

**Code de distribution interne :**

- (A) [ ] Publication au JO  
(B) [ ] Aux Présidents et Membres  
(C) [X] Aux Présidents  
(D) [ ] Pas de distribution

**Liste des données pour la décision  
du 19 janvier 2011**

**N° du recours :** T 0045/09 - 3.3.05  
**N° de la demande :** 92401677.7  
**N° de la publication :** 0520862  
**C.I.B. :** C01B 33/193  
**Langue de la procédure :** FR

**Titre de l'invention :**

Procédé de préparation de silice précipitée, silices précipitées obtenues et leur utilisation au renforcement des élastomères

**Titulaire du brevet :**

RHODIA CHIMIE

**Opposantes :**

J.M. HUBER CORPORATION  
Degussa AG

**Référence :**

Silice précipitée/RHODIA

**Normes juridiques appliquées :**

CBE Art. 54, 56, 83

**Normes juridiques appliquées (CBE 1973) :**

-

**Mots-clés :**

"Exposé suffisant de l'invention (oui): défaut de reproductibilité de la méthode de détermination d'un paramètre non établi - non reproduction d'au moins un exemple selon l'invention"

"Nouveauté (oui)"

"Activité inventive (oui): procédé et produits alternatifs non évidents"

**Décisions citées :**

G 9/91, T 0223/05

**Exergue :**

-



N° du recours : T 0045/09 - 3.3.05

**D E C I S I O N**  
de la Chambre de recours technique 3.3.05  
du 19 janvier 2011

**Requérante :** RHODIA CHIMIE  
(Titulaire du brevet) 25, quai Paul Doumer  
F-92408 Courbevoie Cedex (FR)

**Mandataire :** Delenne, Marc  
Rhodia Services  
Direction de la Propriété Industrielle  
40, rue de la Haie-Coq  
F-93306 Aubervilliers Cedex (FR)

**Décision attaquée :** Décision intermédiaire de la division  
d'opposition de l'Office européen des brevets  
postée le 3 décembre 2008 concernant le  
maintien du brevet européen n° 0520862 dans  
une forme modifiée.

**Composition de la Chambre :**

**Président :** G. Raths  
**Membres :** J.-M. Schwaller  
C. Vallet

## **Exposé des faits et conclusions**

I. Par décision intermédiaire signifiée par voie postale le 3 décembre 2008, la division d'opposition a maintenu le brevet européen n° 0 520 862 sous forme modifiée sur la base du jeu de revendications selon la requête subsidiaire 3 soumise lors de la procédure orale du 30 octobre 2008.

II. Parmi les documents cités par les parties à la procédure d'opposition, sont pertinents pour la présente décision:

E3: Rapport expérimental daté du 11 août 1998 relatant la reproduction par l'Opposante I du test d'attrition décrit dans le brevet contesté

E7: Brochure Degussa "Precipitated silicas and silicates" (Juillet 1984)

E9: DE 2 446 038

E10: DE 1 049 834

E11: US 4 590 052

III. Dans la décision contestée, la division d'opposition avait en outre rejeté la requête principale - à savoir le brevet dans sa version telle que délivrée - pour non conformité aux dispositions de l'Article 83 CBE.

Les revendications indépendantes 1, 13, 22, 28 et 37 du brevet tel que délivré présentaient le libellé suivant:

"1. Procédé de préparation de silice précipitée, possédant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, se présentant sous au moins une des formes suivantes : granulés, poudre, billes sensiblement sphériques, et ayant une aptitude à la dispersion et des propriétés renforçantes améliorées, du type comprenant la réaction d'un silicate avec un agent acidifiant ce par quoi l'on obtient une suspension de silice précipitée, puis la séparation et le séchage de cette suspension, caractérisé en ce qu'on réalise la précipitation de la manière suivante :

(i) on forme un pied de cuve initial comportant au moins une partie de la quantité totale du silicate engagé dans la réaction et un électrolyte, la concentration en silice dans ledit pied de cuve initial étant inférieure à 100 g/l et la concentration en électrolyte dans ledit pied de cuve initial étant inférieure à 17 g/l,

(ii) on ajoute l'agent acidifiant audit pied de cuve jusqu'à l'obtention d'une valeur du pH du milieu réactionnel d'au moins environ 7,

(iii) on ajoute au milieu réactionnel de l'agent acidifiant et, le cas échéant, simultanément la quantité restante du silicate,

et en ce qu'on sèche une suspension présentant un taux de matière sèche d'au plus 24% en poids.

13. Silice précipitée caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de granulés ayant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g,

une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, un taux d'attrition inférieur à 20%, et une distribution poreuse telle que le volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 60% du volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

22. Silice précipitée caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de poudre ayant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une prise d'huile DOP comprise entre 180 et 350 ml/100g, et une distribution poreuse telle que le volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 50% du volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

28. Silice précipitée caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de billes sensiblement sphériques ayant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une taille moyenne d'au moins 80 µm et une distribution poreuse telle que le volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 50% du volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

37. Utilisation comme charge renforçante pour élastomères, notamment pour pneumatiques, d'une silice sous forme de granules selon l'une des revendications 13 à 21, d'une silice sous forme de poudre selon l'une des

*revendications 22 à 27 ou d'une silice sous forme de billes sensiblement sphériques selon l'une des revendications 28 à 36."*

Les revendications dépendantes 2 à 12, 14 à 21, 23 à 27 et 29 à 36 représentaient des mises en œuvre spécifiques de l'objet des revendications 1, 13, 22 et 28.

La division d'opposition, s'appuyant sur le document E3, a conclu à un défaut de précision du paramètre définissant le taux d'attrition de la silice selon la revendication 13 susmentionnée. E3 faisait en effet apparaître des variations allant du simple au triple entre les essais relatifs au même type de mesure et de 30% après calcul de la moyenne. En outre, la vitesse de descente du piston permettant d'appliquer une force d'écrasement sur l'échantillon à tester et la détermination du moment auquel la force d'écrasement désirée étaient atteintes seraient - selon la division d'opposition - entièrement laissés à l'appréciation de l'opérateur, si bien qu'une personne ordinairement qualifiée n'aurait pas été en mesure d'exécuter l'invention sans effort excessif dans l'intégralité du domaine revendiqué.

- IV. Parmi les deux oppositions qui avaient été formées à l'encontre du brevet incriminé, celle de l'opposante II a été retirée par lettre du 18 janvier 2007.
  
- V. Les deux recours datés des 8 janvier et 2 février 2009 ont été formés respectivement par l'opposante I et la titulaire.

- VI. Dans son mémoire de recours daté du 10 avril 2009, la titulaire du brevet (ci-après la "requérante") a contesté le bien-fondé de la décision incriminée et demandé le maintien du brevet tel que délivré. A titre subsidiaire elle a soumis un jeu de revendications modifiées. Elle a en outre sollicité la tenue d'une procédure orale dans le cas où la chambre n'envisagerait de faire droit à sa requête principale.
- VII. Par lettre datée du 20 avril 2009, l'opposante I a déclaré retirer à la fois son opposition et son recours.

### **Motifs de la décision**

1. *Exposé de l'invention - Article 83 CBE*
- 1.1 Selon la jurisprudence des chambres de recours, une invention est considérée comme suffisamment exposée lorsque l'homme du métier est mis en mesure d'exécuter celle-ci dans toute sa portée, telle que revendiquée.
- 1.2 Dans le cas d'espèce, le brevet contesté décrit en ses exemples 1, 3, 7, 8, 9, 11, 12 et 16 la préparation détaillée de silices sous formes de granulés, poudre ou billes, conformes en tous points à l'objet revendiqué. Le fascicule de brevet (paragraphe [0014] à [0054]) contient en outre des indications claires et exhaustives permettant à l'homme du métier de préparer des variantes des silices exemplifiées et couvertes par le texte des revendications du brevet.
- 1.3 Dans le cas d'une invention qui, comme dans le cas d'espèce, fait appel dans sa définition à plusieurs

paramètres, la jurisprudence des chambres de recours impose que l'homme du métier soit mis en mesure de vérifier si lesdits paramètres sont respectés lors de l'exécution de l'invention.

Il se pose donc la question de savoir si le brevet incriminé divulgue de manière claire et complète les informations nécessaires à la vérification des différents paramètres caractérisant les silices revendiquées. Le brevet décrit à cet effet une méthode d'identification pour chacun des paramètres suivants:

- surface spécifique BET: voir paragraphe [0060]
- surface spécifique CTAB: voir paragraphe [0061]
- prise d'huile DOP: voir paragraphe [0062]
- densité de remplissage à l'état tassé (DRT): voir paragraphe [0063]
- volumes poreux V1, V2: voir paragraphe [0064]
- granulométrie, D50: voir paragraphe [0088]
- viscosité BROOKFIELD: voir paragraphe [0093]
- facteur de désagglomération: voir paragraphes [0112] et [0113].

La division d'opposition a considéré que les paramètres susdits satisfaisaient aux exigences de l'Article 83 CBE et la chambre ne voit pas de raison particulière pour mettre en doute le bien-fondé de cette conclusion.

1.4 En revanche, quant au taux d'attrition, la chambre ne partage pas l'avis de la division d'opposition selon lequel la détermination de ce paramètre particulier serait entachée d'un défaut de description.

1.4.1 En effet, le brevet (paragraphe [0077] à [0080]) en décrit de manière détaillée une méthode de détermination dont le principe consiste à soumettre les granulés objets de l'invention à une pression d'écrasement déterminée puis à mesurer le taux de fines générés.

Plus précisément, un échantillon de granulés est tamisé sur un tamis 400  $\mu\text{m}$  (tamiseuse RETSCH type VIBRO; tamis PROLABO en inox; temps de vibration : 5 mn; niveau de vibration : 20). Les granulés récupérés sur le tamis sont divisés en trois lots de masses M1, M2 et M3 choisies entre 40 et 60 g. Chaque lot est ensuite soumis à un écrasement sous presse hydraulique manuelle (presse FOG) de la manière suivante :

- le lot est placé dans un récipient cylindrique (diamètre : 85 mm ; épaisseur : 2 mm) puis recouvert, sans choc, d'un couvercle métallique à surface lisse;
- le piston de la presse est amené sur le couvercle;
- le piston est descendu jusqu'à l'obtention d'une force de 200 kg;
- dès que la force d'écrasement de 200 kg est atteinte, le piston est remonté.

Chaque lot écrasé est alors tamisé sur un tamis 400  $\mu\text{m}$  comme précédemment, à la différence près que le temps de vibration est fixé à 2 mn. La masse des matières fines passées à travers le tamis, soit respectivement m1, m2

et m<sub>3</sub>, est alors mesurée et pour chacun des lots est défini un taux d'attrition respectif :

$$\text{TAUX 1} = 100 \text{ m}_1/\text{M}_1 \text{ (\%)}$$

$$\text{TAUX 2} = 100 \text{ m}_2/\text{M}_2 \text{ (\%)}$$

$$\text{TAUX 3} = 100 \text{ m}_3/\text{M}_3 \text{ (\%)}$$

La moyenne de ces trois taux définit la valeur du taux d'attrition de l'échantillon initial.

- 1.4.2 La division d'opposition a motivé sa décision en se fondant sur le contenu du document E3 et sur les allégations de l'opposante I selon lesquelles la vitesse de descente du piston et la détermination du moment auquel la force d'écrasement de 200 kg était atteinte seraient entièrement laissées à l'appréciation de l'opérateur.
- 1.4.3 La chambre note que le brevet définit ledit moment comme suit: *"dès que la force d'écrasement de 200 kg est atteinte, le piston est remonté"* ; à partir de ces informations, un opérateur est nécessairement en mesure de déterminer le moment auquel la force d'écrasement est atteinte, à savoir par simple lecture de la valeur "200 kg" sur la presse hydraulique mis en œuvre pour écraser les granulés.
- 1.4.4 Concernant les mesures de taux d'attrition, celles-ci ont été réalisées selon les indications de la méthode décrite aux paragraphes [0077] et [0080] du brevet.

Dans le brevet, deux silices commercialisées : Ultrasil VN3 GRANULAR et KS 404 GRANULAR, et trois silices préparées à partir de la silice produite à l'exemple 1

(GR20, GR25 et GR30), conformes en tous points à l'objet défini à la revendication 13 du brevet contesté ont ainsi été testées.

Les essais de reproduction de ladite méthode tels que résumés par le document E3 ont pour leur part été réalisés sur une silice commerciale dénommée "Ultrasil VN3GR". Il n'a pas été contesté que cette dénomination corresponde à celle - Ultrasil VN3 GRANULAR - de l'une des silices testées à titre comparatif dans le brevet contesté.

Sachant toutefois que les propriétés d'un produit commercialisé à un instant T1 ne sont pas nécessairement identiques à celles du produit de même dénomination commerciale mis sur le marché à l'instant T2 et qu'il n'a, en l'espèce, pas été établi que la silice mise en œuvre en 1998 dans les tests résumés dans le document E3 présentait le même taux d'attrition que la silice "Ultrasil VN3 granular" testée en 1991 dans le brevet contesté, la chambre considère comme la requérante qu'une comparaison objective ne peut pas être faite entre les mesures de taux d'attrition relatées dans E3 et celle divulguée dans le brevet pour la silice Ultrasil VN3 granular.

- 1.4.5 La requérante a en outre fait valoir que la méthode utilisée dans E3 ne reproduisait pas à l'identique le protocole opératoire décrit aux paragraphes [0077] et [0080] du brevet.

La chambre note à cet égard que l'opération de tamisage a effectivement été mise en œuvre avec un appareil différent (tamiseuse RETSCH dans le brevet; CSC-Meinzer

modèle 18480-033 dans E3) et un niveau de vibration (20 dans le brevet; 2 (sur une échelle de 10) dans E3) pour lequel il n'est pas établi qu'il soit le même que celui décrit dans le protocole selon le brevet contesté.

- 1.4.6 Au vu des divers éléments mis en exergue aux points 1.4.4 et 1.4.5, la chambre n'est donc pas surprise de constater que les valeurs de taux d'attrition (de 42 à 55%) divulguées dans E3 soient différentes de celle (11,2 %) divulguée dans le brevet pour une silice de même dénomination commerciale.

La chambre note qu'après un tel échec lors de la reproduction de la méthode de détermination du taux d'attrition, l'opposante I n'a à aucun moment essayé de reproduire au moins l'une des trois silices granulaires (GR20, GR25 et GR30) exemplifiées dans le brevet et dont le taux d'attrition est conforme à l'objet défini à la revendication 13. Or, une telle reproduction aurait non seulement permis de confirmer ou non les résultats obtenus sur la silice commerciale mais également de calibrer la méthode de mesure sur l'une des valeurs de taux d'attrition décrites dans le brevet. En effet, une telle calibration aurait permis de lever le doute sur l'inconnue que l'opposante I avait jugée "entièrement laissée à l'appréciation de l'opérateur", à savoir la vitesse de descente du piston de la presse lors de l'écrasement de l'échantillon.

- 1.4.7 Concernant l'argument de la division d'opposition selon lequel le paramètre susmentionné ne serait pas reproductible, la chambre admet l'existence d'une substantielle dispersion des résultats divulgués dans le tableau selon E3 et qu'ainsi la reproductibilité de la

méthode de détermination du paramètre incriminé pourrait être mise en doute.

1.4.8 Toutefois, ces résultats ayant été obtenus avec une méthode de détermination du taux d'attrition dont rien n'établit qu'elle corresponde rigoureusement à celle décrite dans le brevet, et rien ne prouvant que la silice Ultrasil VN3GR testée dans E3 soit identique à celle testée dans le brevet, la chambre estime que l'opposante n'a pas démontré la non-reproductibilité de la méthode de mesure dudit paramètre et donc a fortiori le défaut d'exposé de l'invention, alors que cette charge de la preuve lui incombe et qu'elle était en mesure de rapporter cette preuve en tentant de reproduire la méthode en cause sur au moins l'une des silices conformes à l'invention revendiquée.

1.5 De ce qui précède, il y a lieu de conclure qu'il est satisfait aux dispositions de l'Article 83 CBE.

## 2. *Brevetabilité*

2.1 A titre de remarque liminaire, la chambre rappelle que l'opposante 1 a retiré son recours avant d'avoir transmis les motifs de celui-ci, de sorte qu'aucun argument nouveau relatif à la nouveauté et à l'activité inventive n'a été soumis. Dans cette mesure, l'examen d'office prévu par l'Article 114(1) CBE sera conduit d'une façon limitée, conformément à la jurisprudence (G 9/91 (JO OEB 1993, 408); T 0223/05, points 2.1 et 2.2 (non publiée)).

Le brevet contesté étant mis en cause dans sa totalité et les motifs d'opposition concernant également le

manque de nouveauté et le manque d'activité inventive, la chambre se prononce sur les motifs d'opposition sur lesquels la décision de la division d'opposition s'est fondée.

## 2.2 Nouveauté

L'objet des revendications 1 à 12 relative à un procédé de préparation de silice précipitée diffère de celui des documents E9, E10 et E11 par le taux de matière sèche de la suspension avant séchage.

L'objet des revendications 13 à 36 concerne des silices qui diffèrent des silices décrites dans E7 par le rapport  $V2/V1$  (volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å/ volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å).

Il s'ensuit que l'objet des revendications 1 à 12, 13 à 36 et, par conséquent également l'objet de la revendication 37, se référant aux revendications 13 à 21, est nouveau.

Il est donc satisfait aux conditions de l'Article 54(1) et (2) CBE.

## 2.3 Activité inventive

2.3.1 L'invention concerne un procédé de préparation de silice précipitée, les silices précipitées obtenues et leur utilisation.

La discussion de l'activité inventive comprend deux volets:

- a) Le premier concerne la silice précipitée et son utilisation;
- b) Le deuxième concerne le procédé pour préparer la silice.

2.3.2 Des silices précipitées sont décrites dans le document E7 qui représente l'état de la technique le plus proche et qui est pris comme point de départ pour évaluer l'activité inventive.

2.3.3 Partant du document E7, le problème technique à résoudre a été défini comme la mise à disposition de silices qui améliorent le renforcement pour élastomères. Cependant comme il n'a pas été établi avec certitude que les silices comparatives sont représentatives pour les silices du document E7, le problème se définit en des termes moins ambitieux, à savoir, la mise à disposition de silices précipitées alternatives.

2.3.4 La solution proposée par le brevet en litige est

- a) la silice précipitée selon la revendication 13 caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de granulés tels que le volume poreux constitué par les pores de diamètre 175 Å à 275 Å représente au moins 60% du volume poreux constitué par les pores de diamètre  $\leq 400$  Å (abrégé ci-dessous par le rapport  $V2/V1$ );

- b) la silice précipitée selon la revendication 22 caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de poudre ayant un volume poreux défini par le rapport  $V2/V1$ ;
- c) la silice précipitée selon la revendication 28 caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de billes ayant un volume poreux défini par le rapport  $V2/V1$ ;
- d) l'utilisation comme charge renforçante pour élastomères selon la revendication 37 d'une silice telle que définie dans les revendications 3, 22 et 28.

2.3.5 Les exemples 6 (granulés), 10 (poudre) et 15 (billes) du brevet en litige montrent que le problème susmentionné a été résolu, les silices étant manufacturées selon leurs trois formes et mises dans des mélanges comprenant des élastomères.

2.3.6 Il reste à déterminer si la solution proposée par le brevet litigieux découle d'une manière évidente de l'état de la technique ou non.

2.3.7 Ni l'art antérieur cité par la division d'opposition, ni les connaissances générales de l'homme du métier ne suggèrent de modifier le volume poreux de façon à avoir un rapport  $V2/V1$  tel que défini dans les revendications précitées.

2.3.8 La Chambre constate qu'aucun document cité dans la décision contestée n'incite l'homme du métier à mettre à

disposition des silices telles que définies dans les revendications 13, 22 et 28.

2.3.9 Il s'ensuit que l'objet des revendications 13, 22 et 28 ainsi que l'objet de la revendication 37 impliquent une activité inventive.

2.3.10 Le deuxième volet de la discussion de l'activité inventive concerne le procédé.

2.3.11 Le document E10 divulguant également un procédé pour préparer de la silice destinée à être incorporée dans des élastomères (colonne 1, lignes 1,2 et 12 à 13) est pris comme état de la technique le plus proche au vu de l'objet de la revendication 1.

2.3.12 Partant du document E10, le problème technique à résoudre peut être défini comme la mise à disposition d'un procédé alternatif pour préparer une silice précipitée.

2.3.13 La solution proposée par le brevet en litige est le procédé selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'on forme un point de cuve comportant des concentrations spécifiques de silicate et d'électrolyte qu'on porte le pH à au moins 7, qu'on ajoute la quantité restante de silicate et en qu'on sèche une suspension présentant un taux de matière sèche à au plus 24% en poids.

2.3.14 Le document E11 ne suggère pas de sécher la suspension jusqu'à obtenir un taux de matière sèche d'au plus 24% en poids.

2.3.15 L'homme du métier ne trouvant pas d'incitation dans l'art antérieur cité par la division d'opposition, ni dans ses connaissances générales, de respecter cette valeur critique, il s'ensuit que l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive.

2.3.16 Par conséquent les revendications 1, 13, 22, 28 et 37 satisfont aux conditions de l'Article 56 CBE.

2.3.17 Les revendications 2 à 12, 14 à 21, 23 à 27 et 29 à 36 dérivent leur brevetabilité des revendications 1, 13, 22 et 28 respectivement, dont elles dépendent.

3. Dans ces circonstances, il n'y a pas lieu d'examiner la requête subsidiaire.

4. Dès lors qu'il est fait droit à la requête principale la tenue d'une procédure orale n'est pas nécessaire.

## **Dispositif**

**Par ces motifs, il est statué comme suit :**

1. La décision attaquée est annulée.
2. Le brevet est maintenu tel que délivré.

La Greffière

Le Président

C. Vodz

G. Raths