

Exposé des faits et conclusions

1. La demande de brevet européen n° 79 101.243.8 déposée le 25 avril 1979 et publiée le 14 Novembre 1979 sous le numéro 0005 223 pour laquelle est revendiquée une priorité du 5 mai 1978 fondée sur un dépôt antérieur aux Etats Unis d'Amérique, a été rejetée par décision de la Division d'examen de l'Office européen des brevets en date du 19 novembre 1980. Cette décision se fondait sur les nouvelles revendications 1 à 7 (déposées par correspondance du 21 février 1980) et sur les sous revendications 1 à 7 (déposées le 15 Juillet 1980).

La revendication principale s'énonçait comme suit :

"Procédé d'obtention de méthylène bis(phénylisocyanate) liquide, stable au stockage, par chauffage de méthylène bis(phénylisocyanate) en présence d'oxyde de phospholine, caractérisé en ce que l'on chauffe du méthylène bis(phénylisocyanate) à 150° C-300° C en présence de 1 ppb à 10 ppm d'un oxyde de phospholine et que l'on refroidit brusquement le mélange réactionnel après que la teneur souhaitée en isocyanate ait été atteinte, à 100 °C ou à une température inférieure".

II La demande a été rejetée au motif que l'objet des revendications n'implique pas une activité inventive. Les trois mesures nouvelles du procédé. - à savoir 1) de faibles quantités de catalyseur - 2) la température relative élevée et 3) le refroidissement brusque du mélange réactionnel. - sont évidentes pour l'homme du métier eu égard à l'état de la technique. Il est nécessaire d'employer des quantités de catalyseur aussi faibles que possible pour garder le produit exempt d'impuretés indésirables. Or, il résulte de l'état de la technique que l'on doit alors utiliser des températures de travail élevées. Le remplacement de la méthode de refroidissement par celle plus rapide de la trempe fait partie du travail de routine de l'homme de métier, parce qu'on peut ainsi à l'évidence éviter des réactions secondaires. Le fait que ces catalyseurs se décomposent à des températures élevées est une conséquence automatique de la combinaison évidente des conditions opératoires.

III. La demanderesse a formé un recours le 5 Janvier 1981 contre la décision du 19 novembre 1980, en acquittant la taxe. Elle a simultanément motivé ce recours et présenté quatre nouveaux essais comparatifs.

IV. Le rapporteur ayant invité la requérante à fournir des explications complémentaires sur les faits et à limiter en conséquence les revendications, celle-ci s'est exécutée dans les délais. Des exemples comparatifs supplémentaires et les revendications suivantes, plus limitées, ont été présentés :

1. Procédé de production de méthylène bis(phénylisocyanate) liquide, stable au stockage, partiellement carbodimidisé par chauffage de méthylène bis(phénylisocyanate) en présence d'oxyde de phospholine, caractérisé en ce que l'on chauffe du méthylène bis(phénylisocyanate) à 180 ° C -300° C en présence de 0,05 à 10 ppm d'un oxyde de phospholine et que l'on refroidit brusquement le mélange réactionnel, après que la teneur souhaitée en isocyanate ait été atteinte à 100° C ou à une température inférieure.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'on utilise comme oxyde de phospholyne un mélange d'isomères de p-méthyle et d'oxyde de phospholine.

3. Procédé selon les revendications 1 et 2 caractérisé en ce que l'on provoque la réaction dans un domaine de température de 180 ° à 240 °C.

4. Procédé selon les revendications 1, 2 et 3 caractérisé en ce que l'on provoque la réaction dans un domaine de température de 190° à 210 ° C.

5. Procédé selon les revendications 1 à 4 caractérisé en ce que l'on interrompt la réaction par un refroidissement brusque à une température de 10 à 60° C.

6. Utilisation du méthylène bis(phénylisocyanate,) obtenu selon les revendications 1 à 5

comme composant isocyanate pour l'exécution du procédé de polyaddition d'isocyanates. La requérante demande l'annulation de la décision de rejet et la délivrance du brevet sur la base des revendications qui précèdent.

V. Enfin, la requérante a ainsi, motivé son recours :

En ce qui concerne la modification de la revendication principale, il conviendrait de reconnaître que le "refroidissement brusque" selon la description initiale a été présenté comme mesure préférée. La requérante avait le droit de se rabattre sur le domaine préféré. Comme l'auraient montré les exemples et les essais comparatifs présentés, cette caractéristique serait essentielle car cette condition influencerait elle aussi favorablement sur la pureté et la stabilité au stockage.

En ce qui concerne l'activité inventive, la requérante a confirmé que le problème que l'invention se propose de résoudre est l'amélioration du procédé connu de préparation de méthylène bis(phénylisocyanate) liquide et stable au stockage. (abrégi en MBP) par chauffage de ce composé en présence d'un oxyde de phospholine (OP) comme catalyseur. Ce faisant, on aurait cherché à réaliser un ajustement du degré de carbodi-imidisation sans l'utilisation classique d'un poison de catalyseur de même qu'à éviter des sous produits indésirables comme les résidus du catalyseur lui même ou des urétonines difficilement solubles. Ce problème aurait été résolu par les principales mesures susmentionnées, à savoir d'une diminution de la quantité relative de catalyseur, l'élévation de la température de réaction et le refroidissement brusque du mélange réactionnel au lieu d'un simple refroidissement.

La combinaison de ces conditions serait nouvelle et impliquerait une activité inventive. Les méthodes classiques mentionnées, avec un catalyseur à base d'OP, feraient appel à des températures peu élevées et à différents poisons de catalyseur. Si l'on renonce à un catalyseur, on doit travailler à des températures élevées et compter avec une baisse de qualité. Aucun de ces procédés ne prévoit un refroidissement brusque. Ce n'est pas lorsqu'on s'est rendu compte que le catalyseur se décomposait complètement dans un domaine de température plus élevé qu'on a pu parvenir à l'ajustement souhaité et à la suppression des poisons de catalyseur. Il serait également inattendu que le refroidissement brusque améliore encore la pureté et la stabilité. Les résultats des essais auraient montré que, sans catalyseur et sans refroidissement brusque, il se produisait un changement marqué de couleur ou un trouble, un dépôt et une cristallisation. D'après l'état de la technique, on ne pourrait pas obtenir une stabilité satisfaisante au stockage, même avec un excès en poisons de catalyseur.

Motifs de la décision.

1. Le recours répond aux conditions énoncées aux articles 105 à 108 et à la règle 64 de la CBE; il est donc recevable.

2.1 toutes les revendications sont limitées à un refroidissement brusque du mélange réactionnel après qu'ait été atteinte la teneur souhaitée en isocyanate. Dans les documents initiaux, cette mesure était déjà soulignée comme mode préféré de refroidissement. Tous les exemples qui illustrent l'ensemble du procédé ont été réalisés dans de telles conditions. La demanderesse a le droit de limiter les revendications et la description à tels objets qui sont clairement exposés dans la description et étayés par cette dernière en combinaison avec d'autres caractéristiques. La requérante a clairement délimité, au moyen d'explications complémentaires, le concept en cause conformément aux connaissances générales de l'homme de métier. Du point de vue formel, la modification est donc admissible.

2.2 La Division d'examen peut naturellement, en s'appuyant sur des pièces, des références bibliographiques ou les connaissances générales de l'homme du métier, douter que la modification ou l'introduction d'une caractéristique soit effectivement importante au point de vue technique, en particulier lorsqu'une telle rectification de la revendication est jugée cruciale pour l'appréciation de la nouveauté ou de l'activité inventive. C'est alors à la demanderesse qu'incombe la charge de dissiper les doutes et de rendre crédible le contraire.

.../...

ce qu'elle a fait en l'espèce lors de la procédure de recours en présentant des essais comparatifs confrontant la trempe et le refroidissement. L'argument selon lequel cette mesure est essentielle se trouve corroboré par les faits

3 - L'actuelle revendication principale a été également limitée en ce qui concerne la concentration en OP et la température de réaction. Le domaine revendiqué (de 0,05 à 10 ppm) est étavé par la description (page 7, lignes 28 et 29). Bien qu'un domaine général "de 1 ppb à 10 ppr, de préférence de 0,05 à 5 ppm" y soit indiqué, on peut considérer comme révélé le domaine partiel maintenant revendiqué. Les points limites sont spécifiquement désignés et l'homme du métier peut aussi manifestement discerner immédiatement les deux domaines partiels faisant partie du domaine général et se situant en dehors du domaine préféré. La sous-combinaison simple revendiquée de ces domaines partiels de valeurs de concentration ne consitue pas une nouveauté en tant que "sélection", si bien que la limitation n'est pas un objet nouveau au sens de l'article 123(2) de la C.B.E. il en va de même pour le domaine de température de 180 à 300°C maintenant revendiqué et qui peut de manière analogue être directement déduit par combinaison du domaine général de 150 à 300°C avec le domaine de température préféré de 180 à 240° C (cf. texte original, page 6, ligne 26). Il s'ensuit que les modifications de la revendication sont admissibles. Les autres revendications concordent avec la version originale sauf pour ce qui concerne la modification - admissible - du refroidissement simple en refroidissement brusque et ne soulevant pas non plus d'objections.

3.1. - La première instance a reconnu la nouveauté de l'objet de la demande par rapport aux cinq antériorités citées. Celles-ci mentionnent d'autres documents de brevets et la demanderesse à elle-même versé au dossier d'autres publications caractérisant l'état de la technique. L'ensemble de ces documents ne donne pas lieu de contester le caractère nouveau de l'objet de la demande.

3.2. - L'évolution de l'état de la technique est importante lorsqu'il s'agit d'apprécier l'activité inventive. Il est bien connu que le MBP peut être transformé par carbo-imidisation partielle en un mélange liquide ayant un point de fusion inférieur à celui du MBP pur. Le mélange peut être utilisé pour toutes les réactions classiques de polycondensation en remplacement du produit pur, sans qu'on doive au préalable filtrer ou préchauffer le liquide. Les efforts de la technique ont tendu à produire de tels dérivés de MBP qui soient de bonne qualité. Le document US-A-3 152 162 (1) utilise des températures élevées (150 à 300° C. de préférence 180° à 220° C.) et une durée plus longue (10 à 15 heures), afin de parvenir à la carbo-imidisation souhaitée sans catalyseur. La réaction est arrêtée par refroidissement. Le produit est liquide dans le cas de mélanges d'isomères, mais cristallise lorsqu'on utilise du MBP pur (exemple 3). Cet exemple vise un degré supérieur de transformation mais apparamment aucun produit acceptable n'est obtenu, comme le montrent aussi des expériences effectuées par la requérante (voir annexe à l'exposé des motifs de recours).

3.3. - Le développement ultérieur de la carbo-imidisation s'est ensuite orienté vers l'accélération de la réaction au moyen d'un catalyseur. On a pour cela utilisé des quantités importantes de catalyseur, (3 à 5 %) comme par exemple le phosphate de triéthyle ou du biuret, à des températures dépassant 150° C (voir les documents DE-A-1 593 6 19 (2) ou DE-A-1 668 083 (3)). Le dernier document cité souligne la nécessité d'employer un catalyseur qui soit totalement inactif à la température ambiante et se sert de la méthode de refroidissement brusque pour éviter la formation des dimères.

3.4. - Il est significatif qu'après la première phase de la technique opératoire faisant appel à des températures élevées et en présence ou en l'absence d'un catalyseur relativement inactif, l'on soit passé aux oxydes de phosphorines (OP) hautement actifs. L'objectif était d'abaisser la température de réaction au-dessous de 150° C. et en particulier au-dessous de 100°C.

Les procédés selon les documents FR-A 306 197 -4) FR-A 2 322 129 (5) et FR-A 2 341 605 (8) emploient tous de l'OP en combinaison avec différents poisons de catalyseur, pour empêcher que le catalyseur continue à être actif pendant le stockage à température ambiante. La seule solution de rechange à cet effet consistait à faire passer le catalyseur à base d'OP, actif en permanence, à un état insoluble et séparable, c'est-à-dire à l'état de complexe catalytique hétérogène (document FR-A-229 353 (7)).

3.5 - Des observations contenues dans les antériorités susmentionnées et par recoupement avec des citations correspondantes figurant des fascicules de brevet, la Chambre conclut que certains faits étaient en général discernables dans ce domaine particulier de la technologie. Premièrement, ou bien le catalyseur correspond au type qui, à cause de son activité comparativement beaucoup plus faible n'est actif qu'à des températures élevées, ou bien c'est un OP hautement actif qu'il faut utiliser (a) comme catalyseur homogène à de basses températures et (b) en combinaison avec un poison, quant on ne l'utilise pas sous une forme insoluble et aisément séparable. Deuxièmement, le type mentionné en premier doit être désactivé par refroidissement ou par refroidissement brusque (3), tandis que le second ne nécessite aucun refroidissement artificiel (4,5 et 6).

3.6. - La troisième conclusion concerne la qualité défectueuse des produits de transformation, car l'absence de catalyseur ou un catalyseur moins actif rend nécessaire une température plus élevée ou une plus longue durée de réaction (1,4,... etc). Des doutes ont également été exprimés quant à l'activité de ces poisons et même quant à l'inactivité totale du catalyseur du type mentionné en premier lieu aux températures ambiantes. Tous ces faits correspondent à des notions techniques générales communément admises dans ce domaine.

4.1- La requérante considère en substance comme essentielles à l'invention trois caractéristiques devant concourir à la solution du problème susmentionné (1) de faibles quantités d'OP (2) des températures élevées et (3) le refroidissement brusque au lieu d'un refroidissement normal. On peut également remarquer, par comparaison avec l'état le plus proche de la technique que l'absence de poison de catalyseur peut être une caractéristique supplémentaire importante. A vrai dire, l'emploi de quantités réduites d'OP n'est pas nouveau en soi, même si le domaine de concentration préféré conformément à la demande est un peu plus bas que celui qui fait partie de l'état de la technique. Auparavant, on préférait des températures plus faibles et le poison de catalyseur était inévitable. Les anciens procédés à l'OP correspondaient à un abandon de la technique à haute température avec catalyseurs, ces derniers pouvaient être sensiblement désactivés par refroidissement. On avait conscience de ce que, dans de telles conditions, il fallait s'attendre à des produits foncés. L'évolution se faisait dans le sens de poisons toujours meilleurs (4,5 et 6) ou de la formation de complexes (7). Elle ne tendait toutefois pas à la suppression du poison de catalyseur.

4.2. - La solution conformément à la demande se fonde sur la découverte de ce que l'OP est complètement éliminé, par étapes à des températures élevées, car sans cette décomposition reproductible et contrôlable du catalyseur la solution du problème, c'est-à-dire une stabilité au stockage améliorée, ne serait pas possible. Il existait déjà un doute sur la fiabilité de l'interruption de la réaction avec un poison mais en aucun cas on n'aurait laissé le mélange réactionnel sans poison. Les résultats d'essais de la demanderesse (voir annexe à la lettre du 21 Février 1980) montrent que lorsqu'on reproduit le procédé selon (4) et (5) avec un excès de poisons on n'obtient qu'une stabilité aléatoire à long terme.

4.3 - Si l'on ne s'était pas rendu compte que l'OP s'élimine totalement à des températures élevées, l'utilisation du poison serait encore restée la meilleure solution. Par une élévation de température, on ne pouvait s'attendre qu'à des inconvénients, si bien que l'on n'était aucunement encouragé à aller dans cette direction - pas même du point de vue de l'optimisation. La Chambre ne saurait souscrire à l'argument de la division d'examen selon lequel la nécessité de réduire la concentration en OP étant apparue, l'élévation de la température en découlait automatiquement. Il s'agit là d'une considération gratuite et inadmissible. Il ressort des développements qui précèdent qu'il existait plutôt un préjugé contre l'abaissement de la quantité du catalyseur avec élévation simultanée de la température.

5.1 - Tandis que le problème principal qui consiste à améliorer la stabilité à long terme est résolu par la destruction complète du catalyseur, le refroidissement brusque représente lui-même, par rapport au refroidissement normal, la solution d'un autre problème partiel et comporte des avantages immédiats. Les essais comparatifs ont été effectués dans des conditions par ailleurs identiques, si bien que l'absence de trouble et de brunissement doit être attribuée à la rapidité du refroidissement.

5.2 - Aucune des trois méthodes utilisant l'OP qui font partie de la technique antérieure ne laisse entendre la nécessité d'un refroidissement artificiel et encore moins d'un refroidissement brusque. Le document de brevet (6) mentionne le document (3) comme état de la technique et ce dernier document recommande un refroidissement brusque pour éviter des réactions secondaires. Ce procédé n'utilise toutefois aucun catalyseur à base d'OP, mais un catalyseur du type indiqué plus haut (voir 3.3.) qui a des propriétés et des effets tout à fait différents. Cela pouvait avoir aussi une importance pour le sens et la nature des réactions secondaires. On savait que, d'une part, les procédés utilisant de l'OP, et, d'autre part, les méthodes catalytiques antérieures utilisent respectivement des conditions qui s'excluent mutuellement. Il n'était par conséquent pas justifié de se livrer à une combinaison de ces documents, à savoir (6) et (3). L'effet avantageux contribue donc à l'activité inventive impliquée dans l'ensemble du procédé.

6. En résumé, il apparaît que, face au problème posé, ni les méthodes de l'état de la technique prises isolément, ni leur combinaison alliée aux connaissances générales de l'homme du métier ne rendaient prévisible la solution conforme à l'invention, avec les effets avantageux ainsi obtenus. S'il n'est pas admissible de combiner, en vue de dénier l'activité inventive, des documents qui n'ont pas de rapport entre eux ou qui se contredisent, il est en revanche permis d'établir un lien entre différents documents utilisés à la manière d'une mosaïque pour justifier de l'existence d'un préjugé ou d'une tendance générale dont l'invention se démarque. L'idée d'abandonner le poison de catalyseur jusqu'à considéré comme indispensable représente, conjointement avec l'enseignement selon lequel on peut décomposer les catalyseurs à base d'OP à des températures plus élevées, une simplification intéressante de la technique qu'on ne pouvait trouver sans faire preuve d'activité inventive.

7. - La requérante a dûment limité le libellé des revendications par une correspondance du 29 Mars 1982. Les variantes revendiquées sont valablement appuyées par les exemples et les résultats d'essais présentés, et contribuent à fournir une réponse appropriée au problème posé. Sans doute l'absence du poison de catalyseur n'est-elle pas mentionnée dans les revendications. Il est toutefois apparu à la Chambre que, s'agissant d'une caractéristique négative, une telle mention ne s'imposait pas.

8. - Au vu des motifs présentés, la Chambre considère le recours comme fondé.

9. - Il n'a pas été présenté de requête en remboursement de la taxe de recours en vertu de la règle 67 de la CBE. Des moyens de preuve déterminants ayant été présentés lors de la procédure de recours, les faits de la cause ne justifieraient pas, du reste, une telle mesure.

Par ces motifs, il est statué comme suit :

- 1 - La décision de la Division d'examen 004 en date du 19/11/1980 est annulée.
- 2 - L'affaire est renvoyée devant la première instance pour délivrance d'un brevet européen sur la base des pièces suivantes : ...

