

Tentamenopgave chemie B - 2009

Geachte kandidaat,

Hierbij treft u een Nederlandse octrooiaanvraag aan die op 1 augustus 2006 is ingediend en die de prioriteit inroept van een octrooiaanvraag die is ingediend op 2 augustus 2005. De prioriteitsaanvraag is in tekst volledig gelijk aan de Nederlandse octrooiaanvraag, zodat de prioriteit geldig is.

10 Verder treft u een nieuwheidsrapport aan met de voorlopige opinie van de literatuuronderzoeker, en de in dat rapport genoemde publicaties.

Van u wordt verwacht: een brief aan uw cliënt, waarin u uw visie geeft op de bezwaren die de literatuuronderzoeker naar voren heeft gebracht, en uw voorstel om deze bezwaren te overkomen. U dient uw cliënt zo ruim mogelijke rechten te bieden.

Succes!

Kleurloos kwamboe-extract, en werkwijze voor het bereiden ervan.

De onderhavige aanvraag heeft betrekking op een kleurloos kwamboe-extract en op een werkwijze voor het bereiden ervan.

Een kwamboe is een boom die inheems is in Nieuw-Guinea en een aantal eilanden in de Indonesische archipel. De bestanddelen van de bast van de kwamboe-boom hebben - bij inname - een rustgevende invloed op het menselijk lichaam. Zo wordt thee die gezet is van de versnipperde bast van de kwamboe-boom door heel Zuid-Oost Azië gedronken voor het verhelpen van misselijkheid, diarree, voedselvergiftiging en andere stoornissen van het spijsverteringskanaal. Voor het bereiden van dit product wordt de bast van de boom gesneden, versnipperd en gedroogd. De gedroogde snippers worden op lokale markten verkocht. Om van deze snippers thee te zetten worden de snippers gedurende een aantal minuten in water gekookt.

De aldus verkregen “kwamboe-thee” is diep-rood van kleur. Om deze reden gebruiken de inheemse bewoners van Nieuw-Guinea kwamboe-thee ook al sinds oudsher om kleding mee te verven en om de huid mee te versieren, bijvoorbeeld voor ceremoniële doeleinden. Hierbij hebben zij ook gevonden dat kwamboe-thee een krachtige verzachtende en desinfecterende werking heeft op de huid, en de genezing van kleine wonden, schaafwonden en oppervlakkige huidontstekingen sterk bevordert.

Kwamboe wordt in Europa al sinds jaren via natuurvoedingswinkels op de markt gebracht, als kwamboe-thee (dat wil zeggen: als gedroogde snippers van de bast van de kwamboe-boom, waarvan de eindgebruiker dan zelf thee kan zetten) en als druppeltjes (dat wil zeggen: als “kwamboe-extract”) die als zodanig kunnen worden ingenomen of die met warm water kunnen worden gemengd en dan als thee kunnen worden gedronken. Om dit kwamboe-extract te maken wordt kwamboe-thee eenvoudigweg ingedampt tot een stroperig diep-rood gekleurd extract wordt verkregen.

Het is gebleken dat de diep-rode kleur van kwamboe-thee en kwamboe-extract het commerciële succes ervan in de weg staat. Dit is omdat Europese consumenten de dieprode kleur van kwamboe niet associëren met een geneeskundige werking. Verder blijft de rode kleur achter op de lippen en in de mondholte wanneer kwamboe-thee of kwamboe-extract wordt gedronken; en laat kwamboe, wanneer wordt gemorst, dieprode vlekken achter op kleding en op de huid, die vrijwel niet meer te verwijderen zijn.

Aanvraagster heeft geprobeerd om tabletten en capsules op basis van kwamboe-extract te ontwikkelen. Dit is echter niet gelukt, omdat kwamboe-extract - wanneer het (verder) wordt ingedampt of gevriesdroogd - zeer stroperig en kleverig is. Hierdoor kan het niet goed worden verwerkt in tabletteermachines en vulmachines voor capsules.

Volgens de uitvinding is nu een eenvoudig proces ontwikkeld waarmee de rode kleur van kwamboe-thee in een enkele stap kan worden verwijderd. Hiertoe wordt een waterige kwamboe-oplossing (zoals kwamboe-thee) aangezuurd en vervolgens gedurende een aantal minuten in contact gebracht met een zure kationenuitwisselingshars. Hiervoor kan bijvoorbeeld een sterk zure of zwak zure kationenuitwisselingshars worden gebruikt
10 welke twee typen harsen doorgaans worden toegepast voor het zuiveren van drinkwater.

Het is verrassenderwijs gebleken dat deze enkele stap voldoende is om de rode kleur van kwamboe volledig te verwijderen. Wanneer de pH van de aldus verkregen kleurloze oplossing vervolgens weer in een traject wordt gebracht dat geschikt is voor orale toediening aan de mens (bijvoorbeeld tussen 5,5 en 7, met een fysiologisch aanvaardbare base zoals natronloog of natriumbicarbonaat), dan wordt een kleurloze oplossing verkregen die nog steeds alle geneeskundige werkingen van kwamboe-thee of kwamboe-extract heeft.

De uitvinding verschaft derhalve een kleurloze waterige kwamboe-oplossing (eventueel in de vorm van een geconcentreerd extract).

20 De uitvinding heeft verder betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een kleurloze waterige kwamboe-oplossing, die de volgende stappen omvat:

- a) het verschaffen van een waterige kwamboe-oplossing;
- b) het aanzuren van de waterige kwamboe-oplossing;
- c) het gedurende enkele minuten in contact brengen van de aangezuurde waterige kwamboe-oplossing met een zure kationenuitwisselingshars, zodanig dat een kleurloze waterige kwamboe oplossing wordt verkregen; en
- d) het scheiden van de kleurloze waterige kwamboe-oplossing en de zure kationenuitwisselingshars.

30

Het in contact brengen van de gekleurde kwamboe-oplossing met de zure kationenuitwisselingshars wordt uitgevoerd bij een pH tussen 2,0 en 5,0 en bij een temperatuur tussen kamertemperatuur en 70°C; en wordt bij voorkeur uitgevoerd gedurende 1 tot 10 minuten bij een temperatuur tussen 30°C en 50°C en bij een pH tussen 2,5 en 4,0.

De aldus verkregen kleurloze oplossing kan als zodanig op de markt worden gebracht, maar wordt bij voorkeur (verder) geconcentreerd (bijvoorbeeld tot 1/10 of 1/20 van het oorspronkelijke volume), waarbij een geconcentreerd kleurloos extract wordt verkregen dat als druppeltjes op de markt kan worden gebracht. Deze druppeltjes kunnen, net als het bekende kwamboe-extract, als zodanig worden ingenomen of eventueel voorafgaand aan gebruik met warm water worden verdund.

Aanvraagster heeft ook geprobeerd om het aldus verkregen extract nog verder in te dampen en te verwerken tot tabletten en capsules, maar hierbij is opnieuw gebleken dat het aldus verkregen residu te stroperig en te kleverig is om in tabletteermachines of machines voor het vullen van capsules te worden verwerkt.

De kleurloze kwamboe-oplossing en het kleurloze kwamboe-extract kunnen worden ingenomen voor het verhelpen van misselijkheid, diarree, voedselvergiftiging en andere stoornissen van het spijsverteringskanaal. Het extract kan ook worden verwerkt in een zalf, crème, lotion, tinctuur, huidspray of andere preparaten voor toepassing op de huid, eenvoudig door het extract te mengen met een of meer op zichzelf bekende dragers of bestanddelen voor dergelijke preparaten, bijvoorbeeld in een hoeveelheid van 5 tot 20 gewichtsprocent, betrokken op het totale gewicht van het preparaat.

Voorbeeld 1: behandelen van een waterige kwamboe-oplossing met verschillende harsen onder verschillende omstandigheden.

De bast van de kwamboe-boom werd versnipperd. 75 gram van de aldus verkregen snippers werd gedurende 10 minuten in 600 ml kokend water gebracht, waarbij een dieprode oplossing werd verkregen. Hierna werden de snippers door filteren verwijderd.

Vervolgens werd met drie verschillende harsen en bij verschillende pH's geprobeerd om de diep-rode kleur van de kwamboe-oplossing te verwijderen. De gebruikte harsen waren

een sterk zure kationenuitwisselingshars (Amberlite® SR1L Na, Rohm and Haas Company), een zwak zure kationenuitwisselingshars (Dowex® MAC-3, The Dow Chemical Company) en een zwak basische anionenuitwisselingshars (IMAC HP661, Rohm and Haas Company). Dit zijn bekende harsen voor het zuiveren van drinkwater. De harsen werden getest bij pH 4,0; pH 7,0 en pH 10,0. De temperatuur werd met een waterbad op 55°C gehouden. De resultaten zijn weergegeven in de volgende tabel.

Tabel: Verwijderen van de rode kleur van kwamboe-extract met verschillende harsen bij verschillende pH-waarden.

10

Hars	pH	Temperatuur	Kleur verwijderd?
sterk zure kationenuitwisselingshars	4,0	55°C	Ja
sterk zure kationenuitwisselingshars	7,0	55°C	Nee
sterk zure kationenuitwisselingshars	10,0	55°C	Nee
zwak zure kationenuitwisselingshars	4,0	55°C	Ja
zwak zure kationenuitwisselingshars	7,0	55°C	Nee
zwak zure kationenuitwisselingshars	10,0	55°C	Nee
zwak basische anionenuitwisselingshars	4,0	55°C	Nee
zwak basische anionenuitwisselingshars	7,0	55°C	Nee
zwak basische anionenuitwisselingshars	10,0	55°C	Nee

Voorbeeld 2: Kleurloze kwamboe-thee.

De bast van de kwamboe-boom werd versnipperd en van 10 gram van de aldus verkregen snippers werd kwamboe-thee gezet, door 75 ml kokend water op de snippers te gieten en het geheel gedurende 5 minuten te laten trekken. Hierna werden de snippers door filtreren verwijderd. De dieprood gekleurde thee, die hierbij tot ongeveer 60°C was afgekoeld, werd vervolgens met azijnzuur op pH 3,5 gebracht en bij deze pH en deze temperatuur met een zure kationenuitwisselingshars (Amberlite® SR1L Na, Rohm and Haas Company) gemengd. Hierbij verdween de rode kleur binnen 5 minuten. De kationenuitwisselingshars werd verwijderd en de nu kleurloze thee werd met natronloog op pH 6,5 gebracht. De aldus verkregen kleurloze kwamboe-thee behield de smaak en de geneeskundige werking van oorspronkelijke kwamboe-thee.

Voorbeeld 3: Kleurloos kwamboe-extract.

15 gram versnipperde kwamboe-bast werd in 100 ml kokend water gebracht. Nadat de dieprood gekleurde oplossing tot ongeveer 50°C was afgekoeld (ongeveer 7 minuten) werden de snippers door filtreren verwijderd. De oplossing werd vervolgens, bij een temperatuur van ongeveer 35°C, met azijnzuur op pH op pH 4,5 gebracht en gemengd met 3,5 gram van een zure kationenuitwisselingshars (Dowex® MAC-3, The Dow Chemical Company). Hierbij verdween de rode kleur binnen enkele minuten. De kationenuitwisselingshars werd door filteren verwijderd, waarna de kleurloze oplossing met natronloog op pH 6,5 werd gebracht. De aldus verkregen oplossing werd ingedampt tot een volume van ongeveer 10 ml. Het aldus verkregen kwamboe-extract had, wanneer het als druppeltjes werd ingenomen of eerst met warm water werd verdund, dezelfde geneeskundige werking als gebruikelijk gekleurd kwamboe-extract. Het extract kon ook op een op zichzelf bekende wijze tot een zalf of crème worden verwerkt, bijvoorbeeld door het extract in een hoeveelheid van 10 gewichtsprocent (betrokken op het totale gewicht) te mengen met een geschikt smeerbaar vet (zoals vaseline) of een geschikte olie-in-water- of water-in-olie-emulsie.

CONCLUSIES

1. Kleurloze waterige kwamboe-oplossing.
2. Kleurloos waterig kwamboe-extract.
3. Werkwijze voor het bereiden van een kleurloze waterige kwamboe-oplossing, die de volgende stappen omvat:
 - a) het verschaffen van een waterige kwamboe-oplossing;
 - 10 b) het aanzuren van de waterige kwamboe-oplossing;
 - c) het gedurende enkele minuten in contact brengen van de aangezuurde waterige kwamboe-oplossing met een zure kationenuitwisselingshars, zodanig dat een kleurloze waterige kwamboe oplossing wordt verkregen; en
 - d) het scheiden van de kleurloze waterige kwamboe-oplossing en de zure kationenuitwisselingshars.
4. Werkwijze volgens conclusie 3, waarbij het in contact brengen van de gekleurde kwamboe-oplossing met de zure kationenuitwisselingshars wordt uitgevoerd gedurende 1 tot 10 minuten bij een temperatuur tussen 30°C en 50°C en bij een pH
20 tussen 2,5 en 4,0.
5. Werkwijze volgens conclusie 3 of 4, waarbij de kleurloze waterige kwamboe-oplossing die bij stap d) verkregen wordt ingedampt tot een kleurloos waterig kwamboe-extract wordt verkregen.
6. Kleurloze waterige kwamboe-oplossing, voor het verhelpen van misselijkheid, diarree, voedselvergiftiging of andere stoornissen van het spijsverteringskanaal.
7. Kleurloos waterig kwamboe-extract, voor het verhelpen van misselijkheid, diarree,
30 voedselvergiftiging of andere stoornissen van het spijsverteringskanaal.

Nieuwheidsrapport inclusief Voorlopige Opinie

Bij een onderzoek naar de stand der techniek zijn de volgende literatuurplaatsen gevonden:

D1: “Journal of pigments and dyes”, 2005, bladzijden 1-5. Publicatiedatum: 8 juli 2005; en

D2: EP 0 XXX YYY; indieningsdatum: 3 juli 2006; prioriteitsdatum: 4 juli 2005; publicatiedatum: 4 januari 2007.

- 10 D1, een abstract dat is gepubliceerd voor de prioriteitsdatum van de onderhavige aanvraag, beschrijft een werkwijze voor het winnen van kleurstoffen uit planten, waaronder kwamboe.

De in D1 beschreven werkwijze omvat dezelfde stappen als de werkwijze volgens conclusie 3. D1 beschrijft ook dat deze werkwijze leidt tot een kleurloze waterige oplossing, die eventueel verder kan worden geconcentreerd (zie de laatste paragraaf van D1).

- 20 Conclusies 1 - 3, als ook conclusie 5 (voor zover afhankelijk van conclusie 3), zijn daarom niet nieuw ten opzichte van D1.

D1 geeft verder aan dat de volgens D1 verkregen kleurloze waterige oplossing (of het hieruit verkregen extract) bij orale toediening de geneeskundige werking van kwamboe-thee of kwamboe-extract behoudt (zie opnieuw de laatste paragraaf van D1). Conclusies 6 en 7 zijn daarmee niet nieuw ten opzichte van D1.

- 30 D2 is een Europese octrooiaanvraag waarin Nederland is aangewezen. D2 is ingediend voor de prioriteitsdatum van de onderhavige aanvraag, en gepubliceerd na de prioriteitsdatum van de onderhavige aanvraag. De tekst van D2 komt volledig overeen met de tekst van de aanvraag waarvan D2 de prioriteit inroept. D2 is derhalve stand der techniek voor de onderhavige aanvraag onder artikel 4, lid 4 van de Rijksoctrooiwet 1995.

D2 heeft dezelfde uitvinders als D1, en beschrijft in belangrijke mate dezelfde materie als D1. Conclusies 1 - 3, en conclusie 5 (voor zover afhankelijk van conclusie 3) worden daarom ook niet nieuw geacht ten opzichte van D2, om dezelfde redenen als hierboven aangegeven voor D1.

Verder maakt D2 melding van parameters voor het uitvoeren van de in D2 beschreven werkwijze die in hoge mate overeenkomen met de parameters die in conclusie 4 worden vermeld. Conclusies 4 en 5 (voor zover afhankelijk van conclusie 4) worden daarom niet octrooieerbaar geacht ten opzichte van D2.

10

Overigens zij opgemerkt dat het enige verschil tussen de conclusies 6 en 7 en de bekende kwamboe-thee gelegen is in de term "kleurloos". Aangezien dit slechts een esthetisch verschil is, wordt in deze conclusies geen "uitvinding" gezien als bedoeld in Artikel 2, lid 1 en lid 2b van de Rijsoctrooiwet 1995.

Acidic cation-exchange resins can be used to isolate pigments from tropical plants.

H. Hosono, Y. Takahashi, R. Sakamoto; YMI International, Japan.

The bark of some tropical trees contains valuable pigments. However, it is often difficult to separate these pigments from the other components of the bark. This is because these other components tend to be sticky. As a result, the pigments often remain stuck to these other components when conventional isolation and separation techniques are used.

10

We have now developed a simple one-step method for isolating pigments from the bark of tropical plants.

In our method, the plant material is boiled in water to obtain an aqueous extract.

After cooling, this aqueous extract is contacted for a few minutes with an acidic cation-exchange resin (for example, those used for the purification of drinking water) at an acidic pH.

20 In doing so, the desired pigment is fully absorbed onto the cation-exchange resin.

The resin (with the pigment now absorbed thereon) is then separated from the now colourless aqueous extract (for example by filtration).

The desired pigment is then desorbed from the resin by suspending the resin in water and by bringing the pH of the suspension to about 8.5. This yields an aqueous solution that contains the desired pigment.

30 The resin is then separated from the solution containing the pigment (for example by filtration), after which the solution is evaporated. This yields the desired pigment in more than 95% purity.

As an example, the red pigment was obtained from kwamboo, by boiling 150 grams crushed bark of the kwamboo tree in one liter of water. After cooling, the aqueous solution with the pigment was acidified and contacted for a few minutes with Amberlite® SR1L Na (Rohm and Haas Company). The resin was then separated from the now colourless aqueous solution, re-suspended in water, and brought to a pH of 8.5, whereupon the pigment was desorbed from the resin. The resin was removed by filtration and the desired pigment was obtained by evaporating the dark-red filtrate.

10 Also, the colourless aqueous solution that was obtained after the removal of the resin (which resin at this point has all the pigment absorbed thereon) could still be taken orally (after bringing the pH to about 6.5, and optionally after concentrating to an extract), for example for relieving an upset stomach, as is well-known for kwamboo tea and other kwamboo extracts.

Applicant: YMI International, Japan

Inventors: Hosono, H.; Takahashi, Y.; and Sakamoto, R.; all of Tokyo, Japan.

Designated Contracting States: BE, DE, FR, GB, IT, NL

Priority: July 4, 2005

Date of filing: July 3, 2006

Date of publication of application: January 4, 2007

Method for isolating pigments from tropical plants.

10 The invention relates to a method for isolating pigments from tropical plants.

The bark of some tropical trees contains valuable pigments. However, it is often difficult to separate these pigments from the other components of the bark. This is because these other components tend to be sticky. As a result, the pigments often remain stuck to these other components when conventional isolation and separation techniques are used.

We have now developed a simple one-step method for isolating a desired pigment from the bark of a tropical plant.

20 This method comprises the following steps:

- a) crushing the bark and boiling it to obtain an aqueous solution that contains the desired pigment;
- b) acidifying said aqueous solution and contacting said acidified aqueous solution with an acidic cation exchange resin, such that the desired pigment is absorbed onto the acidic cation exchange resin;
- c) recovering the acidic cation exchange resin with the desired pigment absorbed thereon;
- d) suspending the acidic cation exchange resin with the desired pigment absorbed thereon in water and bringing the pH to about 8.0 to 10.0, such that the desired
- 30 pigment is desorbed from the acidic cation exchange resin; and
- e) removing the acidic cation exchange resin and isolating the desired pigment, for example by evaporation.

In our method, the bark is crushed and boiled in water to obtain an aqueous extract.

After cooling to a temperature of between 25 and 60°C, this aqueous extract is then contacted for a few minutes with an acidic cation-exchange resin (for example, those used for the purification of drinking water) at an acidic pH, for example between 2.0 and 4.5.

In doing so, the desired pigment is fully absorbed onto the cation-exchange resin.

- 10 The resin (with the pigment now absorbed thereon) is then separated from the now colourless aqueous extract (for example by filtration).

The desired pigment is then desorbed from the resin by suspending the resin in water and by bringing the pH of the suspension to about 8.5. This yields an aqueous solution that contains the desired pigment.

The resin is then separated from the solution containing the pigment (for example by filtration), after which the solution is evaporated. This yields the desired pigment in more than 95% purity.

20

Example: isolating the red pigment from kwamboo.

The red pigment was obtained from kwamboo, by boiling 150 grams crushed bark of the kwamboo tree in one liter of water. After cooling down to about 55°C, the aqueous solution with the pigment was acidified to pH 4.5 and contacted for 5 minutes with Amberlite® SR1L Na (Rohm and Haas Company). The resin was then separated from the now colourless aqueous solution, re-suspended in water, and brought to a pH of 8.5, whereupon the pigment was desorbed from the resin. The resin was removed by filtration and the desired pigment was obtained by evaporating the dark-red filtrate.

Claims:

1. Method for isolating a desired pigment from a tropical plant, which comprises the following steps:
 - a) crushing the bark and boiling it to obtain an aqueous solution that contains the desired pigment;
 - b) acidifying said aqueous solution and contacting said acidified aqueous solution with an acidic cation exchange resin, such that the desired pigment is absorbed onto the acidic cation exchange resin;
 - 10 c) recovering the acidic cation exchange resin with the desired pigment absorbed thereon;
 - d) suspending the acidic cation exchange resin with the desired pigment absorbed thereon in water and bringing the pH to about 8.0 to 10.0, such that the desired pigment is desorbed from the acidic cation exchange resin;
 - e) removing the acidic cation exchange resin and isolating the desired pigment, for example by evaporation.

2. Method according to claim 1, in which step b) is performed at a pH between 2.0 and 4.5 and a temperature of between 25 and 60°C.

- 20 3. Method according to claim 1 or claim 2, for isolating the red pigment from kwamboo.