

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication : **2 985 316**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **12 00025**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **G 01 N 33/22 (2013.01), F 02 M 25/00**

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 04.01.12.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 05.07.13 Bulletin 13/27.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : RHODIA OPERATIONS — FR.

⑦2 Inventeur(s) : HARLE VIRGINIE et SEGUELONG  
THIERRY.

⑦3 Titulaire(s) : RHODIA OPERATIONS.

⑦4 Mandataire(s) : RHODIA OPERATIONS Société par  
actions simplifiée.

⑤4 **PROCEDE POUR LE DIAGNOSTIC EXTERNE DU DYSFONCTIONNEMENT D'UN DISPOSITIF  
D'ADDITIVATION D'UN ADDITIF DANS UN CARBURANT POUR UN VEHICULE.**

⑤7 Le procédé de l'invention est un procédé pour le diagnostic externe du dysfonctionnement d'un dispositif d'additivation d'au moins un additif dans un carburant pour un véhicule à moteur à combustion interne et il est caractérisé en ce qu'il comprend une étape (a) d'analyse du carburant pour mesurer la teneur en additif dans le carburant; une étape (b) de comparaison entre la teneur en additif mesurée lors de l'étape précédente et une teneur théorique; et une étape (c) d'analyse de l'écart entre la teneur mesurée et la teneur théorique par rapport à l'écart maximal autorisé pour la teneur en additif.

FR 2 985 316 - A1



PROCEDE POUR LE DIAGNOSTIC EXTERNE DU  
DYSFONCTIONNEMENT D'UN DISPOSITIF D'ADDITIVATION D'UN  
ADDITIF DANS UN CARBURANT POUR UN VEHICULE

5

L'invention concerne un procédé pour le diagnostic externe du dysfonctionnement d'un dispositif d'additivation d'un additif dans un carburant pour un véhicule à moteur à combustion interne.

10 Les nouvelles technologies moteur, comme les moteurs diesel à système Common Rail et à injection très haute pression de carburant ou encore les moteurs essence à injection directe sont très performantes mais toutefois très sensibles à la qualité du carburant.

15 Ainsi, il y a un bénéfice à utiliser un carburant contenant des additifs améliorant sa qualité, notamment les additifs d'amélioration de la distribution du carburant dans le moteur, les additifs d'amélioration des performances du fonctionnement du moteur et les additifs d'amélioration de la stabilité du fonctionnement du moteur. Il s'agit par exemple d'agents détergents, d'additifs de lubrification ou encore d'additifs anticorrosion.

20 Toutefois, la qualité des carburants commerciaux disponibles ne permet pas toujours d'alimenter le moteur avec un carburant contenant suffisamment d'additifs. Par ailleurs, les carburants répondent à travers le monde à des normes plus ou moins exigeantes et possèdent donc une qualité variable. Il y a donc intérêt pour un fonctionnement optimal du moteur à adapter la concentration en additif contenue dans le carburant.

25 De plus, pour répondre aux nouvelles normes de contrôle des émissions des véhicules, notamment diesel, les véhicules sont progressivement équipés de moyens de dépollution de type filtre à particules (FAP). C'est déjà le cas en Europe depuis l'avènement de la norme Euro 5. Dans la plupart des cas, un catalyseur est utilisé pour aider à brûler les suies périodiquement et ainsi régénérer le FAP. L'utilisation d'un additif de régénération du FAP, vectorisé par le carburant alimentant le moteur ou encore « Fuel Borne Catalyst » (FBC), s'est avéré répondre à de nombreux critères puisqu'elle permet de régénérer le FAP plus rapidement et à plus basse température que la technologie concurrente appelée Catalysed Soot Filter (CSF) ou Filtre à  
30 Particules Catalysé (C-DPF).  
35

On a donc intérêt à équiper le véhicule d'un dispositif embarqué permettant d'introduire dans le carburant un additif d'aide à la régénération du

FAP et/ou des additifs carburants améliorant la qualité du carburant et/ou le fonctionnement du moteur et/ou sa durabilité.

On sait qu'il existe des systèmes permettant d'introduire dans le carburant de tels additifs, notamment les additifs catalytiques FBC d'aide à la  
5 régénération des filtres à particules. Ces systèmes reposent généralement sur un réservoir de grande taille, de 1 à 3 litres minimum de volume, renfermant la réserve d'additif et qu'il faut implanter dans des zones proches du réservoir à carburant.

Le dosage de l'additif est alors généralement réalisé à l'aide de pompes  
10 doseuses de haute précision pilotées par une unité centrale électronique (ECU) additionnelle. Ce dispositif de dosage est géré de manière fine afin d'assurer une teneur en additif dans le carburant suffisante pour permettre une bonne régénération du FAP, mais pas trop excessive pour éviter l'encrassement prématuré du FAP du fait des résidus minéraux de  
15 régénération du FAP qui restent collectés en son sein.

Classiquement lorsque le niveau de carburant augmente dans le réservoir, suite à l'ajout de carburant, un calculateur indique à la pompe la quantité d'additif à injecter dans le réservoir de façon à maintenir une concentration en additif constante dans le carburant et ceci à tout moment.

20 L'ensemble de ces dispositifs (pompe / réservoir) ne dispose d'aucun moyen pour détecter de façon simple un dysfonctionnement du dispositif. On peut entendre par dysfonctionnement le fait que le dispositif ne délivre pas d'additif contrairement à la consigne qui lui est demandé par exemple suite à l'ajout de carburant lorsque l'additivation est asservie à ce paramètre. On peut  
25 entendre aussi par dysfonctionnement le fait que la quantité additivée soit significativement différente de la quantité théorique à injecter.

Les dysfonctionnements peuvent avoir de multiples origines comme une malfaçon sur un équipement de série (pompe, ECU...) ou encore un mauvais raccordement ou branchement de l'ensemble du dispositif. Dans ces cas, le  
30 dysfonctionnement apparaît dès la première demande d'additivation. Il existe de multiples autres causes possibles pouvant être à l'origine du dysfonctionnement du dispositif.

En cas de dysfonctionnement, les dispositifs actuellement en place n'identifient pas généralement de façon directe la défaillance du système  
35 d'additivation. L'ECU du véhicule va par exemple dans le cas d'un FBC détecter une défaillance du système de dépollution, notamment une mauvaise régénération du FAP sans identifier la cause véritable de la défaillance c'est-à-dire une mauvaise additivation ou une absence d'additivation.

Par ailleurs, la détection peut se faire après un laps de temps plus ou moins long après l'additivation défectueuse : typiquement dans l'exemple donné pour la régénération du FAP, on identifiera le dysfonctionnement après la régénération du FAP, donc typiquement après plus de 500 à 700 km soit  
5 plusieurs heures après l'additivation, voire uniquement après plusieurs demandes de régénération du FAP.

Dans cet exemple, ce défaut d'additivation peut avoir de graves conséquences comme la destruction du FAP et engendrer des coûts importants de remise en conformité.

10 A l'opposé un excès d'additif FBC ne sera pas détecté lors des régénérations du FAP puisque celui-ci se régénérera sans difficulté. Le défaut apparaîtra uniquement après un parcours de plusieurs dizaines de milliers de kilomètres du véhicule lorsque le FAP sera prématurément obstrué par un excès de cendres provenant du FBC résiduel dans le FAP après la  
15 combustion des suies.

Il en est de même dans le cas des autres additifs de carburant : dans ce cas la détection est encore plus délicate car de nombreux autres paramètres peuvent influencer le fonctionnement du moteur. Les conséquences, par exemple sur la détérioration des pompes haute pression ou des injecteurs  
20 haute pression, n'en restent pas moins très importantes et onéreuses dans le cas où ces organes doivent être remplacés.

Il y a donc un besoin de pouvoir détecter rapidement un défaut du système d'additivation du véhicule : on entend par rapidement le fait de pouvoir détecter la défaillance dès la première injection, tout particulièrement  
25 sur l'usine de production ou d'assemblage du véhicule ou avant que le véhicule ne soit livré au client.

Il y a aussi intérêt à déterminer si le dysfonctionnement correspond à une absence d'injection ou bien à un écart entre la quantité injectée et la quantité théoriquement injectée. Ceci permet d'aider dans le diagnostic de la  
30 défaillance et de mettre en place la ou les actions correctives plus rapidement et/ou plus efficacement.

Il y a aussi un besoin dans la maintenance ou la réparation du système en concession et en atelier de réparation automobile, par exemple après avoir fait l'appoint de FBC dans son réservoir spécifique (refilling) dans le cas d'un  
35 véhicule avec FAP, ou après avoir remplacé le réservoir de carburant par suite d'un accident ou d'une rupture de sa paroi, ou après avoir changé la pompe de dosage d'additif sur le véhicule par exemple.

Plus généralement, il y a un besoin en cas de défaillance, notamment d'alerte via le système de diagnostic de défaillance central (On Board Diagnostic ou OBD) comme par exemple l'OBD de la ligne de dépollution, de déterminer si le système d'additivation est en cause.

5 L'objet de l'invention est donc de répondre à ces besoins.

Dans ce but, le procédé selon l'invention est un procédé pour le diagnostic externe du dysfonctionnement d'un dispositif d'additivation d'au moins un additif dans un carburant pour un véhicule à moteur à combustion interne et il est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

10 - (a) une étape d'analyse du carburant pour mesurer la teneur en additif dans le carburant;

- (b) une étape de comparaison entre la teneur en additif mesurée lors de l'étape précédente et une teneur théorique;

15 - (c) une étape d'analyse de l'écart entre la teneur mesurée et la teneur théorique par rapport à l'écart maximal autorisé pour la teneur en additif.

Ce procédé a l'avantage de pouvoir être mis en œuvre facilement à tout moment et avec un dispositif dont le fonctionnement est simple.

20 D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention apparaîtront encore plus complètement à la lecture de la description qui va suivre ainsi que d'un exemple concret mais non limitatif destiné à l'illustrer.

Ce procédé de l'invention est adapté à tous les systèmes et dispositifs de stockage d'additif et d'additivation dans le carburant comme :

25 - les systèmes d'additivation comprenant un réservoir rigide ou souple d'additif, une pompe de dosage d'additif et un calculateur permettant de déterminer et d'introduire l'additif dans le carburant de manière contrôlée, en fonction des données disponibles sur le véhicule. Un système d'additivation de ce type est décrit dans la demande de brevet US 2008/0037908 par exemple;

30 - les systèmes de stockage et d'additivation intégrés dans le périmètre du filtre à carburant comme cela est décrit dans les demandes de brevet US 6238554 ; US 2009/0101561 et US 2001/0000400 notamment;

- les systèmes de stockage et d'additivation qui sont connectés directement sur la ligne à carburant et hors des périmètres décrits précédemment, par exemple intégrés directement dans la ligne à carburant comme décrit dans le brevet US 6827750 par exemple.

35 Le procédé de l'invention s'applique aussi aux différentes formes d'additifs, qu'ils soient utilisés sous forme d'un vecteur liquide, plus ou moins visqueux, ou sous forme de vecteurs gels ou solides dispersables ou solubles

dans les carburants utilisés avec une vitesse de solubilité ou de dispersabilité plus ou moins contrôlée.

Le procédé de l'invention comporte une première étape, étape (a), dans laquelle on analyse le carburant en vue de mesurer sa teneur en additif.

5 Comme on le verra plus loin l'analyse peut ne pas être basée sur une mesure directe de la teneur en additif dans le carburant mais sur une mesure indirecte, c'est-à-dire sur la mesure d'une caractéristique ou d'un paramètre du carburant qui est corrélé à cette teneur, par exemple l'absorbance d'un rayonnement par le carburant.

10 Dans une seconde étape, étape (b), on compare les résultats de la mesure dans l'étape précédente avec une valeur théorique de manière à mettre en évidence un éventuel écart entre la valeur mesurée et la valeur théorique.

15 La dernière étape, étape (c), est une étape d'analyse de l'écart entre la teneur mesurée et la teneur théorique par rapport à l'écart maximal autorisé pour la teneur en additif. Par étape d'analyse on entend d'une part la détection d'un écart et d'autre part la vérification que cet écart est supérieur ou non à une valeur maximale d'écart, fixée au préalable.

20 Si cet écart est supérieur à la valeur maximale précitée, le procédé de l'invention peut comprendre alors une étape d'alerte.

25 Cette valeur maximale fixée est celle au-delà de laquelle on estime qu'il y a un dysfonctionnement et elle est déterminable par l'homme du métier : elle dépend notamment du type d'additif utilisé, de la sensibilité du dispositif de détection choisi, du type de véhicule et/ou de moteur, du type de technologie moteur, du type de carburant utilisé par le véhicule, notamment de la norme en vigueur dans la zone géographique d'utilisation du véhicule, de la technologie de dépollution, notamment du type de FAP etc....

30 Lorsqu'un écart est observé entre la valeur mesurée et la valeur théorique et que cet écart est supérieure à la valeur maximale d'écart toléré, le dispositif d'additivation du véhicule est considéré comme défaillant. Le véhicule peut alors être isolé des autres véhicules et des actions correctives peuvent être entreprises pour remédier à la défaillance.

35 Une fois les actions correctives effectuées, une demande d'additivation est demandée au véhicule puis une seconde série d'analyse est lancée pour s'assurer que l'additivation est conforme à l'objectif et que la défaillance a été corrigée.

Le procédé peut être appliqué à fréquence définie et/ou sur événement.

Le procédé de l'invention est un procédé de diagnostic externe, on entend par là qu'il n'est pas mis en œuvre avec un dispositif embarqué sur le véhicule.

5 Ainsi selon un premier mode de réalisation, ce procédé est appliqué dans une usine de montage de véhicules, notamment en bout de chaîne de montage et il peut s'insérer dans la série de tests effectués sur le véhicule en fin de chaîne de montage.

10 Selon un autre mode de réalisation, le procédé de l'invention est appliqué dans une concession où sont vendus les véhicules ou encore dans un atelier de réparation automobile et il peut être utilisé pour diagnostiquer une défaillance éventuelle du système d'additivation ou contrôler son bon fonctionnement suite à une modification.

15 Toute technique analytique permettant de détecter la présence, la quantité d'additif et /ou la variation de cette quantité dans le carburant pourra être utilisée. Le choix de cette technique dépendra de l'additif et du carburant.

Toutefois et selon un mode de réalisation particulier, l'analyse du carburant se fait par une technique d'analyse spectroscopique.

20 Plus précisément, la détection et la mesure d'une quantité d'additif dans le carburant sont basées sur une méthode spectroscopique utilisant la technologie infra-rouge : proche infra-rouge (typiquement de 780 à 1400 nm), infra-rouge moyen (typiquement de 1400 à 3000 nm) voire infra-rouge lointain (typiquement 3000 à 1 000 000 nm), visible (typiquement 780 à 380 nm), ultra-violet proche (380-200 nm) ou encore ultraviolet extrême (200 -100 nm). De préférence on utilisera une spectroscopie proche infra-rouge (ou PIR), visible  
25 ou ultra-violet proche dans la gamme de longueur d'onde comprise entre 190 et 2500 nm. En effet ces spectroscopies sont bien adaptées à l'analyse des carburants et elles peuvent être mises en œuvre pour des méthodes d'analyse qui sont très sensibles à un changement de composition du carburant.

30 Les dispositifs pour l'analyse par spectroscopie comprennent généralement :

- un dispositif d'éclairage configuré pour générer un faisceau lumineux couvrant la gamme de longueur d'onde choisie;
- une sonde configurée pour que le faisceau lumineux issu du dispositif d'éclairage interagisse avec le carburant à analyser;
- 35 - un dispositif d'analyse spectrale configuré pour recevoir le faisceau lumineux après avoir interagi avec le carburant à analyser et pour fournir des mesures en fonction d'une quantité de lumière reçue pour différentes plages de longueur d'onde.

Selon un mode de réalisation préféré, le dispositif d'analyse est conçu pour fonctionner sur une longueur d'onde spécifique, longueur d'onde sélectionnée au regard du type d'additif et du type de carburant (notamment essence ou diesel) et permettant de développer un écart de signal maximal entre le carburant additivé et le carburant non additivé.

De tels dispositifs sont par exemple décrits dans WO 2009/047605, WO 2009/047607 ou encore WO 2009/047608.

Ces technologies permettent l'utilisation de spectromètres sans pièce mobile de type réseau dispersif, transformé de Fourier, diodes émettrices ou autres. Elles peuvent aussi être miniaturisées et les systèmes d'émission et de détection peuvent être reliés l'un à l'autre par l'intermédiaire de fibres optiques. Ainsi ces technologies sont facilement intégrables dans une usine, un atelier de réparation ou une concession automobile. Elles sont également robustes et de faible coût.

Selon un mode de réalisation préféré, le dispositif d'analyse du carburant est un dispositif de spectroscopie visible monolongueur d'onde, typiquement 780 à 380 nm. Il existe de tels appareillages qui sont compacts, très simples à utiliser, notamment pour des personnes n'ayant pas de connaissances particulières en analyse ou chimie, et de faible coût.

Il faut noter que le procédé de l'invention s'applique notamment aux véhicules dont les moteurs utilisent de l'essence ou du diesel comme carburant. Ces carburants peuvent contenir des fractions de biocarburants, notamment le bioalcools comme le bioéthanol, les huiles végétales, les esters gras d'huiles végétales comme les esters méthyliques d'acides gras répondant à la norme EN14214.

Le procédé de l'invention peut être utilisé plus particulièrement dans le cas où l'additif est un additif de régénération des filtres à particules notamment de type FBC.

Comme indiqué plus haut, ce procédé s'applique aux véhicules équipés d'un dispositif de distribution d'un additif dans un circuit de circulation de carburant du moteur du véhicule.

Le procédé de l'invention s'utilise pour contrôler le fonctionnement du dispositif de distribution de l'additif d'un véhicule neuf c'est-à-dire dans les toutes premières heures de fonctionnement du véhicule ou plus généralement pour contrôler le fonctionnement du dispositif de distribution de l'additif d'un véhicule. Dans le cas d'un véhicule neuf, de préférence, ce procédé est mis en œuvre dès que la première additivation est demandée, idéalement dès la fin de fabrication du véhicule. Ce contrôle peut être fait à tout moment,

notamment soit sur l'usine de montage soit dans une concession avant la remise du véhicule, comme indiqué plus haut.

5 A noter que ce procédé s'applique également au cas d'un véhicule dit « retrofitté ». Par retrofitté, on entend un véhicule ayant déjà roulé qui est modifié de façon à l'équiper d'un dispositif de distribution d'un additif dans son circuit de circulation de carburant. On entend aussi par retrofitté, un véhicule équipé d'un dispositif de distribution d'un additif dans son circuit de circulation de carburant ayant déjà roulé mais pour lequel le dispositif de distribution de l'additif et/ou l'additif et/ou son réglage a été modifié.

10 Par ailleurs, les véhicules peuvent être des véhicules dits « off road », tels que des engins de chantier, ou des véhicules dits « on road », tels que des véhicules automobiles.

L'appareil d'analyse permettant de détecter la présence, la quantité d'additif et/ou la variation de cette quantité dans le carburant sera donc installé à proximité du lieu où l'on souhaite faire le contrôle du fonctionnement du dispositif d'additivation. Notamment dans le cas d'un contrôle sur l'usine de fabrication et/ou assemblage du véhicule, l'appareil de mesure peut être installé notamment soit dans un laboratoire central de l'usine soit installé en bord de chaîne de montage, notamment en fin de chaîne de montage dans la zone où les contrôles du véhicules sont effectués.

20 L'appareil peut aussi être installé dans un atelier de réparation ou une concession pour effectuer un contrôle du système d'additivation avant remise du véhicule. Ce cas est particulièrement intéressant dans le cas d'un retrofit du véhicule mais aussi à la suite d'une maintenance ou une réparation sur le système de stockage et de dosage d'additifs.

25 Ce procédé peut aussi être utilisé dans un atelier de réparation ou une concession pour aider à diagnostiquer une défaillance, notamment une défaillance du système de dépollution, dans le cas d'un véhicule équipé d'un dispositif d'introduction d'un additif ou encore d'un véhicule fonctionnant avec une additivation manuelle d'additif (comme dans le cas de l'ajout de « dosette » directement dans le réservoir par l'utilisateur).

30 Le procédé peut être mis en œuvre selon différentes variantes qui vont être décrites ci-dessous.

Ainsi, le procédé peut comprendre, préalablement à l'étape (a), une étape de prélèvement d'un échantillon de carburant du réservoir du véhicule. Le volume de l'échantillon prélevé dépendra du volume nécessaire pour réaliser l'analyse et donc de l'analyse choisie. Généralement moins de 100 ml

sont suffisants pour la plupart des analyses. L'analyse de l'étape (a) est alors réalisée sur l'échantillon ainsi prélevé.

Selon une autre variante, le procédé comprend après l'étape (a) précitée

- une étape (a1) de demande d'additivation au dispositif d'additivation;
- 5 - une étape (a2) d'analyse du carburant après la demande d'additivation;
- une étape (a3) de calcul de la teneur en additif ajouté à l'étape (a1) par différence entre l'analyse du carburant avant et après additivation;

l'étape (b) précitée étant une étape de comparaison entre la teneur en additif mesurée après l'étape (a3) et une teneur théorique.

- 10 Dans le cas de cette variante, on peut aussi effectuer une étape de prélèvement d'un échantillon de carburant du réservoir du véhicule préalablement à l'étape (a).

- Selon encore une autre variante, l'étape de prélèvement d'un échantillon de carburant du réservoir du véhicule peut être supprimée dans le cas d'une
- 15 analyse en ligne de la présence ou de la concentration en additif, notamment dans le cas d'une analyse basée sur une spectroscopie optique de préférence par infrarouge, proche infrarouge, visible ou ultra-violet. Afin d'éviter des prélèvements, l'analyse peut se faire soit en ligne par un dispositif miniaturisé en sortie du réservoir à l'alimentation du moteur soit directement dans le
- 20 réservoir du véhicule. Le dispositif de mesure est alors par exemple composé d'un spectromètre, type Ocean Optics ou Avantes ou n'importe quel spectromètre capable soit de mesurer à une longueur d'onde fixe soit le spectre complet, associé à une fibre optique suffisante en longueur pour placer dans le réservoir une sonde permettant la mesure in situ. La sonde sera
- 25 de préférence une sonde à transmission. Cette mesure permettra de déterminer le bon fonctionnement de l'ensemble d'addition de l'additif et de supprimer tout prélèvement et toute manipulation de carburant ce qui permet de réaliser le procédé selon l'invention à n'importe quel endroit sans avoir recours à des précautions / installations garantissant des conditions correctes
- 30 de manipulation de carburant.

- Le procédé mettant en œuvre les étapes (a), (b), (c) précitées peut être utilisé plus particulièrement dans le cas où l'on connaît les caractéristiques du carburant présent dans le réservoir du véhicule, ce qui est le cas d'un contrôle sur les chaînes de montage en usine. Dans le cas de l'utilisation d'une
- 35 technique d'analyse spectroscopique, on entend par caractéristique du carburant essentiellement son absorbance dans la gamme de longueur utilisée.

Le procédé selon la variante mettant en œuvre les étapes (a1), (a2) et (a3) précitées, sera de préférence utilisé dans le cas où l'on ne connaît pas les caractéristiques du carburant présent dans le réservoir, ce qui peut être le cas notamment dans les ateliers de réparation.

5 Les différents additifs pouvant être utilisés par le dispositif de distribution selon l'invention vont maintenant être plus particulièrement décrits, ces additifs étant bien connus dans le domaine technique concerné ici.

Ces additifs peuvent être classés en deux catégories : d'une part ceux qui ont une fonction catalytique d'aide à la régénération des filtres à particules et d'autre part ceux qui ont une fonction autre qu'une fonction catalytique  
10 comme les additifs d'amélioration de la distribution du carburant dans le moteur, les additifs d'amélioration des performances du fonctionnement du moteur, les additifs d'amélioration de la stabilité du fonctionnement du moteur.

Les additifs utilisés se présentent généralement sous forme liquide et  
15 peuvent être constitués d'un liquide ou d'un mélange de liquides, d'une suspension colloïdale dans une base liquide, ou sous forme de gel dont la viscosité permet l'écoulement de l'additif.

On peut également toutefois utiliser des additifs solides qui vont progressivement se dissoudre ou se désagréger pour libérer la quantité  
20 d'additif nécessaire dans le carburant.

#### Les additifs d'aide à la régénération

Ces additifs sont idéalement liquides dans la plage de température de fonctionnement, comprise généralement entre 20 et 45°C mais ils peuvent aussi être sous une autre forme physique comme un gel ou encore un solide.

25 Ces additifs peuvent contenir tout type de catalyseur efficace pour catalyser la combustion des suies notamment le platine, le strontium, le sodium, le manganèse, le cérium, le fer et /ou leur combinaison.

La quantité d'additif nécessaire dans le carburant est généralement au moins d'environ 1 ppm et au plus d'environ 100 ppm, cette quantité étant  
30 exprimée en masse d'élément additif métallique par rapport à la masse de carburant.

Ces additifs peuvent se présenter sous la forme d'un sel organométallique ou d'un mélange de sels organométalliques solubles ou dispersibles dans le carburant. Ces sels sont caractérisés en ce qu'ils  
35 comprennent au moins une partie métallique et une partie organique complexante généralement d'origine acide, le tout en suspension dans un solvant.

Les additifs FBC peuvent aussi se présenter sous la forme d'un complexe organométallique ou d'un mélange de complexes organométalliques solubles ou dispersibles dans le carburant. Ces complexes sont caractérisés en ce qu'ils comprennent au moins une partie métallique et au moins deux parties organiques complexantes. Un tel produit est par exemple décrit dans GB 2 254 610.

Egalement, les additifs FBC peuvent aussi se présenter sous la forme d'une suspension ou dispersion colloïdale de nanoparticules par exemple d'oxyde ou d'oxyhydroxyde métallique, amorphe ou cristallisé.

L'expression « dispersion colloïdale » désigne dans la présente description tout système constitué de fines particules solides de dimensions colloïdales à base de l'additif, en suspension dans une phase liquide, lesdites particules pouvant, en outre, éventuellement contenir des quantités résiduelles d'ions liés ou adsorbés tels que par exemple des nitrates, des acétates, des citrates, des ammoniums ou des chlorures. Par dimensions colloïdales, on entend des dimensions comprises entre environ 1 nm et environ 500 nm. Ces particules peuvent plus particulièrement présenter une taille moyenne d'au plus 100 nm et encore plus particulièrement d'au plus 20 nm.

Dans le cas des additifs FBC sous forme de dispersion colloïdale, les particules peuvent être à base d'une terre rare et/ou d'un métal choisi dans les groupes IIA, IVA, VIIA, VIII, IB, IIB, IIIB et IVB de la classification périodique.

Par terre rare on entend les éléments du groupe constitué par l'yttrium et les éléments de la classification périodique de numéro atomique compris inclusivement entre 57 et 71.

La classification périodique des éléments à laquelle il est fait référence est celle publiée dans le Supplément au Bulletin de la Société Chimique de France n° 1 (janvier 1966).

Pour ces additifs susceptibles d'être utilisés sous forme d'une dispersion colloïdale, la terre rare peut être choisie plus particulièrement parmi le cérium, le lanthane, l'yttrium, le néodyme, le gadolinium et le praséodyme. Le cérium peut être choisi tout particulièrement. Le métal peut être choisi parmi le zirconium, le fer, le cuivre, le gallium, le palladium et le manganèse. Le fer peut être choisi tout particulièrement. Le fer peut être sous la forme d'un composé amorphe ou cristallisé.

On peut mentionner plus particulièrement aussi les dispersions colloïdales à base d'une combinaison de cérium et de fer.

Les dispersions colloïdales peuvent comprendre plus particulièrement :  
- une phase organique,

- des particules de l'additif, du type décrit ci-dessus (notamment terre rare et/ou d'un métal choisi dans les groupes IIA, IVA, VIIA, VIII, IB, IIB, IIIB et IVB), en suspension dans la phase organique ;
- au moins un agent amphiphile.

5 Ces dispersions colloïdales peuvent notamment contenir un additif à base de fer ou d'un composé de fer.

Les dispersions colloïdales peuvent se présenter selon différents modes de réalisation décrits notamment les demandes de brevet suivantes : EP 671 205, WO 97/19022, WO 01/10545, WO 03/053560, WO 2008/116550.

#### 10 Les autres additifs

D'autres types d'additifs connus, différents des FBC et qui ont une fonction autre qu'une fonction catalytique, peuvent également être injectés dans le circuit de circulation. Ces additifs permettent l'amélioration de la distribution du carburant dans le moteur et/ou l'amélioration des performances du fonctionnement du moteur et/ou encore l'amélioration de la stabilité du fonctionnement du moteur.

20 Parmi les additifs d'amélioration de la distribution de carburant dans le moteur, on trouve par exemple les additifs antimousse, comme les organosilicones, les additifs dégivrants, comme les alcools de poids moléculaires bas ou les glycols.

D'autres additifs sont ceux améliorant le fonctionnement du moteur à froid. On peut citer les additifs polymériques réduisant la température à laquelle le carburant se trouble ou se fige, les additifs favorisant l'écoulement, comme les polymères de hauts poids moléculaires qui réduisent la turbulence dans les fluides et peuvent augmenter le débit de 20 à 40%.

Des additifs inhibiteurs de corrosion peuvent également être utilisés.

30 Des additifs d'amélioration des performances de fonctionnement des moteurs peuvent également être utilisés, comme les additifs procétane, les additifs prooctane, les additifs inhibiteurs de fumée, les additifs réduisant les pertes par friction appelés additifs FM pour « Friction Modifier » ou additifs « d'extrême pression ».

35 Des additifs détergents, destinés à limiter tout dépôt au niveau des injecteurs, peuvent également être utilisés. Le carburant peut former en effet des dépôts dans le circuit carburant, notamment au niveau des injecteurs haute pression à carburant et tout particulièrement au niveau des trous des injecteurs. L'ampleur de la formation du dépôt varie avec la conception du moteur, notamment les caractéristiques des injecteurs, la composition du carburant et la composition de l'huile servant à lubrifier le moteur. De plus, ces

détergents sont aussi efficaces pour réduire l'impact négatif de la présence de composés métalliques dans le carburant comme le zinc ou le cuivre pouvant provenir d'une contamination par exemple du système de distribution du carburant ou encore être des traces de composés provenant du procédé de synthèse des esters d'acide gras.

5

Les dépôts excessifs peuvent modifier l'aérodynamique par exemple du jet de carburant issu de l'injecteur, laquelle à son tour peut entraver le mélange air-carburant. Dans certains cas, il en résulte une surconsommation de carburant, une perte de puissance du moteur et des émissions de polluants augmentées.

10

Les additifs détergents présentent la particularité de dissoudre les dépôts déjà formés et de réduire la formation des précurseurs de dépôt, afin d'éviter la formation de nouveaux dépôts. Un exemple d'additif détergent est, par exemple, décrit dans WO 2010/150040.

15

Des additifs d'amélioration du pouvoir lubrifiant peuvent également être utilisés pour éviter l'usure ou le grippage des pompes à haute pression notamment et des injecteurs, le pouvoir lubrifiant des carburants étant lui médiocre. Ils contiennent un groupe polaire qui est attiré par les surfaces métalliques pour former un film de protection à la surface.

20

Des additifs d'amélioration de la stabilité de fonctionnement des moteurs peuvent être envisagés. En effet, l'instabilité des carburants entraîne la formation de gommages qui participent à l'encrassement des injecteurs, au colmatage du filtre à carburant et à l'encrassement des pompes et du système d'injection.

25

Les additifs suivants peuvent également être utilisés :

- des additifs de type antioxydants;
- des additifs stabilisateurs;
- des additifs désactivateurs de métaux visant à neutraliser les effets catalytiques de certains métaux;

30

- des additifs dispersants visant à disperser les particules formées et prévenir l'agglomération de particules assez grosses.

Selon un mode de réalisation particulier, l'additif est une combinaison d'un additif détergent et d'un additif de lubrification, et éventuellement d'un additif inhibiteur de corrosion.

35

Dans le cas d'un véhicule équipé d'un FAP, on aura avantage à associer à un additif de type FBC au moins un additif de performance carburant de type détergent comme décrit dans la demande de brevet WO 2010/150040.

Dans le cas d'un véhicule équipé d'un FAP, on aura avantage également à associer à un additif de type FBC plusieurs additifs de performance carburant, notamment lorsque le véhicule est commercialisé dans une zone géographique où le carburant est de qualité variable et/ou médiocre.

5 Dans le cas d'un véhiculé non équipé d'un FAP, différents types d'associations d'additifs peuvent être envisagés comme celle associant un ou plusieurs détergents à un additif de lubrification et à un inhibiteur de corrosion.

Au niveau de la forme physique des additifs embarqués et stockés sur le véhicules, on peut mentionner des liquides (comme dans la demande de  
10 brevet WO 2010/150040), des gels (comme dans les brevets US 2004/0261313 et US 7000655) ou des solides (comme décrits dans les brevets US 2001/0000400 et US 6835218), avec bien évidemment un système de stockage et de distribution d'additif dans le carburant adéquat.

Les modes de réalisation précisés ci-dessus sont donnés à titre indicatif  
15 et ne sont nullement limitatifs. L'homme du métier comprendra que l'invention concerne également des modes de réalisations non représentés ici mais résultant de la combinaison de plusieurs modes précédemment décrits ou de la substitution d'une ou plusieurs caractéristiques par d'autres caractéristiques différentes et associées.

20 Un exemple concret va maintenant être donné.

#### EXEMPLE

Cet exemple décrit la mise en œuvre du procédé en utilisant la spectroscopie visible à nombre d'onde fixe (500 nm) pour détecter la présence  
25 d'additif de type FBC dans un carburant diesel.

L'additif FBC utilisé dans cet exemple est constitué d'une suspension colloïdale de particules à base de fer telle que la dispersion C de l'exemple 3 de la demande de brevet WO 2010/150040.

Cette suspension colloïdale catalytique est typiquement utilisée dans une  
30 gamme de concentration permettant d'additiver le carburant avec une concentration en fer à 7 ppm poids de fer (métal) dans le carburant pour régénérer des FAP de véhicules particuliers comme ceux équipés d'un moteur Euro 5 de 2 L de cylindrée .

Dans cet exemple, 4 carburants différents ont été testés :

35 - un carburant diesel commercial répondant à la norme européenne EN590;

- un bio-carburant diesel B10 contenant 90% de carburant diesel EN590 et 10% de biodiesel à base d'ester méthylique d'acides gras (EMAG) répondant à la norme EN14214;

5 - un bio-carburant diesel B30 contenant 70% de carburant diesel EN590 et 30% de biodiesel à base d'ester méthylique d'acides gras (EMAG) répondant à la norme EN14214;

- un carburant de coupe kérosène correspondant au carburant de l'OTAN RF63 d'origine le pétrolier TOTAL.

10 Ces carburants ont été additivés d'une quantité précise d'additif FBC de façon à conduire à une teneur en FBC dans le carburant correspondant à 5, 6 ou 10 ppm poids.

Chaque carburant avant et après additivation est analysé par le spectromètre à 500 nm de longueur d'onde et on enregistre l'absorbance de la lumière par le carburant.

15 Ces absorbances sont reportées dans le tableau ci-dessous.

On constate que les carburants sans additif ont des absorbances A1 variables entre 0,042 et 0,141.

20 Dans chacun des cas, l'ajout d'additif FBC, même en très petite quantité, conduit à une augmentation de l'absorbance (A2, A3 ou A4), augmentation d'autant plus importante que la quantité de FBC ajoutée est importante.

Ceci montre qu'une comparaison de l'absorbance du carburant à 500 nm avant et après additivation permet bien de détecter qu'il y a eu (augmentation) ou non (pas d'augmentation) additivation.

25 Le tableau indique aussi que la différence d'absorbance entre le carburant additivé et le carburant non additivé est, pour une teneur en additif fixe, identique quel que soit le carburant : typiquement 0,015-0,016 pour 5 ppm de fer et 0,031 – 0,035 pour 10 ppm de fer, 6 ppm de fer conduisant à une absorbance relative intermédiaire (0,023).

30 L'écart est proportionnel à la teneur en additif dans le carburant. Ainsi il est clairement possible de détecter un excès (ou défaut) d'additivation par la valeur de la différence d'absorbance.

16

Tableau

	Diesel Commercial EN590	Diesel B10	Diesel B30	Carburant OTAN RF63
A1 = Absorbance carburant non additivé	0,141	0,071	0,066	0,042
A2 = Absorbance carburant à 5 ppm fer	0,156	0,087	-	0,057
A3 = Absorbance carburant à 6 ppm fer	-	-	0,089	-
A4 = Absorbance carburant à 10 ppm fer	0,176	0,104	-	0,073
A2-A1 = Absorbance due 5 ppm fer	0,015	0,016	-	0,015
A3-A1 = Absorbance due 6 ppm fer	-	-	0,023	-
A4-A1 = Absorbance due 10 ppm fer	0,035	0,033	-	0,031

## REVENDEICATIONS

- 1- Procédé pour le diagnostic externe du dysfonctionnement d'un dispositif d'additivation d'au moins un additif dans un carburant pour un véhicule à  
5 moteur à combustion interne, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- (a) une étape d'analyse du carburant pour mesurer la teneur en additif dans le carburant;
  - (b) une étape de comparaison entre la teneur en additif mesurée lors de  
10 l'étape précédente et une teneur théorique;
  - (c) une étape d'analyse de l'écart entre la teneur mesurée et la teneur théorique par rapport à l'écart maximal autorisé pour la teneur en additif.
- 2- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'analyse du  
15 carburant est réalisée par une technique d'analyse spectroscopique.
- 3- Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'étape (a) précitée est réalisée sur un échantillon de carburant du réservoir du véhicule préalablement prélevé.  
20
- 4- Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'étape (a) précitée est réalisée en ligne sans prélèvement d'échantillon de carburant du réservoir du véhicule.
- 25 5- Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'analyse de l'étape (a) est réalisée avec un spectromètre associé à une fibre optique et une sonde placée dans le réservoir de carburant du véhicule.
- 30 6- Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend après l'étape (a) précitée
- une étape (a1) de demande d'additivation au dispositif d'additivation;
  - une étape (a2) d'analyse du carburant après la demande d'additivation;
  - une étape (a3) de calcul de la teneur en additif ajouté à l'étape (a1) par différence entre l'analyse du carburant avant et après additivation;
- 35 l'étape (b) précitée étant une étape de comparaison entre la teneur en additif mesurée après l'étape (a3) et une teneur théorique.

- 5 7- Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'additif est choisi parmi les additifs permettant l'amélioration de la distribution du carburant dans le moteur et/ou l'amélioration des performances du fonctionnement du moteur et/ou l'amélioration de la stabilité du fonctionnement du moteur.
- 8- Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'additif est une combinaison d'un additif détergent et d'un additif de lubrification.
- 10 9- Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'additif est un additif d'aide à la régénération des filtres à particules.
- 10- Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'additif est sous la forme d'une suspension ou d'une dispersion colloïdale de nanoparticules.
- 15 11- Procédé selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce que l'additif est à base de fer et/ou de cérium.
- 20 12- Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'additif est une combinaison d'un additif détergent et d'un additif de type FBC.
- 25 13- Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il est mis en œuvre dans une usine de montage de véhicules, dans une concession ou dans un atelier de réparation.



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 761909  
FR 1200025

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X A	US 2009/319195 A1 (HOOTS JOHN E [US] ET AL) 24 décembre 2009 (2009-12-24) * alinéa [0008] - alinéa [0015] *	1,2,4, 6-12 3,5,13	G01N33/22 F02M25/00
X	US 2011/277374 A1 (TABB SCOTT J [US] ET AL) 17 novembre 2011 (2011-11-17) * alinéa [0017] - alinéa [0068]; figure 4 *	1,2,4-13	
X	WO 94/08226 A1 (SHELL CANADA LTD [CA]; SHELL INT RESEARCH [NL]) 14 avril 1994 (1994-04-14) * page 1, ligne 1 - ligne 13; figure 1 * * page 4, ligne 21 - page 6, ligne 8 *	1,2,4-13	
X A	US 5 244 809 A (NOWAK ANTHONY V [US]) 14 septembre 1993 (1993-09-14) * colonne 1, ligne 1 - colonne 3, ligne 29 *	1-3,7-12 4-6,13	
A,D	WO 2009/047605 A1 (SP3H [FR]; FOURNEL JOHAN [FR]; LUNATI ALAIN [FR]; GERGAUD THIERRY [FR]) 16 avril 2009 (2009-04-16) * le document en entier *	1-13	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)  F02M G01N F02D
A	WO 2011/124579 A1 (INERGY AUTOMOTIVE SYSTEMS RES [BE]; BESNARD PIERRIC [FR]; RUNARVOT HER) 13 octobre 2011 (2011-10-13) * page 1, ligne 1 - page 4, ligne 35 *	1-13	
A	EP 1 031 707 A1 (PEUGEOT CITROEN AUTOMOBILES SA [FR]) 30 août 2000 (2000-08-30) * le document en entier *	1-13	
A	US 5 363 314 A (KOBAYASHI KAZUMITSU [JP] ET AL) 8 novembre 1994 (1994-11-08) * colonne 3, ligne 16 - colonne 4, ligne 36; figure 1 *	1-13	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
13 juillet 2012		Gilow, Christoph	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
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 bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1200025 FA 761909**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **13-07-2012**  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2009319195 A1	24-12-2009	AR 072270 A1	18-08-2010
		CA 2724760 A1	23-12-2009
		EP 2304429 A1	06-04-2011
		US 2009319195 A1	24-12-2009
		WO 2009155524 A1	23-12-2009
-----			
US 2011277374 A1	17-11-2011	EP 2066417 A2	10-06-2009
		JP 2010505973 A	25-02-2010
		US 2008210611 A1	04-09-2008
		US 2011277374 A1	17-11-2011
		WO 2008042825 A2	10-04-2008
-----			
WO 9408226 A1	14-04-1994	AU 676854 B2	27-03-1997
		AU 5149393 A	26-04-1994
		BR 9307172 A	30-03-1999
		CA 2146255 A1	14-04-1994
		FI 951570 A	03-04-1995
		JP H08501878 A	27-02-1996
		NO 951284 A	03-04-1995
		NZ 256675 A	27-11-1995
		WO 9408226 A1	14-04-1994
-----			
US 5244809 A	14-09-1993	AUCUN	
-----			
WO 2009047605 A1	16-04-2009	AT 507474 T	15-05-2011
		CN 101821611 A	01-09-2010
		EP 2198275 A1	23-06-2010
		ES 2365649 T3	07-10-2011
		FR 2922304 A1	17-04-2009
		JP 2011501121 A	06-01-2011
		KR 20100092438 A	20-08-2010
		US 2010252737 A1	07-10-2010
		WO 2009047605 A1	16-04-2009
-----			
WO 2011124579 A1	13-10-2011	AUCUN	
-----			
EP 1031707 A1	30-08-2000	AT 230819 T	15-01-2003
		DE 60001122 D1	13-02-2003
		DE 60001122 T2	09-10-2003
		EP 1031707 A1	30-08-2000
		ES 2190395 T3	01-08-2003
		FR 2790223 A1	01-09-2000
-----			
US 5363314 A	08-11-1994	DE 4311478 A1	28-10-1993
		JP 2704808 B2	26-01-1998
		JP 6027073 A	04-02-1994

EPO FORM P0465

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

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1200025 FA 761909**

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

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **13-07-2012**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
		US 5363314 A	08-11-1994