



Europäisches Patentamt
Beschwerdekammern

European Patent Office
Boards of Appeal

Office européen des brevets
Chambres de recours

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

Aktenzeichen / Case Number / N^o du recours : T 82/85

Anmeldenummer / Filing No / N^o de la demande : 81 105 596.1

Veröffentlichungs-Nr. / Publication No / N^o de la publication : 46865

Bezeichnung der Erfindung: Verfahren zur Herstellung von Phosphorpent-
Title of invention: oxid unter Ausnutzung der Reaktionswärme
Titre de l'invention :

Klassifikation / Classification / Classement : C 01 B 25/12

ENTSCHEIDUNG / DECISION

vom / of / du 17. September 1985

Anmelder / Applicant / Demandeur : Hoechst AG

Patentinhaber / Proprietor of the patent /
Titulaire du brevet : -

Einsprechender / Opponent / Opposant : -

Stichwort / Headword / Référence :

EPÜ / EPC / CBE Art. 56
"Erfinderische Tätigkeit - Hemmnis für Verfahrens-
optimierung"

Leitsatz / Headnote / Sommaire

**Europäisches
Patentamt**

Beschwerdekammern

**European Patent
Office**

Boards of Appeal

**Office européen
des brevets**

Chambres de recours



Aktenzeichen: T 82 / 85

ENTSCHEIDUNG
der Technischen Beschwerdekammer 3.3.1

vom 17. September 1985

Beschwerdeführer: HOECHST Aktiengesellschaft
Werk Knapsack
Postfach 2902
D-5030 Hürth

Vertreter:

Angefochtene Entscheidung: Entscheidung der Prüfungsabteilung 025 des Europäischen Patentamts vom 8. November 1984, mit der die europäische Patentanmeldung Nr. 81 105 596 aufgrund des Artikels 97 (1) EPÜ zurückgewiesen worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzender: K. Jahn

Mitglied: F. Antony

Mitglied: O. Bossung

Tatbestand und Anträge

- I. Die am 16. Juli 1981 mit deutscher Priorität vom 3. September 1980 eingereichte europäische Patentanmeldung Nr. 81 105 596.1 (Publikations-Nr. 46 865) wurde von der Prüfungsabteilung 025 durch Entscheidung vom 8. November 1984 zurückgewiesen. Die Entscheidung erfolgte auf der Grundlage von fünf Ansprüchen, eingereicht am 27. März 1984 (Anspruch 1) bzw. 31. August 1983 (Ansprüche 2 bis 5).
- II. In der Entscheidung wird ausgeführt, der Gegenstand des Anspruches 1 sei zwar neu, beruhe jedoch auf keiner erfinderischen Tätigkeit. Alle Merkmale seines Oberbegriffs seien schon aus (1) JP-A-79 84890 bekannt. (Nachfolgend wird stets auf die von der Anmelderin vorgelegte deutsche Übersetzung Bezug genommen.)

Davon unterscheide sich das beanspruchte Verfahren nur durch den zahlenmäßig definierten Feuchtigkeitsgehalt der Verbrennungsluft sowie durch die Angabe eines für die Kühlflüssigkeit einzuhaltenden Temperatur- und Druckbereiches.

Da bereits (1) die Minimierung der Luftfeuchtigkeit empfehle, um die Bildung korrosiver Metaphosphorsäure zu vermeiden, habe es für den Fachmann nahegelegen, getrocknete Luft mit befriedigender Restfeuchte auszusuchen. Ein Überraschender Effekt hierzu sei den vorgelegten Vergleichsversuchen daher nicht zu entnehmen.

Auch eine Erwärmung der im Kreislauf geführten Kühlflüssigkeit auf Temperaturen von 150 bis 400° C bei Drücken von 1 bis 90 bar habe nahegelegen, weil (1) für die Verbrennungsseite der Kühlwand eine Temperatur

empfehle, die über derjenigen liegt, bei der sich das gebildete P_2O_5 verfestigen würde. Nun können aber einerseits gemäß (1) eingesetzte Wasser-Dampf-Gemische bei Temperaturen über $400^\circ C$ nicht existieren (kritische Temperatur = $374^\circ C$); andererseits müsse nach (1) zur Vermeidung eines Erstarrens von P_2O_5 an der Kühlwand das Kühlwasser auf die erforderlichen Temperaturen von jedenfalls oberhalb $150^\circ C$ erwärmt werden.

III. Gegen diese Entscheidung hat die Beschwerdeführerin am 11. Dezember 1984 unter gleichzeitiger Entrichtung der vorgeschriebenen Gebühr Beschwerde eingelegt und diese am 23. Februar 1985, etwa wie folgt, begründet:

In (1) sei nichts über den zur Verhinderung einer Korrosion erforderlichen Trocknungsgrad gesagt. Die Herstellung absolut trockener Luft sei für die Praxis zu aufwendig, weshalb es wichtig sei, den zulässigen Wassergehalt anzugeben. Durch die Vergleichsbeispiele A und B sei nachgewiesen, daß ein Wassergehalt von 8 g/m^3 zu unzulässig hohen, ein solcher von 3 g/m^3 dagegen zu durchaus tolerierbaren Korrosionswerten führe.

Nach (1) solle die Verbrennungsseite der Kühlfläche auf eine oberhalb der Verfestigungstemperatur von P_2O_5 liegende Temperatur gekühlt werden, wofür nur Wasser im überkritischen Bereich in Frage komme. Im Gegensatz dazu sei erfindungsgemäß eine Temperatur der Kühlflüssigkeit von 150 bis $400^\circ C$ vorgesehen, wobei die obere Temperaturgrenze nur geringfügig oberhalb der Sublimationstemperatur von P_2O_5 liege.

Beim beanspruchten Verfahren trete überraschenderweise praktisch keine Korrosion der metallischen Kühlflächen auf, und es erfolge keine den Wärmedurchgang behindernde

Belagsbildung auf diesen, obwohl auf Grund der Lehre von (2) DE-A-2 736 765 mit der Bildung wärmeisolierender Schichten aus polymerem Phosphorpentoxid zu rechnen war.

IV. In der mündlichen Verhandlung am 17. September 1985 hat die Beschwerdeführerin sämtliche Ansprüche durch die folgenden neuen ersetzt:

"1) Verfahren zur Herstellung von Phosphorpentoxid durch Verbrennen von elementarem Phosphor mit Hilfe von Luft unter Ausnutzung der Reaktionswärme zur Energiegewinnung, wobei man die Phosphorverbrennung mit getrockneter Luft in einer Verbrennungskammer durchführt, deren metallische Wände als ein Hohlräume aufweisendes Kühlsystem ausgebildet sind, und wobei in dem Kühlsystem eine als Wärmeträger für die Reaktionswärme geeignete Flüssigkeit bzw. ein Flüssigkeits--Dampfgemisch unter Erwärmung im Kreislauf geführt wird, und wobei man die im Kühlsystem aufgeheizte Flüssigkeit bzw. den entstandenen Dampf aus dem Kühlsystem kontinuierlich abzieht und durch eine äquivalente Menge abgekühlter Flüssigkeit ersetzt, und wobei man das aus der Verbrennungskammer abströmende heiße dampfförmige Phosphorpentoxid kondensiert oder zu Folgeprodukten weiterverarbeitet, dadurch gekennzeichnet, daß die getrocknete Luft einen Wassergehalt von 0,01 bis 5 g/m³ aufweist, daß die im Kreislauf geführte Flüssigkeit bzw. das Flüssigkeits-Dampfgemisch Temperaturen von 150 bis 500° C bei Drucken von 1 bis 150 bar aufweist und daß das aus der Verbrennungskammer abströmende dampfförmige Phosphorpentoxid Temperaturen von 300 bis 1000° C aufweist.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die getrocknete Luft einen Wassergehalt von 0,1 bis 0,3 g/m³ aufweist.

3.) Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man das aus der Brennkammer abströmende dampfförmige Phosphorpentoxid zu Phosphorsäure weiterverarbeitet."

Sie hat ferner eine angepaßte Beschreibung vorgelegt und beantragt, die angefochtene Entscheidung aufzuheben und ein Patent auf Grund der obengenannten neuen Unterlagen sowie der ursprünglichen Zeichnungen zu erteilen.

Entscheidungsgründe

1. Die Beschwerde entspricht den Artikeln 106 bis 108 sowie Regel 64 EPÜ; sie ist daher zulässig.
2. Formelle Bedenken gegen die neu vorgelegten Unterlagen bestehen nicht: Der neue Anspruch 1 entspricht, abgesehen von einigen redaktionellen Änderungen und einer wegen des entgegengehaltenen Standes der Technik gebotenen Neuverteilung der Merkmale zwischen Oberbegriff und Kennzeichen, im wesentlichen den ursprünglichen Ansprüchen 1 und 7. Die neuen Ansprüche 2 und 3 entsprechen den ursprünglichen Ansprüchen 4 bzw 8. Die neue Beschreibung ist durch eine Würdigung der Dokumente (1) und (2) ergänzt und an den neuen Hauptanspruch angepaßt worden und entspricht im übrigen bis auf wenige, rein redaktionelle Änderungen der ursprünglichen.
3. Am nächsten kommender Stand der Technik ist Dokument (1). Ihm ist bereits die Lehre zu entnehmen, die bei der Verbrennung von Phosphor zu Phosphorpentoxid gebildete große

- Wärmemenge dadurch ohne Korrosionsprobleme zur Dampferzeugung auszunutzen, daß man getrocknete Verbrennungsluft einsetzt und die verbrennungsseitige Temperatur der Kühlwand mit Hilfe des darin strömenden Kühlmittels so reguliert, daß sie über der Verfestigungstemperatur des im Verbrennungsgas enthaltenen P_2O_5 liegt (vgl. (1), Seite 1, letzter Absatz; Seite 2, Absatz 1; Seite 4, Absatz 3; und Seite 6, Absatz 2).
4. Demgegenüber ist es Aufgabe der Erfindung, eine Optimierung der Ausnutzung der zur Dampfbildung zur Verfügung stehenden Wärmeenergie (Temperaturdifferenz) zu erzielen, ohne dabei eine den Wärmeübergang zwischen Verbrennungsraum und Kühlfläche bzw. Kühlflüssigkeit behindernde Belagsbildung hinnehmen zu müssen.
 5. Zur Lösung dieser Aufgabe wird erfindungsgemäß die folgende Merkmalskombination vorgeschlagen:
 - (A) eine Restfeuchte der Verbrennungsluft von 0,01 bis 5 g/m^3 ;
 - (B) ein Temperatur-/Druckbereich des Kühlmittels von 150 bis 500° C/1 bis 150 bar;
 - (C) ein Temperaturbereich des dampfförmig abströmenden Phosphorpentoxids von 300 bis 1000° C.
 6. Nach den Ausführungen der Beschwerdeführerin erscheint es glaubhaft, daß die gestellte Aufgabe durch die angegebene Merkmalskombination auch tatsächlich gelöst wird.
 - 6.1 Aus den Vergleichsbeispielen A bis C, eingegangen am 31. August 1983, und den begleitenden Erläuterungen geht klar hervor, daß ein Wassergehalt von 8 g/m^3 (Beispiel A) in der Verbrennungsluft noch zu untragbar hoher Korrosion führt, ein solcher von 3 g/m^3 (Beispiel B) oder von 0,2

g/m^3 (Beispiel C) dagegen zu annähernd niedriger. Eine Obergrenze von 5 g/m^3 erscheint danach angemessen.

- 6.2 Daß eine durch entsprechende Wahl der Kühlbedingungen bewirkte Einstellung der Kühlflächen auf Temperaturen von (angenähert) 150 bis 500°C und damit verbundene stärkere Abkühlung des gebildeten Phosphorpentoxids eine bessere Ausnutzung der anfallenden Verbrennungsenergie gestattet, als wenn Temperaturen oberhalb der Verfestigungstemperatur von P_2O_5 gewählt werden, wie dies (1) vorschlägt, liegt auf der Hand und bedarf keines Beweises. Bezüglich des Begriffes der "Verfestigungstemperatur" wird auf Abschnitt 8.2.1 verwiesen.
- 6.3 Die Frage, wie weit die Teilaufgabe der "höchstmöglichen" Energieausnutzung auch noch hinsichtlich des heißesten Teiles des für das abströmende Phosphorpentoxidgas angegebenen Temperaturbereiches von 300 bis 1000°C gelöst ist, ist insofern nicht mit letzter Sicherheit zu beantworten, als in (1) vergleichbare allgemeine Temperaturangaben fehlen; lediglich im Zusammenhang mit der Schemazeichnung 2 wird von einer Abkühlung des P_2O_5 -haltigen Gases im gekühlten Verbrennungsofen von 2000°C auf 1200°C gesprochen, der sich eine "weitere" Abkühlung im nachgeschalteten Rohrbündel (17) anschließt (Seite 8, Absatz 2, insbesondere Zeilen 12 bis 13). Daß hierbei eine wesentliche Abkühlung auf etwa 1000°C und darunter stattfindet, darf nicht ohne weiteres unterstellt werden, zumal die Beschwerdeführerin auf Befragen in der mündlichen Verhandlung - derzeit unwiderlegbar - erklärt hat, daß das Einleiten P_2O_5 -haltiger Dämpfe in die nach (1) vorgesehene Hydratisierungskammer bei Temperaturen um 1200°C möglich und üblich ist. Unter diesen Umständen kann die genannte Teilaufgabe selbst im oberen Extrembereich noch als gelöst gelten.

- 6.4 Hinsichtlich der Belagsbildung erklärt die Beschwerdeführerin in der mündlichen Verhandlung, daß sie einen minimalen Belag - sie spricht von einer "Glasur" - tatsächlich konstatieren konnte, der jedoch den Wärmeübergang nicht behindere, so daß die Aufgabenlösung auch insofern glaubhaft erscheint.
7. Die obige Merkmalskombination ist unstreitig neu. Die darin enthaltenen Zahlenwerte sind dem entgegengehaltenen Stand der Technik weder einzeln noch in ihrer Gesamtheit zu entnehmen, so daß sich nähere Ausführungen hierzu erübrigen.
8. Es ist daher zu prüfen, ob das Verfahren auf erfinderischer Tätigkeit beruht.
- 8.1 Der Prüfungsabteilung ist insoweit zuzustimmen, daß es auf Grund der Lehre von (1), wonach zur Vermeidung eines korrodierenden Belags von Metaphosphorsäure trockene Verbrennungsluft zu verwenden ist (Seiten 4 und 5, jeweils Absatz 3), nahelag, durch routinemäßige Messungen zu ermitteln, welche Restfeuchte noch tragbar ist. Für sich betrachtet, erfordert dieses Merkmal A daher keine erfinderische Tätigkeit.
- 8.2 Anders verhält es sich mit den Merkmalen B und C, die an bestimmte Drücke gebundene Kühlmitteltemperaturen bis herab zu 150°C und gleichzeitig Temperaturen für das dampfförmig abströmende Phosphorperpentoxid bis zu 300°C als Untergrenze vorschreiben. Demgegenüber lehrt (1), die Kühlfläche auf einer oberhalb der "Verfestigungstemperatur von Phosphorperpentoxid" gelegenen Temperatur zu halten.

- 8.2.1 Der Begriff der Verfestigungstemperatur ist in (1) weder definiert, noch finden sich hierfür Zahlenangaben. Im Verfahren vor der Vorinstanz wurde hierunter die Sublimationstemperatur verstanden, die in der Literatur unterschiedlich mit 300 bzw. 360°C angegeben ist.

In der mündlichen Verhandlung hat die Beschwerdeführerin jedoch vorgetragen, daß hierunter eine weit höhere Temperatur, nämlich die der Tripelpunkte für die glasigen 0- und 0'-Modifikationen (etwa 560 bzw. 580°C) zu verstehen sei, was durch Röntgenuntersuchung der im Ofen gebildeten Überzüge bestätigt worden sei. Die Kammer hat keine Veranlassung, diese durch praktische Erfahrung im Betrieb der Beschwerdeführerin erhärteten Angaben in Frage zu stellen. Diese stehen auch im Einklang mit (2), wonach sich bei Temperaturen unter 650°C glasiges polymeres P_2O_5 an den wassergekühlten Rohren absetzt (S. 5, Z. 25 bis 26, und S. 6, vorletzter Absatz).

- 8.2.2 Dies hat zur Folge, daß der mit der Praxis der Phosphor-pentoxid-Herstellung vertraute Fachmann die Anweisung nach (1), die Temperatur der Kühlflächen höher als die "Verfestigungstemperatur des P_2O_5 " einzustellen, im gleichen Sinne versteht, d.h., daß Kühlwandtemperaturen unter etwa 580°C ausscheiden. Wenngleich die in (1) ausschließlich angegebene Temperatur der Kühlwand nicht mit der hier interessierenden Temperatur gleichgesetzt werden kann, so liegen doch beide Temperaturen wegen der hohen Wärmeleitfähigkeit des für den Kühler notwendigen Materials nahe beieinander. Daraus ergibt sich, daß die vorliegende Anmeldung bereits mit der Anweisung, nunmehr Kühlmitteltemperaturen zwischen 150 und 500°C (Merkmal B) einzuhalten, vom Konzept nach (1) abgeht.

8.2.3 Gegen eine solche Handlungsweise bestand aber ein erhebliches Hemmnis; denn (2) offenbart ein ähnliches Verfahren zur Herstellung von P_2O_5 durch Verbrennung von Phosphor mit Sauerstoff in einer Kammer, deren Innenwände mit wasserdurchströmten Kühlrohren ausgestattet sind, wobei der sich auf den Kühlrohren abscheidende glasige Überzug dazu ausgenutzt wird, die Kühlrohre auf einer Temperatur unter $100^\circ C$ zu halten (vgl. Anspruch 1 und Seite 5, Z. 25). Die gebildeten Beläge verdampfen erst oberhalb von $650^\circ C$ und sind mit fallender Temperatur stärker ausgebildet. Nach den mündlichen Ausführungen der Beschwerdeführerin bilden sich bei dem (von ihr großtechnisch angewandten) Verfahren nach (2) Beläge einer Stärke von 5 bis 100 mm.

Angesichts dieses Standes der Technik, der durch die Wiedergabe im Standardwerk "Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie" 18 (1979), S. 303 bis 304, besonderes Gewicht erhält, mußte es aussichtslos erscheinen, die gegenüber (1) bestehende Aufgabe, d.h. die Optimierung der Energiegewinnung bei gleichzeitiger Vermeidung eines P_2O_5 -Belags auf den Kühlflächen, jedenfalls durch das anmeldungsgemäß vorgeschlagene Merkmal B zu lösen; denn eine Kühlmitteltemperatur bis herab zu $150^\circ C$ und damit eine Energierückgewinnung in Form von Dampf erschienen aufgrund von (2) gerade durch die Bildung des glasigen Schutzbelags ebensowenig realisierbar wie die aufgabengemäß zu vermeidenden Beläge selbst.

8.2.4 Daß die anvisierten beiden Ziele entgegen fachmännischer Erwartung durch den anmeldungsgemäßen Vorschlag trotzdem erreicht werden, spricht nicht nur für dessen erfinderische Tätigkeit, sondern auch für das notwendige Zusammenwirken aller drei Merkmale im Sinne einer Kombination.

- 8.3 Somit genügt Anspruch 1 allen Erfordernissen der Patentfähigkeit. Ansprüche 2 und 3 werden von der Patentfähigkeit des Anspruches 1 getragen und sind daher ebenfalls patentfähig.

Entscheidungsformel

Aus diesen Gründen wird entschieden:

1. Die angefochtene Entscheidung wird aufgehoben.
2. Die Sache wird an die Vorinstanz zurückverwiesen mit der Auflage, ein europäisches Patent mit folgenden Unterlagen zu erteilen:
 - Patentansprüche 1 bis 3,
 - Beschreibung Seiten 1 bis 7 nebst Einschreibungen als Seiten 2a bis 2e,
beide wie in der mündlichen Verhandlung vom 17.09.1985 vorgelegt;
 - ursprüngliche Zeichnungen.

166

166

Q B