

# vonnis

---

## RECHTBANK DEN HAAG

Team handel  
Zittingsplaats Den Haag

zaaknummer / rolnummer: C/09/437543 / HA ZA 13-190

### Vonnis van 4 december 2013

in de zaak van

de besloten vennootschap met beperkte aansprakelijkheid  
**PPG INDUSTRIES CHEMICALS B.V.**,  
statutair gevestigd te Hoogezand, kantoorhoudende te Farmsum, gemeente Delfzijl,  
eiseres,  
advocaat: mr. L.Ph.J. van baron Utenhove te Den Haag,

tegen

de vennootschap naar vreemd recht  
**RHODIA CHIMIE**,  
gevestigd te Aubervilliers, Frankrijk,  
gedaagde,  
advocaat: mr. drs. G. Kuipers te Amsterdam.

Partijen zullen hierna PPG en Rhodia genoemd worden. Voor PPG is de zaak behandeld door mrs. K.A.J. Bisschop en H. Zagers, advocaten te Amsterdam, met bijstand van ir. A. Ellens, Europees octrooigemachtigde. Voor Rhodia is opgetreden de advocaat voornoemd en mr. O.V. Lamme, met bijstand van drs. K.M.L. Bijvank, Europees octrooigemachtigde.

#### 1. De procedure

- 1.1. Het verloop van de procedure blijkt uit:
- de beschikking van de voorzieningenrechter van deze rechtbank van 15 november 2012 waarbij verlof is verleend te dagvaarden volgens de regeling omtrent de versnelde bodemprocedure in octrooizaken;
  - de dagvaarding van 22 november 2012;
  - de akte houdende vermeerdering van (de grondslag van de) eis tevens houdende overlegging producties met producties 1 t/m 80;
  - de conclusie van antwoord tevens akte houdende overlegging van producties met producties 1 t/m 11;
  - de akte houdende overlegging nadere producties zijdens PPG van 7 augustus 2013 met producties 81 en 82;
  - de akte houdende overlegging van reactieve productie zijdens Rhodia met productie 12;

- de brief van mr. Kuipers aan de rechtbank van 6 september 2013 waarin hij bezwaar maakt tegen toelating van productie 81 zijdens PPG, met name de paragrafen 8 t/m 12, 13 t/m 18, 37 t/m 38, 40 t/m 50, 86 t/m 91 en 130 t/m 143;
- de brief van mr. Zagers aan de rechtbank van 19 september 2013 waarin hij reageert op de brief van mr. Kuipers;
- de brief van mr. Kuipers van 23 september 2013 waarin hij verzoekt ter zitting te mogen reageren op de brief van mr. Zagers van 19 september 2013;
- de e-mail van de griffier van de rechtbank aan partijen van 27 september 2013;
- de proceskostenopgaven en specificaties van beide partijen;
- de door beide partijen ter zitting gehanteerde pleitnotities, aan de zijde van PPG voorzien van 2 bijlagen terwijl ter zitting voorts een papieren '3D-model' is verstrekt van figuur 1 uit de op de prioriteitsdatum tot de stand van de techniek behorende Amerikaanse octrooi US 2,940,830 (vgl. 2.9.).

1.2. Ten slotte is vonnis nader bepaald op heden.

## 2. De feiten

2.1. PPG is wereldwijd één van de grootste leveranciers van coating-materialen en soortgelijke producten, in het bijzonder op het gebied van de bouw, auto-industrie, transport en de zogenoemde *downstream markets*. PPG vervaardigt onder meer siliciumoxide, ook wel silica genoemd, waaronder amorf geprecipiteerd siliciumoxide voor het gebruik in autobanden, in batterijen en voor andere consumententoepassingen. Onder de silicaproducten die door PPG worden verhandeld vallen de producten met de aanduidingen Hi-Sil 255 CG-D, Hi-Sil 178 G-D en Hi-Sil 160 G-D.

2.2. Rhodia, dat haar oorsprong vindt in de voormalige Rhône-Poulenc-groep en enige tijd geleden is overgenomen door Solvay, is wereldwijd actief in de chemische industrie, met name op het gebied van zogenoemde *specialty chemicals*. Een van haar kernactiviteiten is het ontwikkelen, produceren en verkopen van geprecipiteerd 'highly dispersible' silica.

2.3. Rhodia was houdster van Europees octrooi 0 520 862 B1 (hierna: het octrooi of EP 862) dat betrekking heeft op een '*Procédé de préparation de silice, silices précipitées obtenue et leur utilisation au renforcement des élastomères*' (in de niet-bestreden Nederlandse vertaling: '*Nieuwe werkwijze voor de bereiding van geprecipiteerd siliciumoxide, nieuwe geprecipiteerde siliciumoxiden alsmede het gebruik ervan bij het versterken van elastomeren*'). Het octrooi is verleend op 26 april 2000 op een aanvraag daartoe van 17 juni 1992, onder inroeping van prioriteit van 26 juni 1991 op basis van FR 9107859. EP 862 is geëxpireerd op 16 juni 2012. Het octrooi designeerde onder meer Nederland.

2.4. EP 862 kent zevenendertig conclusies. De conclusies 1 t/m 12 zien op een werkwijze, productconclusies 13 t/m 21 hebben betrekking op granules, productconclusies 22 t/m 27 op een poeder en productconclusies 28 t/m 36 op vrijwel bolvormige bolletjes. Conclusie 37 is een gebruiksconclusie. De conclusies luiden in de oorspronkelijke Franse tekst als volgt:

1. Procédé de préparation de silice précipitée, possédant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, se présentant sous au moins une des formes suivantes : granulés, poudre, billes sensiblement sphériques,

---

et ayant une aptitude à la dispersion et des propriétés renforçantes améliorées, du type comprenant la réaction d'un silicate avec un agent acidifiant ce par quoi l'on obtient une suspension de silice précipitée, puis la séparation et le séchage de cette suspension, caractérisé en ce qu'on réalise la précipitation de la manière suivante :

(i) on forme un pied de cuve initial comportant au moins une partie de la quantité totale du silicate engagé dans la réaction et un électrolyte, la concentration en silice dans ledit pied de cuve initial étant inférieure à 100 g/l et la concentration en électrolyte dans ledit pied de cuve initial étant inférieure à 17 g/l,

(ii) on ajoute l'agent acidifiant audit pied de cuve jusqu'à l'obtention d'une valeur du pH du milieu réactionnel d'au moins environ 7,

(iii) on ajoute au milieu réactionnel de l'agent acidifiant et, le cas échéant, simultanément la quantité restante du silicate,

et en ce qu'on sèche une suspension présentant un taux de matière sèche d'au plus 24% en poids.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite concentration en électrolyte dans ledit pied de cuve initial est inférieure à 14 g/l.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'après l'addition simultanée d'agent acidifiant et de la quantité restante de silicate, on ajoute au milieu réactionnel une quantité supplémentaire d'agent acidifiant, de préférence jusqu'à l'obtention d'une valeur du pH du milieu réactionnel comprise entre 3 et 6,5.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on introduit la quantité totale du silicate engagé dans la réaction dans l'étape (i) et en ce que, dans l'étape (ii), on ajoute de l'agent acidifiant jusqu'à l'obtention d'une valeur du pH du milieu réactionnel comprise entre 3 et 6,5.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que ledit séchage est effectué par atomisation.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'on sèche une suspension présentant un taux de matière sèche supérieur à 18 % en poids, de préférence supérieur à 20 % en poids.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que ledit séchage est effectué au moyen d'un atomiseur à buses.

8. Procédé selon l'une des revendications 5 à 7, caractérisé en ce que le produit séché est ensuite broyé.

9. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'on sèche une suspension présentant un taux de matière sèche inférieur à 18 % en poids.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que ledit séchage est effectué au moyen d'un atomiseur à turbines.

11. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que le produit broyé est ensuite aggloméré.

12. Procédé selon l'une des revendications 9 ou 10, caractérisé en ce que le produit séché est ensuite aggloméré.

13. Silice précipitée caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de granulés ayant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, un taux d'attrition inférieur à 20 %, et une distribution poreuse telle que le volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

---

14. Silice selon la revendication 13, caractérisée en ce que ledit volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 65 % dudit volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

15. Silice selon l'une des revendications 13 ou 14, caractérisée en ce que lesdits granulés présentent un taux d'attrition inférieur à 15 %.

16. Silice selon l'une des revendications 13 à 15, caractérisée en ce que, après un broyage, lesdits granulés conduisent à une poudre de granulométrie telle que son diamètre ( $D_{50}$ ) est inférieur à 7 µm.  
17. Silice selon l'une des revendications 13 à 16, caractérisée en ce que lesdits granulés peuvent être broyés jusqu'à l'obtention d'une poudre de granulométrie telle que son diamètre ( $D_{50}$ ) médian est environ de 4 µm.

18. Silice selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisée en ce que, après un broyage, lesdits granulés conduisent à une poudre présentant une viscosité BROOKFIELD d'au moins 10 Pa.s, en particulier d'au moins 13 Pa.s.

19. Silice selon l'une des revendications 13 à 18, caractérisée en ce que lesdits granulés peuvent être broyés jusqu'à l'obtention d'une poudre présentant une viscosité BROOKFIELD d'au moins 30 Pa.s.

20. Silice selon l'une des revendications 13 à 19, caractérisée en ce que lesdits granulés présentent une prise d'huile DOP comprise entre 150 et 350 ml/100g, en particulier entre 180 et 300ml/100g.

21. Silice selon l'une des revendications 13 à 20, caractérisée en ce que lesdits granulés sont des produits compactés, de forme parallélépipédique et de taille comprise entre 1 et 10 mm.

22. Silice précipitée caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de poudre ayant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une prise d'huile DOP comprise entre 180 et 350 ml/100g, et une distribution poreuse telle que le volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 50 % du volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

23. Silice selon la revendication 22, caractérisée en ce que ledit volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 60 % dudit volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

24. Silice selon l'une des revendications 22 ou 23, caractérisée en ce que, après un broyage, elle conduit à une poudre de granulométrie telle que son diamètre médian ( $D_{50}$ ) est inférieur à 7 µm.

25. Silice selon l'une des revendications 22 à 24, caractérisée en ce que après un broyage, elle conduit à une poudre présentant une viscosité BROOKFIELD d'au moins 20 Pa.s, en particulier d'au moins 30 Pa.s.

26. Silice selon l'une des revendications 22 à 25, caractérisée en ce qu'elle présente un facteur de désagglomération aux ultra-sons supérieur à 6 ml.

27. Silice selon l'une des revendications 22 à 26, caractérisée en ce qu'elle présente, après désagglomération aux ultra-sons, un diamètre médian ( $\phi_{50}$ ) inférieur à 4,5 µm.

28. Silice précipitée caractérisée en ce qu'elle se présente sous forme de billes sensiblement sphériques ayant une surface spécifique BET comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre environ 140 et 200 m<sup>2</sup>/g, une taille moyenne d'au moins 80 µg, et une distribution poreuse telle que le volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 50 % du volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

29. Silice selon la revendication 28, caractérisée en ce que ledites [bedoeld zal zijn: lesdites, rb] billes présentent une prise d'huile DOP comprise entre 180 et 400 ml/100g, plus particulièrement entre 200 et 350 ml/100g.

30. Silice selon l'une des revendications 28 ou 29, caractérisée en ce que ledit volume poreux constitué par les pores dont le diamètre est compris entre 175 Å et 275 Å représente au moins 60% dudit volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å.

31. Silice selon l'une des revendications 28 à 30, caractérisée en ce que, après un broyage, lesdites billes conduisent à une poudre de granulométrie telle que son diamètre médian ( $D_{50}$ ) est inférieur à 8,5 µm.

32. Silice selon l'une des revendications 28 à 31, caractérisée en ce que, après un broyage, lesdites billes conduisent à une poudre présentant une viscosité BROOKFIELD d'au moins 13 Pa.s, en particulier d'au moins 15 Pa.s.

33. Silice selon l'une des revendications 28 à 32, caractérisée en ce que lesdites billes peuvent être broyées jusqu'à l'obtention d'une poudre présentant une viscosité BROOKFIELD d'au moins 30 Pa.s.

34. Silice selon l'une des revendications 28 à 33, caractérisée en ce que lesdites billes présentent un facteur de désagglomération aux ultra-sons supérieur à 5,5 ml, de préférence supérieur à 6,4 ml.

35. Silice selon l'une des revendications 28 à 34, caractérisée en ce que lesdites billes présentent, après désagglomération aux ultra-sons, un diamètre médian ( $\phi_{50}$ ) inférieur à 5 µm.

36. Silice selon l'une des revendications 28 à 35, caractérisée en ce que lesdites billes présentent une taille moyenne d'au moins 100 µm, de préférence d'au moins 150 µm.

37. Utilisation comme charge renforçante pour élastomères, notamment pour pneumatiques, d'une silice sous forme de granulés selon l'une des revendications 13 à 21, d'une silice sous forme de poudre selon l'une des revendications 22 à 27 ou d'une silice sous forme de billes sensiblement sphériques selon l'une des revendications 28 à 36.

## 2.5. In de niet-bestreden Nederlandse vertaling luiden de conclusies als volgt:

1. Werkwijze voor de bereiding van geprecipiteerd siliciumoxide met een specifiek BET-oppervlak tussen ongeveer 140 en 200 m<sup>2</sup>/g, een specifiek CTAB-oppervlak tussen ongeveer 140 en 200 m<sup>2</sup>/g, dat als ten minste een van de volgende vormen voorkomt: granules, poeder en vrijwel bolvormige bolletjes en dat kan worden gedispergeerd en dat verbeterde versterkende eigenschappen bezit, welke werkwijze de reactie omvat van een silicaat met een zuurvormend middel, waarbij men een suspensie van geprecipiteerd siliciumoxide verkrijgt, gevolgd door het afscheiden en drogen van deze suspensie, met het kenmerk, dat men op de volgende wijze een neerslag vormt:

(i) men vormt een eerste neerslag dat ten minste een gedeelte van de totale hoeveelheid van het bij de reactie ingezette silicaat en een elektrolyt omvat, waarbij de siliciumoxideconcentratie in het eerste neerslag lager is dan 100 g/l en de elektrolytconcentratie in het eerste neerslag lager is dan 17 g/l,

(ii) men voegt aan dit neerslag het zuurvormende middel toe totdat een pH-waarde van het reactiemengsel van ten minste ongeveer 7 wordt verkregen, en

(iii) men voegt aan het reactiemengsel zuurvormend middel en eventueel gelijktijdig de resterende hoeveelheid silicaat toe,

en dat men een suspensie met een droge-stofgehalte van maximaal 24 gew.% droogt.

- 
2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de elektrolytconcentratie in het eerste neerslag lager is dan 14 g/l.
  3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men na het gelijktijdige toevoegen van het zuurvormende middel en de resterende hoeveelheid silicaat, aan het reactiemengsel een bijkomende hoeveelheid zuurvormend middel toevoegt, zodat bij voorkeur een pH-waarde van het reactiemengsel tussen 3 en 6,5 wordt verkregen.
  4. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat men de totale hoeveelheid bij de reactie ingezet silicaat bij stap (i) toevoegt en dat men bij stap (ii) het zuurvormende middel toevoegt totdat een pH-waarde van het reactiemengsel tussen 3 en 6,5 wordt verkregen.
  5. Werkwijze volgens een van de conclusies 1 tot 4, met het kenmerk, dat het drogen door verstuiven wordt uitgevoerd.
  6. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat men een suspensie met een droge-stofgehalte hoger dan 18 gew.%, bij voorkeur hoger dan 20 gew.% droogt.
  7. Werkwijze volgens conclusie 6, met het kenmerk, dat het drogen met een sproeikopverstuiver wordt uitgevoerd.
  8. Werkwijze volgens een van de conclusies 5 tot 7, met het kenmerk, dat het gedroogde product vervolgens wordt gemalen.
  9. Werkwijze volgens conclusie 5, met het kenmerk, dat men een suspensie met een droge-stofgehalte lager dan 18 gew.% droogt.
  10. Werkwijze volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat het drogen met een turbineverstuiver wordt uitgevoerd.
  11. Werkwijze volgens conclusie 8, met het kenmerk, dat het gemalen product vervolgens geagglomereerd wordt.
  12. Werkwijze volgens conclusie 9 of 10, met het kenmerk, dat het gedroogde product vervolgens geagglomereerd wordt.
  13. Geprecipiteerd siliciumoxide, met het kenmerk, dat dit de vorm heeft van granules met een specifiek BET-oppervlak tussen ongeveer 140 en 200 m<sup>2</sup>/g, een specifiek CTAB-oppervlak tussen ongeveer 140 en 200 m<sup>2</sup>/g, een schuurgraad lager dan 20% en een zodanige porieverdeling, dat het door de poriën met een diameter tussen 175 Å en 275 Å gevormde porievolume ten minste 60% van het door de poriën met een diameter kleiner dan of gelijk aan 400 Å gevormde porievolume vertegenwoordigt.
  14. Siliciumoxide volgens conclusie 13, met het kenmerk, dat het door de poriën met een diameter tussen 175 Å en 275 Å gevormde porievolume ten minste 65% van het door de poriën met een diameter kleiner dan of gelijk aan 400 Å gevormde porievolume vertegenwoordigt.
  15. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 en 14, met het kenmerk, dat de granules een schuurgraad lager dan 15% hebben.

---

16. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 tot 15, met het kenmerk, dat, na eenmaal malen, de granules leiden tot een poeder met een zodanige korrelgrootte, dat de mediaandiameter ( $D_{50}$ ) ervan kleiner is dan  $7\ \mu\text{m}$ .

17. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 tot 16, met het kenmerk, dat de granules kunnen worden gemalen tot het verkrijgen van een poeder met een zodanige korrelgrootte, dat de mediaandiameter ( $D_{50}$ ) ervan ca.  $4\ \mu\text{m}$  is.

18. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 tot 17, met het kenmerk, dat, na eenmaal malen, de granules leiden tot een poeder met een Brookfield-viscositeit van ten minste 10 Pa.s, in het bijzonder ten minste 13 Pa.s.

19. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 tot 18, met het kenmerk, dat de granules kunnen worden gemalen tot het verkrijgen van een poeder met een Brookfield-viscositeit van ten minste 30 Pa.s.

20. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 tot 19, met het kenmerk, dat de granules een DOP-olie-opname tussen 150 en 350 ml/100g en in het bijzonder tussen 180 en 300 ml/100g hebben.

21. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 13 tot 20, met het kenmerk, dat de granules gecompacteerd producten zijn met de vorm van een parallellepipedum en een diameter tussen 1 en 10 mm.

22. Geprecipiteerd siliciumoxide, met het kenmerk, dat dit de vorm heeft van een poeder met een specifiek BET-oppervlak tussen ongeveer 140 en  $200\ \text{m}^2/\text{g}$ , een DOP-olie-opname tussen 180 en 350 ml/100 g, en een zodanige porieverdeling, dat het door de poriën met een diameter tussen  $175\ \text{Å}$  en  $275\ \text{Å}$  gevormde porievolumen ten minste 50% van het door de poriën met een diameter kleiner dan of gelijk aan  $400\ \text{Å}$  gevormde porievolumen vertegenwoordigt.

23. Siliciumoxide volgens conclusie 22, met het kenmerk, dat het door de poriën met een diameter tussen  $175\ \text{Å}$  en  $275\ \text{Å}$  gevormde porievolumen ten minste 60% van het door de poriën met een diameter kleiner dan of gelijk aan  $400\ \text{Å}$  gevormde porievolumen uitmaakt.

24. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 22 en 23, met het kenmerk, dat dit, na eenmaal malen, tot een poeder leidt met een zodanige korrelgrootte, dat de mediaandiameter ( $D_{50}$ ) ervan kleiner is dan  $7\ \mu\text{m}$ .

25. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 22 tot 24, met het kenmerk, dat dit, na eenmaal malen, leidt tot een poeder met een Brookfield-viscositeit van ten minste 20 Pa.s, in het bijzonder ten minste 30 Pa.s.

26. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 22 tot 25, met het kenmerk, dat dit een desagglomeratiefactor met ultrageluid groter dan 6 ml heeft.

27. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 22 tot 26, met het kenmerk, dat dit na desagglomereren met ultrageluid een mediaandiameter ( $\text{Ø}_{50}$ ) kleiner dan  $4,5\ \mu\text{m}$  heeft.

28. Geprecipiteerd siliciumoxide, met het kenmerk, dat dit de vorm heeft van vrijwel bolvormige bolletjes met een specifiek BET-oppervlak tussen ongeveer 140 en  $200\ \text{m}^2/\text{g}$ , een specifiek CTAB-

---

oppervlak tussen ongeveer 140 en 200 m<sup>2</sup>/g, een gemiddelde diameter van ten minste 80 µm en een zodanige porieverdeling, dat het door de poriën met een diameter tussen 175 Å en 275 Å gevormde porievolume ten minste 50% van het door de poriën met een diameter kleiner dan of gelijk aan 400 Å gevormde porievolume vertegenwoordigt.

29. Siliciumoxide volgens conclusie 28, met het kenmerk, dat de bolletjes een DOP-olie-opname tussen 180 en 400 ml/100 g en in meer het bijzonder tussen 200 en 350 ml/100g hebben.

30. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 en 29, met het kenmerk, dat het door de poriën met een diameter tussen 175 Å en 275 Å gevormde porievolume ten minste 60% van het door de poriën met een diameter kleiner dan of gelijk aan 400 Å gevormde porievolume vertegenwoordigt.

31. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 tot 30, met het kenmerk, dat de bolletjes, na eenmaal malen, tot een poeder leiden met een zodanige korrelgrootte, dat de mediaandiameter (D<sub>50</sub>) ervan kleiner is dan 8,5 µm.

32. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 tot 31, met het kenmerk, dat de bolletjes, na eenmaal malen, leiden tot een poeder met een Brookfield-viscositeit van ten minste 13 Pa.s, in het bijzonder ten minste 15 Pa.s.

33. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 tot 32, met het kenmerk, dat de bolletjes kunnen worden gemalen tot het verkrijgen van een poeder met een Brookfield-viscositeit van ten minste 30 Pa.s.

34. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 tot 33, met het kenmerk, dat de bolletjes een desagglomeratiefactor met ultrageluid groter dan 5,5 ml, bij voorkeur groter dan 6,4 ml hebben.

35. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 tot 34, met het kenmerk, dat de bolletjes na desagglomereren met ultrageluid een mediaandiameter (Ø<sub>50</sub>) kleiner dan 5 µm hebben.

36. Siliciumoxide volgens een van de conclusies 28 tot 35, met het kenmerk, dat de bolletjes een gemiddelde diameter van ten minste 100 µm, bij voorkeur ten minste 150 µm [bedoeld zal zijn: µm, rb] hebben.

37. Gebruik als versterkend vulmiddel voor elastomeren, in het bijzonder voor luchtbanden, van een siliciumoxide in de vorm van granules volgens een van de conclusies 13 tot 21, van een siliciumoxide in de vorm van een poeder volgens een van de conclusies 22 tot 27 of van een siliciumoxide in de vorm van vrijwel bolvormige bolletjes volgens een van de conclusies 28 tot 36.

## 2.6. De Nederlandse vertaling van de beschrijving van EP 862 bevat onder meer de volgende passages (paragraafnummering toegevoegd conform de Franse tekst, rb):

[0001] De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een nieuwe werkwijze voor de bereiding van geprecipiteerd siliciumoxide, op sommige volgens de onderhavige werkwijze te bereiden geprecipiteerde siliciumoxiden, op geprecipiteerde siliciumoxiden in de vorm van granules, van een poeder of van vrijwel bolvormige bolletjes, alsmede op het gebruik daarvan als versterkend vulmiddel voor elastomeren.



---

[0002] Het is bekend dat geprecipiteerd siliciumoxide reeds lange tijd als wit versterkend vulmiddel in elastomeren en in het bijzonder in banden wordt gebruikt.

[0003] Zoals elk versterkend vulmiddel moet dit evenwel enerzijds eenvoudig in mengsels kunnen worden behandeld en anderzijds daaraan makkelijk kunnen worden toegevoegd.

[0004] Het voorkomen als poeder is in dit opzicht niet altijd in die mate bevredigend, dat deze, vanuit een zuiver oogpunt van behandeling en gebruik, tot aanzienlijke stofvorming en het langzaam opnemen van de vulstof (geringe schijnbare dichtheid) kan leiden; bovendien noopt het mengen van de rubbers tot zeer nauwkeurige doseringsbewerkingen die dikwijls slecht voor poedervormige vulstoffen (gietbaarheid) geschikt zijn.

[0005] Met een uitvoering in de vorm van granules kan zeker op geschikte wijze aan de voornoemde bezwaren tegemoet worden gekomen, maar deze kan helaas dikwijls leiden tot het onvoldoende dispergeren van de vulstof in het elastomeer en uiteindelijk voorzien in een geringere versterkingsgraad dan die, welke zou kunnen worden verkregen uitgaande van een vulstof die oorspronkelijk de poedervorm heeft.

[0006] Het is algemeen bekend dat het ter verkrijging van door een vulmiddel verstrekte optimale versterkingseigenschappen, nodig is dat dit laatste in de elastomeermatrix aanwezig is in een eindvorm die zowel zo fijn mogelijk verdeeld als zo homogeen mogelijk verspreid is. In het bijzondere geval nu waarbij dit vulmiddel aanvankelijk als granules wordt toegevoegd, kunnen dergelijke omstandigheden slechts worden verwezenlijkt voorzover enerzijds de granules bij het mengen met het elastomeer een zeer goede geschiktheid bezitten om in de matrix te worden opgenomen (opneembaarheid van het granulaat) en te desaggregeren of desagglomereren in de vorm van een zeer fijn poeder (desaggregeren van het granulaat) en anderzijds het van de voornoemde desaggregatiewerkwijze afkomstige poeder zelf weer volmaakt en op homogene wijze in het elastomeer kan dispergeren (dispersie van het poeder). Men ziet makkelijk in dat dergelijke eisen weinig verenigbaar, zelfs tegenstrijdig zijn met de aard zelf van een granulaat, gezien het intrinsiek dichte, compacte en bestendige karakter hiervan alsmede de betrekkelijk hoge cohesie-energie waardoor de siliciumoxidekorrels waaruit het bestaat onderling worden gebonden. Het beschikbaar stellen van granules van geprecipiteerd siliciumoxide waarbij noch aan de mechanische weerstand, noch aan de geschiktheid om te worden gedispergeerd concessies worden gedaan, vormt tot op heden nog een probleem met een moeilijk op te lossen compromis.

[0007] Een andere moeilijkheid is gelegen in het feit dat, vanwege onderlinge affiniteit, de siliciumoxide-deeltjes (of ze nu afkomstig zijn uit de voorgaande desaggregatie van een granule of) de hinderlijke neiging vertonen in de elastomeermatrix onderling samen te klonteren. Deze siliciumoxide/siliciumoxide-wisselwerkingen hebben als nadelig gevolg de versterkingseigenschappen te beperken tot een aanzienlijk lager niveau dan dat, welk theoretisch zou kunnen worden bereikt indien alle tijdens de mengbewerking mogelijk te vormen siliciumoxide/elastomeer-wisselwerkingen effectief werden verkregen (dit theoretische aantal siliciumoxide/elastomeer-wisselwerkingen is, zoals welbekend, recht evenredig met het uitwendige oppervlak, ofwel het CTAB-oppervlak, van het gebruikte siliciumoxide) [sluithaakje toegevoegd, rb].

[0008] Bovendien bestaat de neiging dat door dergelijke siliciumoxide/silicium-oxide-wisselwerkingen in de ruwe staat de stijfheid en de consistentie van de mengsels worden verhoogd, waardoor het gebruik daarvan lastiger wordt.

---

[0009] De onderhavige uitvinding heeft ten doel aan de voornoemde bezwaren tegemoet te komen.

[...]

[0014] Een van de onderwerpen van de uitvinding betreft aldus een werkwijze voor de bereiding van geprecipiteerd siliciumoxide dat kan worden gedispergeerd en dat verbeterde versterkende eigenschappen bezit, welke werkwijze de reactie omvat van een silicaat met een zuurvormend middel, waarbij men een suspensie van geprecipiteerd siliciumoxide verkrijgt, gevolgd door het scheiden en drogen van deze suspensie, met het kenmerk, dat men op de volgende wijze een neerslag vormt:

(i) men vormt een eerste neerslag dat ten minste een gedeelte van de totale hoeveelheid van het bij de reactie ingezette silicaat en een elektrolyt omvat, waarbij de siliciumoxideconcentratie in het eerste neerslag lager is dan 100 g/l en de elektrolytconcentratie in het eerste neerslag lager is dan 17 g/l,

(ii) men voegt aan dit neerslag het zuurvormende middel toe totdat een pH-waarde van het reactiemengsel van ten minste ongeveer 7 wordt verkregen, en

(iii) men voegt aan het reactiemengsel zuurvormend middel en eventueel gelijktijdig de resterende hoeveelheid silicaat toe,

en dat men een suspensie met een droge-stofgehalte van maximaal 24 gew.% droogt.

[...]

[0017] De keuze van het zuurvormende middel en van het silicaat wordt op een op zich goed bekende wijze gemaakt. Men kan zich in herinnering brengen dat men in het algemeen als zuurvormend middel gebruik maakt van een sterk anorganisch zuur zoals zwavelzuur, salpeterzuur en waterstofchloride of ook wel van een organisch zuur zoals azijnzuur, mierzuur en koolzuur.

[0018] Als silicaat kan men anderzijds gebruik maken van een gangbaar silicaat zoals metasilicaten, disilicaten en met voordeel van een alkalimetaalsilicaat, met name natrium- of kaliumsilicaat.

[...]

[0022] Onder de uitdrukking "elektrolyt" verstaat men hier de gewone betekenis ervan, dat wil zeggen dat deze uitdrukking een ionische of moleculaire stof betekent, die, in oplossing, ontleedt of dissocieert tot de vorming van ionen of geladen deeltjes.

[0023] In het bijzonder gebruikt men een zout uit de groep van de alkalimetaal- en aardalkalimetaalzouten en bij voorkeur het zout van het metaalsilicaat waarvan men uitgaat en zuurvormend middel, bijvoorbeeld natriumsulfaat indien het de reactie van een natriumsilicaat met zwavelzuur betreft.

[...]

[0033] De temperatuur van het reactiemengsel ligt in het algemeen tussen 70 en 98°C.

[...]

---

[0035] Men verkrijgt aldus na de zojuist beschreven bewerkingen een bouillon van siliciumoxide die vervolgens wordt afgescheiden (vloeistof-vaste-stof-scheiding). Deze scheiding bestaat in het algemeen uit filtreren, indien nodig gevolgd door wassen. Het filtreren kan volgens een geschikte wijze geschieden, bijvoorbeeld over een druk- of bandfilter of met behulp van een rotatiefilter bij verminderde druk.

[0036] De aldus gewonnen suspensie van geprecipiteerd siliciumoxide (filterkoek) wordt vervolgens gedroogd.

[0037] Volgens een wezenlijk kenmerk van de werkwijze voor de bereiding volgens de uitvinding moet deze suspensie direct voor het drogen een droge-stofgehalte van maximaal 24 gew.%, bij voorkeur van maximaal 23 gew. % hebben.

[0038] Dit drogen kan volgens een op zich bekende wijze geschieden.

[0039] Bij voorkeur wordt door verstuiven gedroogd.

[...]

[0044] Opgemerkt moet worden dat, zoals welbekend is, de aldus verkregen koek in het algemeen niet in een toestand waarbij deze kan worden verstoven, is, in het bijzonder vanwege de te hoge viscositeit ervan.

[0045] Op een op zich bekende wijze splitst men daarna de koek. Dit kan worden uitgevoerd door de koek door een maalinrichting van het colloïdale type of kogel-type te voeren. Bovendien kan, om de viscositeit van de te verstuiven suspensie te verlagen, aluminium, met name in de vorm van natriumaluminaat, tijdens de werkwijze worden toegevoegd, zoals is beschreven in de octrooiaanvraag FR-A-2536380, waarvan de leer in de onderhavige beschrijving wordt opgenomen. Dit toevoegen kan in het bijzonder op hetzelfde moment als het splitsen worden uitgevoerd.

[...]

#### voorbeeld 1

[0139] In een reactor van roestvrij staal die is voorzien van een roersysteem met schroefbladen alsmede van een verwarming met dubbele mantel, brengt men:

- 660 l water,
- 11,8 kg Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (elektrolyt) en
- 323 l natriumsilicaat in water, met een gewichtsverhouding SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O gelijk aan 3,45 en een dichtheid bij 20°C van 1,230.

[0140] De SiO<sub>2</sub>-concentratie in het neerslag is dan 77 g/l. Het mengsel wordt daarna op een temperatuur van 82°C gebracht waarbij continu wordt geroerd. Vervolgens voegt men 395 l verdund zwavelzuur met een dichtheid bij 20°C van 1,050 aan het reactiemengsel toe, totdat een pH-waarde (bij de temperatuur van het reactiemengsel gemeten) van 7,5 wordt verkregen. Gedurende de eerste 15 minuten van de reactie bedraagt de reactietemperatuur 82°C; daarna wordt de temperatuur in ca. 15 minuten op 82 op 95°C gebracht en daarna tot het einde van de reactie bij 95°C gehouden.

[0141] Vervolgens voegt men gecombineerd aan het reactiemengsel 77 l waterig natriumsilicaat van het hiervoor beschreven type en 106 l zwavelzuur, ook van hetzelfde als het hiervoor beschreven type, bij een zodanig debiet toe, dat tijdens dit gelijktijdige toevoegen van het zuur en het silicaat de pH van het reactiemengsel op de constante waarde van  $7,5 \pm 0,1$  wordt gehouden. Na toevoegen van de gehele hoeveelheid silicaat blijft men bij een debiet van 310 l/h gedurende 5 minuten verdund zuur toevoegen.

[0142] Door deze extra toevoeging van zuur wordt de pH-waarde van het reactiemengsel gelijk aan 5,0.

[0143] De totale reactieduur wordt op 85 min vastgesteld.

[0144] Men verkrijgt aldus een bouillon van geprecipiteerd siliciumoxide die wordt gefiltreerd en gewassen met behulp van een persfilter, zodat men uiteindelijk een koek van siliciumoxide wint met een verlies bij verbranding van 79% (dus een droge-stofgehalte van 21 gew.%).

[0145] Vervolgens wordt deze koek gefluidiseerd door mechanische en chemische inwerking (toevoegen van een hoeveelheid natriumaluminaat, overeenkomend met een gewichtsverhouding  $Al/SiO_2$  van 3000 dpm). Na deze splitsingsbewerking verkrijgt men een verpompbare koek met een pH van 6,3, die daarna met behulp van een sproeikopverstuiver wordt verstoven.

[0146] Het aldus gedroogde product wordt vervolgens gemalen (Forplex-maalinrichting, type FL1; draaisnelheid: 4900 tpm) om een gemiddelde korrelgrootte ( $D_{50}$ ) in de orde van 16  $\mu m$  te krijgen.

[0147] De kenmerken van het als poeder (volgens de uitvinding) verkregen siliciumoxide P1 zijn dan als volgt:

- specifiek BET-oppervlak	= 170 m <sup>2</sup> /g
- specifiek CTAB-oppervlak	= 160 m <sup>2</sup> /g
- DOP-olie-opname	= 300 ml/100 g
- DRT	= 0,22
- door de poriën met een $d < 400 \text{ \AA}$	
vertegenwoordigd porievolume V1	= 0,95 cm <sup>3</sup> /g
- door de poriën met een	
$175 \text{ \AA} < d < 275 \text{ \AA}$	
vertegenwoordigd porievolume V2	= 0,54 cm <sup>3</sup> /g
- verhouding V2/V1	= 57%

[0148] Men onderwerpt het siliciumoxide P1 aan de zoals in de beschrijving hiervoor gedefinieerde maaltst en rheologische test (Retsch-maler: debiet 1,5 kg/h; rooster 0,5 mm).

[0149] Na eenmaal door de maalrichting voeren, bedraagt de mediaandiameter ( $D_{50}$ ) van het verkregen gemalen poeder dan 6,1  $\mu m$ . De Brookfield-viscositeit van dit gemalen poeder is 32 Pa.s.

[0150] Men laat het siliciumoxide P1 eveneens een zoals hiervoor in de beschrijving gedefinieerde desagglomeratietest ondergaan.

[0151] Na desagglomeratie met ultrageluid heeft het poeder P1 een mediaandiameter ( $\bar{O}_{50}$ ) van 3,2  $\mu m$  en een desagglomeratiefactor met ultrageluid ( $F_D$ ) van 8,5 ml.

---

2.7. Tegen de verlening van EP 862 is oppositie ingesteld door twee opposanten. Een van de opposanten heeft haar oppositie ingetrokken nog vóór de mondelinge behandeling van de oppositie op 30 oktober 2008. Tijdens de mondelinge behandeling heeft de Oppositie Afdeling EP 862 gedeeltelijk herroepen.

2.8. Van de beslissing van de Oppositie Afdeling is door zowel de resterende opposant als de octrooihouder beroep ingesteld bij de Technische Kamer van Beroep. Op 20 april 2009 heeft de opposant het beroep en de oppositie ingetrokken. De procedure is voortgezet door de octrooihouder. Op 19 januari 2011 heeft de Technische Kamer van Beroep de beslissing van de Oppositie Afdeling vernietigd en EP 862 in de oorspronkelijke vorm zoals verleend in stand gehouden (T0045/09).

2.9. Op de prioriteitsdatum van EP 862 behoorde tot de stand van de techniek Amerikaans octrooi US 2,940,830, verleend op 14 juni 1960 (hierna: Thornhill, productie 38 PPG). Thornhill is niet tijdens de verlening of oppositie aan de orde geweest. Het octrooi heeft betrekking op *'finely divided precipitated silica which is suitable as a reinforcing pigment in rubber compositions and which also is useful in other fields'* en werkwijzen voor de bereiding van dergelijke silica. Thornhill openbaart onder meer het volgende:

[kolom 3 en 4]:

The sodium silicate used normally should have the composition  $\text{Na}_2\text{O}(\text{SiO}_2)_x$ , where  $x$  is 2 or above, usually 2 to 4 including fractional numbers, preferably in the range of 3 to 4.

[...]

The solution may or may not contain an alkali metal salt of a strong acid, i.e. an acid at least as strong as sulphuric acid, depending upon the temperature of precipitation and the rate at which the acid is added. In general, the amount of such salt, if present, may range from 5 to as high as about 80 grams per liter or higher. However, where the rate of addition of acid is in excess of about 20 to 30 minutes, the amount of alkali metal salt normally should be in the range of 5 to 50 grams thereof per liter. Typical salts used in such concentrations in the sodium silicate are sodium chloride, sodium sulphate, potassium sulphate or chloride, and other like essentially neutral salts.

[...]

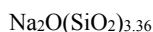
Fig. 1 is a two-dimensional development of a three-dimensional graph illustrating the conditions of rate of acidification, NaCl concentration, and temperature necessary to precipitate silica of 25 to 200 square meters per gram, respectively, from sodium silicate solutions containing about 8.3, 20.3, and 30.45 grams per liter of  $\text{Na}_2\text{O}$ , respectively, as the sodium silicate  $\text{Na}_2\text{O} \cdot (\text{SiO}_2)_x$ , where  $x$  ranges from 3.28 to 3.45. These  $\text{Na}_2\text{O}$  concentrations correspond to  $\text{SiO}_2$  concentrations of about 25, 67, and 100 grams, respectively, of  $\text{SiO}_2$  per liter.

[...]

Thornhill bevat diverse voorbeelden. Example I, VI en XVIII zijn hieronder opgenomen.

EXAMPLE I

A 30-gallon, open-top barrel, provided with an agitator consisting of a vertical shaft driven by a ¼ H.P. motor and having three 3” propellers, was charged with 48 liters of an aqueous solution of sodium silicate



containing 20.3 grams per liter of Na<sub>2</sub>O, about 66 grams per liter of SiO<sub>2</sub>, and 10 grams per liter of sodium chloride. Carbon dioxide gas, diluted with air to such an extent that the diluted gas had a CO<sub>2</sub> concentration of about 10 percent by volume, was introduced into the drum through a stainless steel tube with the discharge end of the tube being located below the bottom of the agitator. The rate of introduction of gas was adjusted so that just the stoichiometric amount of carbon dioxide was introduced into the solution in 24 hours. This carbonation rate was held substantially constant over the carbonation period. The temperature was maintained at 35°C. during carbonation and the mixture continuously agitated.

After the stoichiometric amount of carbon dioxide has been introduced, the mixture was heated by direct introduction of steam from a 140-pound steam line to maintain the temperature the temperature of the slurry at boiling temperature for a period of about 2 hours. The heated slurry was then filtered and the dewatered silica dried in an oven at a temperature of 108°C., after which it was micro-pulverized.

The surface area of the resulting finely divided silica was determined by the standard low temperature, nitrogen adsorption method proposed by Brunauer, Emmett, and Teller, and was found to be 149 square meters per gram.

The silica pigment as thus produced was incorporated by conventional compounding methods in the following GR-S rubber recipe:

	Parts by weight
GR-S -----	100.0
Zinc oxide -----	5.0
Sulfur -----	3.0
Agerite powder (phenyl betanaphthylamine) -----	1.0
Altax (dibenzothiazyl disulfide) -----	1.2
Methyl Tuads (tetramethyl thiuram disulfide) -----	0.15
Picco 100 (coumarone-indene resin) -----	15.0
Diethylene glycol -----	10.0
Silica pigment -----	58.5

The resulting rubber composition was subjected to various curing times at 280° F. and then tested for tensile strength and tear strength. It was found that the tensile strength of the vulcanized rubber after curing for 20 minutes at 280 ° F. was 2440 pounds per square inch and the tear strength was 250 pounds per inch thickness.

In the precipitation of the pigment under the above conditions, the presence of the soluble salt is important. Silica formed under the same conditions but with smaller amounts of sodium chloride was inferior as a rubber pigment, and when the sodium chloride was omitted, the precipitated silica gelled and was discarded.

[...]

EXAMPLE VI

A series of samples were prepared using essentially the procedure of Example I but varying the concentration of sodium chloride in the silicate solution. The conditions of preparation and properties of the pigment for this series are listed in the table following:

Table II

NaCl in Grams per liter of Solution	Silicate in terms of grams Na <sub>2</sub> O per liter of Solution	Temperature of Solution during Carbonation	Time of CO <sub>2</sub> Introduction, Minutes	pH	Na Content of Silica, percent by weight	Surface Area, B.E.T., square meters per gram
0	20.3	35	1,440			
20	20.3	35	1,440	10.8	2.03	56
20	20.3	35	1,440	7.0	0.25	288
40	20.3	35	1,440	9.7	1.37	-----
10	20.3	35	1,440	5.2	-----	518
8	20.3	35	1,440	5.3	-----	420
11.5	20.3	35	1,440	5.7	-----	422

It will be noted that certain of these products had a surface area which was unexpectedly high. This was due to the fact that the products contained substantial residual sodium and, after boiling, were treated with acid to reduce the pH thereof. The large amount of sodium caused development of high surface area. This emphasizes the importance of substantially complete neutralization of the Na<sub>2</sub>O.

EXAMPLE XVIII

Sodium silicate solution containing Na<sub>2</sub>O(SiO<sub>2</sub>)<sub>3.3</sub> in a concentration corresponding to 20.3 grams of Na<sub>2</sub>O per liter was reacted with 12 Normal hydrochloric acid to a pH of 7 by adding the acid to the silicate in 292 minutes, the temperature of the silicate being kept at 65°C.

A portion of this slurry was boiled for 60 minutes and a sample (sample No. 1) thereof was adjusted to pH 6, filtered, washed and dried. A second sample (sample No. 2) was adjusted to pH 2, filtered, washed and dried.

The remainder of the slurry was adjusted to pH 2 with HCl. A sample of this slurry (same No. 3) was filtered, washed and dried. A further sample (sample No. 4) of this slurry was boiled for 60 minutes at pH 2. Another sample (sample No. 5) of this slurry was adjusted to pH 7 with NaOH and boiled for 60 minutes. The product was washed and dried.

The surface area of the products was found to be as follows:

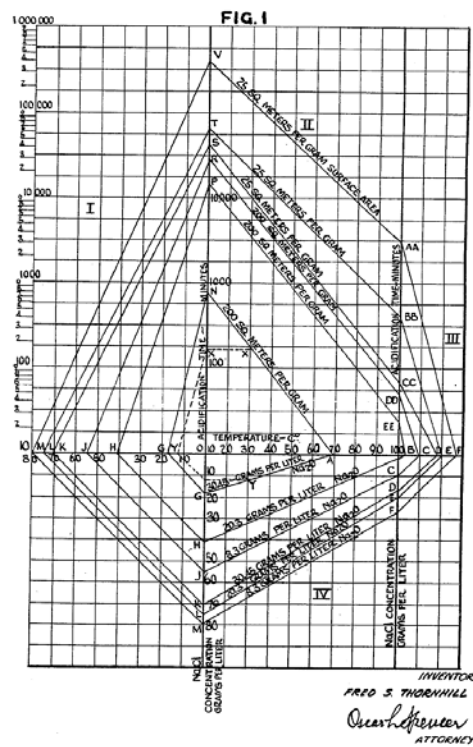
	Square meters per gram
Sample No. 1-----	152
Sample No. 2-----	157
Sample No. 3-----	408
Sample No. 4-----	392
Sample No. 5-----	154

The settling and/or filtering properties of the silica herein contemplated may be materially improved by addition to the slurry of a hydrated aluminium oxide or a water soluble aluminium salt. Typical salts which may be used are aluminium chloride, aluminium sulphate, sodium aluminate, and like hydrolysable salts.

The amount of aluminium salt to be used should be relatively small since a product which is largely silica is desired and since Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tends to be established in the silica by the treatment. Usually, an

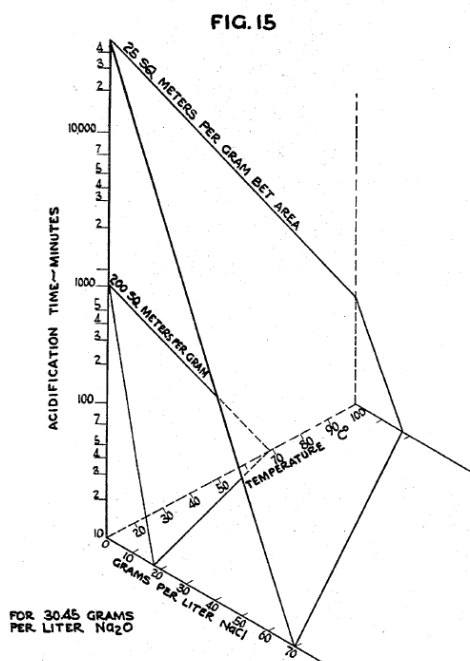
amount equal to about 1 to 5 percent by weight of aluminium compound (computed on the basis of its  $\text{Al}_2\text{O}_3$  content) is used, based upon the weight of  $\text{SiO}_2$  (anhydrous basis) in the slurry. As a consequence of this aluminium treatment, the silica settles or filters with reasonable rapidity. Moreover, the silica obtained contains a small amount of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , usually in the range of one mole of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  per 25 to 300 moles of  $\text{SiO}_2$ . Silica containing this amount of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  has certain advantages in that it appears to have less toxicity than some purer silicas. Moreover, data have shown that improved dispersing characteristics and improved strength characteristics in rubber are attained thereby.

De in de beschrijving van Thornhill genoemde figuur 1 is hieronder afgebeeld:



Figuur 15 uit Thornhill is hieronder eveneens afgebeeld:





2.10. Op de prioriteitsdatum behoorde evenzeer tot de stand van de techniek Amerikaans octrooi US 3,441,387 verleend op 29 april 1969 (hierna ook: US 387, productie 40 PPG). Deze publicatie is niet tijdens de verlening of oppositie aan de orde geweest. Het octrooi openbaart onder meer het volgende (kolom 1-2):

This invention relates to densifying finely-divided siliceous pigments. It more particularly relates to providing these pigments in a compacted form suitable for bulk handling.

Finely-divided siliceous pigments are commonly employed as raw materials in various chemical industries. They have particular application in the rubber, paper and plastic industries. The quantity of these pigments consumed annually warrants handling them in bulk. Unfortunately, the powdery nature of these materials makes such handling techniques difficult and uneconomical. In most applications which consume substantial quantities of siliceous pigment, the pigments must be highly dispersible, i.e., the pigment must incorporate in the process in finely-divided form. Previous attempts to produce an acceptable form of pigment suitable for bulk handling have been unsuccessful.

Generally, when these materials have been compacted, the resulting pellets have been unacceptable friable. That is, upon extended handling or shipping, they have been susceptible to an unacceptable degree of degradation to smaller particle size. When pellets of low friability have been produced, they have had unacceptable dispersibility. For example, such material mixed into a rubber compound fails to break down into individual particles or acceptably small aggregates or agglomerates thereof.

The instant invention provides a method whereby finely-divided siliceous pigments are densified to form pellets, cakes, or blocks which may be handled in bulk without undue degradation. Although the friability of the compacted material produced in accordance with this invention is much reduced, the pigments retain suitable dispersion properties. Thus, the compacted material is readily produced to powder by mechanical action somewhat greater than is encountered in bulk handling, e.g., by squeezing between the fingers.

According to the instant invention, a form of siliceous pigment suitable for bulk handling is produced by conditioning the pigment prior to its compaction. In densifying pigment in accordance with this invention, a mass of pigment is deaerated. The deaerated pigment is then subjected to compressive

---

action. In this fashion, a compacted form of pigment is produced which has relatively low friability and high dispersibility. The compacted material may be produced in a variety of shapes and sizes. It is conveniently produced in the form of pellets or blocks of uniform size.

Typical of the pigments which may be pelletized or compacted in accordance with this invention are those prepared in accordance with the teachings of U.S. Patent 2,940,830, the disclosure of which is hereby incorporated by reference. These pigments are prepared by reacting alkali metal silicates with acids. The BET surface areas of these products typically range from 75 to 200 square meters per gram. By "BET surface area" is meant the area measured by the recognized Brunauer-Emmett-Teller method, a description of which may be found in "The Journal of the American Chemical Society," vol. 60, page 309 (1938). These pigments are very finely-divided and have an average ultimate particle size of below about 0.1 micron usually about 0.03 micron as measured by the electron microscope. Pigments of lower surface area have a particle size in the range of 0.05 to 0.4 micron. These products usually contain in excess of 85 percent silica by weight on an anhydrous basis (free of both bound and free water). Metals may be introduced by contacting the silica with an aqueous solution of a salt containing the metal. In that event, the silica concentration may conform to that of a metallic silicate.

2.11. Bij vonnis van 25 april 2012 heeft de voorzieningenrechter van deze rechtbank uitspraak gedaan in een kort geding tussen dezelfde partijen als welke in deze procedure optreden. Rhodia vorderde in die procedure onder meer een verbod op inbreuk op EP 862. De voorzieningenrechter heeft de vorderingen afgewezen omdat er naar zijn oordeel geen sprake was van een voldoende spoedeisend belang bij de gevorderde voorzieningen.

### **3. Het geschil**

3.1. PPG vordert - samengevat - vernietiging van het Nederlandse deel van EP 862 met veroordeling van Rhodia in de kosten van de procedure ex artikel 1019h Rv. Aan haar vordering legt PPG ten grondslag dat EP 862 ten onrechte is verleend vanwege niet-nawerkbaarheid van de uitvinding, niet-nieuwheid en gebrek aan uitvinderswerkzaamheid.

3.2. Rhodia voert gemotiveerd verweer.

3.3. Op de stellingen van partijen wordt hierna, voor zover van belang, nader ingegaan.

### **4. De beoordeling**

#### *bevoegdheid*

4.1. De bevoegdheid van de rechtbank van de vorderingen strekkende tot vernietiging van het Nederlandse deel van EP 862 kennis te nemen is gebaseerd op artikel 22 lid 4 EEX-Vo<sup>1</sup> jo. artikel 80 lid 1 sub a Rijksoctrooiwet 1995.

<sup>1</sup> Verordening (EG) nr. 44/2001 betreffende de rechterlijke bevoegdheid, de erkenning en de tenuitvoerlegging van beslissingen in burgerlijke en handelszaken.

---

*prelabel: bezwaar tegen productie 81 zijdens PPG*

4.2. Vooropgesteld wordt dat aan Rhodia kan worden toegegeven dat de wijze waarop PPG haar nietigheidsargumenten in deze procedure heeft gepresenteerd geenszins een schoonheidsprijs verdient. De rechtbank heeft de advocaten van PPG hier ter zitting ook over onderhouden. De pijn zit daarbij echter met name in het begin van de procedure (zoals het in de dagvaarding aanhalen van een veelheid aan prior art zonder dat daarbij ook maar een keer wordt verwezen naar een productienummer) hetgeen de voorbereiding van de zaak door de rechtbank maar ongetwijfeld ook de advocaten van Rhodia serieus en onnodig heeft bemoeilijkt. De ergernis daarover staat echter los van de vraag of een bepaalde productie in een later stadium van de procedure al dan niet kan worden toegelaten.

4.3. Concreet gaat het om toelating van (delen van) productie 81 zijdens PPG. In deze productie, die is opgesteld door technici van PPG zelf, wordt – kort gezegd – ampel ingegaan op de betwisting bij conclusie van antwoord van bepaalde door PPG in de dagvaarding ingenomen stellingen (die deels verder waren ontwikkeld in de op de eerstdienende dag genomen akte houdende vermeerdering van (de grondslag van de) eis en de daarbij in het geding gebrachte producties, waaronder productie 55, zijnde een – opnieuw door PPG zelf opgesteld – nietigheidsrapport) en kan worden vergeleken met een door een octrooigemachtigde opgestelde rapportage. Productie 81 is op de daarvoor bepaalde uiterlijke termijn (9 augustus 2013) als nadere productie overgelegd, waarop Rhodia bij reactieve productie (op de daarvoor bepaalde datum van 6 september 2013) had kunnen reageren. Dit heeft zij om haar moverende redenen echter nagelaten. Het argument dat Rhodia daarvoor praktisch gesproken in verband met vakanties geen gelegenheid zou hebben gehad overtuigt de rechtbank niet. Sinds de dagvaarding waarin melding wordt gemaakt van de beschikking waarbij verlof is verleend voor het aanhangig maken van onderhavige procedure volgens het VRO-regime was Rhodia bekend met de voor het overleggen van nadere en reactieve producties bepaalde termijnen zodat zij daarop had kunnen anticiperen. Nu Rhodia ten pleidooie door haar verweer ter zake er bovendien blijkt van heeft gegeven de in genoemde productie aangevoerde argumenten goed te hebben begrepen, kan niet worden gezegd dat de goede procesorde is geschaad. Evenmin bevat de akte nieuwe grondslagen van de eis. Het bezwaar tegen toelating van (delen van) productie 81 wordt dan ook verworpen.

*korte inleiding*

4.4. De hierna volgende weergave van de achtergrond van de techniek van het octrooi is ontleend aan de conclusie van antwoord van Rhodia en als zodanig niet in geschil.

4.5. De chemische verbinding siliciumdioxide, ook bekend als silica, is een oxide van silicium met de chemische formule  $\text{SiO}_2$ . In de natuur wordt silica het meest aangetroffen in de vorm van zand of kwarts.

4.6. Een specifieke vorm van silica is zogenaamd geprecipiteerd silica. Geprecipiteerd silica wordt verkregen door middel van een precipitatieproces en is in amorfe vorm. Geprecipiteerde silicadeeltjes worden onder andere gebruikt als versterkende vulstof in elastomeren. Om silica (in plaats van het traditionele zwarte carbon) te kunnen gebruiken als versterkende vulstof voor het gebruik in rubber banden, moet het probleem worden opgelost dat traditioneel silica van nature geen sterke verbinding met rubber vormt.

---

4.7. Traditioneel silica heeft de neiging om te klonteren in plaats van zich gelijkmatig te verdelen in het elastomeermengsel, wat het niet eenvoudig maakt om het elastomeermengsel te verwerken. Op de prioriteitsdatum van EP 862 was het reeds bekend dat het, voor het verkrijgen van optimale versterkingseigenschappen, nodig is dat het vulstof zowel zo fijn mogelijk verdeeld als zo homogeen mogelijk verspreid wordt. In die context heeft EP 862 in grote lijnen betrekking op de productie van nieuwe silicadeeltjes met een verbeterde capaciteit voor dispersie en verbeterde versterkingsgraad. In de industrie wordt dergelijke silica thans algemeen aangeduid als *highly dispersible silica*.

*nawerkbaarheid werkwijzeconclusie 1 en afhankelijke conclusies 2-12*

4.8. PPG heeft allereerst gesteld dat de conclusies 1 t/m 12 niet kunnen worden nagewerkt. De rechtbank overweegt te dien aanzien als volgt.

4.9. Voor zover het de argumenten betreft zoals die in de dagvaarding zijn uiteengezet en hierop neerkomen dat bepaalde termen in werkwijzeconclusie 1 onduidelijk zouden zijn (randnummers 3.1 t/m 3.53), geldt dat deze door Rhodia bij conclusie van antwoord gemotiveerd zijn betwist waarna PPG op haar stellingen ter zake ten pleidooie niet meer is teruggekomen, zodat die argumenten worden verworpen.

4.10. PPG heeft op zichzelf ook niet bestreden dat het op basis van de geclaimde werkwijze mogelijk is om geprecipiteerd siliciumoxide met de verbeterde eigenschappen te bereiden. In feite komt de kern van haar betoog thans hierop neer dat de werkwijzeconclusies niet over het gehele geclaimde bereik nawerkbaar zijn. Ten aanzien daarvan geldt het volgende.

4.11. Artikel 83 EOV<sup>2</sup> vereist dat het octrooischrift de uitvinding zodanig duidelijk en volledig beschrijft dat de uitvinding over de gehele breedte van de conclusies zonder onevenredige inspanning (*undue burden*) kan worden toegepast door de gemiddelde vakman (vgl. TKvB 18 maart 1993, T 409/91, Exxon; en, meer recent: T 1914/11). De gemiddelde vakman moet op basis van het octrooischrift en zijn algemene vakkennis in staat zijn om op zijn minst een substantieel deel van de uitvoeringsvormen van de uitvinding te reproduceren.

4.12. De rechtbank is met PPG van oordeel dat het octrooischrift niet aan voornoemde eis voldoet. Daarbij wordt vooropgesteld dat tussen partijen niet in geschil is dat de in werkwijzeconclusie 1 geclaimde gewenste eigenschappen van de te verkrijgen silica afhankelijk zijn van vele parameters in het bereidingsproces zoals uitgangconcentratie, pH, temperatuur, snelheid waarmee ingrediënten worden toegevoegd, type elektrolyt, volume en geometrie van het reactievat, maturatietijd- en temperatuur etc. en dat kleine veranderingen daarin kunnen leiden tot grote wijzigingen in de producteigenschappen. Dat maakt, zoals PPG terecht stelt, dat hoge eisen kunnen worden gesteld aan de beschrijving van een dergelijke werkwijze. Tegelijk moet worden vastgesteld, zoals ook professor Bein onderkent (productie 82 PPG) en Rhodia overigens niet weerspreekt, dat de bereiken van de in conclusie 1 beschreven parameters (onder (i)-(iii)), net als die genoemd in de beschrijving en de uitvoeringsvoorbeelden, nogal breed zijn. Zo vallen onder onderdeel (i) van conclusie 1

<sup>2</sup> Verdrag inzake de verlening van Europese octrooien.

---

siliciumoxideconcentraties van 0-100 g/l en elektrolytconcentraties van 0-17 g/l. Gelet op het feit dat het bij de precipitatie van silica nogal nauw luistert, zoals hiervoor overwogen, is dan ook met Bein (paragraaf 13 van productie 82 PPG) te concluderen dat het ronduit twijfelachtig is of bij al die concentraties/parameters wel silica met de gewenste CTAB en BET waarden wordt verkregen.

4.13. Die twijfel blijkt in de praktijk bewaarheid. PPG heeft namelijk de werkwijze van conclusie 1 in zes experimenten nagewerkt. In vijf van de zes gevallen leidde dat niet tot de geclaimde silica-producten met voordelige eigenschappen. Rhodia erkent dat de bij de bereiding door PPG gekozen parameters vallen binnen de in conclusie 1 gegeven bereiken. Rhodia verwijt PPG echter dat zij zich niet ook stipt gehouden heeft aan de in uitvoeringsvoorbeeld 1 gegeven, deels aanvullende, parameters. Dat verwijt is evenwel niet terecht. De beschermingsomvang van conclusie 1 van EP 862 is niet beperkt tot de uitvoeringsvoorbeelden. In termen van nawerkbaarheid betekent dit dat het niet voldoende is dat het octrooi de vakman een voorbeeld verschaft waarmee de vakman het geclaimde product kan verkrijgen. De aanwijzingen in het octrooischrift dienen zodanig te zijn dat de vakman, met gebruikmaking van zijn algemene vakkennis, de uitvinding zonder '*undue burden*' in hoofdzaak kan toepassen over de volle breedte van de conclusies. In dit geval voldoen de door PPG gekozen parameters aan het in conclusie 1 van EP 862 geclaimde bereik, terwijl niettemin geen silica werd verkregen met de geclaimde eigenschappen.

4.14. Bovendien stelt PPG dat zij bij haar experimenten nauw heeft aangesloten bij de voorkeuren die naar voren komen uit de beschrijving, met name paragrafen [0014] t/m [0054], en uitvoeringsvoorbeeld 1, hetgeen Rhodia niet weerspreekt. PPG heeft voorts toegelicht dat er praktische redenen waren om uitvoeringsvoorbeeld 1 niet exact na te werken, zoals het verschil in schaal (PPG heeft de experimenten gedaan met een reactorvat van 150 l in plaats van het in voorbeeld 1 genoemde vat met een volume van 5000 l waarover PPG niet de beschikking had) of het verschil in natriumsilicaat (PPG gebruikt in de experimenten 4, 5 en 6 een silicaat met een ratio  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$  van 3,2 : 1 omdat zij niet eenvoudig een silicaat met de andere gewichtsverhouding kon verkrijgen, terwijl deze ratio overigens valt binnen de voorkeursverhouding genoemd in paragraaf [0019] van EP 862). Daar komt bij dat Rhodia ook niet heeft aangevoerd dat de door PPG gemaakte keuzes zodanig vreemd zijn dat een vakman die, op basis van de leer van het octrooi en zijn algemene vakkennis, niet zou hebben gedaan, hetgeen van haar, bijvoorbeeld onder overlegging van een verklaring van een deskundige, had mogen worden verwacht. Evenmin heeft Rhodia (met een deskundige tegenrapportage) onderbouwd aangevoerd dat, ondanks dat de PPG experimenten nogal dicht tegen voorbeeld 1 aanliggen en het bij de precipitatie van silica nauw luistert, de gemiddelde vakman niettemin zonder "*undue burden*" binnen de gegeven bereiken tot geprecipiteerde silica met de gewenste BET- en CTAB-oppervlakken zou komen.

4.15. Hierbij wreekt zich voorts dat de voorbeelden die zien op de werkwijze volgens conclusie 1 (voorbeelden 1, 7, 8, 11 en 16) (aanzienlijk) minder grote bereiken in de parameters openbaren dan de conclusie toelaat (bijvoorbeeld siliciumoxide en elektrolyt concentraties variërend van respectievelijk 47-85 g/l en 8-13,43 g/l tegenover de geclaimde concentraties 0-100 g/l respectievelijk 0-17 g/l). Het argument van Rhodia dat met die voorbeelden het gehele bereik derhalve geopenbaard zou zijn gaat op die grond niet op.

4.16. Onder al deze omstandigheden wordt met PPG aangenomen dat de in conclusie 1 geclaimde werkwijze niet over de hele breedte nawerkbaar en daarmee nietig is. De afhankelijke conclusies 2 t/m 12 delen, nu Rhodia deze niet afzonderlijk heeft verdedigd, daarvan het lot.

4.17. Dit argument gaat ten opzichte van de productconclusies overigens niet één-op-één op, zoals Rhodia terecht stelt. In het octrooi is beschreven dat voorbeelden 1, 7, 8, 11 en 16 leiden tot geprecipiteerde silica met CTAB- en BET-oppervlakken die variëren tussen respectievelijk 149-180 en 155-190 m<sup>2</sup>/g. PPG heeft onvoldoende gemotiveerd bestreden dat een extrapolatie naar het bereik 140-200 m<sup>2</sup>/g onder die omstandigheden gerechtvaardigd is. Voor wat betreft het voldoen van die producten aan de overige kenmerken in de productconclusies, zal hierna worden geoordeeld, voor zover nodig.

*productconclusie 22 en de afhankelijke conclusies 23-27*

4.18. Alvorens in te gaan op de gestelde nietigheid van de conclusies 13 t/m 21, ziet de rechtbank aanleiding eerst de product(poeder)conclusie 22 te behandelen. Ten aanzien van die conclusie heeft PPG gesteld dat deze nieuwheid ontbeert omdat het nawerken van example XVIII van Thornhill (vgl. 2.9.) onvermijdelijk een silicaproduct oplevert dat voldoet aan de parameters van genoemde conclusie. PPG heeft in het door haar als productie 55 overgelegde rapport precies beschreven hoe zij het in Thornhill genoemde voorbeeld heeft nagewerkt.<sup>3</sup> Rhodia heeft hierop in de conclusie van antwoord gereageerd en – kort gezegd – aangevoerd dat bij het nawerken door PPG een aantal selecties en wijzigingen zijn gemaakt ten opzichte van Thornhill en dat daarom niet kan worden geconcludeerd dat het silicamateriaal verkregen door PPG met haar experiment het onvermijdelijke resultaat is van de werkwijze volgens example XVIII en dat dit materiaal dan ook geen stand van de techniek vormt voor EP 862.<sup>4</sup> Ten pleidooie heeft PPG deze kritiek gemotiveerd weerlegd onder verwijzing naar het rapport van PPG's technici (productie 81, nr. 141). De iets andere gewichtsverhouding van SiO<sub>2</sub> en Na<sub>2</sub>O (3.2 : 1 in plaats van 3.3 : 1) ligt, zoals PPG heeft aangegeven, binnen de condities zoals Thornhill die openbaart (tussen 2 en 4, bij voorkeur in het bereik van 3 tot 4; zie kolom 3, regels 24 t/m 27 Thornhill, productie 38 PPG; vgl. 2.9.), terwijl de concentratie Na<sub>2</sub>O gelijk was aan die van Thornhill. Tegen deze achtergrond heeft PPG voldoende onderbouwd gesteld dat de voor het experiment gekozen marginaal minder geconcentreerde natriumsilicaatoplossing geen noemenswaardige invloed heeft op het precipitatie resultaat. Rhodia is op haar niet nader gemotiveerde betwisting hiervan bij antwoord bij pleidooi niet teruggekomen zodat haar verweer ter zake moet worden gepasseerd. Dat PPG de slurry niet zou hebben gekookt op een temperatuur van 100°C, is gepareerd met de onbestreden gebleven verklaring door de technici van PPG in voormeld rapport dat de slurry begon te koken en te verdampen bij een temperatuur van 96°C en dat die waarde is gerapporteerd. Wat het in de nawerking in de tweede stap gebruikte zoutzuur betreft, valt niet in te zien dat die keuze problematisch zou zijn. In example XVIII van Thornhill wordt in de eerste stap immers ook zoutzuur ('normal hydrochloric acid') gebruikt en – hoewel Thornhill dat niet expliciet tot uitdrukking brengt – lijkt het logisch dat dit zuur ook in de tweede stap van example XVIII wordt gebruikt, althans bestaat er geen enkele aanwijzing dat zulks anders zou zijn. De kritiek op de waarde van het droge stof

<sup>3</sup> Vgl. paragrafen 68 t/m 71 productie 55 PPG.

<sup>4</sup> Vgl. randnummers 250 t/m 252 conclusie van antwoord.

---

gehalte tenslotte, sorteert geen effect, alleen al omdat deze parameter in conclusie 22 niet wordt geclaimd. De rechtbank is met PPG dan ook van oordeel dat de afwijkingen in de experimentele nawerking door PPG dusdanig minimaal zijn dat die nawerking gelijk gesteld kan worden aan het in Thornhill geopenbaarde example XVIII. Nu de nawerking van dit voorbeeld onbestreden een silicaproduct oplevert waarvan de BET-, CTAB-, DOP-karakteristieken alsook de porieverdeling vallen binnen de in conclusie 22 geclaimde waarden, is de materie van die conclusie niet nieuw te achten. Daarmee sneuvelt conclusie 22.

4.19. Rhodia heeft tegenover de gemotiveerde stelling van PPG niet aangegeven dat en waarom de van conclusie 22 afhankelijke conclusies 23 t/m 27 wel nieuw en/of inventief zouden zijn, zodat zij het lot van conclusie 22 delen en evenzeer zullen worden vernietigd.

*productconclusie 13 en de afhankelijke conclusies 14-21*

4.20. De product(granule)conclusie 13 ontbeert uitvinderswerkzaamheid. PPG heeft met de silicapoeder die zij verkreeg door nawerking van example XVIII uit Thornhill (zie r.o. 4.18. en 4.19. hiervoor) granules gemaakt die voldoen aan de in conclusie 13 geclaimde karakteristieken. Rhodia betwist ook niet dat het op de prioriteitsdatum voor de gemiddelde vakman bekend was hoe de granules gemaakt konden worden. Haar verweer beperkt zich tot de stelling dat PPG nalaat aan te geven waarom een vakman die granules wenst te maken het product zou kiezen van example XVIII van Thornhill (pleitnota Rhodia nr. 104). De rechtbank overweegt als volgt.

4.21. PPG heeft desgevraagd aangegeven Thornhill als meest nabije stand van de techniek te beschouwen. Rhodia heeft aangevoerd dat zij niet gelooft dat Thornhill als closest prior art heeft te gelden maar heeft desgevraagd ter zitting niet aangegeven welk document dan in haar zienswijze als vertrekpunt zou moeten worden genomen, hetgeen van haar als octrooihoudster zou mogen worden verwacht. Bij die stand van zaken volgt de rechtbank PPG in haar keuze voor Thornhill.

4.22. EP 862 verschilt van Thornhill hierin dat de silica-producten in de vorm van granules worden geopenbaard (in plaats van poeder) en een schuurgraad hebben lager dan 20%. Het technisch effect dat EP 862 door deze verschilmaatregelen bereikt bestaat hierin dat het silica-product niet stuift en zeer goed dispergeerbaar is. Het op te lossen objectief technische probleem kan dan worden gedefinieerd als hoe een silica-product te verkrijgen dat niet stuift en zeer goed dispergeerbaar is. PPG heeft in dit verband gewezen op de tijdige publicatie US 3,441,387 (hierna: US 387) die de vakman leert om de poeders uit Thornhill tot granules te compacteren. US 387 beschrijft (vgl. 2.10.) dat de *'powdery nature'* van silica-poeder *'bulk handling'* lastig maakt, terwijl *'in most applications which consume substantial quantities of siliceous pigment, the pigments must be highly dispersible, i.e. the pigment must incorporate in the process in finely-divided form'*. Eerdere pogingen om granules te maken leverden broze pellets op die tijdens transport gemakkelijk degradeerden, terwijl het produceren van pellets die minder snel uiteenvielen weer onacceptabele dispergeerbaarheids-eigenschappen had. De uitvinding volgens US 387 komt daaraan tegemoet door een werkwijze te verschaffen *'whereby finely-divided siliceous pigments are densified to form pellets, cakes, or blocks which may be handled in bulk without undue degradation. Although the friability of the compacted material produced in accordance with this invention is much reduced, the pigments retain suitable dispersion properties'*.

---

Bovendien legt US 387 een directe link naar de poeders als geopenbaard in Thornhill wanneer gezegd wordt dat *'typical of the pigments which may be pelletized or compacted in accordance with this invention are those prepared in accordance with the teachings of U.S. Patent 2,940,830 [i.e. Thornhill, rb], the disclosure of which is hereby incorporated by reference'*. Aldus de problem-solution-approach toepassend is gegeven dat de gemiddelde vakman uitgaande van Thornhill in combinatie met US 387, waar de leer uit Thornhill nota bene is *'incorporated by reference'*, zonder inventieve denkarbeid tot de uitvinding van conclusie 13 van EP 862 zou komen. Conclusie 13 is derhalve nietig wegens gebrek aan inventiviteit.

4.23. Bij gebreke van een deugdelijk verweer hiertegen, delen de afhankelijke conclusies 14 t/m 21 het lot van conclusie 13 en komen zij evenzeer voor vernietiging in aanmerking.

*productconclusie 28 en de afhankelijke conclusies 29-36*

4.24. De bezwaren tegen conclusie 28 worden afgewezen reeds omdat PPG niet onderbouwd heeft gesteld dat de materie van die conclusie niet nieuw en/of inventief zou zijn. Dat – zoals PPG in het kader van het door haar gestelde openbaar voorgebruik heeft betoogd – het poeder Hi-Sil® 915 voor de prioriteitsdatum van EP 862 beschikbaar zou zijn geweest, is, wat daarvan ook zij, onvoldoende voor het oordeel dat dit voor de in conclusie 28 e.v. geclaimde vorm van vrijwel bolvormige bolletjes nieuwheids- althans inventiviteitsschadelijk zou zijn reeds omdat zij niet heeft onderbouwd dat genoemd product qua eigenschappen zou lezen op de in conclusie 28 genoemde parameters althans dat de vakman op basis van dat product zonder inventieve denkarbeid tot de materie van conclusie 28 zou komen. Conclusie 28 van EP 862 is dan ook nieuw en inventief te achten. Nu PPG niet anders heeft gesteld, geldt hetzelfde voor de van conclusie 28 afhankelijke conclusies 29 t/m 36.

4.25. Wat de nawerkbaarheid van de productconclusies 28 t/m 36 van EP 862 betreft, zij herhaald wat daarover in r.o. 4.17. reeds is overwogen. PPG heeft niet (nader) onderbouwd gesteld – hetgeen zij daarover opmerkt in de randnummers 4.67 t/m 4.69 bij dagvaarding is niet concludent en wordt gepasseerd – waarom de conclusies 28 t/m 36 niet nawerkbaar zouden zijn, zodat die stelling wordt verworpen.

*gebruiksconclusie 37*

4.26. Zonder nadere toelichting, die ontbreekt, moet gebruiksconclusie 37 van EP 862 geldig worden geacht voor zover deze conclusie ziet op het in die conclusie bedoelde gebruik van een siliciumoxide in de in conclusie 28 t/m 36 geclaimde vorm van vrijwel bolvormige bolletjes. Ook hier geldt dat PPG niet onderbouwd heeft gesteld waarom conclusies 37 niet nawerkbaar zou zijn, zodat die stelling wordt verworpen.

*veegoverweging*

4.27. Alle overige stellingen die PPG in de dagvaarding heeft ingenomen baten haar niet omdat zij deze onvoldoende concreet heeft onderbouwd, hetzij PPG op die stellingen, nadat Rhodia bij conclusie van antwoord daartegen gemotiveerd verweer had gevoerd, niet meer is teruggekomen.



---

*slotsom*

4.28. De conclusies 1 t/m 27 van het Nederlandse deel van EP 862 zijn nietig. Dit geldt ook voor de materie van conclusie 37 voor zover het meer omvat dan het gebruik als versterkend vulmiddel van elastomeren, in het bijzonder het gebruik van luchtbanden, van een siliciumoxide in de vorm van vrijwel bolvormige bolletjes volgens een van de conclusies 28 tot 36. Voor het overige is het Nederlandse deel van EP 862 geldig te achten.

*proceskosten*

4.29. Rhodia zal als de grotendeels in het ongelijk gestelde partij worden veroordeeld in de proceskosten. PPG heeft haar kosten begroot op een bedrag van € 275.582,50. Rhodia meent dat die kosten, gezien ook haar eigen kosten ten bedrage van € 182.458,43, niet redelijk en evenredig zijn. Zij heeft tegen toewijzing daarvan ampel verweer gevoerd. Kort gezegd komen de bezwaren van Rhodia hierop neer dat een deel van de kosten geen verband houdt met deze procedure maar met het eerder gevoerde inbreuk kort geding, dat een deel van de kosten is veroorzaakt door eigen fouten van PPG, zoals de verkeerde betekening van een eerdere VRO-dagvaarding, en, ten slotte, dat een veroordeling niet kan zien op kosten gemaakt voor producties die de rechtbank zal weigeren.

4.30. PPG heeft onbestreden aangevoerd dat de kosten van de kort geding procedure niet in de kosten van de onderhavige procedure zijn verdisconteerd, noch is zulks anderszins gebleken. Dat deel van het bezwaar van Rhodia treft dus geen doel. Datzelfde geldt voor het bezwaar tegen kosten verband houdende met te weigeren producties, nu, zoals hiervoor is uitgemaakt, van het niet toelaten van producties geen sprake is. Resteert het bezwaar tegen kosten die PPG door eigen fouten (dubbel) heeft moeten maken. Nu PPG op dit laatste punt de argumenten van Rhodia onvoldoende heeft weersproken, zal de rechtbank met Rhodia aannemen dat de kosten (salaris en verschotten) van de eerste en tweede betekening en de daarmee samenhangende correspondentie met de rechtbank (ten bedrage van respectievelijk € 6.174, € 602,34 en € 9.809,00), zijnde in totaal een bedrag van € 16.585,34, onnodig zijn gemaakt. Wat het selecteren van de producties betreft en het opstellen van de akte in verband met in het geding brengen van die producties acht de rechtbank het aannemelijk dat ook hier deels onnodig kosten zijn gemaakt, welke door de rechtbank worden geschat op een bedrag van € 12.868,80. Aldus zal van de door PPG begrote kosten een bedrag van € 29.454,14 in mindering worden gebracht zodat Rhodia zal worden veroordeeld aan PPG een bedrag groot € 246.128,36 te voldoen.

## **5. De beslissing**

### De rechtbank

5.1. vernietigt conclusies 1 t/m 27 van het Nederlandse deel van EP 862 alsmede conclusie 37 daarvan voor zover het meer omvat dan het gebruik als versterkend vulmiddel voor elastomeren, in bijzonder het gebruik van luchtbanden, van een siliciumoxide in de vorm van vrijwel bolvormige bolletjes volgens een van de conclusies 28 tot 36;

5.2. veroordeelt Rhodia in de kosten van deze procedure aan de zijde van PPG tot dusverre begroot op € 246.128,36;

---

5.3. verklaart dit vonnis ten aanzien van de proceskostenveroordeling uitvoerbaar bij voorraad;

5.4. wijst af het meer of anders gevorderde.

Dit vonnis is gewezen door mr. J.Th. van Walderveen, mr. E.F. Brinkman en mr. ir. J.H.F. de Vries en in het openbaar uitgesproken op 4 december 2013.