

**Code de distribution interne :**

- (A)  Publication au JO  
(B)  Aux Présidents et Membres  
(C)  Aux Présidents

**D E C I S I O N**  
du 6 septembre 2000

**N° du recours :** T 0434/96 - 3.3.5

**N° de la demande :** 89200067.0

**N° de la publication :** 0328169

**C.I.B. :** C01B 15/12

**Langue de la procédure :** FR

**Titre de l'invention :**

Procédé de fabrication de perborate de sodium monohydraté,  
perborate de sodium monohydraté partiellement cristallisé et  
poudres à lessiver les textiles

**Titulaire du brevet :**  
INTEROX CHIMICA S.p.A.

**Opposant :**  
Degussa-Hüls AG Patente und Marken

**Référence :**  
PSM/INTEROX

**Normes juridiques appliquées :**  
CBE Art. 100 b), 54, 56

**Mot-clé :**  
"Insuffisance de description (non), usage public antérieur  
(oui), nouveauté (oui), activité inventive (oui)"

**Décisions citées :**  
-

**Exergue :**  
-



## Exposé des faits et conclusions

- I. La demande de brevet européen 89 200 067.0 a donné lieu à la délivrance du brevet n° 328 169 sur la base de treize revendications. Les revendications 1 et 10 ont le libellé suivant :

"1. Procédé de fabrication de perborate de sodium monohydraté par déshydratation d'un lit de perborate de sodium tétrahydraté dans un courant d'air, caractérisé en ce qu'on met en oeuvre un courant d'air qui est d'abord humide dans une première phase de la déshydratation, puis sec dans une deuxième phase de la déshydratation, l'humidité absolue de l'air dans la deuxième phase étant inférieure à celle de la première phase."

"10. Perborate de sodium monohydraté partiellement cristallisé, qui présente une teneur en matière amorphe au maximum égale à 60% en poids, un taux d'usure à l'attrition, selon la norme ISO 5937, égale à 10% au maximum et une stabilité correspondant à une perte pondérale en oxygène actif inférieure à 60% de sa teneur d'origine, après 50 jours de stockage dans de l'air ambiant à 55°C."

- II. La requérante (opposante) a formé opposition au brevet et requis sa révocation pour insuffisance de description, manque de nouveauté et d'activité inventive. Pour motiver le manque de brevetabilité, elle a en particulier invoqué un usage antérieur du perborate de sodium monohydraté (ci-après PSM). La requérante aurait fabriqué et commercialisé du PSM possédant les caractéristiques revendiquées avant la date de priorité. Elle s'est appuyée notamment sur les justificatifs suivants :

- D1: Brochure de la société Degussa sur le PSM, 1/1987
- D2: Lettre de la société Procter & Gamble à la société Degussa, 30.10.1987
- D2b: Courrier de la société Procter & Gamble à la société Degussa, 08.08.1994
- D3: Spectre de diffraction des rayons X, 17.11.1987
- D4: Télécopie de la société Degussa AG à la société Degussa Corp., Teterboro (USA), 03.11.1987
- D5: Rapport d'essais du 28.07.1994
- D5a : Courrier interne de la société Degussa, 19.12.1995
- D5b: Rapport WR 18/87 de E. Kress, 18.12.1987
- D6a: Fiche de production, 10.10.1987
- D6b: Fiche d'analyse du perborate de sodium, 12.10.1987
- D7: ES-A-8706571

La requérante a proposé l'audition d'un témoin pour prouver que les valeurs de surface spécifique indiquées dans la revendication dépendante 12 avaient été divulguées.

- III. La Division d'opposition a décidé que le brevet sous forme modifiée satisfaisait aux conditions de la Convention (décision postée le 11 mars 1996). La décision était basée sur les revendications du brevet tel que délivré (requête principale) et sur des revendications modifiées déposées le 8 février 1996 à titre de requête subsidiaire. Cette dernière diffère de la requête principale uniquement par addition de la phrase suivante à la fin de la revendication 1 :
- " , ledit procédé étant mis en oeuvre dans une succession de deux réacteurs en série dont le premier est alimenté avec un air plus humide et le suivant avec l'air sec."

Dans sa décision, la Division d'opposition a considéré que le procédé selon la revendication 1 de la requête subsidiaire différait du procédé selon D7 par sa mise en oeuvre dans une succession de deux réacteurs à lit fluidisé. Cette caractéristique impliquait une activité inventive car elle permettait un meilleur contrôle des conditions de déshydratation liées à l'obtention de PSM présentant simultanément une haute résistance à l'attrition et une bonne stabilité et elle n'était pas suggérée par D7. En ce qui concerne la revendication 10, les justificatifs D2, D4, D6a et D6b démontraient la mise à la disposition du public avant la date de priorité d'un PSM ayant un taux d'usure à l'attrition d'au plus 10%. Cependant, D5b et D3 ne contenaient pas d'informations permettant d'associer la valeur de stabilité au stockage ou la teneur en matière amorphe à des lots de produit possédant simultanément les autres caractéristiques du produit revendiqué. Ce dernier était donc nouveau. Il impliquait aussi une activité inventive étant donné qu'aucun des documents cités ne donnait d'informations suffisantes pour rendre évidente sa préparation.

IV. La requérante a formé un recours contre cette décision. Une traduction en français de D7 (ci-après D7a) a été adressée aux parties en annexe à une notification les informant de l'opinion provisoire de la Chambre. L'intimée a déposé quatre requêtes subsidiaires n°1 à 4 le 4 août 2000. Une procédure orale a eu lieu le 6 septembre 2000. La requérante a soumis les justificatifs suivants au cours de la procédure de recours :

- D3e : Spectre de diffraction des rayons X du ICDD
- D4a : Télécopie de la société Degussa NJ, 30.10.1987
- D4b : Extrait du registre des expéditions de l'usine de Rheinfelden

- D4c : Rapport d'une visite à la société Procter & Gamble, Cincinnati le 27.01.1988
- D4d : Télécopie de la société Degussa, 24.11.1986
- D5c : "Eidesstattliche Versicherung" de Mr E. Kress
- D8 : Rapports d'essais D8/1, D8/2, D8/3, 15.07.1996
- D8a : Spectres de diffraction rayons X, 11.07.1996
- D9 : Rapport d'expert sur la détermination de la teneur en matière amorphe par diffraction des rayons X
- D11 : "Eidesstattliche Versicherung" du Dr. Ruhs

V. La requérante a présenté essentiellement les arguments suivants :

Le produit revendiqué ne satisfaisait pas à la condition de suffisance de description. En effet, le brevet ne contenait aucune information concernant la détermination de la teneur en matière amorphe, et D9 confirmait que la diffraction des rayons X n'était pas une méthode fiable pour cette détermination car les différentes possibilités d'exploitation du spectre conduisaient à des résultats très différents et entachés d'erreurs considérables. Il était donc impossible de constater avec une probabilité suffisante si un produit présentait une teneur en matière amorphe tombant dans le domaine revendiqué. Les valeurs données dans le brevet ne pouvaient être reproduites car les deux étalons utilisés par l'intimée étaient eux-mêmes des mélanges contenant des quantités de matière amorphe inconnues. La divulgation du brevet était également insuffisante pour la détermination de la perte en oxygène actif, en l'absence d'indication sur l'humidité relative pendant le stockage.

Le produit selon la revendication 10 manquait de nouveauté par rapport au PSM de qualité Q40 qui avait été commercialisé avant la date de priorité. S'agissant d'un produit commercialisé, il n'existait aucune

obligation de maintien de secret entre les clients et le fournisseur. L'usure à l'attrition des produits de qualité Q40 ou Q40/6 était de 8,2% et de 7% (norme ISO 5937 ; voir D4, D4d, D6a). Le produit Q40/6 différait de la qualité Q40 uniquement par une plus grande finesse. Il était préparé par le même procédé mais en partant d'un perborate de sodium tétrahydraté plus fin. Il ressortait de D4a, D4b et D4c que le PSM ayant une résistance à l'attrition de 8,2% était arrivé chez le client Procter & Gamble avant la date de priorité. La stabilité au stockage des produits Q40 et Q40/6 fabriqués dans la dernière moitié de 1987 satisfaisait au test de la revendication 10, même si d'autres conditions avaient été choisies dans les tests de D5/D5b. Ceci était confirmé par les résultats de stabilité au stockage indiqués dans les rapports d'essais D8/2 et D8/3. Le PSM de qualité Q40 testé dans D8/2 avait été préparé le 26.02.1996 ; cependant, les principes de base pour la fabrication du PSM n'avaient pas été modifiés entre 1987 et 1996 et les produits testés dans D5 et D8/2 avaient été préparés en utilisant essentiellement les mêmes conditions. D6a et D6b montraient que les fluctuations dans les propriétés du produit n'étaient pas importantes. Toutes les valeurs d'usure à l'attrition étaient inférieures à 10%. La stabilité au stockage fluctuait également peu. Le produit commercialisé par la requérante, qui était fabriqué sans addition de vapeur d'eau présentait toujours une teneur en matière amorphe inférieure à 60%. Au vu des résultats dans D8/1, l'obtention d'une teneur en matière amorphe > 60% pouvait être exclue. De telles valeurs ne pouvaient être obtenues qu'en présence d'une grande quantité de vapeur d'eau.

Le produit selon la revendication 10 manquait de nouveauté et d'activité inventive par rapport à D7a. Il ressortait du rapport d'essais D8/1 que le procédé de D7a conduisait à un PSM dont la teneur en matière

amorphe et la perte en oxygène actif étaient toujours inférieures à 60% et dont l'usure à l'attrition diminuait avec une augmentation de la teneur en vapeur d'eau. D8/1 avait été effectué en respectant les conditions indiquées dans D7a, complétées par les conditions usuelles. D7a suggérait que l'introduction de vapeur d'eau permettait d'obtenir un produit ayant une grande cohésion, c'est-à-dire une faible usure à l'attrition. Au vu de cette information, l'homme du métier aurait été incité à augmenter la quantité de vapeur d'eau pour abaisser le taux d'usure à l'attrition en dessous de 10%.

Le procédé selon D7a détruisait la nouveauté du procédé revendiqué. Il ressortait du rapport D8/1 que les teneurs en humidité de la première et de la seconde zone du réacteur étaient différentes. Par conséquent, le réacteur de D7a devait être considéré comme une succession de deux réacteurs en série. Le procédé revendiqué était aussi dépourvu d'activité inventive par rapport à D7a car il faisait partie des connaissances de base de l'ingénieur en génie chimique qu'un réacteur comportant un gradient de propriétés le long du transport du produit pouvait être compartimenté de sorte à former une succession de chambres. Il était évident que cette mesure permettrait de mieux contrôler l'introduction de vapeur d'eau qui, selon D7a, conduisait à une meilleure résistance à l'attrition.

VI. L'intimée a présenté notamment les arguments suivants :

La teneur en matière amorphe du produit revendiqué pouvait être déterminée en utilisant deux étalons. L'expertise D9 montrait qu'il était possible de déterminer la teneur en matière amorphe avec les imprécisions habituelles. Pour la stabilité au stockage, le brevet faisait référence à un air ambiant présentant une humidité relative de 40 à 100% à 20°C, ce qui

correspondait à une humidité relative d'environ 6 à 15% à 55°C. Les conditions de stockage étaient donc suffisamment définies.

La requérante n'avait pas prouvé qu'un produit possédant toutes les caractéristiques de la revendication 10 avait été vendu avant la date de priorité. D6a ne concernait pas le produit livré à la société Procter & Gamble et la résistance à l'attrition donnée dans D4 était celle d'un échantillon fourni sous secret. Dans D4a et D4b il s'agissait de deux qualités différentes de PSM, à savoir Q40 et Q40/6. La requérante n'avait apporté aucune preuve que le produit Q40 des rapports d'essais D8/2 et D8/3 avait été fabriqué en 1996 dans les mêmes conditions que les PSM de D4 ou D4b. Le PSM de D8/2 possédait des propriétés différentes de celles du PSM de D6a et en différait donc. La requérante n'avait pas prouvé que le procédé de D7a conduisait à un produit selon la revendication 10 puisque le taux d'usure à l'attrition était supérieur à 10% dans les essais du rapport D8/1. De plus, ces essais ne constituaient pas une reproduction du procédé selon D7a. Le fait d'effectuer le refroidissement à l'intérieur du réacteur avait une influence sur la déshydratation et sur la température du produit à la sortie du lit.

Le procédé selon la revendication 1 était nouveau par rapport à D7a car le réacteur de D7a ne pouvait être considéré comme une succession de deux réacteurs en série. Dans ce réacteur l'humidité variait de manière progressive en se déplaçant du point (4) au point (5) contrairement au procédé revendiqué.

D7a représentait l'état de la technique le plus proche. Le problème technique par rapport à ce document était de fournir un PSM ayant un bon compromis entre la stabilité au stockage et la résistance à l'attrition, et un procédé permettant de préparer un tel produit. Le

contrôle de l'humidité dans deux réacteurs en série permettait d'éviter toute interférence entre les deux zones de traitement. Ceci conduisait à un produit ayant une couche amorphe extérieure qui lui conférait la résistance élevée à l'attrition et un noyau cristallin apportant la bonne stabilité. D7a ne suggérait pas que ce contrôle permettrait d'obtenir le compromis recherché, et l'homme du métier confronté audit problème n'aurait donc jamais réalisé d'essais comparatifs tels que ceux du rapport D8/1.

- VII. La requérante a requis l'annulation de la décision de la Division d'opposition et la révocation du brevet. L'intimée a sollicité, à titre principal, le rejet du recours et le maintien du brevet tel que maintenu par la Division d'opposition, et à titre subsidiaire, le maintien du brevet sous forme modifiée avec les revendications modifiées selon l'une des requêtes subsidiaires 1 à 4 déposées le 4 août 2000, dans leur ordre numérique.
- VIII. L'audition d'un témoin a été offerte par la requérante pour prouver que le PSM fabriqué par elle-même en 1987 avait une surface spécifique tombant dans l'intervalle indiqué dans la revendication dépendante 12 de la requête principale ou dans la revendication 1 de la requête subsidiaire n°1.

## Motifs de la décision

1. Le recours est recevable.
2. *Requête principale, revendication de produit 10*

D'après la requérante il y aurait insuffisance de description du fait que le brevet ne contiendrait pas d'information suffisante en ce qui concerne la détermination de la teneur en matière amorphe et de la perte en oxygène actif du produit défini dans la revendication 10 (voir point V).

Il est indiqué dans le brevet que la matière amorphe et la matière cristalline contenues dans le PSM sont mises en évidence par la méthode de diffraction des rayons X (voir page 3, lignes 55-58). Le brevet ne contient aucune précision complémentaire en ce qui concerne la détermination de la teneur en matière amorphe à partir des spectres de diffraction des rayons X. Cependant, d'après le rapport d'expert D9 les principes et les méthodes pour déterminer la teneur en matière amorphe d'un produit étaient bien connus longtemps avant la date de priorité. Quatre méthodes de détermination sont exposées brièvement aux pages 2 à 4 de D9 avec leurs limitations, leurs difficultés et leurs précisions. Il ressort de D9 que la précision sur la teneur en matière amorphe dépend de la méthode utilisée pour exploiter le spectre de rayons X et que la marge d'erreur peut être relativement importante avec certaines des méthodes utilisées, en particulier dans le cas de faibles teneurs en matière amorphe. Cependant, le fait que plusieurs des méthodes connues soient relativement peu précises ne signifie pas que l'homme du métier n'est pas en mesure de déterminer la teneur en matière amorphe du produit et de constater si elle tombe dans l'intervalle revendiqué. Le brevet contient sept exemples (dont quatre

comparatifs) dans lesquels les procédés de préparation du PSM sont décrits de façon détaillée. Les propriétés des sept produits obtenus sont indiquées dans les tableaux 1 et 2. La teneur pondérale en matière amorphe dans les produits des exemples 1 à 7 est de 57, 43, 32, 78, 43, 24 et 62% respectivement. Bien que la requérante ait la charge de la preuve en ce qui concerne son allégation d'insuffisance de description, elle n'a apporté aucune preuve montrant que les teneurs en matière amorphe indiquées dans les tableaux 1 et 2 ne pouvaient être déduites des spectres de diffraction des rayons X en utilisant les méthodes connues d'exploitation des spectres. En l'absence de telles preuves, la Chambre n'est pas convaincue que la condition de suffisance de description n'est pas remplie en ce qui concerne la détermination de la teneur en matière amorphe du produit revendiqué.

Quant à la perte en oxygène actif, il est indiqué dans le brevet et dans la revendication 10 qu'elle est mesurée après 50 jours de stockage dans l'air ambiant à 55°C. Il ressort de la page 2, lignes 43 à 47, du brevet que l'air ambiant présente le plus souvent une humidité relative comprise entre 40 et 100% dans les conditions normales de pression atmosphérique et de température. Comme indiqué par l'intimée lors de la procédure orale en s'appuyant sur les courbes dans "Perry's Chemical Engineers' Handbook" 6<sup>ième</sup> édition page 20-6, une humidité relative de 40 à 100% à une température de 20°C correspond à une humidité relative d'environ 6 à 15% à une température de 55°C. Contrairement à l'affirmation de la requérante, l'humidité relative de l'atmosphère de stockage n'est donc pas complètement indéfinie dans le brevet. Il n'est pas exclu que la ventilation plus ou moins intense de l'étuve dans laquelle est effectuée le stockage puisse avoir une certaine influence sur la valeur de la perte pondérale en oxygène actif. Cependant, bien qu'ayant la charge de la preuve, la

requérante n'a pas prouvé que l'homme du métier désirant reproduire les exemples du brevet serait incapable d'obtenir les valeurs de perte en oxygène indiquées dans les tableaux 1 et 2 en utilisant un air ambiant ayant une humidité relative telle qu'indiquée ci-dessus. En l'absence de telles preuves, la Chambre considère que le brevet satisfait à la condition de suffisance de description également en ce qui concerne la détermination de la stabilité au stockage.

3. *Usage public antérieur*

- 3.1 D'après la requérante, un PSM ayant toutes les caractéristiques indiquées dans la revendication 10 aurait été rendu accessible au public, par vente, avant la date de priorité (26 janvier 1988).
- 3.2 Il ressort des justificatifs D2, D4, D4a et D4b que la société Degussa, plus précisément l'usine de Rheinfelden, a expédié 10 000 kg de PSM à la société "The Procter & Gamble Company" aux Etats-Unis le 12 novembre 1987 et que ce produit envoyé à Houston était destiné à la société Procter & Gamble à Dallas (voir D4a et D4b). D'après D4b, le produit expédié était un PSM de qualité Q40/6. Il est indiqué dans D2 que la livraison de la marchandise à partir de l'Allemagne dure vraisemblablement quatre semaines ou plus. Bien qu'aucun des justificatifs versés au dossier ne donne la date exacte d'arrivée du produit à Dallas, il découle implicitement du justificatif D4c qu'il est arrivé chez son destinataire avant la date de priorité.
- 3.3 D'après la requérante les 10 000 Kg de PSM de qualité Q40/6 ont été vendus à la société Procter & Gamble sans obligation de confidentialité. Ceci n'a pas été contesté par l'intimée et la Chambre n'a également aucune raison de mettre en doute cette affirmation.

3.4 En ce qui concerne les propriétés du PSM de qualité Q40/6 livré à la société Procter & Gamble, aucun des justificatifs fournis ne contient simultanément les valeurs de stabilité au stockage, de teneur en matière amorphe et de résistance à l'attrition de ce produit. Dans la télécopie D4 du 3 novembre 1987, une valeur moyenne de 8,2 est indiquée pour le test ISO, et au vu du justificatif D4d et de la "Eidesstattliche Versicherung" D5c (dernier paragraphe), la Chambre est convaincue qu'il s'agit de la résistance à l'attrition mesurée selon la norme ISO 5937. L'affirmation de l'intimée que la valeur moyenne de 8,2% indiquée dans D4 est celle d'un échantillon fourni sous secret et non celle du PSM livré à la société Procter & Gamble ne peut être acceptée par la Chambre. En effet, D4 fait explicitement référence dans la première phrase aux 20 000 lbs de PSM à livrer à ladite société et indique dans la deuxième phrase les valeurs moyennes de résistance à l'attrition et de teneur en oxygène actif mesurées. Il découle implicitement du contexte qu'il s'agit des valeurs mesurées sur le produit à livrer dont il est question dans la première phrase, ou sur une partie de ce produit. Dans ces circonstances, la Chambre considère qu'un PSM de qualité Q 40/6 ayant une valeur moyenne de résistance à l'attrition de 8,2% (mesure Degussa, norme ISO 5937) a été rendu accessible au public avant la date de priorité.

3.5 La requérante a fait valoir que le produit livré à la société Procter & Gamble possédait une stabilité au stockage et une teneur en matière amorphe telles que définies dans la revendication 10 (voir arguments au point V). La Chambre n'est cependant pas convaincue par ces arguments pour les raisons suivantes :

Il découle des justificatifs D5, D5a, D5b et D5c que les résultats de stabilité au stockage indiqués dans D5/D5b sont relatifs à du PSM de qualité Q40 ou Q40/6 fabriqué

à l'usine de Rheinfelden en juillet 1987. Par conséquent, il ne s'agit pas d'une mesure de stabilité au stockage du PSM Q40/6 envoyé le 12 novembre 1987 à la société Procter & Gamble. Ceci n'a pas été contesté par la requérante. De plus, il ne peut être déduit de ces justificatifs que les valeurs de stabilité au stockage indiquées dans D5/D5b ont été déterminées sur un produit de qualité Q40/6 ayant une résistance à l'attrition d'environ 8,2% (ISO 5937). D'après la requérante, la résistance à l'attrition du PSM provenant de l'unité de production de la société Degussa avant la date de priorité pouvait varier entre 7% et 12% (voir mémoire d'opposition). Par conséquent, il n'est pas exclu que ces mesures de stabilité aient été effectuées sur un produit ayant une résistance à l'attrition différente de celle du produit livré ou même sur un produit dont le taux d'usure à l'attrition est supérieur à la limite revendiquée. En outre, les valeurs de stabilité au stockage indiquées dans D5/D5b résultent de tests effectués dans des conditions opératoires de durée, température et humidité relative différentes de celle indiquées dans la revendication 10. Les essais des rapports D8/2 et D8/3 montrent qu'un PSM de qualité standard Q40 préparé par la requérante le 26 février 1996 présente un taux d'usure à l'attrition de 5,4% (ISO 5937), une stabilité au stockage de 2,7% dans les conditions de stockage définies dans la revendication 10, et une teneur en matière amorphe de 20 à 30%, c'est-à-dire des caractéristiques tombant dans les domaines revendiqués. Cependant, ces résultats concernent un PSM de qualité Q40 préparé environ huit années après la date de priorité et qui présente une résistance à l'attrition différente de celle du produit Q40/6 livré à la société Procter & Gamble. D'après la requérante les principes de base pour la fabrication du PSM de qualité Q40 n'auraient pas été modifiés entre 1987 et 1996 et les fluctuations dans les propriétés du produit ne seraient pas importantes comme le montrent

par exemple D6a et D6b. Cependant, bien qu'ayant la charge de la preuve, la requérante n'a fourni aucune preuve pour étayer son affirmation qu'essentiellement les mêmes conditions de préparation avaient utilisées dans la période considérée. De plus, il découle de D6a que la résistance à l'attrition du PSM de qualité Q40 produit au cours d'une même journée pouvait varier de 4,8% à 7,12% et il ressort du mémoire d'opposition qu'elle pouvait varier de 7 à 12% sur une plus grande période de temps, avant la date de priorité. La Chambre considère que de telles fluctuations (valeur maximum 2,5 fois plus élevée que la valeur minimum) sont non seulement importantes mais décisives dans le cadre de l'examen de nouveauté. Quant aux fluctuations des valeurs de stabilité au stockage, la requérante a indiqué au cours de la procédure orale que des mesures avaient été effectuées régulièrement mais qu'elles ne les avaient pas apportées. En l'absence de preuve confirmant la faible fluctuation des valeurs de stabilité au stockage, la Chambre ne peut cependant accepter l'affirmation de la requérante. De plus, le produit testé dans D8/2 et D8/3 est un PSM de qualité Q40 alors qu'un PSM de qualité Q40/6 a été livré à la société Procter & Gamble. D'après la requérante, le produit Q40/6 de plus grande finesse est obtenu par le même procédé de préparation que le produit Q40 mais en utilisant un perborate de sodium tétrahydraté plus fin. Les propriétés du PSM final dépendent donc aussi des propriétés du produit de départ dans le procédé utilisé par la société Degussa. Il n'a pas été prouvé que le produit de départ utilisé pour la fabrication du PSM du rapport D8/2 était identique à celui utilisé pour la fabrication du PSM de qualité Q40/6 livré à la société Procter & Gamble.

Quant à la teneur en matière amorphe, le spectre de diffraction des rayons X de D3 est celui d'un PSM préparé à une date inconnue avant le 17 novembre 1987

(date du spectre) à l'usine de Rheinfelden et dont la résistance à l'attrition, la stabilité au stockage et la qualité ne sont pas indiquées. Le spectre de diffraction des rayons X annexé à D8/2 est celui du PSM de qualité Q40 fabriqué le 26 février 1996 et ayant un taux d'usure à l'attrition de 5,4% et non celui du produit de qualité Q40/6 livré à la société Procter & Gamble et dont la valeur moyenne de résistance à l'attrition est de 8,2%. L'affirmation de la requérante que le PSM commercialisé et fabriqué sans addition de vapeur d'eau présente toujours une teneur en matière amorphe < 60% n'a pas été étayée de preuves suffisantes. Le fait que le PSM de qualité Q40 préparé le 26 février 1996 (D8/2) en connaissance du brevet contesté présente une teneur en matière amorphe d'au maximum 20-30% ne suffit pas pour prouver qu'il en est toujours ainsi, y compris pour le produit livré à la société Procter & Gamble environ huit ans auparavant. Quant aux spectres de diffraction du rapport D8/1, ils ne concernent pas un produit préparé selon le procédé de la requérante, c'est-à-dire sans addition de vapeur d'eau.

Il résulte des considérations précédentes qu'il n'a pas été prouvé que le PSM de qualité Q40/6 vendu à la société Procter & Gamble et ayant une valeur moyenne de résistance à l'attrition de 8,2% (ISO-5937, mesure Degussa) possédait une stabilité au stockage < 60% et une teneur en matière amorphe ≤ 60%.

- 3.6 Quant aux différents PSM de qualité Q40 fabriqués le 10-11 octobre 1987 pour des commandes de la société Peroxid-Chemie (voir D6a), le dossier ne contient aucun justificatif prouvant que ces produits ayant des résistances à l'attrition de 4,8%, 6,88% ou 7,12% ont été livrés à leur destinataire avant la date de priorité. De plus la stabilité au stockage et la teneur en matière amorphe de ces produits ne sont pas

indiquées. La fiche d'expédition D4b mentionne d'autres expéditions à d'autres clients avant la date de priorité, cependant les caractéristiques des produits Q40 expédiés ne sont pas divulguées.

3.7 Le produit selon la revendication 10 est considéré comme nouveau par rapport au produit ayant fait l'objet de l'usage public antérieur, en l'absence de preuves convaincantes que la stabilité au stockage et la teneur en matière amorphe de ce produit tombent dans les domaines revendiqués.

4. Concernant la nouveauté du produit selon la revendication 10 par rapport au document D7a, la Chambre note que D7a ne divulgue ni la résistance à l'attrition, ni la teneur en matière amorphe, ni la stabilité au stockage du PSM obtenu par le procédé décrit ce document. Les essais du rapport D8/1 qui, selon la requérante, constituent une reproduction du procédé décrit dans D7a n'ont cependant pas été effectués en respectant toutes les conditions opératoires divulguées dans ce document. En particulier, D7a divulgue l'injection d'air chaud par les conduites d'alimentation (4) et (5), l'injection de la vapeur d'eau par la conduite d'alimentation (4), le maintien du perborate de sodium tétrahydraté dans le lit fluidisé pendant 20 à 40 minutes et l'injection d'air à la température ambiante au moyen du compresseur (6) afin d'obtenir une température de sortie du produit inférieure à 60°C (voir page 3, dernier paragraphe ; page 4, premier paragraphe). Dans les essais du rapport D8/1, la requérante a cependant omis l'introduction d'air à température ambiante dans la partie avale du réacteur et l'a remplacée par un refroidissement à l'extérieur du réacteur à lit fluidisé. Comme souligné par l'intimée le refroidissement dans le même réacteur a cependant une influence sur les conditions de déshydratation compte tenu de l'interférence entre les différentes zones, et

sur la température du produit à la sortie du lit. Par conséquent cette différence risque de modifier les propriétés du produit et est donc considérée comme importante. De plus, le temps de 20 à 40 minutes indiqué dans D7a inclut le refroidissement alors que dans les essais D8/1 le temps de traitement, en supposant qu'il ait été de 20-40 minutes, exclut ledit refroidissement. Les essais du rapport D8/1 ne peuvent donc être considérés comme constituant une véritable reproduction du procédé selon D7a. Ils ne peuvent donc prouver que le procédé de D7a conduit automatiquement à un produit ayant les caractéristiques indiquées dans la revendication 10 du brevet contesté. En outre, aucun des essais effectués avec apport de vapeur d'eau et sans séparation des zones sous la grille de fluidisation (Ma 96-17.2, 17.3, 18.2 et 18.3) ne conduit à un produit ayant un taux d'usure à l'attrition tombant dans le domaine revendiqué. Par conséquent, le produit selon la revendication 10 est également nouveau par rapport à l'enseignement de D7a.

Le produit revendiqué diffère aussi des produits décrits dans les autres documents cités au cours de la procédure d'opposition. Ceci n'étant pas contesté, des considérations supplémentaires à ce sujet sont inutiles. Le produit selon la revendication 10 satisfait donc à la condition de nouveauté.

5. Concernant l'activité inventive du produit selon la revendication 10, les deux parties ont considéré à la procédure orale que D7a représentait l'état de la technique le plus proche.

Ce document divulgue un procédé de fabrication de PSM permettant d'obtenir un produit ayant une grande cohésion comparativement au PSM obtenu par les procédés conventionnels de préparation qui mettent en oeuvre un séchage en étuve ou le passage en tunnel chauffant et

qui conduisent à un produit se désagrégeant très facilement. Cette amélioration est obtenue par un procédé consistant essentiellement à alimenter en chute libre des cristaux de perborate de sodium tétrahydraté sec d'une dimension de 0,1 à 1 mm sur un lit fluide d'air alimenté à une température de 60 à 180°C et à additionner de la vapeur d'eau saturée à une pression de 3,5 kg/cm<sup>2</sup> à l'air d'alimentation au niveau de la grille de fluidisation afin d'obtenir une humidité relative de 5 à 40%, la température de l'air à la sortie du lit étant inférieure à 60°C (voir page 3, paragraphes 1 à 4 ; page 6, revendication 1).

- 5.1 En partant de cet état de la technique, le problème technique à la base du produit revendiqué était de procurer un PSM utilisable dans les poudres à lessiver, qui présente un bon compromis entre la résistance à l'attrition d'une part et la stabilité au stockage d'autre part.

Il est proposé de résoudre ce problème par un PSM partiellement cristallisé, qui présente une teneur en matière amorphe au maximum égale à 60% en poids, un taux d'usure à l'attrition, selon la norme ISO 5937, égale à 10% au maximum et une stabilité correspondant à une perte pondérale en oxygène actif inférieure à 60% de sa teneur d'origine, après 50 jours de stockage dans de l'air ambiant à 55°C. Il est crédible en l'absence de preuves du contraire que ce problème a été effectivement résolu. Ceci n'a pas été contesté par la requérante.

- 5.2 D7a ne contient aucune information sur la stabilité au stockage du produit obtenu par le procédé de ce document, ni sur sa teneur en matière amorphe. Il divulgue cependant que le PSM présente une grande cohésion. L'argument de la requérante que l'homme du métier interpréterait l'expression "produit de grande cohésion" utilisé dans D7a comme signifiant un produit

ayant un taux d'usure à l'attrition d'au maximum 10% ne peut être accepté par la Chambre. En effet, il s'agit, d'une part, d'une affirmation non étayée de preuves et contestée par l'intimée, et d'autre part, il ressort clairement de D7a que le PSM est qualifié de PSM de grande cohésion comparativement à des produits préparés par séchage en étuve ou par passage en tunnel chauffant, qui se désagrègent très facilement. Il découle cependant de l'enseignement de D7a que l'injection de vapeur dans le lit fluidisé conformément aux conditions opératoires décrites dans ce document a un effet favorable sur la résistance à l'attrition. Dans ces circonstances, il est vraisemblable que l'homme du métier confronté au problème indiqué ci-dessus aurait envisagé d'essayer le procédé de D7a, même en l'absence d'informations sur la stabilité au stockage du PSM ainsi obtenu. Toutefois, la requérante n'a pas prouvé que ce procédé permettrait d'obtenir un PSM possédant toutes les propriétés indiquées dans la revendication 10. Dans ces circonstances, la Chambre considère que l'homme du métier aurait dû modifier le procédé décrit dans ce document pour arriver au produit revendiqué. D7a ne suggère pas comment modifier le procédé pour aboutir à un produit présentant un bon compromis entre la résistance à l'attrition et la stabilité au stockage. D'après le brevet contesté, le produit revendiqué est obtenu en effectuant la déshydratation dans une succession de deux réacteurs à lit fluidisé en série, le premier réacteur étant alimenté avec un air dont l'humidité absolue est supérieure à celle de l'air du réacteur suivant. D7a ne contient aucune information susceptible d'inciter l'homme du métier à effectuer la première phase de déshydratation avec apport de vapeur d'eau dans un premier réacteur et la deuxième phase dans un second réacteur en présence d'un air plus sec. D7a ne suggère aucunement qu'une telle mesure permettrait d'obtenir un PSM ayant les caractéristiques indiquées

dans la revendication 10. La requérante ne s'est appuyée sur aucun autre document pour motiver le manque d'activité inventive, et la Chambre a vérifié que les autres documents cités au cours de la procédure d'opposition ne contiennent également aucune information suggérant à l'homme du métier de modifier le procédé de D7a comme indiqué ci-dessus pour résoudre ledit problème technique.

Par conséquent le produit selon la revendication 10 est considéré comme satisfaisant à la condition d'activité inventive requise dans les articles 52(1) 56 CBE.

6. *Requête principale, revendication de procédé 1*

La revendication 1 modifiée satisfait aux conditions de l'article 123(2) et (3) CBE. La caractéristique ajoutée dans la revendication 1 découle directement et sans ambiguïté du passage à la page 5, lignes 25-33, de la description telle que déposée, passage qui se retrouve à la page 3, lignes 46-51, du brevet. L'addition de cette caractéristique dans la revendication de procédé limite manifestement son étendue de protection.

7. Selon la requérante, l'enseignement de D7a détruirait la nouveauté du procédé revendiqué car la teneur en humidité dans la première zone du réacteur est plus élevée que dans la seconde zone et le réacteur de D7a devrait donc être considéré comme une succession de réacteurs. La Chambre considère que même si la teneur en humidité était plus élevée dans la première zone du réacteur que dans la seconde, ceci ne détruirait pas la nouveauté du procédé revendiqué. En effet, le procédé mis en oeuvre dans un réacteur unique qui ne contient aucune séparation matérielle entre les zones fictives à différentes teneurs en humidité est différent d'un procédé mis en oeuvre dans deux réacteurs successifs en

série, le premier étant alimenté par un air plus humide que le second, car, d'une part, le réacteur sans séparation matérielle ne peut être assimilé à deux réacteurs séparés et, d'autre part, il y a interférence entre les différentes zones et mélange partiel dans le premier cas contrairement au cas de deux réacteurs séparés, ce qui conduit à des conditions de traitement différentes. Par conséquent, le procédé selon la revendication 1 est nouveau par rapport au procédé selon D7a. Il satisfait aussi à la condition de nouveauté par rapport aux autres documents cités au cours de la procédure d'opposition. Ceci n'a pas été contesté par la requérante.

8. En partant de D7a comme état de la technique le plus proche, le problème technique à la base du procédé revendiqué était de fournir un procédé permettant de préparer un PSM utilisable dans les poudres à laver, qui présente un bon compromis entre la résistance à l'attrition d'une part et la stabilité au stockage d'autre part.

Il est proposé de résoudre ce problème par un procédé tel que défini dans la revendication 1, qui diffère du procédé de D7a par le fait qu'il est mis en oeuvre dans une succession de réacteurs en série, le premier étant alimenté avec un air plus humide et le suivant avec un air sec dont l'humidité absolue est inférieure à celle de l'air utilisé dans le premier réacteur. Il est crédible au vu des exemples et des informations contenus dans le brevet que ce problème a effectivement été résolu par le procédé revendiqué.

9. Comme indiqué précédemment, l'homme du métier aurait vraisemblablement envisagé d'essayer le procédé de D7a puisque ce document divulgue qu'il permet d'obtenir un produit dont la résistance à l'attrition est améliorée

par rapport aux procédés conventionnels sans apport extérieur de vapeur d'eau. En l'absence d'exemples dans D7a, l'homme du métier aurait tout d'abord fait varier les paramètres tels que température de l'air d'alimentation, humidité relative dans le réacteur, température à la sortie du lit ou durée du traitement, à l'intérieur des domaines indiqués dans ce document. Toutefois, ceci ne l'aurait pas conduit au procédé revendiqué. Bien que l'homme du métier ait éventuellement pu constater un gradient d'humidité dans le réacteur le long du transport du produit en cours de traitement, il n'aurait eu aucune raison de remplacer le traitement dans un réacteur unique par un traitement dans deux réacteurs successifs en série, le premier étant alimenté par un air plus humide et le second avec l'air sec. En effet, D7a ne suggère ni d'opérer dans deux réacteurs séparés, ni que cette mesure permettrait d'obtenir un PSM présentant un bon compromis entre la résistance à l'attrition et la stabilité au stockage. Les arguments de la requérante que l'homme du métier aurait opéré dans deux réacteurs afin d'éviter les interférences entre les différentes zones résulte donc manifestement d'une analyse a posteriori faite en connaissance de la solution proposée dans le brevet. Les autres documents cités pendant la procédure d'opposition ne contiennent également aucune information suggérant la solution revendiquée, même en combinaison avec D7a. Quant au produit ayant fait l'objet d'un usage antérieur, il ne peut être d'aucune assistance à l'homme du métier confronté au problème indiqué ci-dessus. Par conséquent, le procédé selon la revendication 1 implique aussi une activité inventive par rapport à l'état de la technique citée.

10. Les revendications dépendantes 2-9 et 11-12 qui concernent des modes de réalisation particuliers du procédé et du produit selon les revendications 1 et 10, bénéficient de la brevetabilité de celles-ci et sont donc également acceptables.

La revendication indépendante 13 est relative à des poudres à lessiver des textiles, contenant du PSM conforme à l'une quelconque des revendications 10 à 12. Sa brevetabilité découle donc de celle de la revendication 10.

11. En ce qui concerne la demande d'audition d'un témoin présentée par la requérante (voir point VIII), la Chambre observe que la question de savoir si le PSM fabriqué en 1987 avait ou non une surface spécifique tombant dans l'intervalle indiqué dans la revendication dépendante 12 n'a aucune influence sur la brevetabilité de la requête principale puisque les revendications indépendantes 1, 10 et 13 ne contiennent aucune valeur de surface spécifique. Ces revendications indépendantes ayant été considérées comme satisfaisant aux conditions de brevetabilité indépendamment de la surface spécifique du PSM, il était inutile de procéder à l'audition du témoin pour la requête principale.

**Dispositif**

**Par ces motifs, il est statué comme suit :**

Le recours est rejeté.

Le Greffier :

Le Président :



S. Hue



R. Spangenberg

ju  
H.E.S.