

(19)



(11)

EP 2 305 780 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

06.04.2011 Bulletin 2011/14

(51) Int Cl.:

C10L 1/32 (2006.01)

C10L 1/14 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **10177034.5**

(22) Date de dépôt: **16.09.2010**

(84) Etats contractants désignés:

**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO SE SI SK SM TR**

Etats d'extension désignés:

BA ME RS

(30) Priorité: **01.10.2009 FR 0956838**

(71) Demandeur: **Mexel Industries
75004 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:

- **Desaga, Alain
CASABLANCA (MA)**
- **Vanlaer, Antoine
75004, PARIS (FR)**

(74) Mandataire: **Laget, Jean-Loup**

**Brema-Loyer
Le Centralis
63 avenue du Général Leclerc
92340 Bourg-la-Reine (FR)**

(54) **Composition, carburant et procédé de ré-émulsion d'un carburant à base d'huile végétale et/ou minérale**

(57) La présente invention a pour objet une composition émulsionnante destinée à homogénéiser et ré-émulsionner un carburant, comprenant en poids, par rapport au poids total de ladite composition, a) 5% à 40 % de N-oléyl-1,3-propylène diamine, b) 50% à 95% de NN'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine, c) 5%

à 40 % d'un solvant.

La présente invention concerne également un carburant comprenant la composition susmentionnée, un procédé de fabrication de ladite composition, ainsi que son utilisation.

EP 2 305 780 A1

Description

[0001] La présente invention se rapporte à une composition (ré)émulsionnante capable d'homogénéiser et de ré-émulsionner un mélange à base d'huiles minérales et/ou d'huiles végétales et d'eau.

[0002] La présente invention se rapporte également au procédé de préparation, ainsi qu'à l'utilisation de cette composition (ré)émulsionnante.

[0003] La présente invention concerne également un carburant homogène et stable dans le temps (au moins un an), ainsi que son procédé de fabrication.

Etat de la technique

[0004] Les carburants sont utilisés dans de nombreux domaines, tels que l'aéronautique, l'automobile, les embarcations maritimes, ou encore le chauffage.

[0005] Un carburant est un mélange de plusieurs centaines d'hydrocarbures issus du raffinage du pétrole brut d'origine fossile. Les carburants sont en effet en général des mélanges d'hydrocarbures : pour l'essence, on peut compter environ 20 à 30% d'alcane de formule C_nH_{2n+2} , 5% de cycloalcane, 30 à 45% d'alcènes et 30 à 45% d'aromatiques.

[0006] La directive européenne de 1998 sur la qualité des carburants introduit des spécifications européennes pour l'essence, le diesel et les gasoils. Cette directive a été renforcée par celle de 2003, visant à promouvoir l'utilisation de biocarburants ou autres carburants renouvelables dans les transports.

[0007] Le biocarburant ou agrocaburant est un carburant produit à partir de matériaux organiques non fossiles, provenant de la biomasse. Il existe deux filières principales : la filière huile (issue du palmier à huile, du tournesol, du colza, du jatropha ou du ricin) et dérivés (biodiesel) et la filière alcool (bioéthanol obtenu par fermentation de sucres par des levures), à partir d'amidon, de cellulose ou de lignine hydrolysés.

[0008] Etant donné la préoccupation écologique grandissante, ces derniers sont appelés à se développer. De plus, il est également autorisé de mélanger des carburants d'origine végétale (norme actuelle, environ 10%, bientôt 30%) à des carburants d'origine minérale. De plus, la quantité résiduelle d'eau dans les carburants ne doit pas dépasser 200 ppm à l'heure actuelle.

[0009] Or les carburants à base d'huiles végétales et/ou minérales présentent des problèmes de miscibilité dans le temps.

[0010] La présence d'une teneur en eau significative peut en effet causer la séparation de l'alcool du carburant diesel ou de l'alcool du carburant essence. La présence d'eau dans un carburant peut être notamment due à : (i) l'absorption de l'eau à partir de l'air, (ii) la teneur en eau intrinsèque contenue, et (iii) les carburants diesel/essence prenant l'eau des tuyaux de raffinerie qui sont habituellement rincés à l'eau.

[0011] Ainsi, lors du stockage dans une cuve, les différents constituants du carburant vont progressivement se séparer pour former des strates (déphasage) qui vont se former sous l'action des différentes masses volumiques des différents constituants. Dans la cuve, il y aura ainsi sous le vide laissé lors du remplissage de la cuve qui est rempli d'air plus ou moins chargé en vapeur d'eau, une première phase constituée du combustible (essence, gasoil...) comprenant des microgouttelettes d'eau en suspension. Sous cette masse de combustible, on trouvera une deuxième phase composée d'huiles végétales avec plus ou moins de matières en suspension et des bactéries, et encore en dessous, on trouvera une troisième phase constituée d'eau avec des bactéries. Or, ce déphasage a pour conséquence d'altérer l'efficacité du carburant.

[0012] En ce qui concerne les biocarburants-éthanol, il a été constaté que l'éthanol attire et se combine à l'humidité de l'air avec laquelle il produit une molécule éthanol/eau. L'eau dans le carburant provoque des cognements du moteur et l'accumulation de suies susceptibles d'endommager certaines pièces du moteur. Le carburant contient naturellement 0,5 % d'eau en suspension. Quand le pourcentage d'eau dépasse ce seuil, les gouttelettes d'eau s'agglomèrent et se séparent du carburant. Les molécules d'eau/éthanol sont plus lourdes que les molécules d'eau et s'accumulent donc au fond du réservoir. C'est la séparation de phases. L'éthanol fournit une part significative de l'indice d'octane du carburant qui sert à fournir de l'énergie, aussi, quand l'éthanol se sépare et tombe au fond du réservoir, le carburant restant ne contient plus suffisamment d'indice d'octane pour alimenter correctement le moteur. De plus, le mélange éthanol/eau n'est que partiellement combustible ce qui peut provoquer de graves problèmes dans le moteur. Même si de l'éthanol sensiblement déshydraté est préparé, étant donné qu'il est très hygroscopique, il absorbera rapidement l'humidité de l'atmosphère à moins qu'il soit soumis à des techniques spéciales de stockage.

[0013] Dans l'état de la technique, il a été proposé le produit aquazole® fabriqué par ELF composé à 85% de gasoil, 13% d'eau et de 2 à 3% d'additifs pétroliers et chimiques nécessaires à la "dilution" de l'eau dans le gasoil. Toutefois, ce produit a été retiré de la vente du fait de son instabilité. L'émulsion avait en effet une durée de vie de trois semaines environ.

[0014] D'autre part, il est connu de l'état de la technique de rajouter des additifs, comme les organo-métalliques (toxiques) qui augmentent l'indice d'octane (moteur essence) ou d'autres additifs qui augmentent l'indice de cétane

(moteur diesel) et ce, afin d'améliorer l'explosivité du carburant. Ces additifs ne permettent pas toutefois d'émulsionner un carburant déjà déphasé ou non.

[0015] Par conséquent, en plus d'être stable aux basses températures, stable aux variations brutales de température, stable à l'oxydation et résistant à la contamination bactérienne, le carburant d'huile minérale et/ou végétale doit également être stable au stockage.

Résumé de l'invention

[0016] La présente invention a pour but de proposer une nouvelle composition émulsionnante qui évite tout ou en partie des inconvénients précités.

[0017] La présente invention a pour objet une composition (ré)émulsionnante destinée à homogénéiser et ré-émulsionner un carburant, comprenant en poids, par rapport au poids total de ladite composition,

- a) 5% à 40 % de N-oléyl-1,3-propylène diamine,
- b) 50% à 95% de N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine,
- c) 5% à 40 % d'un solvant.

[0018] Dans un domaine où la recherche est foisonnante depuis de nombreuses années et où, malgré des moyens de mise en oeuvre onéreux et importants, aucune solution probante n'a été trouvée, la présente société demanderesse a mis au point une nouvelle composition qui présente des avantages certains.

[0019] La présente composition est en effet capable de ré-émulsionner des carburants à base d'huile minérale (hydrocarbures) et/ou d'huiles végétales et d'eau et ce, même si le carburant est déjà déphasé afin de former une ré-émulsion stable dans le temps. La composition selon la présente invention présente ainsi l'avantage de ré-émulsionner la troisième phase susmentionnée ci-dessus, c'est-à-dire la phase aqueuse avec des bactéries et de la re-mélanger et de l'homogénéiser avec les autres phases.

[0020] De plus, la ré-émulsion du carburant grâce à la composition selon la présente invention est stable dans le temps.

[0021] En outre, cette ré-émulsion va permettre de créer une cascade d'effets positifs du stockage jusqu'aux rejets du carburant, c'est-à-dire : une meilleure homogénéisation des différents composants (huile minérale, eau, huile végétale...), peptisation et rhéologie (la viscosité du carburant sera en effet constante), qui vont eux-mêmes entraîner une amélioration de la combustion (combustion homogène), des rendements optimisés des moteur diesel, moteur essence... (réduction de la consommation de carburant, propreté des surfaces, nettoyage progressif du moteur) et une diminution de la pollution (réduction rejet dioxyde de carbone, diminution de l'encrassement,).

[0022] Ces effets seront illustrés dans les exemples ci-dessous.

[0023] De préférence, la composition comprend en poids, par rapport au poids total de l'émulsion :

- a) 12% à 16% de N-oléyl-1,3-propylène diamine,
- b) 60% à 78% de N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine,
- c) 12% à 18 % d'un solvant.

[0024] La N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine est de préférence une diamine de suif comportant 7 moles d'oxyde d'éthylène. Ce composé à 7 moles d'oxyde d'éthylène est liquide à l'air ambiant (25°C) et comprend environ 3% de C14, 30% de C16, 40% de C15, 26% de C 18 et 1% de C20. Il est connu en tant qu'agent mouillant, dispersant et émulsifiant. Le produit DINORAMOX® S7 de la société CECA ARKEMA GROUP convient en particulier pour la présente composition.

[0025] Le composé N-oléyl-1,3-propylène diamine correspond au CAS N° 7173-62-8. En particulier, le produit commercialisé sous la marque DINORAM® O de la société CECA convient pour la présente invention.

[0026] Avantagusement, le solvant est choisi parmi l'isopropylbenzène et le kérosène.

[0027] La présente invention a également pour objet un carburant comprenant au moins une huile minérale, une huile végétale et de l'eau, comprenant en outre la composition émulsionnante selon l'une des caractéristiques décrites ci-dessus.

[0028] Préférentiellement, l'huile minérale est présente, à hauteur de 0% à 97% en poids, l'huile végétale à hauteur de 0% à 97% en poids et l'eau à hauteur de 0,001% à 8% en poids, par rapport au poids total dudit carburant.

[0029] Avantagusement, la composition émulsionnante est présente, en poids, à hauteur de 3% à 48%, par rapport au poids total dudit carburant.

[0030] Un but de la présente invention concerne un procédé de préparation d'une composition émulsionnante telle que décrite ci-dessus, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes consistant à :

- i) réchauffer la N-oléyl-1,3-propylène diamine et la N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine, de manière

à obtenir un premier mélange liquide,

ii) rajouter à ce premier mélange et sous agitation, le solvant, de manière à obtenir une composition émulsionnante liquide.

[0031] Selon une caractéristique de l'invention, l'étape de réchauffage i) s'effectue à une température entre 30°C et 50°C, de préférence entre 35°C et 45°C, et de manière encore plus préférée à 40°C.

[0032] De préférence, l'agitation se fait entre 20 tr/min et 50 tr/min pendant le réchauffage i).

[0033] Selon une caractéristique de l'invention, le réchauffage et l'agitation s'effectue au moins pendant 5 jours.

[0034] Avantagusement, le solvant est l'isopropylbenzène, de sorte que la composition émulsionnante issue de l'étape ii) soit encore liquide à des températures situées entre 0°C et 20°C.

[0035] Un autre but de la présente invention concerne aussi un procédé de fabrication d'un carburant selon l'une des caractéristiques susmentionnées, comprenant l'étape consistant à rajouter à un carburant de base comprenant, par rapport au poids dudit carburant de base, 0% à 99% en poids d'une huile végétale, 0% à 99% en poids d'une huile minérale et 0,01% à 8% en poids d'eau, 3% à 48% en poids, d'une composition émulsionnante telle que décrite ci-dessus.

[0036] De préférence, la composition émulsionnante est obtenue par le procédé de préparation susmentionné.

[0037] La présente invention concerne également l'utilisation de la composition émulsionnante telle que décrite ci-dessus, pour homogénéiser et ré-émulsionner un carburant à base d'huile minérale, d'huile végétale et d'eau.

Description détaillée de l'invention

[0038] Pour mieux faire comprendre l'objet de l'invention, un appareil susceptible de permettre l'obtention des émulsions selon l'invention va être décrit, ci-dessous. Les descriptions qui vont suivre sont données à titre d'exemples purement illustratifs et non limitatifs ; le dessin de l'appareil émulsionneur est un dessin schématique destiné uniquement à illustrer le principe de l'appareil mis en oeuvre pour la réalisation des exemples des émulsions selon l'invention.

Sur les dessins :

[0039]

- la figure 1 représente, en coupe axiale, un appareil émulsionneur permettant d'obtenir les compositions selon l'invention ;
- la figure 2 est une représentation partielle et schématique des palettes du rotor et du stator, palettes dont la coopération permet l'obtention d'un fort taux de cisaillement et, en conséquence, d'une émulsion suffisamment fine pour entrer dans le cadre de la présente invention ;
- la figure 3 est une photographie montrant des ailettes d'une chaudière avant l'utilisation d'un combustible enrichi avec la composition ré-émulsionnante selon la présente invention ;
- la figure 4 représente les mêmes ailettes que la figure 3, mais deux mois et demi après avoir été traitées par la composition ré-émulsionnante selon l'invention.

[0040] Bien que l'appareil émulsionneur représenté sur les figures 1 et 2 ne fasse pas partie de l'invention, on va en donner ci-après une rapide description. On a désigné par 1 dans son ensemble le stator de l'émulsionneur. Le stator 1 est constitué essentiellement de deux parties 1a et 1b assemblées l'une à l'autre au moyen de goujons 2. Le stator 1 reçoit un rotor désigné par 3 dans son ensemble, le rotor 3 étant entraîné en rotation par rapport au stator par un arbre 4. La rotation du rotor 3 et de l'arbre 4 par rapport au stator 1 est permise grâce à un système de paliers étanches 5.

[0041] La partie 1b du stator comporte les canalisations d'arrivée des produits destinés à constituer l'émulsion : par exemple le composant a) est envoyé selon la flèche F1 et le composant b) de l'émulsion est envoyé selon la flèche F2 (ou inversement). L'ensemble pénètre dans le stator qui comporte un porte-lames circulaire 6 fixé par des vis sur la partie 1b du stator, les lames 6a du porte-lames 6 étant radiales et dirigées du côté du rotor 3, c'est-à-dire du côté opposé à l'arrivée des produits à émulsionner. L'extrémité du rotor 3 qui fait vis-à-vis au porte-lames 6 a la forme d'un plateau qui porte des lames radiales 3a. Les lames 3a et 6a sont disposées selon des cercles concentriques, les lames 3a étant situées dans les espaces annulaires circulaires qui existent entre deux cercles successifs de lames 6a.

[0042] Les produits à émulsionner entrent dans la zone comprise entre le porte-lames 6 et le rotor 3 par un orifice circulaire central du porte-lames 6, traversent de façon centrifuge l'espace compris entre le porte-lames 6 et le rotor 3 et sont éjectés à la périphérie dudit espace pour pouvoir être évacués hors de l'appareil selon la flèche F3. Il est clair que le flux de produits entrants subit des cisaillements successifs entre les lames fixes 6a et les lames 3a entraînées en rotation par l'arbre 4. De façon connue, la finesse de l'émulsion obtenue est fonction, notamment, du nombre de cercles concentriques de lames 3a et 6a, de l'espace radial entre les bordures desdites lames et de la vitesse de rotation de l'arbre 4. En d'autres termes, pour un appareil donné et un débit donné, les caractéristiques de l'émulsion obtenue

sont fonction de la vitesse de rotation du rotor.

[0043] De préférence, une vitesse de rotation de l'ordre de 6 500 tours/minute convient pour obtenir des émulsions fluides selon la présente invention.

[0044] Le procédé tel que décrit ci-dessus permet d'obtenir des émulsions homogènes et régulières en continu, toutefois, il est également possible de réaliser les émulsions selon l'invention en discontinu (procédé par lots).

[0045] Comme indiqué ci-dessus, la présente invention a notamment pour objet une composition ré-émulsionnante permettant d'homogénéiser et de ré-émulsionner ensemble les divers composants d'un carburant de base composé d'huile végétale, minérale et d'eau. L'huile végétale ou l'huile minérale peuvent correspondre chacune à 99% de la quantité totale du carburant de base, tandis que l'eau peut correspondre à environ de 0,1 à 8% du carburant de base.

[0046] La composition ré-émulsionnante comprend notamment l'emploi de deux diamines particulières : a) la N-oléyl-1,3-propyl diamine (comme le produit DINIRAM® O) et la b) N N'N' polyoxyéthylène N-suif propylène diamine (en particulier une diamine de suif à 7 mole d'oxyde d'éthylène telle que le produit DIORAMOX® S7), et en outre dans des concentrations également bien particulières, de l'ordre de 5 à 40% pour la première diamine et de l'ordre de 50 à 95% pour la seconde diamine (poids/poids de la composition totale).

[0047] Le présent demandeur a en effet trouvé que ces deux sélections, c'est-à-dire la sélection des amines à utiliser parmi toutes les amines existantes ayant une action émulsionnante d'une part et la sélection des concentrations bien spécifiques d'autre part, permettent d'obtenir une composition qui permet la ré-émulsion d'un carburant qu'il soit à base d'huile minérale et/ou végétale et d'eau.

[0048] Ces deux diamines sont dissoutes grâce à un troisième composé : un solvant tel que l'isopropylbenzène (N° CAS 98-82-8) ou le kérosène.

[0049] D'autres composés peuvent être rajoutés, tels que des fongicides, des bactéricides, et autres additifs habituellement utilisés dans les carburants.

[0050] Les différents avantages de la présente composition peuvent être dus à la structure chimique des différents composés de la composition ré-émulsionnante.

[0051] En effet, les composés complexes à fonction aminée, constitués de longues chaînes à haut poids moléculaire qui peuvent être en partie éthoxylés, permettent d'abaisser dans de grandes proportions les tensions interfaciales entre les composants plus ou moins solubles et les hydrocarbures d'un carburant, assurant ainsi une dispersion du type « peptisation » (à l'échelle moléculaire) des composants insolubles et conférant ainsi au carburant une très grande homogénéité. Cette action peptisante permet de « nettoyer » progressivement les réservoirs des véhicules traités avec la composition selon l'invention. De plus, les composés polaires de la composition protègent les réservoirs (également moteur...) des phénomènes de corrosion.

[0052] L'abaissement des tensions superficielles a aussi pour conséquence un abaissement de la viscosité des combustibles (carburant) et permet aussi de réduire l'angle de tensions interfaciales Combustible/Métal, améliorant ainsi la rhéologie du combustible en transformant l'écoulement turbulent en écoulement laminaire.

[0053] Cette double action aura pour conséquence la formation d'un brouillard plus régulier, très finement divisé, au sein duquel les surfaces de contact avec l'air comburant sont développées au maximum.

[0054] La combustion de ces mélanges d'huiles ainsi ré-émulsionnés apporte ainsi une combustion plus complète et limite fortement la production d'imbrûlés, les cendres contiennent alors un faible taux de carbone.

[0055] De plus, comme cela est démontré dans les essais ci-dessous, les propriétés fortement anti-oxydantes de la composition ré-émulsionnante selon l'invention permettent de lutter contre les corrosions par les composés oxydables des combustibles. Les composés aminés s'opposent en effet à la dissociation des oxydes qui libère de l'oxygène atomique ainsi qu'à celle de l'oxygène moléculaire. L'oxygène atomique « O » est susceptible d'oxyder le trioxyde de soufre SO₃ en sulfate SO₄. La composition ré-émulsionnante a pour effet de perturber le pouvoir de dissolution des oxydes métalliques par les vanadates alcalins et d'avoir un pouvoir "empoisonnant" vis-à-vis des catalyseurs que constituent les oxydes de sodium et de vanadium en particulier.

[0056] En outre, les dérivés azotés jouent un rôle de "limiteur" d'attaque acide.

[0057] Maintenant, des exemples d'émulsion selon l'invention purement illustratifs et non limitatifs de la portée de l'invention vont être décrits. Ces essais ont été effectués afin de démontrer la stabilité du carburant selon la présente invention dans le temps, ainsi que son efficacité.

Exemple 1 : Contrôle de la qualité d'une huile moteur

Composition de la composition (ré) émulsionnante selon l'invention

[0058] Pour cet essai, ainsi que pour les essais suivants (essais 2 à 4), la composition ré-émulsionnante selon l'invention comprend par rapport au poids total de la composition :

- a) 14,76 % de N-oléyl-1,3-propylène diamine (DINORAM® O),

EP 2 305 780 A1

- b) 69,53 % de N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine (DINORAMOX® S7),
- c) 15,71% d'isopropylbenzène.

[0059] Ce test a été effectué sur un moteur diesel d'un camion VOLVO type F10 présentant les caractéristiques suivantes :

Km avant traitement :	603025 Km
Km fin de traitement :	612042 Km
Δ Km parcourus :	9017 Km
Lubrifiant	: Huile SAE40.

Protocole

[0060] Pour vérifier la qualité de l'huile moteur, une feuille de papier filtre à l'horizontale présentant un maillage de 0,1 μ m a été utilisée.

[0061] Le mode opératoire consiste à laisser tourner un moteur diesel fonctionnant grâce à un carburant gasoil ne comprenant pas la composition selon l'invention et ce pendant une durée de dix minutes, dans un air ambiant à 25°C. L'huile était alors à sa température de fonctionnement normal. Par l'intermédiaire de la jauge, une goutte d'huile au centre du papier filtrant a été déposée. Ce papier filtrant a été conservé à l'horizontale sans contact avec une surface solide à l'abri des poussières pendant 24 heures. Puis, une lecture des différentes zones contrastées lors de l'étalement de la goutte d'huile a été effectuée. Un premier papier dit témoin est ainsi obtenu.

[0062] La même procédure a été effectuée, mais cette fois-ci le carburant du camion comprenait la composition (ré) émulsionnée selon l'invention à une concentration de 30 ppm. Un second papier filtre a ainsi été obtenu.

Mode d'interprétation des résultats

[0063] Une tache d'huile détergente est constituée, de l'intérieur vers l'extérieur, de quatre éléments plus ou moins distincts d'une tache à l'autre, qui sont les suivants :

- 1) une partie centrale grise, plus ou moins opaque, dont l'opacité permet de caractériser l'état d'encrassement de l'huile ;
- 2) une auréole plus foncée qui entoure la partie centrale et qui correspond à l'étalement maximum de la goutte d'huile sur la surface du papier ;
- 3) une zone de diffusion moins sombre, qui caractérise le pouvoir dispersif de l'huile détergente ; seules les huiles contenant en suspension des particules charbonneuses, dont la dimension est inférieure à 0,5 micron, donneront une zone de diffusion,
- 4) une zone translucide, imbibée d'huile débarrassée des matières charbonneuses. La couleur plus ou moins jaunâtre peut donner des idées de l'état de d'oxydation de l'huile et de la présence de combustible.

[0064] Pour qu'une huile soit correcte et puisse encore rester en service, il est nécessaire que ces quatre éléments d'une tache puissent être distingués. Il est nécessaire également de tenir compte, que, pour un moteur en bon état, les taches faites pendant les premières heures ne donnent lieu qu'à un halo grisâtre, les quatre éléments ne commençant à être discernables qu'après un certain temps de service, variable d'ailleurs suivant les types de moteurs.

[0065] De cet examen, quatre éléments peuvent être tirés : la détergence, la pollution, l'oxydation et la dilution.

[0066] La détergence : La zone de diffusion 3) donne, par sa largeur, une idée de la détergence; la disparition de cette zone indique que l'huile a perdu tout pouvoir dispersif. Cela peut être dû soit à la saturation du détergent par excès de carboïdes, soit à la floculation du dope (élément constituant la détergence) en présence d'eau.

[0067] La pollution : La zone 1) de la tache est d'autant plus opaque que le pourcentage de carboïdes est plus élevé : vers 5% de dépôts, la partie centrale 1) devient noire et l'auréole 2) disparaît ; si l'huile est encore détergente, la zone de diffusion 3) reste encore apparente; si - et cela arrive souvent en cas de forte pollution - le dope détergent est saturé, la tache ne présente plus qu'une partie centrale entièrement noire cernée par la zone translucide 4).

[0068] L'oxydation : La partie de la zone translucide 4) bordant la zone de diffusion 3) donne, par son jaune plus ou moins foncé, une indication sur l'oxydation de l'huile : une couleur jaune claire indique que l'huile est peu altérée, et une couleur jaune foncé indique que l'huile est oxydée.

[0069] La dilution : Quand l'huile est diluée par le combustible, la zone translucide 4) se termine à l'intérieur par une

bordure claire dont la largeur croît avec l'importance de la dilution.

[0070] Les observations concernant l'oxydation et surtout la dilution sont difficiles à formuler, les deux phénomènes ne se traduisent pas sur le papier par différences de teintes suffisamment marquées, mais des indications peuvent en être tirées, par exemple sur un moteur suivi régulièrement.

Résultats

[0071] Le test a été reproduit après 9017 Km parcourus, le moteur étant alimenté avec du gasoil traité avec la composition (ré)émulsionnante selon l'invention.

[0072] Le papier filtre a été disposé verticalement devant une lumière pour permettre une bonne visualisation des différentes zones. En comparant simultanément les deux papiers filtre obtenus comme expliqué ci-dessus, celui avant traitement et celui après traitement par la présente invention, il apparaît nettement que :

- la zone centrale est beaucoup moins foncée, indiquant une quantité moindre de particules carbonées ;
- la zone extérieure à la partie centrale est nettement moins foncée, les particules sont bien réparties, indiquant un bon niveau de dispersion,
- et la zone en limite extérieure a été dispersée dans la zone précédente et en bordure de la tache, la dilution a disparu.

Conclusion

[0073] Ce test montre ainsi clairement l'importance de l'effet de détergence de la composition selon l'invention : la chambre de combustion de chaque cylindre ayant été nettoyée, la segmentation a joué son rôle d'étanchéité et a permis de retrouver les qualités de l'huile moteur.

Exemple 2 : test de corrosion

2.1 vis-à-vis du cuivre

[0074] Une concentration de 100 ppm de la composition (ré) émulsionnante selon l'invention a été ajoutée à du gasoil. Deux tests ont été effectués : un premier test témoin (lame témoin) correspondant à une lame non traitée avec la composition et un deuxième test correspondant à une lame traitée avec la composition ré-émulsionnante selon l'invention.

Conditions du test

[0075]

Adaptation de la norme	NF M07-015
Eprouvette	Lame de 100 x 25 x 3 mm en cuivre électrolytique pur 99,9 %, laminée, polie, (papier 400, laine d'acier) et dégraissée 3 fois à l'acétone, déshydratée sur tamis moléculaire activé.
Carburant	gasoil
Durée de l'essai	3 heures
Température du bain	50°C ± 1°C
Agitation	magnétique par barreau aimanté (50 tr/min)

[0076] Les deux lames ont été plongées dans du gasoil respectivement non traité et traité avec la composition réémulsionnante selon l'invention dans un bain à une température d'environ 50°C, sous agitation magnétique et pendant trois heures.

Conclusion

[0077] En présence d'eau distillée, aucune corrosion n'apparaît sur la lame cuivrée traitée avec la composition selon l'invention, contrairement à la lame témoin et à la lame non traitée.

2.2 vis-à-vis de l'acier

[0078] Une concentration de 100 ppm de la composition (ré)-émulsionnante selon l'invention a été ajoutée à du gasoil. Deux tests ont été effectués : un premier test témoin (lame témoin) qui correspond à une lame non traitée avec la composition et un deuxième test correspondant à une lame traitée avec la composition ré-émulsionnante selon l'invention.

Conditions du test**[0079]**

Adaptation de la norme	ASTM D665 - 92- "Determination of rust preventing, characteristics of steam turbine oil, in the presence of water"
éprouvette	Lame de 100 x 25 x 3 mm en acier laminé, polie, (papier 400, laine d'acier), dégraissée 3 fois à l'acétone et déshydratée sur tamis moléculaire activé.
Carburant	gasoil
Durée de l'essai	24 heures
Température du bain	60°C ± 1°C
Agitation	magnétique par barreau aimanté (50 tr/min)

[0080] Les deux lames ont été plongées dans du gasoil respectivement non traité et traité avec la composition ré-émulsionnante selon l'invention dans un bain à une température d'environ 60°C, sous agitation magnétique et pendant 24 heures.

[0081] Sur la lame non traitée, des taches de corrosion apparaissent, alors que sur la lame traitée avec la composition de la présente invention, aucune tache de corrosion n'est observée.

Conclusion

[0082] Ce test met en avant le caractère inhibiteur de corrosion de la composition ré-émulsionnante selon l'invention vis-à-vis de l'acier.

Exemple 3 : test de déstructuration des dépôts

[0083] Ce test a été effectué sur des tubes à ailettes d'économiseur d'une cheminée de chaudière de 300 MW. 100 ppm de la composition ré-émulsionnante selon l'invention ont été ajoutés au combustible de la chaudière. Ce combustible comprend les caractéristiques suivantes :

Viscosité à 40°C	3,032 cSt
Masse volumique à 15°C	0,847 g/cm ³
Point de gel	-21°C
Point d'inflammation	68°C
PCI	9 800 Kcal/Kg
Soufre	0,13%
Sodium	0,4771 mg/Kg
Potassium	0,1525 mg/Kg
Vanadium	<0,1 mg/Kg
Eau	315 ppm
Indice de cétane	47

[0084] Avant l'ajout de la composition ré-émulsionnante selon l'invention, les ailettes des tubes de la chaudière dis-

paraissaient sous un dépôt et la corrosion 1 (figure 3) par l'acide sulfurique était visible au niveau des jonctions.

[0085] Après l'ajout de 100 ppm de la composition ré-émulsionnante selon l'invention et ce pendant un traitement de 2,5 mois, les tubes à ailettes se sont naturellement décrassées (sans intervention mécanique ou autre) (voir figure 4).

Conclusion

[0086] La composition ré-émulsionnante a permis une déstructuration progressive du dépôt existant sur les tubes à ailettes et leur maintien dans un état de propreté remarquable sans corrosion apparente.

Exemple 4 : test de contrôle et rétablissement des pressions de compression

[0087] Sur un moteur IR 00 795 de 250 CV d'un camion PEGASO fonctionnant au gasoil, des mesures de pression de la compression de chaque cylindre du moteur diesel ont été effectuées. Le camion présentait 115 533 km avant l'essai (c'est-à-dire avant un fonctionnement avec un gasoil enrichi avec 100 ppm de la composition ré-émulsionnante selon l'invention) et 116 135 km après essai, soit une différence de 602 km.

[0088] L'utilisation d'un appareil de type Henry, monté sur chaque cylindre, sur de faux injecteurs, a permis d'obtenir les pressions de compression de chaque cylindre.

[0089] L'opération a ainsi été effectuée sans et avec la composition ré-émulsionnante selon l'invention à une concentration de 100 ppm.

[0090] Les résultats obtenus ont été les suivants :

Numéro de cylindre	Pressions de compression	
	lors de l'essai avec du gasoil seul	lors de l'essai avec du gasoil enrichi avec la composition ré-émulsionnante à 100 ppm selon l'invention
1	26	26
2	25	25,7
3	24	25,5
4	24	25,5
5	22,7	25,4
6	22,2	25,5

[0091] L'analyse comparative des résultats, cylindre par cylindre et sur l'ensemble des cylindres, a permis de constater un rétablissement des pressions de compression et un nivellement général des pressions de compression lorsque la composition ré-émulsionnante selon l'invention était ajoutée au gasoil.

[0092] Ces résultats démontrent bien l'effet détergent et déstructurant de la composition ré-émulsionnante au niveau des chambres de combustion du moteur.

[0093] En conclusion, la composition selon la présente invention permet tout d'abord de ré-émulsionner les fines gouttelettes d'eau contenues dans des mélanges d'huiles minérales et/ou végétales. La composition est de plus un excellent agent peptisant, stabilisant, mouillant, détergent et anticorrosion qui agit depuis le stockage jusqu'aux conduits d'évacuation des fumées. En outre, elle permet la réduction de la prolifération bactérienne par déstructuration du ou des dépôts organiques et/ou inorganiques due à l'effet nettoyant du produit ré-émulsionnant maintenant les surfaces propres.

[0094] Bien que l'invention ait été décrite en relation avec un mode de réalisation particulier, il est bien évident qu'elle n'y est nullement limitée et qu'elle comprend tous les équivalents techniques des moyens décrits ainsi que leurs combinaisons si celles-ci entrent dans le cadre de l'invention.

Revendications

1. Composition émulsionnante destinée à homogénéiser et ré-émulsionner un carburant, comprenant en poids, par rapport au poids total de ladite composition,

- a) 5% à 40 % de N-oléyl-1,3-propylène diamine,
- b) 50% à 95% de N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine,

c) 5% à 40 % d'un solvant.

2. Composition émulsionnante selon la revendication 1, comprenant en poids, par rapport au poids total de l'émulsion :

- a) 12% à 16% de N-oléyl-1,3-propylène diamine,
- b) 60% à 78% de N N'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine,
- c) 12% à 18 % d'un solvant.

3. Composition émulsionnante selon l'une des revendications 1 à 2, dans laquelle le solvant est choisi parmi l'isopropylbenzène et le kérosène.

4. Carburant comprenant au moins une huile minérale, une huile végétale et de l'eau, **caractérisé en ce qu'il** comprend en outre la composition émulsionnante selon l'une des revendications 1 à 3.

5. Carburant selon la revendication 4, dans lequel l'huile minérale est présente, à hauteur de 0% à 97% en poids, l'huile végétale à hauteur de 0% à 97% en poids et l'eau à hauteur de 0,001% à 8% en poids, par rapport au poids total dudit carburant.

6. Carburant selon l'une des revendications 4 et 5, dans lequel la composition émulsionnante est présente, en poids, à hauteur de 3% à 48%, par rapport au poids total dudit carburant.

7. Procédé de préparation d'une composition émulsionnante selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes consistant à :

- i) réchauffer la N-oléyl-1,3-propylène diamine et la NN'N'-polyoxyéthylène N-suif propylène diamine, de manière à obtenir un premier mélange liquide,
- ii) rajouter à ce premier mélange et sous agitation, le solvant, de manière à obtenir une composition émulsionnante liquide.

8. Procédé de préparation d'une composition émulsionnante selon la revendication 7, dans lequel l'étape de réchauffage i) s'effectue à une température entre 30°C et 50°C, de préférence entre 35°C et 45°C, et de manière encore plus préférée à 40°C.

9. Procédé de préparation d'une composition émulsionnante selon l'une des revendications 7 et 8, dans lequel l'agitation se fait entre 20 tr/min et 50 tr/min pendant le réchauffage i).

10. Procédé de préparation d'une composition émulsionnante selon l'une des revendications 7 à 9, dans lequel le réchauffage et l'agitation s'effectue au moins pendant 5 jours.

11. Procédé de préparation d'une composition émulsionnante selon l'une des revendications 7 à 10, dans lequel le solvant est l'isopropylbenzène, de sorte que la composition émulsionnante issue de l'étape ii) soit encore liquide à des températures situées entre 0°C et 20°C.

12. Procédé de fabrication d'un carburant selon l'une des revendications 4 à 6, comprenant l'étape consistant à rajouter à un carburant de base comprenant, par rapport au poids dudit carburant de base, 0% à 99% en poids d'une huile végétale, 0% à 99% en poids d'une huile minérale et 0,01% à 8% en poids d'eau, 3% à 48% en poids d'une composition émulsionnante selon l'une des revendications 1 à 3.

13. Procédé de fabrication d'un carburant selon la revendication 12, dans lequel la composition émulsionnante selon l'une des revendications 1 à 3 est obtenue par le procédé de préparation selon l'une des revendications 7 à 10.

14. Utilisation de la composition émulsionnante selon l'une des revendications 1 à 3, pour homogénéiser et ré-émulsionner un carburant à base d'huile minérale, d'huile végétale et d'eau.

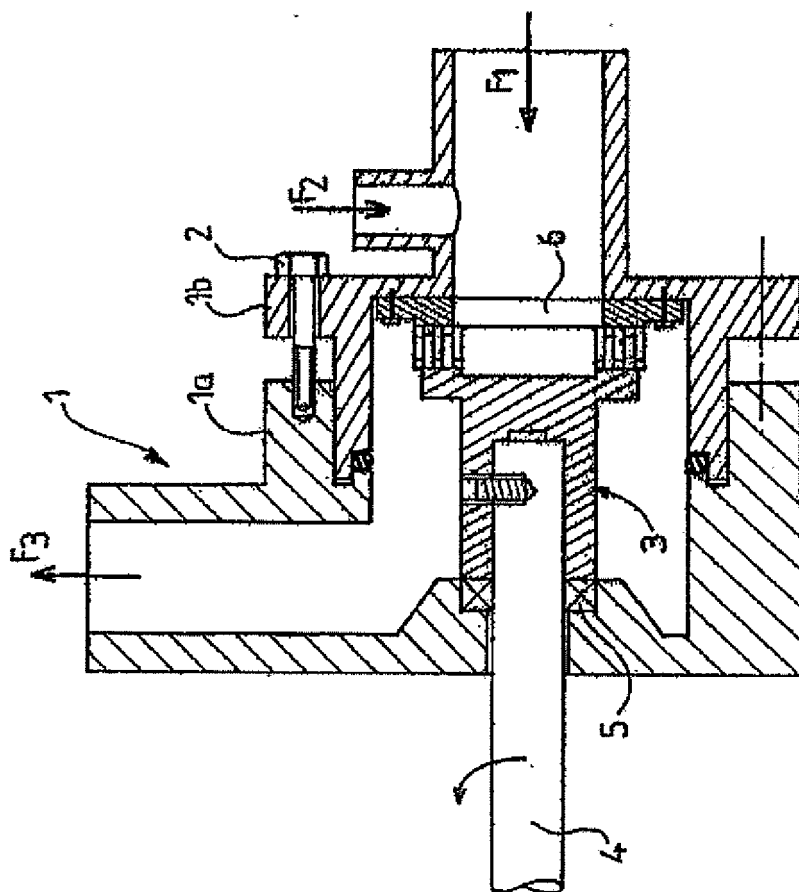


FIG.1

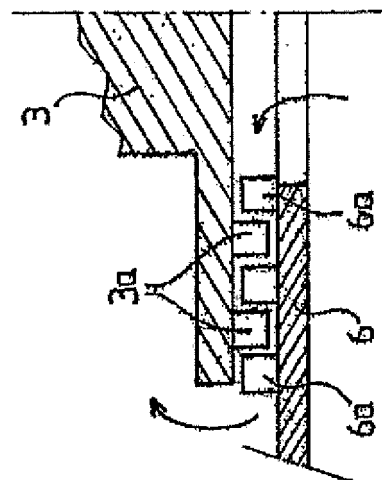


FIG.2

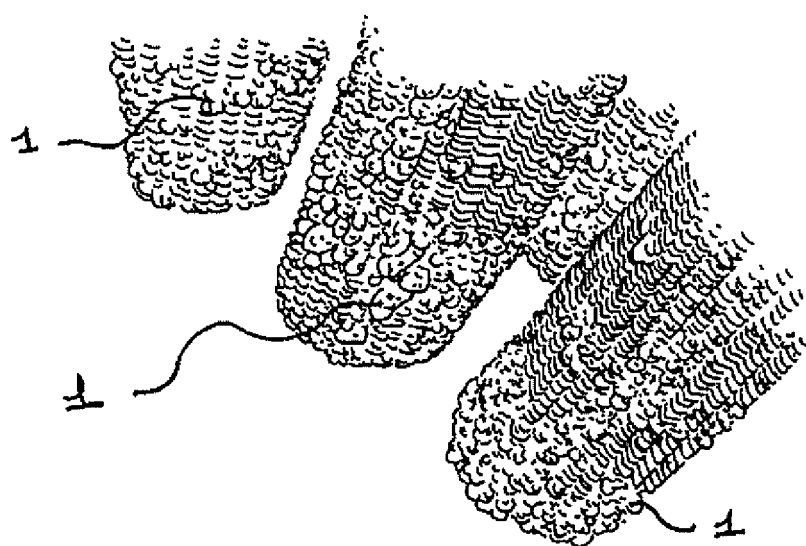


FIG. 3

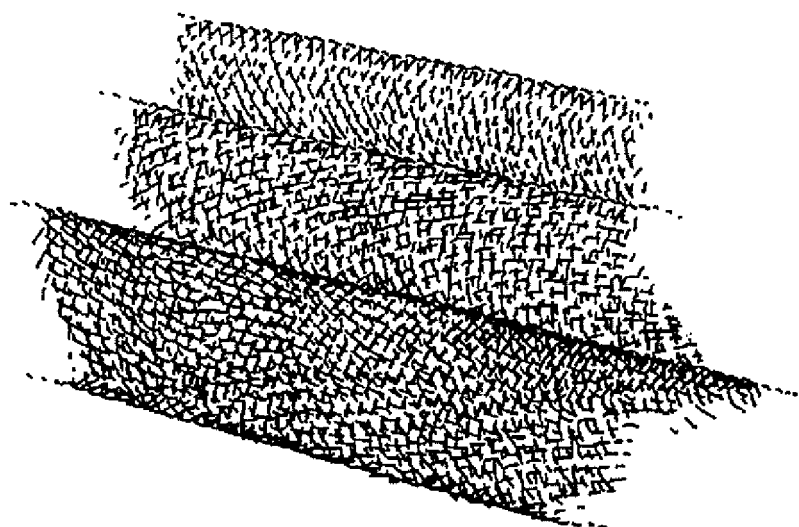


FIG. 4



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 10 17 7034

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
A	EP 0 303 862 A1 (WYNN OIL CO WYNN OIL CO [US]) 22 février 1989 (1989-02-22) * page 4, ligne 14-20 * * page 4, ligne 31-35 * * page 2, alinéa 1 * -----	1-14	INV. C10L1/32 C10L1/14
A	WO 2007/128776 A1 (BASF AG [DE]; NGUYEN-KIM SON [DE]; KAISER THOMAS [DE]) 15 novembre 2007 (2007-11-15) * page 9, ligne 33-34; revendications 1-15 * * page 16, ligne 8-14 * * page 16, ligne 26-30 * -----	1-14	
A	US 4 459 132 A (KAUFMAN BENJAMIN J [US] ET AL) 10 juillet 1984 (1984-07-10) * colonne 3, ligne 40-50; revendications 1-25 * * colonne 4, ligne 3-10 * -----	1-14	
A	US 4 810 261 A (SUNG RODNEY L [US] ET AL) 7 mars 1989 (1989-03-07) * abrégé; revendications * * colonne 7, ligne 20-53 * -----	1-14	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) C10L
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 7 janvier 2011	Examineur Bertin, Séverine
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

1

EPO FORM 1503 03.02 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 10 17 7034

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

07-01-2011

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0303862 A1	22-02-1989	AR 240745 A1	31-10-1990
		BR 8803874 A	14-03-1989
		DE 3880047 D1	13-05-1993
		DE 3880047 T2	09-09-1993
		ES 2040784 T3	01-11-1993
		JP 1152193 A	14-06-1989
		JP 1907843 C	24-02-1995
		JP 6031357 B	27-04-1994
		MX 171825 B	18-11-1993
		NZ 225574 A	25-06-1991
		US 4857073 A	15-08-1989
WO 2007128776 A1	15-11-2007	CA 2651094 A1	15-11-2007
		CN 101484130 A	15-07-2009
		EP 2023892 A1	18-02-2009
		JP 2009535382 T	01-10-2009
		KR 20090014188 A	06-02-2009
		RU 2008147619 A	10-06-2010
		US 2009257960 A1	15-10-2009
US 4459132 A	10-07-1984	AUCUN	
US 4810261 A	07-03-1989	AUCUN	

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82