

Europäisches Patentamt  
Beschwerdekammern

European Patent Office  
Boards of Appeal

Office européen des brevets  
Chambres de recours



Veröffentlichung im Amtsblatt	<input checked="" type="checkbox"/> Ja / <input type="checkbox"/> Nein
Publication in the Official Journal	<input checked="" type="checkbox"/> Yes / <input type="checkbox"/> No
Publication au Journal Officiel	<input checked="" type="checkbox"/> Oui / <input type="checkbox"/> Non

Aktenzeichen / Case Number / N<sup>o</sup> du recours : T 161/83

Anmeldenummer / Filing No / N<sup>o</sup> de la demande : 80103434.9

Veröffentlichungs-Nr. / Publication No / N<sup>o</sup> de la publication : 0 024489

Bezeichnung der Erfindung: Verfahren zur Gewinnung farbloser, Trimethylamin-  
Title of invention: und Dichlorethan-freier wässriger Chlorcholinchlorid-  
Titre de l'invention : lösungen

Klassifikation / Classification / Classement : C07 e87/30

### ENTSCHEIDUNG / DECISION

vom / of / du 7. Mai 1985

Anmelder / Applicant / Demandeur : Chemische Werke Hüls AG

Patentinhaber / Proprietor of the patent /  
Titulaire du brevet :

Einsprechender / Opponent / Opposant :

Stichwort / Headword / Référence :

EPÜ / EPC / CBE Art.52 und 56 EPC.

"Erfinderische Tätigkeit", "Kombination von Merkmalen"

Leitsatz / Headnote / Sommaire



Aktenzeichen: T 161 / 83

**ENTSCHEIDUNG**  
**der Technischen Beschwerdekammer 3.3.1**  
**vom 7. Mai 1985**

**Beschwerdeführer:** BASF AG  
(Einsprechender) Carl-Bosch-Str.38  
6700 Ludwigshafen

**Vertreter:**

**Beschwerdegegner:** Chemische Werke Hüls AG  
(Patentinhaber) Postfach 1320  
4370 Marl 1

**Vertreter:**

**Angefochtene Entscheidung:** Entscheidung der Einspruchsabteilung des Europäischen Patentamts  
vom 26.07.1983, mit der der Einspruch gegen das euro-  
päische Patent Nr. 0024489 aufgrund des Artikels 102(2)  
EPÜ zurückgewiesen worden ist.

**Zusammensetzung der Kammer:**

**Vorsitzender:** K. Jahn  
**Mitglied:** G. Szabo  
**Mitglied:** O. Bossung

SACHVERHALT UND ANTRÄGE

- I. Auf die europäische Patentanmeldung 80 103 434.9, die am 20. Juni 1980 unter Inanspruchnahme der Priorität aus der deutschen Voranmeldung vom 25. August 1979 angemeldet worden ist, ist am 14. April 1982 das europäische Patent 24 489 mit fünf Patentansprüchen erteilt worden. Anspruch 1 lautet:
- "Verfahren zur Gewinnung farbloser, Trimethylamin- und Dichlorethan-freier wäßriger Chlorcholinchloridlösungen durch Umsetzung von Trimethylamin mit überschüssigem Dichlorethan und Auflösen der entstandenen Chlorcholinchloridkristalle in Wasser, Trennung der entstehenden Mischung in eine dichlorethanreiche und eine wäßrige chlorcholinchloridreiche Phase, die noch Dichlorethan und Trimethylamin enthält, dadurch gekennzeichnet, daß man die wäßrige Trimethylamin- und Dichlorethan-haltige Chlorcholinchloridlösung unter vermindertem Druck bei Temperaturen von 20 bis 70°C innerhalb kurzer Verweilzeit kontinuierlich im Gegenstrom in einer Kolonne mit 0,2 bis 20 Gewichtsprozent Wasserdampf, bezogen auf die zu reinigende Chlorcholinchloridlösung, behandelt".
- II. Gegen die Erteilung des europäischen Patents hat die Einsprechende am 12. Januar 1983 Einspruch eingelegt und den Widerruf des Patents wegen mangelnder erfinderischer Tätigkeit beantragt. Die Begründung wurde, unter anderem, auf die neue Entgegenhaltung DE-B- 1 275 066 (1) gestützt.
- III. Durch Entscheidung vom 26. Juli 1983 hat die Einspruchsabteilung den Einspruch zurückgewiesen. Die Zurückweisung des Einspruchs wurde im wesentlichen damit begründet, daß keine der Entgegenhaltungen eine Anregung dafür gebe, die die beim Verfahren gemäß (1) aufgetretenen und aufgabengemäß zu Überwindenden Nachteile, nämlich die Verfärbung der

Chlorcholinchloridlösung, die Senkung des pH-Wertes von 6 auf 1 und die Erhöhung der Trimethylammoniumchloridkonzentration durch Abgehen von der konventionellen Destillationsweise und Übergang zur kontinuierlichen Wasserdampfdestillation unter bestimmten Bedingungen zu beseitigen. Da aufgrund des nachgewiesenen Standes der Technik diese Ergebnisse nicht erwartet werden konnten, sei der Patentgegenstand als erfinderisch anzusehen.

IV. Gegen diese Entscheidung hat die Einsprechende am 20. September 1983 unter gleichzeitiger Entrichtung der vorgesehenen Gebühr Beschwerde erhoben und diese am 26. November 1983 unter Nennung der GB-B- 1 138 490 (4) als weiterer Entgegnung begründet. Die Kammer hat darauf hingewiesen, daß die Einsprechende beweispflichtig für die Behauptung sei, daß sich bei genauem Nacharbeiten aus den Entgegnungen nicht erkennbare Ergebnisse einstellen. Die Beschwerdeführerin legte daraufhin die Ergebnisse weiterer Vergleichsversuche vor. Eine mündliche Verhandlung fand am 7. Mai 1985 statt.

V. Der schriftliche und mündliche Vortrag der Beschwerdeführerin läßt sich im wesentlichen wie folgt zusammenfassen:

(a) Wenn man sich bei der Beurteilung der erfinderischen Tätigkeit an der verbesserten Qualität des Verfahrensproduktes orientiere, so sei auch die Kenntnis des Fachmanns zu berücksichtigen, daß die Übertragung einer diskontinuierlich ausgeführten in eine kontinuierlich ausgeführte Reinigungsoperation üblicherweise mit einer Steigerung der Produktqualität verbunden sei; denn die kontinuierliche Arbeitsweise erlaube konstanten

Materialfluß sowie konstante Temperatur- und Druckverhältnisse, alles Parameter, die bei diskontinuierlicher Arbeitsweise starken Schwankungen unterworfen seien und daher die Produktqualität ungünstig beeinflussen.

- (b) Aus der erstmals im Beschwerdeverfahren zitierten Entgegenhaltung (4) ergebe sich dies deutlich. Danach werde die rohe Lösung des Chlorcholinchlorids durch kontinuierliche Destillation von Trimethylamin und Dichlorethan befreit, wie in Beispiel 4 dargestellt, während Beispiel 1 mit seiner diskontinuierlichen Arbeitsweise zeige, daß zudem eine Behandlung mit Aktivkohle und eine pH-Einstellung mit Ammoniak zur Verringerung des pH-Wertes notwendig sei. Es bedürfe keiner erfinderischen Tätigkeit, die bereits im wesentlichen in (4) beschriebenen Merkmale vorzuschlagen; bei den zusätzlich beanspruchten Merkmalen handle es sich um bekannte Maßnahmen (vgl. Organikum - organisch chemisches Grundpraktikum, S. 69-71, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1976 (2); Vauck und Müller, Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, S. 697-698, Verl. Theodor Steinkopff, Dresden 1974), die nicht über eine routinemäßige Ermittlung geeigneter Verfahrensbedingungen hinausgehen.
- (c) Da man die Lösung auch bei einer kontinuierlichen Destillation im oberen Drittel der Rektifikationskolonne aufgabe, fließe dieser Strom dem aufsteigenden Dampf entgegen. Diese Bedingungen entsprächen einer kontinuierlichen Wasserdampfdestillation im Gegenstrom. Die Vergleichsversuche zeigten, daß sich stark gefärbte Lösungen, die gemäß dem Verfahren des Oberbegriffs des Hauptanspruchs hergestellt wurden, mit Wasserdampf nicht entfärben ließen, unabhängig von der Art der Destilla-

tion bei Normal- oder Unterdruck. Zudem sei die pH-Ver-  
ringerung beim Verfahren der Patentinhaberin nur un-  
wesentlich kleiner als nach dem Verfahren der Entgegen-  
haltung (4).

VI. Die Beschwerdegegnerin hat dagegen im wesentlichen folgendes  
vorgetragen:

- (a) Die Behauptung von der Verbesserung der Produkt-  
qualität durch Übergang von diskontinuierlicher zur  
kontinuierlichen Reinigung sei keinesfalls be-  
wiesen; es sei im Gegenteil zu erwarten, daß die  
diskontinuierliche Destillation wegen der hierdurch  
möglichen längeren Behandlungsdauer eine bessere  
Reinigung ermögliche. Auch die Behauptung, daß beim  
Arbeiten nach dem Gegenstromprinzip zwangsläufig  
kurze Verweilzeiten in der Kolonne vorliegen, sei  
unzutreffend. Die statistische Verweilzeit in  
derartigen Apparaturen werde vielmehr durch das  
Verhältnis von Durchsatz zu Betriebsinhalt bestimmt  
und könne für einen Teil der Lösung sehr erhebliche  
Werte annehmen. Die Konsequenzen seien daher nicht  
übersehbar.
  
- (b) Die Aufgabe der Erfindung sei nicht, erheblich  
verschmutzte Ausgangslösungen zu reinigen. Die  
Synthese könne jedenfalls so gelenkt werden, daß  
die Reaktionslösung farblos sei, obwohl sie  
Verunreinigungen in Form der unveränderten  
Ausgangsstoffe und des gebildeten Trimethyl-  
ammoniumchlorids enthalte. Diese Stoffe könnten  
dann gemäß der Erfindung entfernt werden ohne  
Neubildung färbender Verunreinigungen.

VII. Die Beschwerdeführerin (Einsprechende) beantragt die Aufhebung der angefochtenen Entscheidung und den Widerruf des Patents. Die Beschwerdegegnerin (Patentinhaberin) beantragt die Zurückweisung der Beschwerde.

#### ENTSCHEIDUNGSGRÜNDE

1. Die Beschwerde entspricht den Artikeln 106 bis 108 und Regel 64 EPÜ; sie ist daher zulässig.
2. Gegenstand des vorliegenden Patents ist ein Verfahren zur Gewinnung farbloser, Trimethylamin- und Dichlorethanfreier wäßriger Chlorcholinchloridlösungen durch Umsetzung von Trimethylamin mit überschüssigem Dichlorethan und Auflösen der entstandenen Chlorcholinchloridkristalle in Wasser, Trennung der entstehenden Mischung in eine dichlorethanreiche und eine wäßrige chlorcholinchloridreiche Phase, die noch Dichlorethan und Trimethylamin enthält.

Demnach erfolgt die Umsetzung im wesentlichen in wasserfreiem Medium; - das Wasser wird erst zur Trennung eingeführt.

3. Nächstliegender Stand der Technik ist Entgegenhaltung (1), weil dieses Dokument ein Verfahren dieser Art beschreibt. Bei der Aufarbeitung der wäßrigen Chlorcholinchloridlösung durch Vakuumdestillation zur Entfernung von zurückgebliebenen Ausgangsstoffen, bei der eine Konzentrierung der Lösung auf ca. 80 % eintritt, färbt sich die bis dahin farblose Lösung gelb (vgl. (1), Sp. 3, Z. 20), wobei der pH-Wert von 6 auf 1 sinkt, und die Konzentration an unerwünschten Trimethylammoniumchlorid erheblich ansteigt, wie die Patentinhaberin festgestellt hat (vgl. Streitpatentschrift Sp. 1, Z. 37-55, und Vergleichsbeispiel 2 und auch (1), Sp. 5, Z. 1-5).

4. Aufgabe der Erfindung ist es, dieses Verfahren zu verbessern, d.h. eine Verschlechterung der Farbzahl der Lösung und die damit einhergehende pH-Wert-Verringerung zu stark sauren Werten zu vermeiden. Diese Aufgabe wird nach dem Streitpatent dadurch gelöst, daß die - wie oben angegeben - erhaltene, im wesentlichen farblose Reaktionslösung unter vermindertem Druck bei Temperaturen von 20 bis 70°C innerhalb kurzer Verweilzeit kontinuierlich mit 0.2 bis 20 Gewichtsprozent Wasserdampf im Gegenstrom behandelt wird. Tatsächlich ändert sich hierbei die sehr niedrige Farbzahl der Ausgangslösung nach der Behandlung mit Wasserdampf praktisch nicht, der pH-Wert ist nicht niedriger als 5,8 und kein Dichlorethan oder Trimethylamin ist nachweisbar.

Während die Reinigungsmethode nach dem Streitpatent die niedrige Farbzahl (wie ca. 5 APHA) kaum ändert und der pH-Wert nicht in den stark sauren Bereich fällt, tritt bei einer Rektifizierung nach (1) eine Verschlechterung der Farbzahl auf 80 bei gleichzeitigem Absinken des pH-Wertes auf 1 ein (vgl. Streitpatent, Vergleichsbeispiel 2). Es ist daher glaubhaft, daß die bestehende Aufgabe auch tatsächlich gelöst wurde.

5. Die Beschwerdeführerin hat diesen Sachverhalt bestritten und hierzu Ergebnisse von Vergleichsversuchen in Anlehnung an das kontinuierliche Verfahren gemäß (4) vorgelegt. Die für die Destillation bestimmte Ausgangslösung, die angeblich gemäß Streitpatent hergestellt wurde, enthält bestimmte Mengen von Ausgangsstoffen und hatte eine Farbzahl von 28 APHA. Die Behandlung der Lösung mit Wasserdampf (10 Gew.-%) gemäß dem Streitpatent (80 m bar, Temp. 45 bis 52°C, Gegenstrom), brachte keine Verbesserung der Farbzahl (29 bzw. 30 APHA) und der pH-Wert fiel von 7,8 auf 4,3 bzw. 4,2. Dagegen

konnte man bei der kontinuierlichen Destillation nach (4) (160 m bar, Temp. 60°C und ca. 10 Vol.-% Destillat) eine Farbzahl von 29 bzw. 27 APHA beobachten und der pH-Wert betrug 3,6 bzw. 3,9.

6. Es wurde keine Erklärung gegeben, warum die für diese Vergleichsversuche eingesetzten Ausgangslösungen gefärbte Verunreinigungen in solch hohem Maße enthielten und warum deren pH-Wert nicht bei ungefähr 10 lag wie bei der Streitpatentschrift. Nun besteht die Aufgabe nach dem Streitpatent aber nicht darin, die Farbqualität beliebig gefärbter Lösungen bei der destillativen Entfernung der nicht umgesetzten Ausgangsstoffe zu verbessern; sie ist vielmehr darauf gerichtet, die Verfärbung bei dieser Destillation zu vermeiden. Das bedeutet, daß zwecks Gewinnung farbloser Chlorcholinchloridlösungen von farbloser Reaktionslösung auszugehen ist. Die Experimente der Beschwerdeführerin haben daher keine Aussagekraft.
7. Die kennzeichnenden Merkmale des Verfahrens nach Anspruch 1 fordern verminderten Druck, kurze Verweilzeit, eine Temperatur von 20 bis 70°C, eine Dampfmenge von 0.2 bis 20 Gewichtsprozent, und eine kontinuierliche Arbeitsweise im Gegenstrom. Keine der Entgegenhaltungen beschreibt die Kombination dieser Maßnahmen, wenngleich eine Vakuumdestillation in Entgegenhaltung (1) unter ähnlichen Umständen hinsichtlich Kontinuität, Temperatur und niedrigem Druck vorgeschlagen wird. Jedoch erlangt das Verfahren seine Neuheit bereits durch die Arbeitsweise im Gegenstrom unter gleichzeitiger Einführung von Wasserdampf.
8. Was die Frage der erfinderischen Tätigkeit angeht, kommt es nicht darauf an, daß einzelne Maßnahmen der Kombination an sich bekannt sind. Obwohl Dampf durch das Reaktionsgemisch geblasen wird, ist das Verfahren keine typische Wasserdampf-

destillation, weil diese vor allem dann angewendet wird, wenn die zu trennenden Verunreinigungen - anders als hier - kaum oder gar nicht in Wasser löslich sind. Bei einer typischen Wasserdampfdestillation liegt der Siedepunkt des Gemisches niedriger als der Siedepunkt des niedrigst siedenden Bestandteils: daher kann man auch Stoffe mit einem weit über 100°C liegenden Siedepunkt schonend destillieren (vgl. (2), S. 69-70, und (3), S. 697-698). So lassen sich nicht in Wasser lösliche Öle, Fettsäuren, Benzine usw. lassen sich von Rückständen trennen. Dagegen liegt der Siedepunkt eines Gemisches zweier gelöster Stoffe - wie hier - zwischen den Siedepunkten der Einzelstoffe; für die Trennung solcher Systeme mit Komponenten verschiedener Flüchtigkeit, ist die rektifikative Destillation das übliche Trennverfahren. Die Kammer verkennt dabei nicht, daß in der Praxis zwischen Vakuumdestillation und Wasserdampfdestillation eine gewisse Ähnlichkeit besteht; um so überraschender ist aber dann, daß nach dem Streitpatent eine signifikante Verbesserung mittels einer nicht geeignet erscheinenden, unechten Wasserdampfdestillation erzielt wird.

9. Weiter schreibt das Verfahren des Streitpatents auch eine kontinuierliche Arbeitsweise vor, die unter Einsatz bestimmter Wasserdampfmengen im Gegenstrom stattfinden muß. Obwohl der Übergang von der diskontinuierlichen zur kontinuierlichen Destillation oft Vorteile erwarten läßt, ist der Einfluß auf die Zersetzung empfindlicher Stoffe hierbei schwer abzuschätzen. Während sich bei einem diskontinuierlichen Destillationsverfahren eine bestimmte Verweilzeit für die gelösten Substanzen angeben läßt, existiert bei einem kontinuierlichen Gegenstromverfahren nur eine statistische Verweilzeit, d.h. ein Teil solcher Stoffe kann im System länger zirkulieren, wodurch sich die Gefahr einer Zersetzung erhöht. Die Entgegnung (4)

deutet darauf hin, daß bloßer Übergang zur kontinuierlichen Destillation die bestehende Aufgabe nicht löst (vgl. S. 2, Z. 58-68 und S. 3, Z. 68 - 72). Die Beschwerdeführerin hat auch nicht glaubhaft gemacht, daß der bloße Übergang von einer zur anderen Arbeitsweise in diesen Beispielen schon nennenswerte Effekte in Bezug auf Farbe oder pH bringen würde.

10. Es mag durchaus zutreffen, daß die einzelnen Maßnahmen - isoliert betrachtet - zum allgemeinen Fachwissen gehören. Echte Wasserdampfdestillationen können unter Normaldruck oder Vakuum im Einstrom oder Gegenstrom durchgeführt werden (vgl. (3) S. 698). Die rektifikative Destillation des Standes der Technik hat auch einen gegenstromartigen Teil in der Rektifikationskolonne zwischen kondensiertem Wasser und aufsteigendem Dampf, aber nach dem Streitpatent bewegt sich die ganze Flüssigkeit gegen den Dampfstrom, wobei sich offenbar andere, die Reinigung begünstigende Gleichgewichts-, zustände eingestellt. Bei der Beurteilung der erfindnerischen Tätigkeit eines - wie hier - durch mehrere Einzelmaßnahmen gekennzeichneten Verfahrens kommt es nicht darauf an, ob diese - isoliert gesehen - an sich bekannt sind. Vielmehr ist zu beurteilen, ob deren funktionelles Zusammenwirken zwecks Lösung der bestehenden Aufgabe nahelag. Dies ist hier nicht der Fall; denn - wie ausgeführt - bot die hier angewendete unorthodoxe Technik aus fachmännischer Sicht keine Aussicht, die mit der Destillation der Chlorcholinchlorid-Reaktionslösung einhergehende Verfärbung und pH-Werteerniedrigung zu stoppen.
11. Zusammenfassend ergibt sich, daß die Lehre nach Anspruch 1

des Streitpatents neu ist und auf erfinderischer Tätigkeit beruht. Die auf diesen Anspruch rückbezogenen Unteransprüche beziehen sich auf besondere Ausführungsformen des Verfahrens nach dem Hauptanspruch und werden von dessen Patentfähigkeit getragen.

ENTSCHEIDUNGSFORMEL

Aus diesen Gründen wird wie folgt entschieden:

Die Beschwerde gegen die Entscheidung der Einspruchsabteilung vom 26. Juli 1983 wird zurückgewiesen.

Der Geschäftsstellenbeamte:

Der Vorsitzende:

B A Norman

K Jahn