maintaining said tube at a constant temperature under a constant air flow; injecting the gasoline or additive–containing gasoline to be tested through said tube; and determining the amount of deposits formed by weighing the tube after removal.

(57) Abrégé

Un nouveau test de laboratoire destiné à évaluer la tendance d'une essence, éventuellement additivée, à faire des dépôts au cours du fonctionnement d'un moteur comprend les étapes suivantes: on place un tube dans le four de l'injecteur d'un chromatographe en phase gazeuse; on maintient ledit tube à une température constante sous un débit d'air constant; on injecte l'essence ou l'essence additivée à évaluer à travers ledit tube; et on détermine la quantité de dépôts formés par pesée dudit tube après démontage.



TEST DE LABORATOIRE DESTINÉ A ÉVALUER LA TENDANCE D'UNE ESSENCE, ÉVENTUELLEMENT ADDITIVEE, À FAIRE DES DÉPÔTS AU COURS DU FONCTIONNEMENT D'UN MOTEUR.

L'invention concerne un nouveau test de laboratoire destiné à évaluer la tendance d'une essence, éventuellement additivée, à faire des dépôts au cours du fonctionnement d'un moteur.

Des dépôts issus du carburant et du lubrifiant se forment dans un moteur tout au long de son fonctionnement. Ces dépôts se produisent sous l'effet de la chaleur en milieu oxydant dans les différents organes du circuit d'alimentation (carburateur, injecteurs, soupapes d'admission) et dans les chambres de combustion (culasse, tête de piston, soupape d'échappement, bougie). Ils entraînent des perturbations de fonctionnement parmi lesquels on peut citer la dégradation de l'agrément de conduite, l'augmentation des émissions ou même la destruction du moteur.

Pour lutter contre cet encrassement, de nombreux additifs et formulations d'additifs ont été mis au point. Ce sont généralement des tensioactifs polymères comportant une partie lipophile assurant la solubilité et une partie polaire susceptible de s'adsorber sur les parois du moteur afin de les protéger ou sur les particules insolubles afin de les maintenir en suspension. Dans le cas des moteurs à allumage commandé, ils sont le plus souvent associés à une huile porteuse qui peut être une polyoléfine ou un polyéther. Ces additifs sont efficaces pour diminuer et même supprimer les dépôts dans le circuit d'alimentation mais ne permettent pas de diminuer les dépôts dans les chambres de combustion. Il a même été montré que ces additifs peuvent entraîner une augmentation de ces dépôts.

La tendance d'une essence à faire des dépôts au cours du fonctionnement d'un moteur est généralement évaluée par des essais moteurs effectués au banc mais ces essais sont longs, coûteux et nécessitent des appareillages lourds ainsi qu'une importante quantité de carburant. Différents essais moteur doivent être

effectués pour mesurer l'encrassement dans les différentes parties du moteur. L'essai moteur le plus couramment utilisé en Europe pour évaluer l'aptitude d'une essence ou d'une essence additivée à maintenir propres les soupapes d'admission est l'essai moteur Mercedes 102E d'une durée de 60 heures nécessitant environ 300 litres de carburant.

De nombreux essais au niveau laboratoire ont été proposés dans le passé pour simuler l'encrassement dans les différentes parties du moteur mais aucun jusqu'à maintenant n'a conduit à des résultats suffisamment prédictifs pour être utilisé couramment. C'est ainsi qu'en 1997, un groupe d'investigation (IF031) chargé par le Coordination European Council (CEC) de recenser les tests de laboratoire susceptibles d'évaluer la qualité des essences et des carburants Diesel en terme de dépôts a conclu qu'il n'existait aucune méthode permettant d'atteindre cet objectif. Seuls un essai moteur Honda de 20 heures et une analyse basée sur la thermogravimétrie des gommes d'une essence pourraient permettre, dans le meilleur des cas, d'effectuer une présélection pour la mise au point d'additifs.

La présente invention propose un nouveau test de laboratoire destiné à évaluer la tendance d'une essence éventuellement additivée à faire des dépôts sur les soupapes d'admission et dans les chambres de combustion.

La méthode de l'invention peut être définie, d'une manière générale par le fait que l'on place un tube dans le four de l'injecteur d'un chromatographe en phase gazeuse ; on maintient ledit tube à une température constante sous un débit d'air constant régulé par le débitmètre du chromatographe ; on injecte l'essence ou l'essence additivée à évaluer à travers ledit tube ; et on détermine la quantité de dépôts formés par pesée dudit tube après démontage.

La figure 1 représente schématiquement l'appareillage mis en ouvre pour réaliser le test de l'invention.

La figure 2 montre une disposition de four de tube de chromatographe et d'aiguille telle qu'on peut l'utiliser pour réaliser ce test.

On décrit l'invention de manière plus détaillée ci-après, en liaison avec les figures 1 et 2. Les nombres entre parenthèses font référence à ces figures.

Plus particulièrement, le tube (5) utilisé consiste en un (par exemple en verre) d'injecteur de chromatographe en phase gazeuse (1). Cet insert peut être un tube droit de diamètre et de longueur appropriés à l'injecteur utilisé (par exemple diamètre intérieur = 4 mm et longueur = 80 mm) ou encore un insert possédant une chambre de mélange, tel que les inserts à restriction de référence Hewlett-Packard 18740-80190®. Ce dernier type d'insert sera choisi quand la tendance à former des dépôts du carburant utilisé est faible.

Le tube (5) est placé dans le four (4) de l'injecteur. Il est maintenu à une température constante sous un débit d'air constant régulé par le débitmètre du chromatographe (1). On injecte l'essence ou l'essence additivée à évaluer à travers le tube (5), au moyen d'une aiguille (6), positionnée le plus souvent de façon que l'injection se fasse à une profondeur d'environ 10 mm à l'intérieur du tube (5). L'essence est injectée par l'intermédiaire d'une pompe (2) à un débit de 0,5 à 2 kg, de préférence de l'ordre de 1 kg par 24 heures. La masse injectée est contrôlée par pesée au moyen de la balance (3).

La quantité de dépôts formée est déterminée par pesée du tube (5) après démontage.

Dans la méthode de l'invention, on a pu montrer l'importance de la température sur la quantité de dépôts formés et il a été possible de définir deux régimes de température en relation avec les conditions rencontrées dans un moteur. A une température comprise entre 250 et 300 °C et de préférence à une température voisine de 275 °C, le test de laboratoire de l'invention se comporte comme un test représentatif des soupapes d'admission, alors que dans le domaine de température de 325 à 375 °C et de préférence à 350 °C, ledit test est représentatif des chambres de combustion.

Dans un mode préféré de l'invention, l'essence à évaluer est, avant injection, débarrassée de 15 à 25 % et de préférence de 20 % en masse de ses

fractions les plus légères par balayage d'un gaz inerte à température ambiante. En effet, il est généralement admis que seules les fractions lourdes sont responsables de la formation des dépôts et une telle procédure permet d'éviter le dégazage de l'essence au niveau de la pompe qui entraînerait son désamorçage.

Les exemples suivants illustrent l'invention mais ne doivent en aucune manière être considérés comme limitatifs.

EXEMPLE 1

Une essence de référence dont les caractéristiques sont regroupées dans le tableau 1 et dont on a éliminé 20 % en masse par balayage à l'argon à température ambiante est introduite par l'intermédiaire d'une pompe à piston alternatif Proéminent®, à raison de 1 kg en 24 heures dans l'insert en verre (référence Hewlett-Packard 18740-80190®) d'un chromatographe en phase gazeuse par une aiguille positionnée de façon à ce que l'injection se fasse à une profondeur de 10 mm dans l'insert, la température de l'injecteur étant maintenue à 275 °C. A la fin de l'essai, après refroidissement, l'insert est démonté et pesé. La masse de dépôts obtenus est de 30,5 mg.

TABLEAU 1

Indice d'octane recherche	96,8
Masse volumique à 15°C	754 kg/m^3
Pression de vapeur Reid	618 hPa
Distillation	
Point initial	30,7°C
5%	45,0°C
10%	51,5°C
20%	65,5°C
30%	80,5°C
40%	97,0°C
50%	111,0°C
60%	123,0°C
70%	138,0°C
80%	154,5°C
90%	172,8°C
95%	185,0°C
Point final	205,0°C

EXEMPLES 2 À 4

Si dans l'exemple 1, toutes choses étant égales par ailleurs, on ajoute dans l'essence à évaluer différentes quantités d'un additif détergent commercial, on obtient les résultats suivants qui sont rassemblés dans le tableau 2. Dans ce même tableau, figurent les résultats des essais moteurs Mercedes 102E (Procédure CEC F-05-A-93) réalisés avec les mêmes échantillons d'essence et exprimés en masse de dépôts sur les 4 soupapes d'admission.

TABLEAU 2

Exemple	Additif détergent (ppm)	Masse de dépôts (mg)	
		Test de l'invention (T = 275 °C)	Essai moteur M102E
1	0	30,5	1131
2	50	46,0	1807
3	250	27,2	652
4	500	9,0	37

Ces résultats montrent que le test de laboratoire de l'invention (T = 275 °C) permet de bien reproduire les effets d'un additif détergent commercial sur la masse de dépôts des soupapes d'admission.

EXEMPLES 5 À 8

Si dans les exemples 1 à 4, toutes choses étant égales par ailleurs, la température est maintenue à 350 °C au lieu de 275 °C, on obtient les résultats suivants mentionnés dans le tableau 3. Dans ce même tableau, figurent les masse de dépôts collectés dans les chambres de combustion en fin d'essais moteurs Mercedes 102E (Procédure CEC F-05-A-93) réalisés avec les mêmes échantillons d'essences.

TABLEAU 3

Exemple	Additif détergent (ppm)	Masse de dépôts (mg)	
		Test de l'invention (T = 350 °C)	Essai moteur M102E
5	0	14,1	5255
6	50	15,0	6805
7	250	21,8	8428
8	500	60,7	11100

Ces résultats montrent que le test de laboratoire de l'invention mis en oeuvre à 350 °C permet de bien reproduire l'influence d'un additif détergent commercial sur la masse de dépôts formés dans les chambres de combustion.

REVENDICATIONS

1. Méthode de laboratoire pour évaluer la tendance d'une essence ou d'une essence additivée à faire des dépôts au cours du fonctionnement d'un moteur, caractérisée en ce que :
   - on place un tube dans le four de l'injecteur d'un chromatographe en phase gazeuse ;
   - on maintient ledit tube à une température constante sous un débit d'air constant ;
   - on injecte l'essence ou l'essence additivée à évaluer à travers ledit tube ;
   - et on détermine la quantité de dépôts formés par pesée dudit tube après démontage.

2. Méthode selon la revendication 1 caractérisée en ce que le tube est un insert en verre.

3. Méthode selon la revendication 2 caractérisée en ce que l'insert en verre possède une chambre de mélange.

4. Méthode selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisée en ce que l'on injecte par l'intermédiaire d'une pompe l'essence ou l'essence additivée à évaluer à travers une aiguille positionnée de telle manière que l'injection se fasse à une profondeur d'environ 10 mm à l'intérieur dudit tube.

5. Méthode selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisée en ce que l'essence ou l'essence additivée à évaluer, est injectée à un débit constant de 0,5 à 2 kg par 24 heures.

6. Méthode selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisée en ce que l'essence ou l'essence additivée à évaluer, est injectée à un débit constant d'environ 1 kg par 24 heures.

7. Méthode selon l'une des revendications 1 à -6 caractérisée en ce que l'essence à évaluer est débarrassée, avant injection, de 15 à 25 % en masse de ses fractions les plus légères par balayage d'un gaz inerte à température ambiante.

8. Méthode selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisée en ce que l'essence à évaluer est débarrassée, avant injection, de 20 % en masse de ses fractions les plus légères par balayage d'un gaz inerte à température ambiante.

9. Méthode selon l'une des revendications 1 à 8, adaptée pour évaluer la tendance d'une essence ou d'une essence additivée à faire des dépôts sur les soupapes d'admission, caractérisée en ce que la température est maintenue constante à une valeur de 250 à 300 °C et de préférence voisine de 275 °C.

10. Méthode selon l'une des revendications 1 à 8, adaptée pour évaluer la tendance d'une essence ou d'une essence additivée à faire des dépôts sur les soupapes d'admission, caractérisée en ce que la température est maintenue constante à une valeur voisine de 275 °C.

11. Méthode selon l'une des revendications 1 à 8, adaptée pour évaluer la tendance d'une essence ou d'une essence additivée à faire des dépôts dans les chambres de combustion, caractérisée en ce que la température est maintenue constante à une valeur de 325 à 375 °C.

12. Méthode selon l'une des revendications 1 à 8, adaptée pour évaluer la tendance d'une essence ou d'une essence additivée à faire des dépôts dans les chambres de combustion, caractérisée en ce que la température est maintenue constante à une valeur voisine de 350 °C.

FIG. 1

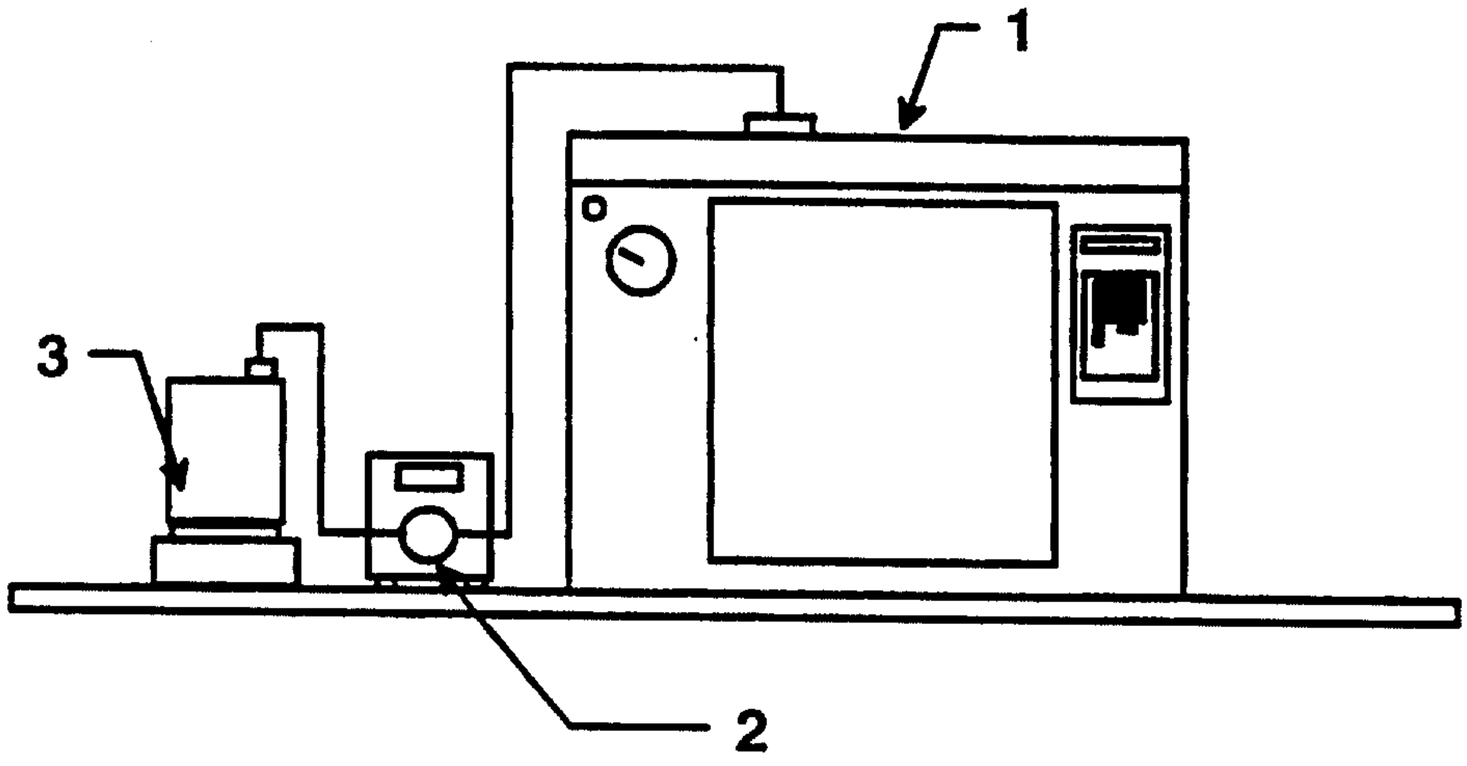
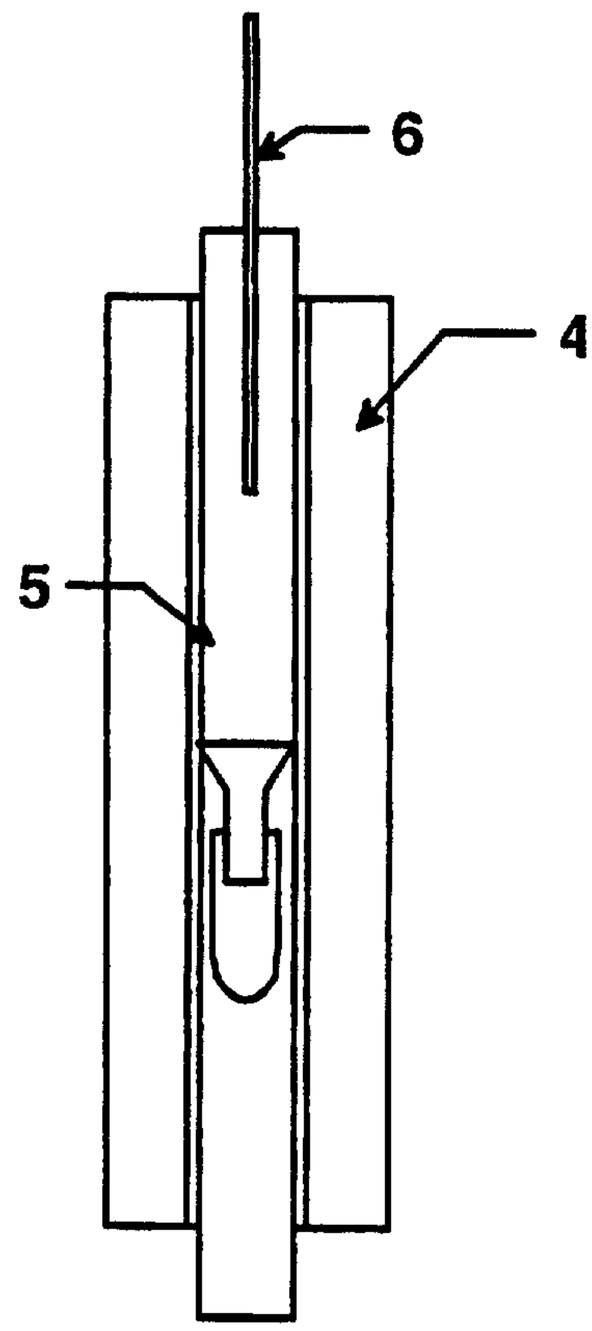
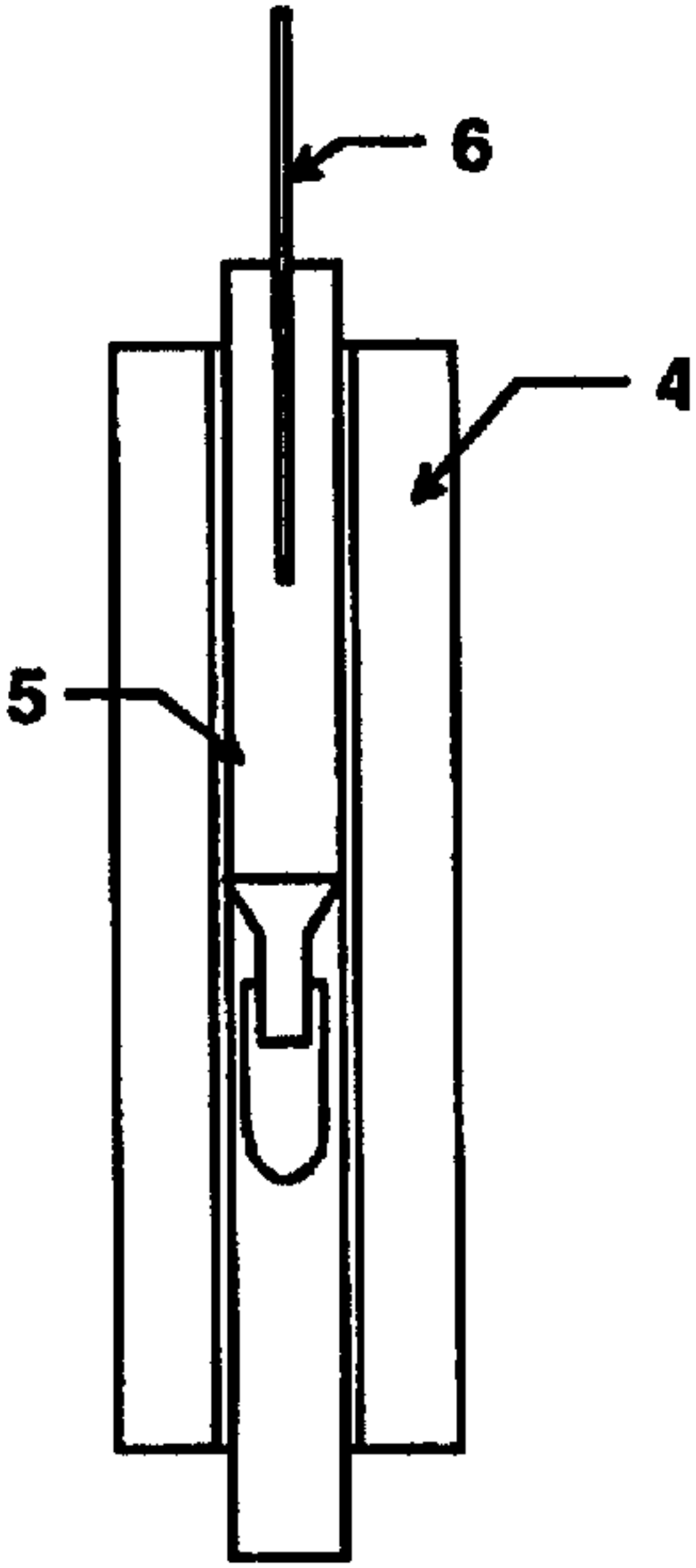


FIG. 2




6
4
5