

BESCHWERDEKAMMERN
DES EUROPÄISCHEN
PATENTAMTS

BOARDS OF APPEAL OF
THE EUROPEAN PATENT
OFFICE

CHAMBRES DE RECOURS
DE L'OFFICE EUROPEEN
DES BREVETS

Code de distribution interne :

- (A) [] Publication au JO
(B) [] Aux Présidents et Membres
(C) [X] Aux Présidents

D E C I S I O N
du 22 septembre 1999

N° du recours : T 0314/95 - 3.3.1

N° de la demande : 88401815.1

N° de la publication : 0300879

C.I.B. : C07D 209/48

Langue de la procédure : FR

Titre de l'invention :
Procédé de préparation d'imides halogénés et leur application
comme agents d'ignifugation

Demandeur/Titulaire du brevet :
ELF ATOCHEM S.A.

Opposant :
-

Référence :
Ignifugation/ATOCHEM

Normes juridiques appliquées :
CBE Art. 56

Mot-clé :
"Activité inventive (oui) - après démonstration d'une
amélioration surprenante"

Décisions citées :
-

Exergue :
-



Europäisches
Patentamt

European
Patent Office

Office européen
des brevets

Beschwerdekammern

Boards of Appeal

Chambres de recours

N° du recours : T 0314/95 - 3.3.1

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.3.1
du 22 septembre 1999

Requérant : ELF ATOCHEM S.A.
4 & 8, Cours Michelet
La Défense 10
92800 Puteaux
FRANCE

Mandataire : -

Décision attaquée : Décision de la division d'examen de l'Office européen des brevets signifiée par voie postale le 14 mars 1994 par laquelle la demande de brevet n° 88 401 815.1 a été rejetée conformément aux dispositions de l'article 97(1) CBE.

Composition de la Chambre :

Président : A. J. Nuss
Membres : P. P. Bracke
W. Moser

Exposé des faits et conclusions

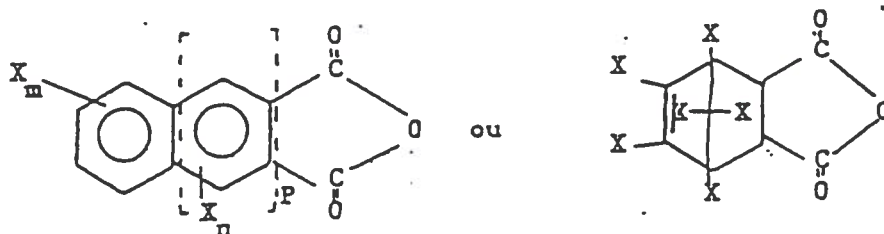
- I. La demande de brevet européen n° 88 401 815.1, publiée sous le numéro EP-A-0 300 879, a été rejetée par décision signifiée le 14 mars 1994 pour manque d'activité inventive.

La Division d'examen était d'avis que le document (1), J. Chem. Soc. Part I and II, pages 16 à 36 (1937), divulguant un procédé de préparation d'imides halogénés par condensation d'hydrazine et d'anhydride d'acide dicarboxylique halogéné en milieu aqueux, représentait l'état de la technique le plus proche. Comme des réactions d'une anhydride d'acide avec l'hydrazine ou avec une alkyle diamine en milieu purement aqueux étaient connues du document (5), US-A-3 734 925, et du document (6), FR-A-2 359 128, et comme un effet surprenant en comparaison avec l'état de la technique le plus proche n'avait pas été démontré, la Division d'examen était d'avis que le procédé revendiqué était rendu évident par l'état de la technique cité.

- II. La requérante (déposante) a formé un recours contre cette décision.

Pendant la procédure orale devant la chambre, qui a eu lieu le 1 octobre 1998, la requérante a soumis un jeu de 7 revendications et une description modifiée, pages 1 à 8. La seule revendication indépendante s'énonçait comme suit :

"1. Procédé de préparation d'imides halogénés par condensation d'hydrazine et d'anhydride d'acide dicarboxylique halogéné de formule :



où X représente un atome de brome ou de chlore, m est un nombre entier allant de 2 à 4, n et p sont des nombres entiers allant de 0 à 2, ou un mélange de tels anhydrides, caractérisé en ce que la réaction est effectuée en milieu aqueux **ne contenant pas de solvant organique**, à une température allant de 40 à 225°C, avec un rapport molaire anhydride/hydrazine inférieur à 2, **en introduisant progressivement l'hydrazine dans la solution ou dispersion d'anhydride halogéné préalablement chauffée.** (en caractère gras, c'est la Chambre qui accentue)

Etant donné que pendant la procédure orale la Chambre était arrivée à la conclusion qu'il était indispensable de démontrer que les effets allégués dans la demande sont effectivement obtenus vis-à-vis de l'état de la technique à partir duquel l'invention revendiquée a été développée, à savoir le document (3), S. M. Spatz et al., I & EC Product research and development, vol. 8, n° 4 (1969), pages 397 et 398, la procédure était continuée par écrit.

Par lettre du 9 avril 1999, la requérante a fourni des données expérimentales qui étaient le résultat d'essais comparatifs entre des résines PBT ignifugées avec un N-aminotétrabromophthalimide obtenu selon le procédé revendiqué ou avec un tel obtenu selon le procédé divulgué dans le document (3).

III. La requérante a conclu à la réformation de la décision de rejet et à la délivrance d'un brevet sur la base des revendications 1 à 7 et de la description, pages 1 à 8, déposées à la procédure orale devant la Chambre de recours le 1 octobre 1998.

Motifs de la décision

1. Le recours est recevable.

2. *Modifications*

La revendication 1 est le résultat de la combinaison des revendications 1 et 4 de la demande de brevet européen telle que déposée avec les caractéristiques accentuées par la Chambre (voir point II ci-dessus), lesquelles sont décrites à la page 1, lignes 30 et 31, et à la page 3, lignes 20 à 23, de la demande telle qu'elle a été déposée.

Bien que la caractéristique "en milieu aqueux ne contenant pas de solvant organique" n'était pas citée d'une manière explicite dans la demande telle qu'elle a été déposée, l'homme du métier pouvait déduire cette caractéristique directement et sans équivoque de la divulgation à la page 1, lignes 30 et 31, de la demande telle qu'elle a été déposée, disant qu'il a été trouvé qu'il n'est pas indispensable d'utiliser un solvant organique, et des exemples de préparation 1 à 5, ne divulguant que l'eau comme solvant.

Les revendications 2 à 7 correspondent aux revendications 2, 3 et 5 à 8 respectivement de la demande telle qu'elle a été déposée.

Par les seules modifications à la page 2, 3 et 4, la description est mise en conformité avec les revendications.

Par conséquent, la demande satisfait aux conditions prévues par l'article 123(2) CBE.

3. *Nouveauté*

La Chambre ne voit aucune objection contre la nouveauté des revendications sur la base des documents cités. Etant donné que la nouveauté des revendications, sur lesquelles la décision contestée était basée, n'a pas été contestée par la Division d'examen et compte tenu du fait que, par rapport à ces revendications, la présente revendication indépendante est plus limitée, il n'y a pas lieu de discuter la nouveauté du procédé revendiqué en détail.

4. *Activité inventive*

- 4.1 Pour déterminer l'état de la technique le plus proche, il importe de s'assurer que la solution qu'il propose vise à atteindre le même objectif que l'invention en cause et qu'il exige le moins de modifications structurelles possibles vis-à-vis de celle-ci.

Comme la présente invention concerne un procédé de préparation d'imides halogénés qui conviennent à l'ignifugation des matières macromoléculaires (voir page 2, lignes 21 à 26, de la demande telle que publiée), seuls des documents relatifs à des produits qui conviennent à l'ignifugation des matières macromoléculaires doivent être pris en considération comme constituant l'état de la technique le plus proche. Etant donné que le document (1) concerne des produits ayant des propriétés chimioluminescentes et que ce

document ne divulgue pas que ces produits conviennent à l'ignifugation des matières macromoléculaires, il ne pouvait aucunement conduire l'homme du métier à l'invention revendiquée et, par conséquent, ce document ne peut pas constituer l'état de la technique le plus proche.

Le seul document intéressant subsistant est le document (3) mentionné à la page 2, lignes 6 à 11, de la demande telle que publiée, comme l'un des documents constituant l'état de la technique à partir duquel le procédé revendiqué a été développé. Etant donné que, d'une part, ce document décrit des procédés de préparation de produits qui conviennent à l'ignifugation des matières macromoléculaires et que, d'autre part, ce document décrit de façon détaillée la condensation d'hydrazine avec l'anhydride tétrabromophtalique, la Chambre n'a aucune raison de mettre en doute que ce document soit représentatif de l'état de la technique le plus proche. Il convient donc de l'examiner en détail.

- 4.2 Le document (3) divulgue notamment que les tétrabromophtalimides obtenus par condensation d'une amine avec l'anhydride tétrabromophtalique conviennent à l'ignifugation de films de chlorure de polyvinyle, de résines de polyester maléique-phtalique et de résines d'époxy vulcanisées avec une amine (voir page 397, colonne de gauche, deuxième et troisième paragraphes, et colonne de droite, premier paragraphe). Plus spécifiquement, il décrit la préparation du N-amino tétrabromophtalimide par condensation de l'anhydride tétrabromophtalique avec un excès minime d'hydrazine dans l'isopropanole. En outre, il divulgue que ce produit convient à l'ignifugation d'une résine époxy (voir la page 398, le paragraphe "N-Alkyl-, N-Aryl-, and N-Amino-TBPI" ainsi que le quatrième produit dans le tableau I et l'avant-dernier paragraphe de la colonne à droite).

- 4.3 Dans la présente demande de brevet, il est dit que l'emploi de solvants organiques dans les procédés connus de préparation de polyhalogénoimides destinés à être utilisés comme agent d'ignifugation nécessite des opérations coûteuses de séparation et de récupération de ces solvants, ainsi que des moyens de séchage adaptés à l'élimination des vapeurs de solvants organiques (page 2, lignes 14 à 19, comme publiée). En outre, les procédés connus fournissent des produits qui contiennent très souvent des matières volatiles aux températures de mise en oeuvre dans certains matériaux polymériques et entraînent la corrosion des moules (voir page 2, lignes 12 à 14, comme publiée).
- 4.4 A partir de la divulgation du document (3), le problème principal à résoudre était donc de remédier à ces inconvénients par la mise en oeuvre d'un tel procédé sans devoir recourir à un solvant organique tout en permettant d'obtenir des polyhalogénoimides ayant des propriétés ignifuges améliorées.
- 4.5 Selon la demande de brevet européen en cause, il est révélé qu'on peut obtenir avec des rendements très élevés et sans problème de rejet d'effluents et d'environnement des produits qui sans purification préalable conviennent parfaitement à l'ignifugation des matières macromoléculaires, y compris celles dont la mise en oeuvre s'effectue à haute température, particulièrement au-dessus de 250°C (page 2, ligne 21 à 26, comme publiée) si on opère en milieu aqueux sous certaines conditions, c'est-à-dire, si on effectue la réaction en milieu aqueux ne contenant pas de solvant organique, à une température allant de 40 à 225°C, avec un rapport molaire anhydride/hydrazine inférieur à 2, en **introduisant progressivement l'hydrazine** dans la solution ou dispersion d'anhydride halogéné préalablement chauffée.

Les exemples 1 à 5 démontrent que les imides halogénés selon la revendication 1 de la présente demande peuvent être obtenus avec des rendements très élevés.

En outre, il résulte des données présentées dans le tableau 1 en annexe à la lettre du 9 avril 1999 que le PBT ignifugé avec un N-aminotétrabromophthalimide obtenu selon le procédé revendiqué est classé 94 V-0 dans l'essai de résistance à la flamme sur barreau vertical d'épaisseur égale à 3.2 mm (UL 94 vertical) suivant la norme NFT 51072 et qu'il a un indice d'oxygène limite (I.O.L) à 23°C suivant la norme ISO 4589-2 de 29.9 % tandis qu'un PBT ignifugé avec un N-aminotétrabromophthalimide obtenu selon le procédé du document (3) est classé 94 V-2 et qu'il a une I.O.L de 26.9 %. La Chambre est convaincue que ces résultats démontrent que l'ignifugation des matières macromoléculaires est supérieure si ces matières contiennent des produits obtenus par condensation d'hydrazine avec un anhydride d'acide dicarboxylique halogéné selon le procédé revendiqué, et non pas des produits de condensation obtenus selon le document (3). En outre, il apparaît que le procédé revendiqué conduit à des produits qui sans purification préalable, conviennent parfaitement à l'ignifugation des matières macromoléculaires (voir page 2, ligne 24 et 25, de la demande telle que publiée).

- 4.6 Il reste donc à examiner si la solution revendiquée implique une activité inventive.
- 4.6.1 Dès lors que le document (1) divulgue seulement la condensation d'hydrazine avec l'anhydride d'acide phtalique en milieu organique inerte (voir, par exemple, à la page 31, l'avant-dernier paragraphe) et comme ce document est par ailleurs complètement silencieux en ce qui concerne l'utilisation de tels produits comme retardeur de flamme, un homme du métier ne pouvait en

déduire quel effet l'utilisation d'un milieu ne contenant pas de solvant organique dans la condensation d'hydrazine avec l'anhydride d'acide dicarboxylique halogéné pouvait avoir sur l'ignifugation des matières macromoléculaires contenant de tels produits de condensation.

4.6.2 L'exemple 2 du document (5) décrit une condensation de l'hydrazine avec un anhydride phtalique dans l'eau. Toutefois, le document (5) concerne des N-aminophtalimides substitués par des groupes alkyles ayant des propriétés fongicides. Comme ce document ne concerne ni la condensation de l'hydrazine avec des anhydrides halogénés ni l'ignifugation des matières macromoléculaires, un homme du métier n'aurait eu aucune raison de le prendre en considération.

4.6.3 Le document (6) concerne un procédé perfectionné pour produire des N,N'-alkylène-bis-tétrahalogénophtalimides pouvant servir d'agents de retard de la propagation d'une flamme en faisant réagir environ deux proportions molaires d'un anhydride tétrahalogénophtalique avec environ une proportion d'un diamino-alcane en milieu aqueux, avantageusement en chauffant la dispersion et en ajoutant le diamino-alcane progressivement (voir page 1, lignes 1 à 4, 13 et 25 à 28, et page 2, lignes 10 à 17).

Toutefois, ce document, qui ne concerne pas l'ignifugation des matières macromoléculaires mais uniquement un nouveau procédé pour préparer des N,N'-alkylène-bis-tétrahalogénophtalimides n'exigeant pas l'utilisation de solvants organiques, ne mentionne nulle part l'influence a) de l'utilisation d'un milieu aqueux ne contenant pas de solvant organique ou b) de l'introduction progressive d'hydrazine dans la solution ou dispersion d'anhydride halogéné préalablement chauffée. Par conséquent, l'homme du métier cherchant à améliorer l'ignifugation des matières macromoléculaires

ne trouverait dans ce document aucune suggestion permettant de savoir quelles caractéristiques du procédé de condensation d'hydrazine avec un anhydride d'acide dicarboxylique halogéné pourraient avoir un effet sur le pouvoir ignifugeant des produits de condensation.

4.6.4 Par conséquent, la Chambre conclut que le procédé revendiqué n'est pas rendu évident par la divulgation du document (3) en combinaison avec celle des documents (1), (5) ou (6).

4.7 Etant donné que les autres documents cités dans le rapport de recherche représentent un état de la technique moins pertinent, la Chambre en vient à la conclusion, que l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive requise par les articles 52(1) et 56 CBE.

4.8 Les objets des revendications 2 à 7, qui concernent des modes de réalisation particuliers de l'objet de la revendication 1, impliquent également une activité inventive.

Dispositif

Par ces motifs, il est statué comme suit :

1. La décision attaquée est annulée.

2. L'affaire est remise à la première instance avec l'ordre de délivrer un brevet sur la base des documents ci-dessous :
 - a) revendications 1 à 7 et
 - b) description, pages 1 à 8

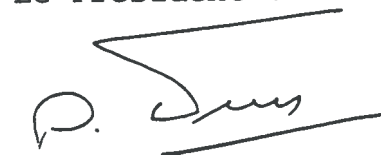
remis lors de la procédure orale en date du
1 octobre 1998.

Le Greffier :



E. Görgmaier

Le Président :



A. Nuss