

Interner Verteilerschlüssel:

- (A) Veröffentlichung im ABl.
(B) An Vorsitzende und Mitglieder
(C) An Vorsitzende

E N T S C H E I D U N G
vom 26. November 1998

Beschwerde-Aktenzeichen: T 0464/96 - 3.3.3

Anmeldenummer: 86116805.2

Veröffentlichungsnummer: 0233336

IPC: C08B 31/12

Verfahrenssprache: DE

Bezeichnung der Erfindung:
Verfahren zur Verätherung von Stärke

Patentinhaber:
Degussa Aktiengesellschaft

Einsprechender:
Eridiana Béghin-Say

Stichwort:
-

Relevante Rechtsnormen:
EPÜ Art. 56, 123(2)

Schlagwort:
"Änderungen zulässig - nach Übereinstimmung mit
Erstoffenbarung"
"Erfinderische Tätigkeit - ja - Gegenversuche nicht
überzeugend"

Zitierte Entscheidungen:
G 0009/91, G 0010/91

Orientierungssatz:
-



Aktenzeichen: T 0464/96 - 3.3.3

E N T S C H E I D U N G
der Technischen Beschwerdekammer 3.3.3
vom 26. November 1998

Beschwerdeführer: Eridiana Béghin-Say
(Einsprechender) Havenstraat 81
B-1800 Vilvoorde (BE)

Vertreter: Keller, Günter, Dr.
Lederer, Keller & Riederer
Patentanwälte
Prinzregentenstraße 16
D-80538 München (DE)

Beschwerdegegner: Degussa Aktiengesellschaft
(Patentinhaber) Weissfrauenstraße 9
D-60311 Frankfurt (DE)

Vertreter: -

Angefochtene Entscheidung: Entscheidung der Einspruchsabteilung des Europäischen Patentamts, die am 18. März 1996 zur Post gegeben wurde und mit der der Einspruch gegen das europäische Patent Nr. 0 233 336 aufgrund des Artikels 102 (2) EPÜ zurückgewiesen worden ist.

Zusammensetzung der Kammer:

Vorsitzender: C. Gérardin
Mitglieder: P. Kitzmantel
A. Lindqvist

Gegenwart eines pulverförmigen Gemischs, bestehend aus Kieselsäure und Calciumhydroxid oder -oxid (Aktivator) durchführt, das zu 10 bis 50 Gew.-% aus einer feinteiligen Kieselsäure besteht, deren spez. Oberfläche zwischen 60 und 700 m²/g liegt, wobei man den Aktivator der Stärke vor dem Epoxid zusetzt, in einer Menge, die so beschaffen ist, daß der pH-Wert der verätherten Stärke bei >9 (5 Gew.-% Suspension) liegt, und die Kieselsäure zu 0,02 bis 2,0 Gew.-% in dem Reaktionsgemisch vorhanden ist, bezogen auf dessen Gesamtmenge."

"9. Pulverförmiges Gemisch, bestehend aus 10 bis 50 Gew.-% einer hydrophilen Kieselsäure mit einer spezifischen Oberfläche von 190 bis 450 m²/g und 50 bis 90 Gew.-% Calciumhydroxid oder -oxid."

"10. Pulverförmiges Gemisch, bestehend aus 10 bis 50 Gew.-% einer hydrophoben Kieselsäure (spez. Oberfläche zwischen 60 und 700 m²/g) oder eines Gemisches aus hydrophilen (spez. Oberfläche 190 bis 450 m²/g) und der hydrophoben Kieselsäure, 50 bis 90 Gew.-% Calciumhydroxid oder -oxid, wobei das Kieselsäuregemisch bis 20 % hydrophobe Kieselsäure enthält."

II. Gegen das Patent erhoben, gestützt auf die Bestimmungen des Artikels 100 a) und c) EPÜ, ERIDANIA BEGHIN-SAY (Einsprechende I) am 2. August 1994, und EMSLAND STÄRKE GmbH (Einsprechende II) am 3. August 1994 Einspruch und beantragten den Widerruf des Patents in seinem gesamten Umfang.

Die Einsprechende II zog ihren Einspruch mit Schriftsatz vom 3. November 1995 zurück.

Die Einsprechenden stützten ihre Anträge u. a. auf folgende Entgegenhaltungen:

D1: EP-A-0 031 477,

D3: US-A-4 281 109,

D6: J. Soc. Cosmetic Chemists 16 (1965) 251 - 260,

D7: Die Stärke in der Kosmetik und Pharmazie,
Handbuch der Stärke in Einzeldarstellungen,
Bd. V, Paul Parey (Berlin) 1973, Seiten 54 - 57,

D12: Chemical Abstracts, Bd. 90, No. 22, 28. Mai 1979,
Seite 318, Abstract No. 173538t,

D13: Chemical Abstracts, Bd. 78, No. 24,
18. Juni 1973, Seite 176, Abstract No. 150545f.

III. Mit ihrer am 7. Februar 1996 mündlich verkündeten und am 18. März 1996 schriftlich begründeten Entscheidung wies die Einspruchsabteilung die Einsprüche zurück.

In dieser Entscheidung wurde festgestellt, daß das Merkmal "wobei man den Aktivator der Stärke vor dem Epoxid zusetzt" als bevorzugte Ausführungsform der Erfindung den Erstunterlagen entnehmbar sei, und der dieses Merkmal enthaltende Anspruch 1 des Streitpatents daher Artikel 123 (2) EPÜ nicht verletze. Weiters anerkannte die Entscheidung die Neuheit der Ansprüche 9 und 10 gegenüber den Entgegenhaltungen D12 und D13 und stellte fest, daß die Neuheit der übrigen Ansprüche nicht bestritten worden sei.

Schließlich bejahte die Entscheidung auch das Vorliegen erfinderischer Tätigkeit, weil der Fachmann ausgehend von D1 dem übrigen Stand der Technik, insbesondere D3 und D6, keine Anregung zur Entwicklung eines bezüglich

Reaktionsausbeute, Homogenität und Grobanteil verbesserten Verfahrens zur Verätherung von Stärke entnehmen konnte, das bei niedrigeren Temperaturen arbeiten und eine in bestimmter Weise zu erfolgende Zugabe von Kieselsäure erfordern würde.

- IV. Gegen diese Entscheidung hat unter gleichzeitiger Entrichtung der Beschwerdegebühr die Einsprechende I (Beschwerdeführerin) am 17. Mai 1996 Beschwerde eingelegt und am 25. Juli 1996 die Beschwerdebegründung nachgereicht.

Im Schriftsatz vom 18. Juni 1998 und während der mündlichen Verhandlung am 26. November 1998 hat die Beschwerdeführerin ihr Vorbringen ergänzt.

- V. Die Beschwerdegegnerin (Patentinhaberin) brachte ihre Argumente im Schriftsatz vom 22. Januar 1997 und während der mündlichen Verhandlung vor, im Verlaufe derer sie, zunächst als Hilfsantrag, dann, nach Verzicht auf eine Aufrechterhaltung des Streitpatents in der erteilten Fassung, als ihren einzigen Antrag, einen geänderten Anspruch 1 vorlegte, dessen Oberbegriff gegenüber der erteilten Fassung unverändert ist (siehe obiger Punkt I) und dessen Kennzeichen wie folgt lautet:

"dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung bei 5 bis 40 °C in Gegenwart eines pulverförmigen Gemischs, bestehend aus Kieselsäure und Calciumhydroxid oder -oxid (Aktivator) durchführt, das zu 10 bis 50 Gew.-% aus einer feinteiligen Kieselsäure besteht, deren spez. Oberfläche zwischen 60 und 700 m²/g liegt, wobei man zuerst Stärke und Aktivator miteinander bis zu 10 min in einem Chargenmischer mischt, und anschließend das Epoxid in Form einer wäßrigen Lösung aufsprüht, mit einer Menge an Aktivator, die so beschaffen ist, daß der pH-Wert der verätherten Stärke bei >9 (5 Gew.-% Suspension) liegt, und die Kieselsäure zu 0,02 bis 2,0 Gew.-% in dem

Reaktionsgemisch vorhanden ist, bezogen auf dessen Gesamtmenge." [Unterstreichung des geänderten Merkmals durch die Kammer].

VI. In ihren schriftlichen Vorbringen und im Verlaufe der mündlichen Verhandlung machte die Beschwerdeführerin im wesentlichen folgende Ausführungen:

- (i) Die Beschwerdegegnerin hätte nicht glaubhaft gemacht, daß das in Anspruch 1 beanspruchte Verfahren gegenüber dem gemäß Entgegenhaltung D1, das bei höherer Temperatur und ohne die Gegenwart von Kieselsäure arbeite, zu höheren Ausbeuten führe. Dem widersprächen nämlich die von der Beschwerdeführerin durchgeführten Versuche, die einerseits in Gegenwart von Kieselsäure sogar zu niedrigeren Ausbeuten führten und die andererseits zeigten, daß die in den Beispielen des Streitpatents ausgewiesenen vermeintlich höheren Ausbeuten in Wirklichkeit nur durch die analytisch nicht separat erfaßte zusätzliche Anwesenheit von Reaktionsprodukten von Epoxid mit Kieselsäure zustandegekommen seien (siehe mit der Beschwerdebegründung eingereichter Versuchsbericht).
- (ii) Auch könne dem Arbeiten bei niedrigeren Temperaturen, z. B. Raumtemperatur, an sich keine erfinderische Tätigkeit beigemessen werden, weil es z. B. aus D3 bekannt gewesen sei, die Stärkeverätherung auch bei Raumtemperatur durchzuführen. Das Streitpatent hätte nur den bekannten Nachteil einer längeren Reaktionszeit bei tieferen Temperaturen in Kauf genommen.
- (iii) Die Lösung der einzigen objektiv vorliegenden Aufgabe, nämlich die Einhaltung einer homogenen Kornverteilung durch die Zumischung von

Kieselsäure (und damit verbunden eine niedrigere Rührenergie) beruhe aber deshalb nicht auf erfinderischer Tätigkeit, weil dieser Effekt einzig auf der, infolge der Kieselsäure verbesserten Rieselfähigkeit der Stärke beruhe, was aber z. B. aus D6 und D7 bekannt gewesen sei.

- (iv) Daß die Kieselsäure vor der Zugabe einer zur Verklumpung führenden wäßrigen Epoxidlösung zugefügt werden müsse, sei trivial und könne gleichfalls nicht als erfinderisch gelten.
- (v) Die Beschwerdeführerin stellte weiter fest, daß der Hinweis in D6 auf eine - infolge der Kieselsäurebedeckung - verzögerte Wasseraufnahme den Fachmann vom Einsatz der Kieselsäure als Fließverbesserer nicht abgehalten hätte, weil dieser negative Effekt in vorhersehbarer Weise bei den erfindungsgemäß verwendeten längeren Reaktionszeiten keine Bedeutung habe.

VII. Die Argumente der Beschwerdegegnerin können wie folgt zusammengefaßt werden:

- (i) Die Ausbeuteangaben, die die Beschwerdeführerin in dem mit der Beschwerdebegründung eingereichten Versuchsbericht (Table 1, column "efficiency") gemacht habe, seien nicht glaubhaft, weil die Stickstoff-Werte der dortigen Beispiele 1, 2 und 3, entgegen der Erwartung für gleiche Stärkeproben, unerklärliche Schwankungen zeigten.

Auch die zweite Aussage des genannten Versuchsberichts, nämlich die behauptete Verfälschung der Ausbeuten in Gegenwart von Kieselsäure durch deren Reaktion mit dem Epoxid (siehe Table 2), sei im Lichte der gegenteiligen

Versuchsergebnisse der Beschwerdegegnerin
(Schriftsatz vom 22. Januar 1997, Punkt 4.2)
nicht glaubhaft.

Die gemäß Beispiel 14 des Streitpatents
erfindungsgemäß erreichbare Ausbeuteverbesserung
sei somit nicht widerlegt.

- (ii) Das Erreichen der patentgemäßen hohen Ausbeuten bei Reaktionstemperaturen bis 40 °C sei gegenüber D3 überraschend, weil gemäß dem dortigen Beispiel 12 bei Raumtemperatur nur eine viel niedrigere Ausbeute erzielt worden sei.
- (iii) Beispiel 10 des Streitpatents zeige überdies, daß auch die erfindungsgemäße Verwendung niedriger Reaktionstemperaturen insofern zur erfinderischen Tätigkeit beitrage, als dort offenbart sei, daß bei Umsetzungstemperaturen von bis zu 40° in unvorhersehbarer Weise eine besonders homogene Kornverteilung erzielt werde.
- (iv) Auch das Merkmal des Anspruchs 1, wonach der Aktivator der Stärke vor dem Besprühen mit der Epoxidlösung zusetzt wird, sei nicht naheliegend gewesen, weil der Fachmann befürchtet hätte, daß die als Folge der Mischung mit dem Aktivator eintretende Bedeckung der Oberfläche der Stärketeilchen mit Kieselsäure deren Reaktivität gegenüber dem Epoxid erheblich gemindert hätte; dies umso mehr bei den (wegen der erfindungsgemäßen tiefen Temperaturen erforderlichen) langen Reaktionszeiten, weil dann noch die Hydrolysegefahr des Epoxids im vorhandenen alkalischen Milieu als Konkurrenzreaktion hinzutrete.

VIII. Die Beschwerdeführerin beantragte die Aufhebung der angefochtenen Entscheidung und den Widerruf des Streitpatents.

Die Beschwerdegegnerin beantragte, die angefochtene Entscheidung aufzuheben und das Patent aufgrund des in der mündlichen Verhandlung eingereichten Hilfsantrags aufrechtzuerhalten.

Entscheidungsgründe

1. Die Beschwerde ist zulässig.
2. *Artikel 123 (2) und (3) EPÜ*

Das im Beschwerdeverfahren in den Anspruch 1 eingefügte Merkmal "wobei man zuerst Stärke und Aktivator miteinander bis zu 10-min in einem Chargenmischer mischt, und anschließend das Epoxid in Form einer wässrigen Lösung aufsprüht" entspricht der Offenbarung auf Seite 10, Zeilen 8 bis 11 der Erstunterlagen (Seite 5, Zeilen 34 bis 36 der Patentschrift). Dieses Merkmal bedeutet eine Einschränkung des ersetzten Wortlauts "wobei man den Aktivator der Stärke vor dem Epoxid zusetzt".

Anspruch 1 erfüllt somit die Bedingungen des Artikels 123 (2) und (3) EPÜ.

Die übrigen Ansprüche 2 bis 10 sind gegenüber der erteilten Fassung unverändert. Im Einspruchs- und Beschwerdeverfahren wurde nicht bestritten, daß sie die Erfordernisse des Artikels 123 (2) EPÜ erfüllen.

3. *Stand der Technik*

3.1 Entgegenhaltung D1

Gemäß dem einzigen Patentanspruch betrifft diese Entgegenhaltung ein Verfahren zur Herstellung kationischer Stärkeäther durch Umsetzung von Stärke mit Alkylidenepoxiden in alkalischem Medium in Gegenwart von Wasser, wobei die Stärke bei Temperaturen von etwa 50 bis 120 °C mit Alkylidenepoxiden umgesetzt wird, die eine tertiäre Aminogruppe oder eine quartäre Ammoniumgruppe aufweisen, und wobei die Umsetzung in einem Medium erfolgt, das etwa 10 bis 35 Gew.-% Wasser und etwa 0,2 bis 2,0 Gew.-% Calciumhydroxid oder Calciumoxid enthält.

Als Alkylidenepoxide kommen insbesondere solche der Formeln (I) und (II) gemäß Streitpatent in Frage (Seite 3, Zeilen 17 bis 23) und diese werden in Mengen von 0,005-0,5 Mol Epoxid pro Mol Stärke (berechnet als Anhydroglucoseeinheit in der Trockensubstanz) verwendet (Seite 3, Zeilen 34 bis 37).

Gemäß Seite 4, Zeilen 13 bis 19 kann das Calcium(hydr)oxid der Stärke zuerst zugemischt und dann die Epoxidlösung zugegeben werden (siehe Beispiele 2 bis 6) oder es kann auch umgekehrt verfahren werden (siehe Beispiel 1).

3.2 Entgegenhaltung D3

Diese Entgegenhaltung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von kationischer Stärke, wobei Stärke mit einem Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 30 Gew.-% oder ein Stärke-Filterkuchen mit einem

Feuchtigkeitsgehalt von höchstens 46 Gew.-% mit einer wäßrigen Lösung aus einer Vormischung eines Alkali- oder Erdalkali-Katalysators und eines Dialkylamino- oder Trialkylammonium-substituierten Epoxids (oder des entsprechenden Halohydrins), z. B.

Glycidyltrimethylammoniumchlorid (Anspruch 7), a) besprüht und dann b) bei einem pH von zumindest 11 in trockenem oder im wesentlichen trockenem Zustand zur Reaktion gebracht wird (cf. Ansprüche 1 und 2). Die Reaktion b) kann bei 25 bis 140 °C während 0.5 bis 40 Stunden durchgeführt werden, wobei bei niedrigeren Temperaturen längere Reaktionszeiten verwendet werden (Anspruch 3; Spalte 2, Zeilen 53 bis 55; Spalte 4, Zeilen 31 bis 36).

Während die meisten Beispiele bei Temperaturen von 70 bis 80 °C arbeiten, findet die Reaktion gemäß den Beispielen 4 und 12 bei Raumtemperatur statt.

3.3

Entgegenhaltung D6

Dieser Artikel beschreibt die Wirkung der Wasserdampfaufnahme auf die Teilcheneigenschaften von Maisstärke.

Insbesondere wird berichtet, daß es beim Zusatz von hydrophober Kieselsäure (Füllstoff R 972) mit einer spezifischen Oberfläche von $120 \pm 30 \text{ m}^2/\text{g}$ BET in Konzentrationen von 0,05, 0,1, 0,5 und 1 %, ebenso wie von kolloidaler Kieselsäure AEROSIL^(R) bekannt, zur Bildung einer Kieselsäure-Schicht auf den Stärke-Einzelteilen kommt, wobei ab einer kritischen Konzentration von 0,5 % ein geschlossener monopartikulärer Film vorliegt (cf. Seite 252, Zeilen 17 bis 19; Seite 253, Zeilen 18 bis 20; Seite 259, Zeilen 18 bis 21 und Zeilen 31 bis 34).

Gemäß Seite 259, Zeilen 30 bis 34 wird dadurch die interpartikuläre Reibung bedeutend verringert, wobei ihr Wert ab der Konzentration von 0,5 % bei allen Feuchtigkeitsgehalten konstant bleibt.

Auf Seite 260, Zeilen 10 bis 26 wird berichtet, daß durch die Bedeckung mit hydrophober Kieselsäure die Wasserdampfaufnahme zwar in den ersten wenigen Stunden verzögert abläuft, daß es aber danach zur Aufnahme der gleichen Wasserdampfmengen wie in Abwesenheit von Kieselsäure kommt.

4. *Neuheit*

Die Frage der Neuheit wurde im Beschwerdeverfahren nicht aufgeworfen, und die Kammer sieht im Hinblick auf die diesbezüglichen Schlußfolgerungen in Punkt II.1.2 der angefochtenen Entscheidung keine Veranlassung, an der Neuheit der Gegenstände der Ansprüche 9 und 10 zu zweifeln.

Die Neuheit der Ansprüche 1 bis 8 war nicht Gegenstand der Einsprüche und steht damit außer Diskussion (cf. G 9/91 und G 10/91, ABl. EPA 1993, 408 und 420).

5. *Erfinderische Tätigkeit*

5.1 *Nächstliegender Stand der Technik*

Da D1 (siehe obiger Punkt 3.1), wie das Streitpatent, ein Verfahren zur Trockenkationisierung von Stärke betrifft, das die Verätherung in Gegenwart von Calciumhydroxid oder Calciumoxid mit den gleichen Alkylidenepoxiden durchführt, kann diese Entgegenhaltung als nächstliegender Stand der Technik gelten.

Der Gegenstand des Anspruchs 1 des Streitpatents unterscheidet sich von D1 durch die folgenden drei Merkmale:

- (1) durch die niedrigere Umsetzungstemperatur von 5 bis 40 °C,
- (2) durch die Verwendung des auch gemäß D1 eingesetzten Calcium(hydr)oxids, jedoch nicht allein, sondern in Abmischung mit einer bestimmten Menge einer Kieselsäure bestimmter spezifischer Oberfläche in bestimmten Mengen, mit der Maßgabe, daß
- (3) die vorgenannte Abmischung (= Aktivator) der Stärke vor dem Epoxid zugesetzt wird.

5.2 Aufgabe und Lösung

5.2.1 Gemäß den Erstunterlagen bestand die Aufgabe der Erfindung in der Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung von kationischen Stärkeäthern (i) in hoher Ausbeute, das (ii) wenig Rührenergie benötigt, (iii) die Reaktionsgefäße nur kurzzeitig blockiert und das (iv) ein Absieben des Reaktionsproduktes zum Abtrennen von Grobanteilen entbehrlich macht (Seite 5, Zeilen 16 bis 22; Seite 11, Zeilen 1 bis 12).

5.2.2 Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt gegenüber D1 durch die in Punkt 5.1 genannten Maßnahmen (1), (2) und (3).

5.2.3 Die Kammer ist aufgrund der folgenden Tatsachenlage überzeugt, daß das Verfahren gemäß Anspruch 1 die genannte Aufgabe in allen ihren Aspekten löst:

- 5.2.3.1 Gemäß den Beispielen des Streitpatents kann Stärke bei 20 °C in Gegenwart von Kieselsäure bis zu einer Ausbeute von 93,9 % (Beispiel 14) veräthert werden. Dies belegt die Lösung des Aspekts (i) der genannten Aufgabe.
- 5.2.3.2 Aus Beispiel 14 geht auch hervor, daß das erfindungsgemäß hergestellte Produkt ein sehr gutes Fließverhalten aufweist, woraus folgt, daß im Reaktor vergleichsweise wenig Rührenergie aufgewendet werden muß. Somit wurde auch Aspekt (ii) der genannten Aufgabe gelöst.
- 5.2.3.3 Gemäß den Beispielen 1 bis 6, 8 und 9 wird das Reaktionsprodukt jeweils nach 20 Minuten aus dem Reaktor ausgetragen, so daß auch die Aufgabe einer geringen "Blockierung" des Reaktors (Aspekt (iii)) als erfüllt gelten kann.
- 5.2.3.4 Schließlich zeigt Beispiel 10, daß bei einer Durchführung der Verätherung bis zu 40 °C eine äußerst homogene Kornverteilung mit sehr wenig Grobanteil erreicht wird (bei 40 °C: 1,0 % > 100 µm, 99,0 % < 100 µm), so daß auch Aspekt (iv) der genannten technischen Aufgabe gelöst wurde.
- 5.2.3.5 Somit kann die gestellte Aufgabe in allen ihren Aspekten als gelöst gelten.

5.3 Naheliegen

Gemäß Artikel 56 EPÜ gilt eine Erfindung als auf einer erfinderischen Tätigkeit beruhend, wenn sie sich für den Fachmann nicht in naheliegender Weise aus dem Stand der Technik ergibt. Im vorliegenden Fall bedeutet dies, daß das Vorliegen erfinderischer Tätigkeit für den Gegenstand des Anspruchs 1 dann bejaht werden muß, wenn die Lösung der bestehenden

technischen Aufgabe durch die getroffenen Maßnahmen (siehe obiger Punkt 3.1, Merkmale (1), (2) und (3)) nicht in allen ihren Aspekten nahegelegt war. Da im Einspruchsverfahren der Grundsatz gilt, daß die Einsprechende die Beweislast für von ihr aufgestellte Behauptungen trägt, kann ihren Anträgen nur stattgegeben werden, wenn sie diese Behauptungen entsprechend überzeugend, z. B. experimentell, belegt (cf. T 219/83 ABl. EPA 1986, 211 corr. 328 und T 270/90 ABl. EPA 1993, 725).

5.3.1 Aspekt (i): hohe Ausbeute

Die Beschwerdeführerin hat beanstandet, daß Beispiel 14 des Streitpatents, das eine Erhöhung der Ausbeute in Gegenwart von Kieselsäure trotz einer Reaktionstemperatur von nur 20 °C berichtet, wegen fehlender Angaben nicht nacharbeitbar sei und daher nicht glaubwürdig belegen könne, daß die Gegenwart von Kieselsäure in ursächlichem Zusammenhang mit der erreichten hohen Ausbeute stehe; daraus folgerte die Beschwerdeführerin, daß diese hohe Ausbeute allein die Konsequenz der langen Umsetzungszeiten sei. Da es dem Fachmann aber bekannt gewesen sei, daß hinsichtlich der Ausbeute eine niedrigere Temperatur durch eine längere Reaktionszeit kompensiert werden könne, leiste der Faktor "Ausbeute" keinen Beitrag zur erfinderischen Tätigkeit.

Die Beschwerdeführerin unterstützte diese Argumentation durch Versuche, die sie mit der Beschwerdebegründung einreichte und mit Schriftsatz vom 18. Juni 1998 korrigierte (im folgenden "Versuchsbericht D22" genannt). Diese greifen den im Streitpatent, Beispiel 14, behaupteten Ausbeuteeffekt in zweifacher Weise an:

5.3.1.1 In Table 1 des Versuchsberichts D22 werden die Ausbeuten der Verätherung von Kartoffelstärke einerseits in Abhängigkeit von der Temperatur und andererseits in Abhängigkeit von der An- oder Abwesenheit von Kieselsäure gegenübergestellt.

Dabei ergibt sich, unabhängig von der Gegenwart von Kieselsäure, eine relative geringe Abhängigkeit der Ausbeute von der Temperatur (Ausbeute nach 6 Tagen gemäß den Beispielen 1 (Raumtemperatur), 2 (40 °C), 3 (46 °C): 95 %, 92 %, 92 %), aber eine große Abhängigkeit von der Anwesenheit von Kieselsäure (z. B. Beispiel 1 (Raumtemperatur, ohne Kieselsäure): Ausbeute 95 %; Beispiel 4 (Raumtemperatur, mit Kieselsäure): Ausbeute 82 %).

Folgt man dem Versuchsbericht D22, so hieße das demnach, daß die Zugabe von Kieselsäure zu einer Ausbeuteverringeringung führte.

Allerdings sind die Angaben in Table 1 des Versuchsberichts D22 aus folgenden Gründen nicht geeignet, die widersprechenden Ergebnisse in Beispiel 14 des Streitpatents zu entkräften:

Zunächst hielt sich das Verfahren, das in den Beispielen 1 bis 5 des Versuchsberichts D22 angewandt wurde, in mehreren Punkten nicht an die Vorgangsweise gemäß Anspruch 1 des Streitpatents. So wurde gemäß den Beispielen 1 bis 3 das Kationisierungsgens vor dem Alkali zugegeben und anstelle von Calcium(hydr)oxid wurde NaOH verwendet. Gemäß den Beispielen 4 und 5 wurde die Kieselsäure zwar der Stärke vor der Zugabe des Kationisierungsgens zugemischt, aber nicht in Abmischung mit dem "Alkali", auch hier offenbar wieder NaOH, nicht Calcium(hydr)oxid. Weiters machte die Beschwerdegegnerin zu Recht darauf aufmerksam

(Schriftsatz vom 22. Januar 1997, Punkt 3.2.1), daß die für die Beispiele 1 und 3 des Versuchsberichts D22 angegebenen Stickstoff-Werte, aus denen sich die Ausbeuten errechnen, erheblich schwanken (Stickstoff-Wert nach 6 Tagen: Beispiel 1: 0.396 %, Beispiel 3: 0,462 %) und ebenso erheblich vom theoretischen Wert von 0,42 % entfernt liegen, obwohl gemäß der Verfahrensbeschreibung des Versuchsberichts D22 immer dieselbe Kartoffelstärke mit einem Wassergehalt von 19,9 % und 0,021 % unlöslichem Stickstoff eingesetzt wurde.

Die Kammer ist der Auffassung, daß sowohl die von Anspruch 1 abweichende Herstellweise, als auch die Unklarheit bezüglich der Stickstoffwerte dazu führen, daß die Resultate des Versuchsberichts D22 nicht geeignet sind, die Ausbeuteangaben gemäß Beispiel 14 des Streitpatents zu entkräften.

Einerseits ist die Behauptung der Beschwerdeführerin nicht belegt, daß die Unterschiede in der Herstellung ohne Belang für das Ergebnis seien, und andererseits ist auch die Erklärung der Beschwerdeführerin für die stark differierenden Stickstoff-Werte, nämlich daß diese von der Verwendung unterschiedlicher Chargen derselben Stärke herrührten, in Anbetracht der großen Divergenz der Werte nicht überzeugend.

- 5.3.1.2 Gemäß Beispiel 6 und Table 2 des Versuchsberichts D22 hat die Beschwerdeführerin nach dem "Slurry-Verfahren" in wäßriger Suspension einerseits Kartoffelstärke mit Kieselsäure und Kationisierungsmittel (Trial 1) und andererseits nur Kieselsäure und Kationisierungsmittel (Trial 2) umgesetzt und aus den Stickstoff-Werten der Feststoffe abgeleitet, daß die letztgenannten Stoffe in Abwesenheit von Stärke (= Trial 2) miteinander reagierten. Daraus schloß die Beschwerdeführerin, daß auch in Anwesenheit von

Stärke eine solche Reaktion stattfinden müßte, so daß sich die Ausbeute an kationisiertem Produkt um den Anteil an diesem Reaktionsprodukt (Kieselsäure + Kationisierungsmittel) reduzierte, im Fall des Beispiels 6 des Versuchsberichts D22 um 2.3 % (siehe während der mündlichen Verhandlung von der Beschwerdeführerin überreichte Kalkulation).

Diesen Versuchsergebnissen hat die Beschwerdegegnerin in ihrem Schriftsatz vom 22. Januar 1997, Punkt 4.2 mit Gegenversuchen widersprochen, wobei sie die Ausbeuten der Verätherung von Kartoffelstärke, ebenfalls nach dem "Slurry-Verfahren", einmal mit, das andere Mal ohne Kieselsäure einander gegenüberstellte. Dabei stellte sie im ersten Fall eine (korrigierte) Ausbeute von 80,7 % (Beispiel 1, mit Kieselsäure) und im zweiten Fall eine solche von 80,5 % (Beispiel 2, ohne Kieselsäure) fest, was hieße, daß praktisch kein Ausbeuteunterschied besteht.

Die Kammer schließt sich der Auffassung der Beschwerdegegnerin an, daß die in Table 2 des Versuchsberichts D22 enthaltenen Versuchsergebnisse die Aussagen des Streitpatents (Beispiel 14) nicht widerlegen können. Zwar zeigen diese Versuche für den Fall der Abwesenheit von Stärke die Möglichkeit einer wie immer gearteten "Verbindung" (Adsorption?) zwischen Kieselsäure und Kationisierungsmittel, andererseits belegt die praktische Ausbeutegleichheit gemäß den Gegenversuchen der Beschwerdegegnerin, daß die Möglichkeit der "Verbindung" zwischen der Kieselsäure und dem Kationisierungsmittel in Gegenwart von Stärke, falls sie in diesem Fall überhaupt vorhanden ist, in kaum nennenswertem Maße auftritt. Somit spielt die von der Beschwerdeführerin diskutierte Ausbeuteverfälschung in der Praxis eine höchstens untergeordnete Rolle, die nichts an der

Glaubwürdigkeit der gemäß Beispiel 14 des Streitpatents angegebenen höheren Ausbeute in Gegenwart von Kieselsäure von 93,9 % ändert.

5.3.1.3 Die Beschwerdeführerin hat daher die ihr zufallende Beweislast nicht erfüllt, so daß für die Beurteilung der erfinderischen Tätigkeit des Gegenstandes von Anspruch 1 von der Richtigkeit der die Ausbeute mit und ohne Kieselsäure betreffenden Angaben in Beispiel 14 des Streitpatents auszugehen ist. Somit fällt auch ihr Argument, daß die erfindungsgemäßen erreichten hohen Ausbeuten nichts mit der Gegenwart von Kieselsäure zu tun hätten, sondern nur die Folge der langen Reaktionszeiten wären.

5.3.1.4 Dieser Schluß wird auch durch die von der Beschwerdeführerin in der mündlichen Verhandlung vorgebrachte, auf dem von der Patentinhaberin im Prüfungsverfahren (Schriftsatz vom 13. Juli 1988, Blatt 3 und 4) vorgelegten Versuchsbericht beruhende These nicht widerlegt, derzufolge in Abwesenheit von Kieselsäure hergestellte Stärkeäther, wegen ihres durch Teilchenagglomeration bedingten Grobanteils eigentlich eine höhere Ausbeute zeigen müßten, weil gemäß den Analyseergebnissen des Beispiels 1 und des Vergleichsbeispiels 1a dieses Versuchsberichts Stärkeäther-Teilchen mit einer Teilchengröße über 200 µm einen viel höheren Stickstoffgehalt hätten (dort 0,542 %) als die erfindungsgemäßen hergestellten Stärkeäther (deren Stickstoffgehalt für Teilchen über 200 µm bei 0,240 % liegt).

Tatsächlich berichtet dieser Versuchsbericht aber, in Übereinstimmung mit dem Streitpatent, trotz des Anteils an hoch-stickstoffhaltigen Grobteilchen eine erheblich niedrigere Ausbeute von 88,5 % für die nicht erfindungsgemäßen hergestellten Stärkeäther im Vergleich zu einer Ausbeute von 92,8 % für die

erfindungsgemäßen hergestellten Stärkeäther. Die Vermutung der Beschwerdeführerin, daß wegen des höheren Grobanteils der in Abwesenheit von Kieselsäure hergestellten Stärkeäther die in Beispiel 14 des Streitpatents berichtete geringere Ausbeute unrealistisch sei, ist daher durch die Fakten nicht gestützt.

5.3.1.5 Somit ist einerseits davon auszugehen, daß durch die Verätherung der Stärke gemäß den Bedingungen des vorliegenden Anspruchs 1 eine Ausbeute erreicht werden kann, die aufgrund des zitierten Standes der Technik vom Fachmann nicht vorhergesehen werden konnte, wobei andererseits dieser Effekt ursächlich mit der erfindungsgemäß vorgesehenen Anwesenheit von Kieselsäure zusammenhängt.

5.3.2 Aspekt (ii): geringe Rührenergie

Da dem Fachmann aus D6 (cf. Punkt 3.3 supra) bekannt war, daß die Zugabe von hydrophober Kieselsäure zu Maisstärke die interpartikuläre Reibung zwischen den Stärketeilchen bedeutend verringert (cf. Seite 255, Abbildung 4; Seite 259, Zeilen 30 bis 34), konnte er erwarten, daß dieser Effekt auch im vorliegenden Fall eintreten wird, wenn er die Kieselsäure in Vorabmischung mit Calcium(hydr)oxid der Stärke zusetzt. Da eine geringe interpartikuläre Reibung (siehe das "Fließverhalten" in Beispiel 14 des Streitpatents) unmittelbar zu einer verringerten Rührenergie führen muß, konnte dieser Effekt erwartet werden und kann daher nichts zur erfinderischen Tätigkeit beitragen.

5.3.3 Aspekt (iii): kurze Blockierung der Reaktionsgefäße

5.3.3.1 Gemäß den Beispielen 1 bis 6 der Entgegenhaltung D1 erfolgt die Stärkeverätherung bei 60 bis 80 °C in einem Zeitraum von 55 bis 115 Minuten: Beispiel 1, Variante 1: 80 °C, 10 min (Zugabe Epoxid) + 10 min (Rührzeit) + 5 min (Zugabe Calciumhydroxid) + 30 min (Reaktionszeit) = 55 min; Beispiel 5, Variante 2 (in Verbindung mit Beispiel 1): 60 °C, 10 min (Zugabe Calciumhydroxid) + 10 min (Rührzeit) + 5 min (Zugabe Epoxid) + 90 min (Reaktionszeit) = 115 min.

5.3.3.2 Demgegenüber beträgt gemäß den Beispielen 1 bis 6, 8 und 9 des Streitpatents bei Raumtemperatur die Verweilzeit im Reaktionsgefäß jeweils 20 Minuten: 5 min (Mischen Stärke/Aktivator) + 5 min (Zugabe Epoxid) + 10 min (Rührzeit) = 20 min.

Nach den genannten Beispielen des Streitpatents erfolgt die Fertigreaktion zur vollständig verätherten Stärke bei 20 °C außerhalb des Reaktionsgefäßes in einem Vorratssilo innerhalb von 16 Stunden (Beispiel 2) und 7 Tagen (Beispiel 8).

5.3.3.3 Die Entgegenhaltung D1 enthält keinen Hinweis auf die patentgemäße Möglichkeit der geringen Verweilzeit des Reaktionsgemisches in einem Reaktor und einer darauffolgenden Fertigreaktion außerhalb desselben. D1 offenbart zwar im Zusammenhang mit der Diskussion des Standes der Technik auch, daß es bekannt war, bei Raumtemperatur zu arbeiten, ohne allerdings eine mögliche kurze Verweilzeit im Reaktor anzudeuten; vielmehr kritisiert D1 diese bekannten Verfahren wegen ihrer unbefriedigenden Ausbeute (cf. Seite 2, Zeilen 12 bis 33) und sieht die Lösung zum Erreichen hoher Ausbeuten im Arbeiten bei höheren Temperaturen von 50 bis 120 °C sowie den oben referierten längeren Verweilzeiten (cf. Punkt 5.3.3.1 supra).

5.3.3.4 Ebensowenig ist D3 (siehe Punkt 3.2 supra) ein Hinweis auf kurze Verweilzeiten zu entnehmen, wobei insbesondere gemäß den Beispielen 4 und 12, die eine Reaktion bei Raumtemperatur vorsehen, Reaktions- und somit Verweilzeiten im Reaktor von 4 Stunden bis zur Fertigreaktion offenbart sind. Darüber hinaus beträgt gemäß Beispiel 12 die Ausbeute nur 74 %, womit die vorstehend referierte Kritik in der Entgegnung D1 bezüglich des Arbeitens bei Raumtemperatur bestätigt wird.

Auch gegenüber der Offenbarung von D3 lag somit die Lösung des Aspekts (iii) des vorliegenden technischen Problems nicht nahe.

5.3.4 Aspekt (iv): Vermeidung von Grobanteilen

5.3.4.1 Gemäß Beispiel 10 des Streitpatents gelingt es beim erfindungsgemäßen Arbeiten bei nicht mehr als 40 °C eine sehr homogene Kornverteilung zu erhalten (cf. Punkt 5.2.3.4 supra), während bei 80 °C mit einem Anteil von 10,3 % an Teilchen > 100 µm eine erheblich ungünstigere Kornverteilung vorliegt, was - unbestritten von der Beschwerdeführerin - dazu führt, daß diese Grobanteile abgetrennt werden müssen.

5.3.4.2 Während der Beschwerdeführerin zuzustimmen ist, daß die aus D6 bekannte, durch Kieselsäure-Zugabe bedingte Verringerung der interpartikulären Reibung zwischen den Stärketeilchen ohne weiteres auch bei der vorliegenden Verätherungsreaktion in vorhersehbarer Weise zur Verhinderung einer Partikelagglomeration beitragen wird, läßt sich dadurch der vorstehend referierte Temperatureffekt nicht erklären, geschweige denn vorhersehen.

- 5.3.5 Somit gelingt es dem Verfahren gemäß Anspruch 1 des Streitpatents in gegenüber dem Stand der Technik unerwarteter Weise, Stärkeäther in hoher Ausbeute und mit geringem Grobanteil bei niedrigen Umsetzungstemperaturen von 5 bis 40 °C und bei kurzen Verweilzeiten im Reaktionsgefäß herzustellen. Daß dabei ein zusätzlicher vorteilhafter Effekt eintritt, der dem Erfinder in den Schoß fällt (siehe Punkt 5.3.2), hat keinen Einfluß auf das Nicht-Naheliegen der Erfindung auf der Basis der nicht vorhersehbaren Lösung der Aspekte (i), (iii) und (iv) der vorliegenden technischen Aufgabe.
- 5.3.6 Anspruch 1 erfüllt somit die Bedingungen des Artikel 56 EPÜ.
- 5.4 Die abhängigen Ansprüche 2 bis 8 betreffen besondere Ausführungsformen des Verfahrens nach Anspruch 1 und sind somit ebenfalls erfinderisch.
- 5.5 Die erfinderische Tätigkeit der Gegenstände der unabhängigen Ansprüche 9 und 10 wurde in der angefochtenen Entscheidung (cf. Punkt 2.5) anerkannt und von der Beschwerdeführerin im Beschwerdeverfahren nicht bestritten. Die Kammer sieht keinen Grund, von der Schlußfolgerung der Vorinstanz abzuweichen.
- 5.6 Der Gegenstand des Streitpatents beruht somit insgesamt gegenüber dem zitierten Stand der Technik auf erfinderischer Tätigkeit.

Entscheidungsformel

Aus diesen Gründen wird entschieden:

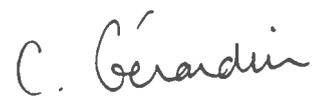
1. Die angefochtene Entscheidung wird aufgehoben.

2. Die Sache wird an die Vorinstanz mit der Auflage zurückverwiesen, das Patent auf der Basis des in der mündlichen Verhandlung eingereichten Hilfsantrags und einer noch anzupassenden Beschreibung aufrechtzuerhalten.

Die Geschäftsstellenbeamtin:


E. Gorgmaier

Der Vorsitzende:


C. Gérardin

