

Interner Verteilerschlüssel:

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

**Datenblatt zur Entscheidung
vom 30. Oktober 2014**

Beschwerde-Aktenzeichen: T 2617/11 - 3.3.03

Anmeldenummer: 04740777.0

Veröffentlichungsnummer: 1654291

IPC: C08F2/22

Verfahrenssprache: DE

Bezeichnung der Erfindung:

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG WÄSSRIGER POLYMERISATDISPERSIONEN

Patentinhaber:

BASF SE

Einsprechende:

Celanese Emulsions GmbH

Relevante Rechtsnormen:

EPÜ Art. 54, 56

Schlagwort:

Neuheit - Hauptantrag (ja)

Erfinderische Tätigkeit - Hauptantrag (ja)



**Beschwerdekammern
Boards of Appeal
Chambres de recours**

European Patent Office
D-80298 MUNICH
GERMANY
Tel. +49 (0) 89 2399-0
Fax +49 (0) 89 2399-4465

Beschwerde-Aktenzeichen: T 2617/11 - 3.3.03

**E N T S C H E I D U N G
der Technischen Beschwerdekammer 3.3.03
vom 30. Oktober 2014**

Beschwerdeführer: Celanese Emulsions GmbH
(Einsprechender) Frankfurterstr. 111
61476 Kronberg (DE)

Vertreter: Ackermann, Joachim
Patentanwaltskanzlei Dr. Ackermann
Postfach 11 13 26
60048 Frankfurt am Main (DE)

Beschwerdegegner: BASF SE
(Patentinhaber) 67056 Ludwigshafen (DE)

Vertreter: BASF SE
Global Intellectual Property
GVX / K- C 6
67056 Ludwigshafen (DE)

Angefochtene Entscheidung: Entscheidung der Einspruchsabteilung des Europäischen Patentamts, die am 4. November 2011 zur Post gegeben wurde und mit der der Einspruch gegen das europäische Patent Nr. 1654291 aufgrund des Artikels 101 (2) EPÜ zurückgewiesen worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzende B. ter Laan
Mitglieder: D. Marquis
C. Brandt

Sachverhalt und Anträge

I. Die Beschwerde der Einsprechenden richtet sich gegen die Entscheidung der Einspruchsabteilung vom 4. November 2011, mit der der Einspruch gegen das europäische Patent Nr. 1654291 B1 zurückgewiesen wurde.

II. Das erteilte Patent enthielt 11 Ansprüche, wobei der einzige unabhängige Anspruch 1 wie folgt lautete:

"1. Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Polymerisatdispersion durch radikalisch initiierte wässrige Emulsionspolymerisation von wenigstens einer ethylenisch ungesättigten Verbindung (Monomer) in Anwesenheit wenigstens eines Dispergiermittels, dadurch gekennzeichnet, dass man

- a) in einem Reaktionsgefäß bei einer Temperatur, welche kleiner oder gleich der Startreaktionstemperatur T_S ist,
 - a₁) wenigstens eine Teilmenge an entionisiertem Wasser,
 - a₂) wenigstens eine Teilmenge wenigstens eines öllöslichen Radikalinitiators,
 - a₃) wenigstens eine Teilmenge wenigstens eines Dispergiermittels,
 - a₄) gegebenenfalls eine Teilmenge des wenigstens einen Monomeren und
 - a₅) gegebenenfalls eine Teilmenge wenigstens eines wasserlöslichen Radikalinitiators vorlegt, daran anschließend
- b) das erhaltene Reaktionsgemisch gegebenenfalls auf die Startreaktionstemperatur T_S aufheizt, daran anschließend
- c) dem Reaktionsgemisch
 - c₁) die gegebenenfalls verbliebene Restmenge an entionisiertem Wasser,

c₂) die gegebenenfalls verbliebene Restmenge des wenigstens einen öllöslichen Radikalinitiators,
c₃) die gegebenenfalls verbliebene Restmenge des wenigstens einen Dispergiermittels,
c₄) die Gesamtmenge bzw. die gegebenenfalls verbliebene Restmenge des wenigstens einen Monomeren und
c₅) die Hauptmenge des wenigstens einen wasserlöslichen Radikalinitiators zudosiert und dabei
d) während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren das Reaktionsgemisch auf eine Endreaktionstemperatur T_E aufheizt, wobei unter wasserlöslichen Radikalinitiatoren solche verstanden werden, welche bei 20 °C und Atmosphärendruck in entionisiertem Wasser eine Löslichkeit ≥ 1 Gew.-% aufweisen, während unter öllöslichen Radikalinitiatoren solche verstanden werden, welche unter dem vorgenannten Bedingungen eine Löslichkeit < 1 Gew.-% aufweisen und die Gesamtwassermenge so bemessen wird, dass die erhaltene wässrige Polymerisatdispersion einen Feststoffgehalt von 20 bis 70 Gew.-% aufweist."

Die Ansprüche 2 bis 11 waren auf bevorzugte Ausführungsformen vom Anspruch 1 gerichtet.

III. Am 8. Juli 2008 wurde Einspruch gegen das Patent eingelegt. Die Einsprechende machte den Einspruchsgrund gemäß Artikel 100(a) EPÜ (mangelnde Neuheit und mangelnde erfinderische Tätigkeit) geltend.

Der Einspruch stützte sich *inter alia* auf:

D1: GB-A-1 245 498,

D2: DD-A-156 086,

D3: DD-A-222 881,

D4: S. M. Englund, Chemical Engineering Progress 77(8), Seiten 55-59, 1981.

IV. Die angefochtene Entscheidung wurde auf Grundlage des Patents in der erteilten Fassung als Hauptantrag getroffen.

In der angefochtenen Entscheidung wurde festgestellt, dass der Hauptantrag die Erfordernisse des Artikels 54 EPÜ erfüllte.

Beispiel 6 der D1 offenbare nicht die Vorlage wenigstens einer Teilmenge wenigstens eines öllöslichen Radikalinitiators (gemäß Merkmal a₂) von Anspruch 1 des Streitpatents) und auch nicht den Aufheizschritt des Reaktionsgemisches auf die Endreaktionstemperatur T_E während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren (gemäß Merkmal d) von Anspruch 1 des Streitpatents). Eine Kombination des Beispiels 6 von D1 mit der Textpassage auf Seite 2, Zeilen 8-20 sei nicht möglich, da es in D1 keine Anregung gäbe, Beispiel 6 nur hinsichtlich der Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators abzuändern und gleichzeitig alle anderen Verfahrensmerkmale unverändert beizubehalten. Selbst wenn man eine derartige Kombination akzeptieren würde, fehle immer noch eine klare und eindeutige Offenbarung für "die Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators" in D1.

In den Beispielen 1-7 und 9-11 der D2 sei bereits die Gesamtmenge des Monomers vorgelegt worden, womit die Merkmale c₄) und d) nicht erfüllt seien. Zusätzlich seien die Verhältnisse von "vorgelegtem" zu zudosiertem wasserlöslichen Radikalinitiator 1:1, so dass für diese Beispiele das Merkmal c₅) nicht erfüllt sei. Beispiel 8 von D2 sei in vollständiger Abwesenheit eines öllöslichen Radikalinitiators durchgeführt.

Der Hauptantrag erfülle auch die Erfordernisse von Artikel 56 EPÜ. D1 wurde als nächster Stand der Technik gesehen. Als objektive Aufgabenstellung wurde die Bereitstellung eines weiteren einstufigen Zulaufverfahrens zur Herstellung restmonomerarmer wässriger Polymerisatdispersionen gesehen.

Die Einspruchsabteilung befand, dass Anspruch 1 sich vom nächsten Stand der Technik D1 in der Vorlage wenigstens einer Teilmenge wenigstens eines öllöslichen Radikalinitiators und in dem Aufheizenschritt des Reaktionsgemisches auf die Endreaktionstemperatur T_E während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren unterschied. D1 gebe keinerlei Hinweise auf die im Streitpatent beschriebene Lösung. Beim erfindungsgemäßen Verfahren gemäß Anspruch 1 handele es sich somit um ein grundsätzlich unterschiedliches Verfahren, dass vom nächsten Stand der Technik D1 in keiner Weise im Sinne des Artikels 56 EPÜ nahegelegt werde. Auch ausgehend von D2 ergebe sich der Gegenstand des Streitpatents nicht in naheliegender Weise.

- V. Gegen diese Entscheidung legte die Einsprechende am 19. Dezember 2011 Beschwerde ein. Die Beschwerdegebühr wurde am selben Tag entrichtet. Mit der Beschwerdebegründung beantragte die Beschwerdeführerin am 3. März 2012 die Aufhebung der angefochtenen Entscheidung und den Widerruf des Streitpatents. Darin wurde das Dokument US 3,951,925 (D6) zitiert.
- VI. Die Beschwerdeerwiderung der Patentinhaberin ging mit Schreiben vom 3. März 2012 ein.
- VII. Am 1. April 2014 erging eine Ladung zur mündlichen Verhandlung. In einer am 31. Juli 2014 zur Vorbereitung der mündlichen Verhandlung versandten Mitteilung

äußerte die Kammer ihre vorläufige Meinung hinsichtlich der Artikel 54 und 56 EPÜ.

- VIII. Mit Schreiben vom 30. September 2014 reichte die Beschwerdegegnerin vier Hilfsanträge ein, deren Wortlaut für diese Entscheidung unerheblich ist.
- IX. Die mündliche Verhandlung fand am 30. Oktober 2014 statt.
- X. Die Argumente der Beschwerdeführerin lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Hauptantrag

Neuheit

Beispiel 1 von D1 offenbare ein Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Polymerisatdispersion durch radikalisch initiierte wässrige Emulsionspolymerisation. In der Variante des Beispiels 6 wurde beim Starten der Polymerisation zusammen mit dem Monomergemisch, dem Emulgator und dem wasserlöslichen Radikalinitiator noch ein öllöslicher Radikalinitiator in das Reaktionsgefäß gegeben. Als alternative Ausführungsform dazu beschreibe aber D1 die Vorlage des öllöslichen Initiators im Reaktor vor Beginn der Polymerisation, was dem Schritt a) des beanspruchten Verfahrens entspreche. Da D1 auch eine weitere Zugabe an wasserlöslichen Radikalinitiator zur im Reaktionsgefäß gebildeten Emulsion offenbare, sei insgesamt die Hauptmenge des wasserlöslichen Radikalinitiators während der Polymerisation zugegeben worden. Durch das Aufheizen auf 60°C sowie durch die freiwerdende Reaktionswärme, welche zu einer weiteren Temperatursteigerung führe, liege die Temperatur des

Reaktionsgemisches zumindest einige Zeit nach Beginn der Zugabe der Emulsion bzw. des weiteren Radikalinitiators oberhalb der Startreaktionstemperatur T_S . Darüber hinaus heize sich bei der Durchführung des Verfahrens nach Beispiel 6 von D1 während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren das Reaktionsgemisch auf eine Endreaktionstemperatur T_E auf. Das Vorgehen in Beispiel 6, kombiniert mit der Beschreibung, offenbare somit das Verfahren von Anspruch 1 unmittelbar und eindeutig und nehme diesem Anspruch daher die Neuheit vorweg.

Im Beispiel 1 von D2 heize sich bei der Durchführung des Verfahrens das Reaktionsgemisch während der Zudosierung des Vinylacetatmonomeren auf eine Endreaktionstemperatur T_E auf. In diesem Beispiel wurde ein öllöslicher Radikalinitiator erst nach dem Starten der Polymerisation eingesetzt. Die Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators zusammen mit einer Teilmenge des wasserlöslichen Radikalinitiators zum Auslösen der Polymerisation und die Nachgabe des restlichen Teils des Radikalinitiators in der Phase der Nachpolymerisation sei aber in der Beschreibung der D2 offenbart, und somit sei das Verfahren nach Anspruch 1 des Streitpatents unmittelbar und eindeutig offenbart.

D6 wurde spät eingereicht, da es erst aus einem anhängigen US-Verfahren bekannt wurde. Beispiel 8 von D6 offenbare auch eine Polymerisation nach Anspruch 1 des Streitpatents. Obwohl in D6 die Gesamtmenge der Monomere vor Initiierung der Polymerisation vorliegt, suggeriere die Beschreibung auch die schrittweise Zugabe der Monomere. D6 sei demnach neuheitsschädlich für den beanspruchten Gegenstand.

Erfinderische Tätigkeit

Als nächstliegender Stand der Technik sei D1 anzusehen. Die im Streitpatent gelöste Aufgabe sei es, ein weiteres einstufiges Verfahren zur Herstellung restmonomerarmer wässriger Polymerisatdispersionen zur Verfügung zu stellen. D1 weise auf eine Verfahrensvariante zur Verringerung des Restmonomergehalts hin, bei der ein öllöslicher Radikalinitiator in die Vorlage einer Emulsionspolymerisation zugegeben und im Verlauf der radikalischen Polymerisation aktiviert wird. Die einzige Besonderheit des Verfahrens nach Anspruch 1 des Streitpatents sei die Zugabe eines öllöslichen Radikalinitiators in der Vorlage. Diese Maßnahme, sowie der damit zu erzielende Effekt der Verringerung des Restmonomergehalts, sei bereits in D1 offenbart. Damit sei diese Verfahrensvariante für den Fachmann naheliegend. Darüber hinaus umfasse Anspruch 1 auch Verfahrensvarianten, die die gestellte Aufgabe nicht lösten. Die Variante, in der der öllösliche Radikalinitiator und nicht der wasserlösliche Radikalinitiator die Polymerisation des ethylenisch ungesättigten Monomeren initiiert, ermögliche keine Emulsionspolymerisation. Auch die Variante, in der nach dem Ende der Monomerezudosierung oder nach dem Ende der Nachreaktionszeit ohne weiteren Heizvorgang nicht mit Inertgas und/oder Wasserdampf gestrippt wird, löse die Aufgabe nicht.

Auch in D2 werde auf den Einsatz von öllöslichen Radikalinitiatoren in der Vorlage von wässrigen Emulsionspolymerisationen hingewiesen. Somit lege dieses Dokument eine Modifikation des herkömmlichen Zulaufverfahrens der radikalischen Emulsionspolymerisation durch die Maßnahme a2) von

Anspruch 1 der Streitschrift nahe.

XI. Die Argumente der Beschwerdegegnerin lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Hauptantrag

Neuheit

In D1 liegen 30 Gew.-% an wasserlöslichem Radikalinitiator im Polymerisationsgefäß vorab der Monomerendosierung vor. Darüber hinaus werde während der Monomerendosierung lediglich 15 Gew.-% des wasserlöslichen Radikalinitiators zugegeben. In D1 erfolge auch die Monomerendosierung in einem konstanten Temperaturbereich von 65 bis 70 °C und das Reaktionsgemisch werde erst nach der Monomerendosierung und nach Zugabe der Vanadiumverbindung im Beispiel 1 auf eine Endtemperatur von 80 °C bzw. im Beispiel 6 von 75 bis 80°C aufgeheizt. Darüber hinaus offenbare Beispiel 6 von D1 die Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators nicht explizit. Aus den vorgenannten Gründen ergebe sich, dass durch die gemäß D1 offenbarte Verfahrensweise der Gegenstand der vorliegenden Erfindung nicht neuheitsschädlich vorweggenommen wird.

In D2 liege die Gesamtmenge der Monomeren in der Abwesenheit des öllöslichen Radikalinitiators bereits vorab des Polymerisationsbeginns im Polymerisationsgefäß vor. Darüber hinaus offenbare D2 keine Zudosierung des wasserlöslichen Radikalinitiators zur Auslösung der Polymerisationsreaktion, da der in einem Schuss zugegeben werde, wobei auch lediglich 20 bis 50 Gew.-% des wasserlöslichen Radikalinitiators zur Auslösung der Polymerisation und 50 bis 80 Gew.-% in der Phase der Nachpolymerisation zur Vervollständigung

des Monomerenumsatzes eingesetzt werde. D2 offenbare auch keinen Aufheizvorgang von T_S auf T_E während der Zugabe der Monomeren. D2 nehme daher die Neuheit des beanspruchten Gegenstands nicht vorweg.

D6 sei verspätet eingereicht worden. Da D6 allen Beteiligten schon früh im Verfahren bekannt gewesen sei, gebe es keinen Grund, D6 nun in das Beschwerdeverfahren zuzulassen. Darüber hinaus beschreibe D6 ein Suspensionspolymerisationsverfahren und keine Emulsionspolymerisation. D6 sei demnach für den beanspruchten Gegenstand nicht relevant.

Erfinderische Tätigkeit

Gegenüber dem nächstliegenden Stand der Technik D1 sei es die Aufgabe, ein weiteres einstufiges Verfahren zur Herstellung restmonomerenarmer wässriger Polymerisatdispersionen, welches jedoch ohne zusätzliche Reduktionsmittel auskommt, zur Verfügung zu stellen.

Alle Verfahrensvarianten nach Anspruch 1 lösten die gestellte Aufgabe. Anspruch 1 beanspruche ein Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Polymerisatdispersion durch radikalisch initiierte wässrige Emulsionspolymerisation. Es sei dem Fachmann aus dem allgemeinen Fachwissen bekannt, dass eine Emulsionspolymerisation nur von dem wasserlöslichen Radikalinitiator initiiert werden kann. Somit mache es keinen Sinn, einen öllöslichen Radikalinitiator der sich vor dem wasserlöslichen Radikalinitiator zersetzt, zu verwenden. Die Variante in der nach dem Ende der Monomerenzudosierung oder nach dem Ende der Nachreaktionszeit ohne weiteren Heizvorgang mit Inertgas und/oder Wasserdampf gestrippt wird, werde dem

Emulsionspolymerisationsverfahren nachgeschaltet und sei nicht wesentlich für die Polymerisation als solcher. Das Verfahren von D1 zur Herstellung einer restmonomerenarmen wässrigen Polymerisatdispersion sei prinzipiell immer ein zweistufiges Verfahren und somit nicht einstufig. Somit enthalte das Verfahren nach D1 ganz andere Reaktionsschritte als das des Streitpatents. Somit werde das beanspruchte Verfahren durch D1 nicht nahegelegt.

- XII. Die Beschwerdeführerin beantragte die Aufhebung der angefochtenen Entscheidung und den Widerruf des europäischen Patents Nr. 1654291.

Die Beschwerdegegnerin beantragte die Zurückweisung der Beschwerde, hilfsweise die Aufrechterhaltung des Patents in geänderter Fassung gemäß einem der mit Schreiben vom 30. September 2014 eingereichten Hilfsanträge 1 bis 4.

- XIII. Am Ende der mündlichen Verhandlung wurde die Entscheidung der Kammer verkündet.

Entscheidungsgründe

1. Die Beschwerde ist zulässig.

Hauptantrag (wie erteilt)

2. Artikel 54 EPÜ

- 2.1 D1

- 2.1.1 D1 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von wässrigen praktisch restmonomerfreien Polymerdispersionen enthaltend ein Homopolymer oder Copolymer von Acryl- oder Methacrylsäure oder ein Ester davon, welches Verfahren die Behandlung einer Polymerdispersion umfasst, erhalten mittels Emulsionspolymerisation eines Monomeren in Anwesenheit eines gängigen wasserlöslichen Redox-Katalysatorsystems bis der Restmonomergehalt einen etwa konstanten niedrigen Wert erreicht hat, mit einem Perester und/oder Perketal, so dass der Perester und/oder Perketal die Polymerisation der Restmonomere aktiviert bis die Dispersion praktisch restmonomerenfrei wird (Anspruch 1).

- 2.1.2 In Beispiel 1 von D1 wird eine Emulsionspolymerisation von Butylacrylat, Styrol und Acrylsäure beschrieben, in dem ein Perester (tert-Butylperisononat) verwendet wurde (Seite 4, Zeilen 53 bis 79). In diesem Verfahren wurde der wasserlösliche Radikalinitiator (Kaliumperoxidisulfat) zunächst gemeinsam mit Wasser und Emulgatoren in einem Reaktionsgefäß gemischt; anschließend wurde die Hälfte der Mischung ("Ansatz I") aus dem Polymerisationsgefäß (Vorlage) entnommen. Neben

Wasser und Natriumbisulfit wurde noch Kaliumperoxidisulfat in die Vorlage gegeben. Diese Gesamtvorlage wurde auf 60°C aufgeheizt, um den Redoxkatalysator, gebildet aus Kaliumperoxidisulfat und Natriumbisulfit, zu aktivieren. Der Kaliumperoxidisulfat enthaltenden Mischung "Ansatz I" wurden noch Butylacrylat, Acrylsäure und Styrol zugegeben und durch Mischen in eine "Voremulsion" genannte Monomerenemulsion überführt. Diese Monomerenemulsion wurde dann innerhalb von 90 Minuten der auf 65 bis 70°C aufgeheizten Gesamtvorlage zudosiert. Nach Beendigung der Natriummetabisulfit und Kaliumperoxydisulfatzugabe wurde das auspolymerisierte Reaktionsgemisch, in dem der Restmonomerengehalt noch etwa 0,3 bis 0,5% betrug, mit tert-Butylperisononat sowie Vanadyl-p-Toluolsulfonat-Lösung in Isopropyl-Alkohol/Xylol mit 1 % Metallgehalt versetzt. Nach 90 Minuten Nachbehandlung bei 80°C unter Rühren wurde der Restmonomerengehalt unter 0,01 % reduziert.

- 2.1.3 Dieses Verfahren offenbart lediglich die Zugabe der monomerenhaltenden Voremulsion aus dem "Ansatz I" zu dem Reaktionsgemisch aus wasserlösliche Radikalinitiator, Wasser und Emulgatoren über 90 Minuten bei einer Temperatur von 65 bis 70 °C (Seite 4, Zeilen 56 bis 59). Demnach ist die Temperatur des Reaktionsgemisches schon bei 65 bis 70°C vor der Zugabe des Monomeren. Gleichzeitig mit der Zugabe des Monomeren wurde Natriummetabisulfit in Wasser zum Reaktionsgemisch zugegeben. Nach Ende des Voremulsionszulaufs wurde Kaliumperoxidisulfat sowie Natriummetabisulfit in Wasser zugesetzt, um das Reaktionsgemisch auszupolymerisieren (Seite 4, Zeilen 64 bis 70). In Beispiel 1 der D1 wird die Anwesenheit vom öllöslichen Radikalinitiator im Reaktionsgemisch nicht offenbart. Eine Aufheizung des Reaktionsgemisches

wird darin auch nicht beschrieben. Wann die Temperatur auf 80°C erhöht wurde, wie auf Seite 4, Zeilen 76 und 77 offenbart, wird in D1 nicht erläutert. Es kann aus D1 nicht ohne weiteres entnommen werden, dass diese Temperaturerhöhung während der Monomerenzugabe erfolgt ist, da sie ebenso nach dem Voremulsionszulauf erfolgt sein könnte. Somit offenbart D1 nicht die Aufheizung des Reaktionsgemisches während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren auf eine Endreaktionstemperatur T_E .

- 2.1.4 Die Kammer kann sich daher der Auffassung der Beschwerdeführerin nicht anschließen, wonach die Aufheizung des Reaktionsgemisches während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren auf eine Endtemperatur T_E nach Anspruch 1 gemäß Hauptantrag in Beispiel 1 von D1 offenbart sei.
- 2.1.5 Eine Variante der Nachbehandlung der erhaltenen Dispersion mit dem Perester und/oder Perketal wird in D1 auf Seite 2, Zeilen 8 bis 20 offenbart. Darin wird der Perester und/oder das Perketal wahlweise vor Initiierung der Reaktion oder im Laufe der Reaktion zum Emulsionspolymerisationsreaktionsgemisch hinzugefügt (Seite 2, Zeilen 8 bis 20). Das Verfahren von Beispiel 6 entspricht dieser Variante, in der als öllöslicher Radikalinitiator tert-Butyl Perisononat zusammen mit dem Monomergemisch, dem Emulgator und dem wasserlöslichen Radikalinitiator zur Voremulsion "Ansatz I", zugegeben wurde (Seite 4, Zeilen 108 bis 116). In dem Verfahren nach Beispiel 6 lag somit im Reaktionsgemisch vor der Zudosierung des Monomeren und des wasserlöslichen Radikalinitiators kein öllöslicher Radikalinitiator vor, denn dieser wurde erst im Laufe der Polymerisation als Teil der Voremulsion "Ansatz I" zudosiert. Eine Aufheizung des Reaktionsgemisches

während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren auf eine Endtemperatur T_E wird auch wie für Beispiel 1 nicht offenbart. Dieser Variante unterscheidet sich somit vom beanspruchten Gegenstand durch die Abwesenheit des öllöslichen Radikalinitiators im Reaktionsgefäß und durch die Aufheizungsphase.

2.1.6 Der Gegenstand von Anspruch 1 ist daher neu gegenüber D1.

2.2 D2

2.2.1 D2 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Polyvinylacetatdispersionen mit einem Feststoffgehalt über 50%, geeignet als Bindemittel für Klebstoffe, vorzugsweise Holzklebstoffe, unter Anwendung der Batch-Technologie, gekennzeichnet dadurch, dass dem Reaktionsgemisch vor dem Start der Polymerisation ein Retarder in Form einer aromatischen Nitroverbindung sowie eine monoolefinische α,β -ungesättigte Carbonsäure zugesetzt werden (Anspruch 1). In den Beispielen 1, 8 und 9 von D2 wird eine Emulsionspolymerisation von Vinylacetat und Acrylsäure beschrieben. Vor dem Starten der Polymerisation wird das Reaktionsgefäß mit einem Gemisch aus Wasser, Polyvinylalkohol als Emulgator, einem Teil des Vinylacetats und Acrylsäure als Monomere und weiteren Bestandteilen des Reaktionsgemisches beschickt. Nach dem Aufheizen des Reaktorinhalts werden Kaliumpersulfat (ein wasserlöslicher Radikalinitiator) sowie Dibenzoylperoxid (ein öllöslicher Radikalinitiator) zusammen mit etwas Vinylacetat dazugefügt und die Polymerisation wird ausgelöst. Erst in der Phase der Nachpolymerisation, zur Vervollständigung der Monomerumwandlung, wird dem Reaktionsgemisch noch einmal Kaliumpersulfat zugesetzt. Der öllöslicher Radikalinitiator (Dibenzoylperoxid)

wird in den Beispielen 1, 8 und 9 zwar eingesetzt, dieser wird aber erst nach dem Starten der Polymerisation zugeführt. Somit wird die Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators im Reaktionsgefäß nach Anspruch 1 des Hauptantrags in den Beispielen 1, 8 und 9 von D2 nicht offenbart.

- 2.2.2 Eine Zugabe des öllöslichen Radikalinitiators zusammen mit einer Teilmenge des wasserlöslichen Initiators zum Auslösen der Polymerisation und die Nachgabe des restlichen Teils des wasserlöslichen Radikalinitiators in der Phase der Nachpolymerisation ist auf Seite 5 (erster Absatz) von D2 beschrieben. Diese Passage deutet aber nicht auf eine alternative Ausführungsform der Zugabe des öllöslichen Radikalinitiators, wie von der Beschwerdeführerin ausgeführt, hin, sondern beschreibt vielmehr die Art der Zugabe, die schon in den Beispielen 1, 8 und 9 verwendet wurde. Der Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators zusammen mit einer Teilmenge des wasserlöslichen Initiators entspricht somit das Verfahren der Beispiele 1, 8 und 9, in dem ein Gemisch aus Kaliumpersulfat in Wasser und Dibenzoylperoxid in Vinylacetat "vorgelegt" im Sinne von beiseite gestellt wurde, um dann zum Auslösen der Polymerisation zum bereits aufgeheizten Reaktorgemisch aus Wasser, Polyvinylalkohol, Vinylacetat und Acrylsäure zugegeben zu werden. Eine Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators und des wasserlöslichen Initiators im Reaktionsgemisch vor Beginn der Polymerisation findet in D2 keine Offenbarung. Somit ist der beanspruchte Gegenstand neu gegenüber D2.

2.3 D6 (US-A-3,951,925)

2.3.1 D6 wurde erst mit der Beschwerdebegründung eingereicht (dort als D5 bezeichnet). Der Gegenstand von Anspruch 1

wurde im Einspruchsverfahren nicht verändert, so dass kein Anlass bestand, neue Dokumente nachzureichen. D6 wurde im Internationalen Recherchebericht der am 18. Oktober 2004 veröffentlichten zum Streitpatent korrespondierenden internationalen Patentanmeldung genannt und wurde auch im Internationalen vorläufigen Bericht über die Patentierbarkeit vom 10. November 2005 zitiert. D6 war daher schon seit Eintritt in die Europäische Phase der zum Streitpatent korrespondierenden internationalen Patentanmeldung bekannt und hätte schon deswegen während des Einspruchsverfahrens vor der ersten Instanz eingereicht werden können. Daher kann das Argument, dass D6 aus dem Verfahren vor dem USPTO stamme und nur nach Abschluss des dort anhängigen Verfahrens am 10. Oktober 2011 benutzt werden könne, nicht überzeugen.

D6 ist daher als verspätet im Sinne von Artikel 114(2) EPÜ, Artikel 12(4) VOBK zu betrachten, so dass dessen Zulässigkeit im Ermessen der Kammer liegt.

- 2.3.2 D6 betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vinylchloridpolymeren mit verbesserten Eigenschaften, die im Wesentlichen umfasst:
- in einer ersten Stufe die Suspensionspolymerisation in wässriger Phase von Vinylchlorid oder einem Gemisch von Vinylchlorid mit einem weiteren, aus einer spezifischen Gruppe ausgewählten, damit copolymerisierbaren Vinylmonomeren unter Verwendung eines aus einer spezifischen Gruppe gewählten öllöslichen Initiators, das Deaktivieren des öllöslichen Initiators, wenn die Polymerisation zu 15 bis 80% fortgeschritten ist und das Fortsetzen der Polymerisation in einer zweiten Stufe bei einer Temperatur von 30 bis 70°C in Anwesenheit eines aus einer spezifischen Gruppe

gewählten wasserlöslichen Radikalinitiators (Anspruch 1).

Nach D6, Spalte 1, Zeilen 57 bis 67 wird Vinylchlorid oder ein Gemisch von Vinylchlorid und einem weiteren, damit copolymerisierbaren Vinylmonomeren in Gegenwart einer ölorganischen Verbindung, eines monomerlöslichen Katalysators und Calciumphosphat als Dispersionsstabilisator, einer wässrigen Suspensionspolymerisation unterworfen, bei der 0,01 Gew.-% eines wasserlöslichen Persulfats zur Dispersion zugegeben wird.

Es handelt sich demnach in D6 um eine Suspensionspolymerisation und nicht um eine Emulsionspolymerisation, wie in Anspruch 1 des Hauptantrags. Weiterhin offenbart Beispiel 8 von D6 eine Suspensionspolymerisation bei der das Monomer (Vinylchlorid) vor Beginn der Polymerisation in den Reaktor zugegeben wurde, anstatt während der Polymerisation zum Reaktionsgemisch zudosiert zu werden. In Spalte 3, Zeilen 46 bis 55 wird zwar auf die mögliche Zugabe in zwei oder mehr aufgeteilten Portionen des wasserlöslichen radikalischen Radikalinitiators und des Vinylchloridmonomeren, hingewiesen, eine Vorlage des Monomeren im Reaktor vor der Polymerisation wird aber darin nicht offenbart. Vielmehr wird im vorliegenden Satz in Spalte 3, Zeilen 46 bis 53 auf eine Zugabe während der Polymerisation, und zwar sogar nachdem das Verhältnis des gebildeten Polymeren zu dem zugesetzten Monomeren bei der ersten Suspensionspolymerisation 15% bis 80% erreicht hat, hingewiesen. Aufgrund der diesbezüglichen Ausführungen in der D6 kann diese Entgegenhaltung nicht als *prima facie* hochrelevant berücksichtigt werden. D6 wird somit

nicht in das Verfahren zugelassen.

2.4 Da keines der gegen die Neuheit zitierten Dokumente den beanspruchten Gegenstand offenbart, sind die Bedingungen von Artikel 54 EPÜ erfüllt.

3. Erfinderische Tätigkeit

3.1 Nächstliegender Stand der Technik

3.1.1 Das Streitpatent befasst sich mit einem Verfahren zur Herstellung restmonomerenarmen wässriger Polymerisatdispersionen. D1 befasst sich ebenso damit. In der mündlichen Verhandlung vor der Kammer und im Lichte der Neuheitsdiskussion wurde D1 als einziger nächstliegender Stand der Technik von der Beschwerdeführerin wie von der Beschwerdegegnerin D1 angesehen. Die Kammer sieht keinen Grund, von diesem Ansatz abzuweichen, da D1 als einziges Dokument restmonomerenarmen Polymerisatdispersionen beschreibt und von der Parteien keine Argumente vorgetragen wurden, warum D2 oder D6/D5 als nächstliegender Stand der Technik besser geeignet wäre als D1.

3.2 Technische Aufgabe

3.2.1 Laut Absätze 1 und 7 ist es die Aufgabe des Streitpatents, ein einstufiges Verfahren zur Herstellung einer restmonomerenarmen wässrigen Polymerisatdispersion durch radikalisch initiierte wässrige Emulsionspolymerisation von wenigstens einer ethylenisch ungesättigten Verbindung zur Verfügung zu stellen.

3.2.2 Das erfindungsgemäße Beispiel des Streitpatents erläutert die Herstellung einer wässrigen

Polymerisatdispersion durch eine radikalisch initiierte wässrige Emulsionspolymerisation. In einem Reaktionsgefäß wurden Wasser, Itaconsäure, Dispergiermittel (Texapon NSO IS, wässriger Polymerlatex), und ein öllöslicher Radikalinitiator (Trigonox C) sowie eine Teilmenge eines Zulaufs I aus Wasser, Natriumhydroxid, Acrylsäure, tert-Dodecylmercaptan und Styrol bei 20 bis 25°C vorgelegt. Die so hergestellte Vorlage wurde unter Rühren in einer Stickstoffatmosphäre auf 95°C erhitzt. Bei Erreichen von 95°C wurden unter Rühren und gleichzeitig beginnend, die Restmenge des Zulaufs I sowie die Gesamtmengen der Zuläufe II (bestehend aus Butadien) und III (bestehend aus einem wasserlöslichen Radikalinitiator - wässrige Lösung von Natriumperoxidisulfat) mit gleichbleibenden Zulaufströmen zudosiert, wobei man die Reaktionstemperatur durch die freiwerdende Polymerisationswärme auf 120°C ansteigen ließ. Nach Beendigung der Zuläufe I bis III wurde das Polymerisationsgemisch noch zwei Stunden bei 120°C unter Stickstoffatmosphäre gerührt. Anschließend wurde das Polymerisationsgemisch auf 60°C abgekühlt. Danach kühlte man die erhaltene wässrige Polymerisatdispersion auf Raumtemperatur ab. Die erhaltene wässrige Polymerisatdispersion wies einen Polymerisatfeststoffgehalt von 52 Gew.-% und einen Restmonomergehalt von 1570 ppm Styrol und 840 ppm Acrylsäure auf.

- 3.2.3 Bei dem Vergleichsbeispiel verlief das Verfahren generell wie im erfindungsgemäßen Beispiel mit der Ausnahme, dass Zulauf III aus einer wässrigen Lösung von Natriumformaldehylsulfoxylat als Reduktionsmittel anstatt dem wasserlöslichen Radikalinitiator bestand. Die erhaltene wässrige Polymerisatdispersion wies einen

Polymerisatfeststoffgehalt von 50 Gew.-% und einen Restmonomergehalt von 3550 ppm Styrol und 1910 ppm Acrylsäure auf.

- 3.2.4 Ein Vergleich der Restmonomergehalten beider Polymerisatdispersionen zeigt jedoch, dass das erfindungsgemäße Verfahren ohne Reduktionsmittel auskommt und zu Polymerisatdispersionen führt, die weniger Restmonomer enthalten (1570 ppm Styrol und 840 ppm Acrylsäure verglichen mit 3550 ppm Styrol und 1910 ppm Acrylsäure) als die Polymerisatdispersion des Vergleichsbeispiel, die mit einem Reduktionsmittel durchgeführt werden. Somit machen die Beispiele plausibel, dass das Patent ein weiteres einstufiges Verfahren zur Herstellung restmonomerenarmer wässriger Polymerisatdispersionen zur Verfügung stellt, welches jedoch ohne zusätzliche Reduktionsmittel auskommt. Da allerdings das Polymerisationsverfahren nach dem Vergleichsbeispiel des Patents sich erheblich von dem aus dem nächstliegenden Stand der Technik D1 unterscheidet (unterschiedlicher Polymerisationsablauf, unterschiedliche Komponente, kein wasserlösliches Radikalinitiator), kann ein Vergleich beider Verfahren eine Verbesserung des beanspruchten Verfahrens nicht beweisen.

3.3 Lösung der Aufgabe

- 3.3.1 Anspruchsgemäß wird diese Aufgabe durch den Gegenstand des Anspruchs 1 gelöst und insbesondere durch die Vorlage im Reaktionsgefäß a2) wenigstens einer Teilmenge wenigstens eines öllöslichen Radikalinitiators und d) während der Zudosierung des wenigstens einen Monomeren das Reaktionsgemisch auf eine Endreaktionstemperatur T_E aufheizt.

3.3.2 Da Anspruch 1 eine wässrige Emulsionspolymerisation zum Gegenstand hat, setzt das beanspruchte Verfahren implizit voraus, dass der wasserlösliche Radikalinitiator sich so verhält, dass er die Polymerisation des ethylenisch ungesättigten Monomeren initiiert. In Anspruch 1 wird die Temperatur, bei der die Emulsionspolymerisation durch den wasserlöslichen Radikalinitiator initiiert wird dann sinngemäß als Startreaktionstemperatur bezeichnet. Diese wird durch die Beschreibung bestätigt: Die Funktion des wasserlöslichen Radikalinitiators als Radikalinitiator der wässrigen Emulsionspolymerisation geht aus Absatz 26 hervor. Dass dies dem Fachmann auf dem Gebiet der Emulsionspolymerisation schon längst vor Prioritätsdatum des Streitpatents bekannt war, ist aus Absatz 4 ersichtlich. Auch die Zeilen 37 und 38 der Seite 2 offenbaren, dass eine wässrige Emulsionspolymerisation durch den wasserlöslichen Radikalinitiator initiiert wird. Somit findet die in Anspruch 26 als verfahrenswesentlich bezeichnete Auswahl des wasserlöslichen Radikalinitiators implizit einen Niederschlag im Anspruch 1 des Hauptantrags. Der totale Verbrauch des öllöslichen Radikalinitiators unter der Startreaktionstemperatur würde im Kontext des Anspruchs 1 keinen technischen Sinn ergeben, da die Emulsionspolymerisation durch den wasserlöslichen Radikalinitiator und nicht durch den öllöslichen Radikalinitiator initiiert wird. Demnach hätte der öllösliche Radikalinitiator zur Herstellung der wässrigen Polymerisatdispersion überhaupt keine Funktion und würde dann kein essentielles Merkmal des Anspruchs 1 darstellen. Diese Interpretation ist weder durch die Formulierung von Anspruch 1 noch durch die Beschreibung gestützt. Die Auswahl eines öllöslichen Radikalinitiators, der bis zur Ende der Reaktion nicht reagieren würde, d.h.,

nach Erreichen der Endreaktionstemperatur radikalisch nicht aktiv wäre, wäre auch überflüssig und würde im Sinne der Herstellung der wässrigen Polymerisatdispersion nach Anspruch 1 keinen Sinn ergeben. Auch diese Interpretation des Anspruchs ist weder durch deren Formulierung noch durch die Beschreibung des Streitpatents gestützt.

- 3.3.3 Absatz 60 des Streitpatents offenbart, dass die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zugänglichen wässrigen Polymerisatdispersionen nach Ende der Monomerenzudosierung oder vorteilhaft nach Ende der Nachreaktionszeit zur Entfernung eventuell noch störender leichtflüchtiger Komponenten ohne weiteren Heizvorgang mit Inertgas und/oder Wasserdampf gestrippt werden können. Demnach sollen lediglich die erwähnten Polymerisatdispersionen durch die obengenannten Verfahrensschritten behandelt werden können. Diese Behandlung wird im Streitpatent nicht als erforderlich beschrieben, sondern soll durchgeführt werden können, wenn eventuell noch störende leichtflüchtige Komponenten entfernt werden sollen
- "Verfahrenswesentlich ist, dass die **nach dem erfindungsgemäßen Verfahren** zugänglichen wässrigen Polymerisatdispersionen nach dem Ende der Monomerenzudosierung oder vorteilhaft nach dem Ende der Nachreaktionszeit **zur Entfernung eventuell noch** störender leichtflüchtigen Komponenten ohne weiteren Heizvorgang mit Inertgas und/oder Wasserdampf gestrippt werden können." (Hervorhebung durch die Kammer). Somit ist diesen Absatz so zu verstehen, dass das Verfahren so gestaltet werden muss, dass eine eventuelle Nachbehandlung der Polymerisatdispersion zur Entfernung eventuell noch störender leichtflüchtigen Komponenten ohne weiteren Heizvorgang möglich sein müsste. Die so beschriebene Nachbehandlung ist aber nicht teils des

beanspruchten Verfahrens sondern betrifft an sich weitere Schritte der Behandlung der Polymerisatdispersion die nach Herstellung der wässrigen Polymerisatdispersion eingesetzt werden können. Die Beschwerdekammer kann in Absatz 60 keine zwingenden in Anspruch 1 abwesenden Merkmale erkennen.

3.3.4 Die in den obigen Punkten 3.2.2 bis 3.2.4 durchgeführte Analyse des erfindungsgemäßen Beispiels macht plausibel, dass die gestellte technische Aufgabe auch durch den Gegenstand des Anspruchs 1 gelöst wird.

3.4 Naheliegen der Lösung

3.4.1 D1 lehrt, während der Monomerzudosierung eine temperaturkontrollierte Polymerisationsreaktion durchzuführen und erst im Anschluss daran eine Aufheizung und eine anschließende Nachpolymerisation, initiiert durch Temperaturerhöhung (Seite 2, Zeilen 13 bis 20) und/oder durch Zugabe von Zerfallsbeschleuniger (wie z. B. Vanadiumsalzen) (Seite 3, Zeilen 70 bis 83).

Wie unter Punkt 2.1 ausgeführt, offenbart D1 nur die Zugabe des Peresters und/oder Perketals zur Emulsion und nicht zum Reaktionsgemisch, aus dem die Emulsion entnommen wird (Seite 2, Zeilen 8 bis 20). Somit deutet D1 nicht auf eine Vorlage des Peresters und/oder Perketals vor Beginn der Polymerisation im Reaktor als eine alternative Ausführungsform des Polymerisationsverfahrens hin.

Daher legt D1 allein das beanspruchte Verfahren nicht nahe.

3.4.2 In D2 wird die Emulsionspolymerisation von Vinylacetat so durchgeführt, dass die erforderlichen Komponenten,

wie das Monomer, der Emulgator bzw. das Schutzkolloid, die Puffersubstanzen sowie die erfindungsgemäßen Zusätze zunächst im Reaktor vorgelegt werden und die Polymerisation nach dem Aufheizen des Reaktionsgemisches durch Zugabe einer entsprechenden Radikalinitiatormenge bei einer Temperatur zwischen 40 und 100°C gestartet wird (Absatz auf Seiten 3 und 4). Demnach offenbart D2 die Aufheizung des Reaktionsgemisches nach Vorlage des Monomeren. Somit deutet D2 nicht auf die Zudosierung des wenigstens einen Monomeren in das Reaktionsgemisch während der Aufheizung auf die Endreaktionstemperatur hin.

Auch in D2 wird auf die Vorlage des öllöslichen Radikalinitiators im Reaktionsgemisch vor Beginn der Polymerisation nicht hingedeutet. In D2 wird vielmehr ein Gemisch aus einem wasserlöslichen Radikalinitiator und einem öllöslichen Radikalinitiator mit einer Teilmenge des Monomeren zum Auslösen der Polymerisation in das aufgeheizte Reaktionsmedium vorgelegt, was im Kontext der D2 als "dazu gegeben" verstanden wird (Beispiel 1; Seite 5, erster Absatz).

3.4.3 Im Streitpatent wird jedoch während der Monomerzudosierung eine Aufheizung von T_S nach T_E vorausgesetzt, wie im Beispiel gezeigt (Seite 10, Zeilen 39 bis 42). Somit handelt es sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren gemäß Anspruch 1 um ein grundsätzlich unterschiedliches Verfahren, das vom nächstliegenden Stand der Technik D1 nicht im Sinne des Artikels 56 EPÜ nahegelegt wird.

3.4.4 Da D2 auf die Anwesenheit des öllöslichen Radikalinitiators im Reaktionsgemisch vor Initiierung der Emulsionspolymerisation nicht hindeutet, kann dieses Merkmal durch D2 in Kombination mit D1 nicht

nahegelegt werden.

3.4.5 Der Gegenstand von Anspruch 1 ist daher erfinderisch.
Die abhängigen Ansprüche 2 bis 11 sind aus dem selben
Grund erfinderisch.

3.4.6 Der Hauptantrag erfüllt die Voraussetzungen des
Artikels 56 EPÜ.

Entscheidungsformel

Aus diesen Gründen wird entschieden:

Die Beschwerde wird zurückgewiesen.

Die Geschäftsstellenbeamtin: Im Auftrag der Vorsitzenden
(Artikel 8(3) VOBK):



B. ter Heijden

C. Brandt

Entscheidung elektronisch als authentisch bestätigt