

Interner Verteilerschlüssel:

- (A) [] Veröffentlichung im AB1.
(B) [] An Vorsitzende und Mitglieder
(C) [X] An Vorsitzende
(D) [] Keine Verteilung

E N T S C H E I D U N G
vom 26. September 2002

Beschwerde-Aktenzeichen: T 0338/99 - 3.3.1

Anmeldenummer: 93108578.1

Veröffentlichungsnummer: 0574756

IPC: C07C 17/395

Verfahrenssprache: DE

Bezeichnung der Erfindung:

Verfahren zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen aus
fluorierten C3-C6-Kohlenwasserstoffen

Patentinhaber:

SOLVAY (Société Anonyme)

Einsprechender:

Minnesota Mining and Manufacturing Company

Stichwort:

Reinigungsverfahren/SOLVAY

Relevante Rechtsnormen:

EPÜ Art. 56

Schlagwort:

"Hauptantrag, erster und zweiter Hilfsantrag: erfinderische
Tätigkeit (nein) - naheliegende Lösung"

Zitierte Entscheidungen:

-

Orientierungssatz:

-



Aktenzeichen: T 0338/99 - 3.3.1

E N T S C H E I D U N G
der Technischen Beschwerdekammer 3.3.1
vom 26. September 2002

Beschwerdeführer: SOLVAY (Société Anonyme)
(Patentinhaber) Rue du Prince Albert, 33
B-1050 Bruxelles (BE)

Vertreter: Jacques, Philippe
Solvay S.A.
Département Propriété Industrielle
310, rue de Ransbeek
B-1120 Bruxelles (BE)

Beschwerdegegner: Minnesota Mining and Manufacturing Company
(Einsprechender) P.O. Box 33427
St. Paul, Minnesota 55133-3427 (US)

Vertreter: Voortmans, Gilbert J. L.
3M Europe S.A.
Hermeslaan 7
B-1831 Diegem (BE)

Angefochtene Entscheidung: Entscheidung der Einspruchsabteilung des Europäischen Patentamts, die am 25. Januar 1999 zur Post gegeben wurde und mit der das europäische Patent Nr. 0 574 756 aufgrund des Artikels 102 (1) EPÜ widerrufen worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzender: A. J. Nuss
Mitglieder: P. P. Bracke
J. P. B. Seitz

Sachverhalt und Anträge

- I. Die Beschwerde richtet sich gegen die Entscheidung der Einspruchsabteilung, das europäische Patent 0 574 756 zu widerrufen.

Das Patent war auf der Basis von acht Ansprüchen erteilt worden. Der einzige unabhängige Anspruch lautete:

"1. Verfahren zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen der allgemeinen Formel $C_nH_mF_pCl_q$, wobei $n=2-6$, $m=0-8$, $p=1-12$, $q=0-8$ und $m+p+q=2n$ ist, aus fluorierten C_3-C_6 -Kohlenwasserstoffen, mit Ausnahme von 1,1,1,2,3,3,3-Heptafluorpropan (R 227), dadurch gekennzeichnet, daß man die verunreinigten fluorierten C_3-C_6 -Kohlenwasserstoffe mit einem Alkohol und einer Base bei Temperaturen von -20 bis 100°C und Drucken von 1 bis 50 bar in Kontakt bringt und gleichzeitig oder anschließend die fluorierten C_3-C_6 -Kohlenwasserstoffe abdestilliert."

- II. Insbesondere war die Einspruchsabteilung der Meinung, die Druckschrift

(6) EP-A-0 370 688,

in der ein oxidatives Reinigungsverfahren zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen aus fluorierten C_3-C_6 -Kohlenwasserstoffen offenbart ist, stelle den nächstliegenden Stand der Technik dar. Die mit dem Streitpatent zu lösende Aufgabe sei in der Bereitstellung eines weiteren Reinigungsverfahrens zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen aus fluorierten C_3-C_6 -Kohlenwasserstoffen zu sehen. Die vorgeschlagene Lösung sei naheliegend, da aus der Druckschrift

(8) GB-A-1 031 409

ein Reinigungsverfahren zur Entfernung von fluorierten Halogen enthaltenden Butenen aus 2,2,2-Trifluor-1-chlor-1-bromethan bekannt sei, in dem der zu reinigende Ausgangsstoff mit einer alkoholischen Lösung eines Alkalihydroxids oder Alkalialkoholats versetzt werde, und ein Fachmann erwarten könne, daß solche Verunreinigungen sich durch dieses Verfahren auch aus fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen entfernen ließen.

III. Während der am 26. September 2002 stattgefundenen mündlichen Verhandlung hat die Beschwerdeführerin (Patentinhaberin) als ersten Hilfsantrag einen Satz von sechs Ansprüchen und als zweiten Hilfsantrag einen Satz von vier Ansprüchen eingereicht.

Der einzige unabhängige Anspruch gemäß dem ersten Hilfsantrag entsprach dem erteilten Anspruch 1 mit dem einzigen Unterschied, daß die Base aus NaOH, KOH und Na-Phenolat ausgewählt war.

Der einzige unabhängige Anspruch gemäß dem zweiten Hilfsantrag war mit dem erteilten Anspruch 1 identisch mit dem Unterschied, daß die Base und der Alkohol aus NaOH, KOH und Na-Phenolat bzw aus Methanol, Ethanol und Ethylenglykol ausgewählt waren.

IV. Die Beschwerdeführerin hat vorgetragen, den Lehren der Druckschriften (6) und (8) sei nicht zu entnehmen, daß durch das beanspruchte Verfahren die olefinischen Verunreinigungen vollständig, rasch und spezifisch entfernt werden könnten, da eine Dehydrofluorierung der fluorierten Kohlenwasserstoffe in einem alkalischen alkoholischen Mittel nicht auszuschließen sei. Als

Nachweis dafür verwies die Beschwerdeführerin auf die Druckschriften

(9) J. Am. Chem. Soc., 83, Seiten 1222 bis 1226, (1961) und

(10) Journal of Fluorine Chemistry, 19, Seiten 181 bis 190 (1981).

Die Beschwerdeführerin hat auch vorgetragen, daß es nicht zu erwarten sei, daß die Verunreinigungen gemäß dem beanspruchten Verfahren die gleiche Reaktivität gegenüber einem alkalischen alkoholischen Mittel als die gemäß der Druckschrift (8) zu entfernenden fluorierten und halogenierten Butene haben würden. Weiterhin würde ein Fachmann die Lehre der Druckschrift (6) nicht mit der Lehre der Druckschrift (8) kombinieren, da gemäß der Druckschrift (6) das Reinigungsverfahren unter anhydrischen Bedingungen stattfinden müsse, während gemäß der Druckschrift (8) die fluorierten Kohlenwasserstoffe durch eine wäßrige Extraktion gereinigt würden.

V. Die Beschwerdegegnerin (Einsprechende) argumentierte, es sei nicht glaubhaft gemacht worden, daß die fluorierten Verunreinigungen durch das beanspruchte Verfahren vollständig, rasch und spezifisch aus allen erfindungsgemäßen fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen entfernt werden können, da aus den Beispielen 3, 4 und 5 des Streitpatentes hervorgehe, daß die olefinischen Verunreinigungen dort nicht vollständig entfernt würden.

Weiterhin hat die Beschwerdegegnerin geltend gemacht, das beanspruchte Verfahren sei nicht erfinderisch, da es zu erwarten sei, daß das in der Druckschrift (8) für C₂

fluorierte Kohlenwasserstoffe beschriebene Reinigungs-
verfahren auch auf fluorierte C₃-C₆-Kohlenwasserstoffe
angewendet werden könnte.

VI. Die Beschwerdeführerin beantragte die Aufhebung der
angefochtenen Entscheidung und die Aufrechterhaltung des
Patents

- 1) wie erteilt (Hauptantrag),
- 2) hilfsweise auf Grundlage der Hilfsanträge 1 oder 2,
eingereicht während der mündlichen Verhandlung.

Die Beschwerdegegnerin beantragte die Zurückweisung der
Beschwerde der Patentinhaberin.

VII. Am Ende der am 26. September 2002 stattgefundenen
mündlichen Verhandlung verkündete der Vorsitzende die
Entscheidung der Kammer, die Beschwerde zurückzuweisen.

Entscheidungsgründe

1. Die Beschwerde ist zulässig.
2. *Artikel 123 (2) und (3) EPÜ und Neuheit*

Die Kammer hat sich davon überzeugt, daß die Ansprüche
gemäß dem Hauptantrag und gemäß dem ersten und zweiten
Hilfsantrag nicht gegen die Erfordernisse des
Artikels 123 (2) und (3) EPÜ verstoßen und das
beanspruchte Verfahren gegenüber dem zitierten Stand der
Technik neu ist. Da die Kammer zum Ergebnis gekommen
ist, daß das beanspruchte Verfahren nicht auf einer
erfinderischen Tätigkeit beruht (siehe nachstehend),

erübrigen sich weitere Ausführungen hierzu.

3. *Erfinderische Tätigkeit*

3.1 Hauptantrag

3.1.1 Gemäß der Rechtsprechung der Beschwerdekammern kommt im vorliegenden Fall als nächstkommender Stand der Technik nur eine Druckschrift in Betracht, in der ein Verfahren offenbart ist, das dem gleichen Zweck wie die beanspruchte Erfindung dient. Da Druckschrift (6) die einzige zitierte Druckschrift ist, in der ein Verfahren zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen zur Reinigung fluorierter C_3 - C_5 -Kohlenwasserstoffe offenbart ist, betrachtet die Kammer die Lehre dieser Druckschrift als nächstkommenden Stand der Technik.

Die Beschwerdekammer kann sich der Behauptung der Beschwerdegegnerin, daß auch die Druckschrift (8) als nächstkommender Stand der Technik betrachtet werden könnte, nicht anschließen, da in der Druckschrift (8) lediglich ein Verfahren zur Reinigung von fluorierten C_2 -Kohlenwasserstoffen, nicht jedoch von C_3 - C_5 -Kohlenwasserstoffen, beschrieben ist.

3.1.2 Die Druckschrift (6) offenbart ein Verfahren zur Verringerung des Gehalts ungesättigter Verunreinigungen in gesättigten fluorierten Kohlenwasserstoffen bis zu einem Gehalt unter 10 ppm und sogar unter der Nachweisgrenze liegend, in dem die fluorierten Kohlenwasserstoffe in einem im wesentlichen trockenen fluiden Zustand mit einem Metalloxid in Kontakt gebracht werden und die gesättigten fluorierten Kohlenwasserstoffe gewonnen werden, ohne dabei die Ausbeute an gesättigten fluorierten Kohlenwasserstoffen wesentlich

zu verringern (siehe Seite 3, Zeilen 18 bis 40 und Seite 5, Zeilen 10 bis 16).

3.1.3 Ausgehend von der Druckschrift (6) bestand nach Auffassung der Beschwerdeführerin die Aufgabe darin, ein weiteres Verfahren zur Reinigung von fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen zur Verfügung zu stellen, in dem die störenden Verunreinigungen vollständig, rasch und spezifisch von fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen abgetrennt werden.

3.1.4 Zur Lösung dieser Aufgabe wird das im Anspruch 1 definierte Verfahren vorgeschlagen (siehe Punkt I oben).

Der Spalte 1, Zeilen 29 bis 38 des Streitpatents ist zu entnehmen, daß bei der Behandlung von HFH [1,1,1,3,4,5,5,5-Nonafluor-2-(trifluormethyl-penten-2)] enthaltendem IDPH [1,1,1,3,4,5,5,5-Nonafluor-2-(trifluormethyl)-pentan] mit Alkoholen in Gegenwart von Basen ausschließlich Verbindungen entstehen, die bei der Reindestillation von IDPH leicht abgetrennt werden können, IDPH nicht angreifen und wobei die Reaktion schnell und quantitativ abläuft.

Da aus den Beispielen jedoch hervorgeht, daß der Gehalt an HFH nach Behandlung von etwa 500 ppm HFH enthaltendem IDPH nur bei Verwendung spezifischer Kombinationen von bestimmten Alkoholen mit bestimmten Basen zu 50 ppm und weniger verringert wird, während bei Verwendung anderer Kombinationen noch Mengen HFH von bis zu 450 ppm in IDPH verbleiben (siehe die Beispiele 3, 4 und 5), war die Beschwerdegegnerin der Meinung, die Aufgabe sei nicht für den ganzen beanspruchten Bereich glaubhaft gelöst.

Außerdem hat die Beschwerdeführerin selbst geltend

gemacht, daß aus den Druckschriften (9) und (10), in denen eine kinetische Studie über die Reaktion von u. a. 2,2,2,-Trifluor-1-chlor-1-bromethan mit Natriummethoxid in Methanol bzw. die Reaktion von bestimmten fluorierten Kohlenwasserstoffen, wie $(\text{CH}_3)_2\text{CF}-\text{CH}_2\text{F}$, mit Kalium t-Butylate beschrieben wird, hervorgeht, daß unter den dort beschriebenen Bedingungen tatsächlich ein Teil der fluorierten Kohlenwasserstoffe dehydrofluoriert wird.

In der Abwesenheit jeglichen Nachweises, daß die unter 3.1.3 definierte Aufgabe für alle nach Anspruch 1 in Frage kommenden fluorierten C_3 - C_6 -Kohlenwasserstoffe tatsächlich gelöst wird, ist die zu lösende Aufgabe gegenüber der Druckschrift (6) lediglich darin zu sehen, ein weiteres Verfahren zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen aus fluorierten C_3 - C_6 -Kohlenwasserstoffen zur Verfügung zu stellen, in dem der Gehalt an olefinischen Verunreinigungen verringert wird, ohne daß dabei die Entfernung quantitativ oder spezifisch ist.

3.1.5 Es bleibt somit zu untersuchen, ob der Stand der Technik dem Fachmann Anregungen bot, die unter 3.1.4 definierte Aufgabe durch das im Anspruch 1 definierte Verfahren zu lösen.

3.1.6 Die Beschwerdeführerin hat argumentiert, daß nicht zu erwarten war, daß die Verunreinigungen gemäß dem beanspruchten Verfahren die gleiche Reaktivität gegenüber einem alkalischen alkoholischen Mittel als die gemäß der Druckschrift (8) zu entfernenden fluorierten und halogenierten Butene haben würden.

Die Druckschrift (8) beschreibt ein Reinigungsverfahren zur Entfernung von fluorierten Halogenbutenen aus 2,2,2-Trifluor-1-chlor-1-bromethan, in dem der zu reinigende

Ausgangsstoff mit einer alkoholischen Lösung eines Alkalihydroxids oder Alkalialkoholats versetzt wird und das gereinigte 2,2,2-Trifluor-1-chlor-1-bromethan, zum Beispiel durch Destillation, gewonnen wird (Seite 1, Zeilen 23 bis 32 und Seite 2, Zeilen 1 bis 3). In den Beispielen 1 bis 4 werden Reinigungsverfahren beschrieben, in denen der Gehalt an 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2,3-dichlor-1-buten-2 in 2,2,2-Trifluor-1-chlor-1-bromethan bis weniger als 10 ppm oder sogar bis unter die Nachweisgrenze verringert wird.

Da jedoch fluorierte Halogenbutene, insbesondere 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2,3-dichlor-1-buten-2, in der Definition der Verunreinigungen der allgemeinen Formel $C_nH_mF_pCl_q$ im Anspruch 1 umfaßt sind, konnte ein Fachmann mindestens für 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2,3-dichlor-1-buten-2 die gleiche Reaktivität gegenüber einem alkalischen alkoholischen Mittel als die gemäß der Druckschrift (8) zu entfernenden fluorierten und halogenierten Butene erwarten.

- 3.1.7 Die Beschwerdeführerin hat auch vorgetragen, ein Fachmann würde die Lehre der Druckschrift (6) nicht mit der Lehre der Druckschrift (8) kombinieren, da gemäß der Druckschrift (6) das Reinigungsverfahren zwingend unter anhydrischen Bedingungen stattfinden muß, während gemäß der Druckschrift (8) die fluorierten Kohlenwasserstoffe durch eine wäßrige Extraktion gereinigt werden.

In den in den Beispielen 1 bis 4 der Druckschrift (8) beschriebenen Verfahren wird jedoch die Versetzung der zu reinigenden Ausgangsstoffe mit einer alkoholischen Lösung eines Alkalihydroxids oder Alkalialkoholats unter anhydrischen Umstände durchgeführt. Erst für die Gewinnung des gereinigten 2,2,2-Trifluor-1-chlor-1-

bromethans wird die Reaktionsmischung mit Wasser in Kontakt gebracht, die nicht wäßrige Schicht abgetrennt und das Endprodukt durch fraktionierte Destillation gewonnen. Dieses ist in Übereinstimmung mit dem in dieser Druckschrift auf Seite 1, Zeile 53 und Seite 2, Zeilen 3 bis 9, beschriebenen Vorgang.

Sowohl das in der Druckschrift (6) beschriebene Verfahren als das in der Druckschrift (8) beschriebene Verfahren besteht im wesentlichen aus zwei Stufen, nämlich a) die Reaktion des verunreinigten fluorierten Kohlenwasserstoffes mit einem Metalloxid bzw. mit einer Base und einem Alkohol und b) die Trennung der so entstandenen Reaktionsprodukte von den gereinigten fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen durch Absorption des entstandenen Kohlendioxyds gemäß Druckschrift (6) (Seite 3, Zeile 56 bis Seite 4, Zeile 5) oder durch Extraktion und/oder fraktionierte Destillation gemäß Druckschrift (8) (Seite 2, Zeilen 1 bis 9).

Da somit die Stufe a) in beiden Reinigungsverfahren unter anhydrischen Bedingungen stattfindet, hatte der Fachmann bei der Suche nach einer Lösung für die gestellte Aufgabe keinen Grund die Lehre der Druckschrift (6) nicht mit der Lehre der Druckschrift (8) zu kombinieren.

- 3.1.8 Schließlich hat die Beschwerdeführerin geltend gemacht, die Druckschrift (8) beziehe sich ausschließlich auf die Reinigung eines fluorierten C₂-Kohlenwasserstoffes und der Fachmann hätte keinen Hinweis, daß ein solches Reinigungsverfahren auch für fluorierte C₃-C₆-Kohlenwasserstoffe verwendet werden könnte.

Dem kann sich die Kammer jedoch nicht anschließen.

Einerseits hat die Beschwerdeführerin weder einen Nachweis noch allgemeines Fachwissen dafür gebracht, daß fluorierte C₃-C₆-Kohlenwasserstoffe sich bei Anwendung des bereits bekannten Reinigungsverfahrens anders verhalten würden als ein fluoriertes C₂-Kohlenwasserstoff; andererseits versucht die Beschwerdeführerin lediglich anhand eines fluorierten C₅-Kohlenwasserstoffes, nämlich IDPH, glaubhaft zu machen, daß jeder fluorierte C₃-C₆-Kohlenwasserstoff durch das beanspruchte Verfahren gereinigt werden kann. Bei der Beantwortung der Frage ob ein fluoriertes C₅-Kohlenwasserstoff dem Fachmann hinreichend zeigt, daß fluorierte C₃-C₆-Kohlenwasserstoffe im allgemeinen gereinigt werden können, muß jedoch dasselbe Fachwissen zugrunde gelegt werden als bei der Beantwortung der Frage, ob es für den Fachmann nahegelegen hat ein Reinigungsverfahren für einen fluorierten C₂-Kohlenwasserstoff bei fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen zu verwenden.

3.1.9 Ausgehend von der Lehre der Druckschrift (6) hatte ein Fachmann, der vor der im Punkt 3.1.4 definierten Aufgabe stand, somit keinen Grund die Lehre der Druckschrift (8) zu ignorieren und aufgrund des zu erwartenden Erfolges nicht wenigstens zu versuchen, fluorierte C₃-C₆-Kohlenwasserstoffe mit zumindest den in der Druckschrift (8) als bevorzugt genannten Alkalihydroxiden, nämlich Natriumhydroxid und Kaliumhydroxid, in als bevorzugt genannten Alkoholen, nämlich Methanol und Ethanol, zu versetzen und anschließend die fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffe abzudestillieren.

3.2 Erster und zweiter Hilfsantrag

Der erste Hilfsantrag unterscheidet sich vom Hauptantrag lediglich dadurch, daß die Base u. a. aus NaOH und KOH

ausgewählt ist, wogegen der zweite Hilfsantrag sich vom Hauptantrag lediglich dadurch unterscheidet, daß die Base und die Alkohole u. a. aus NaOH und KOH bzw. Methanol und Ethanol ausgewählt sind.

Auch für die beiden Anträge kommt die Kammer aus den im Punkt 3.1.4 beschriebenen Gründen zum Schluß, daß die zu lösende Aufgabe gegenüber der Druckschrift (6) lediglich darin gesehen werden kann, ein weiteres Verfahren zur Entfernung olefinischer Verunreinigungen aus fluorierten C₃-C₆-Kohlenwasserstoffen zur Verfügung zu stellen, in dem der Gehalt an olefinischen Verunreinigungen verringert wird, ohne daß dabei die Entfernung quantitativ oder spezifisch ist.

Da gerade die im Anspruch 1 des ersten Antrags genannten Basen und die im Anspruch 1 des zweiten Antrags genannten Basen und Alkoholen den gemäß der Druckschrift (8) bevorzugten Basen und Alkoholen entsprechen, werden die gemäß diesen Anträgen beanspruchten Verfahren aus den unter Punkt 3.1.5 bis 3.1.9 angegebenen Gründen durch die Lehren der Druckschriften (6) und (8) nahegelegt.

Entscheidungsformel

Aus diesen Gründen wird entschieden:

Die Beschwerde wird zurückgewiesen.

Der Geschäftsstellenbeamte:

Der Vorsitzende:

N. Maslin

A. Nuss