

BUNDESPATENTGERICHT

15 W (pat) 3/01

(Aktenzeichen)

Verkündet am
4. April 2002

...

BESCHLUSS

In der Beschwerdesache

betreffend das Patent 195 10 698

...

...

hat der 15. Senat (Technischer Beschwerdesenat) des Bundespatentgerichts auf die mündliche Verhandlung vom 4. April 2002 unter Mitwirkung des Vorsitzenden Richters Dr. Kahr sowie der Richter Dr. Niklas, Harrer und Dr. Egerer

beschlossen:

Der angefochtene Beschluß wird aufgehoben.

Das Patent 195 10 698 wird unter Abänderung der Bezeichnung in "Verfahren zur Herstellung von Polyamiden" mit folgenden Unterlagen beschränkt aufrechterhalten:

Patentansprüche 1 bis 5, überreicht in der mündlichen Verhandlung am 4. April 2002

Beschreibung Seiten 2 bis 9, überreicht in der mündlichen Verhandlung vom 4. April 2002

3 Blatt Zeichnungen Figur 1 bis 3, gemäß Patentschrift.

Gründe

I

Auf die am 14. März 1995 eingereichte Patentanmeldung hat das Deutsche Patentamt das Patent 195 10 698 mit der Bezeichnung

"Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Polyamiden"

erteilt. Veröffentlichungstag der Patenterteilung ist der 14. August 1997.

Nach Prüfung der erhobenen Einsprüche wurde das Patent mit Beschluß der Patentabteilung 44 des Deutschen Patent- und Markenamts vom 31. Oktober 2000 widerrufen. Dem Beschluß lagen die Patentansprüche 1 bis 8 der DE 195 10 698 C2 mit folgendem Wortlaut zugrunde:

"1. Verfahren zur Herstellung von Polyamid, bei dem durch Polykondensation in der Schmelze hergestelltes Polyamidgranulat in der festen Phase nachkondensiert wird, wobei es erwärmt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Polyamidgranulat in einem ersten Schritt auf eine erste Temperatur zwischen 90°C und 150°C erwärmt und für einen vorbestimmten Zeitraum zwischen zwei und sechs Stunden auf dieser Temperatur gehalten wird und anschließend in einem zweiten Schritt auf eine zweite höhere, aber unterhalb des Schmelzpunktes liegende Temperatur, die zwischen 170°C und 10°C unterhalb des Schmelzpunktes des Polyamids liegt, aufgeheizt wird und bei dieser Temperatur nachkondensiert wird, bis der gewünschte mittlere Polykondensationsgrad erreicht wird, wobei die Nachkondensation in einem Inertgasstrom oder unter Vakuum durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das für die Nachkondensation verwendete Inertgas eine Taupunkttemperatur zwischen 0°C und 30°C, vorzugsweise zwischen 5°C und 20°C, aufweist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß es kontinuierlich in einem Wanderbettreaktor durchgeführt wird, dem Inertgas mit mindestens zwei unterschiedlichen Temperaturen zugeführt wird, wobei das Granulat erst die Zone niedriger

Temperatur, anschließend die Zone höherer Temperatur durchströmt und in der ersten Zone (B) der Massestrom des Inertgases zu dem des Granulats 2,5 bis 15, vorzugsweise 3 bis 6, und in der zweiten Zone (C) der Massestrom des Inertgases zu dem des Granulats 2,5 bis 8, vorzugsweise 2,5 bis 5, beträgt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Massenströme und Eintrittstemperaturen des Inertgases und des Polyamidgranulats so gewählt werden, daß die Abgastemperatur kleiner als 90°C ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß es diskontinuierlich in einem Taumel-, Doppelkonus- oder Trommelreaktor durchgeführt wird.

6. Vorrichtung zur kontinuierlichen Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß

a) ein Wanderbettreaktor (A) mit einem Zulauf für das Polyamidgranulat und einem Auslaß für das nachkondensierte Polyamidgranulat vorgesehen ist, und

b) der Reaktor (A) eine erste mit dem Zulauf verbundene Zone (B) mit der ersten Temperatur und eine sich daran anschließende zweite Zone (C) mit der zweiten Temperatur aufweist, und

c) die jeweilige Zone (B, C) eine eigene Zuführung (D, E) für Inertgas besitzt.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß im oberen Bereich der ersten Zone (B) ein Abgasstutzen für die Abfuhr des Abgases angeordnet ist, der über eine Staubabscheidevorrichtung (H) mit einem Gaswäscher (J) zur Reinigung des

Nebenprodukte enthaltenden Abgases und Einstellung der Taupunkttemperatur des Inertgases verbunden ist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Gaswäscher (J) mit den Inertgaszuführungen (D, E) des Reaktors (A) über eine Inertgaszuleitung (R) verbunden ist, in die gereinigtes Inertgas eingeleitet wird."

Der Widerruf des Patents wurde hauptsächlich damit begründet, daß das Verfahren gemäß Patentanspruch 1 gegenüber der Lehre der DE 39 23 061 C1 nicht mehr neu sei.

Gegen diesen Beschluß hat die Patentinhaberin Beschwerde eingelegt und in der mündlichen Verhandlung vom 4. April 2002 nur die Verfahrensansprüche 1 bis 5 gemäß DE 39 23 061 C1 weiterverfolgt, wobei sie im Patentanspruch 1 durch Streichen von "wird" nach "aufgeheizt" lediglich eine redaktionelle Änderung vorgenommen hat.

Zur Begründung ihrer Beschwerde hat die Patentinhaberin im wesentlichen geltend gemacht, daß das beanspruchte Verfahren neu und erfinderisch sei. Denn weder die diesem zugrundeliegende Aufgabe der Oligomerenvermeidung noch deren Lösung gemäß Patentanspruch 1 werde durch den genannten Stand der Technik vorweggenommen oder nahegelegt.

Die Patentinhaberin beantragt,

den angefochtenen Beschluß aufzuheben und das Patent beschränkt aufrechtzuerhalten auf der Grundlage der Patentansprüche 1 bis 5 und Beschreibung Seiten 2 bis 9, jeweils überreicht in der mündlichen Verhandlung sowie 3 Blatt Zeichnungen, Figuren 1 bis 3 gemäß Patentschrift.

Die Einsprechenden beantragten übereinstimmend,

die Beschwerde zurückzuweisen.

Sie haben dem Vorbringen der Patentinhaberin widersprochen und insbesondere die Ansicht vertreten, daß dem Verfahren gemäß Patentanspruch 1 im Hinblick auf die DE 39 23 061 C1 die Neuheit fehle. Auch dort werde ein zweistufiges Nachkondensationsverfahren für Polyamide beschrieben, bei dem für die Trocknungs- und Temperzone unterschiedliche Temperaturen gewählt werden könnten. Zumindest beruhe der Gegenstand des Patentanspruchs 1 im Hinblick auf diesen Stand der Technik aber auch unter Berücksichtigung der DE-OS 22 32 304 auf keiner erfinderischen Tätigkeit.

Wegen weiterer Einzelheiten wird auf den Inhalt der Akten verwiesen.

II

Die Beschwerde der Patentinhaberin ist zulässig (PatG § 73). Sie ist unter Berücksichtigung des nunmehr vorliegenden Patentbegehrens auch begründet.

Bezüglich ausreichender Offenbarung des Gegenstandes der geltenden Patentansprüche 1 bis 5 bestehen keine Bedenken, da sich deren Merkmale auch aus den ursprünglich eingereichten Unterlagen herleiten lassen (vgl Erstunterlagen die Ansprüche 1 bis 9 und 13).

Die Neuheit des Gegenstandes des Patentanspruchs 1 ist anzuerkennen.

In der DE 39 23 061 C1 (1) wird ein Verfahren zum Trocknen und Tempern von Polyamidgranulat beschrieben, das ebenfalls in zwei Schritten, nämlich in einer Trocknungszone und daran anschließend in einer Temperzone zur Nachkondensation erfolgt. Zum Trocknen und Aufheizen der Polyamidgranulate wird Inertgas

einer Temperatur von 70 bis 200°C, wie Stickstoff, in die Granulatschicht zwischen Trocknungs- und Temperzone in einer speziellen Strömungsführung eingeleitet (vgl Anspruch 1 iVm Sp 1 Z 15 bis 17 und Sp 2 Z 22 bis 39). Die Eintrittstemperatur des Stickstoffs unterhalb der Trocknungszone wird im allgemeinen in Abhängigkeit der gewünschten Nachkondensation im unteren Teil der Behandlungszone festgelegt. Die Temperatur in der Temperzone wird dabei entsprechend der Temperatur des eintretenden Stickstoffs konstant gehalten (vgl Sp 2 Z 53 bis 58). Im Ausführungsbeispiel verläßt dementsprechend das Granulat die Temperzone mit einer Temperatur von 160°C, während Stickstoff mit einer Temperatur von 160°C zwischen Trocknungs- und Temperzone eingeleitet wird (vgl Sp 4 Z 53 bis 57 iVm Sp 4 Z 67 bis Sp 5 Z 4). Bei diesem bekannten Verfahren erreicht das Polyamidgranulat somit bereits beim Verlassen der Trocknungszone diejenige Temperatur, die in der Temperzone konstant beibehalten wird. Davon unterscheidet sich das patentgemäße Verfahren durch eine andere Temperaturführung. Denn das im ersten Schritt auf 90° bis 150°C erwärmte Granulat wird im Gegensatz dazu im zweiten Schritt der Nachkondensation und damit in der Temperzone auf eine zweite höhere Temperatur aufgeheizt, die zwischen 170°C und 10°C unterhalb des Schmelzpunkts des Polyamids liegt.

Der Einwand der Einsprechenden, wonach auch beim Verfahren gemäß (1) im Hinblick auf Sp 2 Z 25/26 und Z 59 bis 66 in Trocknungs- und Temperzone mit unterschiedlichen Temperaturen, nämlich 90 bis 150°C bzw 140 bis 190°C gearbeitet werde könne, ist mit der vorstehend erläuterten Lehre dieser Druckschrift nicht zu vereinbaren. Denn dort wird die Eintrittstemperatur des Stickstoffs unterhalb der Trocknungszone in Abhängigkeit von der gewünschten Nachkondensation festgelegt. Die genannten Textstellen lassen sich deshalb im Zusammenhang mit der Gesamtaussage dieser Druckschrift nur so interpretieren, daß diese Temperatur aus dem Bereich von 70 bis 200°C, vorzugsweise 90 bis 150°C anzuwählen ist, wobei im speziellen Fall von extrahiertem Polyamid-6-Granulat bei einer angestrebten Steigerung auf bestimmte Viskositätszahlen diese Temperatur aus dem Bereich von 140 bis 190°C zu wählen ist.

Die DE-OS 22 32 304 (2) betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Festphasenpolymerisation von Polyamidkörnchen mit ebenfalls zweistufiger Temperaturführung. Die Polyamidkörnchen werden dabei zunächst auf eine vorbestimmte Temperatur im Bereich von 135 bis 205°C erhitzt und anschließend durch ein entgegenströmendes Inertgas auf eine Temperatur über 200°C und über die vorbestimmte Temperatur und auf eine Temperatur 15°C unterhalb des kristallinen Schmelzpunkt des Polyamids erhitzt (vgl Anspruch 1). Soweit sich in dieser Druckschrift Angaben zur Dauer des Erhitzens auf die erste vorbestimmte Temperatur finden, so liegt diese im Bereich von nur 30 bis 40 Minuten. Das beanspruchte Verfahren unterscheidet sich davon schon durch die Behandlungsdauer im ersten Schritt, die hier zwischen 2 bis 6 Stunden beträgt.

Die im Einspruchsverfahren zusätzlich genannten Druckschriften gehen über diesen Stand der Technik nicht hinaus und treffen den Gegenstand des Patentanspruchs 1 ebenfalls nicht neuheitsschädlich.

Der Gegenstand des Patentanspruchs 1 beruht auch auf einer erfinderischen Tätigkeit.

Bei der Beurteilung der erfinderischen Tätigkeit ist von der Aufgabe auszugehen, ein Verfahren zur Herstellung von Polyamiden mit reduziertem Gehalt an sublimierbaren Oligomeren durch Polykondensation in der festen Phase bereitzustellen, bei dem während der Festphasennachkondensation Oligomerablagerungen im Reaktor, in den angeschlossenen Rohrleitungen, Apparaten und Maschinen nicht mehr oder in nur geringem Maße auftreten.

Diese Aufgabe wird mit einem Verfahren gemäß den Merkmalen des Patentanspruchs 1 insbesondere dadurch gelöst, daß der an sich bekannten Nachkondensation von Polyamiden in der Festphase, die hier bei Temperaturen zwischen 170°C und 10°C unterhalb des Schmelzpunktes des Polyamids durchgeführt wird, zuerst eine Temperaturbehandlung vorangestellt wird, bei dem das Polyamidgra-

mulat auf eine erste Temperatur zwischen 90°C und 150°C erwärmt und für einen vorbestimmten Zeitraum zwischen zwei und sechs Stunden auf dieser Temperatur gehalten wird.

Die DE 39 23 061 C1 (1) hat ein Verfahren zum Trocknen und Tempern von Polyamidgranulat zum Gegenstand, das insofern ebenfalls einem zweistufigen Verfahren zur Festphasennachkondensation von Polyamiden entspricht, als dort Polyamidgranulat in einer ersten Trocknungszone getrocknet und zugleich auf die gewünschte Nachkondensationstemperatur aufgeheizt wird, die dann in der 2. Zone, der Temperzone zur Nachkondensation, konstant gehalten wird. Wesentlich gemäß dieser bekannten Lehre ist es, daß das als Heiz- und Trocknungsmedium verwendete Inertgas in spezieller Strömungsführung in das Granulat im Bereich zwischen Trocknungs- und Temperzone eingebracht wird (vgl Anspruch 1 iVm Sp 2 Z 23 bis Sp 3 Z 7 und das in Sp 4 Z 41 bis Sp 5 Z 8 erläuterte Ausführungsbeispiel). Da die Temperatur in der Temperzone entsprechend der Temperatur des eintretenden Stickstoffs, die 70 bis 200°C betragen kann, konstant gehalten wird, wird durch die Wahl der Stickstofftemperatur - für Polyamid 6 zB 140 bis 190°C - auch der Temperaturverlauf in der Trocknungszone insoweit bestimmt, als das Granulat die Trocknungszone zB bei einer Verweilzeit von 6 Stunden mit der gewünschten vorbestimmten Nachkondensationstemperatur verläßt. Der zweite in den unteren, konisch verjüngten Bereich der Temperzone in deutlich geringerer Menge eingebrachte Inertgasstrom mit einer Temperatur, die im Beispiel mit 10 bis 30°C angegeben wird, dient demgegenüber gemäß den Angaben in (1) lediglich zur Einstellung des Restwassergehalts des Endprodukts (vgl Anspruch 1 iVm Sp 3 Z 10 bis 21 und Sp 4 Z 58 bis 61). Damit findet der Fachmann, hier ein Polymerchemiker, der insbesondere mit der Herstellung von Polyamiden befaßt und vertraut ist, in dieser Druckschrift weder Hinweise darauf, wie Oligomerenablagerungen in den Anlagenteilen der Nachkondensation vermieden werden könnten, geschweige denn Anregungen dahingehend, daß man das Polymergranulat zur Lösung dieses Problems zunächst auf eine erste Temperatur im Bereich von 90 bis 150°C erwärmen und 2 bis 6 Stunden bei dieser Temperatur halten muß und

erst anschließend auf die zweite höhere zwischen 170°C und 10°C unterhalb des Schmelzpunkts des Polyamids liegende Nachkondensation-Temperatur erhitzen darf. Nur eine solche Arbeitsweise für die sich in der Entgegenhaltung keine Anhaltspunkte finden, führt aber, wie die Patentinhaberin von den Einsprechenden unwiderlegt anhand von Versuchsergebnissen glaubhaft gemacht hat, zur weitgehenden Vermeidung der Oligomerablagerungen (vgl die Beispiele 1 bis 5 der DE 195 10 698 C2).

Diese patentgemäße Lehre ist ebensowenig aus der DE-OS 22 32 304 (2), weder für sich alleine betrachtet noch in Verbindung mit der Druckschrift (1), herleitbar. Denn bei dem in der Entgegenhaltung (2) beschriebenen zweistufigen Verfahren zur Polyamid-Festphasennachkondensation werden die Polyamidkörnchen unter Bedingungen, unter denen sie sich thermisch frei expandieren können, deshalb auf eine erste, in Abhängigkeit vom Polyamidtyp im Bereich von 135 bis 200°C auszuwählende vorbestimmte Temperatur erhitzt, um dadurch die Agglomeration der Harzkörnchen in der Schüttung der nachfolgenden Festphasenpolymerisation zu verhindern (vgl Ansprüche 1 und 2 iVm S 3 Z 4 bis S 4 Abs 2). Die für die gängigen Polyamidtypen wie Polyamid 6 und Polyamid 66 dabei einzuhaltenden Temperaturen liegen zwischen 150 und 200°C bzw zwischen 170° und 205°C und damit über dem Temperaturbereich des patentgemäßen ersten Verfahrensschritts. Gemäß den Ausführungsbeispielen dieser Druckschrift ist zudem eine Behandlungsdauer von 30 bis 40 Minuten ausreichend. Da die Aufheizphase vor der eigentlichen Nachkondensation gemäß (1) zur Trocknung des Granulats dient und gemäß (2) ein Agglomerieren der Teilchen bei der Nachkondensation verhindern soll, kann auch eine Zusammenschau dieser Druckschriften keine Anregungen dahingehend vermitteln, wie sich Oligomerenablagerungen beim an sich bekannten Nachkondensationsverfahren vermeiden lassen. Für den Fachmann bestand daher auch kein Anlaß, die dort beschriebenen Nachkondensationsverfahren mit Trocknung bzw Vorerhitzung hierzu gezielt im Sinne der patentgemäßen speziellen Temperaturführung zu verändern.

Die im Einspruchsverfahren darüber hinaus genannten Druckschriften, die von den Einsprechenden in der mündlichen Verhandlung nicht mehr im einzelnen erörtert worden sind, betreffen einen noch entfernter liegenden Stand der Technik, der weder für sich betrachtet noch in Verbindung mit den bereits gewürdigten nächstliegenden Druckschriften den patentgemäß beschrittenen Lösungsweg nahelegen kann.

Nach alledem ist der Gegenstand des Patentanspruchs 1 neu und beruht auch auf einer erfinderischen Tätigkeit, so daß dieser Anspruch gewährbar ist.

Das gleiche gilt für die auf den Patentanspruch 1 rückbezogenen Ansprüche 2 bis 5, die bevorzugte Ausführungsformen betreffen.

Kahr

Niklas

Harrer

Egerer

Pü