

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



Aktenzeichen / Case Number / N° du recours : T 23/84

Anmeldenummer / Filing No / N° de la demande : 80 102 380.5

Publikations-Nr. / Publication No / N° de la publication : 0 019 160

Bezeichnung der Erfindung: Verfahren zur Vernichtung von Phosgen

Title of invention:

Titre de l'invention :

ENTSCHEIDUNG / DECISION

vom / of / du 13. November 1984

~~Anmelder~~/Patentinhaber: BASF Aktiengesellschaft
Applicant/Proprietor of the patent:
Demandeur/Titulaire du brevet :

Stichwort / Headword / Référence :

EPÜ / EPC / CBE Art. 52 (1), 56
"Erfinderische Tätigkeit"

Leitsatz / Headnote / Sommaire



Aktenzeichen: T 23 / 84

ENTSCHEIDUNG
der Technischen Beschwerdekammer 3.4.1
vom 13. November 1984

Beschwerdeführer: BASF Aktiengesellschaft
(Patentinhaber) Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen
Bundesrepublik Deutschland

Vertreter:

Beschwerdegegner:
(Einsprechende I) Hoechst Aktiengesellschaft
Postfach 80 03 20
6230 Frankfurt am Main 80
Bundesrepublik Deutschland

(Einsprechende II) Bayer AG
Bayerwerk
5090 Leverkusen
Bundesrepublik Deutschland

Angefochtene Entscheidung: Entscheidung der Einspruchsabteilung des Europäischen Patentamts
vom 27. September 1983, mit der das europäische Patent Nr.
0 019 160 aufgrund des Artikels 102(1) EPÜ
widerrufen worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzender: R. Kaiser

Mitglied: O. Huber

Mitglied: M. Prélôt

SACHVERHALT UND ANTRÄGE

I. Auf die am 2. Mai 1980 angemeldete europäische Patentanmeldung Nr. 80 102 380.5, für welche die Priorität vom 16. Mai 1979 aus einer Voranmeldung in der Bundesrepublik Deutschland in Anspruch genommen wird, ist am 25. November 1981 das 3 Patentansprüche umfassende europäische Patent Nr. 0 019 160 mit der Bezeichnung "Verfahren zur Vernichtung von Phosgen" erteilt worden.

II. Auf die von der

Hoechst Aktiengesellschaft in D-6230 Frankfurt am Main

und der

Bayer AG in D-5090 Leverkusen

erhobenen und auf Art. 100 a EPÜ gestützten Einsprüche gegen das erteilte Patent hat die Patentinhaberin mit den am 18. November 1982 eingereichten zwei neuen Patentansprüchen das beanspruchte Verfahren auf das Merkmal des erteilten Anspruchs 2 beschränkt. Auf die mündliche Verhandlung am 27. September 1983 hat die Einspruchsabteilung das Patent mit der Begründung widerrufen, daß das im Anspruch 1 angegebene Verfahren zur Vernichtung von in Gasen enthaltenem Phosgen im Hinblick auf den in der DE-B- 1 203 741 offenbarten Stand der Technik nicht auf einer erfinderischen Tätigkeit im Sinne des Art. 56 EPÜ beruhe. Die ausführliche schriftliche Begründung der Entscheidung trägt das Datum 15. November 1983.

III. Gegen diese Entscheidung hat die Patentinhaberin (Beschwerdeführerin) unter gleichzeitiger Zahlung der Beschwerdegebühr und Vorlage der Beschwerdebegründung Beschwerde eingelegt.

In der am 13. November 1984 durchgeführten mündlichen Verhandlung hat die Beschwerdeführerin beantragt,

die angefochtene Entscheidung aufzuheben und
das Patent auf der Grundlage der folgenden Unterlagen
aufrechtzuerhalten:

Beschreibung gemäß europäischer Patentschrift, unter Ersatz von Sp. 1, Z. 32-39, und Sp. 2, Z. 41-48, durch die am 18. November 1982 eingegangenen Beschreibungsteile; Ansprüche 1 und 2, eingegangen am 18. November 1982; 1 Figur gemäß Patentschrift.

Der geltende Patentanspruch 1 lautet wie folgt:

"Verfahren zur Vernichtung von in Massen enthaltenem Phosgen durch Hydrolyse des Phosgens mit Wasserdampf in Abwesenheit von flüssigem Wasser in Gegenwart von Aktivkohle, dadurch gekennzeichnet, daß man die Hydrolyse bei Temperaturen von 10 bis 80°C durchführt."

Die Beschwerdeführerin führte in der Beschwerdebegründung und in der mündlichen Verhandlung im wesentlichen folgendes aus:

Das Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 sei aus der DE-B- 1 203 741 bekannt. Da in dem sich nur mit der Phosgenhydrolyse befassenden Anspruch 5 und in den übrigen Ansprüchen der DE-B- 1 203 741 kein Temperatur-

bereich für die Durchführung der Hydrolyse angegeben sei, müsse zu diesem Punkt auf die Beschreibung zurückgegriffen werden. Dort sei in Sp. 3, Z. 16/17, eine untere Grenztemperatur von 120°C angegeben. Der Sp. 5, Z. 25, entnehme man einen Temperaturbereich von 120-400°C und darüber. Bei dem Ausführungsbeispiel 1 laufe die Phosgenhydrolyse in einem Temperaturintervall von 230 bis 250°C (Sp. 6, Z. 42-43) ab. Der Fachmann entnehme somit der DE-B- 1 203 741 nur die Lehre, die Phosgenhydrolyse oberhalb 120°C, zweckmäßigerweise bei noch wesentlich höheren Temperaturen durchzuführen. Hierbei unterbleibe lediglich im Rahmen eines Nebeneffektes eine Adsorption schädlicher Stoffe an der Aktivkohle, vgl. Sp. 3, Z. 16-22, welche im Rohgas vorhanden sein können, vgl. die Formulierung im Oberbegriff des Anspruchs 1 der DE-B- 1 203 741 "die ... gegebenenfalls noch andere Verunreinigungen enthalten", aber nicht vorhanden sein müssen. Selbst für Rohgase ohne solche Verunreinigungen finde sich in der DE-B- 1 203 741 kein Hinweis, die Phosgenhydrolyse unterhalb 120°C durchzuführen.

Der Umstand, daß das bekannte Verfahren in vier Stufen ablaufe (1. adiabatische Absorption der Chlorwasserstoffe im Turm E, 2. Erwärmen des verbleibenden phosgenhaltigen Gases auf 95-120°C im Vorwärmer E', 3. Hydrolyse des Phosgens im Aktivkohlereaktor F, 4. Kondensation der chlorwasserstoffhaltigen Hydrolysegase im Gaskühler (G), mache ebenfalls deutlich, daß die Erfinder des in der DE-B- 1 203 741 beschriebenen Verfahrens nicht an Hydrolysetemperaturen unter 120°C, geschweige denn unter 80°C gedacht hätten. Bei den verhältnismäßig kleinen Phosgenkonzentrationen von 1-5 % im Rohgas (Sp. 5, Z. 62), eine mit den in den Beispielen der europäischen Patentschrift 19 160 angeführten Werten von 0,4 und 0,8 Vol.-% durchaus

vergleichbare Konzentration, sei eine Hydrolysetemperatur von etwa 50°C, die eine Wasserdampfkonzentration von 12 % zulasse, durchaus ausreichend, um das Phosgen zu vernichten. Die im Ausführungsbeispiel 1 der DE-B- 1 203 741 sich einstellenden hohen Phosgenkonzentrationen (40 % und höher) ergäben sich nämlich erst nach Abtrennung der Chlorwasserstoffe. Es wäre daher viel einfacher gewesen, zunächst das Phosgen bei niedrigen Temperaturen zu beseitigen und dann erst die adiabatische Absorption der Chlorwasserstoffe vorzunehmen, wodurch das vierstufige Verfahren auf zwei Stufen hätte reduziert werden können. Zudem erfordere eine Phosgenhydrolyse bei Temperaturen oberhalb 120°C die Verwendung teurerer korrosionsbeständiger Apparaturen, z.B. aus Glas oder Keramik. In Anbetracht dieser Umstände bedurfte es unter Überwindung eines Vorurteils einer erfinderischen Tätigkeit, um abweichend von der in der DE-B- 1 203 741 gegebenen Lehre, die Phosgenhydrolyse mittels Wasserdampf in Gegenwart von Aktivkohle in einem Temperaturbereich von 10 bis 80°C durchzuführen.

Die beiden Einsprechenden (Beschwerdegegnerinnen) beantragten in der mündlichen Verhandlung die Zurückweisung der Beschwerde der Patentinhaberin.

Sie machen im wesentlichen folgendes geltend:

Der Anspruch 1 und insbesondere der sich nur auf die Phosgenhydrolyse beziehende Anspruch 5 der DE-B- 1 203 741 schrieben keinen Temperaturintervall für die Phosgenhydrolyse vor. Die in der Beschreibung und im Beispiel 1 der DE-B- 1 203 741 angegebenen Hydrolysetemperaturen oberhalb 120°C seien in erster Linie durch die hohen Phosgenkonzentrationen von 40 Vol.-% und höher in dem dem Aktiv-

kohlereaktor F zugeführten Gas bedingt, welche bei niedrigen Temperaturen durch Wasserdampfmangel nicht mehr zu beseitigen seien. Es werde hierzu auf Sp. 3, Z. 56-64, in der europäischen Patentschrift 19 160 hingewiesen, wo die Beschwerdeführerin ausdrücklich darauf hinweise, daß die Vernichtung höherer Konzentrationen eine Steigerung der Temperatur erfordere, um die Wasserdampfsättigungskonzentration zu erhöhen. Auch die Vermeidung von schädlichen Adsorptionen von Verunreinigungsbestandteilen im Rohgas an der Aktivkohle sei mit ein Grund für die in der DE-B- 1 203 741 mitgeteilten hohen Hydrolysetemperaturen, vgl. Sp. 3, Z. 16 ff.

Das 4-Stufen-Argument der Beschwerdeführerin sei ebenfalls nicht relevant, da es abwegig und der Phosgenhydrolyse abträglich sei, bei dem in der DE-B- 1 203 741 beschriebenen Verfahren den Ballast von z.B. 90 Vol.-% Chlorwasserstoffen in die Hydrolysestufe einzubringen. Falls allein eine Phosgenhydrolyse durchzuführen sei, vgl. den Wortlaut des Anspruchs 5 in der DE-B- 1 203 741, reduziere sich die Anzahl der Stufen entsprechend. Es könne daher keine Rede davon sein, daß aus der DE-B- 1 203 741 ein Vorurteil gegen Hydrolysetemperaturen unterhalb 80°C herleitbar sei. Die einzustellenden Hydrolysetemperaturen ergäben sich vielmehr aus den jeweils vorliegenden Umständen, wie Konzentration und Zusammensetzung des Rohgases, auf Grund fachmännischer Überlegungen, so daß das beanspruchte Verfahren nicht auf einer erfinderischen Tätigkeit beruhe.

ENTSCHEIDUNGSGRÜNDE

1. Die Beschwerde entspricht den Artikeln 106 bis 108 sowie der Regel 64 EPÜ. Sie ist daher zulässig.
2. Die geltenden Patentansprüche sind formal nicht zu beanstanden. Ihre Merkmale sind in den Anspruchssätzen der ursprünglichen Unterlagen und der europäischen Patentschrift 0 019 160 enthalten.
3. Nach Prüfung der im Recherchenbericht und von den Beschwerdegegnerinnen genannten Druckschriften kommt die Kammer zu dem Ergebnis, daß das Verfahren zur Vernichtung von Phosgen nach Anspruch 1 gegenüber diesem Stand der Technik neu ist. Da seine Neuheit von den Beschwerdegegnerinnen nicht bestritten worden ist, erübrigen sich diesbezügliche Ausführungen.
4. Die Prüfung, ob das Verfahren nach Anspruch 1 durch den Stand der Technik nahegelegt ist, ergibt folgendes:

Ein Verfahren zur Vernichtung von Phosgen gemäß dem Gattungsteil des geltenden Anspruchs 1 ist aus der DE-B- 1 203 741 bekannt, siehe Anspruch 1 und insbesondere Anspruch 5, wo ausdrücklich angegeben ist, wie das Hydrolyseverfahren zur Beseitigung von Phosgen als Verfahrensschritt für sich durchgeführt werden kann.

Gemäß den Ausführungen in Sp. 2, Z. 33-40, der europäischen Patentschrift 19 160 liegt dem beanspruchten Verfahren die Aufgabe zugrunde, die Vernichtung von Phosgen bei kurzen Verweilzeiten und mit entsprechend kleinen Apparaturen bei niederen Temperaturen ohne Verwendung besonders aktivierter Katalysatoren durchzuführen. Infolge

der Übereinstimmung des aus der DE-B- 1 203 741 bekannten Verfahrens mit dem nach dem erteilten Anspruch 1 sind die Teilaufgaben kurze Verweilzeiten in entsprechend kleinen Apparaturen ohne Verwendung besonders aktivierter Katalysatoren durch das in der DE-B- 1 203 741 mitgeteilte Verfahren auf dem gleichen Wege als gelöst anzusehen.

Im Hinblick auf die bei der Hydrolyse des Phosgens einzustellenden Temperaturen vermitteln die Ansprüche 1 und 5 der DE-B- 1 203 741 in Übereinstimmung mit dem erteilten Anspruch 1 die Lehre, oberhalb des Taupunktes zu arbeiten, um offensichtlich zu gewährleisten, daß die Hydrolyse durch kondensierten Wasserdampf nicht beeinträchtigt wird.

Es ist zutreffend, daß in der Beschreibung der DE-B- 1 203 741 als untere Grenztemperatur für den Ablauf der Hydrolyse 120°C angegeben sind (Sp. 3, Z. 17) und Hydrolysetemperaturen bis 400°C und darüber in Betracht gezogen werden (Sp. 5, Z. 25). Die Temperaturen oberhalb 120°C stellen sich auf Grund des exothermen Charakters der Hydrolyse ein, vgl. Sp. 6, Z. 39-43, und sind nicht durch eine Aufheizung von außen bedingt.

Hierzu ist festzustellen, daß Gegenstand der DE-B- 1 203 741 primär ein Verfahren zur Aufarbeitung von chlorwasserstoffhaltigen Abgasen ist, die Phosgen lediglich als Verunreinigung enthalten, vgl. die Bezeichnung und den Gattungsteil des dortigen Anspruchs 1. Die sich mit der Phosgenbeseitigung befassenden Beschreibungsteile sind in den Aufarbeitungsprozeß für die Chlorwasserstoffe einbezogen und sind daher nicht isoliert zu betrachten. Aus den in der DE-B- 1 203 741 mitgeteilten Prozeßparametern ergeben sich so gewichtige Gründe, daß der Betrieb des Aktivkohlereaktors (F) zur Phosgenhydrolyse bei Tem-

peraturen wesentlich unterhalb 120°C von vornherein ausgeschlossen ist. Geht man etwa von den im Beispiel 1 angegebenen Rohgaskonzentrationen (Sp. 5, Z. 61/62) aus, so stellt sich nach Aufarbeitung der Chlorwasserstoffe durch adiabatische Absorption im Turm (E) eine Phosgenkonzentration von ca. 40 Vol.-% in dem dem Reaktor (F) zuzuführenden Gasgemisch ein. Bei den in der europäischen Patentschrift 19 160 angeführten Beispielen liegen die Konzentrationen nur bei 0,4 bzw. 0,8 Vol.-%. Die auf Grund der Stöchiometrie und des Massenwirkungsgesetzes für eine (wirtschaftliche) Hydrolyse solch hoher Phosgenkonzentrationen erforderlichen Wasserdampfmengen können nur bei entsprechend hohen Temperaturen im Aktivkohlereaktor (F) zur Verfügung gestellt werden. Auf die Temperaturabhängigkeit von der Konzentration hat selbst die Beschwerdeführerin in ihrer Patentschrift hingewiesen, wenn in Sp. 3, Z. 56 ff, festgestellt wird, daß "bei 20°C die vernichtbare COCl_2 -Konzentration bei etwa 2 Vol.-% liegt und bei Steigerung der Temperatur entsprechend einer Steigerung der Wasserdampfsättigungskonzentration erhöht werden kann".

Die Existenz des Vorwärmers (E') zur Aufheizung des phosgenhaltigen Gasgemisches auf 95-120°C vor Eintritt in den Reaktor (F) ergibt sich offensichtlich aus dem Zwang, das Gasgemisch auf eine Temperatur oberhalb des Taupunktes anzuheben, vgl. Sp. 5, Z. 14-16. In dem Turm (E) herrscht nämlich infolge des Einleitens von Wasser (13) eine ausgesprochen feuchte Atmosphäre bereits bei Temperaturen von 80-90°C.

Ein weiterer Grund für die hohen Hydrolysetemperaturen bei dem bekannten Verfahren ist in der Herabsetzung der Adsorptionskapazität der Aktivkohle für störende Verunreini-

ungen zu erblicken, vgl. Sp. 3, Z. 16-22. In der europäischen Patentschrift 19 160 ist über die Behandlung solchermaßen verunreinigter Gase nichts ausgesagt, so daß eine Anhebung der Hydrolysetemperatur unter diesem Gesichtspunkt nicht in Betracht zu ziehen war.

Schließlich vermag auch der Einwand der Beschwerdeführerin, daß das in der DE-B- 1 203 741 beschriebene Verfahren zur Beseitigung von chlorwasserstoffhaltigen Abgasen ein 4-Stufen-Verfahren sei, welches bei Anwendung der beanspruchten Maßnahme auf ein 2-Stufen-Verfahren hätte reduziert werden können, nicht zu überzeugen. Wie bereits erwähnt, steht bei dem Verfahren nach der DE-B- 1 203 741 die Aufarbeitung von chlorwasserstoffhaltigen Abgasen im Vordergrund und zwar im Hinblick auf die Ausführungsbeispiele mit sehr großen Anteilen von Chlorwasserstoffen (90-97 Vol.-%, vgl. Sp. 5, Z. 61). Es wird daher der chemische Verfahrenstechniker in selbstverständlicher Weise zuerst die Beseitigung der Chlorwasserstoffe durchführen und dann erst die relativ kleinen Phosgenmengen (1 bis 5 Vol.-%, vgl. Sp. 5, Z. 62) unschädlich machen. Eine Vertauschung in der Reihenfolge der adiabatischen Absorptionsstufe für die Chlorwasserstoffe und der Hydrolysestufe des Phosgens, woraus ein zwei- (ohne Vorwärmung des phosgenhaltigen Gemisches) bzw. ein dreistufiges (bei Vorwärmung) resultieren würde, war daher bei den Verhältnissen, auf die das bekannte Verfahren in erster Linie zugeschnitten ist, in keiner Weise angezeigt.

Bei dieser Sachlage ist aus der DE-B- 1 203 741 nicht das geringste Vorurteil herleitbar, welches den Fachmann hätte davon abhalten können, die Phosgenhydrolyse in einem Temperaturbereich zwischen 10 und 80°C durchzuführen. Gemäß der im Anspruch 5 der DE-B- 1 203 741 gegebenen Lehre ist

dafür Sorge zu tragen, daß die Temperatur des Phosgen-Wasserdampf-Gemisches wie beim beanspruchten Verfahren oberhalb des Taupunktes liegt. Aus der Beachtung dieser Vorschrift aus einfachen stöchiometrischen Überlegungen und aus den einschlägigen Tabellen entnehmbaren Temperaturabhängigkeit der Wasserdampfsättigungskonzentration kann der die Verfahrensparameter festlegende Fachmann ohne weiteres den Temperaturbereich für eine wirtschaftliche Durchführung der Phosgenhydrolyse angeben und entscheiden, ob und inwieweit eine Vorerwärmung erforderlich ist.

Das Verfahren nach Anspruch 1 beruht somit nicht auf einer erfinderischen Tätigkeit (Art. 56 EPÜ).

Anspruch 1 ist daher nicht gewährbar (Art. 52 EPÜ).

5. Mit dem Anspruch 1 fällt auch der auf ihn rückbezogene Anspruch 2, der lediglich eine geläufige Angabe über die innere Oberfläche der einzusetzenden Aktivkohle enthält.

ENTSCHEIDUNGSFORMEL

Aus diesen Gründen wird wie folgt entschieden:

Die Beschwerde wird zurückgewiesen.

Der Geschäftsstellenbeamte:

Der Vorsitzende:

B A Norman

R. Kaiser