

**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 23 juin 1999**

**N° du recours :** T 0758/96 - 3.3.5

**N° de la demande :** 90403246.3

**N° de la publication :** 0431998

**C.I.B. :** C01B 21/16

**Langue de la procédure :** FR

**Titre de l'invention :**

Procédé de vaporisation d'une solution d'hydrate d'hydrazine

**Titulaire du brevet :**

ELF ATOCHEM S.A.

**Opposant :**

-

**Référence :**

-

**Normes juridiques appliquées :**

CBE Art. 123(2), 54(1), 56

**Mot-clé :**

"Nouveauté et activité inventive des revendications modifiées  
(oui)"

**Décisions citées :**

-

**Exergue :**

-



Europäisches  
Patentamt

European  
Patent Office

Office  
européen  
des brevets

Beschwerdekammern

Boards of Appeal

N° du recours : T 0758/96 - 3.3.5

**D E C I S I O N**  
**de la Chambre de recours technique 3.3.5**  
**du 23 juin 1999**

**Requérant :** ELF ATOCHEM S.A.  
4 & 8, Cours Michelet  
La Défense 10  
F - 92800 Puteaux (FR)

**Mandataire :** -

**Décision attaquée :** Décision de la division d'examen de l'Office européen des brevets signifiée par voie postale le 16 avril 1996 par laquelle la demande de brevet n° 90 403 246.3 a été rejetée conformément aux dispositions de l'article 97(1) CBE.

**Composition de la Chambre :**

**Président :** R. K. Spangenberg  
**Membres :** M. M. Eberhard  
M. B. Günzel

## **Exposé des faits et conclusions**

I. La demande de brevet européen n° 90 403 246.3 (n° de publication 0 431 998) a été rejetée par décision de la Division d'examen au motif que les revendications modifiées déposées le 27 septembre 1994 ne satisfaisaient pas aux dispositions de l'article 123(2) CBE.

Dans cette décision, la Division d'examen a considéré que la revendication 1 contrevenait aux dispositions de l'article 123(2) car la demande initiale ne divulguait pas la détente de la solution avant son retour dans le fond de la colonne. A titre de remarque auxiliaire, la Division d'examen a indiqué qu'une revendication modifiée ne mentionnant pas l'endroit où s'effectue la détente serait considérée comme non brevetable. En effet, le concept exprimé dans la revendication 1, à savoir le chauffage d'une solution d'hydrate d'hydrazine essentiellement en phase liquide puis la détente de cette solution afin de maintenir les pertes en hydrazine à un niveau très faible, était déjà connu du document FR-A-1 548 921 (ci-après D1).

II. La requérante a formé un recours contre cette décision et déposé deux jeux de revendications modifiées en même temps que le mémoire de recours. En réponse à une notification de la Chambre, la requérante a soumis huit jeux de revendications modifiées le 21 mai 1999.

III. Une procédure orale a eu lieu le 23 juin 1999. Pendant cette procédure orale, la requérante a déposé un jeu de revendications modifiées 1 à 5 en tant que requête principale (et seule requête), en remplacement de tous

les jeux de revendications soumis antérieurement. La revendication 1 de cette requête a le libellé suivant :

"1. Procédé de vaporisation d'une solution d'hydrate d'hydrazine se trouvant sous une pression supérieure à la pression atmosphérique et à une température comprise entre 130 et 220°C consistant à chauffer cette solution essentiellement en phase liquide, puis à détendre cette solution."

- IV. La requérante a fait valoir que le procédé selon la revendication 1 était nouveau par rapport à l'enseignement de D1 car la température et la pression utilisées dans le procédé revendiqué étaient très supérieures à celles de l'exemple 2 de D1. En ce qui concerne l'activité inventive elle a souligné que D1 ne représentait pas l'état de la technique le plus proche mais le document US-A-4 724 133 (D3) cité dans la description. Le problème à résoudre en partant de D3 était de réduire la décomposition d'une solution d'hydrate d'hydrazine à températures élevées au cours de sa vaporisation. Cette décomposition n'étant observée que dans des conditions opératoires sévères, la solution revendiquée ne pouvait être déduite de D1. Dans l'exemple 2 de D1, la majeure partie (environ 90 %) de l'hydrate d'hydrazine formé était vaporisée immédiatement par la chaleur de réaction libérée et le liquide passant dans l'hydrocyclone contenait donc une infime partie de l'hydrate d'hydrazine formé. L'homme du métier cherchant à réduire la décomposition d'une solution d'hydrate d'hydrazine à températures élevées ne serait pas arrivé au procédé revendiqué car, d'une part, D1 concernait un problème technique différent et d'autre part, il enseignait que la décomposition d'hydrazine

n'était pas appréciable seulement dans les conditions douces de l'exemple 2. Ces informations auraient dissuadé l'homme du métier d'utiliser l'enseignement de D1 pour réduire la décomposition à températures élevées.

- V. La requérante a requis l'annulation de la décision de la Division d'examen et le renvoi de l'affaire à la Division d'examen pour délivrance d'un brevet sur la base du jeu de revendications déposé au cours de la procédure orale et d'une description à adapter.

### **Motifs de la décision**

1. Le recours est recevable.
2. Les revendications 1 à 5 satisfont aux dispositions de l'article 123(2) CBE. La revendication 1 correspond à une combinaison des caractéristiques divulguées dans les revendications 1 et 4 déposées initialement. Quant à la pression supérieure à la pression atmosphérique, elle découle implicitement du domaine de températures (130-220°C) indiqué à la page 4 (quatrième paragraphe) de la description initiale et de la pression utilisée dans l'exemple. Les revendications dépendantes 2 à 5 correspondent respectivement aux revendications 2, 3, 5 et 6 initiales.
3. D1 décrit un procédé de préparation d'hydrate d'hydrazine par réaction d'une solution aqueuse de sulfate d'hydrazine avec une solution aqueuse d'un hydroxyde alcalin à une concentration d'au moins 40 %. Dans ce procédé on fait réagir lesdites solutions dans un évaporateur à couche mince ou dans un évaporateur à

détente, puis on sépare par distillation l'hydrate d'hydrazine formé du sulfate alcalin (voir résumé, 1°, 5° et 6°). Dans l'exemple 2, on utilise un évaporateur à détente avec circulation du liquide en circuit fermé. Les solutions de sulfate d'hydrazine et de soude sont introduites dans le récipient de détente maintenu à une pression faible de 100 mm de mercure. Le liquide est ensuite pompé dans un hydrocyclone où est recueilli le sulfate de sodium précipité, puis le liquide quittant l'hydrocyclone est réchauffé à une température supérieure de 5 à 10°C à son point d'ébullition sous 100 mm Hg, soit 50 à 65°C. Une partie de l'hydrate d'hydrazine et de l'eau correspondant à la surchauffe se vaporise dans le récipient de détente.

Le chauffage de la solution d'hydrate d'hydrazine essentiellement en phase liquide puis la détente de la solution pour obtenir la vaporisation partielle de l'hydrate d'hydrazine sont donc divulgués dans l'exemple 2 de D1. Cependant, le procédé selon la revendication 1 diffère du procédé décrit dans cet exemple en ce que la solution d'hydrate d'hydrazine de départ est à une température comprise entre 130 et 220°C et à une pression supérieure à la pression atmosphérique. Le procédé revendiqué est donc nouveau par rapport à celui de D1. Comme aucun des autres documents cités dans le rapport de recherche ne divulgue l'ensemble des caractéristiques indiquées dans la revendication 1, le procédé revendiqué satisfait à l'exigence de nouveauté.

4. La question se pose de savoir si D1 ou D3 représente l'état de la technique le plus proche.

Comme souligné par la requérante, le procédé décrit dans l'exemple 2 de D1 met en oeuvre des solutions d'hydrate d'hydrazine à des températures relativement faibles, puisque la température de ces solutions après réchauffage est de 50 à 65°C, alors que dans le procédé revendiqué et dans le procédé selon D3 les solutions d'hydrate d'hydrazine sont à des températures élevées (au moins 130°C ou 150°C). A ces températures élevées se pose le problème de décomposition de l'hydrate d'hydrazine, problème qui est pratiquement inexistant dans les conditions utilisées dans l'exemple 2 de D1, comme confirmé par le test de la requérante au point 13 de sa lettre du 20 mai 1999. De plus, dans l'exemple 2 de D1, la majeure partie de l'hydrate d'hydrazine formé est vaporisée immédiatement sous l'effet de la chaleur de réaction libérée et non lors de la détente dans l'évaporateur. Dans ces circonstances, la Chambre considère en accord avec la requérante que D3 représente l'état de la technique le plus proche.

- 4.1 D3 concerne un procédé de préparation de solutions aqueuses concentrées d'hydrate d'hydrazine comprenant l'hydrolyse d'une solution aqueuse concentrée d'acétone azine dont le rapport molaire eau/acétone azine est de 3 à 7 et la distillation concomitante dans une colonne de distillation. On soutire, en tête de colonne, un distillat contenant essentiellement l'acétone et une quantité mineure d'eau et, en pied de colonne, la solution concentrée d'hydrate d'hydrazine. L'hydrolyse et la distillation sont effectuées à températures élevées et à une pression supérieure à la pression atmosphérique, la température en pied de colonne étant maintenue en particulier entre 150°C et 200°C et la pression étant en général entre 2 et 20 bars (voir

revendications 1 et 12 ; col. 3, lignes 38-58).

Selon la requérante, si on utilise dans un tel procédé un rebouilleur à thermosiphon, un serpentín ou un faisceau tubulaire noyé dans le fond de la colonne et, en règle générale, un rebouilleur où la vaporisation de la solution se produit au contact de la surface de chauffe, on observe à ces températures élevées une décomposition de l'hydrate d'hydrazine (voir aussi page 1 de la description de la présente demande).

Par rapport à cet état de la technique, le problème technique à la base du procédé revendiqué était de fournir un procédé de vaporisation d'une solution d'hydrate d'hydrazine qui permette de réduire la décomposition de l'hydrate d'hydrazine à températures élevées au cours de sa vaporisation.

Il est proposé de résoudre ce problème par le procédé tel que défini dans la revendication 1. Ce procédé diffère de celui de D3 en ce que l'on chauffe la solution d'hydrate d'hydrazine essentiellement en phase liquide puis on la détend. Au vu de l'exemple de la description qui montre une diminution considérable de la décomposition de l'hydrate d'hydrazine en effectuant la vaporisation par détente au lieu d'utiliser la vaporisation conventionnelle dans un bouilleur à thermosiphon, il est crédible que le problème indiqué ci-dessus a effectivement été résolu par le procédé revendiqué.

- 4.2 D3 ne contient aucune information susceptible d'orienter l'homme du métier vers la solution revendiquée. Quant à D1, qui concerne également la préparation d'hydrate

d'hydrazine, il divulgue dans l'exemple 2 le réchauffage du liquide pompé à une température supérieure de 5 à 10°C à son point d'ébullition sous 100 mm Hg, suivi d'une détente provoquant la vaporisation d'une partie de l'hydrate d'hydrazine et de l'eau (voir paragraphe 3 ci-dessus). Il est indiqué dans cet exemple que "Dans ces conditions, l'hydrazine se vaporise sans décomposition appréciable" (voir page 2, colonne de gauche, lignes 48-50). Cependant, les conditions auxquelles il est fait référence ne sont pas seulement la vaporisation du liquide par détente après son réchauffage mais **l'ensemble des conditions opératoires** utilisées dans cet exemple. En particulier, le liquide se trouve à une température de 50 à 65°C et à une pression inférieure à la pression atmosphérique après réchauffage dans le serpentín de chauffage. La requérante a indiqué qu'il n'y avait pratiquement pas de décomposition de l'hydrate d'hydrazine sous ces conditions relativement douces, et au vu du test présenté dans la lettre du 20 mai 1999, paragraphe 13, et de l'indication dans D3 que des températures élevées (130-180°C) provoquent la décomposition de l'hydrate d'hydrazine (voir D3, col. 2, lignes 33-41), la Chambre accepte cet argument. De plus, dans l'exemple 2 de D1, les solutions de sulfate d'hydrazine et de soude sont introduites séparément dans l'évaporateur afin d'utiliser la chaleur de réaction libérée pour la vaporisation (voir exemple 2, et page 1, colonne de droite, lignes 15 à 20). La requérante a souligné que les données mentionnées dans les exemples 1 et 2 permettaient de conclure que la majorité de l'hydrate d'hydrazine formé était vaporisée immédiatement par la chaleur de réaction libérée et que seulement une très faible quantité de l'hydrate d'hydrazine (environ 10 %) était vaporisée par détente.

La Chambre ne voit aucune raison de mettre en doute cette conclusion et note qu'il est aussi précisé dans l'exemple 2 que la quantité de calories à introduire est extrêmement faible. Compte tenu des températures et pressions relativement basses utilisées dans l'exemple 2 et de la faible quantité d'hydrate d'hydrazine vaporisée par détente, il ne peut être déduit de l'enseignement de D1 que l'absence de décomposition de l'hydrazine résulte de la vaporisation par détente. Dans ces circonstances, l'homme du métier confronté au problème de réduire la décomposition de solutions d'hydrate d'hydrazine à températures élevées (au moins 130°C) au cours de leur vaporisation n'aurait pas été incité au vu de l'enseignement de D1 à effectuer un chauffage essentiellement en phase liquide suivi d'une détente car il ne pouvait escompter que la vaporisation par détente permettrait de diminuer ladite décomposition.

- 4.3 Les autres documents cités dans le rapport de recherche ne contiennent aucune information suggérant qu'il serait possible de réduire la décomposition de solutions d'hydrate d'hydrazine à températures élevées au cours de leur vaporisation en effectuant un chauffage desdites solutions essentiellement en phase liquide suivi de leur détente.

Il résulte des considérations précédentes que le procédé selon la revendication 1 est considéré comme satisfaisant à la condition d'activité inventive requise par les articles 52(1) et 56 CBE.

5. Les revendications dépendantes 2 à 5, qui concernent des modes de réalisation particuliers du procédé selon la revendication 1 bénéficient de la brevetabilité de cette

dernière et sont donc également acceptables.

### **Dispositif**

**Pour ces motifs, il est statué comme suit:**

1. La décision de la Division d'examen est annulée.
2. L'affaire est renvoyée à la Division d'examen pour la délivrance d'un brevet sur la base du jeu de revendications déposé au cours de la procédure orale et d'une description à adapter.

Le Greffier :

Le Président :

S. Hue

R. Spangenberg