

Interner Verteilerschlüssel:

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

ENTSCHEIDUNG
vom 14. Mai 2003

Beschwerde-Aktenzeichen: T 1250/01 - 3.3.5
Anmeldenummer: 94115165.6
Veröffentlichungsnummer: 0647591
IPC: C01B 33/193
Verfahrenssprache: DE

Bezeichnung der Erfindung:
Fällungskieselsäuren

Patentinhaber:
Degussa AG

Einsprechender:
RHONE-POULENC CHIMIE
J.M. HUBER CORPORATION

Stichwort:
-

Relevante Rechtsnormen:
EPÜ Art. 100a), b), c), 83, 123(2)

Schlagwort:
"Haupt- und Hilfsanträge 1 bis 2: Ausreichende Offenbarung
(verneint)"
"Hilfsanträge 3 bis 4: Änderungen - Erweiterung (bejaht)"

Zitierte Entscheidungen:
-

Orientierungssatz:
Eine fehlerhaft angegebene Bestimmungsmethode für einen wesentlichen Produktparameter kann einen Mangel an ausreichender Offenbarung des Produkts zur Folge haben (siehe Punkt 1 der Entscheidungsgründe).



Aktenzeichen: T 1250/01 - 3.3.5

ENTSCHEIDUNG
der Technischen Beschwerdekammer 3.3.5
vom 14. Mai 2003

Beschwerdeführer: Degussa AG
(Patentinhaber) Bennigsenplatz 1
D-40474 Düsseldorf (DE)

Vertreter: Wächtershäuser, Günter, Prof. Dr.
Wächtershäuser & Hartz
Patentanwälte
Tal 29
D-80331 München (DE)

Beschwerdegegner: RHONE-POULENC CHIMIE
(Einsprechender) 25, Quai Paul-Doumer
F-92408 Courbevoie Cédex (FR)

Vertreter: Delenne, Marc
Rhodia Services
Direction de la Propriété Industrielle
40, rue de la Haie-Coq
F-93306 Aubervilliers Cédex (FR)

Beschwerdegegner: J.M. HUBER CORPORATION
(Einsprechender) 333 Thornall Street
Edison, New Jersey 08837-2220 (USA)

Vertreter: Eggert, Hans-Gunther (DE)
Gesthuysen, von Rohr & Eggert
Patentanwälte
Räderscheidtstrasse 1
D-50935 Köln (DE)

Angefochtene Entscheidung: Entscheidung der Einspruchsabteilung des
Europäischen Patentamts, die am
12. November 2001 zur Post gegeben wurde und
mit der das europäische Patent Nr. 0647591
aufgrund des Artikels 102 (1) EPÜ widerrufen
worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzender: R. Spangenberg
Mitglieder: A. T. Liu
J. H. van Moer

Sachverhalt und Anträge

I. Gegen das europäischen Patent mit der Veröffentlichungsnummer 0 647 591 wurde ein Einspruch eingelegt. Eine weitere Partei ist diesem Einspruchsverfahren wirksam beigetreten. Beide Parteien beriefen sich auf die Einspruchsgründe gemäß den Artikeln 100 a), b) und c) EPÜ und verwiesen unter anderem auf folgende Dokumente:

D22: G.W. Sears, *Analyt. Chemistry*, **12**, 1981-1983 (1956)

D23: Analysenvorschrift zur Bestimmung der Sears-Zahl von Kieselsäuren, Silikaten und Hydrophoben Kieselsäuren von Degussa (Januar 2000).

Darüber hinaus wurde als Anhang zur Beitrittserklärung vom 17. November 2000 unter anderem ein Testbericht über die Bestimmung der Sears-Zahlen vorgelegt:

Enclosure 3: W.C. Fultz (November 1, 2000).

II. Grundlage der Entscheidung der Einspruchsabteilung waren die erteilten Ansprüche 1 bis 3, wobei der Stoffanspruch 1 bzw. der Verfahrensanspruch 2 den folgenden Wortlaut hatten:

"1. Fällungskieselsäure, gekennzeichnet durch die folgenden physikalisch-chemischen Parameter:

BET-Oberfläche	35 bis 350 m ² /g
Verhältnis BET/CTAB-Oberfläche	0,8 bis 1,1
Porenvolumen PV	1,6 bis 3,4 ml/g
Silanolgruppendichte (V ₂ =Verbrauch an NaOH)	6 bis 20 ml
Mittlere Aggregatgröße	250 bis 1500 nm
CTAB-Oberfläche	30 bis 350 m ² /g

DBP-Zahl	150 bis 300 ml/100g
V_2/V_1 nach Hg-Porosimetrie	0,9 bis 0,46
DBP/CTAB	1,2 bis 2,4".

2. Verfahren zur Herstellung der Fällungskieselsäure mit den folgenden physikalisch-chemischen Parametern:

BET-Oberfläche	35 bis 350 m ² /g
Verhältnis BET/CTAB-Oberfläche	0,8 bis 1,1
Porenvolumen PV	1,6 bis 3,4 ml/g
Silanolgruppendichte (V_2 =Verbrauch an NaOH)	6 bis 20 ml
Mittlere Aggregatgröße	250 bis 1500 nm
CTAB-Oberfläche	30 bis 350 m ² /g
DBP-Zahl	150 bis 300 ml/100g
V_2/V_1 nach Hg-Porosimetrie	0,9 bis 0,46
DBP/CTAB	1,2 bis 2,4,

dadurch gekennzeichnet, daß man Alkalisilikat mit Mineralsäuren bei Temperaturen von 60 bis 95 °C unter Aufrechterhaltung eines pH-Wertes von 7,5 bis 10,5 unter kontinuierlichem Rühren umsetzt, die Umsetzung bis zu einer Feststoffkonzentration in der Fällsuspension von 90 bis 120 g/l durchführt, den pH-Wert auf einen Wert gleich oder kleiner 5 einstellt, die Fällungskieselsäure abfiltriert, wäscht, trocknet und gegebenenfalls vermahlt oder granuliert."

III. Die Beschwerde der Patentinhaberin richtete sich gegen die Entscheidung der Einspruchsabteilung, das Patent wegen mangelnder Offenbarung speziell in bezug auf den Parameter der "Silanolgruppendichte" zu widerrufen.

IV. Gegen den Teil der Entscheidungsgründe, in dem festgestellt wurde, daß die Parameter der mittleren Aggregatgröße und des Porenvolumens ausreichend offenbart seien und daß der beanspruchte Gegenstand neu

sei, hatten die Einsprechenden ebenfalls Beschwerde eingelegt.

- V. Mit Eingabe vom 9. Oktober 2002 reichte die Patentinhaberin unter anderem einen als "neuer Hauptantrag" bezeichneten Anspruchssatz ein.
- VI. In der mündlichen Verhandlung am 14. Mai 2003 wurden drei weitere Anspruchssätze als Hilfsanträge 1 bis 3 vorgelegt. Der am 9. Oktober 2002 eingereichte Hauptantrag galt nunmehr als 4. Hilfsantrag.

Am Ende dieser Verhandlung nahmen die Einsprechenden ihre Beschwerden zurück.

- VII. Anspruch 1 des 1. Hilfsantrags lautet wie folgt:

"Verfahren zur Herstellung einer Fällungskieselsäure mit den folgenden physikalisch-chemischen Parametern:

BET-Oberfläche	35 bis 350 m ² /g
Verhältnis BET/CTAB-Oberfläche	0,8 bis 1,1
Porenvolumen PV	1,6 bis 3,4 ml/g
Silanolgruppendichte (V ₂ =Verbrauch an NaOH)	6 bis 20 ml
Mittlere Aggregatgröße	250 bis 1500 nm
CTAB-Oberfläche	30 bis 350 m ² /g
DBP-Zahl	150 bis 300 ml/100g
V ₂ /V ₁ nach Hg-Porosimetrie	0,9 bis 0,46
DBP/CTAB	1,2 bis 2,4,

dadurch gekennzeichnet, daß man

- (a) eine Wasserglaslösung als Alkalisilikat mit Schwefelsäure als Mineralsäure bei Temperaturen von 60 bis 95°C unter Aufrechterhaltung eines pH-Wertes von 7,5 bis 10,5 unter kontinuierlichem Rühren umgesetzt,

- (b) die Umsetzung bis zu einer Feststoffkonzentration in der Fällsuspension von 90 bis 120 g/l durchführt, wobei das gleichzeitige Hinzugeben von Wasserglaslösung und Schwefelsäure (Fälldauer) über einen Zeitraum von 30 bis 160 Minuten durchgeführt wird, wobei bei einer Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche von 35 bis 150 m²/g die Fälldauer mehr als 90 Minuten beträgt und bei einer Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche von 150 bis 350 m²/g die Fälldauer im Bereich von 30 bis 90 Minuten liegt;
- (c) den pH-Wert auf einen Wert gleich oder kleiner 5 einstellt;
- (d) die Fällungskieselsäure abfiltriert;
- (e) wäscht;
- (f) trocknet;
- (g) und gegebenenfalls vermahlt und granuliert."

VIII. Anspruch 1 des 2. Hilfsantrags entspricht im wesentlichen dem Verfahren gemäß Anspruch 1 des 1. Hilfsantrags mit dem Unterschied, daß die herzustellende Fällungskieselsäure durch einen zusätzlichen Parameter wie folgt charakterisiert wird:

"... und mit einer mittleren, volumengewichteten Teilchengröße (D(3,4)) nach Malvern-Laserbeugung (Fa. Malvern Instruments, Modell 2600c) gemessen nach Vermahlung auf einer Alpine-Kolloplex-Prallstiftmühle (Z 160) bei einer Durchsatzleistung von 6 kg/h von höchstens 11 µm ..."

IX. Anspruch 1 des 3. Hilfsantrags lautet im wesentlichen wie Anspruch 1 des 1. Hilfsantrags, mit den folgenden Unterschieden in bezug auf die BET-Oberfläche der

Fällungskieselsäure und auf die Verfahrensschritte (a) und (b):

"...

BET-Oberfläche 150 bis 350 m²/g

...

(a) Natronwasserglas mit Wasser bis zu einem pH-Wert von 8 bis 9 verdünnt und zu dieser verdünnten Wasserglaslösung, die einen Gehalt an SiO₂ von ≤ 4,9 g/l aufweist, gleichzeitig konzentrierte Schwefelsäure und dieselbe Wasserglaslösung unter Aufrechterhaltung eines pH-Wertes von 8 bis 9 und bei Temperaturen von 60 bis 95°C unter kontinuierlichem Rühren umsetzt,

(b) die Umsetzung bis zu einer Feststoffkonzentration in der Fällsuspension von 90 bis 120 g/l durchführt, wobei das gleichzeitige Hinzugeben von Wasserglaslösung und Schwefelsäure (Fälldauer) über einen Zeitraum von 30 bis 160 Minuten durchgeführt wird, wobei bei der Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche von 150 bis 350 m²/g die Fälldauer im Bereich von 30 bis 90 Minuten liegt;"

X. Anspruch 1 gemäß dem gültigen 4. Hilfsantrag lautet wie folgt:

"Fällungskieselsäure, gekennzeichnet durch die folgenden physikalisch-chemischen Parameter:

BET-Oberfläche	35 bis 350 m ² /g
Verhältnis BET/CTAB-Oberfläche	0,8 bis 1,1
Porenvolumen PV	1,6 bis 3,4 ml/g
Mittlere Aggregatgröße	250 bis 1500 nm
CTAB-Oberfläche	30 bis 350 m ² /g

DBP-Zahl	150 bis 300 ml/100g
V ₂ /V ₁ nach Hg-Porosimetrie	0,9 bis 0,46
DBP/CTAB	1,2 bis 2,4,

wobei der Verbrauch an NaOH bei der Bestimmung der Sears-Zahl nach G.W. Sears, Anal. Chemistry 12, 1982-83 (1956) im Bereich des 6/20.7 bis 20/20.7 fachen des Verbrauchs an NaOH bei der Bestimmung der Sears-Zahl von Ultrasil VN3, das eine N₂-Oberfläche von 175 m²/g aufweist, liegt."

XI. Die Vorträge der Beschwerdeführerin (Patentinhaberin) sind im wesentlichen wie folgt:

- Die Beanstandung der Einspruchsabteilung in bezug auf die "Silanolgruppendichte" betreffe den Parameter der Sears-Zahl, die nach der Methode gemäß D22 bestimmt werde.
- Die Anmeldung offenbare einen Hinweis auf die Druckschrift D22, die zum Stand der Technik gehöre.
- D22 enthalte eine detaillierte Titrationsvorschrift, die ohne weiteres nachgearbeitet werden könne.
- Der Fachmann könne Widersprüche bei der Bestimmung der Sears-Zahlen durch eine Normierung beseitigen.
- Für das Verständnis des Streitpatents seien Beispiele und die dort angegebenen Parameter ohnehin unnötig, da die definierten Verfahrensbedingungen zwangsläufig zu Kieselsäuren mit den gewünschten Eigenschaften führen würden.

XII. Die Argumente der Einsprechenden lassen sich folgt zusammenfassen:

- Die Werte der Sears-Zahl gemäß Streitpatent seien nicht reproduzierbar.
- Diese Werte seien nach der Methode gemäß D23 erhalten, was offensichtlich zu anderen Ergebnissen führe als nach der Methode gemäß D22.
- Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen den zwei Datengruppen bestehe nicht. Auch sei eine Normierung der Daten auf der Basis der kommerziellen Kieselsäuren nicht zulässig.
- Der Fachmann erhalte daher keine vollständige Lehre, wie er den beanspruchten Stoff erhalte. Auch sei das damit zusammenhängende beanspruchte Verfahren nicht ausführbar.
- Die geänderten Patentansprüche 1 gemäß Hilfsanträgen 3 und 4 würden mindestens gegen Artikel 123 (2) EPÜ verstoßen.

XIII. Die Beschwerdeführerin (Patentinhaberin) beantragte die Aufhebung der angefochtenen Entscheidung und die Aufrechterhaltung des Patents wie erteilt (Hauptantrag) oder, hilfsweise, auf der Basis des ersten, zweiten oder dritten Hilfsantrags, eingereicht während der mündlichen Verhandlung, oder auf der Basis des 4. Hilfsantrags, vorgelegt als Hauptantrag mit Schreiben vom 9. Oktober 2002.

Die Beschwerdegegnerinnen (Einsprechenden) beantragten die Zurückweisung der Beschwerde der Patentinhaberin.

Entscheidungsgründe

Hauptantrag

1. *Ausführbarkeit in bezug auf die Bestimmung der Silanolgruppendichte*

- 1.1 Sachlage

Gegenstand des erteilten Anspruchs 1 ist eine Kieselsäure, welche unter anderem durch das Merkmal der Silanolgruppendichte (V_2 =Verbrauch an NaOH) gekennzeichnet ist (siehe Punkt II).

- 1.1.1 Im Streitpatent wird angegeben, daß dieser Parameter (in Sears-Zahlen ausgedrückt) mit der Messmethode bestimmt wird, wie sie in D22 beschrieben ist (siehe Seite 2, Zeilen 45 bis 46). D22 enthält die folgende Titrationsvorschrift:

- (i) 1,50 g Kieselsäurepulver werden eingesetzt und mit verdünnter HCl auf pH 3-3,5 angesäuert,
- (ii) 30 g reines Natriumchlorid werden zugesetzt,
- (iii) es wird auf 150 ml mit destilliertem Wasser aufgefüllt,
- (iv) die Temperatur wird auf 25 +/- 0.5°C eingestellt,

- (v) es wird mit standardisiertem 0.10 N Natriumhydroxid titriert
- (vi) bei der Titration wird der pH mit einer Glaselektrode (Beckman Typ E) und einer Kalomel-Referenzelektrode gemessen
- (vii) das Volumen an Titrationslösung wird gemessen, das bei der Erhöhung des pH von pH 4 bis pH 9 verbraucht wird.

Somit wird bei der Messung nach Sears ein Verbrauch an 0.10 N Natriumhydroxid gemessen, der dem Parameter der Silanolgruppendichte bzw. der Sears-Zahl entsprechen soll (siehe auch Beschwerdebegründung der Patentinhaberin, Punkte 1.5 und 1.6).

1.1.2 In der mündlichen Verhandlung hat die Beschwerdeführerin eingeräumt, daß die "Sears-Zahlen", wie sie in den Beispielen 1 bis 3 des Streitpatents angegeben werden, nicht gemäß D22 sondern in Wirklichkeit gemäß D23, einer firmeninternen Vorschrift, ermittelt werden. Die Durchführung der Analyse wird im wesentlichen wie folgt vorgeschrieben:

- (i) 2.50 g Probe in ein 250 ml Titriergefäß einwiegen,
- (ii) 60 ml Methanol p.A. zudosieren,
- (iii) 40 ml entionisiertes Wasser zugeben,
- (iv) mit 100 ml entionisiertem Wasser anhaftende Partikel in die Suspension spülen,

- (v) Probe in einem thermostatisiertem Wasserbad auf 25 °C temperieren,
- (vi) Probe gemäß der nachstehenden Vorschrift titrieren.

Titriervorschrift:

Zunächst wird der Ausgangs-pH Wert der Suspension gemessen, dann je nach Ergebnis mit KOH bzw. HCl der pH-Wert auf 6 eingestellt. Danach werden 20 ml NaCl-Lösung zudosiert. Mit 0.1 N KOH wird dann die Titration bis zum pH-Wert 9 fortgesetzt.

Der KOH-Verbrauch (in ml), um die Suspension von pH 6 auf pH 9 zu erhöhen, wird anschließend auf eine 5 g Probe umgerechnet (D23, Punkte 4.2 und 5). Das somit erhaltene Volumen V_2 entspricht den in den Beispielen angegebenen "Sears-Zahlen".

1.1.3 Demnach ist es unbestritten, daß die zwei Methoden sich mindestens in zwei Punkten gravierend voneinander unterscheiden:

- Zum ersten in dem pH Bereich, für den der Verbrauch an Titrationslösung gemessen wird (pH Bereich von 4 bis 9 nach D22 im Vergleich zu pH Bereich von 6 bis 9 gemäß D23).
- (b) Zum zweiten in der Wiedergabe dieser Verbrauchszahl. In D22 bezieht sich der Verbrauch auf eine 1.5 g Probe. Im Gegensatz dazu wird der Verbrauch in D23 auf eine Probe von 5 g bezogen.

Es ist daher auch unstrittig, daß im Ergebnis die systematischen Abweichungen voneinander deutlich oberhalb der Fehlergrenzen liegen (siehe auch Entscheidung der Einspruchsabteilung, Seite 9, Zeilen 2 bis 4). Dies ist auch im Einklang mit dem Vortrag der Patentinhaberin, wonach die tatsächlich nach D22 gemessene Sears-Zahl für Beispiel 3 8.27 ml und nicht, wie im Streitpatent, Seite 7, Zeile 25 angegeben, 15,7 ml beträgt.

1.1.4 Bedeutung der Sears-Zahl

Gemäß D22 dient die dort beschriebene Titration mit Natronlauge zur Ermittlung der spezifischen Oberfläche von kolloiden Kieselsäuren. Es wird festgestellt, daß bei pH 9 1,26 OH-Ionen pro Quadratmillimikron Oberfläche adsorbiert werden. Der Verbrauch an NaOH (oder auch die "Sears-Zahl") kann mittels einer empirisch ermittelten Gleichung in die durch Stickstoffadsorption ermittelte spezifische Oberfläche umgerechnet werden. Damit soll eine schnelle und verlässliche Methode zur Ermittlung dieses Parameters zur Verfügung gestellt werden (Seite 1981, Titel und Zusammenfassung). Der Fachmann entnimmt dieser Druckschrift also, daß mit der Titration der Parameter der BET-Oberfläche ermittelt werden kann, weil unabhängig von der Art der Herstellung der kolloiden Kieselsäuren jedem Wert der BET-Oberfläche ein bestimmter NaOH-Verbrauch entspricht. Figur 3 zeigt diesen Zusammenhang. Man kann dieser Figur entnehmen, daß einer BET-Oberfläche von $350\text{m}^2/\text{g}$ ein NaOH-Verbrauch von etwa 12ml entspricht. Einem NaOH-Verbrauch von 20ml würde eine BET-Oberfläche von etwa $600\text{m}^2/\text{g}$ entsprechen.

Im Widerspruch zum Stand der Technik gemäß D22 wird im Streitpatent angegeben, daß bei vergleichbaren N_2 -Oberflächen bzw. BET-Oberflächen die Kieselsäuren gemäß Streitpatent einen bis zu 40% niedrigeren Verbrauch an NaOH (sprich "Sears-Zahl") als bekannte Fällungskieselsäuren aufweisen können (siehe Beispiel 5). Daraus ergibt sich für den Fachmann, daß mit der im Streitpatent angegebenen Titration gerade nicht die spezifische Oberfläche, sondern eine damit nicht korrelierte sogenannte "Silanolgruppendichte" bestimmt wird. Entsprechend werden auch diese Parameter der Silanolgruppendichte und der BET-Oberfläche im Anspruch 1 separat und unabhängig voneinander definiert.

- 1.2 Die Beschwerdeführerin vertritt den Standpunkt, daß das Streitpatent durch den Hinweis auf die Messmethode gemäß D22, welches zum Stand der Technik gehört, den Fachmann unstreitig in die Lage versetze, einen Verbrauch an NaOH zu messen. Da der Fachmann ohne unzumutbaren Aufwand imstande sei, den durch Titration ermittelten Verbrauch an Natronlauge einer Fällungskieselsäure zuzuordnen, sei der Parameter, mit dem die Kieselsäure gemäß Anspruch 1 charakterisiert wird, ausreichend offenbart (siehe auch Beschwerdebeurteilung der Patentinhaberin, Punkte 1.6 und 1.7).

Dem kann die Kammer nicht zustimmen. Es ist im vorliegenden Falle für die Ausführbarkeit der beanspruchte Erfindung, d. h. für die reproduzierbare Bereitstellung der beanspruchten Kieselsäure nicht ausreichend, daß der Fachmann an den Fällungskieselsäuren, die gemäß den Beispielen 1 bis 3 erhalten werden können, nach der im Streitpatent angegebenen Vorschrift und somit nach D22 einen NaOH-

Verbrauch ermitteln kann. Wie bereits ausgeführt, sollen sich gemäß Beispiel 5 die beanspruchten Kieselsäuren von den bisher bekannten u. a. durch eine niedrigere "Silanolgruppendichte" unterscheiden (siehe Punkt 1.1.4 oben). Der Fachmann muß daher der Beschreibung entnehmen, daß für die beanspruchten Kieselsäuren der nach D22 zu ermittelnde Verbrauch an NaOH deutlich unter demjenigen liegen soll, der sich nach D22 für bekannte Kieselsäuren mit der entsprechenden N_2 -Oberfläche errechnen läßt. Betrachtet der Fachmann aus dieser Sicht die Beispiele 1 bis 3, so stellt er fest, daß diese Bedingung nicht erfüllt ist. So wird im Streitpatent ein Verbrauch für Kieselsäuren mit einer N_2 -Oberfläche von $80 \text{ m}^2/\text{g}$, $120 \text{ m}^2/\text{g}$ bzw. von $184 \text{ m}^2/\text{g}$ eine Sears-Zahl von 9,0 ml, 9,1 bzw. 15,7 ml ermittelt. Die entsprechend aus der Oberfläche errechneten Werte würden jedoch bei ca. 3,3 ml, 4,5 bzw. 6,5 liegen (siehe Titrationsvorschrift, Seite 1983, linke Spalte und Figur 3, Seite 1983, rechte Spalte). Dies gilt gleichermaßen für die in Anspruch 1 angegebenen Zahlenbereiche für die BET-Oberfläche und die Silanolgruppendichte. Unter Zugrundelegung der im Streitpatent genannten Bestimmungsmethode gemäß D22 würden die beanspruchten Kieselsäuren also eine höhere Silanolgruppendichte als bekannte Fällungskieselsäuren besitzen, was deutlich im Widerspruch zur Aussage im Beispiel 5 steht (siehe insbesondere Streitpatent, Seite 8, Zeilen 25 bis 27).

Im Lichte des Gesamtinhalts des Streitpatents muß also die Angabe der Bestimmungsmethode für die Silanolgruppendichte falsch sein.

Es ist auf der anderen Seite unbestritten, daß die Vorschrift gemäß D23, nach welcher der im Streitpatent

angegebene NaOH-Verbrauch tatsächlich ermittelt wird, mit keinem Wort im Streitpatent erwähnt wird. Darüber hinaus ist sie als firmeneigenes Dokument nicht einmal allgemein zugänglich. Die Patentschrift enthält auch keinen Hinweis auf eine alternative Methode oder eine Abwandlung der beschriebenen zur Bestimmung dieser "Searszahlen", so daß der Fachmann keine Lehre erhält, wie er zu den beanspruchten Produkten gelangen soll.

- 1.3 Die Beschwerdeführerin hat vorgetragen, wenn der Fachmann die Erkenntnis habe, die Sears-Zahl sei problematisch, dann würde er das Streitpatent im Sinne der Aufgabe interpretieren. Ein Widerspruch bestehe nur zwischen den explizit angegebenen nach D23 erhaltenen Messwerten und den impliziten Messwerten, die sich ergeben, wenn man die nach den Beispielen erhaltenen Produkte gemäß der in D22 angegebenen Originalvorschrift von Sears analysiert. Wenn der Fachmann nach dieser Vorschrift auch die Standardkieselsäuren analysiere, werde er feststellen, daß die Abweichungen einem definierten Muster folgen. Durch Vergleich mit den Werten der Standardkieselsäuren könne er somit die richtigen (impliziten) Sears-Zahlen berechnen.

Dieser Vortrag kann jedoch nicht in Einklang mit den im Einspruchsverfahren vorgelegten Searszahlen gebracht werden. Dort wird für die im Streitpatent untersuchten Standardkieselsäuren Hisil 210, Hisil 255, KS 300, KS 404 und Ultrasil VN 3 der NaOH-Verbrauch nach D22 bestimmt. Ein Vergleich mit den im Streitpatent angegebenen Werten ergibt, daß die Werte nicht nur erwartungsgemäß stark voneinander abweichen, sondern daß sie keineswegs in linearer Beziehung zueinander stehen (vgl. Enclosure 3, Seite 3: "Table 1 - Sears Values").

Die Beschwerdeführerin hat die Richtigkeit dieser Ergebnisse der Einsprechenden nicht in Frage gestellt. Auch die Kammer ist der Überzeugung, daß eine lineare Beziehung schon allein wegen der unterschiedlichen Prinzipien der beiden Messmethoden äußerst unwahrscheinlich wäre (siehe Punkt 1.1.3 oben). Eine einfache Umrechnung, um von einem Datensatz zum anderen zu gelangen, ist somit ausgeschlossen. Daher ist es für den Fachmann bei der Nacharbeitung des Streitpatents nicht ersichtlich, um welche Fehlangebe es sich dabei handelt und wie er auf die im Streitpatent veröffentlichten Werte kommen kann.

- 1.4 Die Beschwerdeführerin hat weiterhin behauptet, für die Ausführbarkeit der Lehre des Streitpatents seien fehlerhafte Angaben in den Beispielen unerheblich. Beispiele seien im vorliegenden Fall für das Verständnis der Erfindung nicht notwendig, da die Verfahrensparameter im Anspruch 2 zwangsläufig zum einem Produkt mit den in den Ansprüchen 1 und 2 definierten Parametern führen würden. Wichtig seien die Angaben in den Ansprüchen, weil dort die Sears-Zahlen nach D22 gelten sollen. Es werde dabei eingeräumt, daß damit die Beispiele 1 und 2 nicht mehr von den Ansprüchen umfaßt werden.

Die Kammer sieht sich jedoch nicht in der Lage, dem Vortrag der Beschwerdeführerin zu folgen. Wie in der mündlichen Verhandlung diskutiert wurde, werden die Beispiele 1 und 2 im Streitpatent unter Verfahrensbedingungen hergestellt, wie sie im Anspruch 2 definiert sind. Das Argument der Beschwerdeführerin, dem Fachmann sei zuzumuten, den pH-Wert der Fällung innerhalb des angegebenen Bereichs zu variieren, um ein Produkt mit

den gewünschten Parametern zu bekommen, greift deswegen nicht, weil bei demselben pH-Wert der Fällung wie in Beispiel 2 doch ein Produkt mit den gewünschten Stoffparametern erhalten wird (vgl. Beispiel 3). Die Kammer hält es daher für nicht glaubhaft, daß eine eindeutige Korrelation zwischen dem pH-Wert der Fällung allein und der Silanolgruppendichte der erhaltenen Kieselsäure, d. h. einem unter neun zur Definition derselben benutzten Stoffparametern, besteht. Ferner definiert Anspruch 2 breite Bereiche für die im Herstellungsverfahren einzuhaltenden Bedingungen (beispielsweise Temperaturen von 60 bis 95 °C; pH-Wert von 7,5 bis 10,5; Feststoffkonzentration von 90 bis 120 g/l). Ein nachvollziehbarer Zusammenhang zwischen diesen verschiedenen Verfahrensbedingungen und den einzustellenden neun Produktparametern ist dem Streitpatent nicht zu entnehmen. Die Kammer hält es daher für ausgeschlossen, daß der Fachmann mit zumutbarem Aufwand in der Lage ist, all diese Bedingungen mit dem Ziel zu variieren, eine bestimmte Kombination von Stoffeigenschaften, d. h. insbesondere eine Silanolgruppendichte in einem bestimmten Bereich in Kombination mit den anderen acht in den Ansprüchen 1 und 2 genannten Parametern bzw. Parameterbereichen, zu erhalten. Der Fachmann erhält somit keine Lehre, nach der die in Anspruch 1 definierten Produkte erhalten werden können.

- 1.5 Aus den oben dargelegten Gründen muß der Hauptantrag aufgrund mangelnder Offenbarung zurückgewiesen werden (Artikel 83 und Artikel 100 b) EPÜ).

1. Hilfsantrag

2. Das Verfahren gemäß Anspruch 1 des vorliegenden Antrags ist gegenüber dem Verfahren gemäß Anspruch 2 des Hauptantrags in der Weise präzisiert, daß hier eine Verbindung zwischen der Fälldauer und der Oberfläche der gefällten Kieselsäure definiert wird (siehe Punkt oben: "... wobei das gleichzeitige Hinzugeben von Wasserglaslösung und Schwefelsäure (Fälldauer) über einen Zeitraum von 30 bis 160 Minuten durchgeführt wird, wobei bei einer Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche von 35 bis 150 m²/g die Fälldauer mehr als 90 Minuten beträgt und bei einer Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche von 150 bis 350 m²/g die Fälldauer im Bereich von 30 bis 90 Minuten liegt").

Die Kammer ist der Ansicht, daß die zusätzliche Präzisierung der Fälldauer lediglich eine Unterteilung der Produkte in Stoffgruppen mit unterschiedlichen spezifischen Oberflächen erlaubt. Wie die Beschwerdeführerin jedoch eingeräumt hat, besteht auch hier weiterhin der Bedarf, die Verfahrensparameter innerhalb der definierten Bereiche zu variieren, um die beanspruchte Kombination der Stoffeigenschaften zu erhalten. Die Kammer ist daher nicht überzeugt, daß sich bezüglich der Herstellbarkeit von Produkten mit der beanspruchten Silanolgruppendichte gegenüber dem Hauptantrag etwas geändert hat. Somit wird dieser Antrag aus dem gleichen Grund zurückgewiesen wie der Hauptantrag.

2. Hilfsantrag

3. Anspruch 1 des 2. Hilfsantrags unterscheidet sich im wesentlichen vom Verfahren gemäß Anspruch 1 des 1. Hilfsantrags dadurch, daß die Fällungskieselsäure zusätzlich durch den Parameter der mittleren, volumengewichteten Teilchengröße charakterisiert wird.

3.1 Die Beschwerdeführerin hat ausgeführt, diese Teilchengröße sei ein Maß für die Vermahlbarkeit der Kieselsäure, welche wiederum mit der Silanolgruppendichte (V_2) in Zusammenhang stehe. So sei dem Streitpatent zu entnehmen, daß die Vermahlbarkeit die V_2 -Werte im oberen Bereich einschränke. Hinweise darauf seien dem Streitpatent zu entnehmen (siehe Seite 5, Zeilen 30 bis 34 und Seite 8, Zeilen 25 bis 27).

3.2 Die Kammer stellt fest, daß in der erstangeführten Stelle im Streitpatent die Vermahlbarkeit der Kieselsäure mit deren späteren Verarbeitbarkeit in Zusammenhang gebracht wird (Seite 5, Zeilen 31 bis 34: "Um den Fälltechniker bereits außerhalb, zum Beispiel einer Kautschukmischung, Aussagen über das spätere Dispersionsverhalten in der Polymermischung machen lassen zu können, bedient er sich der Vermahlbarkeit der Kieselsäure. Mit anderen Worten, die Vermahlbarkeit der Kieselsäure und deren spätere Dispersion, zum Beispiel in Gummi, gehen weitgehend konform"). An der anderen angeführten Stelle wird lediglich auf die Interpretation des V_2 -wertes eingegangen (Seite 8, Zeilen 25 bis 27: "Je kleiner V_2 = Verbrauch an NaOH, desto niedriger ist die OH-Gruppendichte. Der Vergleich zeigt, daß die erfindungsgemässen Kieselsäuren bis zu 40% niedrigere Silanolgruppendichte als bekannte Fällungskieselsäuren

besitzen können."). Sinngemäß sind diese beiden Aussagen nicht nur voneinander unabhängig, sondern bringen auch keine zusätzliche Information über die Bestimmungsmethode der Silanolgruppendichte oder darüber, wie der Fachmann gezielt eine anspruchsgemässe Silanolgruppendichte erreichen kann. Es ist daher für die Kammer nicht ersichtlich, inwiefern der zusätzliche Parameter der Teilchengrösse bzw. der damit zusammenhängenden Vermahlbarkeit den Befund bezüglich der Offenbarung des Parameters Silanolgruppendichte ändern soll. Infolgedessen wird auch dieser Antrag aus dem gleichen Grund zurückgewiesen wie der Hauptantrag.

3. Hilfsantrag

4. Das Verfahren gemäß vorliegendem Anspruch 1 ist gegenüber dem Anspruch 1 gemäß dem 1. Hilfsantrag in der Weise präzisiert, daß für die Fällung eine definierte Wasserglaslösung verwendet wird. Ferner wird die Fällung in einem engerem pH-Bereich (von 8 bis 9) vorgenommen und die Fälldauer auf 30 bis 90 Minuten eingeschränkt. Als Ergebnis wird eine Kieselsäure mit einer BET-Oberfläche zwischen 150 und 350 m²/g erhalten (siehe Punkt IX. oben).

4.1 Die Beschwerdeführerin hat angeführt, die Grundlage für die Änderung im Anspruch 1 sei im Streitpatent auf Seite 3, Zeilen 41 bis 43, zu finden.

4.2 Die Kammer verkennt nicht, daß an der zitierten Stelle eine mögliche Abhängigkeit der Oberfläche der gefällten Kieselsäure von der Fälldauer erwähnt wird (vgl. auch ursprüngliche Anmeldung, Seite 5, Zeilen 22 bis 27). Die Kammer stellt jedoch fest, daß im Streitpatent die

Kieselsäuren durch ihre Eigenschaften in Gruppen derart unterteilt werden, daß diejenigen mit einer Oberfläche zwischen 150 und 350 m²/g eine Hg-Porosimetrie zwischen 1,6 und 2,4 ml/g, eine Sears-Zahl zwischen 11 und 20 ml und eine mittlere Aggregatgröße zwischen 250 und 550 nm aufweisen (siehe Streitpatent, Tabelle, Seite 3, Zeilen 1 bis 9 bzw. ursprüngliche Anmeldung, Seite 4, Tabelle, Zeilen 1 bis 2). Eine Beschränkung des Oberflächenbereichs ohne entsprechende Änderung in den anderen Bereichen wird daher von der Kammer zunächst als willkürlich beurteilt, da eine solche Änderung ursprünglich nicht explizit offenbart ist. Ferner gehört es zum Fachwissen, daß die Oberfläche einer Kieselsäure mit anderen in der Tabelle mitangeführten Merkmalen, nämlich der Porenbeschaffenheit und der mittleren Aggregatgröße, zusammenhängt. Durch die Änderung wird jetzt eine Kombination von einer Oberfläche zwischen 150 und 350 m²/g beispielsweise mit einer Hg-Porosimetrie von 3,4 ml, einer Sears-Zahl 6 ml und einer mittleren Aggregatgröße von 1500 nm, vom Anspruch 1 umfaßt. Diese Möglichkeit hält die Kammer für nicht offenbart, weil dies Werte sind, die ursprünglich für Kieselsäuren mit einer Oberfläche zwischen 35 und 100 m²/g offenbart sind (siehe Tabelle, ursprüngliche Anmeldung, Seite 4, Zeilen 1 bis 2). Die Kammer ist daher der Auffassung, daß die besagte Kombination ursprünglich auch nicht implizit offenbart ist. Der vorliegende Antrag wird daher zurückgewiesen, weil der Gegenstand des Anspruchs 1 nicht mit den Erfordernissen des Artikels 123 (2) EPÜ vereinbar ist.

4. Hilfsantrag

5. Der vorliegende Anspruch 1 unterscheidet sich vom Anspruch 1 gemäß Hauptantrag dadurch, daß die Sears-Zahl der beanspruchten Kieselsäure nicht mehr absolut (als V_2 -Wert) sondern nur noch relativ zur Sears-Zahl der kommerziellen Kieselsäure Ultrasil VN3 (siehe Punkt X. oben) definiert wird.

5.1 Die Kammer nimmt zur Kenntnis, daß die im Anspruch angegebenen Verhältnisse aus den Beispielen im Streitpatent gebildet werden. Wie oben im Punkt 1.3 bereits ausführlich diskutiert, kann jedoch kein linearer Zusammenhang zwischen den nach den zwei verschiedenen Methoden erhaltenen "Sears-Zahlen" hergestellt werden, so daß sich eine Normierung des beanspruchten Bereichs, wie sie jetzt im Anspruch 1 definiert ist, schon deshalb verbietet. Darüberhinaus ist es selbstverständlich, daß die Eigenschaften eines kommerziellen Produkts Schwankungen unterliegen, auch wenn man sich bemüht, die Produktionsbedingungen konstant zu halten. Die Kammer hält es daher für nicht glaubhaft, daß für jede Ultrasil VN3 Probe immer die gleiche Sears-Zahl gemessen wird, was für ein Normprodukt jedoch unabdingbar wäre. Somit entbehrt die vorgenommene Änderung, nämlich die Charakterisierung des Silanolgruppendichte-Bereichs relativ zur kommerziellen Kieselsäure Ultrasil VN 3 jeder Grundlage. Daher kann sie sich auch nicht aus den ursprünglichen Unterlagen herleiten lassen. Der vorliegende Antrag wird daher ebenfalls zurückgewiesen, weil der Gegenstand des Anspruchs 1 nicht mit den Erfordernissen des Artikels 123 (2) EPÜ vereinbar ist.

Entscheidungsformel

Aus diesen Gründen wird entschieden:

Die Beschwerde wird zurückgewiesen.

Die Geschäftsstellenbeamtin:

Der Vorsitzende:



U. Bultmann



R. Spangenberg

