

Veröffentlichung im Amtsblatt	Ja/Nein
Publication in the Official Journal	Yes/No
Publication au Journal Officiel	Oui/Non



13

Aktenzeichen / Case Number / N° du recours : T 3/85

Anmeldenummer / Filing No / N° de la demande : 79 400 582.7

Publikations-Nr. / Publication No / N° de la publication : 0010008

Bezeichnung der Erfindung: **Perfectionnement à la stabilisation de résines**
Title of invention: **halogénovinyliques**
Titre de l'invention :

Klassifikation / Classification / Classement : C08L 27/06

ENTSCHEIDUNG / DECISION

vom / of / du 30 octobre 1987

Anmelder/Patentinhaber: **Société Nationale ELF AQUITAINE**
Applicant/Proprietor of the patent:
Demandeur/Titulaire du brevet : **Akzo N.V.**

Stichwort / Headword / Référence : **Stabilisation de résines halogénovinyliques/
ELF AQUITAINE**
EPÜ / EPC / CBE

Art. 56

**"Activité inventive - Amélioration évidente de
la stabilité - Paramètre arbitraire"**

Leitsatz / Headnote / Sommaire



N° du recours : T 3 /85

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.3.2
du 30 octobre 1987

Requérante : SOCIETE NATIONALE ELF AQUITAINE
(Titulaire du brevet) Tour Aquitaine
F - 92400 Courbevoie

Mandataire : Kohn, Armand
5 Avenue Foch
F - 92380 Garches

Adversaire : AKZO N.V.
(Opposant) Velperweg 76
NL - 6824 BM Arnhem

Mandataire : Schalkwijk, Pieter Cornelis
R. Sieders c.s.
P.O. Box 314
NL - 6800 AH Arnhem

Décision attaquée : Décision de la division d'opposition de l'Office
européen des brevets du 8 octobre 1984 par laquelle
le brevet européen n° 00 10008 a été révoqué con-
formément aux dispositions de l'article 102(1) CBE

Composition de la Chambre :

Président : P. Lançon

Membres : A. Nuss

E. Persson

Exposé des faits et conclusions

I. La demande de brevet européen n° 79 400 582.7, déposée le 21 août 1979 avec revendication de la priorité du 29.08.78 ainsi que celle du 11.05.79 correspondant à deux demandes antérieures, a donné lieu le 19 janvier 1983 à la délivrance du brevet européen n° 0010008 sur la base de cinq revendications, dont la revendication 1 s'énonce comme suit :

1. Procédé de stabilisation à la chaleur, aux chocs et à la lumière de résines renfermant un halogène, par adjonction d'un ou de plusieurs composés métalliques, qui consiste à incorporer en outre à la résine un adjuvant organique, non métallique, à fonction mercaptan, caractérisé en ce que cet adjuvant est un mono- ou di-ester d'acide organique, dans lequel la fonction mercaptan libre est portée par un atome de carbone du reste alcool de l'ester.

II. Par lettre reçue le 14 octobre 1983, l'Intimée (opposante) a formé opposition au brevet européen et requis la révocation du brevet, invoquant les articles 54 et 56 de la CBE.

Parmi les documents mentionnés par l'Intimée au cours de la procédure d'opposition, seul, le document suivant a une importance pour la présente décision :

(1) US-A-3 928 285

III. Par décision du 8 octobre 1984, la Division d'opposition a révoqué le brevet attaqué essentiellement pour manque de nouveauté de la revendication 1 vis-à-vis du document (1). Ayant en outre interprété certaines modifications suggérées par la Requérante (titulaire du brevet) comme des requêtes

subsidiaires visant à maintenir le brevet sous forme modifiée, la Division d'opposition a également considéré ces modifications comme non brevetables.

- IV. Par lettre reçue le 7 décembre 1984, la Requérante a formé un recours contre cette décision et acquitté la taxe de recours dans le délai prescrit.

Le mémoire exposant les motifs du recours a été reçu le 26 janvier 1985.

Les arguments présentés par la Requérante au cours de la procédure de recours peuvent être résumés ainsi :

- a) le brunissement de la résine décrit dans la citation (1) et obtenu avec un composé de l'étain n'étant pas lui-même un stabilisant, apparaît déjà après 6 à 14 minutes en moyenne, ce qui est un temps bien inférieur aux 20 à 30 minutes que permet d'atteindre le procédé revendiqué ;
- b) les essais de coloration soumis par la Requérante au cours de la procédure d'opposition montrent que le brunissement de la résine contenant 0,09 % de borate de dibutyl-étain et 1 % de stéarate de mercapto-éthyle se produit dès la 7ème minute à 190° C (essai V), alors qu'il n'a lieu qu'après 18 minutes (essai II) dans le cas d'un stabilisant stannique classique additionné de 1 % de thiodiglycolate de stéaryle ;
- c) l'étude de la citation (1) conduit à la conclusion que ce brevet américain a créé un préjugé défavorable vis-à-vis de la stabilisation des résines au moyen des stabilisants classiques accompagnés de thiols en général ;

- d) l'art antérieur montre que pour atteindre ou dépasser 30 minutes, il faut des proportions très fortes de composé stannique : environ 3 % selon le US-A-3 507 827 (colonnes 11/12, tableau I), ce qui entraîne des inconvénients (par exemple du point de vue sanitaire) ;
- e) par rapport à la technique antérieure et à la citation (1), le procédé du brevet attaqué donne des résultats tout à fait imprévus, en permettant de prolonger fortement la durée de chauffage sans brunissement ;
- f) l'effet favorable du procédé revendiqué sur la viscosité de la résine (exemples 22 et 23 et figures 1 à 5) constitue un important fait nouveau, qui n'a jamais été signalé dans la technique antérieure ;
- g) le fort progrès technique, imprévu, réalisé dans le brevet attaqué est dû à deux facteurs :
 - a) utilisation d'un composé métallique lui-même stabilisant, et
 - b) l'emploi d'esters ayant un -SH dans leur reste d'alcool.

V. L'Intimée a explicitement marqué son accord avec les motifs de révocation du brevet invoqués par la Division d'opposition.

VI. La Requérante demande l'annulation de la décision du 8 octobre 1984 de la Division d'opposition et le maintien du brevet européen sur la base d'une nouvelle revendication indépendante l reçue le 8 janvier 1987, dans laquelle toutefois, la température doit se lire 180° C au lieu de 190° C (voir lettre reçue le 12 juin 1987, points 1 et 2 en

particulier). Les revendications dépendantes 2 à 5 sont celles du brevet attaqué.

L'actuelle revendication 1 s'énonce comme suit :

1. Procédé de stabilisation à la chaleur de résines renfermant un halogène, par adjonction de 0,01 à 5 % en poids d'un ou de plusieurs composés métalliques et, en outre, d'un mono- ou di-ester d'acide organique, dans lequel une fonction mercaptan est portée par un atome de carbone du reste alcool de l'ester, caractérisé en ce que le composé métallique utilisé est susceptible à lui seul de stabiliser la résine de façon à ce que le brunissement de celle-ci ne se produise pas avant 12 minutes à 180° C.

L'Intimée demande le rejet du recours.

Motifs de la décision

1. Le recours répond aux conditions énoncées aux articles 106 à 108 ainsi qu'à la règle 64 de la CBE ; il est donc recevable.
2. Il convient d'abord d'examiner si l'objet de la nouvelle revendication 1 ne s'étend pas au-delà de la demande telle que déposée à l'origine.

La partie caractérisante de cette revendication impose maintenant au composé métallique un effet stabilisant minimum (brunissement ne se produisant pas avant 12 minutes à 180° C), alors que dans la description originale, il est mentionné que "l'invention se rapporte notamment à des adjuvants qui, conjointement avec des composés métalliques,

rendent les résines plus résistantes à la chaleur..." et que "l'on peut obtenir une excellente stabilisation des résines renfermant un halogène, notamment halogéno-vinyliques, par l'application de certains adjuvants, différents de ceux dont l'emploi a été suggéré jusqu'à présent" (voir page 2, lignes 4 à 6 et lignes 30 à 35 de la description).

La Chambre partage les doutes exprimés par la Division d'opposition quant à l'admissibilité de la revendication 1 au titre de l'article 123(2) CBE. La difficulté vient effectivement du fait de l'introduction soudaine de la notion d'effet stabilisant minimum conféré par le composé métallique (brunissement ne se produisant pas avant 12 minutes). Or, compte tenu de ce qui est dit plus haut, il n'est pas certain que cette notion puisse valablement être dégagée de la demande originale.

La clarification de ce point n'est toutefois pas requise, puisque le recours doit être rejeté de toute façon pour un autre motif.

3. Le brevet en question concerne un procédé de stabilisation à la chaleur de résines renfermant un halogène par adjonction d'un ou de plusieurs composés métalliques et, en outre, d'un mono- ou di-ester d'acide organique, dans lequel une fonction mercaptan est portée par un atome de carbone du reste alcool de l'ester.

Le document de l'état de la technique le plus proche quant à son objet est le brevet US-A-3 928 285 (1) qui concerne la stabilisation à la chaleur de résines halogéno-vinyliques (par exemple pvc) au moyen de 0,01 à 5 % en poids d'une composition stabilisante synergique comprenant :

- a) un composé métallique (borate organostannique), et
- b) un thiol organique comprenant entre autres des esters de mercaptoacides et des esters de mercaptoalkyles (voir colonne 1, lignes 6 à 19 ; colonne 5, lignes 51 à 60 et colonne 8, ligne 1 à colonne 9, ligne 13).

L'addition d'un composé de type a) seul, dans une proportion de 0,5 % dans la résine (pvc) conduit à une température de 380° F (193,3° C) à une coloration après 2 minutes de chauffage (tan , tan-red ; tan ; brown-pink) (voir exemples 17 à 19 et 27, tableaux II et III, colonnes 13/14). Le même mélange sans addition de composé métallique conduit dans les mêmes conditions à une coloration légèrement différente (red-tan) (voir exemple 12, tableau I, colonnes 13/14) et l'addition conjointe des composés a) et b) conduit à des temps de coloration plus élevés se situant en gros entre 6 et 14 minutes (voir exemples 7 à 11, 13 à 16 et 20 à 26 des tableaux I, II et III, colonnes 13/14).

Selon la Requérante, ces résultats expérimentaux sont assez médiocres et ne correspondent pas à une stabilité satisfaisante pour les opérations industrielles.

L'efficacité des stabilisants décrits dans le document (1) doit être considérée comme insuffisante (voir page 6, lignes 14 à 19 et page 8, lignes 5 à 12 du mémoire de recours).

- 4. Partant du document (1), le problème ne pouvait être que d'améliorer le procédé connu et notamment de retarder l'apparition de la coloration au chauffage, c'est-à-dire d'améliorer la stabilisation à la chaleur des résines halogéno-vinylées comprenant un composé métallique et un thiol organique.

En solution à ce problème, il est suggéré, conformément à la revendication 1, d'utiliser dans la composition stabilisante en combinaison :

- a) un composé métallique qui est susceptible à lui seul de stabiliser la résine de façon à ce que le brunissement de celle-ci ne se produise pas avant 12 minutes à 180° C, et
- b) un mono- ou diester d'acide organique, dans lequel une fonction mercaptan est portée par un atome de carbone du reste alcool de l'ester.

Les résultats des exemples 4 et 5 de la description du brevet attaqué, ainsi que les essais I et III soumis avec le mémoire de recours, montrent que la solution proposée répond bien au problème posé et que le résultat recherché peut être effectivement obtenu de la façon indiquée dans la revendication 1.

5. Dans ces circonstances, il faut constater que l'objet de la revendication 1 est nouveau vis-à-vis de la citation (1). En effet, celle-ci ne décrit pas et n'implique pas l'emploi de composés métalliques (dans ce cas, des borates organo-stanniques) en une quantité comprise entre 0,01 et 5 % et telle que "le brunissement ne se produit pas avant 12 minutes à 180° C" en l'absence de l'ester de mercapto-alkyle visé à la partie caractérisante de la revendication.
6. Il reste à examiner si la solution revendiquée implique une activité inventive.
 - 6.1 En premier lieu, la composition stabilisante décrite dans le brevet attaqué se distingue de celle utilisée dans le

document (1) essentiellement par l'emploi d'une quantité d'un composé métallique empêchant le brunissement de la résine halogéno-vinylque avant 12 minutes à 180° C. Le document (1) ne mentionne pas d'effet ou pouvoir stabilisant minimum pour le composé métallique.

Toutefois, contrairement aux allégations de la Requérante, il est explicitement mentionné dans (1) qu'il s'agit d'une composition stabilisante synergique à base de borate organostannique (synergistic organotin borate stabilizer composition), ce qui indique à l'homme du métier qu'il s'agit d'une combinaison de substances dont l'effet stabilisant dépasse la somme des effets de chaque substance isolée. L'adjectif "synergique" utilisé dans (1) implique donc la présence d'un effet stabilisant au niveau de chaque substance prise isolément, ce qui ne peut que signifier que le composé métallique utilisé (borate organostannique) est lui-même un stabilisant.

- 6.2 Il est vrai que les exemples décrits dans (1) rendent difficile l'appréciation du pouvoir stabilisant du composé métallique quand il est ajouté seul à la résine (pvc). Toutefois, la comparaison des exemples 17 à 19 de ce document permet de constater que l'addition de 0,5 % en poids de composé métallique conduit, après 2 minutes, à des colorations se situant plutôt dans le jaune (tan ; tan-red). Or, aux dires de la Requérante, le vrai critère de stabilité est basé sur le brunissement qui, lui, est extrêmement net et reproductible ; il se perçoit quelque soit l'éclairage ambiant (voir lettre reçue le 12.06.87, point 3). On peut donc supposer que les exemples 17 à 19 de ce document antérieur n'ont en tout cas pas conduit à un brunissement de la résine après 2 minutes de chauffage à 193,3° C (380° F). Il faut en conclure que les composés métalliques utilisés dans ces exemples ont un pouvoir stabilisant propre.

Cette conclusion ne peut pas être mise en question par les essais II et V, soumis par la Requérante, puisque ceux-ci concernent des compositions stabilisantes comprenant à la fois un composé métallique et un adjuvant organique. Le fait que dans l'essai V, le brunissement se produit dès la septième minute à 190° C ne prouve aucunement que le borate organostannique utilisé n'ait pas contribué à l'obtention de l'effet stabilisant ainsi démontré, même si cet effet semble faible vis-à-vis de l'essai II, dans lequel on utilise un stabilisant organostannique classique (brunissement après 18 minutes).

Il ne pouvait pas échapper à l'homme du métier que le choix d'un stabilisant primaire à effet propre élevé était déjà partie de la solution de son problème : l'amélioration de la stabilité. Lorsque le problème est d'obtenir un effet quantifiable, la caractéristique essentielle de la solution ne peut se limiter à une quantification de cet effet. Ayant à faire un choix parmi les stabilisants métalliques primaires divulgués par le document (1), l'homme du métier n'avait certainement pas à exercer une activité inventive en choisissant les meilleurs, d'autant moins que ce choix reste arbitraire au vu de la description telle que déposée (voir aussi point 2 ci-dessus).

- 6.3 En second lieu, la composition stabilisante pourrait se distinguer par le choix d'un composé organique couvert par la définition du stabilisant organique du document (1), mais limité aux esters tels que définis dans la revendication 1.

Placé devant le problème d'améliorer la stabilisation à la chaleur de résines halogéno-vinylées comprenant un composé métallique et un thiol organique, l'homme du métier

savait déjà du document (1) que la combinaison d'un stabilisant primaire avec un stabilisant organique secondaire de type thiol ayant un groupe mercaptan libre (esters de mercaptoacides, etc.) permettait d'obtenir un effet stabilisant synergique conduisant à une coloration de la résine après 6 à 14 minutes (color "tan" ou "grey"). Bien que ce document ne cite aucun exemple précis avec un mercapto-ester et ne mentionne normalement pas le moment où le brunissement de la résine se produit, il permet de voir que :

- a) l'effet stabilisant total est le résultat d'un effet synergique assez important dans la plupart des cas (voir par exemple les exemples 13, 20 à 26) ;
- b) les stabilisants primaires utilisés en l'absence de stabilisant secondaire ont un pouvoir stabilisant faible (coloration dès la deuxième minute) (voir exemples 17 à 19).

Il ne fait donc aucun doute que, d'une part, l'homme du métier devait considérer les stabilisants secondaires de type thiol avec un groupe -SH libre comme d'efficaces synergistes et que, d'autre part, il ne pouvait guère espérer un niveau plus satisfaisant de la stabilisation globale avec des borates organostanniques ayant un pouvoir stabilisant propre faible.

Or, l'homme du métier savait en même temps que les composés qui ont donné beaucoup de satisfaction dans la stabilisation des résines vinyliques, surtout celles du chlorure de polyvinyle, sont des dérivés organiques contenant à la fois de l'étain et du soufre et qu'on a tendance à les remplacer par des mélanges de composés stanniques avec des adjuvants organiques, le plus souvent soufrés (par exemple : composé

ayant une fonction mercaptan dans le reste d'acide, c'est-à-dire dans la chaîne liée à l'atome de carbone du groupe carboxylique) (voir page 2, lignes 8 à 25 de la description du brevet attaqué).

En raison de cette tendance, une amélioration possible du système synergique connu de (1) qui s'impose à l'évidence, consiste à combiner le synergiste soufré ayant un groupe mercaptan libre et connu pour être efficace (par exemple : esters de mercaptoacides) avec n'importe quel autre stabilisant stannique connu ayant un pouvoir stabilisant supérieur aux borates organostanniques utilisés dans (1). Or, le choix d'un tel stabilisant est manifestement un simple travail de routine, d'autant plus qu'il existe des stabilisants classiques connus pour être efficace (voir par exemple page 4, lignes 41 à 44 de la description du brevet attaqué).

Cependant, les synergistes de type thiol utilisables conformément au document (1) ne comprennent pas uniquement les composés soufrés illustrés par des exemples de réalisation (esters de mercaptoacides, etc.), mais également ceux explicitement mentionnés dans la description parmi lesquels se trouvent également des esters de mercapto-alkyle (par exemple : l'octonoate de mercapto-2 éthyle, le téréphtalate de bis-(mercapto-2 éthyle) et l'adipate mono-(mercapto-2 éthyle) (voir colonne 8, ligne 50 à colonne 9, ligne 12). Il ne peut donc faire aucun doute que l'homme du métier ayant connaissance de la citation (1) devait également considérer les esters de mercaptoalkyle comme d'efficaces synergistes, au même titre que les autres thiols (esters de mercaptoacides, etc.) mentionnés dans ce document antérieur.

Il est certain qu'une amélioration inattendue peut, le cas échéant, constituer une preuve valable pour démontrer qu'une sélection (inventive) a été effectuée, sous condition toutefois que l'effet inattendu invoqué soit le résultat d'une comparaison valable fait par rapport à l'état de la technique le plus proche (voir décision T 181/82, "Composés spiro", JO 9/1984, p. 401). Dans le cas présent, la comparaison n'a pas été basée sur l'état de la technique le plus proche, c'est-à-dire le document (1). Comme aucun essai comparatif pertinent n'a été soumis par la Requérante, il n'a pas été démontré qu'il y a eu sélection par rapport au document (1) par combinaison d'un choix d'esters organiques dans lesquels une fonction mercaptan est portée par un atome de carbone du reste alcool de l'ester et d'un composé métallique à effet stabilisant minimum.

Dans ces conditions, l'amélioration de la stabilité à la chaleur d'une résine halogéno-vinylique par l'emploi d'une composition stabilisante comprenant un thiol de type ester de mercaptoalkyle (fonction -SH libre portée par le reste d'alcool) et une quantité usuelle d'un stabilisant organostannique connu pour être efficace, doit être considérée comme évidente.

- 6.4 Compte tenu de ce qui précède, l'argument de la Requérante selon lequel le document (1) aurait créé un préjugé défavorable vis-à-vis de la stabilisation des résines au moyen de stabilisants classiques accompagnés de thiols en général n'est pas convaincant.
- 6.5 Les avantages ou désavantages annexes résultant de l'addition d'un pourcentage déterminé de stabilisant métallique ne peuvent être valablement utilisés pour juger de l'existence d'une activité inventive, puisque dans le cas présent ces aspects secondaires liés à l'addition d'un stabilisant

à la résine (par exemple inconvénients au point de vue sanitaire) n'ont manifestement aucun rapport ni avec le problème, ni avec sa solution.

En outre, les quantités de stabilisant métallique utilisées conformément à la revendication 1 du brevet attaqué (jusqu'à 5 % en poids) peuvent être largement supérieures à celles indiquées dans le brevet US-A-3 507 827 (environ 3 %), ce qui annule complètement la crédibilité de l'argument de la Requérante basé sur les inconvénients résultant de l'addition de quantités importantes de stabilisant métallique.

6.6 Dès lors, l'objet de la revendication 1 en cause n'implique pas d'activité inventive. Les revendications 2 à 5 étant dépendantes de la revendication principale 1, c'est l'ensemble des revendications 1 à 5 qui doit être rejeté.

Dispositif

Par ces motifs, il est statué comme suit :

le recours est rejeté.

Le Greffier

Le Président

F.Klein

P.Lançon