

Europäisches
Patentamt

European Patent
Office

Office européen
des brevets

Beschwerdekammern

Boards of Appeal

Chambres de recours

Aktenzeichen: T 148 / 83



ENTSCHEIDUNG

der Technischen Beschwerdekammer 3.3.1

vom 16. Februar 1984

Beschwerdeführer:

Consortium für elektrochemische Industrie GmbH
Patentabteilung
Prinzregentenstr. 22

8000 München 22

Vertreter:

Angefochtene Entscheidung:

Entscheidung der Prüfungsabteilung 025
des Europäischen
Patentamts vom 28. Februar 1983
, mit der die euro-
päische Patentanmeldung Nr. 80 104 725.9
aufgrund des Arti-
kels 97 (1) EPÜ zurückgewiesen worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzender: D. Cadman

Mitglied: K. Jahn

Mitglied: O. Bossung

1

SACHVERHALT UND ANTRÄGE

I. Die am 11. August 1980 eingegangene und am 11. März 1981 veröffentlichte europäische Patentanmeldung 80 104 725.9 mit der Veröffentlichungsnummer 0 024 614, für welche die Priorität der Voranmeldung in der Bundesrepublik Deutschland vom 16. August 1979 in Anspruch genommen wird, wurde durch die Entscheidung der Prüfungsabteilung 025 des Europäischen Patentamts vom 28. Februar 1983 zurückgewiesen. Der Entscheidung liegen die ursprünglichen 9 Ansprüche zugrunde, von denen Anspruch 1 folgenden Wortlaut hat:

"Verfahren zum Reinigen von Rohsilicium für die Herstellung von Solarzellen durch Auslaugen mit einer Säurelösung, dadurch gekennzeichnet, daß der an sich bekannte chemische Reinigungsschritt mit einer Vakuumausdampfung bei 1500 bis 1700°C unter einem Druck von 10^{-6} bis 10^{-4} bar kombiniert wird."

II. Die Zurückweisung wird mit mangelnder erfinderischer Tätigkeit begründet.

In der GB-A-874 547 sei u.a. ein Verfahren zum Reinigen von Rohsilicium durch Auslaugen mit einer Säurelösung und einer anschließenden Vakuumausdampfung bei Temperaturen oberhalb von 1410° C (Schmelzpunkt von Silicium) beschrieben. Hier- von unterscheidet sich der Gegenstand des Anspruchs 1, der ebenfalls ein Verfahren zur Reinigung von Rohsilicium in zwei Schritten betreffe, nur durch genaue Temperatur- und Druckangaben. Der Ausdruck Rohsilicium sei nicht näher definiert und könne auch ein mit Metall verunreinigtes Silicium umfassen, wie es gemäß der GB-A-874 547 eingesetzt werde. Die Bezugnahme auf die "Herstellung von Solarzellen" in Anspruch 1 könne auch nicht zur Abgrenzung beitragen.

.../...

Wenngleich es sich beim Verfahren gemäß GB-A-874 547 um einen Prozeß mit vier Verfahrensschritten handelte, von denen lediglich die letzten zwei mit dem Gegenstand des Anspruchs 1 identisch sind, so beruhe das Verfahren gemäß Anspruch 1 gegenüber dieser Entgegnung nicht auf erfinderischer Tätigkeit; denn es sei für den Fachmann naheliegend gewesen, diese bekannten Verfahrensschritte mit entsprechender Wirkung auch auf Rohsilicium anzuwenden, das nicht vorher durch Umschmelzen in Metall vorgereinigt worden sei.

Aus Hunt, Dow Corning Corp. Quart. Report No. 2 ERDA/JPL/954 559-76/2. Jan. 1977 sei kein Vorurteil gegen das beanspruchte Verfahren zu entnehmen, weil das dort verwendete Rohsilicium sehr stark verunreinigt (vgl. die Tabelle) und daher ohne vorheriges Auslaugen mit Säure für Vakuumausdampfung nicht geeignet sei.

III. Gegen diese Entscheidung vom 28. Februar 1983 richtet sich die am 12. April 1983 unter Entrichtung der Beschwerdegebühr erhobene Beschwerde, die am 1. Juli 1983 im wesentlichen wie folgt begründet wurde:

Der GB-A-874 547 sei lediglich zu entnehmen, daß dem zu reinigenden Silicium als metallisches Lösungsmittel zugesetztes, bekanntlich leicht säurelösliches Zink nach abgeschlossener Umkristallisation durch Säureeinwirkung wieder in Lösung gebracht werden könne, und daß ggf. verbleibende Spuren dieses leicht flüchtigen Metalls (Siedepunkt 906°C) durch anschließende, nicht zwingend vorgeschriebene Vakuumbehandlung zu entfernen sind.

Demgegenüber werde nach dem beanspruchten Verfahren Rohsilicium, welches einen Siliciumgehalt von über 95 Gew.-% aufweist, ohne weitere Maßnahmen nur durch eine Kombination

aus Säure- und Vakuumbehandlung gereinigt.

Die Behauptung der Prüfungsabteilung, wonach das von Hunt verwendete Rohsilicium so stark verunreinigt sei, daß es ohne vorherige Säurebehandlung für eine Vakuumausdampfung nicht geeignet sei, werde durch den vorgelegten Versuch klar widerlegt. Dieses Ergebnis erweise auch die Aussage von Hunt, wonach Rohsilicium durch Vakuumverdampfung nicht gereinigt werden könne, als eindeutiges Vorurteil.

Die Beschwerdeführerin hat zuletzt 8 neue Patentansprüche vorgelegt und die Erteilung des nachgesuchten Patents auf dieser Grundlage beantragt. Danach hat Anspruch 1 folgenden Wortlaut:

"Verfahren zum Reinigen von Rohsilicium mit einem Siliciumgehalt von über 95 Gew.-% für die Herstellung von Solarzellen durch Auslaugen mit einer Säurelösung, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß dem an sich bekannten chemischen Reinigungsschritt eine Vakuumausdampfung bei 1500 bis 1700°C unter einem Druck von 10^{-6} bis 10^{-4} bar vor- oder nachgeschaltet wird."

ENTSCHEIDUNGSGRÜNDE

1. Die Beschwerde entspricht den Artikeln 106 bis 108 und Regel 64 EPÜ; sie ist daher zulässig.
2. Die geltende Anspruchsfassung ist in formeller Hinsicht nicht zu beanstanden, weil sie in den ursprünglichen Unterlagen ihre ausreichende Stütze findet. (Anspruch 1 ergibt sich aus den Ansprüchen 1 und 2 i.V.m. Seite 3, Zeilen 22-25 und Seite 4, Zeilen 19-22 der Erstunterlagen. Die Ansprüche 2 bis 8 sind identisch mit den erstoffenbarten Ansprüchen 3 bis 9).

3. In der Beschreibungseinleitung zur vorliegenden Anmeldung (Seite 2 oben bis Seite 3 oben) wird ausgeführt, daß bereits Verfahren zur Reinigung von Rohsilicium durch Behandlung mit Säuren oder Säurekombinationen bekannt sind. Dabei werden jedoch nur Reinheitsgrade erzielt, die für die Herstellung von Solarzellen-Silicium entweder noch nicht ausreichen oder außerordentlich lange Bearbeitungszeiten erfordern. Ferner kann gemäß dem Verfahren der DE-A-2 729 464 dieser Säurebehandlung eine Umkristallisationsstufe vorgeschaltet werden, wobei das Rohsilicium aufgeschmolzen und durch langsame Abkühlung wieder zum Erstarren gebracht wird.

Es bestand daher ein Bedürfnis für ein Reinigungsverfahren für Rohsilicium, welches gegenüber diesem Stand der Technik zu erhöhter Reinheit bei vergleichsweise geringen Kosten und akzeptablen Bearbeitungszeiten führt.

Die Kammer sieht die zuletzt genannte Druckschrift gegenüber dem anmeldungsgemäßen Verfahren als nächstliegenden Stand der Technik an; denn beide Verfahren sind, ausgehend von Rohsilicium mit einem Si-Gehalt von über 95 Gew.-%, auf das gleiche Ziel gerichtet, nämlich die Reinigung von Silicium bis zu einem Reinheitsgrad, der den Anforderungen an Solarzellen genügt (vgl. den geltenden Anspruch 1 und die o.g. DE-A, Anspruch 1 i.V.m. Seite 3, Zeilen 5/6). Die von der Vorinstanz in ihrer Entscheidung ausschließlich angezogene GB-A-874 547 liegt schon deshalb weiter vom Anmeldegegenstand ab, weil sie auf die Gewinnung von Silicium mit Halbleiterreinheit abzielt (vgl. Anspruch 1), die erheblich über dem Reinheitsniveau von Solarzellen-Silicium liegt (vgl. die anmeldungsgemäßen Erstunterlagen Seite 1, Zeilen 1-2 v.u. bis Seite 2, Zeile 5 u. die o.g. DE-A, Seite 3, Zeilen 11-16).

.../...

4. Dem o.g. nächstliegenden Stand der Technik gegenüber ist die technische Aufgabe, die der vorliegenden Anmeldung zugrunde liegt, darin zu sehen, ein weiteres Verfahren zur Reinigung von Rohsilicium mit einem Si-Gehalt von über 95 % bis zum Solarzelleneinheitsgrad vorzuschlagen, welches bei geringen Kosten eine akzeptable Reinigungsgeschwindigkeit ermöglicht.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man der chemischen Reinigungsstufe durch Säurebehandlung eine Vakuumverdampfung bei 1 500 bis 1 700°C bei 10^{-6} bis 10^{-4} bar vor- oder nachschaltet.

Es ist auch glaubhaft, daß diese Aufgabe in der Praxis gelöst wird; dies ergibt sich zunächst aus den Tabellen 1 und 2 der vorliegenden Anmeldung, die die mengenmäßige Abnahme wesentlicher Verunreinigungen am Ende der zweiten Reinigungsstufe zeigen, vor allem aber aus der Aufschlüsselung des Reinigungseffekts in den einzelnen Stufen (vgl. die Tabelle auf Seite 3 der Eingabe vom 8. November 1983).

5. Ein derartiges Verfahren ist in dem der Kammer vorliegenden druckschriftlichen Stand der Technik nicht vorbeschrieben, also neu. Es ist daher zu prüfen, ob dieses auf erfinderischer Tätigkeit beruht.

Zunächst erhebt sich die Frage, ob der Fachmann auf der Suche nach einem weiteren Reinigungsverfahren für Silicium überhaupt die GB-A-874 547 in Betracht gezogen hätte, zumal diese - ausgehend von Rohsilicium geringerer Reinheit (mindestens 86 % Si) - auf Silicium besonders hoher Reinheit abzielt und sich hierzu eines speziellen, vom anmeldungsgemäßen Verfahren weit abliegenden Konzepts bedient. Dieses bekannte Konzept beruht darauf, daß die Verunreinigungen des Siliciums beim Schmelzen mit einem metallischen Lösungsmittel für Silicium,

.../...

besonders mit Zink, in dieses Lösungsmittel übergehen und beim Abkühlen der Schmelze bevorzugt zusammen mit dem Lösungsmittel auskristallisieren (vgl. Anspruch 1 i.V.m. Seite 2, Zeilen 18-21 und 55-66). Die Verunreinigungen werden dann anschließend mittels Säure zusammen mit dem metallischen Lösungsmittel aufgelöst, wobei gereinigtes Silicium in Form von nadelförmigen Kristallen zurückbleibt (vgl. Anspruch 4 und Seite 2, Zeilen 67-72). Nötigenfalls wird noch das restliche metallische Lösungsmittel in der Größenordnung von höchstens mehreren hundertstel Prozent durch Erhitzen im Vakuum entfernt (Anspruch 6 i.V.m. Seite 2, Zeilen 62-65 und 85-87).

Diese Druckschrift lehrt demnach die Beseitigung der Verunreinigungen des Rohsiliciums durch dessen Umkristallisieren in einem flüssigen metallischen Lösungsmittel, wobei nach Erfüllung der Reinigungsfunktion dieses Lösungsmittels alle folgenden Stufen (Säurebehandlung, Vakuumverdampfung) wieder auf dessen Beseitigung gerichtet sind. Im Hinblick auf den engen Zusammenhang zwischen dem dort eigens zugesetzten Reinigungsmittel (metallisches Lösungsmittel) und dessen letztendlicher Wiederentfernung durch Vakuumverdampfung ist es schwer vorstellbar, daß der von der o.g. DE-A ausgehende Fachmann bei der oben definierten Aufgabenstellung die Bedeutung der im anderen Zusammenhang beschriebenen Vakuumverdampfung in ihrer Isolation zur Entfernung der Eigenverunreinigungen des Siliciums erkannt hätte.

6. Diese Frage kann indes dahinstehen; denn die Empfehlung von Hunt in der o.g. Vorveröffentlichung aus dem Jahre 1977 hätte den Fachmann davon abgehalten, die Vakuumverdampfung analog der letzten Stufe des Verfahrens nach der 1961 erschienenen o.g. GB-A als erfolgversprechende Methode zur Reinigung von Rohsilicium anzusehen.

In dieser umfangreichen Abhandlung, die sich mit der preisgünstigen Herstellung von Solarzellen-Silicium in großen Mengen befaßt, führt Hunt aus, daß die Reinigung von metallurgischem Silicium durch Vakuumverdampfung wegen der völlig negativen Ergebnisse aufgegeben werden sollte (Seite iii, Seite 2, Absätze 3 und 4, Seite 43, die drei letzten Zeilen und Seite 51 unter c). Dabei bedeutet metallurgisches Silicium (MG-Si) ein Rohsilicium mit 98 % Si (vgl. Seite 3, Absatz 3).

Diese Ergebnisse sind in Tabelle 17 (Seite 29) zusammengefaßt und zeigen, daß sich die Reinheit von geschmolzenem MG-Si bei hoher Temperatur unter Vakuum (ca. 1420°C, $0,3 \cdot 10^{-3}$, 6 Std.) in mehr oder weniger dünner Schicht nicht verändert (vgl. Seite 28 und 29 unter C). Er empfiehlt daher, Versuche in dieser Richtung nicht forzusetzen (vgl. Seite 29, Zeilen 7 bis 11 nach der Tabelle).

Diese Umstände hätten den Fachmann daran gehindert, weitere Versuche, auch bei noch höheren Temperaturen und niedrigeren Drücken ins Auge zu fassen. Über dieses Vorurteil hat sich die Anmelderin und Beschwerdeführerin hinweggesetzt und dabei Temperatur- und Druckbedingungen gefunden, die wider Erwarten zu einer Verdampfung der Verunreinigungen führen und die im Zusammenhang mit der vor- oder nachgeschalteten bekannten Reinigungsstufe der Säurebehandlung eine effektive und kostengünstige Reinigung von Rohsilicium bis zur Solarzellen-Reinheit ermöglichen.

7. Das Verfahren nach Anspruch 1 beruht demnach auf erfinderischer Tätigkeit. Dies gilt auch für die von der Patentfähigkeit des Hauptanspruchs getragenen und auf diesen rückbezogenen Unteransprüche 2 bis 8.

FORMEL DER ENTSCHEIDUNG

Es wird wie folgt entschieden:

1. Die Entscheidung der Prüfungsabteilung 025 des Europäischen Patentamts vom 28. Februar 1983 wird aufgehoben.
2. Die Sache wird an die Vorinstanz zurückverwiesen mit der Auflage, ein europäisches Patent aufgrund der folgenden Unterlagen zu erteilen:

Beschreibung:

Seite 1 vom 30. Juni 1983, eingegangen am 1. Juli 1983.

Seite 3 vom 29. November 1983, eingegangen am 1. Dezember 1983.

Seiten 2 und 4 bis 10 gemäß der veröffentlichten Patentanmeldung.

Patentansprüche:

1-8 vom 29. November 1983, eingegangen am 1. Dezember 1983.

J. He

De Cadman

