

## Epreuve B (Chimie) d'un candidat

Réponse

Date : 6 avril 2000

Réf ... :

Messieurs,

Nous nous référons à votre notification établie selon A 96(2) et R 51(2) en date du ... . Vous trouverez, ci-joint en triple exemplaire (R 86(3) CBE) un nouveau jeu de revendications – conforme à A 84 et R 29 CBE – qui annule et remplace le jeu de revendications initialement déposé.

### Base de chaque revendication :

(Remarque : Rev = revendication, desc = description, l = lignes, p = page)

- Rev. 1 = Ancienne Rev 4 + description p 3, l 1 - 4 (*Compendium* p 81/l 12 - 18) + desc p 3, l 24 (C 83/1 - 3) (domaine préféré – voir aussi exemple 5 - 7)
- Rev. 2 = dépendante de Rev 1 + desc. p 3, l 27 (C 83/3)
- Rev. 3 = dépendante de Rev 2 + ex. 2 p 5, l 20 (C 85/51)
- Rev. 4 à 7 : desc p 3 l 1 à 19 (voir aussi rev 1)
- Rev. 8 = ancienne Rev 1 (voir aussi nouvelle rev. 1)
- Rev. 9 et 10 = anciennes Rev 2 et 3
- Rev. 11 et 13 = Desc p 3, l 33 - 34 (C 83/13 - 15)

Ce nouveau jeu de revendications satisfait aux conditions de la CBE notamment à A 123(2) CBE.

### Nouveauté

#### Revendication 1

DI concerne des catalyseurs à base de  $\text{TiO}_2$  et  $\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$  étant présent de 5 à 50%, le BET étant de 10 à 100  $\text{m}^2/\text{g}$ , le  $\text{TiO}_2$  étant sous forme rutil. Toutefois, l'objet de la Rev. 1 diffère de l'objet décrit dans DI en ce que le catalyseur est préparé par précipitation d'un mélange d'une solution aqueuse de Ti(IV) et de V(IV). Effectivement seules les méthodes d'obtention décrites dans DI font référence à une imprégnation d'un support de  $\text{TiO}_2$  rutil et une solution de V(IV) ou à l'aide d'un hydrogel de  $\text{TiO}_2$  (voir DI, p. 1 l. 9 à 23 (C 99/17 - 43) et Ex 1 et Ex 2).

Ainsi l'objet de Rev. 1 est nouveau par rapport à DI. DII concerne un catalyseur à base de pentoxyde de vanadium et de  $\text{TiO}_2$  selon la rev. 1, mais l'objet de cette revendication 1 diffère de l'objet de DII en ce que le catalyseur est obtenu par calcination à 500 - 600 °C.

DII divulgue la possibilité de calciner à des températures supérieures à 250 °C (voir DII p. 1, l. 24) (C 105/46 - 47) et décrit comme exemple une calcination à 350 °C (voir p. 2 l. 21) (C 107/37).

Ainsi le domaine revendiqué 500 à 600 °C est étroit, suffisamment éloigné du domaine selon DII et de l'exemple 350 °C et d'autre part les exemples 5 à 7 selon la présente invention montre que cette zone n'a pas été prise au hasard. Cette sélection n'est pas arbitraire et est conforme à la jurisprudence (voir notamment T 198/84, T 279/89 ou T 12/81). D'autre part une divulgation générique (supérieure à 250 °C) ne détruit pas la nouveauté d'un intervalle particulier et l'exemple 350 °C ne tombe pas dans l'intervalle 500 - 600 °C (voir Dir C VI 7.4).

Egalement, le catalyseur obtenu selon la rev. 1 est nouveau par rapport à ceux obtenus selon DII, puisque cette calcination à une température de 500 à 600 °C permet d'obtenir un catalyseur qui a des propriétés particulières et nouvelles, toutefois il n'est pas possible de définir autrement le catalyseur (composition ou structure) que par son procédé d'obtention (voir Dir C III 4.7b ou par ex T 205/83).

Effectivement comme on peut le constater dans les exemples 5 à 7, la sélectivité et la conversion du butène est nettement supérieure à celle de l'exemple 2 obtenu dans les mêmes conditions que DII.

Ainsi l'objet de la Rev 1 est nouveau par rapport à DII.

Les revendications 2 et 3 sont également nouvelles puisque dépendantes de rev. 1 (Dir C III 3.7a et Dir C IV 9.5a).

De même, les rev. 4 à 7, qui correspondent au procédé par analogie et les rev. 8 à 13 qui correspondent à l'utilisation d'un produit nouveau (voir respectivement T 119/82 ou T 169/88 et T 906/93 ou T 642/94).

### **Activité inventive** (Approche problème/solution Dir C IV 9.5)

#### **Rev 1**

DII est l'état de la technique le plus proche. Effectivement, il comprend le catalyseur obtenu selon le procédé de la rev. 1 à l'exception de l'étape de calcination à 500 - 600 °C, ce catalyseur étant utilisé dans l'oxydation du butène.

DI quant à lui, concerne le catalyseur toutefois, ce catalyseur n'est pas obtenu selon les étapes du procédé décrites dans la rev. 1.

Ainsi, l'objet de rev. 1 se distingue de DII, l'art antérieur le plus proche, par l'étape de calcination à 500 - 600 °C.

Le problème technique sous-tendu par le résultat technique de cette caractéristique consiste à obtenir un catalyseur ayant une meilleure sélectivité à l'égard de l'oxydation du butène tout en gardant une bonne activité. Cette meilleure activité correspondant à un taux de conversion élevé (voir p 1, l 22 - 26) (C 77/41 - 51).

Ce problème a été effectivement résolu par le fait que le catalyseur est obtenu par calcination à 500 - 600 °C selon la rev. 1. Effectivement, cette caractéristique confère à l'invention un avantage considérable et surprenant. Les exemples 5, 6 et 7 montrent cette sélectivité (de 45 à 60 % en poids) surprenante.

---

Les catalyseurs étant destinés à une production industrielle (p 1, l 30 - 33) (C 79/3 - 8), une amélioration même minime de la sélectivité peuvent être d'une très grande importance commercialement (T 38/84 ou T 286/93).

Cette solution n'est pas évidente pour les raisons suivantes : DII ne donne aucune indication selon laquelle une augmentation de la température de calcination pourrait avoir un effet sur la qualité du catalyseur. La seule mention est que la température doit être supérieure à 250 °C.

D'autre part DI, même s'il mentionne l'oxydation des butènes p 1, l 4 (C 99/7 - 9), il concerne principalement l'oxydation du naphtalène et de l'O-xylène et ne décrit pas le procédé selon rev 1. Il mentionne une température de calcination à 350 °C pour le procédé avec l'hyrogel. Ainsi, l'homme du métier ne trouve dans ce document aucune information qui l'inciterait à calciner à une température supérieure. Au contraire, il serait amené à penser que la température de calcination qu'il utilise convient parfaitement.

Par conséquent l'objet de la rev. 1 ne découle pas de manière évidente de l'état de la technique et satisfait l'article 56 CBE.

Il en est de même des objets des rev. 2 à 13 qui incorporent toutes les caractéristiques de la revendication 1 (Dir C IV 9.5a).

Les revendications telles que modifiées satisfont aux conditions de la CBE, le demandeur requiert la délivrance du brevet sur la base de ces revendications.

Salutations distinguées,

Le représentant

## Revendications

1. *Catalyseur comprenant du pentoxyde de vanadium et du dioxyde de titane, ledit catalyseur contenant de 1 à 50 % en poids de pentoxyde de vanadium et ayant une surface spécifique BET allant de 5 à 100 m<sup>2</sup>/g, le dioxyde de titane est présent sous la forme de cristaux dioxyde de titane rutile, susceptible d'être obtenu par un procédé comprenant les étapes suivantes :*
  - la précipitation d'un mélange d'une solution aqueuse de Ti(IV) avec une solution aqueuse de V(IV)
  - suivie de la coprécipitation des oxydes de titane et de Vanadium,
  - du séchage, de l'oxydation et de la calcination du précipité caractérisé en ce que la calcination a lieu à une température allant de 500 à 600 °C.
2. Catalyseur selon la rev. 1 caractérisé en ce que le catalyseur contient de 15 à 25% en poids de pentoxyde de Vanadium.
3. Catalyseur selon la rev. 2 caractérisé en ce que le pentoxyde de vanadium est en quantité de 21,9%.
4. Procédé de préparation d'un catalyseur selon l'une quelconque de revendications 1 à 3 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes telles qu'indiquées dans la revendication 1.

Procédé selon la rev. 4 caractérisé en ce que la température = 500 ou 550 °C.
5. Procédé selon la rev. 4 caractérisé en ce que la solution de Ti IV a un pH inférieur à 1 et est obtenue par hydrolyse partielle de TiCl<sub>4</sub> en solution aqueuse.
6. Procédé selon l'une des rev. 4 à 5 caractérisé en ce que la solution de V(IV) est obtenue par dissolution de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> solide en suspension dans une solution aqueuse d'acide oxalique.
7. Procédé selon l'une des Rev. 4 à 6 caractérisé en ce que la coprécipitation des oxydes de titane et vanadium est obtenue par addition d'ammoniaque aqueuse.
8. *Procédé pour oxyder des hydrocarbures en phase gazeuse avec de l'oxygène ou des gaz contenant de l'oxygène, consistant à mettre en contact les gaz de réaction avec un catalyseur comprenant du pentoxyde de vanadium et du dioxyde de titane, ledit catalyseur contenant de 1 à 50% en poids de pentoxyde de vanadium et ayant une surface spécifique BET allant de 5 à 100 m<sup>2</sup>/g, le dioxyde de titane est présent sous la forme de cristaux dioxyde de titane rutile, caractérisé en ce que le catalyseur obtenu selon la revendication 1.*
9. *Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'hydrocarbure est un butène ou un mélange d'hydrocarbures contenant un butène.*
10. *Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'hydrocarbure est le o-xylène.*
11. Utilisation d'un catalyseur selon l'une des revendications 1 à 3 pour l'oxydation de l'orthoxyène.

- 
12. Utilisation d'un catalyseur selon l'une des rev. 1 à 3 pour l'oxydation du naphthalène.
  13. Utilisation d'un catalyseur selon l'une des rev. 1 à 3 pour l'oxydation des butènes.
  14. Utilisation d'un catalyseur comprenant du pentoxyde de vanadium et du dioxyde de titane, ledit catalyseur contenant de 1 à 50 % en poids de pentoxyde de vanadium et ayant une surface spécifique BET allant de 5 à 100 m<sup>2</sup>/g, le dioxyde de titane étant présent sous la forme de cristaux de dioxyde de titane rutil et ledit catalyseur étant obtenu en préparant un hydrogel de TiO<sub>2</sub>, en mélangeant ce dernier avec une solution aqueuse de V(IV), en précipitant l'oxyde de vanadium, en séchant par atomisation et en calcinant la solution obtenue, dans l'oxydation du butène.

#### Rev. 14

##### Nouveauté

DI décrit l'utilisation de catalyseur obtenu selon l'exemple 3 dans l'oxydation du naphthalène et de l'o-xylène mais ne décrit pas l'utilisation pour l'oxydation du butène.

DI est le document le plus proche, puisqu'il concerne l'utilisation d'un catalyseur dans l'oxydation du butène. DII diffère de rev. 14 en ce que le catalyseur est obtenu selon l'autre méthode.

Le problème que vise à résoudre la présente invention est un taux de conversion élevé du butène. Ceci a été obtenu (voir Ex. 3 90%) par l'objet de rev. 14.

DI concerne l'oxydation d'autre composé.

Même si DI indique que les procédés d'obtention préférés du catalyseur sont les méthodes décrites dans DI. L'homme du métier n'aurait pas été conduit à modifier son procédé de préparation du catalyseur car n'aurait pas envisagé une modification considérable de la conversion d'autant que pour la conversion de l'o-xylène des résultats équivalents sont obtenus (DII p 2, l 30 quantitatif) (C 107/51 - 53)

##### Notes à l'examineur

La rev. 14 a été rajouté même si la sélection n'est pas très importante mais surtout vu la conversion importante.

Ceci aurait pu être fait pour Ex 1, la sélectivité 25% étant très faible, l'intérêt n'est pas intéressant.