

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° du recours : T 17/87 - 3.3.1

Anmeldenummer / Filing No / N° de la demande : 80 401 608.7

Veröffentlichungs-Nr. / Publication No / N° de la publication : 0 030 487

Bezeichnung der Erfindung: Procédé de purification d'un acide phosphorique de voie humide
Title of invention:
Titre de l'invention :

Klassifikation / Classification / Classement : C01B 25/46

ENTSCHEIDUNG / DECISION

vom / of / du 17 novembre 1988

Anmelder / Applicant / Demandeur :

Patentinhaber / Proprietor of the patent /
Titulaire du brevet : Rhône-Poulenc Chimie

Einsprechender / Opponent / Opposant : Hoechst AG

Stichwort / Headword / Référence :

EPÜ / EPC / CBE Art. 56, 114

Schlagwort / Keyword / Mot clé : "Activité inventive (oui) - Alternative"
"Non prise en considération d'un motif de recours au titre de l'article 100 b) non invoqué comme motif d'opposition"

Leitsatz / Headnote / Sommaire

Europäisches
Patentamt

Beschwerdekammern

European Patent
Office

Boards of Appeal

Office européen
des brevets

Chambres de recours



N° du recours : T 17/87 - 3.3.1

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.3.1
du 17 novembre 1988

Adversaire : RHONE-POULENC CHIMIE
(Titulaire du brevet) 25, quai Paul Doumer
F-92408 Courbevoie Cédex

Mandataire : Dubruc, Philippe
RHONE-POULENC INTERSERVICES
Service Brevets Chimie
25, quai Paul Doumer
F-92408 Courbevoie Cedex

Requérante : HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, Frankfurt
(Opposant) - Werk Knapsack-
Postfach 29 02
D-5030 Hürth-Knapsack

Mandataire :

Décision attaquée : Décision de la division d'opposition de l'Office européen des brevets du 13 novembre 1987 par laquelle l'opposition formée à l'égard du brevet n° 0 030 487 a été rejetée conformément aux dispositions de l'article 102(2) CBE.

Composition de la Chambre :

Président : K. Jahn
Membres : C. Gérardin
C. Payraudeau

Exposé des faits et conclusions

- I. La demande de brevet européen n° 80 401 608.7 déposée le 12 novembre 1980, pour laquelle a été revendiquée la priorité du 20 novembre 1979 fondée sur un dépôt antérieur en France, a donné lieu le 20 mars 1985 à la délivrance du brevet européen n° 30 487 sur la base de 5 revendications. La revendication 1 s'énonce comme suit :

"Procédé de traitement d'un acide phosphorique brut de voie humide, en vue d'obtenir un acide purifié présentant un indice de coloration Apha inférieur à 10, cet acide étant obtenu par attaque d'une roche phosphatée par l'acide sulfurique suivie d'une filtration, procédé du type comportant les étapes suivantes :

- a) la solution aqueuse d'acide phosphorique brut obtenue par la filtration précitée subit un traitement de prédécoloration au moyen d'un agent adsorbant puis une filtration,
- b) le filtrat obtenu en a) est extrait en continu au moyen d'un solvant organique non miscible à l'eau choisi parmi des phosphates d'alkyle et des alcools aliphatiques en C₄ - C₉ puis on sépare une phase aqueuse épuisée d'une phase organique chargée que l'on réextrait à l'eau pour obtenir une phase aqueuse d'acide phosphorique de réextraction,
- c) la phase aqueuse de réextraction précédente est concentrée sous chauffage,
- d) l'acide précédent est décoloré par chauffage au moyen d'un oxydant ; procédé caractérisé en ce que l'acide phosphorique brut a été obtenu par attaque d'une roche non calcinée, en ce que ledit acide réextrait est concentré à une teneur pondérale en P₂O₅ supérieure à

50 % et au plus égale à 62 % et en ce que l'acide après concentration est décoloré tout d'abord au moyen d'eau oxygénée comme oxydant et ensuite sous chauffage à au moins 110° C au moyen de charbon actif."

II. Le 2 septembre 1985 la requérante a fait opposition à ce brevet et a requis sa révocation pour défaut d'activité inventive. Les motifs d'opposition s'appuyaient sur les documents suivants :

- (1) DE-B-2 704 075
- (2) DE-C-884 358

parmi lesquels le document (1) correspond à FR-A-2 340 901 dûment considéré lors de la procédure d'examen.

III. Par décision du 13 novembre 1986, la Division d'opposition a rejeté l'opposition en invoquant pour l'essentiel les arguments suivants :

Il existe entre le document (1) et le brevet attaqué des différences fondamentales de procédé qui conduisent à des différences de propriétés de l'acide phosphorique. Le procédé selon le document (1) requiert une concentration en acide phosphorique supérieure à 90 %, soit 66 % de P_2O_5 au moins ; dans le brevet attaqué, 62 % est par contre une limite supérieure. De même, l'art antérieur préconise l'emploi de chlorates pour le traitement de décoloration, alors que, selon le brevet attaqué, celui-ci est basé sur l'utilisation d'eau oxygénée et le chauffage à au moins 110° C en présence de charbon actif. A cet égard, la vague indication dans le document (2) d'une possible association des procédés de purification par adsorption et par oxydation ne saurait remettre en cause l'enseignement du document (1) qui exclut explicitement l'utilisation d'eau oxygénée au profit des chlorates.

L'avantage du procédé revendiqué est double : d'une part, le réchauffage à 280° C d'un acide phosphorique obtenu selon le brevet attaqué ne se traduit par aucune coloration, alors qu'un acide produit par le procédé connu prend une coloration notable ; d'autre part, le procédé revendiqué est compatible avec le traitement d'une roche non calcinée.

- IV. Le 20 décembre 1986, la requérante (opposante) a formé un recours à l'encontre de cette décision, en acquittant simultanément la taxe prévue et en exposant les motifs du recours dans un mémoire déposé le 2 mars 1987.

Les arguments présentés par la requérante s'appuient sur un exemple comparatif réalisé sur une roche non calcinée selon le procédé du brevet attaqué et conduisant à un acide phosphorique dont le chauffage à 280° C provoque une coloration marquée. Ce résultat, qui est contraire à l'objectif de coloration Apha inférieure à 10 que s'était fixée l'intimée, est l'évidence même d'une insuffisance d'exposé des moyens à mettre en oeuvre.

La requérante reprend par ailleurs les arguments de défaut d'activité inventive déjà développés en procédure d'opposition, c'est-à-dire le fait que toutes les mesures techniques du procédé revendiqué sont déjà connues des documents (1) et (2).

Lors de la procédure orale du 17 novembre 1988, la requérante a de plus mis l'accent sur l'ambiguïté de l'objectif poursuivi par l'intimée, en particulier sur la contradiction entre l'indice de coloration Apha inférieur à 10 visé dans la revendication 1 qui est a priori compatible avec la présence d'impuretés à l'état de traces, d'une part, et l'élimination totale des substances organiques mentionnée dans la description (page 5, lignes 12 à 15) qui n'est en pratique certainement pas obtenue, d'autre part.

- V. Les arguments présentés par l'intimée dans son mémoire de réponse déposé le 3 juillet 1987 et lors de la procédure orale peuvent se résumer comme suit :

L'objet premier du procédé selon le brevet attaqué est la préparation d'un acide phosphorique de voie humide présentant un indice de coloration Apha inférieur à 10, ce que la requérante a effectivement obtenu dans son exemple comparatif. Quant au test de chauffage à 280° C, il ne constitue qu'un moyen indirect de contrôler a posteriori la qualité du traitement de décoloration. Ainsi, les exemples de référence 8 et 17 du document (1) dans lequel ce traitement de décoloration est réalisé à l'aide d'eau oxygénée seule, ce qui représente l'état de la technique le plus proche, font état après chauffage à 280° C d'une coloration notable à l'oeil ; il est évident que la coloration serait encore plus marquée si, comme dans le brevet attaqué, on était parti d'un minerai non calciné. Ceci démontre a posteriori les avantages du procédé revendiqué, donc son activité inventive.

L'intimée observe par ailleurs que l'objection d'insuffisance d'exposé à laquelle conclut la requérante sur la base des résultats de ses essais n'était pas un motif invoqué dans le mémoire d'opposition et ne saurait par conséquent être un motif de recours. Elle estime donc que l'objection d'insuffisance d'exposé ne devrait pas être prise en considération par la Chambre et invoque à cet égard la décision T 122/84 publiée au JO OEB, 1987, 177.

- VI. La requérante requiert que la décision attaquée soit annulée et que le brevet soit révoqué dans sa totalité.

L'intimée conclut au contraire au 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 CBE ; il est donc recevable.
2. Le brevet attaqué concerne un procédé de purification d'un acide phosphorique de voie humide. Un procédé d'élimination des produits organiques d'un acide phosphorique obtenu par voie humide est décrit dans le document (1) que la Chambre considère comme l'art antérieur le plus proche. Ce procédé comprend la mise en contact d'un acide phosphorique extrait avec un chlorate, de préférence en combinaison avec de l'acide chlorhydrique, à une température supérieure à 100° C tout en maintenant la concentration de l'acide phosphorique extrait à une valeur supérieure à 90 % en poids sous forme d'acide phosphorique, et en réduisant le chlorate résiduel à l'aide de charbon actif (colonne 2, ligne 65 à colonne 3, ligne 5 ; colonne 5, lignes 52 et 53 ; colonne 6, lignes 65 à 68 ; revendication). Suivant une modalité avantageuse de mise en oeuvre, cette séquence d'opérations peut être précédée d'une étape de décoloration à l'aide de charbon actif (colonne 6, lignes 46 à 51). Bien que cette méthode conduise, en particulier pour des roches calcinées selon tous les exemples, à un acide phosphorique compatible du point de vue coloration avec les exigences de l'industrie alimentaire, elle présente en pratique de multiples inconvénients. D'abord, elle requiert la concentration de l'acide phosphorique à un taux très élevé correspondant à une teneur en P_2O_5 supérieure à 65 %, ce qui accroît les dépenses en vapeur et favorise la corrosion de l'appareillage ; de plus, le traitement oxydant à l'aide du chlorate en présence d'acide chlorhydrique libère des ions chlore dans l'acide et contribue également à cette action corrosive.

3. A la lumière de cet art antérieur, le problème technique peut être vu dans la recherche d'une alternative qui, tout en autorisant des conditions opératoires plus douces et économiquement plus favorables, permette d'obtenir à partir de roches non calcinées un acide phosphorique utilisable dans l'industrie de l'alimentation humaine ou animale, c'est-à-dire présentant conventionnellement un indice de coloration Apha inférieur à 10.

L'intimée propose de résoudre ce problème par un traitement de l'acide phosphorique brut de voie humide comprenant schématiquement une concentration limitée de l'acide réextrait correspondant à une teneur pondérale en P_2O_5 de l'ordre de 50 à 62 %, suivie d'une décoloration à l'aide d'eau oxygénée d'abord, puis de charbon actif, cette dernière étape étant conduite à une température supérieure ou égale à 110° C.

Selon la Chambre, ce problème est résolu de façon crédible, car il ressort des divers exemples du brevet attaqué que la séquence d'opérations préconisée permet d'obtenir à partir d'une roche phosphatée non calcinée un acide phosphorique de coloration Apha égale ou inférieure à 10, sans que soit affectée par ailleurs la faible teneur en carbone organique.

Contrairement à l'affirmation de la requérante, le rapport d'essais fourni à l'appui du mémoire de recours n'est pas susceptible d'infirmer cette conclusion. En effet, ce rapport, qui indique que l'acide phosphorique purifié possède une coloration Apha avant chauffage égale à 8, après chauffage à 280° C pendant 10 heures égale à 50 et après chauffage à 300° C pendant 10 heures égale à 70, apporte au contraire la preuve que le procédé revendiqué permet de résoudre le problème posé, c'est-à-dire la préparation d'un acide phosphorique de coloration Apha inférieure à 10. Comme l'a souligné l'intimée, le chauffage à 280° C est en réalité un test destiné à vérifier a posteriori la qualité

du traitement de décoloration, également mis en oeuvre d'ailleurs dans le document (1). Par rapport au résultat premier que constitue l'indice de coloration de l'acide obtenu par le procédé revendiqué, l'indice de coloration de l'acide mesuré après chauffage représente seulement un résultat second sans intérêt direct dans le cas présent. Il y a lieu, à ce sujet, de noter qu'un indice Apha 50 ne se traduit pas par une coloration décelable à l'oeil, comme le montrent les échantillons produits par l'intimée.

4. Après examen des documents cités, la Chambre est parvenue à la conclusion que la solution revendiquée n'est divulguée dans aucun d'eux et que la condition de nouveauté est donc satisfaite.

L'objection de défaut de nouveauté n'ayant pas été soulevée par la requérante, il n'y a pas lieu d'approfondir cette question.

5. Il reste donc à examiner si l'objet du brevet attaqué implique une activité inventive, c'est-à-dire si la solution revendiquée se déduit de manière évidente de l'état de la technique citée.

- 5.1 Le chlorate, dont le choix résulte d'une étude comparative des divers composés susceptibles d'être utilisés pour la purification de l'acide phosphorique, est en fait une caractéristique essentielle du procédé enseigné dans le document (1). Il est en effet explicitement mentionné que seul le chlorate décompose complètement les produits organiques (colonne 4, lignes 46 à 62). Ainsi, les chlorites, les hypochlorites et l'eau oxygénée ont été écartés, car ils ne permettent pas la décomposition des produits organiques non colorants, bien que leur vitesse de décomposition soit plus élevée que celle des chlorates ; par ailleurs, l'acide nitrique, les perchlorates, les perchromates et les permanganates ne conduisent pas en raison de leur faible vitesse de décomposition à une élimination satisfaisante de ces produits.

Le mode de réalisation préféré signalé ci-dessus, qui consiste à traiter l'acide phosphorique extrait avec un chlorate et avec l'acide chlorhydrique, vise en fait à exalter l'action oxydante du chlorate. Ainsi, la présence d'acide chlorhydrique lors de la mise en contact de l'acide phosphorique extrait avec le chlorate à une température supérieure à 100° C permet simultanément de raccourcir la durée du traitement, de diminuer la quantité de chlorate et de niveler la vitesse de décomposition de celui-ci (colonne 5, lignes 52 à 64).

La comparaison entre l'exemple 2 et les exemples de référence 8 à 12, d'une part, entre l'exemple 5 et les exemples de référence 17 à 21, d'autre part, permet d'apprécier l'avantage décisif procuré par le chlorate par rapport aux autres agents de décomposition lorsque l'acide phosphorique est chauffé à 280° C. Ainsi, le chauffage à 280° C à la pression atmosphérique de l'acide phosphorique extrait traité par le chlorate de sodium et l'acide chlorhydrique (exemple 2) ou par le chlorate de sodium seul (exemple 5) ne se traduit par aucune variation de couleur ; par contre, le chauffage dans les mêmes conditions de l'acide phosphorique extrait traité par les divers agents de décomposition selon les exemples de référence, en particulier par l'eau oxygénée, provoque une coloration notable de l'acide.

Il est donc à tout le moins douteux que l'homme du métier, à la recherche d'une alternative au procédé selon le document (1), décide de renoncer aux divers avantages résultant précisément de la mise en oeuvre du chlorate et donc d'écarter ce composé en particulier au profit de l'eau oxygénée qui conduit à des résultats intrinsèquement inférieurs.

- 5.2 Les diverses méthodes de purification de l'acide phosphorique divulguées dans le document (2) n'attribuent pas à l'eau oxygénée un rôle prépondérant parmi les agents de décomposition et ne sauraient donc suggérer la combinaison spécifique d'eau oxygénée et de charbon actif.

La première méthode prévoit de traiter l'acide phosphorique se recolorant par du charbon actif ou par un autre agent d'adsorption. Une alternative consiste à ajouter de l'eau oxygénée, de l'ozone, de l'air finement divisé, de l'oxygène finement divisé, de l'acide perphosphorique ou d'autres agents d'oxydation. Le cas échéant, les deux méthodes d'adsorption et d'oxydation peuvent être associées en vue d'obtenir un acide phosphorique débarrassé de toute impureté organique ou minérale qui serait incompatible avec les impératifs de l'industrie alimentaire (page 3, ligne 90 à 118).

Au cours de la procédure orale, la requérante a d'abord fait valoir que des considérations d'ordre empirique basées sur l'absence de couleur et la simplicité de mise en oeuvre de l'eau oxygénée auraient nécessairement guidé l'homme du métier vers le choix de ce composé. La Chambre estime qu'en fait de tels critères militent tout aussi bien en faveur de la plupart des agents de décomposition mentionnés ci-dessus et que des considérations d'ordre économique, par exemple, auraient plutôt fait pencher la balance en faveur de l'air finement divisé.

La requérante a également mis en avant que de simples essais de routine permettaient facilement de dégager la solution la plus appropriée et que l'option retenue par l'intimée n'est que le résultat non inventif d'une recherche d'optimisation. A cet égard, la Chambre estime qu'il convient plutôt de prendre en compte les 26 années qui séparent la date de publication du document (2) de la date de priorité du brevet attaqué. Un tel laps de temps, durant lequel le rôle privilégié joué par la combinaison

d'eau oxygénée et de charbon actif dans le processus de purification de l'acide phosphorique n'a pas été mis en évidence malgré les nombreux travaux effectués dans ce domaine, plaide en faveur de l'activité inventive du choix opéré par l'intimée qui apparaît donc comme une sélection non évidente au vu de l'art antérieur.

- 5.3 Même si, malgré les conclusions dissuasives du point 5.1, l'homme du métier avait été amené à substituer le chlorate par l'eau oxygénée, cette démarche ne rendait pas évidentes les autres caractéristiques du procédé revendiqué.

D'abord, le fait de limiter la concentration de l'acide phosphorique réextrait à un intervalle de l'ordre de 50 à 62 % en poids de P_2O_5 ne va pas dans le sens de l'enseignement de l'art antérieur. En effet, il est bien précisé dans le document (1) que si la concentration de l'acide phosphorique est inférieure à 90 % en poids, c'est-à-dire inférieure à environ 65 % en poids de P_2O_5 , les produits organiques non colorants restent dans l'acide, même si un excès important de chlorate a été mis en oeuvre antérieurement (colonne 3, lignes 58 à 66). Il n'était donc pas évident de pouvoir obtenir par une concentration plus faible de la phase aqueuse de réextraction un acide phosphorique satisfaisant.

Ensuite, et surtout, le traitement final de l'acide phosphorique à l'aide de charbon actif n'est préconisé que pour éliminer le chlorate résiduel (colonne 5, lignes 16 à 29). En effet, c'est la quantité de chlorate résiduel qui détermine la quantité de charbon actif à mettre en oeuvre en tant qu'agent réducteur, de sorte qu'il n'existe aucune raison pour l'homme du métier de conserver un tel post-traitement en l'absence de chlorate. Les mesures revendiquées dans le brevet attaqué vont par conséquent à l'encontre de l'enseignement de l'art antérieur.

Les diverses caractéristiques ci-dessus retenues par l'intimée contribuent donc à l'activité inventive du procédé.

- 5.4 D'un point de vue plus formel, la requérante a soulevé des objections à l'encontre de l'exploitation de l'indice colorimétrique Apha, qui n'est mentionné dans aucun des deux documents considérés, pour l'appréciation de l'activité inventive, d'une part, et de l'absence d'informations relatives à la présence de produits organiques non colorants, d'autre part.

L'échelle colorimétrique Apha utilisée dans le brevet attaqué correspond à la norme ASTM D 2108 de 1971. Les normes concernant la teneur en matière organique ou la couleur des acides et des phosphates utilisés dans l'alimentation humaine sont telles que ceux-ci doivent présenter un indice de coloration Apha inférieur à 10 (procédure d'examen, note d'observations déposée le 18 juin 1982, point 2) ; cette précision apportée par l'intimée n'a pas été contestée par la requérante. La seule mention dans les documents (1) et (2) d'une pureté de l'acide phosphorique compatible avec les critères en vigueur dans l'industrie alimentaire permet de conclure que cet acide, dans les deux cas, possède l'indice colorimétrique requis. Dans la mesure où l'objectif visé par l'intimée n'était pas la recherche d'un procédé conduisant à des caractéristiques de couleur supérieures, mais simplement la recherche d'une alternative, l'indice de coloration Apha introduit dans le brevet attaqué ne constitue pas en soi la démonstration d'une activité inventive ; il apporte cependant la preuve que le problème défini ci-dessus a effectivement été résolu.

Quant à l'absence d'indications relatives à la présence de produits organiques non colorants dans l'acide phosphorique, elle ne permet pas de conclure, comme le suggère implicitement la requérante, que cet acide est incompatible avec l'application envisagée. Dans la décision T 219/83 du 23 novembre 1985 publiée dans JO 1986, 211, la Chambre a

déjà estimé qu'il ne suffit pas d'avancer des affirmations sans preuve pour pouvoir attaquer valablement au cours d'une procédure d'opposition un brevet déjà délivré (point 12, paragraphes 4 et 5). Il incombait donc à la requérante (opposante) d'indiquer comme fondement de son objection la teneur en produits organiques non colorants de l'acide phosphorique obtenu par le procédé revendiqué. Faute d'éléments permettant une appréciation objective des faits, l'objection soulevée par la requérante ne peut donc être acceptée.

- 5.5 Le procédé revendiqué présente des avantages substantiels par rapport au procédé enseigné dans le document (1).

En premier lieu, le fait de travailler à des concentrations plus faibles permet de réduire simultanément les dépenses en vapeur et la corrosion de l'appareillage. En outre, le domaine de concentration préconisé par l'intimée, qui correspond aux valeurs effectivement utilisées dans l'industrie de l'acide phosphorique, permet de travailler sur un acide qui présente déjà sa concentration finale ou commerciale.

Il convient enfin d'apprécier que le procédé de purification revendiqué est applicable à un acide phosphorique obtenu à partir d'un minerai de phosphate non calciné. Il s'agit d'une différence importante avec l'art antérieur, car les résultats expérimentaux divulgués dans le document (1) concernent exclusivement le traitement de roches calcinées qui conduisent à des indices colorimétriques a priori plus favorables.

- 5.6 En conclusion, la combinaison de mesures selon la revendication 1 du brevet attaqué ne se déduit pas de manière évident de l'art antérieur et implique par conséquent pour les diverses raisons énoncées ci-dessus une activité inventive.

6. Il ressort de l'analyse ci-dessus que les motifs invoqués dans le mémoire exposant les motifs de l'opposition ne s'opposent pas au maintien du brevet tel que délivré.

La requérante a soulevé dans son mémoire de recours la nouvelle objection que le résultat des essais qu'elle a effectués montrerait que l'invention n'aurait pas été suffisamment décrite pour que l'homme du métier puisse l'exécuter ; elle a en particulier fait valoir que l'acide phosphorique traité présenterait après chauffage à 280° C ou 300° C une coloration marquée, ce qui démontrerait que le résultat recherché par l'intimée ne peut être obtenu sur la base des seules informations du brevet attaqué.

Comme indiqué au point 3 ci-dessus, l'invention a pour objet la production d'un acide phosphorique dont l'indice de coloration Apha est inférieur à 10, et non d'un acide phosphorique parfaitement pur. Le résultat des essais effectués par la requérante n'apporte donc aucun support à ce motif invoqué tardivement que la Chambre a décidé, en conséquence, de ne pas retenir en application de l'article 114(2) CBE.

7. Les revendications dépendantes 2 à 5, qui concernent des mises en oeuvre préférées du procédé selon la revendication 1, bénéficient de la brevetabilité de cette dernière et sont donc également acceptables.

Dispositif

Par ces motifs,

il est statué comme suit :

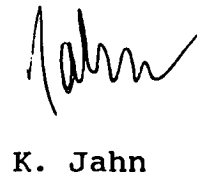
Le recours est rejeté.

Le Greffier



F. Klein

Le Président



K. Jahn

CG 3.1.89

CP 4 01 84