

Veröffentlichung im Amtsblatt	Ja/Nein
Publication in the Official Journal	Yes/No
Publication au Journal Officiel	Oui/Non

Aktenzeichen / Case Number / N° du recours : T 280/88 - 3.3.3

Anmeldenummer / Filing No / N° de la demande : 81 420 077.0

Veröffentlichungs-Nr. / Publication No / N° de la publication : 0 041 035

Bezeichnung der Erfindung: Polyesterers pour emballages à usage alimentaire
Title of invention: et leur procédé d'obtention
Titre de l'invention :

Klassifikation / Classification / Classement : C08G 63/16

ENTSCHEIDUNG / DECISION

vom / of / du 13 décembre 1990

Anmelder / Applicant / Demandeur :

Patentinhaber / Proprietor of the patent /
Titulaire du brevet : RHONE-POULENC SPECIALITES-CHIMIQUES

Einsprechender / Opponent / Opposant :
01 AKZO
02 HOECHST

Stichwort / Headword / Référence :

EPÜ / EPC / CBE Articles 54, 56, 111

Schlagwort / Keyword / Mot clé : "Nouveauté du procédé et du produit (oui)" -
"Activité inventive du procédé et du produit
(oui)" - "Evocation"

Leitsatz / Headnote / Sommaire



N° du recours : T 280/88 - 3.3.3

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.3.3
du 13 décembre 1990

Requérante :
(Titulaire du brevet)

RHONE-POULENC SPECIALITES CHIMIQUES
"Les Miroirs"
18, Avenue d'Alsace
F-92400 Courbevoie
(FR)

Mandataire :

Trolliet, Maurice
Rhône-Poulenc Recherches
Service Brevets Chimie et Polymères
Centre de Recherche de Saint-Fons B.P. 62
F-69192 St.-Fons Cédex
(FR)

Adversaire :
(Opposant 01)

AKZO
Velperweg 76
P.O.Box 9300
NL-6800 BM Arnhem
(NL)

Mandataire :

Van Zalinge, Roelof
R. Sieders C.A.
P.O. Box 314
NL-6800 AH Arnhem
(NL)

Adversaire :
(Opposant 02)

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
Zentrale Patentabteilung
Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt am Main 80
(DE)

Décision attaquée :

Décision de la division d'opposition de
l'Office européen des brevets du 20 mai 1988
par laquelle le brevet n° 0 041 035 a été
révoqué conformément aux dispositions de
l'article 102(1) CBE

Composition de la Chambre :

Président : F. Antony
Membres : C. Gérardin
C. Payraudeau

Exposé des faits et conclusions

- I. La demande de brevet européen n° 81 420 077.0 déposée le 19 mai 1981, pour laquelle a été revendiquée la priorité du 20 mai 1980 fondée sur un dépôt antérieur en France, a donné lieu le 21 novembre 1984 à la délivrance du brevet européen n° 41 035.

La revendication 1 du premier jeu de 6 revendications (Etats contractants : DE, FR, GB, IT et NL) s'énonce comme suit :

"Procédé de préparation de polytéréphtalate d'éthylène glycol par estérification ou transestérification de l'acide téréphtalique ou de ses dérivés fonctionnels par l'éthylène glycol et polycondensation en présence de catalyseurs, jusqu'à obtention d'un précurseur puis post-condensation du précurseur jusqu'à une viscosité intrinsèque comprise entre 0,65 et 1,05 dl/g, caractérisé en ce que, pour la formation du précurseur d'une viscosité intrinsèque comprise entre environ 0,55 et environ 0,70 dl/g, la polycondensation est réalisée en présence d'au moins un modifiant copolymérisable retardateur de cristallisation choisi parmi un ou plusieurs acides polycarboxyliques et/ou alcools polyhydriques en quantité comprise entre 1,5 et 7,5% (en moles par rapport à l'ensemble diacide ou diester + retardateur), à une température inférieure à 290°C et est limitée à un degré compris entre 75 et 90% du degré de polycondensation maximal accessible évalué d'après la viscosité intrinsèque."

La revendication 1 du deuxième jeu de 5 revendications (Etat contractant : AT) est également une revendication de procédé de préparation de polytéréphtalate d'éthylène glycol reprenant intégralement les caractéristiques ci-dessus, le polymère étant en outre identifié par sa teneur

résiduelle en acétaldéhyde, sa vitesse de reformation d'acétaldéhyde à 220°C et sa vitesse de cristallisation.

II. Deux oppositions ont été formées contre ce brevet européen le 30 juillet 1985 par l'opposante 1 (intimée 1) et le 10 août 1985 par l'opposante 2 (intimée 2). Les opposantes ont requis la révocation du brevet pour défaut de nouveauté et d'activité inventive (article 100a) CBE) en s'appuyant en particulier sur les documents suivants :

- (1) DE-A-2 919 008
- (2) NL-A-7 804 764
- (4) DD-A-94 985.

Par lettre du 8 janvier 1986 reçue le 11 janvier 1986, la titulaire (requérante) a modifié la revendication 1 des deux jeux de revendications en précisant que la quantité de di- et/ou triéthylène glycol était limitée à une valeur inférieure à 3,5% (en moles par rapport au(x) diacide(s) engagé(s)).

III. Par décision signifiée le 20 mai 1988, la Division d'opposition a révoqué le brevet en litige pour défaut d'activité inventive de l'objet de la revendication 1. Dans cette décision, il était indiqué que le procédé décrit dans le document (1) permettait précisément de préparer un polytéréphtalate d'éthylène glycol (PET) ayant à la fois une faible teneur résiduelle en acétaldéhyde (AA) et une faible vitesse de reformation d'AA, et convenant à la fabrication de bouteilles destinées au conditionnement des eaux minérales. L'objectif que s'était fixée la requérante apparaissait donc comme une simple alternative à ce procédé. Les deux mesures mises en oeuvre pour y parvenir, c'est-à-dire, d'une part, l'utilisation d'un agent retardateur de cristallisation, et, d'autre part, la limitation du degré de polycondensation du précurseur, étant elles-mêmes suggérées par les documents (2) et (4), l'objet de la revendication 1 n'impliquait pas d'activité inventive.

IV. Le 25 juin 1988, la requérante a formé un recours à l'encontre de cette décision, en acquittant simultanément la taxe prescrite et en exposant les motifs du recours dans un mémoire déposé le 20 août 1988. La requérante y soulignait que le procédé revendiqué permettait de préparer un PET compatible avec le conditionnement des eaux minérales, lequel se posait en des termes plus contraignants que celui des boissons gazeuses évoqué dans le document (1) ; en effet, le polymère susceptible d'être mis en oeuvre devait présenter une teneur résiduelle en AA et une vitesse de reformation d'AA inférieures aux valeurs requises dans l'art antérieur. Ces caractéristiques améliorées exigeaient la maîtrise simultanée de la composition du polycondensat, en l'espèce les quantités de motifs dérivés de l'agent retardateur de cristallisation et de di- et/ou triéthylène glycol, et du degré d'avancement de la polycondensation. Rien dans l'art antérieur opposé ne suggérerait la combinaison de ces deux mesures.

En annexe de ce mémoire, la requérante a déposé à titre de requêtes subsidiaires deux jeux de revendications comprenant chacun une version unique valable pour tous les Etats contractants.

V. Dans leurs mémoires en réponse déposés respectivement le 8 décembre 1988 et le 2 mars 1989, les deux intimées ont d'abord fait valoir que l'amélioration des propriétés du PET invoquée par la requérante - teneur résiduelle en AA et vitesse de reformation d'AA plus faibles que dans le document (1) - n'était pas établie ; de même, les exemples comparatifs 2 et 5 apportaient la preuve que la teneur en di- et/ou triéthylène glycol selon la revendication 1 n'était pas un paramètre critique du procédé pour obtenir un PET satisfaisant. Par ailleurs, il était raisonnable d'admettre que, bien que n'étant pas explicitement mentionnées, la température de polycondensation et la teneur en diéthylène glycol dans le procédé selon le document (2) satisfaisaient aux conditions requises dans le brevet en

litige ; de ce fait, le procédé revendiqué n'était donc plus nouveau à l'égard de l'exemple 1 de ce document. A tout le moins, le procédé revendiqué découlait de manière évidente de l'enseignement combiné des documents (1), (2) et (4) et, à ce titre, n'impliquait pas d'activité inventive.

VI. La requérante requiert que la décision attaquée soit annulée et que le brevet soit maintenu sur la base des revendications telles que délivrées et modifiées le 11 janvier 1986 à titre de requête principale, ou sur la base d'un des deux jeux de revendications déposés le 20 août 1988 à titre de requêtes subsidiaires.

Les intimées concluent au rejet du recours.

Motifs de la décision

1. Le recours répond aux conditions énoncées aux articles 106 à 108 ainsi qu'à la règle 64 CBE ; il est donc recevable.
2. Le libellé des revendications satisfait aux dispositions de l'article 123 CBE.

La revendication 1 du premier jeu de revendications (Etats contractants :DE, FR, GB, IT; NL) correspond à la revendication 1 de ce jeu du brevet délivré, dans laquelle il a été indiqué que la quantité de di- et/ou triéthylène glycol était limitée à une valeur inférieure à 3,5% (en moles par rapport au(x) diacide(s) engagé(s)). Cette revendication correspond elle-même à la revendication 3 de procédé de préparation telle que déposée, dans laquelle il a été précisé que le modifiant retardateur de cristallisation est choisi parmi un ou plusieurs acides polycarboxyliques et/ou alcools polyhydriques. Les deux ajouts sont mentionnés au passage de la page 3, ligne 37 à la page 4,

ligne 4 de la demande d'origine qui correspond à la colonne 3, lignes 16 à 21 du brevet délivré. Les revendications 2 à 6 sont identiques aux revendications 2 à 6 telles que délivrées, qui correspondent successivement aux revendications 2 et 3 du deuxième jeu de revendications, 1,5 et 6 du premier jeu de revendications tels que déposés.

La revendication 1 du deuxième jeu de revendications (Etat contractant : AT) correspond à la revendication 1 de ce jeu telle que délivrée, dans laquelle a été incorporée la condition relative à la teneur en di- et/ou triéthylène glycol mentionnée ci-dessus ; la revendication 1 telle que délivrée correspond elle-même à la revendication 1 d'origine de ce jeu, dans laquelle ont été précisées les caractéristiques de teneur résiduelle en AA, de vitesse de reformation d'AA et d'absence de cristallisation auxquelles doit satisfaire le PET. Ces trois caractéristiques sont divulguées dans la revendication 1 du premier jeu de revendications ci-dessus. Quant aux revendications 2 à 5, elles sont identiques aux revendications du brevet délivré et de la demande d'origine.

3. L'objet du brevet en litige concerne un procédé de préparation de PET, le polymère susceptible d'être ainsi obtenu et son utilisation pour le moulage d'articles d'emballages destinés au conditionnement de denrées alimentaires, en particulier la fabrication de bouteilles biorientées destinées au conditionnement des eaux minérales plates et gazeuses. Un procédé de ce type visant à la préparation de PET convenant à la fabrication de récipients destinés à l'industrie alimentaire est divulgué dans le document (1) que la Chambre, comme la Division d'opposition, considère comme l'état de la technique le plus proche. Ce procédé a pour point de départ un polycondensat préparé de manière conventionnelle, c'est-à-dire par estérification ou transestérification de l'acide téréphtalique ou de ses esters par l'éthylène glycol, suivie d'une réaction de

polycondensation conduite en présence d'un catalyseur à une température de 285°C et sous une pression de 1,33 mbar (page 10, lignes 19 à 27). Ce précurseur est ensuite soumis à une réaction de post-condensation à l'état solide à une température comprise entre 180 et 220°C, qui se traduit par une élévation de la viscosité intrinsèque de 0,60 à 0,95 dl/g et qui a un double effet de stabilisation ; d'une part, la quantité d'AA dans les granulés de PET est réduite à une teneur inférieure à 2,5 ppm, et, d'autre part, la vitesse de reformation d'AA est limitée à une valeur inférieure à 3 ppm/min mesurée à 280°C (revendication 1 en combinaison avec page 12, ligne 14 à page 13, ligne 11).

Bien que ces valeurs soient tout à fait satisfaisantes pour des bouteilles destinées au conditionnement de boissons gazeuses du genre bière ou boissons aromatisées (page 24, ligne 14 à page 25, ligne 28), elles demeurent trop élevées pour envisager le stockage pendant une durée prolongée d'eaux minérales, dont la sensibilité organoleptique est plus élevée.

A la lumière de cet art antérieur, le problème technique à résoudre peut être vu dans la mise à disposition d'un procédé qui, sans compromettre l'aptitude du PET au moulage d'articles transparents à parois relativement épaisses, permet d'obtenir un polymère amélioré du point de vue de sa teneur résiduelle en AA et de sa vitesse de reformation d'AA.

Selon le brevet en litige ce problème est schématiquement résolu en conduisant la réaction de polycondensation en présence d'une quantité spécifique d'un agent modifiant retardateur de cristallisation et en imposant une limite supérieure à la quantité de di- et/ou triéthylène glycol incorporé dans la chaîne, cette réaction étant interrompue avant son terme de manière à obtenir un précurseur ayant une viscosité intrinsèque comprise entre 0,55 et 0,70 dl/g

correspondant à 75 à 95% du degré de polycondensation maximal.

4. Les intimées ont fait valoir qu'aucune des composantes du problème technique ainsi défini n'était en fait résolue.

4.1 De l'analyse du document (1) dans le paragraphe précédent, il ressort que la revendication 1 prévoit un taux résiduel en AA inférieur à 2,5 ppm ; selon la description (page 18, lignes 30 à 34), la teneur préférée est même inférieure à 1,5 ppm ; en pratique (page 29, tableau I), ce paramètre est simplement indiqué comme étant inférieur à 2 ppm. Par définition, l'intervalle inférieur à 2 ppm s'étend jusqu'à la valeur idéale de 0 ppm et chevauche ainsi largement le domaine inférieur à 1,25 jusqu'à 0 ppm visé par la requérante. Dans la mesure où, cependant, la seule donnée d'un intervalle ne renseigne pas sur les taux résiduels en AA réellement obtenus, une comparaison objective des valeurs de ce paramètre dans le document (1) et dans le brevet en litige est impossible. A défaut d'élément de comparaison apporté par les intimées, qui, dans le cas d'espèce, ont la charge de la preuve (voir Décision T 219/83 du 23 novembre 1985 publiée au JO OEB, 7/1986, 211, en particulier point 12, les deux derniers paragraphes), démontrant que le taux résiduel en AA des polyesters préparés par le procédé du document (1) couvre une plage en deçà de 1,25 ppm, la Chambre estime que la teneur résiduelle en AA de 0,9 ppm mentionnée pour les granulés de PET préparé selon l'exemple 1 du brevet attaqué plaide en faveur de la thèse de la requérante, autrement dit, que le procédé revendiqué permet effectivement d'abaisser le taux résiduel en AA par rapport au procédé de l'art antérieur.

4.2 Selon le document (1), la vitesse de reformation d'AA est généralement inférieure à 3, de préférence comprise entre 2,2 et 2,6 ppm/min (page 18, ligne 34 à page 19, ligne 2) ; dans le passage relatif à la méthode de

mesure (page 12, lignes 14 à page 13, ligne 11), il est précisé que ce paramètre est déterminé à 280°C et que la température de mesure a elle-même une influence considérable sur le résultat de cette mesure. Comme l'a souligné la requérante dans son mémoire en réponse déposé le 11 janvier 1986 en procédure d'opposition (page 4, point 2, paragraphes 2 et 3), la température de mesure retenue dans le document opposé implique que le PET se trouve à l'état fondu puisque la température de fusion de ce polymère est de l'ordre de 255°C. A l'état fondu, les nombreux types de réactions de dégradation thermique qui se développent dans le polymère favorisent la reformation d'AA ; comme ce phénomène dépend pour une large part de l'évolution du polymère à cet état, la comparaison entre divers PET ne fournit pas d'information exploitable sur les propriétés du polymère avant fusion, c'est-à-dire à l'état solide, qui est le critère essentiel pour juger de la qualité du polyester destiné à la fabrication de corps creux. De plus, le taux de production d'AA mesuré uniquement à 280°C ne saurait constituer le paramètre pertinent de la vitesse de formation d'AA lors du moulage, étant donné que les températures de mise en oeuvre peuvent varier entre des limites relativement larges selon la composition exacte du polyester et les conditions de post-condensation retenues lors de sa préparation. Pour ces diverses raisons, la définition du taux de production d'AA selon le document (1) est dénuée de toute signification pratique pour l'obtention d'objets moulés à très faible teneur d'AA.

Bien que le mémoire en réponse ci-dessus précise encore qu'il n'existe pas de corrélation permettant d'évaluer la vitesse de reformation d'AA à l'état solide quand on connaît les résultats à l'état fondu, la requérante a indiqué dans son mémoire de recours (page 8, paragraphe 1) que des PET possédant une vitesse de reformation d'AA de l'ordre de 2 à 3 ppm/min mesurée à 280°C, tels que décrits dans le document (1), reformeraient entre 6 et 10 ppm d'AA

au cours de la mise en oeuvre et la transformation à l'état fondu en préforme et que de telles performances correspondaient en fait à celles de PET connus antérieurement à la date de priorité du brevet en litige. Les intimées n'ayant pas apporté la preuve du contraire, la Chambre ne peut qu'accepter l'argumentation et la conclusion de la requérante, selon lesquelles les valeurs inférieures à 5 ppm/heure - non par minute comme le sous-entend l'intimée 1 - de la vitesse de reformation d'AA déterminée dans le brevet attaqué à 220°C, donc pour des PET à l'état solide, sont des valeurs faibles compatibles avec l'application envisagée.

4.3 En s'appuyant sur les résultats expérimentaux des exemples 3 et 5 du brevet en litige, l'intimée 1 a fait valoir qu'il n'y avait pas de corrélation apparente entre la quantité de di- et/ou triéthylène glycol et l'ensemble des propriétés du PET (mémoire déposé le 8 décembre 1988, page 2, paragraphes 3 et 4).

Outre une certaine teneur résiduelle en AA et une certaine vitesse de reformation d'AA à 220°C, les PET susceptibles d'être obtenus par le procédé revendiqué doivent présenter une vitesse de recristallisation réduite lors de la trempe. La description du brevet en litige (colonne 3, lignes 29 à 33 ; colonne 5, lignes 15 à 19 ; colonne 5, ligne 65 à colonne 6, ligne 9) souligne en effet l'intérêt de pouvoir mouler des articles à parois relativement épaisses, en l'occurrence au moins 4 mm, sans qu'apparaisse un trouble résultant de la cristallisation. Les PET préparés selon les exemples de référence 1 et 2 possèdent ainsi, outre un taux résiduel en AA et une vitesse de reformation d'AA à 220°C satisfaisants, une vitesse de cristallisation acceptable permettant le moulage de plaques amorphes et totalement transparentes d'épaisseur égale respectivement à 5 et 4,5 mm. Dans l'exemple comparatif 3, dans lequel aucun modifiant retardateur de cristallisation, n'est mis en oeuvre, l'épaisseur de la préformé

amorphe ne dépasse pas 3 mm ; dans l'exemple comparatif 5, au contraire, la présence de di- et/ou triéthylène glycol en excès n'est pas préjudiciable à une faible vitesse de cristallisation, mais se traduit par une dégradation des deux caractéristiques relatives à l'AA.

Il ressort de ces exemples comparatifs que la combinaison de propriétés visées par la requérante ne peut être obtenue que si, indépendamment de la viscosité intrinsèque, toutes les conditions de structure selon la revendication 1 sont simultanément remplies, c'est-à-dire si la réaction de polycondensation est réalisée en présence de 1,5 à 7,5% en moles d'au moins un modifiant retardateur de cristallisation et si la quantité de di-et/ou triéthylène glycol est limitée à une valeur inférieure à 3,5% en moles par rapport au(x) diacide(s) engagé(s).

4.4 Pour les diverses raisons ci-dessus, la Chambre considère que la requérante a établi de façon crédible que la revendication 1 du brevet en litige définit un procédé qui permet de préparer un PET présentant en combinaison les propriétés recherchées et apporte, par là-même, une solution au problème technique défini ci-dessus.

5. L'intimée 2 a, par ailleurs, soulevé une objection de défaut de nouveauté du procédé revendiqué sur la base de l'enseignement de l'exemple 1 du document (2) (mémoire déposé le 3 mars 1989, page 7, paragraphe 2). Ce document décrit un procédé de formage de corps creux par biétirage - soufflage dans un moule à partir de feuilles, préformes ou paraisons en matière thermoplastique. Ce matériau, qui est avantageusement un polyester contenant, d'une part, au moins 95 % d'unités dérivées de l'acide téréphtalique et, d'autre part, au moins 98 % d'unités dérivées de l'éthylène glycol, et possédant une viscosité intrinsèque comprise entre 0,60 et 1,10 dl/g, est d'abord porté à la température de biorientation, puis maintenu au moyen d'une

pression interne au contact de la paroi du moule de soufflage chaud à température modérée ; le corps creux ainsi formé est finalement soumis à un refroidissement et/ou à un resoufflage à pression élevée (revendication 1 ; page 6, lignes 17 à 24). Le polymère mis en oeuvre dans l'exemple 1 est un copolymère de PET contenant 2,5 % d'unités dérivées de l'acide isophtalique, possédant une viscosité intrinsèque de 0,98 dl/g et préparé par post-condensation sous vide d'un précurseur ayant une viscosité intrinsèque de 0,65 dl/g. Même si l'on peut admettre, comme l'ont soutenu les intimées, que le produit final comprend 1 à 3 % d'unités de téréphtalate de di-et/ou triéthylène glycol, rien ne permet d'affirmer que la viscosité intrinsèque du précurseur se trouve dans l'intervalle compris entre 75 et 90% de la viscosité maximale possible. Au contraire, selon les précisions apportées en procédure d'opposition (mémoire déposé le 11 janvier 1986, pages 5/6, point B/II) par la requérante, qui est aussi la déposante du document (2), la condition relative au degré de polycondensation du précurseur requise dans le brevet en litige ne serait remplie. Dans le document opposé, le précurseur aurait en effet été préparé en utilisant un catalyseur de polycondensation à base de germanium dont l'efficacité relativement faible n'aurait permis d'atteindre la viscosité intrinsèque de 0,65 dl/g qu'en poussant la polycondensation jusqu'à son terme maximum. En l'absence de contestation ou preuve contraire de la part des intimées, la Chambre ne peut qu'accepter cette interprétation de la requérante.

Après examen des autres documents cités, la Chambre est parvenue à la conclusion que le procédé revendiqué n'y est pas divulgué et qu'à cet égard également la condition de nouveauté est satisfaite.

6. Il reste à examiner si l'objet du brevet en litige tel que défini dans la revendication 1 implique une activité inventive.

6.1 Les mesures préconisées dans le document (1) pour stabiliser le PET ne suggèrent ni les caractéristiques de structure, ni le contrôle de la viscosité intrinsèque imposés au précurseur dans le procédé revendiqué.

Dans ce document, le terme PET englobe des polyesters modifiés non seulement par des composés difonctionnels, comme des diols, des diacides ou des hydroxyacides, mais encore des agents de réticulation et des agents de fin de chaîne (page 9, ligne 21 à page 10, ligne 7). Cette définition relativement large n'établit donc aucune différence entre des polymères modifiés ayant une vitesse de cristallisation retardée pouvant résulter de la cocondensation d'acide isophtalique, d'une part, et des polymères à cristallisation accélérée comprenant des agents polyfonctionnels, d'autre part. En outre, selon la requérante (mémoire déposé le 31 mars 1987, pages 6/7, point BI), la mise en oeuvre d'agents ralentissant la cristallisation en quantité pouvant atteindre 20% serait incompatible avec l'utilisation du polymère comme matériau pour corps creux biétiré et la conservation des caractéristiques mécaniques du produit étiré. Quant à la viscosité intrinsèque du précurseur, le document (1) indique simplement qu'elle passe au cours de la post-condensation d'un intervalle compris entre 0,55 et 0,75 dl/g à un intervalle compris entre 0,60 et 0,95 dl/g (revendication 7 en combinaison avec la revendication 1) ; ces données qui mesurent simplement l'accroissement de la viscosité intrinsèque en valeur absolue ne suggèrent pas l'importance de la valeur relative de la viscosité intrinsèque du précurseur par rapport à la viscosité maximale possible.

C'est le post-traitement qui constitue en fait la caractéristique essentielle du procédé connu. Selon l'enseignement combiné des revendications 1 et 7, il comprend d'abord une opération de cristallisation par chauffage à une température de 110 à 240°C pendant au moins trois minutes, puis une étape de post-condensation conduite entre 180 et 220°C sous air chaud, malgré les risques de dégradation inhérents à cette technique. Les moyens divulgués dans l'art antérieur pour contrôler la teneur résiduelle en AA et la vitesse de reformation d'AA en vue d'obtenir des polyesters de qualité standard, se situent donc au niveau de la post-condensation à l'état solide du précurseur, dont la composition est par contre définie de manière relativement peu spécifique.

Contrairement à cet enseignement, les mesures préconisées par la requérante pour améliorer les propriétés du PET se situent au niveau de la qualité du précurseur qui doit satisfaire à la fois à des conditions restrictives concernant ses unités récurrentes - quantités limitées d'un agent retardateur de cristallisation et de di- et/ou triéthylène glycol - et à une condition supplémentaire relative à son degré de polycondensation. L'importance critique de l'agent retardateur de cristallisation et de la teneur en di- et/ou triéthylène glycol est illustrée dans les exemples comparatifs 3 et 5 (voir point 4.3 ci-dessus). Quant à la limitation de la viscosité intrinsèque par rapport au degré de condensation maximal, son influence sur les propriétés du PET est démontrée dans l'exemple comparatif 4 ; lorsque la polycondensation est poussée au maximum possible, la vitesse de cristallisation demeure satisfaisante, mais les deux caractéristiques relatives à l'AA ne sont plus acceptables.

Pour ces diverses raisons, le document (1) ne saurait suggérer de résoudre le problème technique défini ci-dessus par la maîtrise simultanée de la composition du précurseur et du degré d'avancement de la polycondensation.

6.2 Il a été indiqué au point 5 ci-dessus que le procédé décrit dans le document (2) est caractérisé par une réaction de post-condensation transformant le précurseur de viscosité intrinsèque égale à 0,65 dl/g en copolymère de viscosité intrinsèque égale à 0,98 dl/g (exemple 1). Ces deux valeurs tombant respectivement dans l'intervalle de viscosité intrinsèque du précurseur et dans l'intervalle de viscosité intrinsèque du produit final selon la revendication 1 du brevet en litige, l'intimée 2 fait valoir que la condition relative au degré d'avancement de la polycondensation imposée dans le brevet en litige est implicitement réalisée dans cet art antérieur et que ce paramètre est par conséquent superflu (mémoire déposé le 2 mars 1989, page 4, paragraphe 3 à page 6, paragraphe 4).

La Chambre ne peut partager cette objection au vu, d'une part, des précisions techniques apportées par la requérante, selon lesquelles la polycondensation serait poussée jusqu'à son terme maximum (voir point 5), et, d'autre part, de l'exemple comparatif 4 du brevet en litige, qui met en lumière l'importance du contrôle du degré d'avancement de la polycondensation. En effet, il ressort clairement de cet exemple que lorsque la viscosité intrinsèque du précurseur est poussée au maximum possible, toutes les autres conditions fixées par la revendication 1 étant par ailleurs respectées, le PET ne présente pas les améliorations recherchées.

L'introduction de la viscosité intrinsèque du précurseur définie relativement au degré de polycondensation maximal n'est pas une caractérisation superflue de cet intermédiaire. Le brevet en litige rappelle d'abord que pour un système donné, défini par le(s) composé(s) catalytique(s), le réacteur et les conditions opératoires, il existe un seuil de polycondensation maximal, au-delà duquel la viscosité ne peut plus être augmentée, les réactions de dégradation prenant une importance prépondérante sur la réaction de polycondensation (colonne 4, lignes 35 à 47).

L'homme du métier, qui est familier avec les divers aspects de la cinétique des réactions de polycondensation par estérification ou transestérification, donc aussi bien avec le concept de viscosité intrinsèque correspondant à une durée de réaction infinie qu'avec la technique de réaction interrompue avant son terme, est certainement en mesure soit d'apprécier cet instant en suivant la variation de la viscosité intrinsèque au cours du temps, soit de prévoir cet instant par un essai préliminaire opéré dans des conditions identiques. Alternativement, cet homme du métier peut choisir pour le précurseur une viscosité située dans l'intervalle compris entre 0,55 et 0,70 dl/g et déterminer à partir de cette valeur une plage pour le degré de polycondensation maximal. La viscosité intrinsèque du précurseur définie relativement à la valeur maximale de ce paramètre définit par conséquent de manière plus spécifique la qualité de cet intermédiaire par rapport au produit final et n'est donc pas une caractérisation superflue. L'exemple comparatif 4 en montre d'ailleurs la portée technique. Quant aux conditions de mesure de la viscosité intrinsèque, le brevet en litige précise que ce paramètre est mesuré à 25°C en solution à 1 % (poids/ volume) dans un mélange phénol/orthochlorophénol 47/53 (colonne 5, lignes 57 à 60). Aux yeux de la Chambre, il ne subsiste donc aucune ambiguïté quant à la manière de conduire la réaction de polycondensation et de mesurer la viscosité intrinsèque.

L'influence sur les propriétés du produit final de la qualité du précurseur en terme de viscosité intrinsèque définie par rapport au degré de polycondensation maximal n'est donc pas apparente à la lecture du document (2). Ce document a trait, en réalité, à un procédé de thermofixation partielle de récipients biorientés de manière à libérer les contraintes internes résiduelles en vue de conférer à ces récipients une stabilité dimensionnelle accrue. Le problème de l'AA n'y étant même pas évoqué, le seul fait que le précurseur décrit dans l'exemple 1 présente

une certaine analogie de structure avec celui mis en oeuvre dans le procédé revendiqué ne suffit pas pour guider l'homme du métier dans sa recherche d'une solution au problème posé.

6.3 Il en est de même du procédé décrit dans le document (4) qui vise l'obtention de PET de viscosité intrinsèque comprise entre 0,90 et 1,50 dl/g par post-condensation en phase solide d'un précurseur de viscosité intrinsèque comprise entre 0,60 et 0,80 dl/g (colonne 1, lignes 1 à 5 ; colonne 4, lignes 18 à 20 et colonne 9, lignes 3 à 10). Dans ce précurseur, au moins 85% en mole des motifs dicarboxy dérivent de l'acide téréphtalique et au moins 85% en mole des motifs dioxy dérivent de l'éthylène glycol ; les autres unités peuvent provenir, d'une part, d'acides dicarboxyliques correspondant à ceux envisagés dans le brevet en litige, tels les acides isophtalique, naphthalène dicarboxylique, adipique et sébacique, et, d'autre part, de diols aliphatiques et cycloaliphatiques, tel le diéthylène glycol (colonne 9, lignes 40 à 57). Il est donc évident que le rôle particulier joué par cet agent modifiant n'a pas été décelé par les auteurs de ce document, ni d'un point de vue quantitatif, ni d'un point de vue qualitatif ; en outre, rien n'est dit à propos du contrôle du degré d'avancement de la polycondensation. En ce qui concerne les propriétés et applications de ces polyesters, bien que ne faisant aucune allusion au moulage de corps creux, ce document fait cependant référence au caractère amorphe des PET de très haut poids moléculaire et à leur aptitude à être transformés en pellicules et feuilles transparentes à faible taux de cristallinité (colonne 8, lignes 26 à 54) ; or, selon le mémoire de recours de la requérante (page 5, paragraphe 2), ce sont précisément les PET de très haut poids moléculaire dont l'utilisation pour le moulage de corps creux serait contre-indiquée, car les températures de refusion nécessaires seraient incompatibles avec l'obtention de faibles teneurs en AA. Pour cette raison, qui n'a pas été mise en

doute par les intimées, l'homme du métier ne saurait être amené à considérer l'enseignement du document (4) pour résoudre un problème dont les aspects les plus importants, aptitude au moulage de corps creux et faible teneur en AA, lui sont totalement étrangers.

- 6.4 En conclusion, l'art antérieur cité, pris isolément ou en combinaison, ne suggère pas les caractéristiques du procédé revendiqué, c'est-à-dire les conditions cumulatives de structure du précurseur et de limitation du degré de polycondensation, dans la perspective du problème à résoudre. L'objet de la revendication 1 du premier jeu de revendications selon la requête principale implique donc une activité inventive.
7. La revendication 1 étant acceptable, il en est de même des revendications dépendantes 2 et 3 qui correspondent à des modalités particulières de mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1 et bénéficient à ce titre de la brevetabilité de l'objet de la revendication principale.
8. Ces considérations s'appliquent également à la revendication 1 et aux revendications 2 et 3 du deuxième jeu de revendications qui sont des revendications de procédé comprenant toutes les caractéristiques figurant dans les revendications 1 à 3 du premier jeu de revendications et sont donc acceptable pour les mêmes raisons.
9. En conclusion de la décision attaquée (point 5), la Division d'opposition a indiqué que la décision de révocation du brevet avait pour seul motif le défaut d'activité inventive du procédé selon la revendication 1 et qu'il semblait dès lors superflu d'examiner la brevetabilité du produit selon la revendication 4. Cette question étant discutée en détail aussi bien dans le mémoire de recours de la requérante (pages 2 à 6, point 2) que dans les mémoires en réponse des deux intimées (intimée 1 : page 1 ; intimée 2 : pages 8 et 9, point II), la Chambre

estime que chacune des parties a pu valablement défendre sa thèse quant à la nouveauté et l'activité inventive du produit et que le principe du contradictoire a, par conséquent, été respecté (article 113 CBE). De plus, il ressort de ces mémoires que les arguments relatifs à la brevetabilité du produit correspondent à des arguments déjà avancés en faveur de et contre la brevetabilité du procédé.

La poursuite de l'examen des oppositions par la Division d'opposition n'étant pas susceptible, aux yeux de la Chambre, d'apporter un éclairage nouveau sur les divers aspects de la brevetabilité du produit, la Chambre estime inapproprié le renvoi de l'affaire devant la première instance et décide en conséquence, en application des dispositions de l'article 111(1) CBE, de procéder elle-même à l'examen des questions encore en suspens.

10. L'objection de défaut de nouveauté du produit s'appuie, d'une part, sur l'exemple 1 du document (2) déjà considéré ci-dessus, et, d'autre part, sur les deux notices techniques HOECHST THERMOPLASTIC PET RESIN (Preliminary Technical Bulletin) (document (5A)) et HOECHST POLYESTER M 81 E (document (5B)).

- 10.1 Le polyester mis en oeuvre dans l'exemple 1 du document (2) est un copolymère de PET contenant 2,5% en mole d'unités dérivées de l'acide isophtalique et possédant une viscosité intrinsèque de 0,98 dl/g (page 13, lignes 6 à 11). Bien que ce copolymère soit obtenu par post-condensation sous vide à l'état solide d'un précurseur ayant une viscosité intrinsèque de 0,65 dl/g, ce qui satisfait à la condition imposée dans la revendication 1, rien ne permet d'affirmer qu'il possède, en outre, les caractéristiques de teneur résiduelle en AA, de vitesse de reformation d'AA et de vitesse de cristallisation selon la partie caractérisante de la revendication 4 du brevet en litige. En effet, d'une part, nulle mention n'est faite de ces propriétés dans le document (2) et les intimées n'ont pas

apporté la preuve que ledit PET possède effectivement la combinaison de propriétés visée par la requérante ; d'autre part, l'enseignement du document (2) porte sur un procédé de formage de corps creux par biétirage-soufflage dans un moule à partir de feuilles, préformes ou paraisons en matière thermoplastique, c'est-à-dire sur des aspects mécaniques qui ne sont pas de nature à suggérer de manière implicite les valeurs spécifiques de ces trois paramètres compatibles avec les impératifs du conditionnement des eaux minérales, telles que stipulées dans la revendication 4 du brevet en litige.

- 10.2 En ce qui concerne les documents (5), la Chambre observe d'abord que ceux-ci ne portent aucune date de publication ; de plus, si l'intimée 2 a soutenu dans son mémoire d'opposition (page 6, point 1) que le document (5A) avait été distribué à l'occasion d'une exposition industrielle à Chicago en 1979 et que le produit décrit dans le document (5B) avait lui-même été vendu dès cette année, elle n'a apporté aucun élément de preuve susceptible d'appuyer cette allégation.

Ces réserves ont, en l'occurrence, peu d'importance à l'égard des différences objectives entre le PET analysé au point 2.0 du document (5A) et le produit revendiqué par la requérante. En premier lieu, le produit opposé ne comporte pas d'agent modifiant retardateur de cristallisation ; de plus, la teneur résiduelle en AA est égale ou inférieure à 2.0 ppm, ce qui, pour les raisons indiquées au point 4.1 ci-dessus, ne peut être assimilé au domaine inférieur à 1,25 ppm selon le brevet en litige ; enfin, la notice technique (5A) ne fait état ni de la vitesse de reformation d'AA, ni de l'épaisseur de moulage amorphe.

En fait, comme le souligne la requérante dans le mémoire de recours (page 5, paragraphe 3), les précautions à prendre lors de l'opération de moulage du polyester M 81 E (document (5B), page 6, paragraphe 2) montrent que ce

produit est, du moins en ce qui concerne sa vitesse de recristallisation, de qualité standard. En effet, le moulage de ce PET requiert un refroidissement très intense des parois du moule afin d'éviter l'apparition d'un aspect laiteux des préformes épaisses traduisant un phénomène de cristallisation.

- 10.3 Selon la requérante, les trois paramètres de la partie caractérisante de la revendication 4 sont des caractéristiques essentielles des produits revendiqués dans la perspective de leur utilisation pour la fabrication de bouteilles destinées au conditionnement des eaux minérales, qui pose des problèmes particuliers en raison de leur sensibilité organoleptique (mémoire de recours, point 2). Les plages de valeurs qui sont imposées à ces trois paramètres dans la revendication 4 correspondent à des propriétés intrinsèques des produits revendiqués ; la Chambre ne peut donc que conclure à la nouveauté de cette combinaison de caractéristiques.

Il en ressort que la question de la nouveauté ne se pose donc pas dans les termes évoqués au point 3.2.3 de la décision T 205/83 "Copolymères d'ester vinylique et d'acide crotonique / HOECHST" publiée au JO OEB 1985, 363, à laquelle la Division d'opposition fait référence en conclusion de sa décision ; en effet, dans le cas d'espèce, l'intimée n'avait pas apporté la preuve que les propriétés des produits revendiqués se distinguaient nettement de celles des produits connus, autrement dit, que lesdites propriétés permettaient de remonter à des paramètres propres à ces produits.

- 10.4 En conclusion, pour les diverses raisons ci-dessus, la Chambre estime que l'exigence de nouveauté des produits est satisfaite.

11. Il reste donc à examiner la question de l'activité inventive du produit.

Il a été établi au point 6.1 ci-dessus que la combinaison de la mise en oeuvre d'un modifiant retardateur de cristallisation en proportion comprise entre 1,5 et 7,5% en moles et du maintien de la quantité de di- et/ou triéthylène glycol à moins de 3,5% en moles ne découlait pas de manière évidente de l'art antérieur cité. Les caractéristiques de structure du produit résultant ne sont donc elles-mêmes pas évidentes. Il en est de même des paramètres physico-chimiques, étant donné qu'aucun document ne traite spécifiquement du conditionnement des eaux minérales et ne peut donc suggérer une solution aux problèmes particuliers que pose ce conditionnement. En effet, aucun document ne fait ressortir l'intérêt ou le besoin de choisir pour l'opération de moulage un PET ayant à la fois une vitesse de recristallisation qui est réduite de manière calculée et une stabilité thermique bien définie par les deux domaines de la teneur résiduelle en AA et de la vitesse de reformation d'AA à 220°C.

Il ressort des exemples de référence 1 et 2, des exemples comparatifs 3 à 5 et du tableau de la colonne 8 du brevet en litige que les PET caractérisés par la combinaison des paramètres de structure et des paramètres physico-chimiques selon la revendication 4 possèdent des propriétés améliorées bien adaptées au conditionnement des eaux minérales (voir aussi point 4.3 ci-dessus). Aux yeux de la Chambre, il s'agit là d'une sélection inventive dans la famille très large des PET.

L'intimée 1 a encore fait valoir (mémoire déposé le 8 décembre 1988, page 1) que les paramètres physico-chimiques dans la revendication 4 ne font, en réalité, que traduire des propriétés que l'homme du métier, confronté avec le problème du conditionnement des eaux minérales, cherche tout naturellement à obtenir, et qui, pour cette raison, ne sauraient être inventives. La Chambre ne peut partager cet argument, car l'activité inventive ne résulte

pas, dans le cas d'espèce, de la définition des propriétés que doivent posséder les PET en vue de cette application spécifique, c'est-à-dire en fait dans la définition d'un simple problème technique, mais dans les éléments de la solution à ce problème, telle que proposée par la requérante.

Pour ces diverses raisons, l'objet de la revendication 4 implique une activité inventive.

12. La revendication 4 étant acceptable, il en est de même des revendications dépendantes 5 et 6, qui portent sur l'emploi de ce PET pour le moulage d'articles d'emballages destinés au conditionnement de denrées alimentaires et pour la fabrication de bouteilles biorientées destinées au conditionnement des eaux minérales plates ou gazeuses, et bénéficient à ce titre de la brevetabilité du produit.
13. Ces considérations s'appliquent également aux revendications 4 et 5 du deuxième jeu de revendications, qui sont deux revendications d'emploi du PET obtenu selon le procédé décrit dans l'une quelconque des revendications de procédé 1 à 3 de ce jeu et sont donc acceptables pour les mêmes raisons.
14. Compte tenu de ces conclusions relatives à la requête principale, il n'y a pas lieu d'examiner les deux requêtes subsidiaires.

Dispositif


Par ces motifs, il est statué comme suit :


1. La décision attaquée est annulée.

2. L'affaire est renvoyée devant la première instance avec mission de maintenir le brevet sur la base des deux jeux de revendications selon la requête principale.

Le Greffier :

Le Président :


E. Gorgmaier


F. Antony

UP
Cb 8.2.91