

Code de distribution interne :

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

**Liste des données pour la décision
du 7 décembre 2012**

N° du recours : T 0603/11 - 3.3.06

N° de la demande : 04702736.2

N° de la publication : 1590424

C.I.B. : C10G 47/14, C10G 45/62,
B01J 23/40, B01J 23/42,
B01J 23/44, B01J 35/10,
B01J 21/12, C10G 65/12,
C10G 65/10, C10G 65/00

Langue de la procédure : FR

Titre de l'invention :

Procédé de production de distillats moyens par
hydroisomérisation et hydrocraquage de charges issues du
procédé Fischer-Tropsch

Titulaire du brevet :

IFP Energies nouvelles
ENI S.p.A.

Opposant :

SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.

Référence :

Catalyseur avec une teneur basse de macropores/IFP

Normes juridiques appliquées :

CBE Art. 56
RPCR Art. 13(1)

Mot-clé :

"Document fourni avec le mémoire de recours admis"
"Activité inventive (oui)"

Décisions citées :

-

Exergue :

-



N° du recours : T 0603/11 - 3.3.06

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.3.06
du 7 décembre 2012

Requérante : SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ
(Opposante) B.V.
Carel Van Bylandtlaan 30
NL-2596 HR The Hague (NL)

Mandataire : Possel, Okko
Shell International B.V.
Intellectual Property Services
P.O. Box 384
NL-2501 CJ The Hague (NL)

Intimées : IFP Energies nouvelles
(Titulaires du brevet) 1 & 4, avenue de Bois-Préau
F-92852 Rueil-Malmaison Cedex (FR)

ENI S.p.A.
Piazzale E. Mattei, 1
I-00144 Rome (IT)

Mandataire : Cabinet Plasseraud
52, rue de la Victoire
F-75440 Paris Cedex 09 (FR)

Décision attaquée : **Décision de la division d'opposition de l'Office européen des brevets postée le 23 décembre 2010 par laquelle l'opposition formée à l'égard du brevet européen n° 1590424 a été rejetée conformément aux dispositions de l'article 101(2) CBE.**

Composition de la Chambre :

Président : P.-P. Bracke
Membres : E. Bendl
J. Geschwind

Exposé des faits et conclusions

I. Le recours fait suite à la décision de la Division d'Opposition de rejeter l'opposition à l'encontre du brevet européen n° 1 590 424.

II. Les revendications indépendantes telles que délivrées sont libellées comme suit :

"1. Procédé de production de distillats moyens à partir d'une charge paraffinique produite par synthèse Fischer-Tropsch, utilisant un catalyseur d'hydrocraquage/hydroisomérisation qui comporte:

- au moins un élément hydro-déshydrogénant choisi dans le groupe formé par les éléments nobles du groupe VIII de la classification périodique
- un support non zéolitique à base de silice-alumine contenant une quantité supérieure à 5% poids et inférieure ou égale à 95% poids de silice (SiO_2),
- un diamètre moyen poreux, mesuré par porosimétrie au mercure, compris entre 20 et 140 Å,
- un volume poreux total, mesuré par porosimétrie au mercure, compris entre 0,1 ml/g et 0,6 ml/g,
- un volume poreux total, mesuré par porosimétrie azote, compris entre 0,1 ml/g et 0,6 ml/g,
- une surface spécifique BET comprise entre 100 et 550 m^2/g ,
- un volume poreux, mesuré par porosimétrie au mercure, compris dans les pores de diamètre supérieurs à 140 Å inférieur à 0,1 ml/g,
- un volume poreux, mesuré par porosimétrie au mercure, compris dans les pores de diamètre supérieurs à 500 Å inférieur à 0,01 ml/g.

- un diagramme de diffraction X qui contient au moins les raies principales caractéristiques d'au moins une des alumines de transition comprise dans le groupe composé par les alumines alpha, rho, chi, eta, gamma, kappa, theta et delta."

"12. Procédé de production de distillats moyens à partir d'une charge paraffinique produite par synthèse Fischer-Tropsch comprenant les étapes successives suivantes: séparation d'une seule fraction dite lourde à point d'ébullition initial compris entre 120-200°C,

- a) hydrotraitement d'une partie au moins de ladite fraction lourde,
- b) fractionnement en au moins 3 fractions: au moins une fraction intermédiaire ayant un point d'ébullition initial T1 compris entre 120 et 200°C, et un point d'ébullition final T2 supérieur à 300°C et inférieur à 410°C, au moins une fraction légère bouillant au-dessous de la fraction intermédiaire, au moins une fraction lourde bouillant au-dessus de la fraction intermédiaire.
- c) passage d'une partie au moins de ladite fraction intermédiaire dans un procédé selon l'une des revendications 1 à 11 sur un catalyseur non zéolitique d'hydroisomérisation/hydrocraquage,
- d) passage dans un procédé selon l'une des revendications 1 à 9 sur un catalyseur non zéolitique d'hydroisomérisation/hydrocraquage d'une partie au moins de ladite fraction lourde,
- e) distillation des fractions hydrocraquées/hydroisomérisées pour obtenir des distillats moyens, et recyclage de la fraction résiduelle bouillant au-dessus desdits distillats

moyens dans l'étape (e) sur le catalyseur traitant la fraction lourde."

"13. Procédé de production de distillats moyens à partir d'une charge paraffinique produite par synthèse Fischer-Tropsch comprenant les étapes successives suivantes:

- a) séparation d'au moins une fraction légère de la charge de façon à obtenir une seule fraction dite lourde à point d'ébullition initial compris entre 120-200°C,
- b) éventuel hydrotraitement de ladite fraction lourde, éventuellement suivi d'une étape
- c) d'enlèvement d'au moins une partie de l'eau,
- d) passage dans un procédé selon l'une des revendications 1 à 11 d'une partie au moins de ladite fraction éventuellement hydrotraitée, la conversion sur le catalyseur d'hydroisomérisation/hydrocraquage des produits à points d'ébullition supérieurs ou égaux à 370°C en produits à points d'ébullition inférieures à 370°C est supérieure à 80% pds,
- e) distillation de la fraction hydrocraquée/hydroisomérisée pour obtenir des distillats moyens, et recyclage dans l'étape d) de la fraction résiduelle bouillant au-dessus desdits distillats moyens."

"14. Procédé de production de distillats moyens à partir d'une charge paraffinique produite par synthèse Fischer-Tropsch comprenant les étapes successives suivantes:

- a) Fractionnement (étape a) de la charge en au moins 3 fractions:
- au moins une fraction intermédiaire ayant un point d'ébullition initial T1 compris entre 120 et 200°C, et un point d'ébullition final T2 supérieur à 300°C et inférieur à 410°C,
 - au moins une fraction légère bouillant au-dessous de la fraction intermédiaire,
 - au moins une fraction lourde bouillant au-dessus de la fraction intermédiaire.
- b) Hydrotraitement (étape b) d'au moins une partie de ladite fraction intermédiaire, puis passage (étape d) dans un procédé de traitement d'au moins une partie de la fraction hydrotraitée sur un catalyseur d'hydrocraquage/hydroisomérisation.
- f) Passage (étape f) dans un procédé de traitement d'une partie au moins de ladite fraction lourde sur un catalyseur d'hydrocraquage/hydroisomérisation avec une conversion des produits à points d'ébullition supérieurs ou égaux à 370°C. en produits à points d'ébullition inférieurs à 370°C supérieure à 80% poids.
- e) et g) Distillation (étapes e et g) d'au moins une partie des fractions hydrocraquées/hydroisomérisées pour obtenir des distillats moyens?

et l'un au moins desdits procédés de traitement est le procédé selon l'une des revendications 1 à 11."

"15. Procédé de production de distillats moyens à partir d'une charge paraffinique produite par synthèse Fischer-Tropsch comprenant les étapes successives suivantes:

- a) éventuel fractionnement de la charge en au moins une fraction lourde à point d'ébullition initial compris entre 120 et 200°C, et au moins une fraction légère bouillant en-dessous de ladite fraction lourde,
- b) éventuel hydrotraitement d'une partie au moins de la charge ou de la fraction lourde, éventuellement suivi d'une étape c)
- c) élimination d'au moins une partie de l'eau,
- d) passage d'une partie au moins de l'effluent ou de la fraction éventuellement hydrotraité dans un procédé de traitement sur un premier catalyseur d'hydroisomérisation/hydrocraquage contenant au moins un métal noble du groupe VIII,
- e) distillation de l'effluent hydroisomérisé/hydrocraqué pour obtenir des distillats moyens (kérosène, gasoil) et une fraction résiduelle bouillant au-dessus des distillats moyens,
- f) sur un second catalyseur d'hydroisomérisation/hydrocraquage contenant au moins un métal noble du groupe VIII, passage dans un procédé de traitement d'au moins une partie de ladite fraction lourde résiduelle et/ou d'une partie desdits distillats moyens, et distillation de l'effluent résultant pour obtenir des distillats moyens,

et l'un au moins desdits procédés de traitement est le procédé selon l'une des revendications 1 à 11."

"16. Procédé de production de distillats moyens à partir d'une charge paraffinique produite par synthèse Fischer-Tropsch comprenant les étapes successives suivantes:

- a) séparation de la charge en au moins une fraction à faible température d'ébullition (B) plus riche en

composés oxygénés et au moins une fraction à haute température d'ébullition (A) moins riche en composés oxygénés;

- b) soumission de ladite fraction (B) à un traitement hydrogénant dans des conditions de nature à éviter toute variation substantielle dans son poids moléculaire moyen pour obtenir un mélange hydrogéné d'hydrocarbures substantiellement non oxygénés;
- c) recombinaison d'au moins une partie dudit mélange hydrogéné selon l'étape (b) avec ladite fraction (A) pour former un mélange (C) d'hydrocarbures linéaires avec un contenu réduit en hydrocarbures oxygénés et soumission dudit mélange (C) à un traitement d'hydrocraquage en présence d'un catalyseur d'hydroisomérisation/hydrocraquage, pour convertir au moins 40 % de ladite fraction à haut point d'ébullition en une fraction d'hydrocarbures pouvant être distillés à une température inférieure à 370°C;
- d) séparation d'au moins une fraction d'hydrocarbures du produit obtenu à l'étape (c) dont la température de distillation est dans le domaine des distillats moyens, procédé dans lequel le procédé d'hydrocraquage de l'étape c) est le procédé selon l'une des revendications 1 à 11."

Les revendications 2-11 et 17-18 sont dépendantes des revendications précédentes.

III. La Requérante/Opposante a formé un recours à l'encontre de la décision de la Division d'Opposition. La Requérante a objecté que l'exigence de l'article 56 CBE n'est pas satisfaite par les revendications telles que délivrées et a présenté, inter alia, les documents

- D1 = WO-A-02/48289
- D2 = WO-A-03/004584
- D8 = Handbook of Petroleum refining Processes,
R.A.Meyers (ed.), McGraw-Hill, 1996,
14.3-14.68, G.1.

IV. Les Intimées ont maintenu les revendications telles que délivrées comme seul jeu de revendications.

V. Les arguments principaux de **la Requérante** étaient les suivants :

Admissibilité de D8

- D8 est pertinent pour la discussion de l'activité inventive du brevet attaqué. Ce document doit être admis dans la procédure orale.

Activité inventive

- D1 est l'état de la technique le plus proche.
- Ce document ou sa combinaison avec D2 ou avec D8 rend l'objet revendiqué évident.
- Aucun effet a été démontré par les tests comparatifs. Les catalyseurs C3 et C4 ne peuvent être comparés, mais une comparaison de C4 avec C2 est possible.
- Ainsi, l'objet revendiqué n'implique pas d'activité inventive.

Les arguments principaux **des Intimées** étaient les suivants :

Admissibilité de D8

- D8 a été fourni tardivement. Ce document n'est pas pertinent et ne doit pas être admis dans la procédure.

Activité inventive

- Les différences entre D1 et la présente revendication 1 sont la cause de l'effet démontré par les essais comparatifs des Intimées.
- C3 ne se distingue de C4 que par la présence des macropores.
- L'effet atteint n'est pas dérivable de D1 ou de sa combinaison avec D2 ou D8.
- Ainsi, l'objet revendiqué implique une activité inventive.

VI. La Requérante a demandé l'annulation de la décision contestée et la révocation du brevet européen no. 1 590 424.

Les Intimées ont demandé le rejet du recours.

Motifs de la décision

1. Admissibilité de D8
 - 1.1 D8 a été produit par la Requérante avec la lettre du 15 Février 2012 comme l'état de la technique représentant la connaissance générale de l'homme du métier.
 - 1.2 Les Intimées ont considéré ce document étant produit tardivement et ne contribuant pas à la discussion de la brevetabilité du brevet attaqué.
 - 1.3 La Chambre est d'avis que la production de ce document est une réaction aux arguments présentés par les Intimées avec la lettre du 16 Septembre 2011. D8 représente la connaissance générale de l'homme du métier et a été soumis à peu près quatorze mois avant la tenue de la procédure orale, laissant ainsi suffisamment de temps aux Intimées pour se familiariser avec son contenu.
 - 1.4 Ainsi, la Chambre exerce sa discrétion conformément à l'article 13(1) RPCR et admet D8 dans la procédure de recours.
2. Nouveauté
 - 2.1 La Requérante a retiré son objection du manque de nouveauté au cours de la procédure orale. La Chambre n'a pas de raison de conclure que l'exigence de l'article 54 CBE n'est pas satisfaite.

3. Activité inventive

3.1 La présente invention concerne la mise à disposition d'un procédé de traitement avec hydrocraquage et hydroisomérisation de charges issues du procédé Fischer-Tropsch, qui permet d'améliorer les propriétés à froid des paraffines qui en sont issues et la quantité des distillats moyens obtenus.

Les deux parties ont cité D1 comme l'état de la technique le plus proche. La Chambre ne voit aucune raison pour dévier de cette ligne d'argumentation.

D1 décrit un procédé de fabrication de distillats moyens de haute qualité à partir de charges hydrocarbonées de préférence issues du procédé Fischer-Tropsch pour obtenir des huiles possédant un faible point d'écoulement.

Selon l'Intimée, le problème résolu par la présente invention vis-à-vis D1 est l'amélioration du rendement et des propriétés à froid de ces distillats.

La solution proposée pour résoudre ce problème est le procédé conformément à la revendication 1 du brevet attaqué.

3.2 Les parties sont en désaccord sur le point de savoir si le problème défini par l'Intimée a effectivement été résolu :

3.2.1 Les Intimées ont soumis des tests comparatifs avec les lettres des 15 Octobre 2010 et 16 Septembre 2011. Ces tests montreraient inter alia que le rendement de

distillats moyens (coupes 150-370°C) avec un catalyseur conformément à l'invention (C3) est meilleur qu'avec un catalyseur contenant plus de macropores (C4).

La Requérante a argué qu'une comparaison de C3 et C4 n'est pas possible, parce qu'il s'agit de deux catalyseurs complètement différents qui ne se distinguent pas seulement par les macropores. En plus, elle a argué que le rendement amélioré obtenu avec C3 n'est pas pertinent, parce que les fourchettes définies par les rendements, déterminés par les tests comparatifs en utilisant C3 et C4, en considérant \pm leur variation de 1%, se chevauchent.

L'argument de la Requérante, selon lequel l'Exemple 3 du brevet attaqué décrit un procédé de préparation de C3 qui n'est pas exactement identique à celui de C4 a été présenté pour la première fois **au cours de la procédure orale devant la Chambre de recours**. La décision de la Division d'Opposition et les arguments de la Requérante au cours de la procédure de recours étaient fondés sur l'hypothèse que la seule différence entre C3 et C4 consiste dans les macropores. La description des différents procédés peut aussi être le résultat d'une erreur évidente. Cette dernière conclusion a été supportée par les Intimées, mais est aussi décrite à la page 2 du test comparatif du 15 Octobre 2010 qui mentionne que "Ces deux catalyseurs diffèrent **uniquement** par la présence dans C4 d'un volume poreux [...] plus élevé que celui de C3 [...]" (mise en caractères gras par la Chambre).

L'argumentation tardive a privé les Intimées de la possibilité de contredire l'objection. De plus,

l'impossibilité de comparaison allégué doit être attesté par la Requérante, mais en espèce aucune preuve n'est fournie que **les catalyseurs C3 et C4** se distinguent par d'autres différences que par le volume poreux (macropores).

3.2.2 La Requérante a aussi argué que C4 peut être comparé avec C2, mais pas avec C3, parce que la méthode de préparation de C2, comme celle de C4, ne comporte pas l'utilisation de tétraéthoxysilane (TEOS).

Même si l'on compare les rendements à 150-370°C de C2, C3 et C4 divulgués dans le tableau 2 du brevet attaqué ainsi que dans l'exemple comparatif du 16 Septembre 2011, l'on constate que les catalyseurs C2 **et** C3 (tous deux conformément à l'invention) sont meilleurs que C4.

Catalyseur	C2	C3	C4
Rendements 150-370°C (% poids)	76,7	77,1	76,0

Ainsi, cet argument n'est pas pertinent.

3.2.3 Le deuxième argument de la Requérante, selon lequel les résultats pour le rendement des catalyseurs seraient à l'origine de l'imprécision des mesures n'a pas été prouvé. Aucune base pour la variation de 1% estimée par la Requérante dans sa lettre du 15 Février 2012, page 4, point iii. n'a été démontrée.

3.2.4 Ainsi, la Chambre n'a pas de raison pour douter que les catalyseurs conformément à l'invention donnent un rendement de distillats moyens amélioré.

3.3 La question suivante à examiner est de déterminer s'il était évident pour l'homme du métier d'arriver à l'invention revendiquée à partir de la divulgation de D1, en isolation ou en combinaison avec d'autres documents cités comme état de la technique.

Le procédé selon cette revendication se distingue par les propriétés du catalyseur utilisé, qui sont

- (a) le volume poreux total compris entre 0.1 et 0.6 ml/g, mesuré par porosimétrie au mercure **et** par porosimétrie à l'azote,
- (b) le volume poreux, mesuré par porosimétrie au mercure, compris dans les pores de diamètre supérieurs à 140 Å inférieurs à 0.1 ml/g,
- (c) le volume poreux, mesuré par porosimétrie au mercure, compris dans les pores de diamètre supérieurs à 500 Å inférieurs à 0.01 ml/g,
- (d) le diagramme de diffraction X qui contient au moins les raies principales caractéristiques d'au moins une des alumines de transition comprises dans le groupe composé par les alumines alpha, rho, chi, eta, gamma, kappa, theta et delta.

Bien que les parties ont des opinions différentes vis-à-vis les différences par rapport à l'état de la technique le plus proche, la Requérente admet qu'à tout le moins la caractéristique (c), qui décrit la présence des macropores, distingue D1 de la présente invention.

3.3.1 Or, la Chambre ne trouve nulle part dans D1 une suggestion que le rendement de distillats moyens pourrait être amélioré en utilisant un catalyseur comme défini dans la revendication 1 ayant la caractéristique c).

Aussi, la Requérante n'a pas démontré une quelconque divulgation dans D1, d'une telle suggestion.

En revanche, elle a allégué que les données comparatives de l'intimée ne démontrent pas que le rendement de distillats moyens est amélioré, mais uniquement que l'activité du catalyseur dans le procédé revendiqué est augmentée. En plus, elle a allégué qu'une petite différence d'activité du catalyseur n'aurait pas d'influence sur la durée de vie du catalyseur dans le traitement de paraffines issues d'un procédé Fisher-Tropsch.

Toutefois, en absence de quelque support que ce soit pour ces allégations cet argument ne peut être accepté.

Etant donné que la Requérante a elle-même admis que C3 est plus actif que C4, un tel effet est associé au problème du brevet attaqué (voir le brevet attaqué, page 3, lignes 5/6) et D1 ne mentionne pas que la présence de macropores a un effet sur l'activité du catalyseur; D1, pris isolément, ne rend pas l'objet revendiqué évident.

3.3.2 Comme alternative, la Requérante a proposé de combiner D1 avec D2 ou avec D8.

Bien que D2 décrit le même problème que D1, les catalyseurs décrits dans D2 sont différents de ceux de la présente invention et la combinaison de D1 avec D2 ne divulgue pas un rendement amélioré, ni l'activité augmentée du catalyseur divulgué dans le brevet attaqué.

La Requérante était aussi d'avis que la figure 14.1.12 de D8 divulgue l'enseignement selon lequel la diffusion des systèmes conformément à l'invention n'est pas limitée et que ce document donne à l'homme du métier l'instruction d'éviter les macropores. Même si l'on suppose que la figure concernant des catalyseurs d'hydrocraquage peut être appliqué aux catalyseurs hydroisomérisation/hydrocraquage et que l'on peut déduire de cette figure quelles sont les paramètres à appliquer, la combinaison de D1 avec cette figure ne donne pas d'indication de modifier le catalyseur d'une façon telle que revendiquée, ni qu'un rendement amélioré peut être atteint avec cette modification.

- 3.3.3 En tenant compte des arguments présentés, la Chambre est d'avis que l'invention implique une activité inventive.
- 3.4 Le procédé décrit dans la revendication 1 fait partie des procédés conformément aux revendications 12-16. De plus, les revendications 2-11 et 17,18 sont dépendantes des revendications précédentes.
- 3.5 Pour ces raisons le jeu de revendications tel que délivré implique une activité inventive.

Dispositif

Par ces motifs, il est statué comme suit :

Le recours est rejeté.

Le Greffier

Le Président

D. Magliano

P.-P. Bracke