

30
27

Señor

SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

E. _____ S. _____

Superintendencia : COLOMBIA
Asesoría : 3099111 : 30003002
Fecha (A.M.): 2001-12-29 16:16:10
Firma : Sr. PÉREZ : : REGISTRAR / 309 COLOMBIA
Dependencia: 8000 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Re: P1.-UNILEVER NV.- Solicitud de Patente de Invención
para "COMPOSICION DETERGENTE EN BARRA
MEJORADA".-Clase A61.-Expediente número 00-
093.160.-

1. Me refiero a mi solicitud arriba nombrada de fecha 6 de Diciembre de 2000.

2. Anexas me permito presentar a usted:

(1) Copia autentica, debidamente certificada de la solicitud de patente presentada para el invento arriba nombrado **respecto de la cual reclamo prioridad**, a saber, de la solicitud provisional India número 905/BOM/99¹ de 8 de Diciembre de 1999, junto con su Traducción Oficial correspondiente **a las legalizaciones y a la totalidad del capítulo descriptivo;**

(2) Copia debidamente autenticada por el Notario Sexto del Circulo de Bogotá, de los documentos que acreditan la calidad de Traductor Oficial del señor Edgar A ballesteros Luna, quien elaboró la traducción de **las legalizaciones y a la totalidad del capítulo descriptiv** de la solicitud provisional India número 905/BOM/99 de 8 de Diciembre de 1999;

(3) Documento que acredita el traspaso que la sociedad HINDUSTAN LEVER LIMITED hace a favor de mi representado UNILEVER NV, de sus derechos sobre el mismo, debidamente legalizado hasta por el Ministerio de Relaciones Exteriores de Colombia bajo el número 214845 de 30 de Enero de 2001; y

(4) Traducción Oficial No. 422, debidamente legalizada hasta por el Ministerio de Relaciones Exteriores de Colombia bajo el número 409064 de 12 de Febrero de 2001, correspondiente a las legalizaciones de dicho documento de traspaso.

3. Llamo la atención del Señor Examinador al hecho de que el capítulo reivindicatorio de la Solicitud Provisional India número 905/BOM/99, de la cual se reivindica prioridad en el presente caso, no va a ser presentado a ese Despacho en virtud de la razón que procederé a explicar a continuación.

De acuerdo con la Ley de Patentes de 1970, la cual contiene la normatividad sobre la materia, es admisible la presentación de una solicitud provisional, que debe venir acompañada del capítulo descriptivo.

De este modo no hay ninguna exigencia legal en dicha Ley de patentes de 1970 que establezca como obligación el que la solicitud provisional deba incluir reivindicaciones.

En consecuencia, solicito muy comedidamente al Señor Examinador, se sirva aceptar la Solicitud Provisional India 905/BOM/99 teniendo en cuenta la normatividad contenida en la Ley de Patentes de 1970, la cual se presenta con la totalidad del capítulo descriptivo, ya que es física y materialmente imposible presentar la traducción del capítulo reivindicatorio por las razones anteriormente expuestas.

4. Anexo me permito presentar a ese Despacho recibo número 17.371, expedido por la Superintendencia de Industria y Comercio, que acredita el pago de la tasa de invocación de prioridad en el presente caso.

5. Ruego a usted tomar atenta nota de lo anterior y proceder de conformidad.

Señor Superintendente,



JOSE ANTONIO LLOREDA
T.P. 10.784
Código 231



30
33

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

NIT : 900176089-2

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

Radiación : 00093160 00000002

Folios: 76

Fecha ASO: 2001-03-20 16:16:10

T. emitida : 302 PATENTES D 1 REGISTRO/ 329 CANCELACION

Dependencia: 2020 21:ISIC: 26 ALICIAS CREACIONES

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 01 - 17,371
FECHA : MARZO 13 DE 2001

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
LLOREDA Y CIA S. A	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	2907253	15/03/2001	11,108,360.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN HU	100,000.00
	TOTAL :	\$ 100,000.00

SON: CIENTO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
e-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia



Ministerio de Justicia y del Derecho
Secretaría General

EL SECRETARIO GENERAL DEL MINISTERIO DE
JUSTICIA Y DEL DERECHO

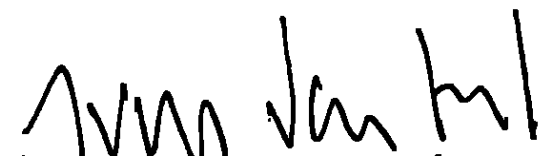
CERTIFICA

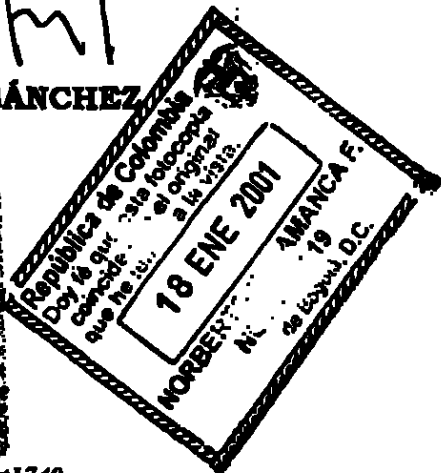
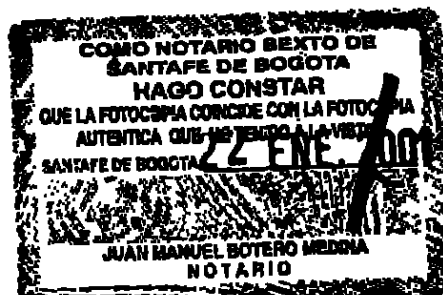
Que por Resolución No. 3207 del 23 de diciembre de 1986, le fue expedida licencia para ejercer funciones de Traductor e Intérprete Oficial en los idiomas **INGLÉS-ESPAÑOL, ESPAÑOL-INGLÉS** al señor **EDGAR ADOLFO BALLESTEROS LUNA**, identificado con la cédula de ciudadanía No. 19.203.759 expedida en Bogotá.

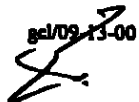
Que dicha Resolución se encuentra vigente a la fecha.

Se expide la presente certificación a solicitud del interesado.

Dada en Bogotá, D.C. a 15 SET 2000


JUAN PABLO ESTRADA SÁNCHEZ



gel/09-13-00


Avenida Jiménez 8-89 P.7 Telefax 5605302- Com 5960500 Ext 1740

CAMBI PARA CONSTRUIR LA PAZ

TRADUCCION OFICIAL No. JLLC-EBL-JGM-002-2001

SANTAFE DE BOGOTA, D.C, Enero 16 de 2001

Ley de Patentes. 1970

SE CERTIFICA QUE, anexo se encuentra una fiel copia de la solicitud de patente provisional y sus especificaciones radicada en 8/12/99 correspondiente a la Solicitud de Patente No. 905/BOM/99 de Hindustan Lever Ltd, una compañía legalmente constituida de conformidad con la Ley Hindú de Empresas, 1913 y que tiene su domicilio registrado en Hindustan Lever House, 165/166, Backbay Reclamation, Mumbai- 400 020, Maharashtra, India.

Se expide el presente certificado en concordancia con los poderes conferidos a mí por la Sección 147(1) de la Ley de Patentes, 1970

Fecha de Expedición: 30 de Noviembre de 2000.

Fdo. (ilegible)

(N.K. Garg)

Controlador Asistente de Patentes & Diseños

..... :::::::::::

N.T.: Aparece un sello-estampilla de color rojo con una cinta que legaja todos los folios del documento original.

FORMA I

THE PATENTS ACT, 1970

(39 de 1970)

SOLICITUD DE OTORGAMIENTO DE PATENTE

[Véase Secciones 5 (2), 7, 54 y 135 y norma 33A]

1. Nosotros, **HINDUSTAN LEVER LIMITED**, una compañía constituida bajo la ley Hindú de Empresas, 1913 y con domicilio registrado en Hindustan Lever House, 165/166, Backbay Reclamation, Mumbai -400 020, Maharashtra, India

2. declaramos mediante el presente documento -

(a) que estamos en posesión de una invención titulada

COMPOSICION MEJORADA PARA BARRAS DETERGENTES

(b) que las especificaciones Provisionales relacionadas con la presente invención se adjuntan con esta solicitud.

(c) que no existen impedimentos legales que objeten el otorgamiento de la patente a nosotros.

3. declaramos además que los inventores de dicha invención son:

CHOKAPPA KALYANSUNDARAM DHANRAJ, 5C, Anusandhan, HLRC Complex, Chakala, Andheri (East), Mumbai 400 099, Maharashtra, India, Ciudadano Hindú, **MHASKAR YESHWANT SUDHAKAR**, B-404, Padmawati Nagar, Gen. A. K. Vaidya Road, Dindoshi, Goregaon (East), Mumbai 400 093, Maharashtra, India, Ciudadano Hindú; **AGRAWAL DEEPAK**, Unilever Research India, C/o. Hindustan Lever Research Centre, I.C.T. Link Road, Andheri (East), Mumbai - 400 099, Maharashtra, India, Ciudadano Hindú y **BENJAMIN RAJAPANDIAN**, Unilever Research India, 64, Main Road, Whitefield P.O., Bangalore - 560 066, Karnataka, India, Ciudadano Hindú.

7. Que somos los representantes legales de los legítimos y primeros inventores

8. Que nuestra dirección oficial en India es la siguiente:-

S.Majumdar & Co., 5 Harish Mukherjee Road, Calcutta - 700 025, India

Nosotros, los legítimos y primeros inventores de la presente invención o los solicitantes en el país de la convención declaramos que el solicitante o los solicitantes mencionados en este documento son nuestros apoderados o representantes legales.

CHOKAPPA KALYANSUNDARAM DHANRAJ, 5C, Anusandhan, HLRC Complex, Chakala, Andheri (East), Mumbai 400 099, Maharashtra, India, Ciudadano Hindú, **MHASKAR YESHWANT SUDHAKAR**, B-404, Padmawati Nagar, Gen. A. K. Vaidya Road, Dindoshi, Goregaon (East), Mumbai 400 093, Maharashtra, India, Ciudadano Hindú; **AGRAWAL DEEPAK**, Unilever Research India, C/o. Hindustan Lever Research Centre, I.C.T. Link Road, Andheri (East), Mumbai - 400 099, Maharashtra, India, Ciudadano Hindú y **BENJAMIN RAJAPANDIAN**, Unilever Research India, 64, Main Road, Whitefield P.O., Bangalore - 560 066, Karnataka, India, Ciudadano Hindú.

Firmado (ilegible)
CHOKAPPA KALYANSUNDARAM DHANRAJ

Firmado (ilegible)
MHASKAR YESHWANT SUDHAKAR

Firmado (ilegible)
AGRAWAL DEEPAK

Firmado (ilegible)
BENJAMIN RAJAPANDIAN

10. Que hasta donde llega nuestro conocimiento, la información y pretensiones de los hechos y asuntos aquí establecidos son correctos y que no existen impedimentos legales que objeten el otorgamiento de la patente a nosotros.

11. Los siguientes documentos se anexan con la presente solicitud:

- (a) Especificaciones Provisionales (3 copias)
- (b) Recibo de Honorarios: 5000 Rupias/- en Cheque No. 410321 Fecha: 4.12.99 del banco ANZ Grindlays Bank, Mumbai

Solicitamos que se nos otorgue una patente para la invención en mención.

Fechado: 8 de Diciembre de 1999.

HINDUSTAN LEVER LIMITED.

(Fdo. Ilegible)
(S. Venkatramani)
Gerente de Patentes

Solicitud dirigida a:

Controlador de Patentes
Oficina de Patentes
Mumbai

NT: Aparece sello en Idioma Hindú, fechado: 8 DIC 1999


EDGAR A. BALLESTEROS LUNA
Traductor e Interprete Oficial
Lic. No. 3207 del 23-11-86
Minjusticia Acuerdo No. 004
del 6-11-87 Tribunal Superior Bogotá

FORMA - 2

**LEY DE PATENTES, 1970
(39 de 1970)**

**ESPECIFICACIONES PROVISIONALES
(véase Sección 10)**

**COMPOSICION MEJORADA PARA
BARRAS DETERGENTES**

**HINDUSTAN LEVER LIMITED, compañía constituida bajo la
ley Hindú de Empresas, 1913 y con domicilio registrado en
Hindustan Lever House, 165/166, Backbay Reclamation,
Mumbai -400 020, Maharashtra, India**

**Las siguientes especificaciones describen específicamente la naturaleza de la
invención y la manera como se pone en práctica.**

8 DIC 1999

La presente invención se refiere a una composición sinérgica de jabón/detergente en barras para el lavado de textiles y el aseo personal ó para la limpieza de superficies duras. La presente invención, particularmente se refiere a una barra detergente de baja densidad que comprende altos niveles de agua y otros agentes de beneficio líquidos.

Las barras detergentes convencionales, basadas en jabón para aseo personal contienen aprox. más de 70% en peso de materia grasa total (MGT), y la porción restante fundamentalmente es agua (aprox. 10-20%), y otros ingredientes tales como colorantes, perfume, preservativos, etc. En tales composiciones también están presentes agentes estructurantes y materiales de relleno en pequeñas cantidades, los cuales reemplazan cierta proporción de jabón en la barra en tanto que a la vez retienen la dureza deseada de la barra. Entre los muchos materiales de relleno conocidos se mencionan el almidón, caolín y el talco.

También se encuentran disponibles en el mercado jabones duros del tipo de no molidos los cuales contienen un contenido de humedad inferior al 35%. Estas barras tienen un contenido de MGT de aprox. 30-65%. La reducción en el MGT se ha logrado mediante el uso de materiales en partículas, insolubles, y/o silicatos solubles. Las barras obtenidas por molienda generalmente tienen un contenido de agua de aprox. 8-15% y las barras no molidas un contenido de agua de aprox. 20-35%.

Las composiciones para el lavado de textiles contienen, como un ingrediente esencial, un sistema tensioactivo cuyo papel es ayudar en la remoción de la mugre de las telas y su suspensión en el licor de lavado. Las barras detergentes requieren una aceptable fortaleza física de modo que puedan retener su integridad estructural durante la manipulación, transporte y uso. La dureza de las barras, en el momento de su manufactura y posteriormente, es una propiedad especialmente importante. La inclusión de ciertos ingredientes con el propósito de

hacer que la barra sea más dura usualmente da como resultado barras de mayor densidad, y hace que las barras sean considerablemente más pequeñas y por lo tanto menos atractivas para el consumidor, y más difíciles de manipular durante el lavado de la ropa y en ciertas ocasiones también granulosas al tacto. Las barras detergentes comercialmente disponibles contienen compuestos activos detergentes y estructurantes de detergentes junto con componentes opcionales como por ejemplo abrasivos, materiales de relleno, perfumes, sales de metales alcalinos y agentes blanqueadores.

Las composiciones comerciales para limpieza de superficies duras típicamente comprenden, uno ó más tensioactivos y una pluralidad de abrasivos dispersos dentro de éstas. Las combinaciones de estos componentes con electrolitos son generalmente usadas para formar un sistema suspensor tal como es bien conocido en este campo de la industria.

El hecho de incrementar los estructurantes acuosos de las barras ayuda a mejorar las propiedades de la barra, sin afectar sus propiedades físicas, de una manera económica. Es importante proporcionar excelentes propiedades sensoriales tales como formación de espuma, sensación en la piel, mediante la incorporación de agentes de beneficio en la formulación sin que se altere la procesabilidad y las propiedades físicas de la barra.

La Patente IN 176384 revela una composición detergente con bajo contenido de MGT y que tiene una alta proporción de agua respecto de la MGT sin que se afecte la dureza, las propiedades de limpieza y la formación de espuma de la barra, gracias a la incorporación hasta de 20% de hidróxido de aluminio coloidal (A-gel). La combinación A-gel/MGT hace posible la preparación de barras con un más alto contenido de agua en tanto que permite el uso de una menor proporción de MGT. En la presente patente, si bien la concentración de A-gel

revelada llega a ser del 20% en peso, la práctica de la presente invención se limita al uso de 7,5% en peso de A-gel en combinación con 40% de MGT con un estructurante adicional tal como 5% en peso de un silicato alcalino.

Nuestra solicitud co-pendiente No. 811/Bom/98 revela cómo el uso de A-gel en una proporción entre 9 - 16% en peso de la composición mejora sinérgicamente la procesabilidad, y las propiedades sensoriales y físicas de las barras con bajo contenido de MGT.

Constituye un objetivo de la invención formular composiciones detergentes con alto contenido de humedad, excelente procesabilidad y mejorada capacidad de retención de agua sin afectar las propiedades de la barra durante su uso.

Es otro objetivo de la invención es manufacturar barras detergentes extruidas usando mezclas de ácidos grasos con un valor de Yodo (VI) en el rango entre 0 - 110. Es posible producir barras detergentes usando mezclas de ácidos grasos con un VI superior a 70, con excelentes propiedades físicas, mediante la ruta de la extrusión sin adición de auxiliares de procesamiento tales como silicatos. Es también posible estructurar mejor y usar niveles más altos de agentes de beneficio líquidos diferentes al agua.

Otro objetivo de la presente invención es formular barras detergentes de baja densidad apropiadas para el lavado de la ropa y que tengan una fortaleza física aceptable como para que retengan su integridad estructural durante la manipulación, el transporte y su uso.

En consecuencia, la presente invención proporciona una composición detergente en barra que comprende:

desde 5 hasta 70% en peso de compuesto activo detergente
desde 0,5 hasta 30% en peso de alúmina amorfa

desde 0,5 hasta 30% en peso de por lo menos una sal de metal alcalino de un ácido carboxílico/ácido sulfónico
0-60% en peso de un material inorgánico en partículas
desde 0-30% en peso de un estructurante de detergentes
desde 10 hasta 55% en peso de agua y
opcionalmente otros agentes de beneficio
en donde la porción restante corresponde a otros componentes y aditivos de menor importancia.

De acuerdo con otro aspecto más de la presente invención, se proporciona una composición detergente en barra que comprende:

desde 15 hasta 70% en peso de materia grasa total
desde 0,5 hasta 30% en peso de alúmina amorfa
desde 0,5 hasta 30% en peso de por lo menos una sal de metal alcalino de un ácido carboxílico/sulfónico
desde 10 hasta 55% en peso de agua y
opcionalmente otros agentes de beneficio líquidos
en donde la porción restante corresponde a otros componentes y aditivos de menor importancia.

En otro aspecto más de la presente invención se proporciona una composición detergente en barra que comprende:

desde 10 hasta 70% en peso de un compuesto activo detergente del tipo de no jabón
desde 0,5 hasta 30% en peso de alúmina amorfa
desde 0,5 hasta 30% peso de por lo menos una sal de metal alcalino de un ácido carboxílico/ sulfónico
desde 10 hasta 35% en peso de agua y
opcionalmente otros agentes de beneficio líquidos
0-60% en peso un material inorgánico en partículas
0-30% en peso de estructurante del detergente
1-15% en peso de aluminosilicato de sodio

Compuesto activo detergente:

El compuesto activo detergente usado en el proceso puede ser jabón ó tensioactivos del tipo de no jabón. El término materia grasa total, usualmente abreviado MGT, se utiliza para denotar el porcentaje en peso de ácido graso y residuos de triglicéridos presentes en el jabón sin tomar en cuenta los cationes acompañantes.

Para el caso de un jabón que tenga 18 átomos de carbono, un catión sódico acompañante generalmente representará 8% en peso. Otros cationes pueden emplearse según se desee por ejemplo zinc, potasio, magnesio, alquil amonio y aluminio.

El término jabón se refiere a sales de ácidos grasos carboxílicos. El jabón puede obtenerse a partir de cualquiera de los triglicéridos convencionalmente usados en la manufactura del jabón - consecuentemente los aniones carboxilato en el jabón pueden contener de 8 a 22 átomos de carbono.

El jabón puede prepararse por saponificación de una grasa y/o un ácido graso. Las grasas ó aceites generalmente usadas en la manufactura del jabón puede tratarse de materiales como sebo de animal, estearinas, aceite de palma, estearinas de palma, aceite de soya, aceite de pescado, aceite de cástor, aceite de salvado de arroz, aceite de girasol, aceite de coco, aceite de babasú, aceite de semilla de palma, y otros. En el proceso anterior, los ácidos grasos se obtienen de aceites/grasas seleccionadas entre los/las de coco, salvado de arroz, maní, sebo, palma, semilla de palma, semilla de algodón, soya, cástor etc. Los jabones de ácidos grasos pueden también prepararse sintéticamente (v.g. a través de la oxidación de derivados del petróleo ó por hidrogenación del monóxido de carbono gracias al proceso de Fischer-Tropsch). Pueden usarse ácidos resínicos, tales como aquellos presentes en el

aceite de pulpa de madera. Los ácidos nafténicos también son apropiados.

Los ácidos grasos del sebo pueden obtenerse de diversas fuentes animales y generalmente comprenden aprox. 1-8% de ácido mirístico, aprox. 21-32% de ácido palmítico, aprox. 14-31% de ácido esteárico, aprox. 0-4% de ácido palmitoleico, aprox. 36-50% de ácido oleico y aprox. 5% de ácido linoleico. Una distribución típica es 2,5% de ácido mirístico, 29% de ácido palmítico 23% de ácido esteárico, 2% de ácido palmitoleico, 41,5% de ácido oleico, y 3% de linoleico. También se incluyen otras mezclas similares, tales como aquellas formadas por aceite de palma y aquellos obtenidas de diversos sebos de animales y manteca de cerdo.

El aceite de coco corresponde a mezclas de ácidos grasos que tienen una distribución en cuanto a la longitud de la cadena carbonada de 8% de ácidos grasos de C_8 , 7% de C_{10} , 48% de C_{12} , 17% de C_{14} , 8% de C_{16} , 2% de C_{18} , 7% de oleico y 2% de ácido linoleico (los primero seis ácidos grasos listados son saturados). Otras fuentes tienen distribuciones de longitudes de cadena similares, tales como el aceite de semilla de palma y el aceite de semilla de babasú, y pueden incluirse dentro del alcance del término aceite de coco.

Ácidos grasos:

Una mezcla típica de ácidos grasos es la conformada por 5 - 30% de ácidos grasos de coco y 70 - 95% de ácidos grasos del aceite extraído del salvado de arroz, endurecido. Los ácidos grasos obtenidos de otros aceites/grasas apropiados tales como de los aceites de maní, soya, sebo, palma, semilla de palma, etc. pueden también usarse en otras proporciones deseadas.

Detergentes del Tipo de No Jabón:

48
42

La composición acorde con la invención preferiblemente comprenderá compuestos activos detergentes los cuales generalmente se seleccionan entre compuestos activos detergentes tanto aniónicos como no iónicos.

Entre los compuestos activos detergentes aniónicos apropiados se encuentran las sales solubles en agua de los productos de reacción orgánico-sulfúricos que tengan en la estructura molecular un radical alquilo de 8 a 22 átomos de carbono, y un radical escogido entre ácido sulfónico ó radicales éster de ácido sulfúrico y las mezclas de éstos.

Entre los ejemplos de detergentes aniónicos apropiados se incluyen los alcohol sulfatos de sodio y potasio, especialmente aquellos obtenidos por sulfatación de alcoholes superiores (de cadena larga) producidos por reducción de glicéridos del sebo o del aceite de coco; los alquilbencenosulfonatos de sodio y potasio tales como aquellos en los cuales el grupo alquil contiene de 9 a 15 átomos de carbono; alquil gliceril éter sulfatos de sodio, especialmente aquellos éteres de alcoholes superiores derivados del sebo y del aceite de coco; sulfatos sódicos de monoglicéridos de los ácidos grasos del aceite de coco; sales sódicas y potásicas de ésteres del ácido sulfúrico del producto de reacción de una mol de un alcohol graso superior y desde 1 a 6 moles de óxido de etileno; sales sódicas y potásicas de alquil fenol etilenóxido éter sulfatos con 1 a 8 unidades de óxido de etileno por molécula y en los cuales los radicales alquil contienen de 4 a 14 átomos de carbono; el producto de reacción de ácidos grasos esterificados con ácido isetiónico y neutralizados con hidróxido de sodio en donde, por ejemplo, los ácidos grasos se obtienen del aceite de coco, y las mezclas de éstos.

Los compuestos activos detergentes aniónicos de origen sintético, solubles en agua, preferidos, son las sales de metales alcalinos (tales como sodio y potasio) y de metales alcalinotérreos (tales como calcio y magnesio) de alquilbencenosulfonatos de cadena larga y sus mezclas con olefinosulfonatos y alquilsulfatos de cadena larga, y los sulfatos de monoglicéridos de ácidos grasos.



Los compuestos activos detergentes no iónicos apropiados pueden ampliamente describirse como compuestos producidos por condensación de grupos alquilenóxido, los cuales son hidrofílicos en cuanto a su naturaleza, con un compuesto orgánico hidrofóbico el cual puede ser alifático ó alquilaromático en cuanto su naturaleza. La longitud del radical polioxialquilénico ó hidrofílico que puede ser condensado con cualquier grupo hidrofóbico en particular puede fácilmente ajustarse para producir un compuesto soluble en agua con el grado deseado de balance entre los elementos hidrofílicos e hidrofóbicos.

Entre los ejemplos específicos se incluyen el producto de condensación de alcoholes alifáticos de 8 - 22 átomos de carbono, en una configuración de cadena ya sea recta o ramificada, con el óxido de etileno, tales como por ejemplo un condensado etilenóxido del aceite de coco que tiene de 2 a 15 moles de óxido de etileno por mol de alcohol de coco; los condensados de alquilfenoles cuyo grupo alquil contiene de 6 a 12 átomos de carbono con 5 a 25 moles de óxido de etileno por mol de alquilfenol; condensados del producto reacción de la etilendiamina y óxido de propileno- con óxido de etileno, condensado que contiene de 40 a 80% de radicales polioxietilénicos en peso y un peso molecular situado entre 5 000 y 1 000; los óxidos de aminas terciarias con estructura R_3NO , en donde un grupo R es un grupo alquil de 8 a 18 átomos de carbono y los otros son cada uno grupos metil, etil ó hidroxietil, por ejemplo la dimetildodecilamina-óxido; óxidos de fosfinas terciarias de estructura R_3PO , en donde un grupo R es un grupo alquil de 10 a 18 átomos de carbono, y los otros son cada uno grupos alquil ó hidroxil de 1 a 3 átomos de carbono, por ejemplo dimetildodecilsulfina-óxido; y dialquilsulfóxidos de estructura R_2SO en donde el grupo R es un grupo alquil de 10 a 18 átomos de carbono y el otro es metil ó etil, por ejemplo metiltetradecilsulfóxido; alquilolamidas de ácidos grasos; condensados alquilenóxido de alquilolamidas de ácidos grasos y alquil mercaptanos.



También es posible incluir compuestos activos detergentes catiónicos, anfotéricos, ó zwitteriónicos en las composiciones acordes con la presente invención.

Entre los compuestos activos detergentes catiónicos apropiados que pueden incorporarse se encuentran las sales de haluros de amonio cuaternarias alquil-sustituidas e.g. cloruros de bis(grasas del sebo hidrogenadas)dimetilamonio, bromuro de cetiltrimetilamonio, cloruros de benzalconio y cloruro de dodecilmetilpolioxietilenamonio y las sales de aminas y de imidazolininas por ejemplo los hidroccloruros de aminas primarias, secundarias y terciarias y los hidroccloruros de imidazolininas.

Entre los compuestos activos detergentes anfotéricos apropiados que opcionalmente pueden emplearse se incluyen los derivados de aminas secundarias y terciarias alifáticas que contienen un grupo alquil de 8 - 18 átomos de carbono y un radical alifático sustituido con un grupo aniónico solubilizante en agua, por ejemplo 3-dodecilaminopropionato de sodio, 3-dodecilaminopropanosulfonato de sodio y N-2-hidroxidodecil-N-metiltaurato de sodio.

Entre los compuestos activos detergentes zwitteriónicos apropiados que opcionalmente pueden emplearse se incluyen los derivados de compuestos alifáticos cuaternarios amonio, sulfonio y fosfonio que tienen un radical alifático de 8 a 18 átomos de carbono y un radical alifático sustituido con un grupo aniónico solubilizante en agua, por ejemplo 3-(N,N-dimetil-N-hexadecilamonio)propano-1-sulfonato betaína, 3-(dodecilmetilsulfonio)propano-1-sulfonato betaína y 3-(cetilmetilfosfonio)etanosulfonato betaína.

Es especialmente preferido incorporar en las formulaciones para el aseo personal agentes de beneficio en una proporción hasta del 30%. Los agentes de beneficio son generalmente materiales de beneficio para la piel tales como humectantes, emolientes, pantallas solares, agentes anti-

envejecimiento, los cuales son incorporados en cualquier etapa del proceso de molienda. Alternativamente, algunos de estos agentes de beneficio pueden introducirse a manera de macro-dominios durante la extrusión.

Acidos grasos:

Una mezcla típica de ácidos grasos es la conformada por 5 - 30% de ácidos grasos de coco y 70 - 95% de ácidos grasos del aceite extraído del salvado de arroz, endurecido. Los ácidos grasos obtenidos de otros aceites/grasas apropiados tales como de los aceites de maní, soya, sebo, palma, semilla de palma, etc. pueden también usarse en otras proporciones deseadas.

Alúmina amorfa con carboxilato/sulfonato

Para los propósitos de la invención la alúmina amorfa-carboxilato y/o alúmina amorfa-sulfonato se prepara por reacción de por lo menos un ácido carboxílico y/o ácido sulfónico, tales como los aquí descritos, con un material alcalino que contenga aluminio como por ejemplo aluminato de sodio con un contenido de sólidos entre 20 - 55% en donde el Al_2O_3 vs Na_2O se encuentra en una proporción entre 0,5 y 1,55 en peso, en un medio hidrofílico, con lo cual se obtiene la alúmina-carboxilato amorfa y/o la alúmina amorfa-sulfonato a una temperatura entre 25°C y 95°C.

El ácido carboxílico mencionado corresponde a aquel que tenga un peso equivalente menor a 150 seleccionado entre ácidos alifáticos monocarboxílicos que de por si no son ácidos grasos y sus polímeros, y mejor aún, ácidos carboxílicos $\text{C}_1 - \text{C}_5$ y sus polímeros. Otros ácidos carboxílicos apropiados son los ácidos alifáticos ó aromáticos di, tri, ó policarboxílicos y los ácidos hidroxí y amino carboxílicos.

Los ácidos carboxílicos pueden seleccionarse entre ácidos

monocarboxílicos tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido butanoico, ácido isobutírico, etc., ácidos di/policarboxílicos tales como ácido succínico, malónico, málico, maleico, cítrico y ácido tártrico, etc., ó sus polímeros tales como los ácidos poliacrílicos, los copolímeros acrílico - maleico, etc.

Pueden emplearse también los ácidos hidroxicarboxílicos seleccionados entre los ácidos glicólico, láctico, ricinoleico, los ácidos aminocarboxílicos seleccionados entre glicina, valina, leucina.

Los ácidos sulfónicos pueden seleccionarse entre alifáticos ó alquilaromáticos con pesos moleculares inferiores a 350.

El medio hidrofílico usado para la reacción puede ser agua ó una mezcla de agua y alcohol/poliol/éter/polímeros.

Agentes Estructurantes:

La estructurantes de los detergentes usados en la formulación preferiblemente se tratan de estructurantes inorgánicos apropiados entre los cuales se incluyen, por ejemplo, aluminosilicatos de metales alcalinos (zeolitas) carbonatos metálicos, tripolifosfato de sodio (STPP), pirofosfato tetrasódico (TSPP), citratos, nitrilotriacetato sódico (NTA) y combinaciones de éstos. Son apropiadamente usados en una cantidad que oscila entre 1 - 30% en peso.

Agentes de Beneficio:

Entre los ejemplos de humectantes y acondicionadores de la humedad se incluyen los polioles, glicerol, alcohol cetílico, carbopol 934, aceite de cástor etoxilado, aceites parafínicos, lanolina y sus derivados. Los compuestos del tipo de las siliconas tales como los tensioactivos basados en siliconas como el DC3225C (Dow Corning) y/o los

emolientes de silicona, aceite de silicona (DC-200 Ex-Dow Corning) pueden también incluirse. Las pantallas solares tales como el 4-tertbutil-4'-metoxidibenzoilmetano (disponible bajo el nombre comercial de PARSOL 1789, producido por Givaudan) y/o el 2-etil hexilmetoxicinamato (disponible bajo el nombre comercial de PARSOL MCX, producido por Givaudan) u otras pantallas solares anti UV-A y UV-B, pueden también incorporarse.

Material inorgánico en partículas:

La fase correspondiente a las partículas inorgánicas no es un ingrediente esencial de la formulación, pero puede incorporarse especialmente en las composiciones de limpieza de superficies duras. Preferiblemente, la fase en partículas comprende un estructurante en partículas y/o un abrasivo el cual es insoluble en agua. Como alternativa, el abrasivo puede ser soluble y estar presente en exceso respecto a cualquier proporción de agua presente en la composición, de modo que la solubilidad del abrasivo en la fase acuosa se exceda y consecuentemente el abrasivo sólido exista en la composición final.

Los materiales inorgánicos en partículas apropiados pueden seleccionarse entre zeolitas, calcitas, dolomitas, feldespatos, sílicas, silicatos, otros carbonatos, bicarbonatos, boratos, sulfatos y materiales poliméricos tales como el polietileno, todos en forma de partículas.

Los materiales inorgánicos en partículas más preferidos son el carbonato de calcio (como calcita), mezclas de carbonatos de calcio y magnesio (como la dolomita), carbonato ácido de sodio (bicarbonato), bórax, sulfato de sodio/potasio, zeolitas, feldespatos, talco, caolín y sílica.

La calcita, el talco, caolín, feldespato y la dolomita y las mezclas de éstos son particularmente preferidos debido a su bajo costo y por su color.

Otros aditivos:

Pueden también incorporarse en las composiciones otros aditivos tales como uno ó más materiales en partículas insolubles en agua como por ejemplo talco, caolín, polisacáridos como por ejemplo almidón ó almidones modificados y las celulosas.

Aditivos Menores:

Pueden incorporarse, opcionalmente, ciertos ingredientes menores (secundarios) y convencionales preferiblemente seleccionados entre enzimas, agentes anti-redeposición, agentes de fluorescencia, colorantes, preservativos y perfumes, como también agentes blanqueadores, precursores de blanqueo, estabilizantes del blanqueo, agentes secuestrantes, agentes removedores de la mugre (usualmente polímeros) y otros polímeros.

Las composiciones de la invención pueden procesarse en cualquier mezclador convencionalmente usado en la manufactura de jabones/detergentes y es preferiblemente un mezclador del tipo de amasadora con alta fuerza de corte. Entre los mezcladores preferidos se mencionan el mezclador de reja de arado, mezcladores con miembros de amasado del tipo Sigma, de superposición con multibarrido, de una sola curva ó de doble brazo. Los mezcladores de amasado de doble brazo pueden ser del diseño de superposición ó de diseño tangencial.

Alternativamente, las composiciones de la invención pueden procesarse en un recipiente con agitador de tornillo helicoidal o en un mezclador de alta fuerza de corte/bomba de dosificación de múltiples cabezas y combinaciones de secadores por spray como en los procesos convencionales.

A continuación se presentan algunos Ejemplos, no exhaustivos, que

ilustran la invención en donde se muestran los resultados comparativos de la composición preparada en concordancia con la presente invención y por las técnicas convencionales diferentes a la de la invención.

EJEMPLOS:

Preparación de las barras para aseo personal:

La base del jabón preparada por la ruta convencional se mezcló con estructurantes tales como talco (Ejemplo 1 y 2) ó alúmina hidratada (Ejemplo 3) ó alúmina amorfa (Ejemplo 4 & 5). La alúmina amorfa se preparó por separado en un mezclador mediante reacción de ácido cítrico (Ejemplo 4) y ácido cítrico y ácido alquilbencenosulfónico lineal (LAS) (Ejemplo 5) con aluminato de sodio con un contenido de sólidos del 40% en donde el Al_2O_3 vs Na_2O está en una proporción de 1:1 con lo cual se obtiene una mezcla de alúmina amorfa y carboxilato/sulfonato a una temperatura de 60°C. Los ingredientes menores y los demás ingredientes se agregaron y se mezclaron. Las barras se extrujeron mediante el proceso convencional. La formulación de las barras se presentan en la Tabla 1. Las barras se analizaron en cuanto a sus propiedades siguiendo los procedimientos descritos a continuación.

Retención de agua:

Las barras se pesaron y almacenaron a temperatura ambiente (~25-30°C) durante 90 días.

El peso de las barras se tomó periódicamente hasta por 90 días. Los resultados se expresan como % de agua retenida por la barra al final de los 90 días.

Esfuerzo de Cedencia:

El esfuerzo de cedencia (yield stress) cuantifica la dureza de una barra de jabón. El esfuerzo de cedencia de las barras a una temperatura específica se determinó mediante observación del grado en el cual una barra es cortada por un alambre de cortar quesos durante un tiempo dado. El aparato consta de un alambre para cortar quesos (diámetro d en cm) atado a un brazo contrabalanceado el cual puede pivotar libremente vía un cojinete de bolas. Se posiciona una barra de jabón bajo el alambre de tal forma que el alambre entre en contacto justo con un borde de la barra. Al aplicar un peso (W g) directamente por encima del alambre, se ejerce una fuerza constante sobre éste la cual cortará el jabón. El área sobre la cual actúa la fuerza se incrementará a medida que la profundidad del corte aumenta y por lo tanto el esfuerzo ejercido decrecerá hasta que sea exactamente balanceado por la resistencia ofrecida por el jabón y el alambre detiene su movimiento. El esfuerzo en este punto es igual al esfuerzo de cedencia del jabón. El tiempo tomado para llegar a este punto fue de 30 seg, así que se escogió un tiempo estándar de 1 min para asegurar que el esfuerzo de cedencia haya sido alcanzado. Después de este tiempo el peso se removió y se midió la longitud del corte (L en cm). El esfuerzo de cedencia se calcula usando la fórmula semi-empírica:

$$Y.S = \frac{3 W}{8} \times \frac{98.1}{L \times d} \text{ Pascales (Pa)}$$

(Y.S = Esfuerzo de Cedencia)

Propiedades Sensoriales

Se siguió un procedimiento de lavado estándar en agua fría para estimar la sensación de arenosidad (granulosidad) a través de valoraciones sensoriales realizadas por un grupo de panelistas entrenados. El puntaje se da en una escala de 1-10, en donde un puntaje de 1 se refiere a la mejor sensación y 10 a la peor. Los jabones de tocador con calidad aceptable generalmente exhiben un puntaje en el rango de 7,8 y 8,0.

Tabla 1

Composición (% en peso)	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5
MGT-Na	73,4	68	67	57	48
Alúmina amorfa	-	-	-	11	14
Carboxílico/sulfónico-Na				11	12
Comp. activo no Jabón (LAS Na)					4
Alúmina Hidratada	-	-	12	-	-
Talco	11	11	-	-	-
Ingredientes menores	3	3	3	3	3
Agua	12,5	18	18	18	19
Propiedades de las Barras					
% de agua después de 90 días (a TA*)	7,5	7,5	7,5	12,8	13
Dureza (Pa)	2,9	1,2	1,2	2,8	2,8
Sensación	8,3	8,3	7,7	7,7	7,7

TA = Temperatura Ambiente

Los datos presentados en la Tabla 1 revelan que cuando la barra es formulada con el material convencional tal como el talco, el nivel de agua que puede incorporarse es solamente hasta de aprox. 13%. Si se incrementa la proporción de agua, la barra no se deja procesar. Las propiedades de las barras en términos tanto de las propiedades físicas como sensoriales son significativamente superiores cuando se usa alcarb para estructurar la barra, incluso en comparación con la alúmina hidratada.

Preparación de las barras para lavado de la ropa:

Las barras con la composición descrita en la Tabla 2 se prepararon siguiendo el proceso convencional y se sometieron a pruebas respecto

de ciertas características del producto tales como densidad, capacidad de retener agua. La alúmina amorfa se generó por reacción de una solución acuosa al 50% de ácido cítrico y aluminato de sodio con un contenido de sólidos del 44% en donde la proporción de Al_2O_3 vs Na_2O es de 1:1, a una temperatura de 60°C.

El producto se analizó mediante el siguiente procedimiento.

Valor de Penetración (PV)

El valor de penetración el cual es un indicador de la dureza de la barra, se midió usando un penetrómetro cónico. Los detalles de un instrumento típico y el método de medición se suministran a continuación.

Penetrómetro Cónico

FABRICANTE: Adair Dutt & Company, Bombay.

RANGO DE MEDICION: 0-40 mm

RANGO DE VERIFICACION: 20 en pasos de 5

Procedimiento de Medición:

Dejar que toda la masa (que comprende el husillo del penetrómetro y un peso estándar), la cual descansa justo sobre la muestra de prueba, caiga libremente y penetre así la masa de prueba hasta una distancia específica durante un período dado de tiempo y lea esta distancia en 1/10 de mm. Tome el promedio después de repetir la prueba por lo menos 3 veces.

Tabla 2

Composición (% en peso)	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 9	Ej. 10
Compuesto activo detergente	21	21	21	21
Agente Estructurante	20	20	20	20
Calcita	36,44	33	18,0	18,0
Alúmina amorfa	-	-	9,5	9,5
Carboxílico-Na	-	-	2,8	2,8
Ingredientes convencionales	12	12	12	-
Aluminosilicato	4	4	4	-
Agua	6,5	10	15,5	15,5
CARACTERISTICAS DEL PRODUCTO				
Procesabilidad	Buena	No Extruable	Buena	Buena
Valor de Penetración	20	-	25	25

Los datos presentados en la Tabla 2 demuestran que no es posible incrementar el contenido de agua en las barras convencionales más allá del 7%, mientras que al usar alúmina amorfa, las barras con alto contenido de humedad, se dejan procesar. Estas barras exhiben excelente resistencia física según lo indica su valor de penetración.

Caracterización de la alúmina amorfa

Se analizó la cristalinidad de una muestra de alúmina amorfa generada con ácido cítrico. El espectro de difracción de rayos X (XRD, sigla en Inglés) se registró para valores 2θ (2 teta) que oscilan entre 0 – 70. La muestra se escaneó a 0,5° por segundo.

El espectro XRD obtenido se presenta en la Figura 1. La ausencia de ciertos picos característicos en el espectro demuestra la naturaleza amorfa de la alúmina usada en la composición.

Fechado hoy 8 de Diciembre de 1999.

HINDUSTAN LEVER LIMITED

Firmado (ilegible)
(V.R. Dhanuka)
Jefe Encargado de Laboratorio

22


EDGAR A. BALLESTEROS LUNA
Traductor e Interpreté Oficial
Lic. No. 3207 del 23-XII-86
Minjusticia Acuerdo No. 004
del 6-III-87 Tribunal Superior Bogotá

51
54

HINDUSTAN LEVER LIMITED

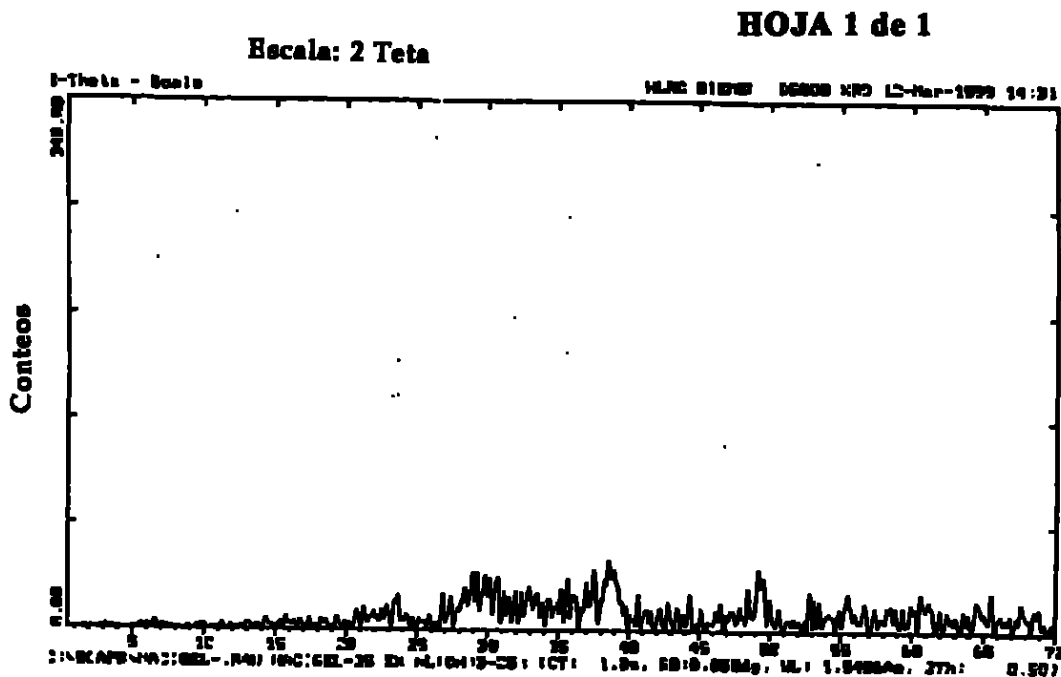


Figura 1: Espectro XRD de la alúmina amorfa

Fechado hoy 8 de diciembre de 1999

HINDUSTAN LEVER LIMITED

Firmado (ilegible)
(V.R. Dhanuka)
Jefe Encargado de Laboratorio

.....

NT.: En todos los folios del documento original aparece un sello seco en alto relieve en idioma Inglés que al traducir dice: GOBIERNO DE LA INDIA – OFICINA DE PATENTES – BOMBAY.

.....

----- Fin de la Traducción -----

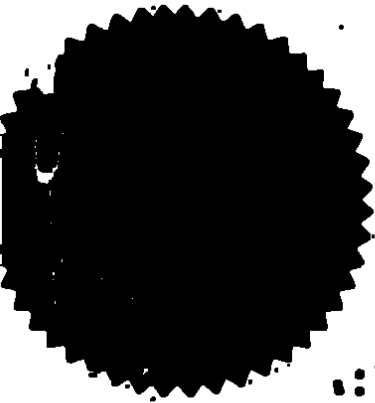
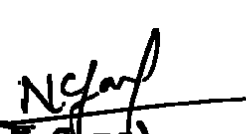

EDGAR A. BALLESTEROS LUNA
Traductor e Interprete Oficial
Lic. No. 3207 del 23-XII-86
Minjusticia Acuerdo No. 004
del 5-III-87 Tribunal Superior Bogotá

The Patents Act, 1970

IT IS HEREBY CERTIFIED THAT, the annex is a true copy of application and provisional specification filed on 8.12.99 in respect of Patent Application No 905/BOM/99✓ of Hindustan Lever Ltd, a company incorporated under the Indian Companies Act, 1913 and having its registered office at Hindustan Lever House, 165/166 , Backbay Reclamation, Mumbai- 400 020, Maharashtra, India.

This certificate is issued under the powers vested on me under Section 147(1) of the Patents Act, 1970.....

.....Dated this 30th day of November, 2000.



(N.K.Garg)

Asst Controller of Patents & Designs

THE PATENTS ACT, 1970
(39 of 1970)



APPLICATION FOR GRANT OF A PATENT
[See Sections 5 (2), 7, 54 and 135 and rule 33A]

PLANET

1. We, **HINDUSTAN LEVER LIMITED**, a company incorporated under the Indian Companies Act, 1913 and having its registered office at Hindustan Lever House, 165/166, Backbay Reclamation, Mumbai -400 020, Maharashtra, India
2. hereby declare -
 - (a) that we are in possession of an invention titled
IMPROVED DETERGENT BAR COMPOSITION
 - (b) that the Provisional specification relating to this invention is filed with this application.
 - (c) that there is no lawful ground of objection to the grant of a patent to us.
3. further declare that the inventors for the said invention are
CHOKAPPA KALYANSUNDARAM DHANRAJ, 5C, Anusandhan, HLRC Complex, Chakala, Andheri (East), Mumbai 400 099, Maharashtra, India, Indian Citizen, **MHASKAR YESHWANT SUDHAKAR**, B-404, Padmawati Nagar, Gen. A. K. Vaidya Road, Dindoshi, Goregaon (East), Mumbai 400 093, Maharashtra, India, Indian Citizen and **AGRAWAL DEEPAK**, Unilever Research India, C/o. Hindustan Lever Research Centre, I.C.T. Link Road, Andheri (East), Mumbai - 400 099, Maharashtra, India, Indian Citizen and **BENJAMIN RAJAPANDIAN**, Unilever Research India, 84, Main Road, Whitefield P.O., Bangalore - 560 086, Karnataka, India, Indian Citizen
- ~~4. We, claim the priority from the applicant(s) filed in convention countries, particulars of which are as follows:-~~
- ~~5. We state that the said invention is an improvement in or modification of the invention, the particulars of which are as follows and of which we are the applicant/patentee.~~
- ~~6. We state that the application is divided out of our application, the particulars of which are given below and pray that this application deemed to have been filed on _____ under Section 16 of the Act.~~
7. That we are the assignee of the true and first inventors
8. That our address for service in India is as follows:-

S.Majumdar & Co., 5 Harish Mukherjee Road, Calcutta - 700 025, India

905/Room/99 905/Room/99
S/12/99 - 3000 1999

Received Rs. 5000 in Cash
 @ Chowk, S. P. O. 5/12/59
 Vide Entry No. 488 in the
 Register of the Police
 at S. P. O.
5/12/59

9. ~~Following declaration was given by the inventor(s) or applicant(s) in the convention country:-~~

We, the true and first inventors for this invention or the applicant(s) in the convention country declare that the applicant(s) herein is/are our assignee or legal representative.

CHOKAPPA KALYANSUNDARAM DHANRAJ, 5C, Anusandhan, HLRC Complex, Chakala, Andheri (East), Mumbai 400 099, Maharashtra, India, Indian Citizen, MHASKAR YESHWANT SUDHAKAR, B-404, Padmawati Nagar, Gen. A. K. Vaidya Road, Dindoshi, Goregaon (East), Mumbai 400 093, Maharashtra, India, Indian Citizen and AGRAWAL DEEPAK, Unilever Research India, C/o. Hindustan Lever Research Centre, I.C.T. Link Road, Andheri (East), Mumbai - 400 099, Maharashtra, India, Indian Citizen and BENJAMIN RAJAPANDIAN, Unilever Research India, 84, Main Road, Whitefield P.O., Bangalore - 560 066, Karnataka, India, Indian Citizen

Chokappa Kalyansundaram Dhanraj
CHOKAPPA KALYANSUNDARAM DHANRAJ

Sudhakar Yeshwant Mhaskekar
MHASKAR YESHWANT SUDHAKAR

Deepak Agrawal
AGRAWAL DEEPAK

Benjamin Rajapandian
BENJAMIN RAJAPANDIAN

10. That to the best of our knowledge, information and belief the fact and matters stated herein are correct and that there is no lawful ground of objection to the grant of patent to us on this application.
11. Followings are the attachment with the application:
- (a) Provisional Specification (3 copies) 410321 Dated 4.12.99
- (b) Fee Rs. 5000/- in Cheque bearing No. _____ Dated _____ drawn on ANZ Grindlays Bank, Mumbai

We request that a patent may be granted to us for the said invention.

Dated this 8th day of December 1999.

HINDUSTAN LEVER LIMITED.

To

The Controller of Patents
The Patent Office
Mumbai



S. Venkatramani
(S. Venkatramani)
Patents Manager

18
57

FORM -2

THE PATENTS ACT, 1970
(39 of 1970)

PROVISIONAL SPECIFICATION
(See Section 10)

IMPROVED DETERGENT BAR COMPOSITION

**HINDUSTAN LEVER LIMITED, a company incorporated under
the Indian Companies Act, 1913 and having its registered office
at Hindustan Lever House, 165/166, Backbay Reclamation,
Mumbai -400 020, Maharashtra, India**

The following specification particularly describes the nature of the
invention and the manner in which it is to be performed.

9 0 5 - 1999

- 8 DEC 1999

ORIGINAL

The invention relates to a synergistic composition of soap/detergent bars for personal/fabric washing or cleaning of hard surfaces. This invention, particularly relates to low density detergent bar comprising high levels of water and other liquid benefit agents.

Conventional detergent bars, based on soap for personal washing contain over about 70% by weight total fatty matter (TFM), the remainder being water (about 10-20%) and other ingredients such as colour, perfume, preservatives, etc. Structurants and fillers are also present in such compositions in small amounts, which replace some of the soap in the bar while retaining the desired hardness of the bar. A few known fillers include starch, kaolin and talc.

Hard non-milled soaps containing moisture of less than 35% are also available. These bars have a TFM of about 30-65%. The reduction in TFM has been achieved by the use of insoluble particulate materials and/or soluble silicates. Milled bars generally have a water content about 8-15% and the hard non-milled bars have a water content of about 20-35%.

Fabric washing compositions contain, as an essential ingredient, a surfactant system whose role is to assist in removal of soil from the fabric and its suspension in the wash liquor. Detergent bars require an acceptable physical strength so that they retain their structural integrity during handling, transport and use. The hardness of the bars, at the time of manufacture and subsequently, is an

58

especially important property. Inclusion of certain ingredients to make the bar harder usually results in higher density bars, making the bars considerably smaller and thus less attractive to the consumer and more difficult to handle during fabric washing and sometimes also gritty to feel. Commercially available detergent bars contain detergent active components and detergent builders together with optional components for example abrasives, fillers, perfumes, alkaline salts and bleaching agents.

Commercial hard surface cleaning compositions typically comprise, one or more surfactants and a plurality of abrasives dispersed therein. Combinations of these together with electrolytes are generally used to form a suspending system as is well known in the art

Increased water structuring of the bars helps in improving the in use properties of the bar without affecting its physical properties in an economical way. It is important to deliver sensory properties such as lather, skin feel by incorporating benefit agents in the formulation without altering the processability and physical properties of the bar.

IN 176384 discloses a detergent composition with low TFM content having high ratio of water to TFM without affecting hardness, cleaning and lathering properties of the bar by the incorporation of upto 20% colloidal aluminium hydroxide (A-gel). The A-gel/TFM combination enabled the preparation of bars

with higher water content while using TFM at a lower level. In this patent, although the A-gel concentration disclosed is upto 20% by weight, the demonstration of the invention is restricted to the use of 7.5% by weight A-gel in combination with 40 TFM with an additional structurant such as 5% by weight of alkaline silicate.

Our copending application 811/Bom/98 discloses that use of A-gel from 9 to 16% by weight of the composition synergistically improves the processability, sensory and physical properties of low TFM bars.

It is the object of the invention to formulate high moisture detergent compositions with good processability and improved water retention capacity without affecting in-use properties of the bar.

It is another object of the invention to manufacture extruded detergent bars using fatty acids mixtures having Iodine Value (IV) in the range from 0 to 110. It is possible to produce detergent bars using fatty acid mixtures with an IV beyond 70 with good physical properties by extrusion route without addition of processing aids such as silicates. It has also been possible to structure better and higher levels of liquid benefit agents other than water.

It is another object of the invention to formulate low density detergent bars suitable for fabric washing having acceptable physical strength so that they retain their structural integrity during handling, transport and use.

Accordingly, this invention provides a detergent bar composition comprising

from 5 to 70% by weight of detergent active

from 0.5 to 30% by weight of amorphous alumina

from 0.5 to 30% by weight of at least one alkali metal salt of carboxylic/sulphonic acid

0-60% by weight inorganic particulates

from 0-30% by weight detergent builder

from 10 to 55% by weight of water and

optionally other benefit agents

balance being other and minor additives

According to another aspect of this invention there is provided a detergent bar composition comprising

from 15 to 70% by weight of total fatty matter

from 0.5 to 30% by weight of amorphous alumina

from 0.5 to 30% by weight of at least one alkali metal salt of carboxylic/sulphonic acid

from 10 to 55% by weight of water and

optionally other liquid benefit agents

balance being other and minor additives

According to another aspect of this invention there is provided a detergent bar composition comprising

from 10 to 70% by weight of non-soap detergent active

from 0.5 to 30% by weight of amorphous alumina

from 0.5 to 30% by weight of at least one alkali metal salt of carboxylic/sulphonic acid

from 10 to 35% by weight of water and

optionally other liquid benefit agents

0-60% by weight inorganic particulates

0-30% by weight detergent builder

1-15% by weight sodium aluminosilicate

Detergent active:

The detergent active used in the process may be soap or non-soap surfactants.

The term total fatty matter, usually abbreviated to TFM is used to denote the percentage by weight of fatty acid and triglyceride residues present in soaps without taking into account the accompanying cations.

63
60

For a soap having 18 carbon atoms, an accompanying sodium cation will generally amount to about 8% by weight. Other cations may be employed as desired for example zinc, potassium, magnesium, alkyl ammonium and aluminium.

The term soap denotes salts of carboxylic fatty acids. The soap may be derived from any of the triglycerides conventionally used in soap manufacture - consequently the carboxylate anions in the soap may contain from 8 to 22 carbon atoms.

The soap may be obtained by saponifying a fat and/or a fatty acid. The fats or oils generally used in soap manufacture may be such as tallow, tallow stearines, palm oil, palm stearines, soya bean oil, fish oil, castor oil, rice bran oil, sunflower oil, coconut oil, babassu oil, palm kernel oil, and others. In the above process the fatty acids are derived from oils/fats selected from coconut, rice bran, groundnut, tallow, palm, palm kernel, cotton seed, soybean, castor etc. The fatty acid soaps can also be synthetically prepared (e.g. by the oxidation of petroleum or by the hydrogenation of carbon monoxide by the Fischer-Tropsch process). Resin acids, such as those present in tall oil, may be used. Naphthenic acids are also suitable.

Tallow fatty acids can be derived from various animal sources and generally comprise about 1-8% myristic acid, about 21-32% palmitic acid, about 14-31%

stearic acid, about 0-4% palmitoleic acid, about 36-50% oleic acid and about 0-5% linoleic acid. A typical distribution is 2.5% myristic acid, 29% palmitic acid, 23% stearic acid, 2% palmitoleic acid, 41.5% oleic acid, and 3% linoleic acid. Other similar mixtures, such as those from palm oil and those derived from various animal tallow and lard are also included.

Coconut oil refers to fatty acid mixtures having an approximate carbon chain length distribution of 8% C₈, 7% C₁₀, 48% C₁₂, 17% C₁₄, 8% C₁₆, 2% C₁₈, 7% oleic and 2% linoleic acids (the first six fatty acids listed being saturated). Other sources having similar carbon chain length distributions, such as palm kernel oil and babassu kernel oil, are included within the term coconut oil.

Fatty acid:

A typical fatty acid blend consisted of 5 to 30% coconut fatty acids and 70 to 95% fatty acids ex hardened rice bran oil. Fatty acids derived from other suitable oils/fats such as groundnut, soybean, tallow, palm, palm kernel, etc. may also be used in other desired proportions.

Non-Soap detergents:

The composition according to the invention will preferably comprise detergent actives which are generally chosen from both anionic and nonionic detergent actives.

64
61

Suitable anionic detergent active compounds are water soluble salts of organic sulphuric reaction products having in the molecular structure an alkyl radical containing from 8 to 22 carbon atoms, and a radical chosen from sulphonic acid or sulphuric acid ester radicals and mixtures thereof.

Examples of suitable anionic detergents are sodium and potassium alcohol sulphates, especially those obtained by sulphating the higher alcohols produced by reducing the glycerides of tallow or coconut oil; sodium and potassium alkyl benzene sulphonates such as those in which the alkyl group contains from 9 to 15 carbon atoms; sodium alkyl glyceryl ether sulphates, especially those ethers of the higher alcohols derived from tallow and coconut oil; sodium coconut oil fatty acid monoglyceride sulphates; sodium and potassium salts of sulphuric acid esters of the reaction product of one mole of a higher fatty alcohol and from 1 to 6 moles of ethylene oxide; sodium and potassium salts of alkyl phenol ethylene oxide ether sulphate with from 1 to 8 units of ethylene oxide molecule and in which the alkyl radicals contain from 4 to 14 carbon atoms; the reaction product of fatty acids esterified with isethionic acid and neutralised with sodium hydroxide where, for example, the fatty acids are derived from coconut oil and mixtures thereof.

The preferred water-soluble synthetic anionic detergent active compounds are the alkali metal (such as sodium and potassium) and alkaline earth metal (such as calcium and magnesium) salts of higher alkyl benzene sulphonates and

35

mixtures with olefin sulphonates and higher alkyl sulphates, and the higher fatty acid monoglyceride sulphates.

Suitable nonionic detergent active compounds can be broadly described as compounds produced by the condensation of alkylene oxide groups, which are hydrophilic in nature, with an organic hydrophobic compound which may be aliphatic or alkyl aromatic in nature. The length of the hydrophilic or polyoxyalkylene radical which is condensed with any particular hydrophobic group can be readily adjusted to yield a water-soluble compound having the desired degree of balance between hydrophilic and hydrophobic elements.

Particular examples include the condensation product of aliphatic alcohols having from 8 to 22 carbon atoms in either straight or branched chain configuration with ethylene oxide, such as a coconut oil ethylene oxide condensate having from 2 to 15 moles of ethylene oxide per mole of coconut alcohol; condensates of alkylphenols whose alkyl group contains from 6 to 12 carbon atoms with 5 to 25 moles of ethylene oxide per mole of alkylphenol; condensates of the reaction product of ethylenediamine and propylene oxide with ethylene oxide, the condensate containing from 40 to 80% of polyoxyethylene radicals by weight and having a molecular weight of from 5,000 to 11,000; tertiary amine oxides of structure R_3NO , where one group R is an alkyl group of 8 to 18 carbon atoms and the others are each methyl, ethyl or hydroxyethyl groups, for instance dimethyldodecylamine oxide; tertiary

phosphine oxides of structure R_3PO , where one group R is an alkyl group of from 10 to 18 carbon atoms, and the others are each alkyl or hydroxyalkyl groups of 1 to 3 carbon atoms, for instance dimethyldodecylphosphine oxide; and dialkyl sulphoxides of structure R_2SO where the group R is an alkyl group of from 10 to 18 carbon atoms and the other is methyl or ethyl, for instance methyltetradecyl sulphoxide; fatty acid alkylolamides; alkylene oxide condensates of fatty acid alkylolamides and alkyl mercaptans.

It is also possible to include cationic, amphoteric, or zwitterionic detergent actives in the compositions according to the invention

Suitable cationic detergent actives that can be incorporated are alkyl substituted quarternary ammonium halide salts e.g. bis (hydrogenated tallow) dimethylammonium chlorides, cetyltrimethyl ammonium bromide, benzalkonium chlorides and dodecylmethylpolyoxyethylene ammonium chloride and amine and imidazoline salts for e.g. primary, secondary and tertiary amine hydrochlorides and imidazoline hydrochlorides.

Suitable amphoteric detergent-active compounds that optionally can be employed are derivatives of aliphatic secondary and tertiary amines containing an alkyl group of 8 to 18 carbon atoms and an aliphatic radical substituted by an anionic water-solubilizing group, for instance sodium 3-dodecylamino-

propionate, sodium 3-dodecylaminopropane sulphonate and sodium N-2-hydroxydodecyl-N-methyltaurate.

Suitable zwitterionic detergent-active compounds that optionally can be employed are derivatives of aliphatic quaternary ammonium, sulphonium and phosphonium compounds having an aliphatic radical of from 8 to 18 carbon atoms and an aliphatic radical substituted by an anionic water-solubilising group, for instance 3-(N-N-dimethyl-N-hexadecylammonium) propane-1-sulphonate betaine, 3-(dodecylmethyl sulphonium) propane-1-sulphonate betaine and 3-(cetylmethylphosphonium) ethane sulphonate betaine.

It is especially preferred to incorporate for personal wash formulations benefit agents upto 30%. The benefit agents are generally skin benefit materials such as moisturisers, emollients, sunscreens, anti ageing compounds are incorporated at any step prior to step of milling. Alternatively certain of these benefit agents are introduced as macro domains during plodding.

Fatty acid:

A typical fatty acid blend consisted of 5 to 30% coconut fatty acids and 70 to 95% fatty acids ex hardened rice bran oil. Fatty acids derived from other suitable oils/fats such as groundnut, soybean, tallow, palm, palm kernel, etc. may also be used in other desired proportions.

Amorphous alumina with carboxylate/sulphonate

For the purpose of the invention the amorphous alumina- carboxylate and/or amorphous alumina-sulphonate is prepared by reacting at least one carboxylic acid and/or sulphonic acid such as herein described with an aluminium containing alkaline material such as sodium aluminate with a solid content of 20 to 55% wherein the Al_2O_3 to Na_2O is in a ratio of 0.5 to 1.55 by weight in a hydrophilic medium to obtain amorphous alumina-carboxylate and/or amorphous-sulphonate at a temperature between 25°C to 95°C.

The carboxylic acid mentioned are those which have an equivalent weight less than 150 may be selected from aliphatic monocarboxylic acids that are not fatty acids and their polymers and more preferably they are C_1 to C_5 carboxylic acids and their polymers. Other suitable carboxylic acids are aliphatic or aromatic di, tri, or poly carboxylic acids and hydroxy and amino carboxylic acids.

The carboxylic acids may be selected from monocarboxylic acids such as acetic acid, propionic acid, butanoic acid, isobutyric acid, etc., di/poly carboxylic acids such as succinic, malonic, malic, maleic, citric and tartaric acid etc. or their polymers such as polyacrylic acids, acrylic – maleic copolymers, etc..

37

The hydroxy carboxylic acids selected from glycolic, lactic, ricinoleic, or the amino carboxylic acids selected from glycine, valine, leucine may also be employed.

The sulphonic acid may be selected from aliphatic or alkyl aromatic having a molecular weight less than 350.

The hydrophilic medium used for the reaction may be water or a mixture of water and alcohol/polyol/ether/polymers.

Builders:

The detergency builders used in the formulation are preferably inorganic and suitable builders include, for example, alkali metal aluminosilicates (zeolites), alkali metal carbonate, sodium tripolyphosphate (STPP), tetrasodium pyrophosphate (TSPP), citrates, sodium nitrilotriacetate (NTA) and combinations of these. Builders are suitably used in an amount ranging from 1 to 30% by wt.

Benefit agents:

Examples of moisturisers and humectants include polyols, glycerol, cetyl alcohol, carbopol 934, ethoxylated castor oil, paraffin oils, lanolin and its derivatives. Silicone compounds such as silicone surfactants like DC3225C (Dow Corning) and/or silicone emollients, silicone oil (DC-200 Ex-Dow Corning) may also be included. Sun-screens such as 4-tertiary butyl-4'-methoxy dibenzoylmethane (available under the trade name PARSOL 1789 from Givaudan) and/or 2-ethyl hexyl methoxy

67
64

cinnamate (available under the trade name PARSOL MCX from Givaudan) or other UV-A and UV-B sun-screens.

Inorganic particulates:

Inorganic particulate phase is not an essential ingredient of the formulation but may be incorporated especially for hard surface cleaning compositions. Preferably, the particulate phase comprises a particulate structurant and/or abrasive which is insoluble in water. In the alternative, the abrasive may be soluble and present in such excess to any water present in the composition that the solubility of the abrasive in the aqueous phase is exceeded and consequently solid abrasive exists in the composition.

Suitable inorganic particulates can be selected from, particulate zeolites, calcites, dolomites, feldspars, silicas, silicates, other carbonates, bicarbonates, borates, sulphates and polymeric materials such as polyethylene.

The most preferred inorganic particulates are calcium carbonate (as Calcite), mixtures of calcium and magnesium carbonates (as dolomite), sodium hydrogen carbonate, borax, sodium/potassium sulphate, zeolite, feldspars, talc, kaolin and silica.

Calcite, talc, kaolin, feldspar and dolomite and mixtures thereof are particularly preferred due to their low cost and colour.

Other additives:

Other additives such as one or more water insoluble particulate materials such as talc, kaolin, polysaccharides such as starch or modified starches and celluloses may be incorporated.

Minor additives:

Minor and conventional ingredients preferably selected from enzymes, antiredeposition agents, fluorescers, colour, preservatives and perfumes, also bleaches, bleach precursors, bleach stabilisers, sequestrants, soil release agents (usually polymers) and other polymers may optionally be incorporated up to 10 wt%.

The invention is carried out in any mixer conventionally used in soap/detergent manufacture and is preferably a high shear-kneading mixer. The preferred mixers include ploughshare mixer, mixers with kneading members of Sigma type, multiwiping overlap, single curve or double arm. The double arm kneading mixers can be of overlapping or the tangential design.

Alternatively, the invention can be carried out in a helical screw agitator vessel or multi head dosing pump/ high shear mixer and spray drier combinations as in conventional process.

Illustrations of a few non-limiting examples are provided herein showing comparative results of the composition prepared by the present invention and beyond the invention.

EXAMPLES:

Preparation of the bars for personal wash:

Soap base prepared by the conventional route was mixed with structurants such as talc (Example 1 and 2) or hydrated alumina (Example 3) or amorphous alumina (Example 4 & 5). Amorphous alumina was prepared separately in a mixer by reacting citric acid (Example 4) and citric acid and linear alkyl benzene sulphonic acid (LAS) (Example 5) with sodium aluminate with a solid content of 40% wherein the Al_2O_3 to Na_2O is in a ratio of 1.1 to obtain a mixture of amorphous alumina and carboxylate/sulphonate at a temperature of 60°C . The minor and other ingredients were added and mixed. The bars were extruded by the conventional process. The formulation of the bars are presented in Table 1. The bars were analysed for their properties by the procedures described below.

Water retention:

The bars were weighed and stored at room temperature $\sim 25\text{-}30^\circ\text{C}$ for 90 days. The weight of the bars were taken periodically upto 90 days. The data is presented as % water retained in the bar at the end of 90 days.

Yield Stress:

Yield stress quantifies the hardness of a soap bar. The yield stress of the bars at a specified temperature was determined by observation of the extent to which a bar was cut by a weighted cheese wire during a specified time. The apparatus consists of a cheesewire (diameter d in cm) attached to a counter balanced arm which can pivot freely via a ball race bearing. A billet of soap is positioned under the wire such that the wire is just in contact with one edge of the billet. By applying a weight (W g.) directly above the cheesewire a constant force is exerted on the wire which will slice into the soap. The area over which the force acts will increase as the depth of cut increases and therefore the stress being exerted will decrease until it is exactly balanced by resistance of the soap and the wire stops moving. -The stress at this point is equal to the yield stress of the soap. The time taken to reach this point was found to be 30 secs. so that a standard time of 1 min was chosen to ensure that the yield stress had been reached. - After this time the weight was removed and the length of the cut (L in Cm) measured. The yield stress is calculated using the semi-empirical formula:

$$Y.S = \frac{3W}{8L \times d} \times 98.1 \text{ Pascal (Pa.)}$$

Feel:

A standard washing procedure in cold water is followed for estimation of grittiness by feel by a group of trained panellists. The score is given over scale

68
66

of 1-10, where score of 1 relates to the best feel and 10 to the poorest. The toilet soaps with acceptable quality generally have a feel score in the range of 7.8 to 8.0.

Table 1

Composition % wt.	Ex 1	Ex 2	Ex 3	Ex 4	Ex 5
TFM-Na	73.4	68	67	57	48
Amorphous alumina	-	-	-	11	14
Carboxylic/sulphonic -Na	-	-	-	11	12
Non-soap active (LAS Na)	-	-	-	-	4
Hydrated Alumina	-	-	12	-	-
Talc	11	11	-	-	-
Minor ingredients	3	3	3	3	3
Water	12.5	18	18	18	19
Bar Properties					
% water after 90 days (at RT)	7.5	7.5	7.5	12.8	13
Hardness (Pa)	2.9	1.2	1.2	2.8	2.8
Feel	8.3	8.3	7.7	7.7	7.7

The data presented in Table 1 show that when the bar is formulated with the conventional material such as talc the level of water that can be incorporated is only upto about 13%. If the water level is increased, the bars become non processable. The bar properties in terms of both physical and sensorial attributes are significantly superior when alcarb is used to structure the bar even as compared to hydrated alumina.

Preparation of the bars for Fabric wash:

The bars having the composition as described in Table 2 were prepared by the conventional process and were tested for the product characteristics such as density, water holding capacity. The amorphous alumina was generated by reacting 50% aqueous solution of citric acid and sodium aluminate with a solid content 44% having a Al_2O_3 to Na_2O ratio of 1.1 at a temperature of 60°C .

The product was analysed by the following procedure.

Penetration Value (PV)

Penetration value indicating the hardness of the bar was measured using a cone penetrometer the details of a typical instrument and the method of measurement is given below.

Cone type Penetrometer

MANUFACTURER: Adair Dutt & Company, Bombay.

RANGE OF MEASUREMENT: 0 - 40 mm

RANGE OF VERIFICATION: 20 in steps of 5

Procedure of Measurement: Let the entire mass (comprises of penetrometer needle and standard weight) which just rests on the test sample, drop freely and thus penetrate the test mass to a specific distance for a specified period of time and read of this distance as $1/10^{\text{th}}$ of mm.. Take the average after repeating the exercise for at least 3 times.

70
67

Table 2

Composition %wt.	Ex7	Ex 8	Ex 9	Ex 10
Detergent active	21	21	21	21
Builder	20	20	20	20
Calcite	36.44	33	18.0	18.0
Amorphous alumina	-	-	9.5	9.5
Carboxylic-Na	-	-	2.8	2.8
Conventional ingredients	12	12	12	16
Aluminosilicate	4	4	4	-
Water	6.5	10	15.5	15.5
PRODUCT CHARACTERISTICS				
Processability	Good	Not Plodda ble	Good	Good
Penetration Value	20	-	25	25

Data presented in Table 2 show that it is not possible to increase the water content of conventional bars beyond 7% while using amorphous alumina the bars with high moisture content can be processed. These bars show good physical strength as indicated by the penetration value.

Characterisation of the amorphous alumina:

The sample of amorphous alumina generated with citric acid has been analysed for crystallinity. The XRD spectrum has been recorded for 2 θ ranging from 0 – 70. The sample has been scanned at 0.5° per second.

The XRD spectrum recorded has been presented in figure 1. The absence of any distinct peaks in the spectrum shows the amorphous nature of the alumina used in the composition.

Dated this 8th December 1999.

HINDUSTAN LEVER LIMITED.

Vinod Kumar

(V.R. Dhanuka)
Deputy Head of Laboratory



Figure 1: XRD spectrum of amorphous alumina.

Dated this 8th of December 1999.

HINDUSTAN LEVER LIMITED.

Vindkuma

(V.R. Dhanuka)
Deputy Head of Laboratory

- 8 DEC 1999

Unilever
00-098-160
69 72

TRADUCCION OFICIAL No. 422

**TRADUCCION OFICIAL DE UN DOCUMENTO PRESENTADO EN INGLES.
TRASPASO DERECHOS DE PRIORIDAD SOLICITUD DE PATENTE DE
HINDUSTAN LEVER LIMITED A UNILEVER N.V.**

C2061 (C)/CO

TRASPASO DE DERECHOS DE PRIORIDAD

Nosotros,

HINDUSTAN LEVER LIMITED
una compañía organizada de acuerdo con las leyes de la India de
Hindustan Lever House, 165/166 Backbay Reclamation,
Mumbai 400 020, Maharashtra, India.

por el presente traspasamos a

UNILEVER N.V.
una compañía Holandesa de
Weena 455
3013 AL Rotterdam
Holanda

**todos mis/nuestros derechos para solicitar y obtener una patente en su nombre,
junto con el derecho de prioridad, en**

COLOMBIA

**De conformidad con las disposiciones de la Convención Internacional para la
Protección de la Propiedad Industrial sobre la base de**

Solicitud de patente No.: 905/BOM/99

K. K. K.
**ANTIA VALERANCA DE AUSENTO
TRADUCTORA OFICIAL
EST. 2414/0530/99 3268**

Fecha: Diciembre 8, 1999 (08.12.99)

Presentada en: India

Por: HINDUSTAN LEVER LIMITED (como aparece
arriba)

Unilever N.V., por el presente acepta dicha tranferencia y traspaso.

EN FE LO CUAL, se firma el presente documento el _____, 2000.

HINDUSTAN LEVER LIMITED,

(firma ilegible)

Por: HINDUSTAN LEVER LIMITED – Firma autorizada

UNILEVER N.V.

(firma ilegible)

Por: Sandra EDWARDS
UNILEVER N.V. – Firma autorizada

Sello: Certificado verificado y autenticado en la Ciudad de Egham en
Surrey, el día 13 de December del 2000.

(firma ilegible)

KENNETH GREENWOOD

NOTARIO PUBLICO

HORNE ENGALL AND FREEMAN

Sello del Notario Público de Egham, Surrey.


KATH GREENWOOD & ASSOC
TRANSDUCTORA OFICIAL
REG. NUMBER 3288

7/5/

REINO UNIDO DE GRAN BRETAÑA E IRLANDA DEL NORTE

No. D 650095

Fecha: Diciembre 13, 2000

Este documento lleva la firma/sello de

K Greenwood

Quien actúa en su condición de Notario Público

Firmado por:

A. Beckwith

**Principal Secretario de Estado de su Majestad para
Asuntos Extranjeros y del Commonwealth**

Hay sello en altorrelieve y plano del Ministerio de Asuntos Extranjeros de Londres.


**KATIA GONZALEZ DE ARRIAGA
INTERPRETE OFICIAL
RES. INTERPRETE 2288**

25
72

**CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA
LONDRES**

AUTENTICACION No. 02268-12

CERTIFICA el cargo y funciones de A. Beckwith y la autenticidad de su sello y firma. Expedida en Londres, Diciembre 14, 2000.

Firmado: JAIRO BERRIO VILLARREAL
Cónsul General

Hay sello del Consulado General de Colombia en Londres

MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES

CERTIFICA la firma y las funciones del funcionario consular Jairo Berrio , bajo el número 214845, el día Enero 30, 2001.

Firmado: (Firma ilegible)
Jefe de Legalizaciones
Santafé de Bogotá, D.C.


LATIA SALAMANCA DE TORRES
TRADUCTORA OFICIAL
RED. MIN. JUSTICIA 3200

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

409064
Matias Silva
CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPEÑA
LAS FUNCIONES INDICADAS

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

2001 FEB 12 15 02
[Signature]
JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

20
1

0

Unilever N.V. 93
00.093.160 36

C 2081 (C) CO

ASSIGNMENT OF PRIORITY RIGHTS

We,

HINDUSTAN LEVER LIMITED
a company organised under the laws of India of
Hindustan Lever House, 165/166 Backbay Reclamation,
Mumbai 400 020, Maharashtra, India.

hereby assign to

UNILEVER NV
a Dutch company of
Weena 455, 3013 AL Rotterdam, Netherlands

our entire right to apply for and to obtain a registered patent in their name, together with
the right of priority, in

COLOMBIA

in conformity with the provisions of the International Convention for the Protection of
Industrial Property on the basis of

Patent Application No: 905/BOM/99
Dated: 8 December 1999 (08.12.99)
Filed in: India
By: HINDUSTAN LEVER LIMITED (as above)

Unilever N.V., hereby accepts such transfer and assignment.

IN WITNESS WHEREOF, the present document is hereby signed on the ,2000.

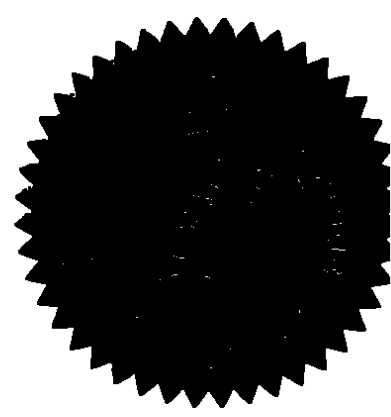
HINDUSTAN LEVER LIMITED,

By: 
HINDUSTAN LEVER LIMITED - Authorised Signatory

UNILEVER N.V.


By: Sandra EDWARDS
UNILEVER N.V. - Authorised Signatory

Certified Verified And Authenticated
The Town Of Egham In Surrey
Day Of
KENNETH GREENWOOD
NOTARY PUBLIC
HORNB ENGALL AND FREEMAN



Notarise/Apostille/Legalise

47

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

214845
Jana Barris
COPIA FIDELICARRECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPENA
LAS FUENTES INDICADAS

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

BOGOTÁ, D. C., 20 DE ABRIL DE 1961

[Signature]
JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTÁ D. C.

ONES
LOVES

RECEIVED
BY CL
LIBRARY
AND PRESERVATION
DIVISION
OF THE
CONGRESS
OF THE
UNITED STATES
OF AMERICA

48
74

UNITED KINGDOM OF GREAT BRITAIN AND NORTHERN IRELAND

D650095

13 December, 2000

**This document bears
the signature / seal of K Greenwood**

Acting in the capacity of Notary Public

Signed by: A. Beckwith



Alan Beckwith

***For Her Majesty's Principal Secretary of State
For Foreign and Commonwealth Affairs***



CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA
LONDRES

AUTENTICACION N° 02268-12

EL CONSUL DE COLOMBIA DE FE DE
QUE A. BERNAL

EJERCE EN LA FECHA LAS FUNCIONES
DE ENCARGADO ADMINISTRATIVO

Y QUE SU FIRMA Y SELLOS SON LOS
QUE ACOSTUMBRA EN SUS ACTOS

OFICIALES 14 DEC 2000

LONDRES

PAGADO IMPUESTO

DERECHOS: US\$ 22.50 DE TIMBRE