



Organizacion y
Digitalizacion CSA Ltda



CSA836345

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

PGT

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones



10-98741

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-098741-00000-0000

Fecha: 2010-08-11 17:28:49 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 113

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TÍTULO MICROCAPSULAS QUE CONTIENEN SUSTANCIA AROMATICA CON
COMPORTAMIENTO MEJORADO DE LIBERACION

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL _____

71. SOLICITANTE BASF SE

DOMICILIO LUDWIGSHAFEN, ALEMANIA

74. APODERADO OSCAR CORREA
C.C. 79.524.634 de Bogotá

22. BOGOTÁ, D.C., _____

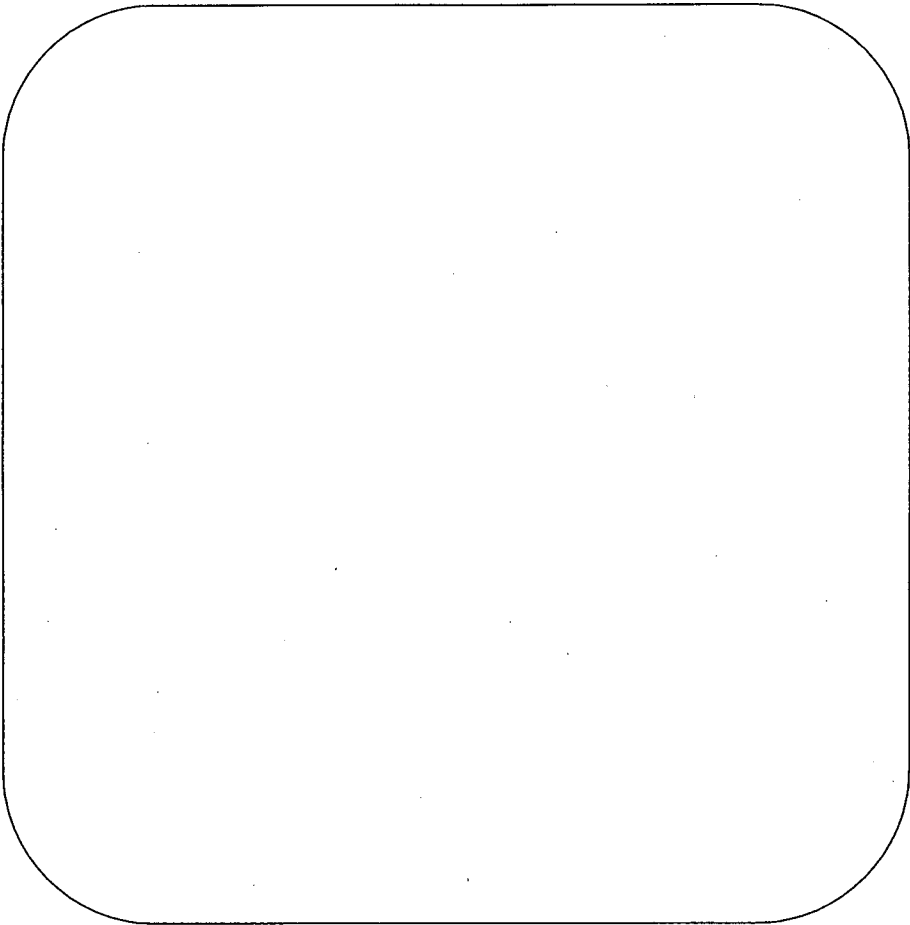
10

Anexos:

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 554.000.00.
- ☒ Comprobante de pago por 4 reivindicaciones adicionales después de la décima reivindicación por \$104.000.00.
- ☒ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso.
- ☒ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☒ Otros: VER HOJA DE DOCUMENTOS ANEXOS

11

FIGURA CARACTERÍSTICA



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: OSCAR CORREA

FIRMA : 

C.C. 79.524.634 de Bogotá T.P. 71.027

JGG

DOCUMENTOS ANEXOS

1. ☒ Publicación Internacional WO 2009/090169 A1

Descripción:

Páginas 27 en el idioma original

Páginas 32 en español

Reivindicaciones: Número (s) 14

Figuras: Número (s)

2. ☒ Forma PCT/ISA/210. Informe de Búsqueda Internacional.

3. ☒ Extracto de publicación.

**NO SE REALIZARON MODIFICACIONES EN LA
FASE INTERNACIONAL**

Notaría Sexta

6

DEL CIRCULO DE BOGOTA, D.C.

COPIA NUMERO 10

DE LA ESCRITURA NUMERO: 267
FECHA: 25/Enero/2010

ACTO O CONTRATO:
Aclaracion
INTERGANTES:
CAVELIER ABOGADOS



CERTIFICADO SC 3980-1
PRESTACION DEL
SERVICIO PUBLICO
NOTARIAL
ISO 9001:2000
NTC-ISO 9001:2000



AMPARO QUINTERO ARTURO

NOTARIA SEXTA

CARRERA 9 No. 69-31 - PBX: 317 01 00 - FAX: 314 56 41
Correo Electrónico: notaria6debgta@etb.net.co

AA 42875492



ESCRITURA PUBLICA No. 267

DOSCIENTOS SESENTA Y SIETE

FECHA: VEINTICINCO (25) DE ENERO DEL AÑO

DOS MIL DIEZ (2010)

0901 ACLARACION

En la ciudad de Bogotá, Distrito Capital, República de Colombia, ante mí
AMPARO QUINTERO ARTURO Notaria Sexta (6a.) —de este Círculo
Notarial, se otorgo la escritura pública, que se consigna en los siguientes
términos: -----

COMPARECIO: El señor **CARLOS ALBERTO GALLÓN GIRALDO**,
mayor de edad, vecino de esta ciudad, casado, identificado con la
cédula de ciudadanía No. 19.066.425 de Bogotá, y dijo:-----

PRIMERO.- Que obra en su calidad de Representante Legal de la
sociedad denominada **CAVELIER ABOGADOS** domiciliada en la
Carrera 4 No. 72-35, Bogotá, Colombia.-----

SEGUNDO.- Que **BASF SE**, sociedad constituida y existente bajo las leyes de
Alemania domiciliada en Ludwigshafen am Rhein, Alemania, designó a
CAVELIER ABOGADOS, como su Representante para la Propiedad Industrial
en Colombia con facultades de nombrar apoderados, tal como consta en la
copia auténtica del documento de representación que se protocoliza.

TERCERO.- Que en su carácter de Representante Legal de **CAVELIER
ABOGADOS**, y en desarrollo de la facultad otorgada por **BASF SE**,
mediante la escritura número 5883 de fecha 9 de noviembre de 2009
otorgada en esta misma notaría, confirió poder a los abogados 1.-
ROSA MARGARITA SANTACRUZ, T.P.A. No. 49.434, identificada con
cédula de ciudadanía número 35.501.911 de Suba (Bogotá, D.E.) 2.-
OSCAR FERNANDO CORREA BARBOSA, T.P.A. No. 71.027,
identificado con cédula de ciudadanía número 79.524.634 de Bogotá.
3.- **LUZ CLEMENCIA DE PAEZ**, T.P.A. No. 23.555, identificada con
cédula de ciudadanía número 35.456.344 de Usaquen y 4.- **GERMAN
HUMBERTO MARIN RUALES**, T.P.A. No. 64.239, identificado con

cédula de ciudadanía número 79.155.665 de Bogotá, mayores de edad, vecinos de Bogotá -----

CUARTO: Que mediante este instrumento aclara la mencionada escritura 5883 del 9 de noviembre de 2009 de esta notaría, manifestando que el orden de los apoderados para ejecutar los actos allí estipulados es el siguiente: 1.- **OSCAR FERNANDO CORREA BARBOSA**, T.P.A. No. 71.027, identificado con cédula de ciudadanía número **79.524.634** de Bogotá, **ROSA MARGARITA SANTACRUZ**, T.P.A. No. 49.434, identificada con cédula de ciudadanía número **35.501.911** de Suba (Bogotá, D.E.), **LUZ CLEMENCIA DE PAEZ**, T.P.A. No. 23.555, identificada con cédula de ciudadanía número **35.456.344** de Usaquen y **GERMAN HUMBERTO MARIN RUALES**, T.P.A. No. 64.239, identificado con cédula de ciudadanía número **79.155.665** de Bogotá, mayores de edad, vecinos de Bogotá.-----

QUINTO: En todo lo demás la referida escritura número 5883 de fecha 09 de Noviembre de dos mil nueve (2009) otorgada en esta misma notaría quedan sin ninguna modificación.-----

OTORGAMIENTO Y AUTORIZACION: LEIDA la presente escritura por los comparecientes y habiéndoseles hecho las advertencias sobre los trámites y formalidades de rigor le impartieron su aprobación y para constancia la firma ante mí la NOTARIA QUE AUTORIZA. -----

DERECHOS NOTARIALES: \$ 42,860 -----

IVA \$ 9.930 -----

PAPEL NOTARIAL: esta escritura ha quedado extendida en las hojas de papel sellado notarial números: AA- 42875492 / 42874781 -----

EN BLANCO... EN BLANCO



01



* 8 8 2 2 6 8 8 5 *

6

CAMARA DE COMERCIO DE BOGOTA

SEDE CHAPINERO

17 DE DICIEMBRE DE 2009

HORA 11:11:00

R027136832

PAGINA: 1 de 3

CERTIFICADO DE EXISTENCIA Y REPRESENTACION LEGAL O INSCRIPCION DE DOCUMENTOS

CERTIFICA:

NOMBRE : CAVELIER ABOGADOS
N.I.T. : 860041367-3
DOMICILIO : BOGOTA D.C.

CERTIFICA:

NO: 00820237

CERTIFICA:

CONSTITUCION : QUE POR ESCRITURA PUBLICA NO. 0006233 DE NOTARIA SEXTA DE BOGOTA D.C. DEL 10 DE SEPTIEMBRE DE 1974 , INSCRITA EL 26 DE SEPTIEMBRE DE 1974 BAJO EL NUMERO 00021234 DEL LIBRO IX, SE CONSTITUYO LA SOCIEDAD CIVIL DENOMINADA: CAVELIER PERDOMO Y CAVELIER.

CERTIFICA :

QUE POR ESCRITURA PUBLICA NO. 0001000 DE NOTARIA SEXTA DE BOGOTA D.C. DEL 10 DE MARZO DE 1983 , INSCRITA EL 5 DE ABRIL DE 1983 BAJO EL NUMERO 00130769 DEL LIBRO IX, LA SOCIEDAD CAMBIO SU NOMBRE DE : CAVELIER PERDOMO Y CAVELIER. POR EL DE : CAVELIER ABOGADOS

CERTIFICA:

QUE POR ESCRITURA PUBLICA NUMERO 1.000 OTORGADA EN LA NOTARIA 6A. DE BOGOTA EL 10 DE MARZO DE 1.983, INSCRITA EN ESTA CAMARA DE COMERCIO EL 5 DE ABRIL DE 1.983 BAJO EL NUMERO 130769 DEL LIBRO IX, LA SOCIEDAD CAMBIO SU NOMBRE DE: CAVELIER PERDOMO Y CAVELIER, POR EL DE: CAVELIER ABOGADOS, E INTRODUJO OTRAS REFORMAS.

CERTIFICA:

CERTIFICA

QUE POR E.P.NO. 2.034 DE LA NOTARIA 6 DE SANTAFE DE BOGOTA DEL 18 DE ABRIL DE 1.995, INSCRITA EL 27 DE ABRIL DE 1.995 BAJO EL NO. 5.937 DEL LIBRO XIII, LA SOCIEDAD TRASLADO SU DOMICILIO DE LA CIUDAD DE SANTAFE DE BOGOTA D.C. AL MUNICIPIO DE TABIO (CUNDINAMARCA)..

CERTIFICA:

QUE POR ESCRITURA PUBLICA NO. 7710 DE LA NOTARIA SEXTA DE BOGOTA DEL 10 DE OCTUBRE DE 1984, INSCRITA EL 15 DE NOVIEMBRE DE 1984 BAJO EL NO. 1559 DEL LIBRO XIII, LA SOCIEDAD CAMBIO SU NATURALEZA JURIDICA DE SOCIEDAD COMERCIAL A SOCIEDAD CIVIL.

CERTIFICA:

REFORMAS:

ESCRITURAS NO.

FECHA

NOTARIA

842

10-V-1.977

18. BTA.

3.430

1-VII-1.980

6A. BTA.

4.844

10-IX-1.980

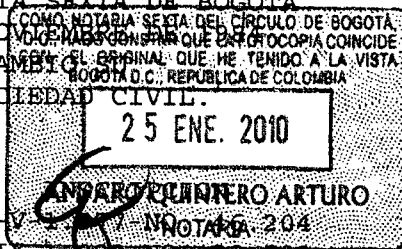
6A. BTA.

432

10-II-1.983

6A. BTA.

27-V-1.977
3-IX-1.980-NO. 89.582
8-X-1.980-NO. 91.261
1-III-1.983-NO.129.337



7.710	10-X-1.984	6A. BTA.	15-XI-1.984-NO.	1.559
7.305	21-X-1.985	6A. BTA.	18-XI-1.985-NO.	1.906
2.567	29-IV-1.987	6A. BTA.	7-V- 1.987-NO.	2.386
4.278	3-VII-1.987	6A. BTA.	23-VII-1987 NO.	215.652
2.657	25- IV-1.988	6A. BTA.	19- V -1988-NO.	2,740
9.033	21-XII-1.990	6A. BTA.	10- I - 1991-NO.	3.786
25	3- I -1.991	6A. BTA.	10- I - 1991-NO.	3.787
1.608	8-III-1.991	6A. BTA.	14-III- 1991-NO.	3.841
2.155	2-IV- 1.991	6A. BTA.	8-IV - 1991-NO.	3.862
797	7-II -1.991	6A. BTA.	7- V -1991-NO.	3.882
1.739	14-III-1.991	6A. BTA.	7- V -1991-NO.	3.881
5.886	21-VIII-1.991	6A. BTA.	27-VIII-1991 NO.	4.019
8.596	4-XII -1.991	6A. BTA.	16-III -1992 NO.	4.430
1.494	10-III -1.992	6A. BTA.	19-III -1992 NO.	4.436
4.205	8 -VII -1.992	6A. BTA.	15-VII -1992 NO.	4.554
8.829	16-XII -1.992	6A. BTA.	24-XII -1992 NO.	4.819
12	5-I -1.993	6 STAFE BTA	13-I -1993 NO.	4.850
4.877	29-VI -1.993	6 STAFE BTA	7-VII -1993 NO.	5.065
5.216	12-VII -1.993	6 STAFE BTA	16-VII -1993 NO.	5.077
ACTA NO.71	2-IX- 1.993	JUNTA DE SOCIOS	29-IX- 1993 NO.	5.174
2.034	18-IV- 1.995	6 STAFE BTA	27- IV -1995 NO.	5.937
2.227	25-IV-1.995	6 STAFE BTA	18-VIII-1.995 NO.	6.092
7.594	12-XII-1.995	6 STAFE BTA	19- XII-1.995 NO.	6.294
676	11- II-1.997	6 STAFE BTA	14- II -1.997 NO.	6.873

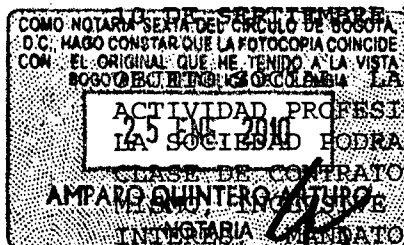
CERTIFICA:

REFORMAS:

E.P. NO.	FECHA	NOTARIA	CIUDAD	FECHA	NO. INSC.
0004506	1997/07/28	0006	BOGOTA D.C.	1997/09/02	00007115
0002103	1998/04/08	0006	BOGOTA D.C.	1998/04/21	00007426
0005326	1998/08/06	0006	BOGOTA D.C.	1998/08/13	00007544
0005538	1998/08/14	0006	BOGOTA D.C.	1998/08/27	00007564
0007760	1998/11/10	0006	BOGOTA D.C.	1998/11/12	00007644
0006709	1997/11/04	0006	BOGOTA D.C.	2000/12/04	00008481
0003034	2003/05/30	0006	BOGOTA D.C.	2003/06/04	00882729
0003786	2004/07/16	0006	BOGOTA D.C.	2004/07/28	00009703
0001432	2005/03/18	0006	BOGOTA D.C.	2005/04/07	00009917
0004818	2005/08/22	0006	BOGOTA D.C.	2005/08/26	00010008
0005506	2007/07/17	0006	BOGOTA D.C.	2007/07/24	00010841
5453	2009/10/19	0006	BOGOTA D.C.	2009/10/21	00012243

CERTIFICA:

VIGENCIA: QUE LA SOCIEDAD NO SE HALLA DISUELTA. DURACION HASTA EL 10 DE SEPTIEMBRE DE 2024 .



CERTIFICA:

SOCIEDAD TENDRA POR OBJETO : EL EJERCICIO DE LA ACTIVIDAD PROFESIONAL DE ABOGADOS. EN DESARROLLO DE ESTE OBJETO LA SOCIEDAD PODRA ADQUIRIR, CONTRAER OBLIGACIONES Y CELEBRAR TODA CLASE DE CONTRATOS DIRECTAMENTE RELACIONADOS Y SUBORDINADOS AL AMPARO QUINTERO ARTURO LOS DE ARRENDAMIENTO, HIPOTECA, MUTUO CON O SIN INTERES CIVIL Y COMERCIAL, Y SOCIEDAD, ASI COMO PARTICIPAR EN ASOCIACIONES CIENTIFICAS, GREMIALES O PROFESIONALES SIN ANIMO DE LUCRO.

CERTIFICA:

CAPITAL Y SOCIOS: \$10,000.00 DIVIDIDO EN 10,000.00 CUOTAS CON VALOR NOMINAL DE \$1.00 CADA UNA, DISTRIBUIDO ASI :
- SOCIO CAPITALISTA (S)
ASOCIACION CAVELIER DEL DERECHO N.I.T. 000008001722568



01



* 8 8 2 2 6 8 8 6 *

CAMARA DE COMERCIO DE BOGOTA

SEDE CHAPINERO

17 DE DICIEMBRE DE 2009

HORA 11:11:00

R027136832

PAGINA: 2 de 3

NO. CUOTAS: 8,800.00	VALOR: \$8,800.00
GAUDEBERT DE CAVELIER AGNES JEANNE	C.E. 000000000131100
NO. CUOTAS: 1,200.00	VALOR: \$1,200.00
- SOCIO INDUSTRIAL (S)	
CHAVARRO JORGE	C.C. 000000016209380
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
SUAREZ DE PAEZ LUZ CLEMENCIA	C.C. 000000035456344
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
PEÑA VALENZUELA DANIEL	C.C. 000000079518915
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
MARIN RUALES GERMAN HUMBERTO	C.C. 000000079155665
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
TOTALES	
NO. CUOTAS: 10,000.00	VALOR: \$10,000.00

CERTIFICA:

QUE POR ESCRITURAS PUBLICAS NO. 001431 Y 001432 DEL 18 DE MARZO DE 2005 DE LA NOTARIA 06 DE BOGOTA D.C., INSCRITA EL 07 DE ABRIL DE 2005 BAJO EL NO. 0009918 Y 0009917, RESPECTIVAMENTE DEL LIBRO XIII, DE LAS MIL DOSCIENTAS (1200) PARTES DE INTERES SOCIAL RADICADAS EN CABEZA DE AGNES GAUDEBERT DE CAVELIER, SEISCIENTAS (600) PARTES ESTAN GRAVADAS O AFECTADAS EN PROPIEDAD FIDUCIARIA A FAVOR DE LAS SIGUIENTES PERSONAS : GERMAN CAVELIER FRANCO, ERNESTO CAVELIER FRANCO, JORGE CAVELIER FRANCO, INES CAVELIER FRANCO, GUILLERMO CAVELIER FRANCO, ELENA CAVELIER FRANCO, ALEJANDRO CAVELIER FRANCO, BEATRIZ CAVELIER FRANCO, Y LUCIA CAVELIER FRANCO.

CERTIFICA:

REPRESENTACION LEGAL: EL REPRESENTANTE LEGAL ES EL DIRECTOR. EL SOCIO FUNDADOR GERMAN CAVELIER GAVIRIA TENDRA EL CARACTER DE PRESIDENTE DIRECTOR VITALICIO, PARTICIPARA POR DERECHO PROPIO EN EL CONSEJO SUPERIOR Y EN EL CONSEJO DIRECTIVO Y LLEVARA LA REPRESENTACION LEGAL DE LA SOCIEDAD CUANDO LO ESTIME PERTINENTE SIN LIMITACION ALGUNA. IGUAL PARTICIPACION Y ATRIBUCIONES TENDRA SU SUPLENTE AGNES GAUDEBERT DE CAVELIER CUANDO OCUPE EL CARGO, EN CASO DE FALTA ABSOLUTA DE GERMAN CAVELIER GAVIRIA. LOS SOCIOS COLECTIVOS ESTÁN AUTORIZADOS PARA EJERCER LA REPRESENTACIÓN DE LA SOCIEDAD EN CUALQUIER TIEMPO, SIN PERJUICIO DE LAS DELEGACIONES CONFERIDAS A LOS ORGANOS CREADOS POR LOS PRESENTES ESTATUTOS

CERTIFICA:

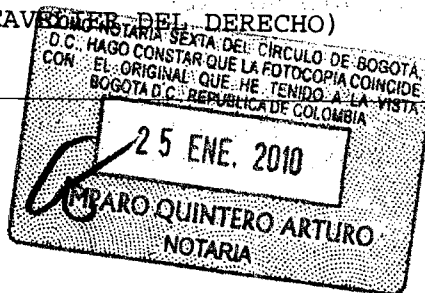
** NOMBRAMIENTOS **

QUE POR NO. 12 DE JUNTA DE SOCIOS DEL 14 DE AGOSTO DE 2009, INSCRITA EL 24 DE SEPTIEMBRE DE 2009 BAJO EL NUMERO 00012200 DEL LIBRO XIII, FUE (RON) NOMBRADO (S):

NOMBRE

DIRECTOR (REPRESENTANTE LEGAL DE LA ASOCIACIÓN CAVELIER DEL DERECHO)

IDENTIFICACION



C.C. 000000019066425

NOMBRE

IDENTIFICACION

CAVELIER GAVIRIA GERMAN

C.C. 000000002877924

GAUDEBERT DE CAVELIER AGNES JEANNE

C.E. 0000000000131100

FACULTADES DEL REPRESENTANTE LEGAL: APARTE DE LAS FACULTADES Y DEBERES QUE DE TIEMPO EN TIEMPO SE LE ASIGNEN POR EL CONSEJO SUPERIOR, EL DIRECTOR TENDRA LAS SIGUIENTES FUNCIONES : A) LA DE REPRESENTAR LEGALMENTE A LA SOCIEDAD ANTE LAS AUTORIDADES DE CUALQUIER ORDEN O NATURALEZA Y ANTE OTRAS PERSONAS NATURALES O JURIDICAS, CON FACULTADES PARA NOVAR, TRANSIGIR, COMPROMETER Y DESISTIR Y PARA COMPARECER EN JUICIOS INCLUSIVE EN AQUELLOS EN DONDE SE DISPUTE LA PROPIEDAD DE BIENES INMUEBLES; B) CUMPLIR Y HACER CUMPLIR LOS ESTATUTOS Y REGLAMENTOS DE LA SOCIEDAD; Y C) CREAR O SUPRIMIR TODOS LOS EMPLEOS QUE SEAN NECESARIOS DE ACUERDO CON EL CONSEJO SUPERIOR PARA EL BUEN FUNCIONAMIENTO DE LA SOCIEDAD, ASIGNARLES FUNCIONES, FIJAR SUS SALARIOS Y NOMBRAR LAS PERSONAS QUE DEBAN DESEMPEÑARLOS, ASI COMO RETIRARLOS Y REEMPLAZARLOS CUANDO HAYA LUGAR. CUANDO CUALQUIERA DE LOS ACTOS INDICADOS EN LA CLAUSULA ANTERIOR SE REFIERA A OPERACIONES CUYO MONTO EXCEDA DE LA SUMA EQUIVALENTE A CIENTO OCHENTA (180) SALARIOS MINIMOS MENSUALES, SU CELEBRACION REQUERIRA LA APROBACION PREVIA DEL CONSEJO SUPERIOR.

** REVISOR FISCAL **

NOMBRE

IDENTIFICACION

RINCON FANDIÑO MIGUEL ALFONSO

C.C. 000000002877024

DE CONFORMIDAD CON LO ESTABLECIDO POR LA LEY 962 DE 2005, LOS ACTOS DE REGISTRO AQUI CERTIFICADOS QUEDAN EN FIRME CINCO (5) DIAS HABILES DESPUES DE LA FECHA DE INSCRIPCION, SIEMPRE QUE NO SEAN OBJETO DE OTARIA SENTA DEL CIRCULO DE BOGOTA.

COMO NOTARIA SEÑALA DEL CÍRCULO DE BOGOTÁ
D.C. HAGO CONSTAR QUE LA FOTOCOPIA CONCORDA
CON EL ORIGINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA
BOGOTÁ D.C. REPÚBLICA DE COLOMBIA

* * * EL P
* 25 * ENE, 2010

ESTE CERTIFICADO NO CONSTITUYE PERMISO DE
FUNCIONAMIENTO EN NINGUN CASO

★ ★ ★
★ ★ ★

ARTURO QUINTERO, ARTURO LA CAMARA DE COMERCIO,

NOTARIAL PUBLIC



01



* 8 8 2 2 6 8 8 7 *

CAMARA DE COMERCIO DE BOGOTA

SEDE CHAPINERO

17 DE DICIEMBRE DE 2009

HORA 11:11:00

R027136832

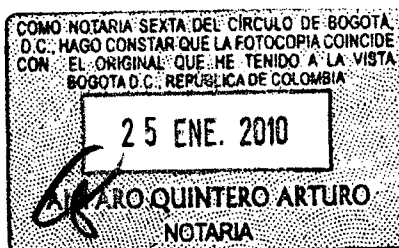
PAGINA: 3 de 3

* * * * *

VALOR : \$ 3,500

DE CONFORMIDAD CON EL DECRETO 2150 DE 1995 Y LA AUTORIZACION IMPARTIDA POR LA SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO, MEDIANTE EL OFICIO DEL 18 DE NOVIEMBRE DE 1996, LA FIRMA MECANICA QUE APARECE A CONTINUACION TIENE PLENA VALIDEZ PARA TODOS LOS EFECTOS LEGALES

Esteban D.



CAVELIER

ABOGADOS
EDIFICIO SISKI
CARRERA 4a N° 72-35
BOGOTÁ 8 - COLOMBIA

REPRESENTACION**REPRESENTATION**

Yo (nosotros), abajo firmado (s)/I (we), the undersigned

BASF SE

domiciliado (s) 67056 Ludwigshafen, Germany
en/of

Por el presente nombramos a CAVELIER ABOGADOS, sociedad colectiva constituida de conformidad con las leyes de la República de Colombia, mediante Escritura Pública No. 6233 del 10 de septiembre de 1974, otorgada en la Notaría Sexta del Circulo de Bogotá, domiciliada en Bogotá D.C., con matrícula mercantil No. 00820237 y NIT 860041367-3, domiciliada en la Carrera 4a N° 72-35, Bogotá, Colombia, como nuestra representante en todos los asuntos de Propiedad Industrial, con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales.

CAVELIER ABOGADOS también podrá representarnos, con las mismas facultades arriba indicadas, ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, autoridades administrativas o jurisdiccionales, tribunales de arbitramento, en asuntos de naturaleza civil, comercial, penal, constitucional, competencia, competencia desleal, administrativa, contencioso administrativa, protección del consumidor, variedades vegetales, nombres de dominio, oposiciones u observaciones, cancelación administrativa y judicial, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias, acciones de tutela, la protección de secretos industriales, derecho regulatorio y en general para que nos represente en cualesquiera acciones y procesos que promovamos o se nos promuevan.

La representante podrá, en nuestro nombre, designar apoderados para actuar ante autoridades administrativas y judiciales, por vía extrajudicial y también procesalmente en nuestro nombre, como demandantes, como demandados, como litisconsortes, como agentes oficiosos, como terceros, por llamamiento en garantía o como intervinientes ad excludendum. Dentro de esta autorización, la representante podrá facultar a los apoderados que ella designe para transigir, conciliar, admitir los hechos del proceso, desistir, cancelar, recibir, renunciar y sustituir el poder que se le otorgue. Así mismo, la representante tendrá la facultad para revocar

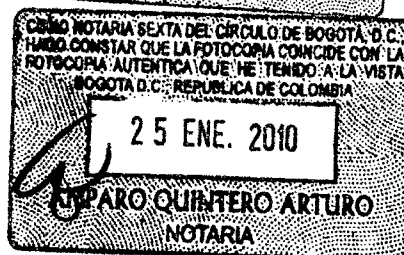
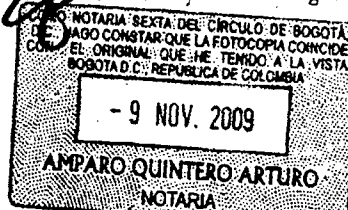
Do hereby appoint CAVELIER ABOGADOS, a general partnership organized under the laws of the Republic of Colombia by means of Public Deed No. 6233 of September 10, 1974, granted at Notary Sixth of the Bogota Circuit, domiciled in Bogota D.C., with Mercantile Registration No. 00820237 and Taxpayer Identification Number 860041367-3, domiciled at Carrera 4a N° 72-35, Bogota, Colombia, as our representative for all Industrial Property matters with faculty to receive notifications and appoint attorneys in and out of Court.

CAVELIER ABOGADOS may also represent us, with the same faculties stated above, before any entities or persons, with or without jurisdiction, administrative or jurisdictional authorities, courts of arbitration, in civil, commercial, criminal, constitutional, competition, unfair competition, administrative, administrative contentious, consumer protection, plant varieties, domain names, opposition or observation matters, administrative and Court cancellation, nullity, precautionary measures, licensing, action for writ mandamus, protection of trade secrets, regulatory law and in general represent us in any actions and suits instituted by us or against us.

The representative may, in our name, designate attorneys to act before administrative and judicial authorities, through out-of-court channels, and also procedurally in our name as plaintiff, defendant, joint litigant, representative without power of attorney, third party, when summoned to appear in court or as intervener ad excludendum. Under this authorization, the representative may empower the attorneys appointed thereby to compromise, conciliate, admit the facts of the case, desist, cancel, receive, resign and substitute the power of attorney granted thereto. Likewise, the representative shall have the faculty of revoking the

© CAVELIER ABOGADOS

WPC16452/LD.158786



el poder así otorgado en el momento que considere pertinente. La representante en todo caso podrá ratificar los actos de agentes oficiosos.

power of attorney thus granted at any time it may deem convenient. The representative may in any case ratify the acts of representatives without a power of attorney.

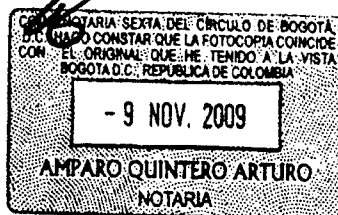
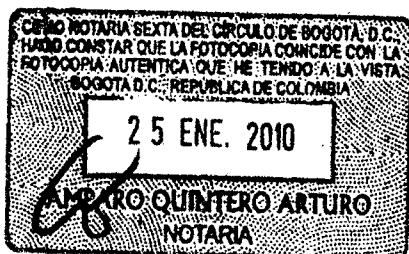
Dado y firmado hoy/Given and signed this 01. Okt. 2009

En/in 67056 Ludwigshafen, Germany

Por/by BASE SE

Firma/Signature

[Handwritten signatures]



U.R.Nr. 2319/2009

I, Ludwig Draxel-Fischer, notary public at Ludwigshafen/Rhine, Federal Republic of Germany, hereby testify and confirm that the foregoing signatures of

1. graduate chemist Dr. Thomas Cimniak, chemist, at Ludwigshafen/Rhine, personally known to me,
2. graduate chemist Dr. Andreas Popp, chemist at Ludwigshafen/Rhine, personally known to me,

are true and valid.

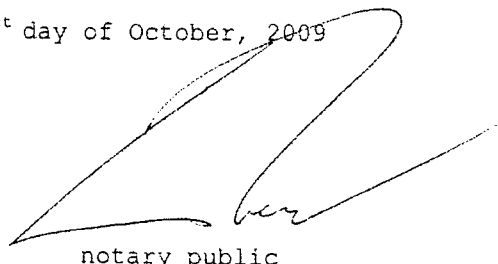
Graduate chemist Dr. Cimniak and graduate chemist Dr. Popp are acting on behalf of BASF SE at Ludwigshafen/Rhine.

After having checked today the competent register of commerce, I herewith confirm that graduate chemist Dr. Cimniak and graduate chemist Dr. Popp are directors who are authorized to jointly represent

BASF SE,

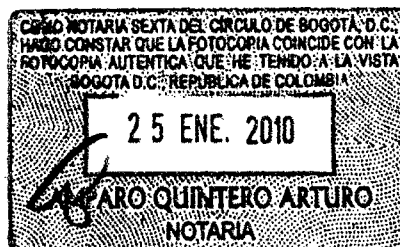
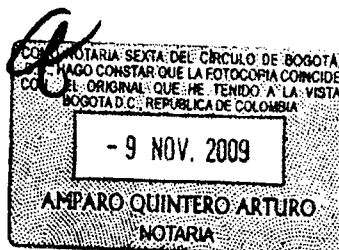
Ludwigshafen/Rhine. I certify that this firm is a legal person duly organized under the laws of the Federal Republic of Germany and under the laws of the EUROPEAN UNION and that it is registered at the District Court of Ludwigshafen/Germany (HR B 6000).

Ludwigshafen/Rhine, this 1st day of October, 2009



notary public

Wert: 5.112,92 Euro



APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Land : Bundesrepublik Deutschland
Diese öffentliche Urkunde
2. ist unterschrieben von Notar
Draxel-Fischer
3. in seiner Eigenschaft als
öffentlicher Notar
4. sie ist versehen mit dem Siegel/Stempel
des Notars Ludwig Draxel-Fischer
in Ludwigshafen am Rhein

Bestätigt

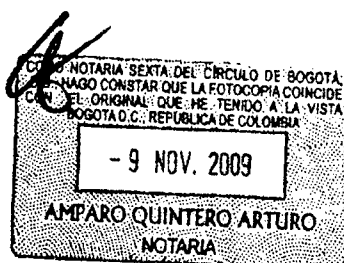
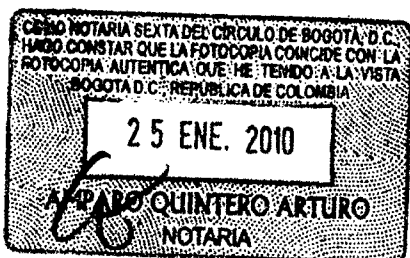
5. in Frankenthal (Pfalz)
6. am 5. Oktober 2009
7. durch die Präsidentin des Landgerichts
8. unter Nr. 91 Eb - 1026/09
9. Siegel/Stempel:

10. Unterschrift
Im Auftrag



(Christian Köneke)
Richter am Landgericht

Kostenvermerk:
Gebühr 12,00 €



TRADUCCION OFICIAL 272/2009 DE UN DOCUMENTO, REALIZADA POR
EDUARDO CALADO NOGUERA, TRADUCTOR OFICIAL AUTORIZADO POR
RESOLUCION 541 DEL 27 DE FEBRERO DE 1976, POR EL CUAL
CAVELIER ABOGADOS OTORGA REPRESENTACIÓN EN ASUNTOS DE
PROPIEDAD INDUSTRIAL A **BASF SE**, EMPRESA DOMICILIADA EN 67056
LUDWIGSHAFEN, ALEMANIA.

DADO Y FIRMADO HOY PRIMERO DE OCTUBRE DE 2009 EN 67056,
LUDWIGSHAFEN, ALEMANIA, POR BASF SE.

DOS FIRMAS ILEGIBLES.

U.R. NR. 2319/2009

Yo, Ludwig Draxel-Fischer, notario público de Ludwigshafen,
Rhine, República Federal de Alemania, por la presente
testificamos y confirmamos que las firmas precedentes de

1. el químico graduado DR. THOMAS CIMNIAK, químico en
Ludwigshafen/Rhine, a quien conozco personalmente y

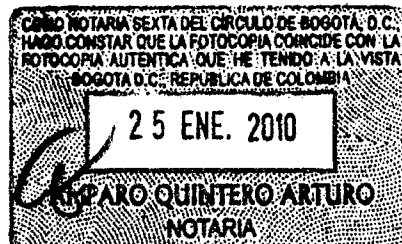
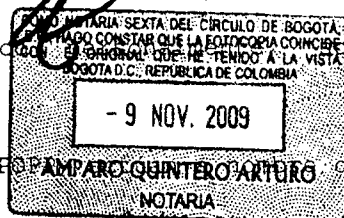
2 del químico graduado Dr. ANDREAS POPP, químico en
Ludwigshafen/Rhine, a quien conozco
veridicas y válidas.

Los químicos graduados DRES CIMIAK Y POPP de
BASF SE en Ludwigshafen/Rhine.

Después de haber verificado hoy el registro de comercio
correspondiente, por la presente confirmo que los químicos
graduados DRES CIMNIAK Y POPP son directores autorizados para
representar conjuntamente a BASF SE, Ludwigshafen/Rhine,
certifico que esta firma es una persona juridica debidamente
constituída de conformidad con las leyes de la República
Federal de Alemania y las leyes de la Unión Europea y que

Eduardo Calado N.

Eduardo Calado Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976



está registrada en la corte de distrito de LUDWIGSHAFEN,
ALEMANIA (HR B 6000).

Ludwigshafen/Rhine, primero de octubre de 2009.

Firma ilegible.

Valor 5112,92 euros

Apostilla NR. 91 Eb-1026/09

ECN\ECN\ID-160390\WPCL002G

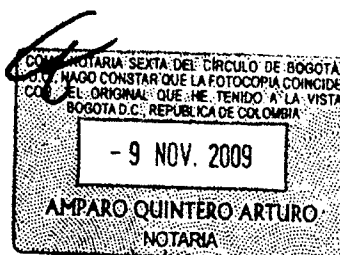
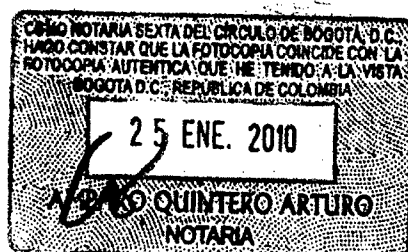
Bogotá, 26 de octubre de 2009.

Eduardo Calada N.

Eduardo Calada Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976

NO ASUME
RESPONSABILIDAD
EL NOTARIO
2009 OCT 28 A 042
Calada
J.E. CALADA NOGUERA
BOGOTÁ D.C.

RECEIVED DE
RELACIONES
EXTERIORES
10/29/09
Eduardo Calada
BOGOTÁ D.C.



La presente traducción oficial No. 0117/09 fue elaborada por Hernando Torres Barrera. Traductor e Intérprete Oficial, según Resolución 01305 de 1998 del Ministerio de Justicia y del Derecho.

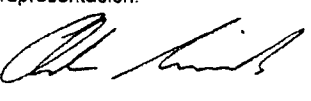
A continuación se traduce una apostilla en alemán, que acompaña a la Certificación Notarial No. 2319/2009 en idioma inglés, en un DOCUMENTO DE REPRESENTACIÓN.

APOSTILLA
(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)

1. País: República Federal de Alemania
Este documento público
2. está firmado por el Notario
Draxel-Fischer
3. en su calidad de Notario Público
4. lleva el sello del Notario Ludwig Draxel-Fischer
en Ludwigshafen am Rhein

Certificado

5. en Frankenthal (Pfalz)
6. el 5 de octubre de 2009
7. por la Presidenta del Tribunal Regional
8. bajo el No. 91 Eb - 1026/09
9. Sello y firma
10. Firma
En representación:


 (Christian Koneke)
 Juez del Tribunal Regional

Anotación de Gastos Notariales
Tasa 12,00 €

SELLO: PRESIDENTE DEL TRIBUNAL REGIONAL EN FRANKENTHAL (PFALZ) *

Bogotá, D.C., 23 de octubre de 2009

HERNANDO TORRES BARRERA
 TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
 RES. No. 1305 MINJUSTICIA 1998

NOTARIA SEXTA DEL CÍRCULO DE BOGOTÁ, D.C.
 HAGO CONSTAR QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE
 CON EL ORIGINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA
 BOGOTÁ D.C., REPÚBLICA DE COLOMBIA
 - 9 NOV. 2009
AMPARO QUINTERO ARTURO
 NOTARIA

NOTARIA SEXTA DEL CÍRCULO DE BOGOTÁ, D.C.
 HAGO CONSTAR QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON LA
 FOTOCOPIA AUTÉNTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
 BOGOTÁ D.C., REPÚBLICA DE COLOMBIA
 25 ENE. 2010
AMPARO QUINTERO ARTURO
 NOTARIA





ESTA HOJA PERTENECE A LA ESCRITURA
PUBLICA NUMERO ____267____
DOSCIENTOS SESENTA Y SIETE ____
DE FECHA: -- -ENERO (25) ____
DEL AÑO DOS MIL DIEZ (2010) ____

EN BLANCO... EN BLANCO

[Signature]
CARLOS ALBERTO GALLÓN GIRALDO

C.C. 19066425

TEL. 2116702

Representante Legal de **CAVELIER ABOGADOS**



AMPARO QUINTERO ARANGO
**NOTARIA SEXTA (6ª.) DEL CIRCULO
DE BOGOTÁ D.C.**

ES FIEL Y DECIMA COPIA (FOTOCOPIA) TOMADA DE LA ESCRITURA PUBLICA NUMERO 267 DE FECHA 25 DE ENERO DE 2010 QUE EXPIDO EN 9 HOJAS RUBRICADAS EN SUS MARGENES SE EXPIDE CON DESTINO AL INTERESADO.

BOGOTA, D.C. 04 DE AGOSTO DE 2010

RESOLUCION 01 DE 2008

POR LA NOTARIA SEXTA DE BOGOTA



Notaría Sexta

6

DEL CIRCULO DE BOGOTA, D.C.

COPIA NUMERO 11

DE LA ESCRITURA NUMERO:
FECHA: 09/Noviembre/2009

558835

ACTO O CONTRATO:
PODER GENERAL
OTORGANTES:
CAVELIER ABOGADOS
ROSA MARGARITA SANTA CRUZ



CERTIFICADO
DE GESTION
DE LA CALIDAD

CERTIFICADO SC 3980-1
PRESTACION DEL
SERVICIO PUBLICO
NOTARIAL
ISO 9001:2000
NTC-ISO 9001:2000



AMPARO QUINTERO ARTURO

NOTARIA SEXTA

CARRERA 9 No. 69-31 - PBX: 317 01 00 - FAX: 314 56 41
Correo Electrónico: notaria6debgta@etb.net.co

AA

42083377



ESCRITURA PÚBLICA NÚMERO: 5883 —

CINCO MIL OCHOCIENTOS OCHENTA Y TRES —

DE FECHA: NOVIEMBRE NUEVE (09) —

DEL AÑO DOS MIL NUEVE (2.009). —

OTORGADA EN LA NOTARÍA SEXTA (6ª.)

DEL CÍRCULO NOTARIAL DE BOGOTÁ, D.C. —

ACTO: PODER GENERAL. —

ACTO SIN CUANTÍA: \$ - 0 -. —

En la ciudad de Bogotá, Distrito Capital, Departamento de Cundinamarca, República de Colombia, ante mí AMPARO QUINTERO —
 ARTURO - - - - -Notaria Sexta (6ª.) - - - - -

de este Círculo Notarial, se otorgó la escritura pública que se consigna en los siguientes términos: —

COMPARECENCIA: Con minuta enviada por correo electrónico, compareció el señor **CARLOS ALBERTO GALLÓN GIRALDO**, mayor de edad, vecino de esta ciudad, casado, identificado con la cédula de ciudadanía número 19.066.425 de Bogotá, y dijo: —

ESTIPULACIONES: PRIMERA.- Que obra en su calidad de Representante Legal de la sociedad denominada **CAVELIER ABOGADOS** domiciliada en la **Carrera 4 No. 72-35, Bogotá, Colombia.** —

SEGUNDA: Que **BASF SE**, sociedad constituida y existente bajo las leyes de Alemania domiciliada en Ludwigshafen am Rhein, Alemania, designó a **CAVELIER ABOGADOS**, como su Representante para la Propiedad Industrial en Colombia con facultades de nombrar apoderados, tal como consta en la copia auténtica del documento de representación que se protocoliza. —

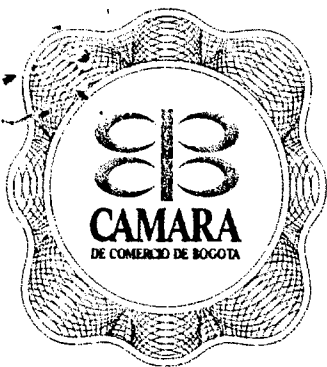
TERCERA.- Que en su carácter de Representante Legal de **CAVELIER ABOGADOS**, y en desarrollo de la facultad otorgada por **BASF SE**, confiere poder a los abogados **ROSA MARGARITA SANTACRUZ**, T.P.A. No. 49.434, identificada con cédula de ciudadanía número 35.501.911 de Suba (Bogotá, D.E.), **OSCAR FERNANDO CORREA BARBOSA**, T.P.A. No. 71.027, identificado con cédula de ciudadanía número 79.524.634 de Bogotá, **LUZ CLEMENCIA DE PAEZ**, T.P.A. No. 23.555, identificada



con cédula de ciudadanía número 35.456.344 de Usaquen y **GERMAN HUMBERTO MARIN RUALES**, T.P.A. No. 64.239, identificado con cédula de ciudadanía número 79.155.665 de Bogotá, mayores de edad, vecinos de Bogotá, para que representen a la sociedad a cuyo nombre actúa, ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, incluyendo las del orden administrativo, contencioso administrativo y judicial, así como los tribunales de arbitramento, en todo lo concerniente a los siguientes asuntos: a) Obtención de patentes de invención, modelos de utilidad, diseños industriales, trazado de circuitos integrados, secretos industriales; el registro de marcas de fábrica, colectivas, defensivas, de servicio, lemas comerciales, nombres comerciales, enseñas, variedades vegetales, denominaciones de origen e indicaciones de procedencia, su renovación, traspaso, cambio de nombre o domicilio, cancelación voluntaria; y el registro de licencias de uso de esos derechos; b) Las acciones de competencia desleal, protección del consumidor, oposiciones, cancelación administrativa o judicial, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias, la tutela, la protección de secretos industriales y de nombres de dominio junto con su administración y pago; y en general los procesos civiles, penales, administrativos o contencioso-administrativos, de conciliación, arbitramento, tutela relacionados con estos derechos; acciones y procesos que promovamos o se nos promuevan.-----

CUARTO.- Que los apoderados designados están facultados en todos los asuntos arriba determinados para sustituir este mandato, transigir, conciliar, arbitrar, admitir los hechos del proceso, desistir, cancelar, recibir, renunciar y ratificar los actos de agentes oficiosos.-----

QUINTO.- Que protocoliza con la presente escritura, un certificado expedido por la Cámara de Comercio de Bogotá, que acredita la constitución y personería de la sociedad **CAVELIER ABOGADOS**, igualmente protocoliza copia autenticada del documento de representación otorgado el día primero (1o.) de Octubre de dos mil nueve (2009) -----
 por BASF SE -----
 documento que está debidamente legalizado por el Notario Público de -----
 Ludwigshafen, Rhine, República Federal de Alemania. -----



01



* 8 6 5 4 4 3 0 7 *

15

CAMARA DE COMERCIO DE BOGOTA

SEDE CHAPINERO

29 DE OCTUBRE DE 2009 HORA 11:45:41

09NEB1029138

PAGINA: 1 de 3

CERTIFICADO DE EXISTENCIA Y REPRESENTACION LEGAL O INSCRIPCION DE DOCUMENTOS

CERTIFICA:

NOMBRE : CAVELIER ABOGADOS
N.I.T. : 860041367-3
DOMICILIO : BOGOTA D.C.

CERTIFICA:

NO: 00820237

CERTIFICA:

CONSTITUCION : QUE POR ESCRITURA PUBLICA NO. 0006233 DE NOTARIA SEXTA DE BOGOTA D.C. DEL 10 DE SEPTIEMBRE DE 1974 , INSCRITA EL 26 DE SEPTIEMBRE DE 1974 BAJO EL NUMERO 00021234 DEL LIBRO IX, SE CONSTITUYO LA SOCIEDAD CIVIL DENOMINADA: CAVELIER PERDOMO Y CAVELIER.

CERTIFICA :

QUE POR ESCRITURA PUBLICA NO. 0001000 DE NOTARIA SEXTA DE BOGOTA D.C. DEL 10 DE MARZO DE 1983 , INSCRITA EL 5 DE ABRIL DE 1983 BAJO EL NUMERO 00130769 DEL LIBRO IX, LA SOCIEDAD CAMBIO SU NOMBRE DE : CAVELIER PERDOMO Y CAVELIER. POR EL DE : CAVELIER ABOGADOS

CERTIFICA:

QUE POR ESCRITURA PUBLICA NUMERO 1.000 OTORGADA EN LA NOTARIA 6A. DE BOGOTA EL 10 DE MARZO DE 1.983, INSCRITA EN ESTA CAMARA DE COMERCIO EL 5 DE ABRIL DE 1.983 BAJO EL NUMERO 130769 DEL LIBRO IX, LA SOCIEDAD CAMBIO SU NOMBRE DE: CAVELIER PERDOMO Y CAVELIER, POR EL DE: CAVELIER ABOGADOS, E INTRODUJO OTRAS REFORMAS.

CERTIFICA:

CERTIFICA

QUE POR E.P.NO. 2.034 DE LA NOTARIA 6 DE SANTAFE DE BOGOTA DEL 18 DE ABRIL DE 1.995, INSCRITA EL 27 DE ABRIL DE 1.995 BAJO EL NO. 5.937 DEL LIBRO XIII, LA SOCIEDAD TRASLADO SU DOMICILIO DE LA CIUDAD DE SANTAFE DE BOGOTA D.C. AL MUNICIPIO DE TABIO (CUNDINAMARCA).-.

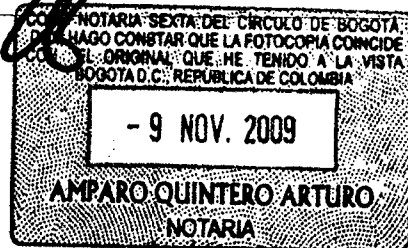
CERTIFICA:

QUE POR ESCRITURA PUBLICA NO. 7710 DE LA NOTARIA SEXTA DE BOGOTA DEL 10 DE OCTUBRE DE 1984, INSCRITA EL 15 DE NOVIEMBRE DE 1984 BAJO EL NO. 1559 DEL LIBRO XIII, LA SOCIEDAD CAMBIO SU NATURALEZA JURIDICA DE SOCIEDAD COMERCIAL A SOCIEDAD CIVIL.

CERTIFICA:

REFORMAS:

ESCRITURAS NO.	FECHA	NOTARIA	INSCRIPCION
842	10-V-1.977	18. BTA.	27-V-1.977-NO. 46.204
3.430	1-VII-1.980	6A. BTA.	3-IX-1.980-NO. 89.582
4.844	10-IX-1.980	6A. BTA.	8-X-1.980-NO. 91.261
432	10-II-1.983	6A. BTA.	1-III-1.983-NO.129.337



7.710	10-X-1.984	6A. BTA.	15-XI-1.984-NO.	1.559
7.305	21-X-1.985	6A. BTA.	18-XI-1.985-NO.	1.906
2.567	29-IV-1.987	6A. BTA.	7-V- 1.987-NO.	2.386
4.278	3-VII-1.987	6A. BTA.	23-VII-1987 NO.	215.652
2.657	25- IV-1.988	6A. BTA.	19- V -1988-NO.	2,740
9.033	21-XII-1.990	6A. BTA.	10- I - 1991-NO.	3.786
25	3- I -1.991	6A. BTA.	10- I - 1991-NO.	3.787
1.608	8-III-1.991	6A. BTA.	14-III- 1991-NO.	3.841
2.155	2-IV- 1.991	6A. BTA.	8-IV - 1991-NO.	3.862
797	7-II -1.991	6A. BTA.	7- V -1991-NO.	3.882
1.739	14-III-1.991	6A. BTA.	7- V -1991-NO.	3.881
5.886	21-VIII-1.991	6A. BTA.	27-VIII-1991 NO.	4.019
8.596	4-XII -1.991	6A. BTA.	16-III -1992 NO.	4.430
1.494	10-III -1.992	6A. BTA.	19-III -1992 NO.	4.436
4.205	8 -VII -1.992	6A. BTA.	15-VII -1992 NO.	4.554
8.829	16-XII -1.992	6A. BTA.	24-XII -1992 NO.	4.819
12	5-I -1.993	6 STAFE BTA	13-I -1993 NO.	4.850
4.877	29-VI -1.993	6 STAFE BTA	7-VII -1993 NO.	5.065
5.216	12-VII -1.993	6 STAFE BTA	16-VII -1993 NO.	5.077
ACTA NO. 71	2-IX- 1.993	JUNTA DE SOCIOS	29-IX- 1993 NO.	5.174
2.034	18-IV- 1.995	6 STAFE BTA	27- IV -1995 NO.	5.937
2.227	25-IV-1.995	6 STAFE BTA	18-VIII-1.995 NO.	6.092
7.594	12-XII-1.995	6 STAFE BTA	19- XII-1.995 NO.	6.294
676	11- II-1.997	6 STAFE BTA	14- II -1.997 NO.	6.873

CERTIFICA:

REFORMAS:

E.P. NO.	FECHA	NOTARIA	CIUDAD	FECHA	NO. INSC.
0004506	1997/07/28	0006	BOGOTA D.C.	1997/09/02	00007115
0002103	1998/04/08	0006	BOGOTA D.C.	1998/04/21	00007426
0005326	1998/08/06	0006	BOGOTA D.C.	1998/08/13	00007544
0005538	1998/08/14	0006	BOGOTA D.C.	1998/08/27	00007564
0007760	1998/11/10	0006	BOGOTA D.C.	1998/11/12	00007644
0006709	1997/11/04	0006	BOGOTA D.C.	2000/12/04	00008481
0003034	2003/05/30	0006	BOGOTA D.C.	2003/06/04	00882729
0003786	2004/07/16	0006	BOGOTA D.C.	2004/07/28	00009703
0001432	2005/03/18	0006	BOGOTA D.C.	2005/04/07	00009917
0004818	2005/08/22	0006	BOGOTA D.C.	2005/08/26	00010008
0005506	2007/07/17	0006	BOGOTA D.C.	2007/07/24	00010841
0006006	2009/10/21	0006	BOGOTA D.C.	2009/10/21	00012243

CERTIFICA:

LA SOCIEDAD NO SE HALLA DISUELTA. DURACION HASTA EL 19 NOV. 2009

CERTIFICA:

LA SOCIEDAD TENDRA POR OBJETO : EL EJERCICIO DE LA ACTIVIDAD PROFESIONAL DE ABOGADOS. EN DESARROLLO DE ESTE OBJETO LA SOCIEDAD PODRA ADQUIRIR, CONTRAER OBLIGACIONES Y CELEBRAR TODA CLASE DE CONTRATOS DIRECTAMENTE RELACIONADOS Y SUBORDINADOS AL MISMO, INCLUSIVE LOS DE ARRENDAMIENTO, HIPOTECA, MUTUO CON O SIN INTERES, MANDATO CIVIL Y COMERCIAL, Y SOCIEDAD, ASI COMO PARTICIPAR EN ASOCIACIONES CIENTIFICAS, GREMIALES O PROFESIONALES SIN ANIMO DE LUCRO.

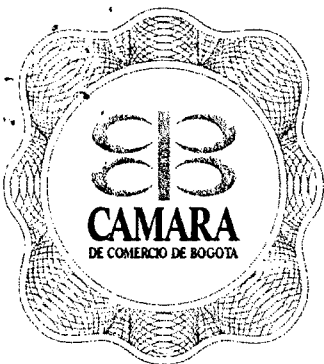
CERTIFICA:

CAPITAL Y SOCIOS: \$10,000.00 DIVIDIDO EN 10,000.00 CUOTAS CON VALOR NOMINAL DE \$1.00 CADA UNA, DISTRIBUIDO ASI :

- SOCIO CAPITALISTA (S)

ASOCIACION CAVELIER DEL DERECHO

N.I.T. 000008001722568



01



* 8 6 5 4 4 3 0 8 *

16

CAMARA DE COMERCIO DE BOGOTA

SEDE CHAPINERO

29 DE OCTUBRE DE 2009

HORA 11:45:41

09NEB1029138

PAGINA: 2 de 3

NO. CUOTAS: 8,800.00	VALOR: \$8,800.00
GAUDEBERT DE CAVELIER AGNES JEANNE	C.E. 000000000131100
NO. CUOTAS: 1,200.00	VALOR: \$1,200.00
- SOCIO INDUSTRIAL (S)	
CHAVARRO JORGE	C.C. 000000016209380
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
SUAREZ DE PAEZ LUZ CLEMENCIA	C.C. 000000035456344
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
PEÑA VALENZUELA DANIEL	C.C. 000000079518915
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
MARIN RUALES GERMAN HUMBERTO	C.C. 000000079155665
NO. CUOTAS: 0.00	VALOR: \$0.00
TOTALES	
NO. CUOTAS: 10,000.00	VALOR: \$10,000.00

CERTIFICA:

QUE POR ESCRITURAS PUBLICAS NO. 001431 Y 001432 DEL 18 DE MARZO DE 2005 DE LA NOTARIA 06 DE BOGOTA D.C., INSCRITA EL 07 DE ABRIL DE 2005 BAJO EL NO. 0009918 Y 0009917, RESPECTIVAMENTE DEL LIBRO XIII, DE LAS MIL DOSCIENTAS (1200) PARTES DE INTERES SOCIAL RADICADAS EN CABEZA DE AGNES GAUDEBERT DE CAVELIER, SEISCIENTAS (600) PARTES ESTAN GRAVADAS O AFECTADAS EN PROPIEDAD FIDUCIARIA A FAVOR DE LAS SIGUIENTES PERSONAS : GERMAN CAVELIER FRANCO, ERNESTO CAVELIER FRANCO, JORGE CAVELIER FRANCO, INES CAVELIER FRANCO, GUILLERMO CAVELIER FRANCO, ELENA CAVELIER FRANCO, ALEJANDRO CAVELIER FRANCO, BEATRIZ CAVELIER FRANCO, Y LUCIA CAVELIER FRANCO.

CERTIFICA:

REPRESENTACION LEGAL: EL REPRESENTANTE LEGAL ES EL DIRECTOR. EL SOCIO FUNDADOR GERMAN CAVELIER GAVIRIA TENDRA EL CARACTER DE PRESIDENTE DIRECTOR VITALICIO, PARTICIPARA POR DERECHO PROPIO EN EL CONSEJO SUPERIOR Y EN EL CONSEJO DIRECTIVO Y LLEVARA LA REPRESENTACION LEGAL DE LA SOCIEDAD CUANDO LO ESTIME PERTINENTE SIN LIMITACION ALGUNA. IGUAL PARTICIPACION Y ATRIBUCIONES TENDRA SU SUPLENTE AGNES GAUDEBERT DE CAVELIER CUANDO OCUPE EL CARGO, EN CASO DE FALTA ABSOLUTA DE GERMAN CAVELIER GAVIRIA. LOS SOCIOS COLECTIVOS ESTÁN AUTORIZADOS PARA EJERCER LA REPRESENTACIÓN DE LA SOCIEDAD EN CUALQUIER TIEMPO, SIN PERJUICIO DE LAS DELEGACIONES CONFERIDAS A LOS ORGANOS CREADOS POR LOS PRESENTES ESTATUTOS

CERTIFICA:

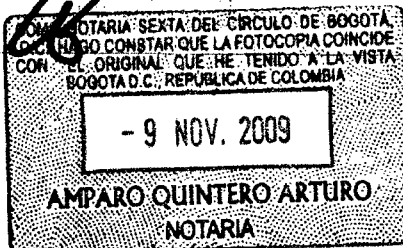
** NOMBRAMIENTOS **

QUE POR NO. 12 DE JUNTA DE SOCIOS DEL 14 DE AGOSTO DE 2009, INSCRITA EL 24 DE SEPTIEMBRE DE 2009 BAJO EL NUMERO 00012200 DEL LIBRO XIII, FUE (RON) NOMBRADO (S):

NOMBRE

IDENTIFICACION

DIRECTOR (REPRESENTANTE LEGAL DE LA ASOCIACIÓN CAVELIER DEL DERECHO)



C.C. 000000019066425

NOMBRE

IDENTIFICACION

CAVELIER GAVIRIA GERMAN

C.C. 000000002877924

GAUDEBERT DE CAVELIER AGNES JEANNE

C.E. 0000000000131100

CERTIFICA:

FACULTADES DEL REPRESENTANTE LEGAL: APARTE DE LAS FACULTADES Y DEBERES QUE DE TIEMPO EN TIEMPO SE LE ASIGNEN POR EL CONSEJO SUPERIOR, EL DIRECTOR TENDRA LAS SIGUIENTES FUNCIONES : A) LA DE REPRESENTAR LEGALMENTE A LA SOCIEDAD ANTE LAS AUTORIDADES DE CUALQUIER ORDEN O NATURALEZA Y ANTE OTRAS PERSONAS NATURALES O JURIDICAS, CON FACULTADES PARA NOVAR, TRANSIGIR, COMPROMETER Y DESISTIR Y PARA COMPARECER EN JUICIOS INCLUSIVE EN AQUELLOS EN DONDE SE DISPUTE LA PROPIEDAD DE BIENES INMUEBLES; B) CUMPLIR Y HACER CUMPLIR LOS ESTATUTOS Y REGLAMENTOS DE LA SOCIEDAD; Y C) CREAR O SUPRIMIR TODOS LOS EMPLEOS QUE SEAN NECESARIOS DE ACUERDO CON EL CONSEJO SUPERIOR PARA EL BUEN FUNCIONAMIENTO DE LA SOCIEDAD, ASIGNARLES FUNCIONES, FIJAR SUS SALARIOS Y NOMBRAR LAS PERSONAS QUE DEBAN DESEMPEÑARLOS, ASI COMO RETIRARLOS Y REEMPLAZARLOS CUANDO HAYA LUGAR. CUANDO CUALQUIERA DE LOS ACTOS INDICADOS EN LA CLAUSULA ANTERIOR SE REFIERA A OPERACIONES CUYO MONTO EXCEDA DE LA SUMA EQUIVALENTE A CIENTO OCHENTA (180) SALARIOS MINIMOS MENSUALES, SU CELEBRACION REQUERIRA LA APROBACION PREVIA DEL CONSEJO SUPERIOR.

CERTIFICA:

** REVISOR FISCAL **

NOMBRE

IDENTIFICACION

REVISOR FISCAL

RINCON FANDIÑO MIGUEL ALFONSO

C.C. 000000002877024

CERTIFICA:

DE CONFORMIDAD CON LO ESTABLECIDO POR LA LEY 962 DE 2005, LOS ACTOS DE REGISTRO, AQUÍ CERTIFICADOS QUEDAN EN FIRME CINCO (5) DÍAS HÁBILES DESPUÉS DE LA FIRMA DEL ABOGADO QUE LOS PRESENTA PARA SU INSCRIPCIÓN, SIEMPRE QUE NO SEAN OBJETO DE REVOCAción, ANULACIÓN O REFORMA SUBSECUENTE.

* - * 9 NOV 1989

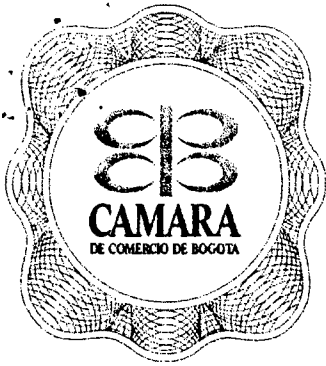
* -9 NOV 2009
EL PRESENTE CERTIFICADO NO CONSTITUYE PERMISO DE
FUNCIONAMIENTO EN NINGUN CASO

★ ★ ★
★ ★ ★

AMPARO QUINTERO ARTURO

EL SECRETARIO DE LA CAMARA DE COMERCIO,

[illegible]



01



* 8 6 5 4 4 3 0 9 *

17

CAMARA DE COMERCIO DE BOGOTA

SEDE CHAPINERO

29 DE OCTUBRE DE 2009

HORA 11:45:41

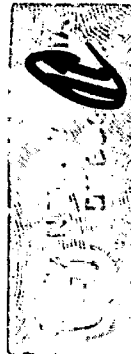
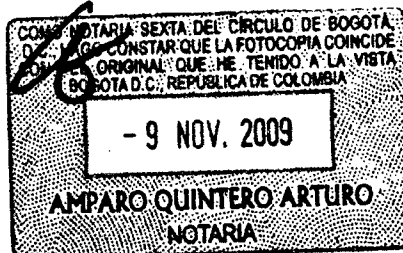
09NEB1029138

PAGINA: 3 de 3

VALOR : \$ 3,500

DE CONFORMIDAD CON EL DECRETO 2150 DE 1995 Y LA AUTORIZACION IMPARTIDA POR LA SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO, MEDIANTE EL OFICIO DEL 18 DE NOVIEMBRE DE 1996, LA FIRMA MECANICA QUE APARECE A CONTINUACION TIENE PLENA VALIDEZ PARA TODOS LOS EFECTOS LEGALES

Esteban D.



18

42

CAVELIER**ABOGADOS**EDIFICIO SISKI
CARRERA 4a N° 72-35
BOGOTÁ, 8 - COLOMBIA**REPRESENTACION****REPRESENTATION**

Yo (nosotros), abajo firmado (s)/I (we), the undersigned

BASF SEdomiciliado (s) 67056 Ludwigshafen, Germany
en/of

Por el presente nombramos a CAVELIER ABOGADOS, sociedad colectiva constituida de conformidad con las leyes de la República de Colombia, mediante Escritura Pública No. 6233 del 10 de septiembre de 1974, otorgada en la Notaría Sexta del Circuito de Bogotá, domiciliada en Bogotá D.C., con matrícula mercantil No. 00820237 y NIT 860041367-3, domiciliada en la Carrera 4a N° 72-35, Bogotá, Colombia, como nuestra representante en todos los asuntos de Propiedad Industrial, con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales.

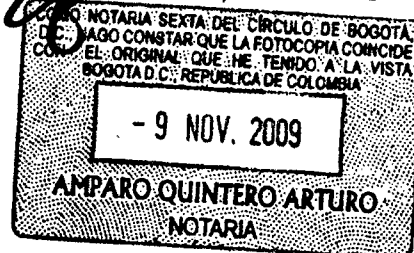
CAVELIER ABOGADOS también podrá representarnos, con las mismas facultades arriba indicadas, ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, autoridades administrativas o jurisdiccionales, tribunales de arbitramento, en asuntos de naturaleza civil, comercial, penal, constitucional, competencia, competencia deslcal, administrativa, contencioso administrativa, protección del consumidor, variedades vegetales, nombres de dominio, oposiciones u observaciones, cancelación administrativa y judicial, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias, acciones de tutela, la protección de secretos industriales, derecho regulatorio y en general para que nos represente en cualesquiera acciones y procesos que promovamos o se nos promuevan.

La representante podrá, en nuestro nombre, designar apoderados para actuar ante autoridades administrativas y judiciales, por vía extrajudicial y también procesalmente en nuestro nombre, como demandantes, como demandados, como litisconsortes, como agentes oficiosos, como terceros, por llamamiento en garantía o como intervinientes ad excludendum. Dentro de esta autorización, la representante podrá facultar a los apoderados que ella designe para transigir, conciliar, admitir los hechos del proceso, desistir, cancelar, recibir, renunciar y sustituir el poder que se le otorgue. Así mismo, la representante tendrá la facultad para revocar

Do hereby appoint CAVELIER ABOGADOS, a general partnership organized under the laws of the Republic of Colombia by means of Public Deed No. 6233 of September 10, 1974, granted at Notary Sixth of the Bogota Circuit, domiciled in Bogota D.C., with Mercantile Registration No. 00820237 and Taxpayer Identification Number 860041367-3, domiciled at Carrera 4a N° 72-35, Bogota, Colombia, as our representative for all Industrial Property matters with faculty to receive notifications and appoint attorneys in and out of Court.

CAVELIER ABOGADOS may also represent us, with the same faculties stated above, before any entities or persons, with or without jurisdiction, administrative or jurisdictional authorities, courts of arbitration, in civil, commercial, criminal, constitutional, competition, unfair competition, administrative, administrative contentious, consumer protection, plant varieties, domain names, opposition or observation matters, administrative and Court cancellation, nullity, precautionary measures, licensing, action for writ mandamus, protection of trade secrets, regulatory law and in general represent us in any actions and suits instituted by us or against us.

The representative may, in our name, designate attorneys to act before administrative and judicial authorities, through out-of-court channels, and also procedurally in our name as plaintiff, defendant, joint litigant, representative without power of attorney, third party, when summoned to appear in court or as intervener ad excludendum. Under this authorization, the representative may empower the attorneys appointed thereby to compromise, conciliate, admit the facts of the case, desist, cancel, receive, resign and substitute the power of attorney granted thereto. Likewise, the representative shall have the faculty of revoking the



el poder así otorgado en el momento que considere pertinente. La representante en todo caso podrá ratificar los actos de agentes oficiosos.

power of attorney thus granted at any time it may deem convenient. The representative may in any case ratify the acts of representatives without a power of attorney.

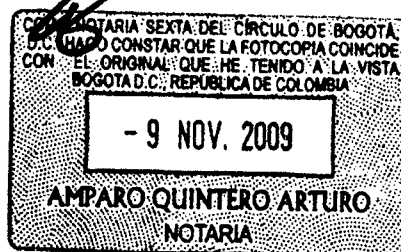
Dado y firmado hoy/Given and signed this 01. Okt. 2009

En/in 67056 Ludwigshafen, Germany

Por/by BASF SE

Firma/Signature

[Handwritten signatures]



U.R.Nr. 2319/2009

I, Ludwig Draxel-Fischer, notary public at Ludwigshafen/Rhine, Federal Republic of Germany, hereby testify and confirm that the foregoing signatures of

1. graduate chemist Dr. Thomas **Cimniak**, chemist,
at Ludwigshafen/Rhine, personally known to me,
2. graduate chemist Dr. Andreas **Popp**, chemist
at Ludwigshafen/Rhine, personally known to me,

are true and valid.

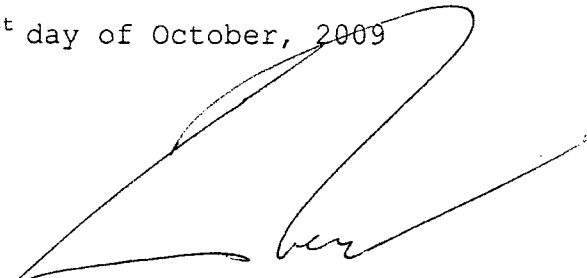
Graduate chemist Dr. Cimniak and graduate chemist Dr. Popp are acting on behalf of BASF SE at Ludwigshafen/Rhine.

After having checked today the competent register of commerce, I herewith confirm that
graduate chemist Dr. Cimniak and graduate chemist Dr. Popp
are directors who are authorized to jointly represent

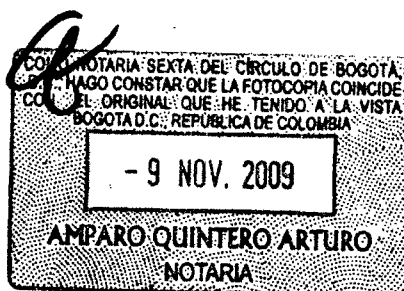
BASF SE,

Ludwigshafen/Rhine. I certify that this firm is a legal person duly organized under the laws of the Federal Republic of Germany and under the laws of the EUROPEAN UNION and that it is registered at the District Court of Ludwigshafen/Germany (HR B 6000).

Ludwigshafen/Rhine, this 1st day of October, 2009



notary public



Wert: 5.112,92 Euro



APOSTILLE

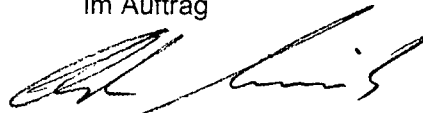
(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Land : Bundesrepublik Deutschland
Diese öffentliche Urkunde
2. ist unterschrieben von Notar
D r a x e l - F i s c h e r
3. in seiner Eigenschaft als
öffentlicher Notar
4. sie ist versehen mit dem Siegel/Stempel
des Notars Ludwig Draxel-Fischer
in Ludwigshafen am Rhein

Bestätigt

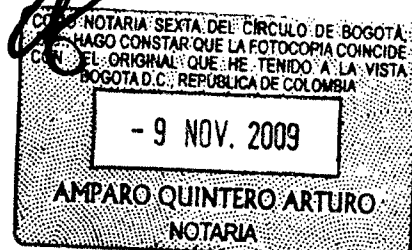
5. in Frankenthal (Pfalz)
6. am 5. Oktober 2009
7. durch die Präsidentin des Landgerichts
8. unter Nr. 91 Eb - 1026/09
9. Siegel/Stempel:

10. Unterschrift
Im Auftrag



.....
(Christian Köneke)
Richter am Landgericht

Kostenvermerk:
Gebühr 12,00 €



TRADUCCION OFICIAL 272/2009 DE UN DOCUMENTO, REALIZADA POR
EDUARDO CALADO NOGUERA, TRADUCTOR OFICIAL AUTORIZADO POR
RESOLUCION 541 DEL 27 DE FEBRERO DE 1976, POR EL CUAL
CAVELIER ABOGADOS OTORGA REPRESENTACIÓN EN ASUNTOS DE
PROPIEDAD INDUSTRIAL A **BASF SE**, EMPRESA DOMICILIADA EN 67056
LUDWIGSHAFEN, ALEMANIA.

DADO Y FIRMADO HOY PRIMERO DE OCTUBRE DE 2009 EN 67056,
LUDWIGSHAFEN, ALEMANIA, POR BASF SE.

DOS FIRMAS ILEGIBLES.

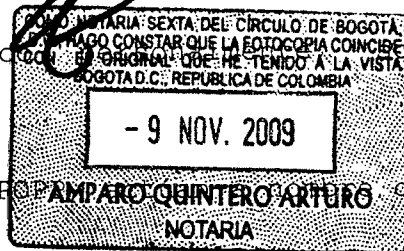
U.R. NR. 2319/2009

Yo, Ludwig Draxel-Fischer, notario público de Ludwigshafen,
Rhine, República Federal de Alemania, por la presente
testificamos y confirmamos que las firmas precedentes de

1. el químico graduado DR. THOMAS CIMNIAK, químico en
Ludwigshafen/Rhine, a quien conozco personalmente y

2 del químico graduado Dr. ANDREAS POPP, químico en
Ludwigshafen/Rhine, a quien conozco personalmente y
verídicas y válidas.

Los químicos graduados DRES CIMIAK Y POPP son directores de
BASF SE en Ludwigshafen/Rhine.



Después de haber verificado hoy el registro de comercio
correspondiente, por la presente confirmo que los químicos
graduados DRES CIMNIAK Y POPP son directores autorizados para
representar conjuntamente a BASF SE, Ludwigshafen/Rhine,
certifico que esta firma es una persona jurídica debidamente
constituida de conformidad con las leyes de la República
Federal de Alemania y las leyes de la Unión Europea y que

Eduardo Calado N.

Eduardo Calado Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976



está registrada en la corte de distrito de LUDWIGSHAFEN,
ALEMANIA (HR B 6000).

Ludwigshafen/Rhine, primero de octubre de 2009.

Firma ilegible.

Valor 5112,92 euros

Apostilla NR. 91 Eb-1026/09

ECN\ECN\ID-160390\WPCL002G

Bogotá, 26 de octubre de 2009.

Eduardo Calado N.

Eduardo Calado Noguera
TRADUCTOR OFICIAL
Inglés - Español - Inglés
Res. 541 Febrero de 1976

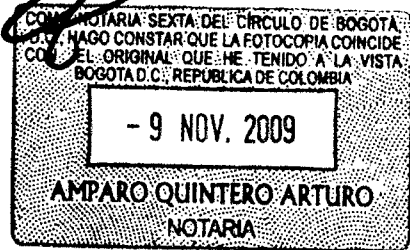
NO ASUME
RESPONSABILIDAD
DEL TEXTO

2009 OCT 28 A 8:42

Calado
JEFE DE LOCALIZACIONES
BOGOTÁ D.C.

MINISTERIO DE
RELACIONES
EXTERIORES

144196
Eduardo Calado
LUGAR DE FIRMAS EN EL
GOBIERNO DE COLOMBIA
LAS FIRMAS SON DE:



La presente traducción oficial No. 0117/09 fue elaborada por Hernando Torres Barrera, Traductor e Intérprete Oficial, según Resolución 01305 de 1998 del Ministerio de Justicia y del Derecho.

A continuación se traduce una apostilla en alemán, que acompaña a la Certificación Notarial No. 2319/2009 en idioma inglés, en un DOCUMENTO DE REPRESENTACIÓN.

APOSTILLA
(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)

1. País: República Federal de Alemania
Este documento público

2. está firmado por el Notario
Draxel-Fischer

3. en su calidad de Notario Público

4. lleva el sello del Notario Ludwig Draxel-Fischer
en Ludwigshafen am Rhein

Certificado

5. en Frankenthal (Pfalz)

6. el 5 de octubre de 2009

7. por la Presidenta del Tribunal Regional

8. bajo el No. 91 Eb - 1026/09

9. Sello y firma

10. Firma
En representación:



(Christian Köneke)
Juez del Tribunal Regional

Anotación de Gastos Notariales:
Tasa 12,00 €

SELLO: PRESIDENTE DEL TRIBUNAL REGIONAL EN FRANKENTHAL (PFALZ) *

Bogotá, D.C., 23 de octubre de 2009


HERNANDO TORRES BARRERA
TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
RES. No. 1305 MINJUSTICIA 1998



Presente el señor **CARLOS ALBERTO GALLÓN GIRALDO**, domiciliado en Bogotá, identificado como aparece al pie de su firma y manifestó que está conforme con el contenido de esta escritura pública.-----

- HASTA AQUI LAS DECLARACIONES DEL

INTERESADO - -----

"Se advirtió al otorgante de esta escritura de leer la totalidad de su texto, a fin de verificar la exactitud de todos los datos en ella consignados, con el fin de aclarar, modificar o corregir lo pertinente antes de firmarla, la firma de la misma demuestra su aprobación total; en consecuencia, la notaria no asume ninguna responsabilidad por errores o inexactitudes establecidas con posterioridad a la firma del otorgante y de la Notaria. En tal caso, estos deben ser corregidos mediante el otorgamiento de una nueva escritura, suscrita por todos los que intervinieron en la inicial o por el actual titular del derecho y sufragados los gastos por los mismos (ARTICULO 35, DECRETO LEY 960 DE 1.970)".-----

LEIDO, el presente instrumento público por el otorgante y advertido de su Registro dentro del término legal, dio su asentimiento y en prueba de ello lo firma junto con la suscrita Notaria quien en esta forma lo autoriza.-----

DERECHOS \$ 41.610.00 ✓ -----

IVA 16% \$ 12.810.00 ✓ -----

El presente instrumento público se extendió y firmó en las hojas de papel notarial números: **AA / 42083377 - 42083376** ✓ -----

EN BLANCO... EN BLANCO

22

EN BLANCO... EN BLANCO

Car
CARLOS ALBERTO GALLÓN GIRALDO

C.C. 19 066 425 PW

TEL. 3457240

DIRECCIÓN. Cr. 4ª 72-35, PW



AMPARO QUINTERO ARTURO ✓

NOTARIA SEXTA (6ª.) DE BOGOTÁ, D.C.

BRL. POD GEN. CAVELIER 6659/09.-

11

ES FIEL Y DECIMA PRIMERA COPIA (FOTOCOPIA) TOMADA DE LA ESCRITURA PUBLICA NUMERO 5883 DE FECHA 09 DE NOVIEMBRE DE 2009.

COPIA QUE EXPIDO EN 09 HOJAS RUBRICADAS EN SUS MARGENES, LA CUAL CARECE DE NOTAS DE REVOCATORIA, MODIFICACION O SUSTITUCION, POR TANTO SE PRESUME VIGENTE EL PODER EN ELLA CONTENIDO.

BOGOTA, D.C. AGOSTO 04 DE 2010

RESOLUCION 01 DE 2008

LA NOTARIA SEXTA DE BOGOTA D.C.



JAIME VARGAS CHAMBO.
NOTARIO SEXTO ENCARGADO.

9-5
23

CAVELIER
ABOGADOS
EDIFICIO SISKI
CARRERA 4a No. 72-35
BOGOTA, 8 - COLOMBIA

CESION

Yo, (nosotros), abajo firmado(s)

domiciliado(s) en

declaro(amos) bajo juramento ser único(s) y verdadero(s)
inventor(es) de la invención:declaro(amos) así mismo que cedo(emos) y
transfiero(erimos), sin limitación, a favor de la sociedad

constituída y existente de conformidad con las leyes de

domiciliada en

todos los derechos inherentes a dicha invención y que la
citada Compañía queda facultada para solicitar en su
nombre la patente correspondiente en la República de
Colombia

ASSIGNMENT

I (we), the undersigned

Hans-Peter Hentze
Westendintie 93 F 35, 02160 Espoo
Finland
Citizen of GermanyMarc Rudolf Jung
In den Neunmorgen 4, 67551 Worms
Germany
Citizen of GermanyTobias Joachim Koplin
Eschenbachstr. 40, 67063 Ludwigshafen
Germany
Citizen of GermanyJürgen Detering
Robert-Koch-Weg 5, 67117 Limburgerhof
Germany
Citizen of Germanystate(s) under oath to be sole and true inventor(s) of the
invention:Scent-comprising microcapsules
with improved release behaviorstate as well, that assign, without reservations or limitations
in favour of

BASF SE

a corporation constituted and existing in conformity with
the laws of
Germany

domiciled in

67056 Ludwigshafen, Germany

all rights inherent to said invention and that the above
mentioned company hereby is enabled to apply, in its name,
for the corresponding patent in the Republic of Colombia.

24

Dado y firmado hoy

Given and signed this

02. Okt. 2008

Firma

Signature

Hans-Peter Hentze

Marc Rudolf Jung

Tobias Joachim Koplin

Jürgen Detering

Notarization and legalized by means of Apostille

© CAVELIER ABOGADOS
WPPODERE-343

CO Assignment Form 01 11/98

25

U.R.Nr. 2267/2008

I, Ludwig Draxel-Fischer, notary public at Ludwigshafen/Rhine, Federal Republic of Germany, hereby testify and confirm that the foregoing signatures of

1. Mr. Marc Rudolf **Jung**, residing at In den Neunmorgen 4, 67551 Worms, Germany, personally known to me,
2. Mr. Tobias Joachim **Koplin**, residing at Eschenbachstr. 40, 67063 Ludwigshafen, Germany, personally known to me
3. Mr. Jürgen **Detering**, residing at Robert-Koch-Weg 5, 67117 Limburgerhof, Germany, personally known to me,

are true and valid.

Ludwigshafen/Rhine, this 2nd day of October, 2008




notary public

Wert 5.112,92 €

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Land : Bundesrepublik Deutschland
Diese öffentliche Urkunde
2. ist unterschrieben von Notar
D r a x e l - F i s c h e r
3. in seiner Eigenschaft als
öffentlicher Notar
4. sie ist versehen mit dem Siegel/Stempel
des Notars Ludwig Draxel-Fischer
in Ludwigshafen am Rhein

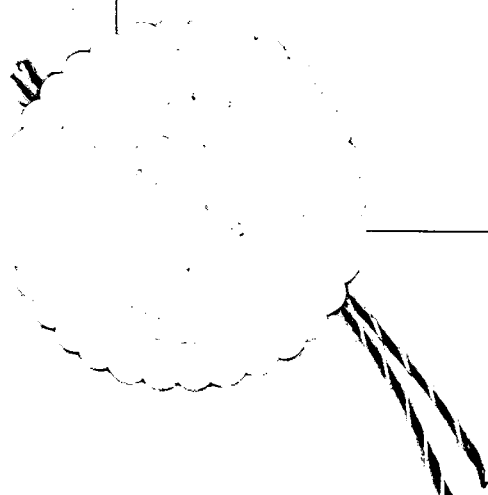
Bestätigt

5. in Frankenthal (Pfalz)
6. am 9. Oktober 2008
7. durch die Präsidentin des Landgerichts
8. unter Nr. 91 Eb - 1333/08

9. Siegel/Stempel:
10. Unterschrift
Im Auftrag



.....
(Christian Köneke)
Richter am Landgericht



Kostenvermerk:
Gebühr 12,-- €

27

TRADUCCION OFICIAL NO. 498/2010.-

EL TEXTO QUE SIGUE ES TRADUCCION FIEL Y COMPLETA DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLES. LLEVA LA FIRMA Y EL SELLO DE HELENA URIBE DE LEMOINE, TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL POR RESOLUCION NO. 3618 DEL MINISTERIO DE JUSTICIA DE COLOMBIA, DE FECHA 6 DE SEPTIEMBRE, 1972.

CESION

Nosotros, los suscritos:

HANS-PETER HENTZE, Westendintie 93 F 35, 02160 Espoo Finlandia, Ciudadano Alemán

MARC RUDOLF JUNG, In den Neunmorgen 4, 67551 Worms, Alemania, ciudadano Alemán.

TOBIAS JOACHIM KOPLIN, Eschenbachstr 40, 67063 Ludwigshafen, Alemania, ciudadano Alemán

JÜRGEN DETERING, Robert-Koch-Weg 5, 67117 Limburgerhof, Alemania, ciudadano Alemán

Declaramos bajo juramento ser los únicos y verdaderos inventores de la invención:

Microcapsulas que contienen sustancia aromática con comportamiento mejorado de liberación

Declaramos igualmente que cedemos o transferimos sin limitación a favor de

BASF SE

Una sociedad constituida y existente de conformidad con las leyes de Alemania, domiciliada en 67056 Ludwigshafen, Alemania, todos los derechos inherentes a dicha invención y que la citada compañía queda facultada para solicitar en su nombre la patente de invención correspondiente en la República de Colombia.

Helena



TRADUCCION OFICIAL NO. 498/2010.-

U.R. NO. 2267/2008

El suscrito, Ludwig Draxel-Fischer, Notario Público en Ludwigshafen/Rhine, República Federal de Alemania, por medio del presente certifica y confirma que las anteriores firmas correspondientes a:

1. Señor **MARC RUDOLF JUNG**, residente en In den Neunmorgen 4, 67551 Worms, Alemania, a quien conozco personalmente.
2. Señor **TOBIAS JOACHIM KOPLIN**, residente en Eschenbachstr 40, 67063 Ludwigshafen, Alemania, a quien conozco personalmente,
3. Señor **JURGEN DETERING**, residente en Robert-Koch Weg 5, 67117 Limburgerhof, Alemania, a quien conozco personalmente,

son fidedignas y válidas.

Ludwigshafen/Rhine, este día 2 de Octubre de 2008

FIRMADO: (ILEGIBLE) LUDWIG DRAXEL-FISCHER, NOTARIO PUBLICO.

SIGUE LA APOSTILLA NO. 91 EB -1333/08 POR MEDIO DE LA CUAL SE CERTIFICA LA FIRMA DEL NOTARIO DRAXEL-FISCHER EL 9 DE OCTUBRE DE 2008.

LA TRADUCTORA OFICIAL

Helena Uribe de Lemoine

HELENA URIBE DE LEMOINE



La presente traducción oficial No. 0076/10 fue elaborada por Hernando Torres Barrera, Traductor e Intérprete Oficial, según Resolución 01305 de 1998 del Ministerio de Justicia y del Derecho.

A continuación se traduce una apostilla en alemán, que acompaña a la Certificación Notarial No. 2267/2008 en idioma inglés, en un DOCUMENTO DE CESIÓN.

Valor: 5.112, 92 EUROS

APOSTILLA	
(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)	
1. País: República Federal de Alemania 2. Este documento público 3. está firmado por el Notario 4. Draxel - Fischer 5. en su calidad de Notario Público 6. lleva el sello del Notario Draxel-Fischer 7. en Ludwigshafen am Rhein	8. Certificado 9. en Frankenthal (Pfalz) 10. el 9 de octubre de 2008 11. por la Presidenta del Tribunal Regional 12. bajo el No. 91 Eb - 1333/08 13. Sello/timbre 14. Firma 15. En representación:
 (Christian Köneke) Juez del Tribunal Regional	

Anotación de Gastos Notariales:
Tasa 12,00 EUROS

SELLO: PRESIDENTE DEL TRIBUNAL REGIONAL EN FRANKENTHAL (PFALZ) *

Bogotá, D.C., 12 de julio de 2010


HERNANDO TORRES BARRERA
 TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
 RES. No. 1305 MINJUSTICIA 1998

CAVELIER
ABOGADOS
EDIFICIO SISKI
CARRERA 4a No. 72-35
BOGOTA, 8 - COLOMBIA

CESION

ASSIGNMENT

Yo, (nosotros), abajo firmado(s)

I (we), the undersigned

domiciliado(s) en

Hans-Peter Hentze
Westendintie 93 F 35, 02160 Espoo
Finland
Citizen of Germany

Marc Rudolf Jung
In den Neunmorgen 4, 67551 Worms
Germany
Citizen of Germany

Tobias Joachim Koplin
Eschenbachstr. 40, 67063 Ludwigshafen
Germany
Citizen of Germany

Jürgen Detering
Robert-Koch-Weg 5, 67117 Limburgerhof
Germany
Citizen of Germany

declaro(amos) bajo juramento ser único(s) y verdadero(s)
inventor(es) de la invención:

state(s) under oath to be sole and true inventor(s) of the
invention:

Scent-comprising microcapsules with improved
release behavior

declaro(amos) así mismo que cedo(emos) y
transfiero(erimos), sin limitación, a favor de la sociedad

state as well, that assign, without reservations or limitations
in favour of

BASF SE

a corporation constituted and existing in conformity with
the laws of
Germany

domiciliada en

domiciled in
67056 Ludwigshafen, Germany

todos los derechos inherentes a dicha invención y que la
citada Compañía queda facultada para solicitar en su
nombre la patente correspondiente en la República de
Colombia

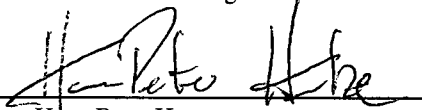
all rights inherent to said invention and that the above
mentioned company hereby is enabled to apply, in its name,
for the corresponding patent in the Republic of Colombia.

31

Dado y firmado hoy Given and signed this 08. Dez. 2008

Firma

Signature


Hans-Peter Hentze


Marc Rudolf Jung


Tobias Joachim Koplin


Jürgen Detering

Notarization and legalized by means of Apostille

© CAVELIER ABOGADOS
WPPODERE-343

CO Assignment Form 01 11/98

pdcoass.rdf

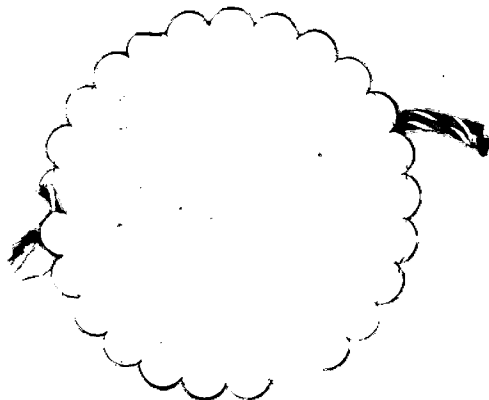
U.R.Nr. 2896/2008

I, Ludwig Draxel-Fischer, notary public at Ludwigshafen/Rhine, Federal Republic of Germany, hereby testify and confirm that the foregoing signature of

Dr. Hans-Peter **Hentze**, chemist, residing at Klemptweg 7, 44269 Dortmund, Germany, identified by identity card No. 2671914998, issued at City of Potsdam/Germany on July 7, 2000,

is true and valid.

Ludwigshafen/Rhine, this 8th day of December, 2008



notary public

Wert 5.112,92 €

APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Land : Bundesrepublik Deutschland
Diese öffentliche Urkunde
2. ist unterschrieben von Notar
D r a x e l - F i s c h e r
3. in seiner Eigenschaft als
öffentlicher Notar
4. sie ist versehen mit dem Siegel/Stempel
des Notars Ludwig Draxel-Fischer
in Ludwigshafen am Rhein

Bestätigt

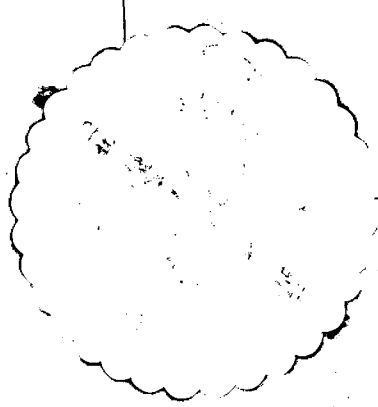
5. in Frankenthal (Pfalz)
6. am 15. Dezember 2008
7. durch die Präsidentin des Landgerichts
8. unter Nr. 91 Eb - 1676/08

9. Siegel/Stempel:

10. Unterschrift
Im Auftrag



.....
(Christian Köneke)
Richter am Landgericht



Kostenvermerk:
Gebühr 12,-- €

34

TRADUCCION OFICIAL NO. 499/2010.-

EL TEXTO QUE SIGUE ES TRADUCCION FIEL Y COMPLETA DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLES. LLEVA LA FIRMA Y EL SELLO DE HELENA URIBE DE LEMOINE, TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL POR RESOLUCION NO. 3618 DEL MINISTERIO DE JUSTICIA DE COLOMBIA, DE FECHA 6 DE SEPTIEMBRE, 1972.

CESION

Nosotros, los suscritos:

HANS-PETER HENTZE, Westendintie 93 F 35, 02160 Espoo Finlandia,
Ciudadano Alemán

MARC RUDOLF JUNG, In den Neunmorgen 4, 67551 Worms, Alemania,
ciudadano Alemán.

TOBIAS JOACHIM KOPLIN, Eschenbachstr 40, 67063 Ludwigshafen, Alemania,
ciudadano Alemán

JÜRGEN DETERING, Robert-Koch-Weg 5, 67117 Limburgerhof, Alemania,
ciudadano Alemán

Declaramos bajo juramento ser los únicos y verdaderos inventores de la invención:

**Microcapsulas que contienen sustancia aromática con comportamiento
mejorado de liberación**

Declaramos igualmente que cedemos o transferimos sin limitación a favor de

BASF SE

Una sociedad constituida y existente de conformidad con las leyes de Alemania,
domiciliada en 67056 Ludwigshafen, Alemania, todos los derechos inherentes a
dicha invención y que la citada compañía queda facultada para solicitar en su
nombre la patente de invención correspondiente en la República de Colombia.

Dado y firmado el 8 de Diciembre de 2010

FIRMADO: HANS PETER HENTZE



35

TRADUCCION OFICIAL NO. 499/2010.-

U.R. NO. 2896/2008

El suscrito, Ludwig Draxel-Fischer, Notario Público en Ludwigshafen/Rhine, República Federal de Alemania, por medio del presente certifica y confirma que la anterior firma correspondiente a:

Dr. **HANS PETER HENTZE**, Químico, residente en Klemptweg 7, 44269 Dortmund, Alemania, identificado con la Tarjeta de identidad No. 2671914998, expedida en la ciudad e Potsdam/Alemania el 7 de Julio de 2010

Es fidedigna y válida.

Ludwishafen/Rhine, este día 8 de Diciembre de 2008

FIRMADO: (ILEGIBLE) LUDWIG DRAXEL-FISCHER, NOTARIO PUBLICO.

SIGUE LA APOSTILLA NO. 91 EB -1676/08 POR MEDIO DE LA CUAL SE CERTIFICA LA FIRMA DEL NOTARIO DRAXEL-FISCHER EL 15 DE DICIEMBRE DE 2008.

LA TRADUCTORA OFICIAL

Helena Uribe de Lemoine

HELENA URIBE DE LEMOINE *R*

RECIBIDO
2009 JUL 15 B SO
NOTARIO



36

La presente traducción oficial No. 0076B/10 fue elaborada por Hernando Torres Barrera, Traductor e Intérprete Oficial, según Resolución 01305 de 1998 del Ministerio de Justicia y del Derecho.

A continuación se traduce una apostilla en alemán, que acompaña a la Certificación Notarial No. 2896/2008 en idioma inglés, en un DOCUMENTO DE CESIÓN.

Valor: 5.112, 92 EUROS

APOSTILLA

(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)

1. País: República Federal de Alemania
Este documento público
2. está firmado por el Notario
Draxel - Fischer
3. en su calidad de Notario Público
4. lleva el sello del Notario Draxel-Fischer
en Ludwigshafen am Rhein

Certificado

5. en Frankenthal (Pfalz)
6. el 15 de diciembre de 2008
7. por la Presidenta del Tribunal Regional
8. bajo el No. 91 Eb – 1676/08
9. Sello/timbre

10. Firma
En representación:



(Christian Köneke)
Juez del Tribunal Regional.

Anotación de Gastos Notariales:
Tasa 12,00 EUROS

SELLO: PRESIDENTE DEL TRIBUNAL REGIONAL EN FRANKENTHAL (PFALZ) *

Bogotá, D.C., 12 de julio de 2010


HERNANDO TORRES BARRERA
TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL
RES. No. 1305 MINJUSTICIA 1998

37

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. Juli 2009 (23.07.2009)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2009/090169 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
B01J 13/14 (2006.01) **C11D 3/50** (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01)

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF SE; 67056 Ludwigshafen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2009/050319

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. Januar 2009 (13.01.2009)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
08100495.4 15. Januar 2008 (15.01.2008) EP

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): BASF SE [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HENTZE, Hans-Peter [DE/FI]; Westendintie 93 F 35, FI-02160 Espoo (FI). JUNG, Marc Rudolf [DE/DE]; In den Neunmorgen 4, 67551 Worms (DE). KOPLIN, Tobias Joachim [DE/DE]; Eschenbachstr. 40, 67063 Ludwigshafen (DE). DETERING, Jürgen [DE/DE]; Robert-Koch-Weg 5, 67117 Limburgerhof (DE).

Veröffentlicht:
— mit internationalem Recherchenbericht



WO 2009/090169 A1

(54) Title: FRAGRANCE-CONTAINING MICROCAPSULES WITH IMPROVED RELEASE PROPERTIES

(54) Bezeichnung: DUFTSTOFFENTHALTENDE MIKROKAPSELN MIT VERBESSERTEM FREISETZUNGSVERHALTEN

(57) Abstract: The invention relates to microcapsules, microcapsule preparations, and washing and cleaning products containing the above, wherein the microcapsules contain in the core thereof one or more fragrances or aromatic substance(s), the release property of which from the core of the microcapsule is significantly delayed by the use of more than one curing agent.

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft Mikrokapseln, Mikrokapselzubereitungen sowie diese enthaltende Wasch- und Reinigungsmittel, wobei die Mikrokapseln in ihrem Kern einen oder mehrere Duft- oder Riechstoff(e) enthalten, dessen/deren Freisetzungsverhalten aus dem Kern der Mikrokapsel durch die Verwendung von mehr als einem Vernetzer deutlich verlangsamt ist.

Duftstoffenthaltende Mikrokapseln mit verbessertem Freisetzungsverhalten

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft Mikrokapseln, Mikrokapselzubereitungen sowie diese enthaltende Mischungen, insbesondere Wasch- und Reinigungsmittel, wobei die Mikrokapseln in ihrem Kern einen oder mehrere Duft- oder Riechstoff(e) enthalten, dessen/deren Freisetzungsverhalten aus dem Kern der Mikrokapsel durch die Verwendung von mehr als einem Vernetzer deutlich verlangsamt ist.
- 10 Die meisten Wasch- und Reinigungsmittelzusammensetzungen enthalten Duft- oder Riechstoffe, um den Zusammensetzungen selbst oder den damit behandelten Textilien oder Oberflächen einen angenehmen Duft zu verleihen. Bei den Duft- oder Riechstoffen handelt es sich meist um Verbindungen mit mehreren konjugierten Doppelbindungen, die gegenüber verschiedenen Chemikalien oder Oxidation mehr oder weniger empfindlich sind. Es kann daher zu unerwünschten Wechselwirkungen mit anderen Inhaltsstoffen der Wasch- oder Reinigungsmittel, wie z. B. Tensiden oder Bleichmitteln, kommen, wodurch der Duft- oder Riechstoff zersetzt und/oder die Geruchsnote verändert wird. Ein weiteres Problem stellt die bisweilen hohe Flüchtigkeit der Duft- oder Riechstoffe dar, die dazu führt, dass sich ein Großteil der ursprünglich dem Wasch- oder Reinigungsmittel beigemischten Duft- oder Riechstoffmenge bereits vor dem Zeitpunkt der Verwendung verflüchtigt hat. Zur Überwindung der angesprochenen Probleme ist bereits vorgeschlagen worden, die Duft- oder Riechstoffe in mikroverkapselter Form in die Wasch- oder Reinigungsmittel einzuarbeiten. Derartige Mikrokapseln sind bereits beschrieben worden:
- 15
- 20
- 25
- 30 WO 01/49817 (BASF) beschreibt Mikrokapselzubereitungen, enthaltend Mikrokapseln mit einem Kern aus einem hydrophoben Material, das mindestens einen Duft- oder Riechstoff umfasst und einer Schale, die erhältlich ist durch radikalische Polymerisation von ethylenisch ungesättigten Monomeren, die umfassen: 30 bis 100 Massen% eines oder mehrer C₁-C₂₄ Alkylester der Acryl- und/oder Methacrylsäure, 0 bis 70 Massen% eines bi- oder polyfunktionellen Monomeren, 0 bis 40 Massen% sonstiger Monomeren, sowie Wasch und Reinigungsmittelzusammensetzungen, die diese Mikrokapseln enthalten.
- 35
- 40 WO 05/105291 (Ciba) beschreibt u. a. Duft- und Riechstoff enthaltende Mikrokapseln, deren Schale durch radikalische Polymerisation einer Mischung aus 10 bis 75 % wasserlöslichen vinylischen Monomeren, 10 bis 75 eines di- oder polyfunktionalen vinylischen Monomeren und 10 bis 50 % aus weiteren vinylischen Monomeren aufgebaut wird.

In der WO 93/02144 (BASF) werden Mikrokapseln mit einem hydrophoben Kern beschrieben, der einen Duft- oder Riechstoff umfasst. Dabei wird die Schale durch radikalische Polymerisation von min. 1 Massen% ionogener Monomere und/oder mehrfach ethylenisch ungesättigter Monomere erhalten, wobei mindestens eine der Bindungen

5 basisch oder sauer hydrolisierbar ist.

US 4,798,691 (Japan Synthetic Rubber) offenbart ebenso Mikrokapseln, die einen hydrophoben Kern aufweisen können und eine Schale aufweisen, die durch ein Gemisch aus Monomer und einem vernetzbaren Monomer erhältlich ist.

10

All diese Mikrokapseln haben allerdings den Nachteil, dass ihre Schalen entweder zu durchlässig für die Duft- oder Riechstoffe sind oder, dass die Schalen so stabil sind, dass der Duft- oder Riechstoff bei normaler mechanischer Belastung kaum oder gar nicht freigesetzt wird. Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde,

15 Duft- oder Riechstoffe enthaltende Mikrokapseln bereitzustellen, bei denen die mechanische Stabilität der Mikrokapsel und das Rückhaltevermögen der Schale für die im Kern befindlichen Duft- und Riechstoffe so ausgewählt ist, dass ein gegenüber dem Stand der Technik verbessertes Rückhalte- und Freisetzungsvermögen der Duft- und Riechstoffe erreicht wird. Das bedeutet, dass zum einen die Freisetzung der Duft- oder

20 Riechstoffe über einen längeren Zeitraum erfolgen soll und gleichzeitig ein „Burst-Release“-Effekt nach Kapselbruch durch Reibung auch über einen längeren Zeitraum gewährleistet wird.

Diese Aufgabe wird überraschend gelöst durch Mikrokapseln gemäß den Ansprüchen

25 1 bis 6. Die Chemische Zusammensetzung gemäß den Ansprüchen 7 und 8, die Verwendungen gemäß den Ansprüchen 9 bis 12 sowie die Gegenstände gemäß den Ansprüchen 13 und 14 bilden weitere Gegenstände der vorliegenden Erfindung.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine

30 Mikrokapsel, umfassend einen Kern a), der einen Duft- oder Riechstoff enthält, und eine Schale b), wobei b) erhältlich ist durch Polymerisation von

- einem oder mehreren C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure und
- mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monomeren.

35 Dabei sind bestimmte Ausführungsformen bevorzugt. So ist eine Mikrokapsel bevorzugt, bei der unabhängig voneinander

- a) mindestens ein hydrophobes Material enthält,
 - b) durch radikalische Polymerisation herstellbar ist,
 - die Menge an C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure in der Mikro-
- 40 kapsel 1 bis 99,99 Massen% beträgt,
- ein C₁-C₁₈-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure enthalten ist,

- die Menge der mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monomeren in der Mikrokapsel 0,01 bis 70 Massen% beträgt,
- zwei, drei, vier oder fünf verschiedene bi- oder polyfunktionelle Monomere enthalten sind,
- 5 - die Menge an monofunktionellen Monomeren, welche über zusätzliche nicht vinyli-sche funktionelle Gruppen verfügen, in der Mikrokapsel 0 bis 50 Massen% beträgt, und
- weitere monofunktionelle Monomere, welche über zusätzliche nicht vinyli-sche funktionelle Gruppen verfügen, in einer Menge von 0 bis 40 Massen% in der Mikrokapsel enthalten sind.
- 10

Besonders bevorzugt ist eine Mikrokapsel, bei der unabhängig voneinander

- a) aus dem mindestens einen hydrophoben Material und dem mindestens einen Duft- oder Riechstoff besteht oder
- 15 a) aus dem mindestens einen Duft- oder Riechstoff besteht,
- b) durch radikalische Polymerisation hergestellt ist,
- die Menge an C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure in der Mikrokapsel 20 bis 80 Massen% beträgt,
- ein C₁-C₁₂-Alkylester der Acryl- und/oder Methacrylsäure enthalten ist,
- 20 - die Menge der mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monomeren in der Mikrokapsel 5 bis 50 Massen% beträgt,
- zwei oder drei verschiedene bi- oder polyfunktionelle Monomere enthält,
- die Menge an monofunktionellen Monomeren, welche über zusätzliche nicht vinyli-sche funktionelle Gruppen verfügen, in der Mikrokapsel 10 bis 40 Massen% be-trägt,
- 25 und
- weitere monofunktionelle Monomere, welche über zusätzliche nicht vinyli-sche funktionelle Gruppen verfügen, in einer Menge von 5 bis 35 Massen% in der Mikrokapsel enthalten sind.

30

Ganz besonders bevorzugt ist eine Mikrokapsel, bei der unabhängig voneinander

- das mindestens eine hydrophobe Material ausgewählt ist aus der Gruppe beste-hend aus: Pflanzenöl, tierischem Öl und Mineralöl,
- der mindestens eine Duft- oder Riechstoff ausgewählt ist aus der Gruppe beste-hend aus: natürlichen Duft- oder Riechstoffen, synthetischen Duft- oder Riechstof-fen und halbsynthetischen Duft- oder Riechstoffen,
- 35 - die Menge an C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure in der Mikro-kapsel 35 bis 60 Massen% beträgt,
- ein C₁-C₆-Alkylester der Acryl- und/oder Methacrylsäure enthalten ist,
- 40 - die Menge der mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monome-ren in der Mikrokapsel 20 bis 40 Massen% beträgt,
- zwei verschiedene bi- oder polyfunktionelle Monomere enthält,

- die Menge an monofunktionellen Monomeren, welche über zusätzliche nicht vinyli-
sche funktionelle Gruppen verfügen, in der Mikrokapsel 20 bis 30 Massen% be-
trägt,
und
- 5 - weitere monofunktionelle Monomere, welche über zusätzliche nicht vinyli-
sche funktionelle Gruppen verfügen, in einer Menge von 10 bis 30 Massen% in der Mikro-
kapsel enthalten sind.

10 Unter C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure werden allgemein nicht
nur die reinen Alkylester verstanden, sondern auch modifizierte Verbindungen, wie
Alkylamide der Acrylsäure oder Vinylalkylether. Nichtabschließende Beispiele sind:
tert.-Butylacrylamid und Acrylamid.

15 Weiter werden unter bi- oder polyfunktionellen Monomeren Stoffe verstanden, die über
mehr als eine radikalisch polymerisierbare Gruppe verfügen und so die bei der Polyme-
risation wachsenden Polymerketten miteinander zu einem dreidimensionalen Netzwerk
verbinden können. Dabei können neben den polyfunktionellen Monomeren auch oli-
gomere Vernetzer eingesetzt werden.

20 Nichtabschließende Beispiele sind: Butandiolldiacrylat, Dipropylenglykoldiacrylat, He-
xandiolldiacrylat, ethoxyliertes Trimethylolpropantriacylat, Tripropylenglykoldiacrylat,
2,5-Dimethyl-2,5-hexandiolldimethacrylat, - dabei sind besonders bevorzugt: Butan-
dioldiacrylat, Pentaeritrittetraacrylat und Pentaeritrittriacylat.

25 Zu den hydrophoben Materialien, die als Kernmaterial eingesetzt werden können, zäh-
len alle Arten von Ölen, wie Pflanzenöle, tierische Öle, Mineralöle, Paraffine, Chlorpa-
raffine, Fluorkohlenwasserstoffe und andere synthetische Öle.

30 Typische und nicht abschließende Beispiele sind Sonnenblumenöl, Rapsöl, Olivenöl,
Erdnussöl, Sojaöl, Kerosin, Benzol, Toluol, Butan, Pentan, Hexan, Cyclohexan, Chloro-
form, Tetrachlorkohlenstoff, chlorierte Diphenyle und Silikonöl. Es können auch hydro-
phobe Materialien mit hohem Siedepunkt verwendet werden, z. B. Diethylphthalat, Di-
butylphthalat, Diisohexylphthalat, Dioctylphthalat, Alkyl-naphthalin, Dodecylbenzol,
Terphenyl, teilweise hydrierte Terphenyle, Ethylhexyl Palmitate, Capric/Caprylic-
Triglyceride, PPG-2 Myristyl Ether Propionate; PPG-5 Ceteth-20; C₁₂₋₁₅-Alkyl-Benzoate,
Mineral Oil (CAS: 8042-47-5); Cetearyl Ethylhexanoate; Dimethicone; Polyisobutylene
35 (z. B. BASF: Glisopal ®, Oppanol ®).

40 Das gegebenenfalls den Duft- oder Riechstoff enthaltende oder daraus bestehende
hydrophobe Material wird so gewählt, dass es sich bei Temperaturen zwischen seinem
Schmelzpunkt und dem Siedepunkt von Wasser in Wasser emulgieren lässt. Nieder-
viskose hydrophobe Materialien weisen dabei eine Brookfield-Viskosität < 5 Pa*s auf
(gemessen bei 23 °C mit einer 5er-Spindel und 20 U/s nach DIN EBN ISO 3219).

Unter einem Duft- oder Riechstoff werden alle organischen Substanzen verstanden, die eine gewünschte olfaktorische Eigenschaft aufweisen und im Wesentlichen nicht toxisch sind. Hierzu zählen u. a. alle üblicherweise in Wasch- oder Reinigungsmittelzusammensetzungen oder in der Parfümerie verwendeten Duft- oder Riechstoffe. Es kann sich um Verbindungen natürlichen, halbsynthetischen oder synthetischen Ursprungs handeln. Bevorzugte Duft- oder Riechstoffe können den Substanzklassen der Kohlenwasserstoffe, Aldehyde oder Ester zugeordnet werden. Zu den Duft- oder Riechstoffen zählen auch natürliche Extrakte und/oder Essenzen, die komplexe Gemische von Bestandteilen enthalten können, wie Orangenöl, Zitronenöl, Rosenextrakt, Lavendel, Moschus, Patschuli, Balsamessenz, Sandelholzöl, Pinienöl und Zedernöl.

Nicht einschränkende Beispiele synthetischer und halbsynthetischer Duft- oder Riechstoffe sind : 7-Acetyl-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,1,6,7-tetramethyl-naphthalin, α -Ionon, ss-Ionon, γ -Ionon, α -Isomethylionon, Methylcedrylon, Methyl-dihydrojasmonat, Methyl-1,6,10-trimethyl-2,5,9-cyclododecatrien-1-yl-ke-ton, 7-Acetyl-1,1,3,4,4,6-hexamethyl-tetralin, 4-Acetyl-6-tert-butyl-1,1-dimethyl-indan, Hydroxyphenylbutanon, Benzophenon, Methyl-ss-naphthyl-ke-ton, 6-Acetyl-1,1,2,3,3,5-hexamethyl-indan, 5-Acetyl-3-isopropyl-1,1,2,6-tetramethyl-indan, 1-Dodecanal, 4-(4-Hydroxy-4-methylpentyl)-3-cyclohexen-1-carboxaldehyd, 7-Hydroxy-3,7-dimethyloctanal, 10-Undecen-1-al, iso-Hexenyl-cyclohexyl-carboxaldehyd, Formyl-tricyclodecan, Kondensationsprodukte von Hydroxycitronellal und Methylanthranilat, Kondensationsprodukte von Hydroxycitronellal und Indol, Kondensationsprodukte von Phenyl-acetaldehyd und Indol, 2-Methyl-3-(para-tert-butylphenyl)-propionaldehyd, Ethylvanillin, Heliotropin, Hexylzimtaldehyd, Amylzimtaldehyd, 2-Methyl-2-(iso-propylphenyl)-propionaldehyd, Cumarin, Decalacton- γ , Cyclopentadecanolid, 16-Hydroxy-9-hexadecensäure-lacton, 1,3,4,6,7,8-Hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexamethylcyclopenta- γ -2-benzopyran, ss-Naphthol-methylether, Ambroxan, Dodecahydro-3a,6,6,9a,tetramethyl-naphtho[2,1b]furan, Cedrol, 5-(2,2,3-Trimethylcyclopent-3-enyl)-3-methylpentan-2-ol, 2-Ethyl-4-(2,2,3-trimethyl-3-cyclopenten-1-yl)-2-buten-1-ol, Caryophyllenalkohol, Tricyclodecenylpropionat, Tricyclodecenylacetat, Benzylsalicylat, Cedrylacetat und tert-Butyl-cyclohexylacetat.

Besonders bevorzugt sind: Hexylzimtaldehyd, 2-Methyl-3-(tert-butylphenyl)-propionaldehyd, 7-Acetyl-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,1,6,7-tetramethyl-naphthalin, Benzylsalicylat, 7-Acetyl-1,1,3,4,4,6-hexamethyl-tetralin, para-tert-butyl-cyclohexylacetat, Methyl-dihydro-jasmonat, ss-Naphthol-methylether, Methyl-ss-naphthylketon, 2-Methyl-2-(para-iso-propylphenyl)-propionaldehyd, 1,3,4,6,7,8-Hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexamethylcyclopenta- γ -2-benzopyran, Dodecahydro-3a,6,6,9a-tetramethylnaphtho[2,1b]furan, Anisaldehyd, Cumarin, Cedrol, Vanillin, Cyclopentadecanolid, Tricyclodecenylacetat und Tricyclodecenylpropionate.

Andere Duftstoffe sind ätherische Öle, Resinoide und Harze aus einer Vielzahl von

Quellen, wie Perubalsam, Olibanum Resinoid, Styrax, Labdanumharz, Muskat, Cassiaöl, Benzoinharz, Koriander und Lavandin. Weitere geeignete Duftstoffe sind: Phenylethylalkohol, Terpeneol, Linalool, Linalyl Acetat, Geraniol, Nerol, 2-(1,1-dimethylethyl)-cyclohexanolacetat, Benzylacetat und Eugenol.

5

Die Duft- oder Riechstoffe können als Reinsubstanzen oder im Gemisch untereinander eingesetzt werden. Der Duft- oder Riechstoff kann als alleiniges hydrophobes Material den Kern der Mikrokapseln bilden. Alternativ können die Mikrokapseln neben dem Duft- oder Riechstoff ein weiteres hydrophobes Material enthalten, in dem der Duft- oder Riechstoff gelöst oder dispergiert ist. So ist z. B. bei Verwendung von bei Raumtemperatur festen Duft- oder Riechstoffen der Einsatz eines bei Raumtemperatur flüssigen hydrophoben Materials als Lösung oder Dispergiermittel von Vorteil.

15

Ebenso kann zur Erhöhung der Hydrophobie eines Duft- oder Riechstoffs diesem Duft- oder Riechstoff ein weiteres hydrophobes Material beigefügt werden.

20

Vorzugsweise macht der Duft- oder Riechstoff oder das Gemisch von Duft- oder Riechstoffen 1 bis 100 Massen%, vorzugsweise 20 bis 100 Massen% des hydrophoben Kernmaterials aus. Das hydrophobe Material ist bei Temperaturen unter 100 °C, vorzugsweise bei Temperaturen unterhalb 60 °C und besonders bevorzugt bei Raumtemperatur flüssig.

25

30

35

In einer Ausführungsform der Erfindung wird die Schale der Mikrokapseln durch Polymerisation ethylenisch ungesättigter Monomere hergestellt. Die Schale wird durch Polymerisation von 30 bis 100 Massen%, vorzugsweise 30 bis 95 Massen% (jeweils bezogen auf die Gesamtmasse der Monomeren in der Schale), eines oder mehrerer C₁-C₂₄-Alkylester, bevorzugt eines oder mehrerer C₁-C₁₈-Alkylester, besonders bevorzugt eines oder mehrerer C₁-C₁₂-Alkylester und ganz besonders bevorzugt eines oder mehrerer C₁-C₄-Alkylester, der Acryl- und/oder Methacrylsäure hergestellt. Dabei handelt es sich beispielsweise um Methylacrylat, Methylmethacrylat, Ethylacrylat, Ethylmethacrylat, n-Propylacrylat, n-Propylmethacrylat, iso-Propylacrylat, iso-Propylmethacrylat, n-Butylacrylat, iso-Butylacrylat, tert-Butylacrylat, n-Butylmethacrylat, iso-Butylmethacrylat, tert-Butylmethacrylat, Cyclohexylacrylat, Cyclohexylmethacrylat, Octylacrylat, Octylmethacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Laurylacrylat, Laurylmethacrylat, Stearylacrylat und Palmitylacrylat.

40

0 bis 70 Massen%, vorzugsweise 5 bis 40 Massen%, (jeweils bezogen auf die Gesamtmasse der Monomeren in der Schale) der Schale werden von einer Mischung aus mindestens 2 bi- oder polyfunktionellen Monomeren, d. h. zwei- oder mehrfach ethylenisch ungesättigten Verbindungen, gebildet. Dies sind z. B. Acrylsäure- und Methacrylsäureester, die sich von zweiwertigen C₂-C₂₄-Alkoholen ableiten, z. B. Ethylenglycoldiacrylat, Propylenglycoldiacrylat, Ethylenglycoldimethacrylat, Propylenglycoldimethacry-

24

lat, 1,4-Butandioldiacrylat, 1,4-Butandioldimethacrylat, 1,6-Hexandioldiacrylat und 1,6-Hexandioldimethacrylat sowie Divinylbenzol, Methallylmethacrylamid, Allylmethacrylat, Allylacrylat, Methylenbisacrylamid, Trimethylolpropantriacyrat, Trimethylolpropantrimethacrylat, Pentaerythrittriallylether, Pentaerythrittetraacrylat und Pentaerythrittetramethacrylat.

0 bis 40 Massen%, vorzugsweise 0 bis 30 Massen%, der Schale können aus sonstigen Monomeren aufgebaut sein. Hierzu zählen insbesondere vinylaromatische Verbindungen, wie Styrol und α -Methylstyrol, Vinylpyridin, Vinylester von C_1 - C_{20} -Carbonsäuren, wie Vinylacetat, Vinylpropionat, Methacrylnitril, Methacrylamid, N-Methylmethacrylamid, Dimethylaminopropylmethacrylamid, Dimethylaminoethylacrylat, Dimethylaminomethacrylat, Vinylcyclohexan, Vinylchlorid, Vinylidenchlorid, 2-Hydroxypropylacrylat, Methacrylsäure und 2-Hydroxypropylmethacrylat.

Die Mikrokapseln sind durch Polymerisation des die Schale bildenden Monomers oder Monomergemisches in der Ölphase einer stabilen Öl-in-Wasser-Emulsion erhältlich, wobei die Ölphase aus dem oben genannten hydrophoben Material besteht. Vor dem Start der Polymerisation muss eine Mischung aus Monomeren und hydrophober Phase vorliegen, die wenigstens einen Duft- oder Riechstoff enthält. Dieses Herstellungsverfahren ist an sich bekannt und z. B. in der EP-A-0 457 154 beschrieben.

Der Kern der Mikrokapseln wird von dem in Wasser emulgierbaren hydrophoben Material gebildet. Das hydrophobe Material dient gleichzeitig als Lösungs- oder Dispergiermittel für das bei der Herstellung der Kapselhülle durch Polymerisation eingesetzte Monomergemisch. Die Polymerisation findet dann in der Ölphase einer stabilen Öl-in-Wasser-Emulsion statt. Diese Emulsion erhält man, indem man beispielsweise zunächst die Monomeren und einen Polymerisationsinitiator sowie gegebenenfalls einen Polymerisationsregler in dem hydrophoben Material löst und die so erhaltene Lösung in einem wässrigen Medium mit einem Emulgator und/oder Schutzkolloid emulgiert. Man kann jedoch auch zunächst die hydrophobe Phase oder Bestandteile davon in der wässrigen Phase emulgieren und dann zur Emulsion die Monomeren oder den Polymerisationsinitiator sowie die gegebenenfalls noch mit zu verwendenden Hilfsstoffe, wie Schutzkolloide oder Polymerisationsregler zugeben.

Bei einer anderen Verfahrensvariante kann man auch das hydrophobe Material und die Monomeren in Wasser emulgieren und anschließend nur noch den Polymerisationsinitiator zugeben. Da das hydrophobe Material in der Emulsion möglichst vollständig mikroverkapselt werden soll, werden vorzugsweise nur solche hydrophobe Materialien eingesetzt, deren Löslichkeit in Wasser begrenzt ist. Die Löslichkeit sollte vorzugsweise 5 Gew.-% nicht übersteigen. Für eine vollständige Verkapselung des hydrophoben Materials in der Ölphase der Öl-in-Wasser-Emulsion ist es zweckmäßig, die Monomeren entsprechend ihrer Löslichkeit im hydrophoben Material auszuwählen. Während die

45

Monomeren im Öl im Wesentlichen löslich sind, entstehen daraus bei der Polymerisation in den einzelnen Öltröpfchen Oligo- und Polymere, die weder in der Ölphase noch in der Wasserphase der Öl-in-Wasser-Emulsion löslich sind und an die Grenzfläche zwischen den Öltröpfchen und der Wasserphase wandern. Dort bilden sie im Verlauf der weiteren Polymerisation das Wandmaterial, das schließlich das hydrophobe Material als Kern der Mikrokapseln umhüllt.

Zur Ausbildung einer stabilen Öl-in-Wasser-Emulsion werden in der Regel Schutzkolloide und/oder Emulgatoren verwendet. Geeignete Schutzkolloide sind z. B. Cellulose-
10 derivate, wie Hydroxyethylcellulose, Carboxymethylcellulose und Methylcellulose, Polyvinylpyrrolidon und Copolymere des N-Vinylpyrrolidons, Polyvinylalkohole und partiell hydrolysierte Polyvinylacetate. Besonders bevorzugt sind dabei die Polyvinylalkohole. Daneben sind auch Gelatine, Gummi Arabicum, Xanthangummi, Alginate, Pectine, abgebaute Stärken und Kasein einsetzbar. Auch ionische Schutzkolloide können Ver-
15 wendung finden. Als ionische Schutzkolloide lassen sich PolyAcrylsäure, PolymethAcrylsäure, Copolymerisate aus Acrylsäure und Methacrylsäure, sulfonsäuregruppenhaltige wasserlösliche Polymere mit einem Gehalt an Sulfoethylacrylat, Sulfoethylmethacrylat oder Sulfopropylmethacrylat, sowie Polymerisate von N-(Sulfoethyl)-maleinimid, 2-Acrylamido-2-alkylsulfonsäuren, Styrolsulfonsäuren und Formaldehyd sowie Kondensate aus Phenolsulfonsäuren und Formaldehyd verwenden. Die Schutzkolloide werden
20 im Allgemeinen in Mengen von 0,1 bis 10 Massen%, bezogen auf die Wasserphase der Emulsion, zugesetzt. Die als ionische Schutzkolloide verwendeten Polymerisate haben vorzugsweise mittlere Molmassen M_w von 500 bis 1.000.000 g/mol, vorzugsweise 1.000 bis 500.000 g/mol.

25 Die Polymerisation erfolgt in der Regel in Gegenwart von Radikale bildenden Polymerisationsinitiatoren. Hierfür können alle üblichen Peroxo- und Azoverbindungen in den üblicherweise eingesetzten Mengen, z. B. von 0,1 bis 5 Massen%, bezogen auf die Masse der zu polymerisierenden Monomere, verwendet werden. Bevorzugt sind solche
30 Polymerisationsinitiatoren, die in der Ölphase oder in den Monomeren löslich sind. Beispiele dafür sind t-Butylperoxyneodecanoat, t-Butylperoxypivalat, t-Amylperoxypivalat, Dilauroylperoxid, t-Amylperoxy-2-ethylhexanoat und dergleichen.

Die Polymerisation der Öl-in-Wasser-Emulsion wird üblicherweise bei 20 bis 100 °C, vorzugsweise bei 40 bis 90 °C, durchgeführt. Üblicherweise wird die Polymerisation bei
35 Normaldruck vorgenommen, kann jedoch auch bei vermindertem oder erhöhtem Druck erfolgen, z. B. im Bereich von 0,5 bis 20 bar. Zweckmäßigerweise geht man so vor, dass man eine Mischung aus Wasser, Schutzkolloid und/oder Emulgatoren, hydrophoben Materialien, Polymerisationsinitiatoren und Monomeren mit einem schnelllaufenden Dispergator auf die gewünschte Tröpfchengröße des hydrophoben Materials emulgiert und die stabile Emulsion unter Rücksicht auf die Zerfallstemperatur des Polymerisationsinitiators erhitzt. Die Geschwindigkeit der Polymerisation kann dabei durch die
40

46

Wahl der Temperatur und der Menge des Polymerisationsinitiators in bekannter Weise gesteuert werden. Nach Erreichen der Polymerisationstemperatur setzt man die Polymerisation zweckmäßigerweise noch weitere Zeit, z. B. 2 bis 6 Stunden lang fort, um den Umsatz der Monomeren zu vervollständigen.

5

Besonders bevorzugt ist eine Arbeitsweise, bei der man während der Polymerisation die Temperatur des polymerisierenden Reaktionsgemisches kontinuierlich oder periodisch erhöht. Dies geschieht mit Hilfe eines Programms mit ansteigender Temperatur.

10

Die gesamte Polymerisationszeit kann zu diesem Zweck in zwei oder mehr Perioden unterteilt werden. Die erste Polymerisationsperiode ist durch einen langsamen Zerfall des Polymerisationsinitiators gekennzeichnet. In der zweiten Polymerisationsperiode und gegebenenfalls weiteren Polymerisationsperioden wird die Temperatur der Reaktionsmischung erhöht, um den Zerfall der Polymerisationsinitiatoren zu beschleunigen.

15

Die Temperatur kann in einem Schritt oder in mehreren Schritten oder kontinuierlich in linearer oder nichtlinearer Weise erhöht werden. Die Temperaturdifferenz zwischen dem Beginn und dem Ende der Polymerisation kann bis zu 50 °C betragen. Im Allgemeinen beträgt diese Differenz 3 bis 40 °C, vorzugsweise 3 bis 30 °C.

20

Die nach einer der vorstehend geschilderten Vorgehensweisen erhaltenen Mikrokapseldispersionen können anschließend in üblicher Weise sprühgetrocknet werden. Zur Erleichterung der Redispergierung der sprühgetrockneten Mikrokapseln können den Dispersionen vor der Sprühtrocknung gegebenenfalls zusätzliche Mengen an Emulgator und/oder Schutzkolloid zugegeben werden. Geeignete Emulgatoren beziehungsweise

25

Schutzkolloide sind die vorstehend im Zusammenhang mit der Herstellung der Mikrokapseldispersion genannten. Im Allgemeinen wird die wässrige Mikrokapseldispersion in einem Warmluftstrom zerstäubt, der im Gleich- oder Gegenstrom, vorzugsweise im Gleichstrom, mit dem Sprühnebel geführt wird. Die Eingangstemperatur des Warmluftstroms liegt üblicherweise im Bereich von 100 bis 200 °C, vorzugsweise 120 bis 160 °C, und die Ausgangstemperatur des Luftstroms liegt im Allgemeinen im Bereich von 30 bis 90 °C, vorzugsweise 60 bis 80 °C. Das Versprühen der wässrigen Mikrokapseldispersion kann beispielsweise mittels Ein- oder Mehrstoffdüsen oder über eine rotierende Scheibe erfolgen.

30

Die Abscheidung der sprühgetrockneten Mikrokapseln erfolgt normalerweise unter Verwendung von Zyklonen oder Filterabscheidern.

35

Die so erhältlichen Mikrokapseln haben vorzugsweise einen mittleren Durchmesser im Bereich von 1 bis 100 µm, besonders bevorzugt von 1 bis 50 µm und ganz besonders bevorzugt von 1 bis 30 µm.

40

Auf Grund der vorgesehenen Verwendung ergibt sich auch für das Verhältnis von Dicke der Schale zum Durchmesser der Kapsel ein bevorzugter Bereich. So ist eine Mik-

97

rokapsel bevorzugt, bei der das Verhältnis der Dicke der Schale zum Durchmesser der Mikrokapsel im Bereich von 0,0005 bis 0,2 liegt, besonders bevorzugt im Bereich von 0,005 bis 0,08 und ganz besonders bevorzugt von 0,015 bis 0,055.

- 5 Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine chemische Zusammensetzung enthaltend Mikrokapseln wie sie oben beschrieben sind. So können die flüssigen Mikrokapselzubereitungen oder sprühgetrockneten Mikrokapseln insbesondere zur Formulierung von Wasch- oder Reinigungsmitteln verwendet werden. Sie können aber auch zur Formulierung von z. B. Klebstoffen, Farben, Kosmetika, Repellents und Dis-
- 10 pensionen verwendet werden.

Besonders bevorzugt ist allerdings eine chemische Zusammensetzung, die mindestens einen Stoff enthält, der ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Tensid, Desinfektionsmittel, Farbstoff, Säure, Base, Komplexbildner, Biozid, Hydrotrop, Verdickungsmittel, Builder, Cobuilder, Enzym, Bleichmittel, Bleichaktivator, Korrosionsinhibitoren, Bleichkatalysatoren, Farbschutzadditive, Farbübertragungsinhibitoren, Vergrauungsinhibitoren, Soil-Release-Polymere, Faserschutzadditive, Silicone, Bakterizide und Konservierungsmittel, organische Lösemittel, Löslichkeitsvermittler, Auflösungsver-

15 serer und Parfüm.

20 Tenside bestehen im Allgemeinen aus einem hydrophoben und aus einem hydrophilen Teil. Dabei weist der hydrophobe Teil im Allgemeinen eine Kettenlänge von 4 bis 20 C-Atomen, vorzugsweise 6 bis 19 C-Atomen und besonders bevorzugt 8 bis 18 C-Atomen auf. Die funktionelle Einheit der hydrophoben Gruppe ist im Allgemeinen eine

25 OH-Gruppe, wobei der Alkohol verzweigt oder unverzweigt sein kann. Der hydrophile Teil besteht im Allgemeinen im Wesentlichen aus alkoxylierten Einheiten (z. B. Ethylenoxid (EO), Propylenoxid (PO) und/oder Butylenoxid (BO), wobei sich üblicherweise 2 bis 30, vorzugsweise 5 bis 20 dieser alkoxylierten Einheiten aneinanderreihen, und/oder geladenen Einheiten wie Sulfat, Sulfonat, Phosphat, Carbonsäuren, Ammonium und Amoniumoxid.

30

Beispiele für anionische Tenside sind: Carboxylate, Sulfonate, Sulfofettsäuremethylester, Sulfate, Phosphate. Beispiele für kationische Tenside sind: quartäre Ammoniumverbindungen. Beispiele für Betain-Tenside sind: Alkylbetaine. Beispiele für nichtioni-

35 sche Verbindungen sind: Alkoholalkoxylate.

Dabei wird unter einem „Carboxylat“ eine Verbindung verstanden, die mindestens eine Carboxylat-Gruppe im Molekül aufweist. Beispiele für Carboxylate, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind

40

- Seifen — z. B. Stearate, Oleate, Cocoate der Alkalimetalle oder des Ammoni-
ums,
- Ethercarboxylate — z. B. Akypo® RO 20, Akypo® RO 50, Akypo® RO 90.

Unter einem „Sulfonat“ wird eine Verbindung verstanden, die mindestens eine Sulfonat-Gruppe im Molekül aufweist. Beispiele für Sulfonate, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind

- 5 ➤ Alkylbenzolsulfonate — z. B. Lutensit® A-LBS, Lutensit® A-LBN, Lutensit® A-LBA, Marlon® AS3, Maranil® DBS,
- Alkylsulfonate — z. B. Alscoap OS-14P, BIO-TERGE® AS-40, BIO-TERGE® AS-40 CG, BIO-TERGE® AS-90 Beads, Calimulse® AOS-20, Calimulse® AOS-40, Calsoft® AOS-40, Colonial® AOS-40, Elfan® OS 46, Ifrapon® AOS
- 10 38, Ifrapon® AOS 38 P, Jeenate® AOS-40, Nikkol® OS-14, Norfox® ALPHA XL, POLYSTEP® A-18, Rhodacal® A-246L, Rhodacal® LSS-40/A,
- Sulfonierte Öle wie z.B. Türkischrotöl,
- Olefinsulfonate,
- aromatische Sulfonate — z.B. Nekal® BX, Dowfax® 2A1.

15

Dabei wird unter einem „Sulfofettsäuremethylester“ eine Verbindung verstanden, die folgende Einheit der allgemeinen Formel (I) aufweist:



- (I), bei der R 10 bis 20 C-Atome aufweist; vorzugsweise weist R 12 bis 18 und besonders bevorzugt 14 bis 16 C-Atome auf.

20

Dabei wird unter einem „Sulfat“ eine Verbindung verstanden, die mindestens eine SO₄-Gruppe im Molekül aufweist. Beispiele für Sulfate, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind

- 25 ➤ Fettalkoholsulfate wie z. B. Kokosfettalkoholsulfat (CAS 97375-27-4) — z. B. EMAL® 10G, Dispersogen® SI, Elfan® 280, Mackol® 100N,
- andere Alkoholsulfate — z. B. Emal® 71, Lanette® E,
- Kokosfettalkoholethersulfat — z. B. Emal® 20C, Latemul® E150, Sulfochem® ES-7, Texapon® ASV-70 Spec., Agnique SLES-229-F, Octosol 828, POL-
- 30 YSTEP® B-23, Unipol® 125-E, 130-E, Unipol® ES-40,
- andere Alkoholethersulfate — z. B. Avel® S-150, Avel® S 150 CG, Avel® S 150 CG N, Witcolate® D51-51, Witcolate® D51-53.

30

Unter einem „Phosphat“ wird vorliegend eine Verbindung verstanden, die mindestens eine PO₄-Gruppe im Molekül aufweist. Beispiele für Phosphate, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind

35

- Alkyletherphosphate — z. B. Maphos® 37P, Maphos® 54P, Maphos® 37T, Maphos® 210T und Maphos® 210P,
- Phosphosphate wie Lutensit A-EP,

➤ Alkylphosphate.

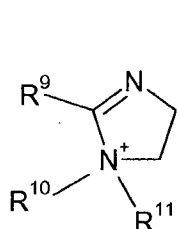
Die anionischen Tenside werden bei der Herstellung der chemischen Zusammensetzung vorzugsweise in Form von Salzen zugegeben. Geeignete Salze sind dabei z. B. Alkalimetallsalze, wie Natrium-, Kalium- und Lithiumsalze, und Ammoniumsalze, wie Hydroxyethylammonium-, Di(hydroxy-ethyl)ammonium- und Tri(hydroxyethyl)ammoniumsalze.

Unter einer „quartären Ammoniumverbindung“ wird eine Verbindung verstanden, die mindestens eine R_4N^+ -Gruppe im Molekül aufweist. Beispiele für quartäre Ammoniumverbindungen, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind

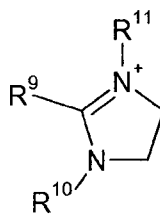
- Halogenide, Methosulfate, Sulfate und Carbonate von Kokosfett-, Talgfett- oder Cetyl/Oleyltrimethylammonium.

Als besonders geeignete kationische Tenside seien genannt:

- C_7 - C_{25} -Alkylamine;
- N,N-Dimethyl-N-(hydroxy- C_7 - C_{25} -alkyl)ammoniumsalze;
- mit Alkylierungsmitteln quaternisierte Mono- und Di-(C_7 - C_{25} -alkyl)dimethylammoniumverbindungen;
- Esterquats, insbesondere quaternäre veresterte Mono-, Di- und Trialkanolamine, die mit C_8 - C_{22} -Carbonsäuren verestert sind;
- Imidazolinquats, insbesondere 1-Alkylimidazoliniumsalze der Formeln II oder III



II



III

in denen die Variablen folgende Bedeutung haben:

- R^9 C_1 - C_{25} -Alkyl oder C_2 - C_{25} -Alkenyl;
- R^{10} C_1 - C_4 -Alkyl oder Hydroxy- C_1 - C_4 -alkyl;
- R^{11} C_1 - C_4 -Alkyl, Hydroxy- C_1 - C_4 -alkyl oder ein Rest R^1 -(CO)-X-(CH₂)_m- (X:-O- oder -NH-; m: 2 oder 3),

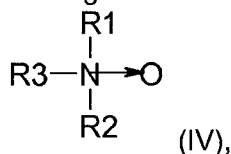
wobei mindestens ein Rest R^9 C_7 - C_{22} -Alkyl ist.

Weiterhin wird unter einem „Betain-Tensid“ eine Verbindung verstanden, die unter Anwendungsbedingungen, d. h. zum Beispiel im Falle der Textilwäsche unter Normaldruck und bei Temperaturen von Raumtemperatur bis 95°C, je mindestens eine positive und negative Ladung trägt. Ein „Alkylbetain“ ist dabei ein Betain-Tensid, das min-

SO

destens eine Alkyl-Einheit im Molekül aufweist. Beispiele für Betain-Tenside, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind

- Cocamidopropylbetain — z. B. MAFO® CAB, Amonyl® 380 BA, AMPHOSOL® CA, AMPHOSOL® CG, AMPHOSOL® CR, AMPHOSOL® HCG; AMPHOSOL® HCG-50, 5 Chembetaine® C, Chembetaine® CGF, Chembetaine® CL, Dehyton® PK, Dehyton® PK 45, Emery® 6744, Empigen® BS/F, Empigen® BS/FA, Empigen® BS/P, Genagen® CAB, Lonzaine® C, Lonzaine® CO, Mirataine® BET-C-30, Mirataine® CB, Monateric® CAB, Naxaine® C, Naxaine® CO, Norfox® CAPB, Norfox® Coco Betaine, Ralufon® 414, TEGO®-Betain CKD, TEGO® Betain E KE 1, TEGO®-Betain F, TEGO®-Betain F 50 und Aminoxide wie z.B. Alkyldimethylaminoxide, d. h. Verbindungen 10 der allgemeinen Formel (IV)

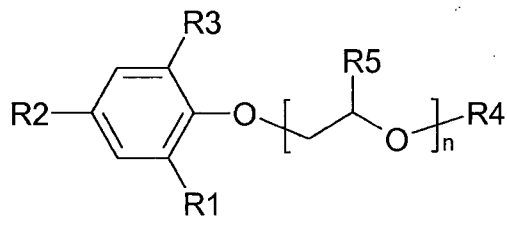


- bei denen R1, R2 und R3 unabhängig voneinander für einen aliphatischen, cyclischen oder tertiären Alkyl- od. Amidoalkyl-Rest stehen, wie z. B. Mazox® LDA, Genaminox®, 15 Aromox® 14 DW 970.

- Nichtionische Tenside sind grenzflächenaktive Stoffe mit einer ungeladenen, im neutralen pH-Bereich keine Ionenladung tragenden, polaren, hydrophilen, wasserlöslich machenden Kopfgruppe (im Unterschied zu anionischen und kationischen Tensiden), die 20 an Grenzflächen adsorbiert und oberhalb der kritischen Micellbildungskonzentration (cmc) zu neutralen Micellen aggregiert. Je nach Art der hydrophilen Kopfgruppe kann man unterscheiden zwischen (Oligo)oxyalkylen-Gruppen, insbesondere (Oligo)oxyethylen-Gruppen (Polyethylenglycol-Gruppen), wozu die Fettalkoholpolyglycolether (Fettalkoholalkoxylate), Alkylphenolpolyglycolether sowie Fettsäureethoxylate, alkoxylierte Triglyceride und Mischether (beidseitig alkylierte Polyethylenglycolether) zählen; 25 und Kohlenhydrat-Gruppen, zu denen z. B. die Alkylpolyglucoside und Fettsäure-N-methylglucamide zählen.

- Alkoholalkoxylate, basieren auf einem hydrophoben Teil mit einer Kettenlänge von 4 30 bis 20 C-Atomen, vorzugsweise 6 bis 19 C-Atomen und besonders bevorzugt 8 bis 18 C-Atomen, wobei der Alkohol verzweigt oder unverzweigt sein kann, und einem hydrophilen Teil, bei dem es sich um alkoxylierte Einheiten, z. B. Ethylenoxid (EO), Propylenoxid (PO) und/oder Butylenoxid (BuO), mit 2 bis 30 Wiederholungseinheiten handeln kann. Beispiele sind u.a. Lutensol® XP, Lutensol® XL, Lutensol® ON, Lu- 35 tensol® AT, Lutensol® A, Lutensol® AO, Lutensol® TO.

Alkoholphenolalkoxylate sind Verbindungen der allgemeinen Formel (V),



(V),

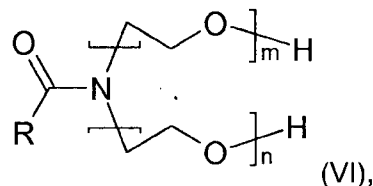
die durch Anlagerung von Alkylenoxid, vorzugsweise von Ethylenoxid an Alkylphenole hergestellt werden. Vorzugsweise ist dabei $\text{R4} = \text{H}$. Bevorzugt ist es außerdem, wenn $\text{R5} = \text{H}$ ist, - es sich somit um EO handelt; ebenso ist es bevorzugt, wenn $\text{R5} = \text{CH}_3$ ist, es sich also um PO handelt, oder, wenn $\text{R5} = \text{CH}_2\text{CH}_3$ ist und es sich um BuO handelt. Besonders bevorzugt ist außerdem eine Verbindung, in der Octyl- [($\text{R1} = \text{R3} = \text{H}$, $\text{R2} = 1,1,3,3$ -Tetramethylbutyl (Diisobutylen)], Nonyl- [($\text{R1} = \text{R3} = \text{H}$, $\text{R2} = 1,3,5$ -Trimethylhexyl (Tripropylen)], Dodecyl-, Dinonyl- oder Tributylphenolpolyglycoether (z. B. EO, PO, BuO), $\text{R}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}-(\text{EO}/\text{PO}/\text{BuO})_n$ mit $\text{R} = \text{C8}$ bis C12 und $n = 5$ bis 10 , vorliegen. Nichtabschließende Beispiele für derartige Verbindungen sind: Norfox® OP-102, Surfonic® OP-120, T-Det® O-12.

Fettsäureethoxilate sind mit unterschiedlichen Mengen Ethylenoxid (EO) nachbehandelte Fettsäureester.

15

Triglyceride sind Ester des Glycerols (Glyceride), in denen alle drei Hydroxy-Gruppen mit Fettsäuren verestert sind. Diese können mit Alkylenoxid modifiziert werden.

Fettsäurealkanolamide sind Verbindungen der allgemeinen Formel (VI)



20

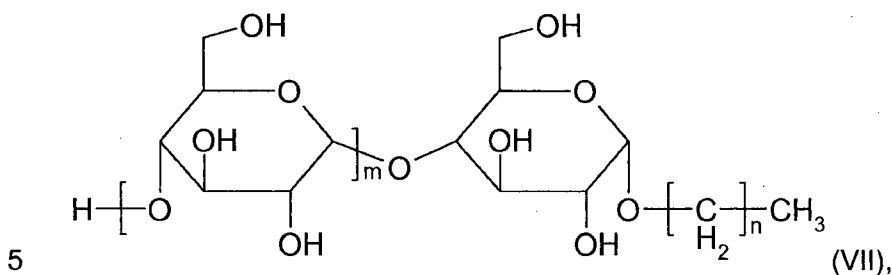
(VI),

die mindestens eine Amid-Gruppe mit einem Alkylrest R und einen oder zwei Alkoxyrest(e) aufweist, wobei R 11 bis 17 C-Atome umfasst und $1 \leq m + n \leq 5$ ist.

Alkylpolyglycoside sind Gemische aus Alkylmonoglucosid (Alkyl- α -D- und - β -D-glucopyranosid sowie geringen Anteilen -glucofuranosid), Alkyldiglucosiden (-isomaltosiden, -maltosiden und anderen) und Alkyloligoglucosiden (-maltotriosiden, -tetraosiden und

25

anderen). Alkylpolyglycoside sind unter anderem durch sauer katalysierte Reaktion (Fischer-Reaktion) aus Glucose (oder Stärke) oder aus n-Butylglucosiden mit Fettalkoholen zugänglich. Alkylpolyglycoside entsprechen der allgemeinen Formel (VII)



in der

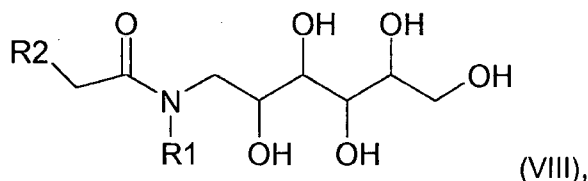
$m = 0$ bis 3 und

$n = 4$ bis 20 ist.

Ein Beispiel ist Lutensol® GD70.

10

In der Gruppe nichtionischer N-alkylierter, vorzugsweise N-methylierter, Fettsäureamide der allgemeinen Formel (VIII)



15 steht R1 für einen n-C₁₂-Alkyl-Rest, R2 für einen Alkyl-Rest mit 1 bis 8 C-Atomen. R2 ist vorzugsweise Methyl.

Eine Zusammensetzung wie beschrieben, die außerdem mindestens ein Desinfektionsmittel enthält, ist besonders bevorzugt. Dabei liegt das mindestens eine Desinfektionsmittel in einer (Gesamt-)Menge von 0,1 bis 20 Massen%, vorzugsweise von 1 bis 20 10 Massen% in der Zusammensetzung vor.

Desinfektionsmittel können sein: Oxidationsmittel, Halogene wie Chlor und Iod und diese freisetzende Stoffe, Alkohole wie Ethanol, 1- Propanol und 2-Propanol, Aldehyde, Phenole, Ethylenoxid, Chlorhexidin und Mecetroniummetilsulfat.

25

Der Vorteil der Verwendung von Desinfektionsmitteln besteht darin, dass sich Krankheitserreger auf der behandelten Oberfläche kaum verbreiten können. Krankheitserreger können sein: Bakterien, Sporen, Pilze und Viren.

- 5 Farbstoffe können neben anderen sein: Acid Blue 9, Acid Yellow 3, Acid Yellow 23, Acid Yellow 73, Pigment Yellow 101, Acid Green 1, Acid Green 25.

Bevorzugt ist eine Zusammensetzung, bei der der mindestens eine Farbstoff in einer (Gesamt-)Menge von 0,1 bis 20 Massen%, besonders bevorzugt von 1 bis 10 Massen% vorliegt.

Säuren sind Verbindungen die vorteilhaft zum Beispiel zum Lösen von bzw. zur Verhinderung von Kalkablagerungen verwendet werden. Beispiele für Säuren sind Ameisensäure, Essigsäure, Citronensäure, Salzsäure, Schwefelsäure und Sulfonsäure.

Basen sind Verbindungen, die vorteilhaft für das Einstellen des günstigen pH-Wertbereiches für Komplexbildner verwendet werden können. Beispiele für Basen, die erfindungsgemäß verwendet werden können, sind: NaOH, KOH und Aminethanol.

20 Als anorganische Builder eignen sich insbesondere:

- Kristalline und amorphe Alumosilikate mit ionenaustauschenden Eigenschaften, wie vor allem Zeolithe: Verschiedene Typen von Zeolithen sind geeignet, insbesondere die Zeolithe A, X, B, P, MAP und HS in ihrer Na-Form oder in Formen, in denen Na teilweise gegen andere Kationen wie Li, K, Ca, Mg oder Ammonium ausgetauscht ist;
- Kristalline Silikate, wie insbesondere Disilikate und Schichtsilikate, z.B. δ - und β - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$. Die Silikate können in Form ihrer Alkalimetall-, Erdalkalimetall- oder Ammoniumsalze eingesetzt werden, bevorzugt sind die Na-, Li- und Mg-Silikate;
- Amorphe Silikate, wie Natriummetasilikat und amorphes Disilikat;
- Carbonate und Hydrogencarbonate: Diese können in Form ihrer Alkalimetall-, Erdalkalimetall- oder Ammoniumsalze eingesetzt werden. Bevorzugt sind Na-, Li- und Mg-Carbonate und -Hydrogencarbonate, insbesondere Natriumcarbonat und/oder Natriumhydrogencarbonat; sowie
- Polyphosphate, wie Pentanatriumtriphosphat.

35 Als oligomere und polymere Cobuilder eignen sich:
Oligomere und polymere Carbonsäuren, wie Homopolymere von Acrylsäure und Asparaginsäure, Oligomaleinsäuren, Copolymere der Maleinsäure mit Acrylsäure, Methacrylsäure oder C_2 - C_{22} -Olefinen, z.B. Isobuten oder langkettigen α -Olefinen, Vinyl- C_1 - C_8 -alkylether, Vinylacetat, Vinylpropionat, (Meth)Acrylsäureester von C_1 - C_8 -Alkoholen und Styrol. Bevorzugt sind die Homopolymere der Acrylsäure und Copolymere von Acryl-

40

säure mit Maleinsäure. Die oligomeren und polymeren Carbonsäuren werden in Säureform oder als Natriumsalz eingesetzt

- 5 Komplexbildner sind Verbindungen, die Kationen zu binden vermögen. Dies kann genutzt werden, um die Härte des Wassers zu verringern und um störende Schwermetallionen auszufällen. Beispiele für Komplexbildner sind NTA, EDTA, MGDA, DTPA, DTPMP, IDS, HEDP, β -ADA, GLDA, Zitronensäure, Oxidibernsteinsäure und Butantetracarbonsäure. Der Vorteil des Einsatzes dieser Verbindungen liegt darin, dass viele
- 10 reinigungsaktive Verbindungen in weichem Wasser bessere Wirkung erzielen; außerdem kann durch Verringerung der Wasserhärte das Auftreten von Kalkablagerungen nach der Reinigung vermieden werden. Durch Verwendung dieser Verbindungen entfällt somit die Notwendigkeit des Trocknens einer gereinigten Oberfläche. Dies ist vom Arbeitsablauf her vorteilhaft und insbesondere deshalb erstrebenswert, da auf diese Weise die zur Konservierung aufgebrachte erfindungsgemäße Zusammensetzung
- 15 nicht teilweise wieder entfernt wird. Im Falle der Behandlung von Textilien bleiben die Fasern beweglicher, so dass sich ein besseres Tragegefühl einstellt.

Geeignete Vergrauungsinhibitoren sind beispielsweise Carboxymethylcellulose und Pfpfpolymere von Vinylacetat auf Polyethylenglykol.

- 20 Geeignete Bleichmittel sind beispielsweise Addukte von Wasserstoffperoxid an anorganische Salze, wie Natriumperborat-Monohydrat, Natriumperborat-Tetrahydrat und Natriumcarbonat-Perhydrat, und Percarbonsäuren, wie Phthalimidopercapronsäure.
- 25 Als Bleichaktivatoren eignen sich z.B. N,N,N',N'-Tetraacetylenylendiamin (TAED), Natrium-p-nonanoyloxybenzolsulfonat und N-Methylmorpholiniumacetonitrilmethyl-sulfat.

Geeignete Enzyme sind beispielsweise Proteasen, Lipasen, Amylasen, Cellulasen, Mannanasen, Oxidasen und Peroxidasen.

- 30 Als Farbübertragungsinhibitoren geeignet sind beispielsweise Homo-, Co- und Pfpfpolymere von 1-Vinylpyrrolidon, 1-Vinylimidazol oder 4-Vinylpyridin-N-oxid. Auch mit Chloressigsäure umgesetzte Homo- und Copolymere des 4-Vinylpyridins eignen sich als Farbübertragungsinhibitoren.

- 35 Biozide sind Verbindungen, die Bakterien abtöten. Ein Beispiel für ein Biozid ist Glutaraldehyd. Der Vorteil der Verwendung von Bioziden liegt darin, dass sie der Verbreitung von Krankheitserregern entgegenwirken.

- 40 Hydrotrope sind Verbindungen, die die Löslichkeit des Tensides / der Tenside in der chemischen Zusammensetzung verbessern. Ein Beispiel für ein Hydrotrop ist: Cumolsulfonat.

Verdickungsmittel sind Verbindungen, die die Viskosität der chemischen Zusammensetzung erhöhen. Nichteinschränkende Beispiele für Verdickungsmittel sind: Polyacrylate und hydrophob modifizierte Polyacrylate. Der Vorteil der Verwendung von Verdickungsmitteln liegt darin, dass Flüssigkeiten mit höherer Viskosität auf geneigten oder vertikalen Oberflächen eine höhere Verweilzeit aufweisen als Flüssigkeiten mit niedrigerer Viskosität. Dies erhöht die Wechselwirkungszeit zwischen Zusammensetzung und zu reinigender Oberfläche.

10 Die Verwendung der erfindungsgemäßen Mikrokapseln zur Herstellung der erfindungsgemäßen chemischen Zusammensetzung bildet einen weiteren Gegenstand der Erfindung.

15 Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von erfindungsgemäßen Mikrokapseln zur Behandlung von Oberflächen. Bevorzugt ist dabei eine Verwendung, bei der die zu behandelnde Oberfläche ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Fasern, Vliesen, Schaumstoffen, Fliesen, Kacheln, Marmor, Keramik, Beton, Kunststoff, Metall, Email, Glas. Besonders bevorzugt ist eine Verwendung, bei der der zu behandelnde Gegenstand ein Textil ist.

20 Daher ist auch die Verwendung von erfindungsgemäßen Mikrokapseln und insbesondere die Verwendung einer chemischen Zusammensetzung enthaltend erfindungsgemäße Mikrokapseln in der Textilwäsche ein besonders bevorzugter Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

25 Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Gegenstand, der erfindungsgemäße Mikrokapseln aufweist und bevorzugt ist ein Gegenstand der die erfindungsgemäßen Mikrokapseln auf seiner Oberfläche aufweist.

30 Als Gegenstand geeignet ist dabei jeder Körper, bei dem es gewünscht ist, dass er bei Berührung, d.h. bei Druckbelastung einen bestimmten Geruch abgibt. Nichtabschließende Beispiele sind: Verpackungsmaterial aller Art wie Karton, Folie, Klebstoff, Klebeetiketten, Reinigungstücher, Vliese, Lederprodukte, Farben und Lacke, Kosmetikprodukte, jegliche Art von Behältern, insbesondere solchen, die Lebensmittel oder
35 Kosmetika enthalten, Glas, Kunststoffteilen, Autos usw.

Die Erfindung wird im Folgenden durch Beispiele weiter beschrieben:

40 Beispiele

56

Beispiel 1 - Vergleichsbeispiel:

Nur bifunktioneller Vernetzer: 1,4-Butandioldiacrylat

In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch

5 aus Wasserphase

409,45 g	Wasser
416,5 g	Polyvinylalkohol [Mowiol® 40 / 88 (10% in Wasser)]
1,91 g	NaNO ₂

10

und Ölphase

46,2 g	Methylmethacrylat
44,55 g	1,4-Butandioldiacrylat
15 9,25 g	Dimethylaminoethylmethacrylat
1,55g	2-Ethylthioglykonat
100 g	Citral (CAS-Nr. 5392-40-5)
300 g	Weißöl (CAS-Nr. 8042-47-5)

20 gegeben (Gesamtmenge 1362,5 g)

Die Mischung wurde 40 Minuten bei Raumtemperatur mit einer Drehzahl von 3500 UpM dispergiert und dann in einen mit einem Ankerrührer ausgestatteten 2 l-Kessel umgefüllt. Es wurden 1,33 g tert-Butylperpivalat (75 %ige Lösung in Isododecan) und zum Spülen 1,15 g Wasser zugegeben und der Kessel innerhalb von 1 Stunde auf 70 °C aufgeheizt. Der Kesselinhalt wurde anschließend über 1 Stunde auf 85 °C erwärmt, und danach bei dieser Temperatur 1 Stunde gehalten. Es wurden 4,89 g einer 10%igen wässrigen Lösung von tert-Butylhydroperoxid zugegeben und der Kessel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,27 g Ascorbinsäure in 25,4 g Wasser zudosiert wurde. Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 37,6%, mit einer mittleren Teilchengröße von 2,179 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

Beispiel 2 – Vergleichsbeispiel:

35 Nur tetrafunktioneller Vernetzer: Pentaerythrit-tetracrylat

In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch

aus Wasserphase

40 409,45 g Wasser

sel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,14 g Ascorbinsäure in 20 g Wasser zudosiert wurde.

Die so hergestellte Dispersion wurde zur Stabilisierung mit 0,65g Acticide MBS und 0,72 Actizide MV versetzt. Zur Einstellung der Rheologie wurden 6,7 g eines Verdickers (Viscalex HV 30®) hinzugegeben und der pH-Wert durch Zugabe von Natronlauge (17%ig) auf pH=8 eingestellt.

Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 37,6%, mit einer mittleren Teilchengröße von 5,567 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

10

Beispiel 6:

In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch

15 aus Wasserphase

592 g	Wasser
190 g	modifizierte Cellulose [Culminal MHPC 100 (5% in Wasser)]
47,5 g	Polyvinylalkohol [Mowiol® 15 / 79 (10% in Wasser)]
20 2,1 g	NaNO ₂

und Ölphase

55,0 g	Methylmethacrylat
25 33 g	1,4-Butandioldiacrylat
11 g	Dimethylaminoethylmethacrylat
11 g	Pentaerythrit-triacrylat
1,7g	2-Ethylthioglykonat
110 g	Duftstoffmischung für Wasch- und Reinigungsmittel
30 330 g	Weißöl (CAS-Nr. 8042-47-5)

gegeben (Gesamtmenge 1431,68 g).

Die Mischung wurde 40 Minuten bei Raumtemperatur mit einer Drehzahl von 3500 UpM dispergiert und dann in einen mit einem Ankerrührer ausgestatteten 2 l-Kessel umgefüllt. Es wurden 1,46 g tert-Butylperpivalat (75 %ige Lösung in Isododecan) und zum Spülen 1,26 g Wasser zugegeben und der Kessel innerhalb von 1 Stunde auf 70 °C aufgeheizt. Der Kesselinhalt wurde anschließend über 1 Stunde auf 85 °C erwärmt, und danach bei dieser Temperatur 1 Stunde gehalten. Anschließend wurden 5,38 g einer 10%igen wässrigen Lösung von tert-Butylhydroperoxid zugegeben und der Kessel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,3 g Ascorbinsäure in 28 g Wasser zudosiert wurde.

Die so hergestellte Dispersion wurde zur Stabilisierung mit 0,65g Acticide MBS und 0,72 Actizide MV versetzt. Zur Einstellung der Rheologie wurden 6,7 g eines Verdickers (Viscalex HV 30®) hinzugegeben und der pH-Wert durch Zugabe von Natronlauge (17%ig) auf pH=8 eingestellt.

- 5 Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 36,8%, mit einer mittleren Teilchengröße von 5,448 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

Beispiel 7:

10

In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch aus Wasserphase

- 15 216,62 g Wasser
- 95,15 g modifizierte Cellulose [Culminal MHPC 100 (5% in Wasser)]
- 23,65 g Polyvinylalkohol [Mowiol® 15 / 79 (10% in Wasser)]
- 1,1 g NaNO₂

20 und Ölphase

- 22,0 g Methylmethacrylat
- 16,5 g 1,4-Butandioldiacrylat
- 1,1 g Methacrylsäure
- 25 5,5 g Pentaerythrit-triacrylat
- 55 g Duftstoffmischung für Wasch- und Reinigungsmittel
- 165 g Weißöl (CAS-Nr. 8042-47-5)

gegeben (Gesamtmenge 629,14 g).

30

Die Mischung wurde 40 Minuten bei Raumtemperatur mit einer Drehzahl von 3500 UpM dispergiert und dann in einen mit einem Ankerrührer ausgestatteten 2 l-Kessel umgefüllt. Es wurden 0,73 g tert-Butylperpivalat (75 %ige Lösung in Isododecan) und zum Spülen 1 g Wasser zugegeben und der Kessel innerhalb von 1 Stunde auf 70 °C aufgeheizt. Der Kesselinhalt wurde anschließend über 1 Stunde auf 85 °C erwärmt, und danach bei dieser Temperatur 1 Stunde gehalten. Anschließend wurden 2,75 g einer 10%igen wässrigen Lösung von tert-Butylhydroperoxid zugegeben und der Kessel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,14 g Ascorbinsäure in 14 g Wasser zudosiert wurde.

- 35
- 40 Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 41,1%, mit einer mittleren Teilchengröße von 2,264 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

Beispiel 8:

5 In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch aus Wasserphase

- | | | |
|----|----------|---|
| | 427,12 g | Wasser |
| | 138,4 g | modifizierte Cellulose [Culminal MHPC 100 (5% in Wasser)] |
| 10 | 34,4 g | Polyvinylalkohol [Mowiol® 15 / 79 (10% in Wasser)] |
| | 1,53 g | NaNO ₂ |

und Ölphase

- | | | |
|----|--------|---|
| 15 | 40,0 g | Methylmethacrylat |
| | 24 g | 1,4-Butandioldiacrylat |
| | 8 g | Diethylaminomethylmethacrylat |
| | 8 g | Pentaerythrit-triacrylat |
| | 1,24 g | 2-Ethylhexylthioglykolat |
| 20 | 80 g | Duftstoffmischung für Wasch- und Reinigungsmittel |
| | 240 g | Weißöl (CAS-Nr. 8042-47-5) |

gegeben (Gesamtmenge 1003g).

- 25 Die Mischung wurde 40 Minuten bei Raumtemperatur mit einer Drehzahl von 3500 UpM dispergiert und dann in einen mit einem Ankerrührer ausgestatteten 2 l-Kessel umgefüllt. Es wurden 0,8 g tert.-Butylperneodecanoat und zum Spülen 1 g Wasser zugegeben und der Kessel innerhalb von 1 Stunde auf 50 °C aufgeheizt. Der Kesselinhalt wurde anschließend über 1 Stunde auf 70 °C erwärmt, und danach bei dieser
- 30 Temperatur 1 Stunde gehalten. Anschließend wurden 3,91 g einer 10%igen wässrigen Lösung von tert-Butylhydroperoxid zugegeben und der Kessel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,22 g Ascorbinsäure in 25 g Wasser zudosiert wurde.
- 35 Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 33,6%, mit einer mittleren Teilchengröße von 2,27 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

Beispiel 9:

40 In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch

- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 5 hasta 50% en masa en la microcápsula,
- contiene dos o tres monómeros bi- o poli-funcionales,
- la cantidad de monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 10 hasta 40% en masa en la microcápsula,
y
- y están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 5 a 35% en masa.

Se prefiere muy especialmente una microcápsula en la que de forma independiente entre sí,

- el material hidrófobo, que es por lo menos uno, está seleccionado de entre el grupo constituido por: aceite vegetal, aceite de origen animal y aceite mineral,
- la sustancia aromática u olorosa, que es por lo menos una, está seleccionada de entre el grupo constituido por: sustancias aromáticas u olorosas naturales, sustancias aromáticas u olorosas sintéticas y sustancias aromáticas u olorosas semisintéticas,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 35 hasta 60% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C_1-C_6 del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 20 hasta 40% en masa en la microcápsula,
- contiene dos monómeros bi- o poli-funcionales diferentes,
- la cantidad de monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 20 hasta 30% en masa en la microcápsula,
y
- están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 10 a 30% en masa en la microcápsula.

Por éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico generalmente no sólo se entienden los ésteres alquílicos puros, sino también compuestos

modificados, como alquilamidas del ácido acrílico o éteres vinilalquílicos. Ejemplos no concluyentes son: *ter*-butilacrilamida y acrilamida.

Además, por monómeros bi- o poli-funcionales se entienden sustancias que disponen de más de un grupo polimerizable por radicales libres y así pueden conectar entre sí las cadenas poliméricas crecientes por la polimerización para formar una estructura de red tridimensional. Aquí, además de los monómeros polifuncionales pueden usarse también reticulantes oligoméricos.

Ejemplos no concluyentes son: diacrilato de butanodiol, diacrilato de dipropilenglicol, diacrilato de hexanodiol, triacrilato de trimetilolpropano etoxilado, diacrilato de tripropilenglicol, dimetacrilato de 2,5-dimetil-2,5-hexanodiol, siendo particularmente preferidos: diacrilato de butanodiol, tetraacrilato de pentaeritritol y triacrilato de pentaeritritol.

A los materiales hidrófobos que pueden usarse como material del núcleo pertenecen todos los tipos de aceites, como aceites vegetales, aceites de origen animal, aceites minerales, parafinas, cloroparafinas, hidrocarburos fluorados y otros aceites sintéticos.

Ejemplos típicos y no concluyentes son: aceite de girasol, aceite de colza, aceite de oliva, aceite de maní, aceite de soja, queroseno, benceno, tolueno, butano, pentano, hexano, ciclohexano, cloroformo, tetracloruro de carbono, bifenilos clorados y aceite de silicona. También pueden usarse materiales hidrófobos con alto punto de ebullición, por ejemplo, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo, ftalato de diisohexilo, ftalato de dioctilo, alquilnaftaleno, dodecibenceno, terfenilo, terfenilos parcialmente hidrogenados, palmitatos de etilhexilo, triglicéridos cáprico/caprilícos, propionatos de éter miristílico de PPG-2; PPG-5 Cetet-20; benzoatos de alquilo-C₁₂₋₁₅, aceite mineral (CAS: 8042-47-5); etilhexanoatos de cetearilo; dimeticonas; poliisobutilenos (por ejemplo, de BASF: Glisopal[®], Oppanol[®]).

El material hidrófobo que, dado el caso, contiene la sustancia aromática u olorosa o está constituido por ella, se selecciona de tal manera que pueda emulsionarse en agua a temperaturas de entre su punto de fusión y el punto de ebullición del agua. Materiales hidrófobos de baja viscosidad aquí presentan una viscosidad de Brookfield < 5 Pa*s (medida a 23 °C con un huso 5 y 20 revoluciones/s según DIN EBN ISO 3219).

Por sustancia aromática u olorosa se entienden todas las sustancias orgánicas que presenten una propiedad olfatoria deseada y sustancialmente no sean tóxicas. A estas pertenecen, entre otras, todas las sustancias aromáticas u olorosas usadas

habitualmente en composiciones de agentes de lavado o de limpieza o en la perfumería. Puede tratarse de compuestos de origen natural, semisintético o sintético. Las sustancias aromáticas u olorosas preferidas pueden pertenecer a las clases de sustancias de los hidrocarburos, los aldehídos o de los ésteres. A las sustancias aromáticas u olorosas también pertenecen extractos y/o esencias naturales, que pueden contener mezclas complejas de componentes, como aceite de naranja, aceite de limón, extracto de rosas, lavanda, almizcle, pachuli, esencia balsámica, aceite de madera de sándalo, aceite de pino y aceite de cedro.

Ejemplos no limitativos de sustancias aromáticas u olorosas sintéticas y semisintéticas son: 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametil-naftaleno, α -ionona, ss-ionona, y-ionona, α -isometilionona, metilcedriona, dihidrojazmonato de metilo, metil-1,6,10-trimetil-2,5,9-ciclododecatrien-1-il-cetona, 7-acetil-1,1,3,4,4,6-hexametil-tetralina, 4-acetil-6-ter-butil-1,1-dimetil-indano, hidroxifenilbutanona, benzofenona, metil-ss-naftil-cetona, 6-acetil-1,1,2,3,3,5-hexametil-indano, 5-acetil-3-isopropil-1,1,2,6-tetrametil-indano, 1-Dodecanal, 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexen-1-carboxaldehído, 7-hidroxi-3,7-dimetiloctanal, 10-undecen-1-al, iso-hexenil-ciclohexil-carboxaldehído, formil-triciclododecano, productos de condensación de hidroxicitronelal y antranilato de metilo, productos de condensación de hidroxicitronelal e indol, productos de condensación de fenil-acetaldehído e indol, 2-metil-3-(para-ter-butilfenil)-propionaldehído, etilvainillina, heliotropina, aldehído hexilcinámico, aldehído amilcinámico, 2-metil-2-(iso-propilfenil)-propionaldehído, cumarina, decalactona-y, ciclopentadecanolida, lactona de ácido 16-hidroxi-9-hexadecenoico, 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-y-2-benzopirano, éter metil-ss-naftólico, ambroxano, dodecahidro-3a,6,6,9a,tetrametil-nafto[2,1b]furano, cedrol, 5-(2,2,3-trimetilciclopent-3-enil)-3-metilpentan-2-ol, 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol, alcohol cariofilénico, propionato de triciclodecenilo, acetato de triciclodecenilo, salicilato de bencilo, acetato de cedrilo y acetato de ter-butil-ciclohexilo.

Se prefieren especialmente: aldehído hexilcinámico, 2-metil-3-(ter-butilfenil)-propionaldehído, 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametil-naftaleno, salicilato de bencilo, 7-acetil-1,1,3,4,4,6-hexametil-tetralina, acetato de para-ter-butil-ciclohexilo, dihidrojazmonato de metilo, éter metil-ss-naftólico, metil-ss-naftilcetona, 2-metil-2-(para-iso-propilfenil)-propionaldehído, 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-y-2-benzopirano, dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto[2,1b]furano, anis-

aldehído, cumarina, cedrol, vainillina, ciclopentadecanolida, acetato de triciclodecenilo y propionatos de triciclodecenilo.

Otras sustancias aromáticas son aceites etéreos, resinoides y resinas de un gran número de fuentes, como bálsamo del Perú, resinoide de olíbano, benjuí, resina de Labdanum, nuez moscada, aceite de Cassia, resina benzoína, coriandro y esencia de lavanda. Otras sustancias aromáticas apropiadas son: alcohol feniletílico, terpineol, linalool, acetato de linalilo, geraniol, nerol, acetato de 2-(1,1-dimetiletil)-ciclohexanol, acetato de bencilo y eugenol.

Las sustancias aromáticas u olorosas pueden usarse como sustancias puras o en mezcla unas con otras. La sustancia aromática u olorosa puede formar el núcleo de las microcápsulas como único material hidrófobo. Alternativamente, las microcápsulas, además de la sustancia aromática u olorosa puede contener otro material hidrófobo en el que esté disuelta o dispersada la sustancia aromática u olorosa. Así, por ejemplo, cuando se usan sustancias aromáticas u olorosas que a temperatura ambiente son sólidas, es conveniente el uso de un material hidrófobo que a temperatura ambiente sea líquido, como disolvente o dispersante.

Igualmente puede añadirse otro material hidrófobo para aumentar la hidrofobicidad de una sustancia aromática u olorosa.

Preferentemente, la proporción de la sustancia aromática u olorosa o de la mezcla de sustancias aromáticas u olorosas asciende a 1 hasta 100% en masa, preferentemente a 20 hasta 100% en masa del material hidrófobo del núcleo. El material hidrófobo es líquido a temperaturas menores de 100 °C, preferentemente a temperaturas menores de 60 °C y de especial preferencia, a temperatura ambiente.

En una realización de la invención, se produce la envoltura de las microcápsulas por polimerización de monómeros insaturados de forma etilénica. La envoltura se produce por polimerización de 30 a 100% en masa, preferentemente de 30 a 95% en masa (cada vez respecto a la masa total de los monómeros en la envoltura), de uno o varios éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} , preferentemente de uno o varios éster(es) alquílico(s) C_1-C_{18} , de especial preferencia, de uno o varios éster(es) alquílico(s) C_1-C_{12} y de muy especial preferencia, de uno o varios éster(es) alquílico(s) C_1-C_4 , del ácido acrílico y/o metacrílico. Aquí, por ejemplo se trata de acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilato de etilo, metacrilato de etilo, acrilato de n-propilo, metacrilato de n-propilo, acrilato de iso-propilo, metacrilato de iso-propilo, acrilato de n-butilo, metacrilato de n-butilo, acrilato de *ter*-butilo, metacrilato de n-butilo, metacrilato de iso-butilo, metacrilato de *ter*-butilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclohexilo,

75

acrilato de octilo, metacrilato de octilo, acrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato de laurilo, metacrilato de laurilo, acrilato de estearilo y acrilato de palmitilo.

De 0 a 70% en masa, preferentemente de 5 a 40% en masa (cada uno respecto a la masa total de monómeros en la envoltura) de la envoltura están formados por una mezcla de por lo menos 2 monómeros bi- o poli-funcionales, es decir, compuestos di- o poli-insaturados de forma etilénica. Éstos son, por ejemplo ésteres de ácido acrílico y ácido metacrílico que se derivan de alcoholes dihidroxílicos C_2-C_{24} , por ejemplo, diacrilato de etilenglicol, diacrilato de propilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de propilenglicol, diacrilato de 1,4-butanodiol, dimetacrilato de 1,4-butanodiol, diacrilato de 1,6-hexanodiol y dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, así como divinilbenceno, metilmetacrilamida, metacrilato de alilo, acrilato de alilo, metilenbisacrilamida, triacrilato de trimetilolpropano, trimetacrilato de trimetilolpropano, éter trialílico de pentaeritritol, tetraacrilato de pentaeritritol y tetrametacrilato de pentaeritritol.

De 0 a 40% en masa, preferentemente de 0 a 30% en masa de la envoltura pueden estar sintetizados a partir de otros monómeros. A éstos pertenecen particularmente compuestos vinilaromáticos, como estireno y α -metilestireno, vinilpiridina, ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos C_1-C_{20} , como acetato de vinilo, propionato de vinilo, metacrilonitrilo, metacrilamida, N-metilmetacrilamida, dimetilaminopropilmetacrilamida, acrilato de dimetilaminoetilo, dimetilaminometacrilato, vinilciclohexano, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, acrilato de 2-hidroxipropilo, ácido metacrílico y metacrilato de 2-hidroxipropilo.

Las microcápsulas pueden obtenerse por polimerización de los monómeros o de la mezcla de monómeros que forman la envoltura en la fase oleosa de una emulsión estable de aceite en agua, estando constituida la fase oleosa por el material hidrófobo antedicho. Antes del comienzo de la polimerización debe estar presente una mezcla de monómeros y fase hidrófoba que contiene por lo menos una sustancia aromática u olorosa. Este procedimiento de preparación es en sí conocido y está descrito por ejemplo en el documento EP-A-0 457 154.

El núcleo de las microcápsulas está constituido por el material hidrófobo emulsionable en agua. El material hidrófobo al mismo tiempo sirve como disolvente o medio dispersante para la mezcla de monómeros usada para producir la envoltura de la cápsula por polimerización. La polimerización entonces tiene lugar en la fase oleosa de una emulsión estable de aceite en agua. Esta emulsión se obtiene, por ejemplo,

disolviendo en primer lugar los monómeros y un iniciador de polimerización, así como, dado el caso, un regulador de polimerización en el material hidrófobo y emulsionando la solución así obtenida en un medio acuoso con un emulgente y/o un coloide protector. Pero también puede emulsionarse en primer lugar la fase hidrófoba o componentes de ésta en la fase acuosa y luego añadir a la emulsión los monómeros o el iniciador de polimerización, así como los coadyuvantes que, dado el caso, se han de usar adicionalmente, como coloides protectores o reguladores de polimerización.

En otra variante de procedimiento también pueden emulsionarse en agua el material hidrófobo y los monómeros y, a continuación, añadir ya sólo el iniciador de polimerización. Como el material hidrófobo debe microencapsularse lo más completamente posible en la emulsión, preferentemente se usan sólo aquellos materiales hidrófobos cuya solubilidad en agua sea limitada. La solubilidad preferentemente no debería superar 5% en peso. Para una encapsulación completa del material hidrófobo en la fase oleosa de la emulsión de aceite en agua es recomendable seleccionar los monómeros según su solubilidad en el material hidrófobo. Mientras que los monómeros sean sustancialmente solubles en el aceite, durante la polimerización, en las gotitas individuales de aceite se forman oligómeros y polímeros que no son solubles ni en la fase oleosa ni en la fase acuosa de la emulsión de aceite en agua y migran hacia la fase limitante entre las gotitas de aceite y la fase acuosa. Allí, en el transcurso de la siguiente polimerización forman el material de pared que finalmente envuelve el material hidrófobo como núcleo de las microcápsulas.

Para la formación de una emulsión estable de aceite en agua, normalmente se usan coloides protectores y/o emulgentes. Coloides protectores apropiados son, por ejemplo, derivados de celulosa, como hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa y metilcelulosa, polivinilpirrolidona y copolímeros de la N-vinilpirrolidona, alcoholes polivinílicos y acetatos de polivinilo parcialmente hidrolizados. Aquí se prefieren particularmente los alcoholes polivinílicos. Además, también pueden usarse gelatina, goma arábica, goma xantano, alginatos, pectinas, almidones degradados y caseína. También pueden usarse coloides protectores iónicos. Como coloides protectores iónicos pueden usarse ácido poliacrílico, ácido polimetacrílico, copolímeros a partir de ácido acrílico y ácido metacrílico, polímeros hidrosolubles que contienen grupos de ácido sulfónico con un contenido de acrilato de sulfoetilo, metacrilato de sulfoetilo o metacrilato de sulfopropilo, así como polímeros de N-(sulfoetil)-maleinimida, ácidos 2-acrilamido-2-alquilsulfónicos, ácidos estirensulfónicos y formaldehído, así como

condensados de ácidos fenolsulfónicos y formaldehído. Los coloides protectores generalmente se añaden en cantidades de 0,1 a 10% en masa, respecto a la fase acuosa de la emulsión. Los polímeros usados como coloides protectores iónicos preferentemente tienen masas molares M_w medias de 500 a 1.000.000 g/mol, preferentemente de 1.000 a 500.000 g/mol.

La polimerización normalmente se lleva a cabo en presencia de iniciadores de polimerización formadores de radicales. Para esto, pueden usarse todos los peroxo- y azo-compuestos usuales, en las cantidades habitualmente usadas, por ejemplo, de 0,1 a 5% en masa, respecto a la masa de los monómeros que se han de polimerizar. Se prefieren aquellos iniciadores de polimerización que sean solubles en la fase oleosa o en los monómeros. Ejemplos de éstos son: peroxineodecanoato de t-butilo, peroxipivalato de t-butilo, peroxipivalato de t-amilo, peróxido de dilauroilo, peroxi-2-etilhexanoato de t-amilo, y similares.

La polimerización de la emulsión de aceite en agua usualmente se lleva a cabo a 20 hasta 100 °C, preferentemente a 40 hasta 90 °C. Usualmente se lleva a cabo la polimerización a presión normal, pero también puede llevarse a cabo a presión reducida o a presión elevada, por ejemplo, en el intervalo de entre 0,5 y 20 baros. Recomendablemente se procede emulsionando una mezcla de agua, coloide protector y/o emulgentes, materiales hidrófobos, iniciadores de polimerización y monómeros en un dispersador de funcionamiento rápido, hasta alcanzar el tamaño de gotitas deseado del material hidrófobo y calentando la emulsión estable, teniendo en cuenta la temperatura de descomposición del iniciador de polimerización. Puede controlarse de manera conocida la velocidad de polimerización, mediante la selección de la temperatura y de la cantidad de iniciador de polimerización. Después de alcanzar la temperatura de polimerización, recomendablemente se sigue con la polimerización durante un período de tiempo, por ejemplo, de 2 a 6 horas, para completar la reacción de los monómeros.

Se prefiere especialmente un procedimiento en el que durante la polimerización se eleva de forma continua o periódicamente la temperatura de la mezcla de reacción que se está polimerizando. Esto se efectúa con la ayuda de un programa con temperatura creciente.

Con este fin, puede dividirse el tiempo total de polimerización en dos o más períodos. El primer período de polimerización está caracterizado por una lenta descomposición del iniciador de polimerización. En el segundo período de polimerización y, dado el caso, en otros períodos de polimerización, se aumenta la

7A

temperatura de la mezcla de reacción para acelerar la descomposición del iniciador de polimerización. La temperatura puede elevarse en un paso o en varios pasos o de manera continua, de forma lineal o de forma no lineal. La diferencia de temperaturas entre el comienzo y el final de la polimerización puede ascender hasta 50 °C. En general, esta diferencia asciende a 3 hasta 40 °C, preferentemente, a 3 hasta 30 °C.

A continuación, las dispersiones de microcápsulas obtenidas mediante uno de los procedimientos descritos anteriormente pueden secarse de manera usual por pulverización. Para facilitar la redispersión de las microcápsulas secadas por pulverización, antes del secado por pulverización, a las dispersiones, dado el caso, pueden añadirse cantidades adicionales de emulgente y/o coloide protector. Los emulgentes o, en su caso, coloides protectores apropiados son los que se han nombrado antes en el contexto de la preparación de la dispersión de microcápsulas. En general, se pulveriza la dispersión acuosa de microcápsulas en una corriente de aire caliente, que se conduce en corriente paralela o en contracorriente, preferentemente en corriente paralela con la niebla de pulverización. La temperatura inicial de la corriente de aire caliente usualmente se encuentra en el intervalo de entre 100 y 200 °C, preferentemente de entre 120 y 160 °C, y la temperatura final de la corriente de aire generalmente se encuentra en el intervalo de entre 30 y 90 °C, preferentemente de entre 60 y 80 °C. La pulverización de la dispersión acuosa de microcápsulas, por ejemplo, puede efectuarse mediante toberas para una o para varias sustancias o mediante un disco rotativo.

La separación de las microcápsulas secadas por pulverización normalmente se efectúa usando ciclones o separadores por filtros.

Las microcápsulas que pueden obtenerse de esta forma, preferentemente tienen un diámetro medio que se encuentra en el intervalo de entre 1 y 100 μm , de especial preferencia, de entre 1 y 50 μm , y de muy especial preferencia, de entre 1 y 30 μm .

Dependiendo del uso previsto, también resulta un intervalo preferido para la relación entre el grosor de la envoltura y el diámetro de la cápsula. Así se prefiere una microcápsula en la que la relación entre el grosor de la envoltura y el diámetro de la microcápsula se encuentre en el intervalo de entre 0,0005 y 0,2, de especial preferencia, en el intervalo de entre 0,005 y 0,08, y de muy especial preferencia, de entre 0,015 y 0,055.

Otro objeto de la presente invención es una composición química que contiene microcápsulas como las que se han descrito anteriormente. Así, las preparaciones líquidas de microcápsulas o las microcápsulas secadas por pulverización pueden

79

usarse particularmente para la formulación de agentes de lavado o de limpieza. Pero también pueden usarse para la formulación de, por ejemplo, adhesivos, pinturas, artículos cosméticos, repelentes y dispersiones.

Aunque se prefiere especialmente una composición química que contenga por lo menos una sustancia que esté seleccionada de entre el grupo constituido por un tensioactivo, agente desinfectante, colorante, ácido, una base, un complejante, biocida, un compuesto hidrotópico, espesante, coadyuvante, potenciador, una enzima, un blanqueador, activador de blanqueo, inhibidores de corrosión, catalizadores blanqueadores, aditivos protectores del color, inhibidores de transferencia de color, inhibidores de descoloración al gris, polímeros liberadores de la suciedad, aditivos protectores de la fibra, siliconas, bactericidas y conservantes, disolventes orgánicos, mediadores de la solubilidad, mejoradores de la solubilización y perfume.

Los tensioactivos en general están constituidos por una parte hidrófoba y una parte hidrófila. La parte hidrófoba en general presenta una longitud de cadena de 4 a 20 átomos de C, preferentemente de 6 a 19 átomos de C y de especial preferencia, de 8 a 18 átomos de C. La unidad funcional del grupo hidrófobo en general es un grupo OH, pudiendo ser el alcohol ramificado o no ramificado. La parte hidrófila en general está constituida sustancialmente por unidades alcoxiladas (por ejemplo, óxido de etileno (OE), óxido de propileno (OP) y/u óxido de butileno (OB), alineándose usualmente de 2 a 30, preferentemente de 5 a 20 de estas unidades alcoxiladas, y/o unidades cargadas, como sulfato, sulfonato, fosfato, ácidos carboxílicos, amonio y óxido de amonio.

Ejemplos de tensioactivos aniónicos son: carboxilatos, sulfonatos, ésteres metílicos de ácidos sulfónicos grasos, sulfatos, fosfatos. Ejemplos de tensioactivos catiónicos son: compuestos de amonio cuaternario. Ejemplos de tensioactivos betaínicos son: alquilbetaínas. Ejemplos de compuestos no iónicos son: alcoxilatos alcohólicos.

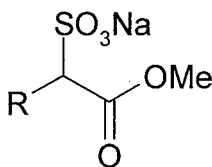
Aquí por "carboxilato" se entiende un compuesto que presenta por lo menos un grupo carboxilato en la molécula. Ejemplos de carboxilatos que pueden usarse conforme a la invención, son:

- Jabones — por ejemplo, estearatos, oleatos, cocoatos de metales alcalinos o de amonio,
- Étercarboxilatos — por ejemplo, Akypo® RO 20, Akypo® RO 50, Akypo® RO 90.

Por "sulfonato" se entiende un compuesto que presenta por lo menos un grupo sulfonato en la molécula. Ejemplos de sulfonatos que pueden usarse conforme a la invención, son:

- alquilbencenosulfonatos — p. ej. Lutensit® A-LBS, Lutensit® A-LBN, Lutensit® A-LBA, Marlon® AS3, Maranil® DBS,
- alquilsulfonatos — por ejemplo, Alscoap OS-14P, BIO-TERGE® AS-40, BIO-TERGE® AS-40 CG, BIO-TERGE® AS-90 Beads, Calimulse® AOS-20, Calimulse® AOS-40, Calsoft® AOS-40, Colonial® AOS-40, Elfan® OS 46, Ifrapon® AOS 38, Ifrapon® AOS 38 P, Jeenate® AOS-40, Nikkol® OS-14, Norfox® ALPHA XL, POLYSTEP® A-18, Rhodacal® A-246L, Rhodacal® LSS-40/A,
- aceites sulfonados como, por ejemplo, aceite de rojo turco,
- olefinsulfonatos,
- sulfonatos aromáticos — por ejemplo, Nekal® BX, Dowfax® 2A1.

Por "éster metílico de ácido sulfónico graso" se entiende un compuesto que presenta la siguiente unidad de fórmula general (I):



(I), en la que R presenta de 10 a 20 átomos de C; preferentemente R presenta de 12 a 18 y de especial preferencia, de 14 a 16 átomos de C.

Por "sulfato" se entiende un compuesto que presenta por lo menos un grupo SO_4 en la molécula. Ejemplos de sulfatos que pueden usarse conforme a la invención, son:

- sulfatos de alcoholes grasos como, por ejemplo, sulfato de alcohol de aceite de coco (CAS 97375-27-4) — por ejemplo, EMAL® 10G, Dispersogen® SI, Elfan® 280, Mackol® 100N,
- otros alcoholesulfatos — por ejemplo, Emal® 71, Lanette® E,
- sulfato de éter de alcohol de aceite de coco — por ejemplo, Emal® 20C, Latemul® E150, Sulfochem® ES-7, Texapon® ASV-70 Spec., Agnique SLES-229-F, Octosol 828, POLYSTEP® B-23, Unipol® 125-E, 130-E, Unipol® ES-40,
- otros sulfatos de éter de alcohol — por ejemplo, Avanel® S-150, Avanel® S 150 CG, Avanel® S 150 CG N, Witcolate® D51-51, Witcolate® D51-53.

Por "fosfato", en la presente se entiende un compuesto que presenta por lo menos un grupo PO_4 en la molécula. Ejemplos de fosfatos que pueden usarse conforme a la invención, son:

- fosfatos de éter alquílico — por ejemplo, Maphos[®] 37P, Maphos[®] 54P, Maphos[®] 37T, Maphos[®] 210T y Maphos[®] 210P,
- fosfatos como Lutensit A-EP,
- fosfatos de alquilo.

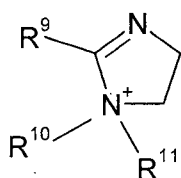
En la preparación de la composición química, preferentemente se añaden los tensioactivos aniónicos en forma de sales. Sales apropiadas aquí son, por ejemplo, sales de metales alcalinos, como sales de sodio, de potasio, y sales de amonio, como sales de hidroxietilamonio, di(hidroxi-etil)amonio y tri(hidroxietil)amonio.

Por "compuesto de amonio cuaternario" se entiende un compuesto que presenta por lo menos un grupo R_4N^+ en la molécula. Ejemplos de compuestos de amonio cuaternario que pueden usarse conforme a la invención, son:

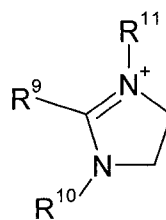
- haluros, metosulfatos, sulfatos y carbonatos de aceite de coco, sebo o cetil/oleiltrimetilamonio.

Como tensioactivos catiónicos particularmente apropiados, son de mencionar:

- alquil- $\text{C}_7\text{-C}_{25}$ -aminas;
- sales de N,N-dimetil-N-(hidroxi-alquil- $\text{C}_7\text{-C}_{25}$)amonio;
- compuestos de mono- y di-(alquil- $\text{C}_7\text{-C}_{25}$)dimetilamonio cuaternarizados con agentes alquilantes;
- ésterquats, en particular, mono-, di- y trialcanolaminas cuaternarias esterificadas, que están esterificadas con ácidos carboxílicos $\text{C}_8\text{-C}_{22}$;
- imidazolinquats, en particular, sales de 1-alquilimidazolinio de fórmulas II o III



II



III

en las que las variables tienen los siguientes significados:

R^9 alquilo- $\text{C}_1\text{-C}_{25}$ o alquenilo- $\text{C}_2\text{-C}_{25}$;

aus Wasserphase

	359,6 g	Wasser
	172,02 g	modifizierte Cellulose [Culminal MHPC 100 (5% in Wasser)]
5	86,01 g	Polyvinylalkohol [Mowiol® 15 / 79 (10% in Wasser)]
	1,58 g	NaNO ₂

und Ölphase

10	40,51 g	Methylmethacrylat
	25,8 g	1,4-Butandioldiacrylat
	8,6 g	Dimethylaminomethylmethacrylat
	8,6 g	Pentaerythrit-triacrylat
	1,33	2-Ethylhexylthioglykolat
15	86,01 g	Duftstoffmischung für Wasch- und Reinigungsmittel
	258,02 g	C12-15 Benzoessäurealkylester (CAS 68411-27-8)

gegeben (Gesamtmenge 1049 g).

- 20 Die Mischung wurde 40 Minuten bei Raumtemperatur mit einer Drehzahl von 3500 UpM dispergiert und dann in einen mit einem Ankerrührer ausgestatteten 2 l-Kessel umgefüllt. Es wurden 0,86 g tert.-Butylperneodecanoat und zum Spülen 1 g Wasser zugegeben und der Kessel innerhalb von 1 Stunde auf 50 °C aufgeheizt. Der Kesselinhalt wurde anschließend über 1 Stunde auf 70 °C erwärmt, und danach bei dieser
- 25 Temperatur 1 Stunde gehalten. Anschließend wurden 4,3 g einer 10%igen wässrigen Lösung von tert-Butylhydroperoxid zugegeben und der Kessel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,23 g Ascorbinsäure in 21 g Wasser zudosiert wurde.
- Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 39,8%, mit einer mittleren Teilchengröße
- 30 von 2,89 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

Beispiel 10:

- 35 In einen 2 l-Kessel mit Dispenserrührer (Durchmesser 5 cm) wurde folgendes Gemisch

aus Wasserphase

	268,07 g	Wasser
	128 g	modifizierte Cellulose [Culminal MHPC 100 (5% in Wasser)]
5	64 g	Polyvinylalkohol [Mowiol® 15 / 79 (10% in Wasser)]
	1,22 g	NaNO ₂

und Ölphase

10	30,14 g	Methylmethacrylat
	19,2 g	1,4-Butandioldiacrylat
	6,4 g	Dimethylaminomethylmethacrylat
	6,4 g	Pentaerythrit-triacrylat
	0,99	2-Ethylhexylthioglykolat
15	102,4 g	Duftstoffmischung für Wasch- und Reinigungsmittel
	153,6 g	C12-15 Benzoessäurealkylester (CAS 68411-27-8)

gegeben (Gesamtmenge 780 g).

- 20 Die Mischung wurde 40 Minuten bei Raumtemperatur mit einer Drehzahl von 3500 UpM dispergiert und dann in einen mit einem Ankerrührer ausgestatteten 2 l-Kessel umgefüllt. Es wurden 1,28 g tert.-Butylperneodecanoat und zum Spülen 1 g Wasser zugegeben und der Kessel innerhalb von 1 Stunde auf 50 °C aufgeheizt. Der Kesselinhalt wurde anschließend über 1 Stunde auf 70 °C erwärmt, und danach bei dieser
- 25 Temperatur 1 Stunde gehalten. Anschließend wurden 3,2 g einer 10%igen wässrigen Lösung von tert-Butylhydroperoxid zugegeben und der Kessel innerhalb von 90 Minuten auf 25 °C abgekühlt, wobei innerhalb der ersten 80 Minuten eine Lösung von 0,17 g Ascorbinsäure in 18,6 g Wasser zudosiert wurde.
- Der Feststoffgehalt dieser Dispersion lag bei 37%, mit einer mittleren Teilchengröße
- 30 von 2,18 µm (mittels Lichtstreuung bestimmt).

Patentansprüche:

1. Mikrokapsel, umfassend einen Kern a), der einen Duft- oder Riechstoff enthält, und eine Schale b), wobei b) erhältlich ist durch Polymerisation von
 - einem oder mehreren C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure und
 - mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monomeren.
2. Mikrokapsel nach Anspruch 1, bei der unabhängig voneinander
 - a) mindestens ein hydrophobes Material enthält,
 - b) durch radikalische Polymerisation herstellbar ist,
 - die Menge an C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure in der Mikrokapsel 1 bis 99,99 Massen% beträgt,
 - ein C₁-C₁₈-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure enthalten ist,
 - die Menge der mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monomeren in der Mikrokapsel 0,01 bis 70 Massen% beträgt,
 - zwei, drei, vier oder fünf verschiedene Monomere mit radikalisch polymerisierbaren Gruppen enthält,
 - die Menge an monofunktionellen vinylischen Monomeren, welche über zusätzliche nicht vinylische funktionelle Gruppen verfügen, in der Mikrokapsel 0 bis 50 Massen% beträgt, und
 - weitere monofunktionelle Monomere, welche über zusätzliche nicht vinylische funktionelle Gruppen verfügen, in einer Menge von 0 bis 40 Massen% in der Mikrokapsel enthalten sind.
3. Mikrokapsel nach Anspruch 1 oder 2, bei der unabhängig voneinander
 - a) aus dem mindestens einen hydrophoben Material und dem mindestens einen Duft- oder Riechstoff besteht oder
 - a) aus dem mindestens einen Duft- oder Riechstoff besteht,
 - b) durch radikalische Polymerisation hergestellt ist,
 - die Menge an C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure in der Mikrokapsel 20 bis 80 Massen% beträgt,
 - ein C₁-C₁₂-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure enthalten ist,
 - die Menge der mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen Monomeren in der Mikrokapsel 5 bis 50 Massen% beträgt,
 - zwei oder drei verschiedene Monomere mit zwei - oder mehrfach ungesättigten und radikalisch polymerisierbaren Gruppen enthält,
 - die Menge an monofunktionellen vinylischen Monomeren, welche über zusätzliche nicht vinylische funktionelle Gruppen verfügen, in der Mikrokapsel 10 bis 40 Massen% beträgt, und

- 66
- weitere monofunktionelle Monomere, welche über zusätzliche nicht viny-
lische funktionelle Gruppen verfügen, in einer Menge von 5 bis 35 Mas-
sen% in der Mikrokapsel enthalten sind.
- 5 4. Mikrokapsel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bei der unabhängig vonein-
ander
- 10 - das mindestens eine hydrophobe Material ausgewählt ist aus der Gruppe
bestehend aus: Pflanzenöl, tierischem Öl, niederviskosen hydrophoben
Materialien und Mineralöl,
- 15 - der mindestens eine Duft- oder Riechstoff ausgewählt ist aus der Gruppe
bestehend aus: natürlichen Duft- oder Riechstoffen, synthetischen Duft
oder Riechstoffen und halbsynthetischen Duft- oder Riechstoffen,
- 20 - die Menge an C₁-C₂₄-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure in
der Mikrokapsel 40 bis 60 Massen% beträgt,
- 25 - ein C₁-C₆-Alkylester/n der Acryl- und/oder Methacrylsäure enthalten ist,
- 30 - die Menge der mindestens zwei verschiedenen bi- oder polyfunktionellen
Monomeren in der Mikrokapsel 20 bis 40 Massen% beträgt,
- 35 - zwei verschiedene Monomere mit zwei - oder mehrfach ungesättigten
und radikalisch polymerisierbaren Gruppen enthält,
- 40 - die Menge an monofunktionellen vinyllischen Monomeren, welche über
zusätzliche nicht vinyllische funktionelle Gruppen verfügen, in der Mikro-
kapsel 20 bis 30 Massen% beträgt,
und
- 45 - weitere monofunktionelle Monomere, welche über zusätzliche nicht viny-
lische funktionelle Gruppen verfügen, in einer Menge von 10 bis 30
Massen% in der Mikrokapsel enthalten sind.
5. Mikrokapsel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, bei der der mittlere Durch-
messer im Bereich von 0,8 bis 100 µm liegt.
6. Mikrokapsel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei der das Verhältnis der
Dicke der Schale zum Durchmesser der Mikrokapsel im Bereich von 0,005
bis 0,1 liegt.
7. Chemische Zusammensetzung enthaltend Mikrokapseln gemäß einem der
Ansprüche 1 bis 6.
8. Chemische Zusammensetzung nach Anspruch 7, die mindestens einen Stoff
enthält, der ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Tensid, Desinfek-
tionsmittel, Farbstoff, Säure, Base, Komplexbildner, Biozid, Hydrotrop, Verdi-
ckungsmittel, Builder, Cobuilder, Enzym, Bleichmittel, Bleichaktivator, Korro-
sionsinhibitoren, Bleichkatalysatoren, Farbschutzadditive, Farbübertragung-

sinhibitoren, Vergrauungsinhibitoren, Soil-Release-Polymere, Faserschutzadditive, Silicone, Bakterizide und Konservierungsmittel, organische Lösemittel, Löslichkeitsvermittler, Auflösungsverbesserer und Parfüm.

- 5 9. Verwendung von Mikrokapseln gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 zur Herstellung einer Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 8.
- 10 10. Verwendung von Mikrokapseln gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 zur Behandlung von Oberflächen.
- 10 11. Verwendung von Mikrokapseln gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 in der Textilwäsche.
- 15 12. Verwendung einer chemischen Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 7 bis 8 in der Textilwäsche.
- 15 13. Gegenstand, der Mikrokapseln gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 aufweist.
- 20 14. Gegenstand nach Anspruch 13, der die Mikrokapseln auf seiner Oberfläche aufweist.
- 25

22535

68

**MICROCÁPSULAS QUE CONTIENEN SUSTANCIA AROMÁTICA CON
COMPORTAMIENTO MEJORADO DE LIBERACIÓN**

DESCRIPCIÓN

La presente invención se refiere a microcápsulas, preparaciones de microcápsulas, así como a mezclas que contienen éstas, en particular, a agentes de lavado y de limpieza, en los que las microcápsulas en su núcleo contienen una o más sustancia(s) aromática(s) u olorosa(s), cuyo(s) comportamiento(s) de liberación desde el núcleo de la microcápsula está notablemente retardado por el uso de más de un reticulante.

La mayoría de las composiciones de lavado y de limpieza contienen sustancias aromáticas u olorosas para conferirles un aroma agradable a las mismas composiciones o a los artículos textiles o a las superficies tratados con ellas. En el caso de las sustancias aromáticas u olorosas, en la mayoría de las veces se trata de compuestos con varios dobles enlaces conjugados, que son más o menos sensibles frente a diversos compuestos químicos o frente a la oxidación. Por ello, pueden producirse interacciones indeseadas con otros componentes de los agentes de lavado o de limpieza, como por ejemplo tensioactivos o blanqueadores, por lo que se descompone la sustancia aromática u olorosa y/o se altera la nota olorosa. Otro problema lo representa la volatilidad de las sustancias aromáticas u olorosas, que a veces es alta, lo que conduce a que una gran parte de la cantidad de sustancia aromática u olorosa añadida originalmente al agente de lavado o de limpieza ya se haya evaporado antes del uso. Para solucionar los problemas nombrados, ya se propuso añadir en el procedimiento las sustancias aromáticas u olorosas en forma microencapsulada a los agentes de lavado o de limpieza. Tales microcápsulas ya se han descrito:

El documento WO 01/49817 (BASF) describe preparaciones de microcápsulas que contienen microcápsulas con un núcleo de material hidrófobo que comprende por lo menos una sustancia aromática u olorosa y una envoltura que puede obtenerse mediante polimerización por radicales de monómeros insaturados de forma monoetilénica, que comprenden: de 30 a 100% en masa de uno o varios ésteres alquílicos C₁-C₂₄ del ácido acrílico y/o metacrílico, de 0 a 70% en masa de un monómero bi- o poli-funcional, de 0 a 40% en masa de otros monómeros, así como

composiciones de agentes de lavado y de limpieza que contienen estas microcápsulas.

El documento WO 05/105291 (*Ciba*) entre otras cosas describe microcápsulas que contienen sustancias aromáticas y olorosas, cuya envoltura está sintetizada mediante la polimerización por radicales de una mezcla a partir de 10 a 75% de monómeros vinílicos hidrosolubles, 10 a 75% de un monómero vinílico di- o poli-funcional y 10 a 50% de otros monómeros vinílicos.

En el documento WO 93/02144 (*BASF*) se describen microcápsulas con un núcleo hidrófobo que comprende una sustancia aromática u olorosa. Aquí la envoltura se obtiene mediante la polimerización por radicales de por lo menos 1% en masa de monómeros ionogénicos y/o de monómeros poliinsaturados de forma etilénica en los que por lo menos uno de los enlaces es hidrolizable de forma básica o ácida.

El documento US 4,798,691 (*Japan Syntetic Rubber*) también da a conocer microcápsulas que pueden presentar un núcleo hidrófobo y presentan una envoltura que puede obtenerse por una mezcla de monómero y un monómero reticulable.

Sin embargo, todas estas microcápsulas tienen la desventaja de que sus envolturas, o bien, son demasiado permeables a las sustancias aromáticas u olorosas, o bien son demasiado resistentes, de manera que la sustancia aromática u olorosa a una carga mecánica normal casi no se libera o no se libera en absoluto. Por ello, la presente invención se basa en el objetivo de proporcionar microcápsulas que contienen sustancias aromáticas u olorosas, en las que la resistencia mecánica de la microcápsula y la capacidad de retención de la envoltura de las sustancias aromáticas u olorosas que se encuentran en el núcleo está seleccionada de tal manera que se logre una capacidad de retención y una capacidad de liberación mejoradas, en comparación con el estado de la técnica. Esto significa, que por un lado, la liberación de las sustancias aromáticas u olorosas debe llevarse a cabo a lo largo de un período de tiempo prolongado y al mismo tiempo también debe garantizarse un efecto de "liberación de estallido", después de la rotura de la cápsula por frotamiento, también a lo largo de un período de tiempo prolongado.

Sorprendentemente se alcanza este objetivo mediante microcápsulas conformes a las reivindicaciones 1 a 6. La composición química conforme a las reivindicaciones 7 y 8, los usos conformes a las reivindicaciones 9 a 12, así como los objetos conformes a las reivindicaciones 13 y 14 constituyen otros objetos de la presente invención.

YO

El objeto de la invención es una microcápsula que comprende un núcleo a), que contiene una sustancia aromática u olorosa, y una envoltura b), pudiéndose obtener b) mediante la polimerización de

- uno o varios éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico y
- por lo menos dos monómeros bi- o poli-funcionales diferentes.

Aquí se prefieren determinadas realizaciones. Por ejemplo, se prefiere una microcápsula en la que de forma independiente entre sí

- a) contiene por lo menos un material hidrófobo,
- b) puede prepararse mediante polimerización por radicales libres,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 1 hasta 99,99% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster(es) alquílico C_1-C_{18} del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 0,01 hasta 70% en masa en la microcápsula,
- están contenidos dos, tres, cuatro o cinco monómeros bi- o poli-funcionales diferentes,
- la cantidad de monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 0 hasta 50% en masa en la microcápsula, y
- están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 0 hasta 40% en masa.

Se prefiere particularmente una microcápsula, en la que de forma independiente entre sí

- a) está constituido por el material hidrófobo, que es por lo menos uno, y la sustancia aromática u olorosa, que es por lo menos una o
- a) está constituido por la al menos una sustancia aromática u olorosa,
- b) está preparado mediante polimerización por radicales libres,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 20 hasta 80% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C_1-C_{12} del ácido acrílico y/o metacrílico,

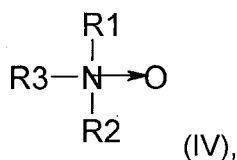
R^{10} alquilo- C_1-C_4 o hidroxialquilo- C_1-C_4 ;

R^{11} alquilo- C_1-C_4 , hidroxialquilo- C_1-C_4 o un radical $R^1-(CO)-X-(CH_2)_m-$ ($X:-O-$ o $-NH-$; $m: 2 \text{ ó } 3$),

en la que por lo menos un radical R^9 representa alquilo- C_7-C_{22} .

Además, por "tensioactivo betaínico" se entiende un compuesto que en condiciones de uso, es decir, por ejemplo, en el caso del lavado de artículos textiles a presión normal y a temperaturas desde la temperatura ambiente hasta 95°C , cada uno porta por lo menos una carga positiva y una carga negativa. Una "alquilbetaína" aquí es un tensioactivo betaínico que presenta por lo menos una unidad alquilo en la molécula. Ejemplos de tensioactivos betaínicos que pueden usarse conforme a la invención, son:

Cocoamidopropilbetaína — por ejemplo, MAFO[®] CAB, Amonil[®] 380 BA, AMPHOSOL[®] CA, AMPHOSOL[®] CG, AMPHOSOL[®] CR, AMPHOSOL[®] HCG; AMPHOSOL[®] HCG-50, Chembetaine[®] C, Chembetaine[®] CGF, Chembetaine[®] CL, Dehyton[®] PK, Dehyton[®] PK 45, Emery[®] 6744, Empigen[®] BS/F, Empigen[®] BS/FA, Empigen[®] BS/P, Genagen[®] CAB, Lonzaine[®] C, Lonzaine[®] CO, Mirataine[®] BET-C-30, Mirataine[®] CB, Monateric[®] CAB, Naxaine[®] C, Naxaine[®] CO, Norfox[®] CAPB, Norfox[®] Coco Betaine, Ralufon[®] 414, TEGO[®]-Betain CKD, TEGO[®] Betain E KE 1, TEGO[®]-Betain F, TEGO[®]-Betain F 50 y óxidos de amina como, por ejemplo, óxidos de alquildimetilamina, es decir, compuestos de fórmula general (IV)



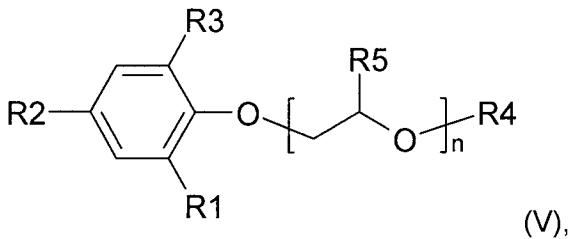
en los que $R1$, $R2$ y $R3$, independientemente unos de otros, representan un radical alquilo o amidoalquilo alifático, cíclico o terciario, como, por ejemplo, Mazox[®] LDA, Genaminox[®], Aromox[®] 14 DW 970.

Tensioactivos no iónicos son sustancias activas en superficies limitantes con un grupo principal sin carga, que en el intervalo de pH neutro no portan carga iónica, polares, hidrófilos, solubilizantes en agua (a diferencia de los tensioactivos aniónicos y catiónicos), que se adsorben en las superficies limitantes y por encima de la concentración crítica de formación de micelas (cmc) se acumulan formando micelas neutras. Según el tipo del grupo principal hidrófilo, puede distinguirse entre grupos (oligo)oxalquilénicos, en particular, grupos (oligo)oxietilénicos (grupos de

polietilenglicol), a los que pertenecen éteres poliglicólicos de alcoholes grasos (alcoxilatos de alcoholes grasos), éteres poliglicólicos de alquilfenol, así como etoxilatos de ácidos grasos, triglicéridos alcoxilados y éteres mixtos (éteres polietilenglicólicos alquilados en ambos lados); y grupos de hidratos de carbono, a los que, por ejemplo, pertenecen los alquilpoliglucósidos y las *N*-metilglucamidas de ácidos grasos.

Alcoxilatos de alcohol se basan en una parte hidrófoba con una longitud de cadena de 4 a 20 átomos de C, preferentemente de 6 a 19 átomos de C, y de especial preferencia, de 8 a 18 átomos de C, pudiendo ser el alcohol ramificado o no ramificado, y una parte hidrófila, en la que se puede tratar de unidades alcoxiladas, por ejemplo, óxido de etileno (OE), óxido de propileno (OP) y/u óxido de butileno (OBu), con 2 a 30 unidades recurrentes. Ejemplos, son entre otros: Lutensol[®] XP, Lutensol[®] XL, Lutensol[®] ON, Lutensol[®] AT, Lutensol[®] A, Lutensol[®] AO, Lutensol[®] TO.

Alcoxilatos de alcoholfenol son compuestos de fórmula general (V),

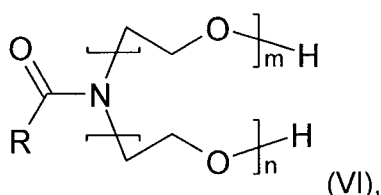


que se preparan por adición de óxido de alquileno, preferentemente de óxido de etileno a alquilfenoles. Preferentemente aquí es R4 = H. Además se prefiere que sea R5 = H, y con ello se trate de OE; también se prefiere que sea R5 = CH₃, es decir, que se trate de OP, o que sea R5 = CH₂CH₃ y se trate de OBU. Además, se prefiere especialmente un compuesto en el que están presentes éter poliglicólico de octilo [(R1 = R3 = H, R2 = 1,1,3,3-tetrametilbutilo (diisobutileno)), nonilo [(R1 = R3 = H, R2 = 1,3,5-trimetilhexilo (tripropileno)), dodecilo, dinonilo o tributilfenol (por ejemplo, OE, OP, OBU), R-C₆H₄-O-(OE/OP/OBU)_n con R = C₈ a C₁₂ y n = 5 a 10. Ejemplos no concluyentes de tales compuestos son: Norfox[®] OP-102, Surfonic[®] OP-120, T-Det[®] O-12.

Los etoxilatos de ácidos grasos son ésteres de ácidos grasos tratados posteriormente con diversas cantidades de óxido de etileno (OE).

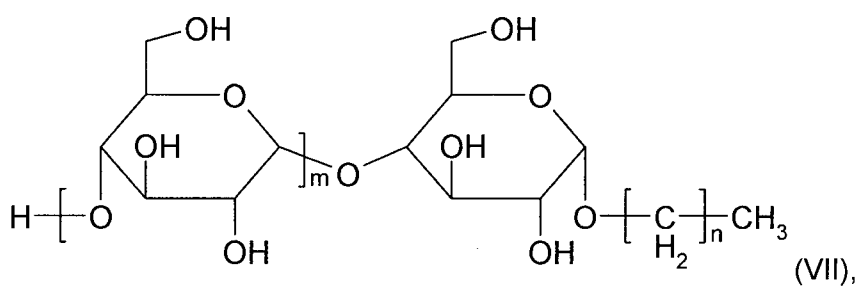
Los triglicéridos son ésteres de la glicerol (glicéridos) en los que están esterificados los tres grupos hidroxilo con ácidos grasos. Éstos pueden modificarse con óxido de alquilenos.

Alcanolamidas de ácidos grasos son compuestos de fórmula general (VI)



que presenta por lo menos un grupo amida con un radical alquilo R y uno o dos radicales alcoxilo, comprendiendo R de 11 a 17 átomos de C y es $1 \leq m + n \leq 5$.

Alquilpoliglicósidos son mezclas de alquilmonoglucósido (alquil- α -D- y - β -D-glucopiranosido, así como bajas proporciones de -glucofuranósido), alquildiglicósidos (-isomaltósidos, -maltósidos y otros) y alquiloligoglucósidos (-maltotriósidos, -tetrósidos y otros). Alquilpoliglucósidos, entre otra rutas, pueden obtenerse por reacción catalizada por ácidos (reacción de Fischer), a partir de glucosa (o almidón) o a partir de *n*-butilglucósidos con alcoholes grasos. Los alquilpoliglucósidos están representados por la fórmula general (VII)



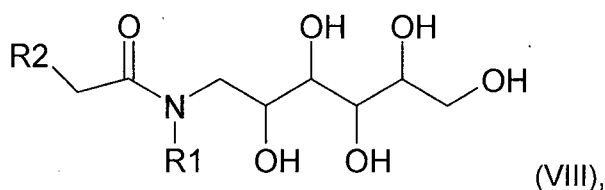
en la que

$m =$ de 0 a 3 y

$n =$ de 4 a 20.

Un ejemplo es Lutensol[®] GD70.

En el grupo de las amidas de ácido graso no iónicas *N*-alquiladas, preferentemente *N*-metiladas de fórmula general (VIII)



R1 representa un radical alquilo-*n*-C₁₂, R2 representa un radical alquilo con 1 a 8 átomos de C. R2 preferentemente representa metilo.

Se prefiere especialmente una composición como se ha descrito, que además contiene por lo menos un agente desinfectante. Aquí el agente desinfectante, que es por lo menos uno, está presente en la composición en una cantidad (total) de 0,1 a 20% en masa, preferentemente de 1 a 10% en masa.

Los agentes desinfectantes pueden ser: agentes oxidantes, halógenos como cloro e iodo y sustancias que liberan a éstos, alcoholes, como etanol, 1- propanol y 2- propanol, aldehídos, fenoles, óxido de etileno, clorohexidina y metilsulfato de mecetronio.

La ventaja del uso de agentes desinfectantes consiste en que prácticamente no pueden extenderse agentes patógenos en la superficie tratada. Agentes patógenos pueden ser: bacterias, esporas, hongos y virus.

Los colorantes, entre otros, pueden ser: azul ácido 9, amarillo ácido 3, amarillo ácido 23, amarillo ácido 73, pigmento amarillo 101, verde ácido 1, verde ácido 25.

Se prefiere una composición en la que se encuentra por lo menos un colorante, en una cantidad (total) de 0,1 a 20% en masa, de especial preferencia, de 1 a 10% en masa.

Ácidos son compuestos que, por ejemplo, son ventajosos para disolver o para impedir el depósito calcáreo. Ejemplos de ácidos son: ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico, ácido clorhídrico, ácido sulfúrico y ácido sulfónico.

Bases son compuestos que pueden usarse ventajosamente para ajustar un intervalo de valores de pH favorable para complejantes. Ejemplos de bases que pueden usarse conforme a la invención son: NaOH, KOH y aminoetanol.

Como coadyuvantes inorgánicos son particularmente apropiados:

- Aluminosilicatos cristalinos y amorfos con propiedades de intercambio iónico; como principalmente zeolitas: son apropiados distintos tipos de zeolitas, en particular, las zeolitas A, X, B, P, MAP y HS en su forma sódica o en formas en las que el Na está parcialmente cambiado por otros cationes, como Li, K, Ca, Mg o amonio;
- Silicatos cristalinos, como particularmente disilicatos y silicatos en capa, por ejemplo, δ - y β - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$. Los silicatos pueden usarse en forma de sus sales de metales alcalinos, alcalinotérreos o de amonio, se prefieren los silicatos de Na, Li y Mg;
- Silicatos amorfos, como metasilicato de sodio y disilicato amorfo;
- Carbonatos y bicarbonatos: éstos pueden usarse en forma de sus sales de metales alcalinos, alcalinotérreos o de amonio. Se prefieren carbonatos y bicarbonatos de Na, Li y Mg, en particular, carbonato de sodio y/o bicarbonato de sodio; así como
- Polifosfatos, como trifosfato pentasódico.

Como potenciadores oligoméricos y poliméricos son apropiados:

Ácidos carboxílicos oligoméricos y poliméricos, como homopolímeros de ácido acrílico y ácido aspártico, ácidos oligomaleicos, copolímeros del ácido maleico con ácido acrílico, ácido metacrílico u olefinas C_2 - C_{22} , por ejemplo, isobuteno o α -olefinas de cadena larga, éteres vinilalquílicos- C_1 - C_8 , acetato de vinilo, propionato de vinilo, ésteres del ácido (met)acrílico con alcoholes C_1 - C_8 y estireno. Se prefieren los homopolímeros del ácido acrílico y copolímeros de ácido acrílico con ácido maleico. Los ácidos carboxílicos oligoméricos y poliméricos se usan en forma de ácidos o en forma de sal sódica.

Complejantes son compuestos que pueden enlazarse con cationes. Esto puede aprovecharse para reducir la dureza del agua y para precipitar iones de metales pesados que estorban. Ejemplos de complejantes son: NTA, EDTA, MGDA, DTPA, DTPMP, IDS, HEDP, β -ADA, GLDA, ácido cítrico, ácido oxodisuccínico, y ácido butanotetracarboxílico. La ventaja del uso de estos compuestos consiste en que muchos compuestos de actividad limpiadora logran un mejor efecto en agua blanda; además, por reducción de la dureza del agua puede evitarse el depósito calcáreo después de la limpieza. Por el uso de estos compuestos puede prescindirse del secado de una superficie después de la limpieza. Esto es conveniente en cuanto al

87

transcurso del trabajo y particularmente debe aspirarse a esto porque de esta manera no se elimina parcialmente la composición conforme a la invención, aplicada como conservante. En el caso del tratamiento de materiales textiles, las fibras permanecen más móviles, de manera que se origina una mejor sensación en el uso.

Inhibidores de la descoloración al gris son, por ejemplo, carboximetilcelulosa y polímeros de injerto de acetato de vinilo sobre polietilenglicol.

Blanqueadores apropiados son, por ejemplo, productos de adición de peróxido de hidrógeno a sales inorgánicas, como monohidrato de perborato de sodio, tetrahidrato de perborato de sodio y perhidrato de carbonato de sodio y perácidos carboxílicos como ácido ftalimidopercaproico.

Como activadores de blanqueo son apropiados, por ejemplo, N,N,N',N'-tetraacetiletilendiamina (TAED), p-nonanoiloxibencenosulfonato de sodio y metilsulfato de N-metilmorfolinioacetoniitrilo.

Enzimas apropiadas, por ejemplo, son proteasas, lipasas, amilasas, celulasas, mananasas, oxidasas y peroxidasas.

Como inhibidores de transferencia de color, por ejemplo, son apropiados homo-, co-polímeros y polímeros de injerto de 1-vinilpirrolidona, 1-vinilimidazol o N-óxido de 4-vinilpiridina. También son apropiados como inhibidores de transferencia de color los homo- y co-polímeros de la 4-vinilpiridina transformados con ácido cloroacético.

Biocidas son compuestos que matan bacterias. Un ejemplo de un biocida es glutaraldehído. La ventaja del uso de biocidas consiste en que previenen la extensión de agentes patógenos.

Hidrotropos son compuestos que mejoran la solubilidad del tensioactivo / de los tensioactivos en la composición química. Un ejemplo de hidrotropo es: cumenosulfonato.

Agentes espesantes son compuestos que aumentan la viscosidad de la composición química. Ejemplos no limitantes de agentes espesantes son: poliacrilatos y poliacrilatos modificados de forma hidrófoba. La ventaja del uso de agentes espesantes consiste en que líquidos con mayor viscosidad permanecen durante un tiempo mayor en superficies inclinadas o verticales que líquidos con viscosidad menor. Esto aumenta el tiempo de interacción entre la composición y la superficie que se ha de limpiar.

El uso de las microcápsulas conformes a la invención para preparar la composición química conforme a la invención constituye otro objeto de la invención.

Otro objeto de la presente invención es el uso de las microcápsulas conformes a la invención para tratar superficies. Aquí se prefiere un uso en el que la superficie que se ha de tratar está seleccionada de entre el grupo constituido por fibras, materiales no tejidos, espumas, baldosas, azulejos, mármol, cerámica, hormigón, plástico, metal, material esmaltado, vidrio. Particularmente se prefiere un uso en el que el objeto que se ha de limpiar es un material textil.

Por ello, también el uso de las microcápsulas conformes a la invención y en particular, el uso de una composición química que contiene microcápsulas conformes a la invención en el lavado de materiales textiles es un objeto particularmente preferido de la presente invención.

Otro objeto de la presente invención es un objeto que presenta microcápsulas conformes a la invención y se prefiere un objeto que presenta las microcápsulas conformes a la invención en su superficie.

Como objeto es apropiado todo cuerpo del que se desea que entrando en contacto con él, es decir, ejerciendo una carga por presión sobre él, despidan un determinado olor. Ejemplos no concluyentes son: material de empaque de todo tipo, como cartón, membranas, adhesivo, etiquetas adhesivas, paños limpiadores, materiales no tejidos, productos de cuero, pinturas y barnices, productos cosméticos, todo tipo de envases, en particular, aquéllos que contienen alimentos o productos cosméticos, vidrio, piezas de plástico, autos, etc.

A continuación, la invención se describirá en más detalle por ejemplos:

Ejemplos

Ejemplo 1 – Ejemplo comparativo

Sólo un reticulante bifuncional: diacrilato de 1,4-butanodiol

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla de fase acuosa:

409,45 g	de agua
416,5 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 40 / 88 (al 10% en agua)]
1,91 g	de NaNO ₂

y fase oleosa:

46,2 g	de metacrilato de metilo
44,55 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
9,25 g	de metacrilato de dimetilaminoetilo
1,55g	de tiogliconato de 2-etilo
100 g	de citral (CAS-Nr. 5392-40-5)
300 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 1362,5 g)

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador de ancla. Se añadieron 1,33 g de perpivalato de ter-butilo (solución al 75 % en isododecano) y para enjuagar 1,15 g de agua y se calentó la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 85°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. Se añadieron 4,89 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,27 g de ácido ascórbico en 25,4 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 37,6%, con un tamaño medio de partículas de 2,179 µm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 2 – Ejemplo comparativo

Sólo un reticulante tetrafuncional: tetraacrilato de pentaeritritol

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

409,45 g	de agua
416,5 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 40 / 88 (al 10% en agua)]
1,91 g	de NaNO ₂

y fase oleosa:

46,2 g	de metacrilato de metilo
9,25 g	de metacrilato de dimetilaminoetilo
40 g	de tetraacrilato de pentaeritritol
1,55g	de tiogliconato de 2-etilo
100 g	de citral (CAS-Nr. 5392-40-5)
300 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 1362,5 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador de ancla. Se añadieron 1,33 g de perpivalato de ter-butilo (solución al 75 % en isododecano) y para enjuagar 1,15 g de agua y se calentó la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 85°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo esta temperatura durante 1 hora. Se añadieron 4,89 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,27 g de ácido ascórbico en 25,4 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 37,8%, con un tamaño medio de partículas de 2,737 μm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 3:

Mezcla reticulante: Reticulante Bi- y tetrafuncional: diacrilato de 1,4-butanodiol & tetraacrilato de pentaeritritol

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

328,45 g	de agua
333,2 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 40 / 88 (al 10% en agua)]
1,53 g	de NaNO_2

y fase oleosa:

40 g	de metacrilato de metilo
24 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
8 g	de metacrilato de dimetilaminoetilo
8 g	de tetraacrilato de pentaeritritol
1,24g	de tiogliconato de 2-etilo
80 g	de citral (CAS-Nr. 5392-40-5)
240 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 1090 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 1,06 g de perpivalato de ter-butilo (solución al 75 % en isododecano) y para enjuagar 1,15 g de agua y se calentó la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 85°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. Se añadieron 3,91 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,22 g de ácido ascórbico en 20,3 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 37,8%, con un tamaño medio de partículas de 2,737 μm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 4:

Análisis del comportamiento de liberación

Las dispersiones terminadas de los ejemplos 1 a 3 se extendieron en una pieza de cartón mediante una rasqueta. Se evaluó de forma sensorial la impresión de la fragancia antes y después del frotamiento con el dedo (véase la escala de evaluación).

Definición de la escala de evaluación:

Número	Evaluación
1	Percepción olfativa muy baja
2	Percepción olfativa notable
3	Percepción olfativa fuerte

Antes del experimento de frotamiento

Ejemplo	1 semana	2 semanas	2 meses
1	2	1	1
2	2	1	1
3	1-2	1	1

Después del experimento de frotamiento

Ejemplo	1 semana	1 mes	2 meses
1	3	1-2	1
2	3	1-2	1
3	3	2	2

Se demuestra claramente que el producto conforme a la invención en una duración prolongada de almacenamiento presenta una liberación mejorada de la fragancia.

Otros ejemplos de la encapsulación de sustancias aromáticas u olorosas:

Ejemplo 5:

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

- 592 g
- de agua
- 190 g
- de celulosa modificada [Culminal MHPC 100 (al 5% en agua)]
- 47,5 g
- de alcohol polivinílico [Mowiol® 15 / 79 (al 10% en agua)]
- 2,1 g
- de NaNO₂

φ3

y fase oleosa:

55,0 g	de metacrilato de metilo
33 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
11 g	de metacrilato de dimetilaminoetilo
11 g	de triacrilato de pentaeritritol
1,7g	de tiogliconato de 2-etilo
110 g	de citral (CAS-Nr. 5392-40-5)
330 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 1431,68 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 1,46 g de perpivalato de ter-butilo (solución al 75 % en isododecano) y para enjuagar 1,26 g de agua y se calentó la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 85°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. Se añadieron 5,38 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,14 g de ácido ascórbico en 20 g de agua.

A la dispersión así preparada se añadieron 0,65 g de Acticide MBS y 0,72 g de Acticide MV para estabilizar. Para ajustar la reología, se añadieron 6,7 g de un agente espesante (Viscalex HV 30[®]) y se ajustó el valor de pH = 8 por adición de lejía de sosa (al 17%).

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 37,6%, con un tamaño medio de partículas de 5,567 µm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 6:

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

94

de fase acuosa:

592 g	de agua
190 g	de celulosa modificada [Culminal MHPC 100 (al 5% en agua)]
47,5 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 15 / 79 (al 10% en agua)]
2,1 g	de NaNO ₂

y fase oleosa:

55,0 g	de metacrilato de metilo
33 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
11 g	de metacrilato de dimetilaminoetilo
11 g	de triacrilato de pentaeritritol
1,7g	de tiogliconato de 2-etilo
110 g	de mezcla de sustancias aromáticas para agentes de lavado y de limpieza
330 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 1431,68 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 1,46 g de perpivalato de ter-butilo (solución al 75 % en isododecano) y para enjuagar 1,26 g de agua y se calentó la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 85°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. A continuación, se añadieron 5,38 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,3 g de ácido ascórbico en 28 g de agua.

A la dispersión así preparada se añadieron 0,65 g de Acticide MBS y 0,72 g de Acticide MV para estabilizar. Para ajustar la reología, se añadieron 6,7 g de un agente espesante (Viscalex HV 30®) y se ajustó el valor de pH = 8 por adición de lejía de sosa (al 17%).

95

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 36,8%, con un tamaño medio de partículas de 5,448 μm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 7:

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

216,62 g	de agua
95,15 g	de celulosa modificada [Culminal MHPC 100 (al 5% en agua)]
23,65 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 15 / 79 (al 10% en agua)]
1,1 g	de NaNO_2

y fase oleosa:

22,0 g	de metacrilato de metilo
16,5 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
11 g	de ácido metacrílico
5,5 g	de triacrilato de pentaeritritol
55 g	de mezcla de sustancias aromáticas para agentes de lavado y de limpieza
165 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 629,14 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 0,73 g de perpivalato de ter-butilo (solución al 75 % en isododecano) y para enjuagar 1 g de agua y se calentó la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 85°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. A continuación, se añadieron 2,75 g de una solución acuosa al 10% de hidróperóxido de

96

ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,14 g de ácido ascórbico en 14 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 41,1%, con un tamaño medio de partículas de 2,264 µm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 8:

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

427,12 g	de agua
138,4 g	de celulosa modificada [Culminal MHPC 100 (al 5% en agua)]
34,4 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 15 / 79 (al 10% en agua)]
1,53 g	de NaNO ₂

y fase oleosa:

40,0 g	de metacrilato de metilo
24 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
8 g	de metacrilato de dimetilaminometilo
8 g	de triacrilato de pentaeritritol
1,24 g	de tioglicolato de 2-etilhexilo
80 g	de mezcla de sustancias aromáticas para agentes de lavado y de limpieza
240 g	de aceite blanco (CAS-Nr. 8042-47-5)

(cantidad total: 1003g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 0,8 g de perneodecanoato de ter-butilo y para

enjuagar 1 g de agua y se calentó la caldera hasta 50°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. A continuación, se añadieron 3,91 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,22 g de ácido ascórbico en 25 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 33,6%, con un tamaño medio de partículas de 2,27 µm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 9:

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

359,6 g	de agua
172,02 g	de celulosa modificada [Culminál MHPC 100 (al 5% en agua)]
86,01 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 15 / 79 (al 10% en agua)]
1,58 g	de NaNO ₂

y fase oleosa:

40,51 g	de metacrilato de metilo
25,8 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
8,6 g	de metacrilato de diemtilaminometilo
8,6 g	de triacrilato de pentaeritritol
1,33	de tioglicolato de 2-etilhexilo
86,01 g	de mezcla de sustancias aromáticas para agentes de lavado y de limpieza
258,02 g	de ésteres alquílicos C12-15 de ácido benzoico (CAS 68411-27-8)

(cantidad total: 1049 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 0,86 g de perneodecanoato de ter-butilo y para enjuagar 1 g de agua y se calentó la caldera hasta 50°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. A continuación, se añadieron 4,3 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,23 g de ácido ascórbico en 21 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 39,8%, con un tamaño medio de partículas de 2,89 µm (determinado mediante dispersión de luz).

Ejemplo 10:

En una caldera de 2 l con agitador dispensador (diámetro: 5 cm) se colocó la siguiente mezcla

de fase acuosa:

268,07 g	de agua
128 g	de celulosa modificada [Culminal MHPC 100 (al 5% en agua)]
64 g	de alcohol polivinílico [Mowiol® 15 / 79 (al 10% en agua)]
1,22 g	de NaNO ₂

y fase oleosa:

30,14 g	de metacrilato de metilo
19,2 g	de diacrilato de 1,4-butanodiol
6,4 g	de metacrilato de dimetilaminometilo
6,4 g	de triacrilato de pentaeritritol
0,99	de tioglicolato de 2-etilhexilo

CP

102,4 g de mezcla de sustancias aromáticas para agentes de lavado y de limpieza
153,6 g de ésteres alquílicos C12-15 de ácido benzoico (CAS 68411-27-8)

(cantidad total: 780 g).

Se dispersó la mezcla durante 40 minutos a temperatura ambiente a una velocidad de 3500 rpm y luego se transvasó a una caldera de 2 l equipada con un agitador se ancla. Se añadieron 1,28 g de perneodecanoato de ter-butilo y para enjuagar 1 g de agua y se calentó la caldera hasta 50°C en el transcurso de 1 hora. A continuación, se calentó el contenido de la caldera hasta 70°C en el transcurso de 1 hora y luego se mantuvo a esta temperatura durante 1 hora. A continuación, se añadieron 3,2 g de una solución acuosa al 10% de hidroperóxido de ter-butilo y se enfrió la caldera hasta 25°C en el transcurso de 90 minutos, añadiéndose en el transcurso de los primeros 80 minutos una solución de 0,17 g de ácido ascórbico en 18,6 g de agua.

El contenido de sustancia sólida de esta dispersión se encontraba en aproximadamente 37%, con un tamaño medio de partículas de 2,18 μm (determinado mediante dispersión de luz).

REIVINDICACIONES

1. Microcápsula que comprende un núcleo a), que contiene una sustancia aromática u olorosa, y una envoltura b), **caracterizada** porque b) puede obtenerse por polimerización de

- uno o varios éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico y
- por lo menos dos monómeros bi- o poli-funcionales diferentes.

2. Microcápsula según la reivindicación 1, **caracterizada** porque de forma independiente entre sí,

- a) contiene por lo menos un material hidrófobo,
- b) puede prepararse por polimerización por radicales libres,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 1 hasta 99,99% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C_1-C_{18} del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 0,01 hasta 70% en masa en la microcápsula,
- contiene dos, tres cuatro o cinco monómeros diferentes con grupos polimerizables por radicales,
- la cantidad de monómeros vinílicos monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 0 hasta 50% en masa en la microcápsula,
- y
- están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 0 a 40% en masa.

3. Microcápsula según las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizada** porque de forma independiente entre sí,

- a) está constituido por el material hidrófobo, que es por lo menos uno y la sustancia aromática u olorosa, que es por lo menos una o
- a) está constituido por la sustancia aromática u olorosa,
- b) está preparado por polimerización por radicales libres,

- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 20 hasta 80% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C_1-C_{12} del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 5 hasta 50% en masa en la microcápsula,
- contiene dos o tres monómeros diferentes con grupos bi- o poli-insaturados y polimerizables por radicales libres,
- la cantidad de monómeros vinílicos monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 10 hasta 40% en masa en la microcápsula,
- y
- están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 5 a 35% en masa.

4. Microcápsula según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque de forma independiente entre sí,

- el material hidrófobo, que es por lo menos uno, está seleccionado de entre el grupo constituido por: aceite vegetal, aceite de origen animal, materiales hidrófobos de baja viscosidad y aceite mineral,
- la sustancia aromática u olorosa, que es por lo menos una, está seleccionada de entre el grupo constituido por: sustancias aromáticas u olorosas naturales, sustancias aromáticas u olorosas sintéticas y sustancias aromáticas u olorosas semisintéticas,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C_1-C_{24} del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 40 hasta 60% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C_1-C_6 del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 20 hasta 40% en masa en la microcápsula,
- contiene dos monómeros diferentes con grupos bi- o poli-insaturados y polimerizables por radicales libres,

- la cantidad de monómeros monofuncionales vinílicos que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 20 hasta 30% en masa en la microcápsula,
y
 - están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 10 a 30% en masa.
5. Microcápsula según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** porque el diámetro medio se encuentra en el intervalo de entre 0,8 y 100 μm .
6. Microcápsula según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada** porque la relación del grosor de la envoltura respecto al diámetro de la microcápsula se encuentra en el intervalo de entre 0,005 a 0,1.
7. Composición química **caracterizada** porque contiene microcápsulas conformes a una de las reivindicaciones 1 a 6.
8. Composición química según la reivindicación 7, **caracterizada** porque contiene por lo menos una sustancia que está seleccionada de entre el grupo constituido por un tensioactivo, agente desinfectante, colorante, ácido, una base, un complejante, biocida, hidrotropo, espesante, coadyuvante, potenciador, una enzima, un blanqueador, activante de blanqueo, inhibidores de la corrosión, catalizadores de blanqueo, aditivos protectores del color, inhibidores de la transferencia de color, inhibidores de la descoloración al gris, polímeros liberadores de la suciedad, aditivos protectores de la fibra, siliconas, bactericidas y conservantes, disolventes orgánicos, mediadores de la solubilidad, mejoradores de la disolución y perfume.
9. Uso de microcápsulas conformes a una de las reivindicaciones 1 a 6 para la preparación de una composición conforme a una de las reivindicaciones 7 a 8.
10. Uso de microcápsulas conformes a una de las reivindicaciones 1 a 6 para el tratamiento de superficies.
11. Uso de microcápsulas conformes a una de las reivindicaciones 1 a 6 en el lavado de artículos textiles.
12. Uso de una composición química conforme a una de las reivindicaciones 7 a 8 en el lavado de artículos textiles.
13. Objeto **caracterizado** porque presenta microcápsulas conformes a una de las reivindicaciones 1 a 6.

14. Objeto según la reivindicación 13, caracterizado porque presenta las microcápsulas en su superficie.

RESUMEN

MICROCÁPSULAS QUE CONTIENEN SUSTANCIA AROMÁTICA CON COMPORTAMIENTO DE LIBERACIÓN MEJORADO

Microcápsulas, preparaciones de microcápsulas, así como agentes de lavado y de limpieza que las contienen, conteniendo las microcápsulas en su núcleo una o varias sustancia(s) aromática(s) u olorosa(s), cuyo comportamiento de liberación desde el núcleo de las microcapsulas está notablemente retardado por el uso de más de un reticulante.

105

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2009/050319

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B01J13/14 C11D3/37 C11D3/50

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B01J C11D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 02/02222 A (HENKEL KGAA) 10 January 2002 (2002-01-10) page 10, line 36; claims -----	1-14
A	US 2006/263519 A1 (SCHWANTES TODD A ET AL) 23 November 2006 (2006-11-23) claims; examples -----	1-14
A	WO 02/09663 A (QUEST INT) 7 February 2002 (2002-02-07) claims; example 1 -----	1-14

☐

Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

G document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 März 2009

Date of mailing of the international search report

27/03/2009

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hillebrecht, Dieter

106

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2009/050319

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 0202222	A	10-01-2002	AT 273745 T	15-09-2004
			AU 7058801 A	14-01-2002
			DE 10031132 A1	17-01-2002
			EP 1294479 A1	26-03-2003
			ES 2227236 T3	01-04-2005
			JP 2004502026 T	22-01-2004
			US 2004110898 A1	10-06-2004
US 2006263519	A1	23-11-2006	NONE	
WO 0209663	A	07-02-2002	AT 308308 T	15-11-2005
			AU 7647101 A	13-02-2002
			BR 0112887 A	10-06-2003
			DE 60114629 D1	08-12-2005
			DE 60114629 T2	10-08-2006
			EP 1305001 A1	02-05-2003
			ES 2250442 T3	16-04-2006
			MX PA03000737 A	04-06-2003
			US 2003180340 A1	25-09-2003

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/050319

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. B01J13/14 C11D3/37 C11D3/50

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

B01J C11D

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 02/02222 A (HENKEL KGAA) 10. Januar 2002 (2002-01-10) Seite 10, Zeile 36; Ansprüche	1-14
A	US 2006/263519 A1 (SCHWANTES TODD A ET AL) 23. November 2006 (2006-11-23) Ansprüche; Beispiele	1-14
A	WO 02/09663 A (QUEST INT) 7. Februar 2002 (2002-02-07) Ansprüche; Beispiel 1	1-14

☐

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

19. März 2009

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

27/03/2009

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040.
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Hillebrecht, Dieter

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/050319

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 0202222	A	10-01-2002	AT	273745 T	15-09-2004
			AU	7058801 A	14-01-2002
			DE	10031132 A1	17-01-2002
			EP	1294479 A1	26-03-2003
			ES	2227236 T3	01-04-2005
			JP	2004502026 T	22-01-2004
			US	2004110898 A1	10-06-2004
US 2006263519	A1	23-11-2006	KEINE		
WO 0209663	A	07-02-2002	AT	308308 T	15-11-2005
			AU	7647101 A	13-02-2002
			BR	0112887 A	10-06-2003
			DE	60114629 D1	08-12-2005
			DE	60114629 T2	10-08-2006
			EP	1305001 A1	02-05-2003
			ES	2250442 T3	16-04-2006
			MX	PA03000737 A	04-06-2003
			US	2003180340 A1	25-09-2003

109

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) N° de solicitud:		(51) Int Cl: B01J 013/014	
22) Fecha de solicitud:		(71) Solicitante(s) BASF SE	
(30) Prioridad	(31) Prioridad 08100495.4	(32) Fecha 15/01/2008	(33) País EP
		(72) Inventor(es) HANS-PETER HENTZE Y OTROS	
		(74) Apoderado: OSCAR CORREA	
(85) Fecha limite inicio fase nacional: 15/08/2010			
(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT			
Fecha de presentación de la solicitud: 13/01/2009			
No. de solicitud PCT/EP2009/050319			
(87) Publicación internacional			
Fecha: 23/07/2009			
N° publicación: WO 2009/090169 A1			
(54) Titulo: MICROCÁPSULAS QUE CONTIENEN SUSTANCIA AROMÁTICA CON COMPORTAMIENTO MEJORADO DE LIBERACIÓN			

Reivindicación(es):

1. Microcápsula que comprende un núcleo a), que contiene una sustancia aromática u olorosa, y una envoltura b), caracterizada porque b) puede obtenerse por polimerización de

- uno o varios éster(es) alquílico(s) C₁-C₂₄ del ácido acrílico y/o metacrílico y
- por lo menos dos monómeros bi- o poli-funcionales diferentes.

2. Microcápsula según la reivindicación 1, caracterizada porque de forma independiente entre sí,

- a) contiene por lo menos un material hidrófobo,
- b) puede prepararse por polimerización por radicales libres,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C₁-C₂₄ del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 1 hasta 99,99% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C₁-C₁₈ del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 0,01 hasta 70% en masa en la microcápsula,
- contiene dos, tres cuatro o cinco monómeros diferentes con grupos polimerizables por radicales,
- la cantidad de monómeros vinílicos monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 0 hasta 50% en masa en la microcápsula,
- y
- están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 0 a 40% en masa.

3. Microcápsula según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizada porque de forma independiente entre sí,

- a) está constituido por el material hidrófobo, que es por lo menos uno y la sustancia aromática u olorosa, que es por lo menos una o
- a) está constituido por la sustancia aromática u olorosa,

b) está preparado por polimerización por radicales libres,

- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C₁-C₂₄ del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 20 hasta 80% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C₁-C₁₂ del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 5 hasta 50% en masa en la microcápsula,
- contiene dos o tres monómeros diferentes con grupos bi- o poli-insaturados y polimerizables por radicales libres,
- la cantidad de monómeros vinílicos monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos asciende a 10 hasta 40% en masa en la microcápsula,
- y
- están contenidos en la microcápsula otros monómeros monofuncionales que disponen de grupos funcionales adicionales no vinílicos, en una cantidad de 5 a 35% en masa.

4. Microcápsula según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque de forma independiente entre sí,

- el material hidrófobo, que es por lo menos uno, está seleccionado de entre el grupo constituido por: aceite vegetal, aceite de origen animal, materiales hidrófobos de baja viscosidad y aceite mineral,
- la sustancia aromática u olorosa, que es por lo menos una, está seleccionada de entre el grupo constituido por: sustancias aromáticas u olorosas naturales, sustancias aromáticas u olorosas sintéticas y sustancias aromáticas u olorosas semisintéticas,
- la cantidad de éster(es) alquílico(s) C₁-C₂₄ del ácido acrílico y/o metacrílico asciende a 40 hasta 60% en masa en la microcápsula,
- está contenido un éster alquílico C₁-C₆ del ácido acrílico y/o metacrílico,
- la cantidad de los monómeros bi- o poli-funcionales, que son por lo menos dos diferentes, asciende a 20 hasta 40% en masa en la microcápsula,
- contiene dos monómeros diferentes con grupos bi- o poli-insaturados y polimerizables por radicales libres,

110

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 10 - 60,766
FECHA : JULIO 27 DE 2010

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-098741- -00000-0000

Fecha: 2010-08-11 17:28:49 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 113

**** CONSIGNACION ****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	175542474	26/07/2010	63,413,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	554,000.00
		TOTAL :	\$ 554,000.00

SON: QUINIENTOS CINCUENTA Y CUATRO MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

COLO: 16452-841-049-5

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

MIT : 800176089-2

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 10 - 62,641

FECHA : AGOSTO 2 DE 2010

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-098741- -00000-0000

Fecha: 2010-08-11 17:28:49 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11. PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 113

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	175542452	02/08/2010	54,447,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	
		99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	1,000.00
		TOTAL :	\$ 1,000.00

SON: MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

ESTA CERTIFICACION DE EXCEDENTE DE PAGO SOLO PODRA SER UTILIZADA
COMO PARTE DE LA CANCELACION DE UNA TARIFA VIGENTE Y NO PODRA SER
SUSTITUIDA POR NINGUN RECIBO.

COLO: 16452-841-049-5

112

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 10 - 65,086
FECHA : AGOSTO 9 DE 2010

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-098741- -00000-0000

Fecha: 2010-08-11 17:28:49 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 113

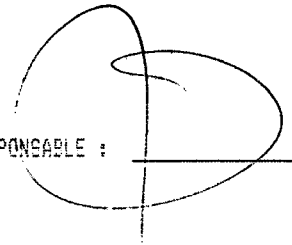
***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754327	132667006	09/08/2010	59,216,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-08	PRORROGA DE TERMINOS	83,000.00
		*** N.CREACION PRORROGA DE TERMINOS D	83,000.00
		TOTAL :	\$ 83,000.00

SON: OCHENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

COLO: 16452-841-049-5

113

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 10 - 65,244
FECHA : AGOSTO 9 DE 2010

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-098741- -00000-0000

Fecha: 2010-08-11 17:28:49 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 113

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	132667006	09/08/2010	59,216,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	20,000.00
99		OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	20,000.00
		TOTAL :	\$ 20,000.00

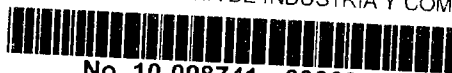
MON: VEINTE MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

ESTA CERTIFICACION DE EXCEDENTE DE PAGO SOLO PODRA SER UTILIZADA
COMO PARTE DE LA CANCELACION DE UNA TARIFA VIGENTE Y NO PODRA SER
SUSTITUIDA POR NINGUN RECIBO.

COLO: 16452-841-049-5



No. 10-098741- -00000-0000

Fecha: 2010-08-11 17:28:49

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR

Tra. 11 PATENTEIYII

Eve: 378 FASENACIONALI

Act. 411 PRESENTACION

Folios: 113

PATENTE DE INVENCION ☐

MODELO I

☐

Indicación que se solicita una patente.

☐

Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud

☐

Descripción de la invención

☐

Dibujos de ser estos pertinentes

☐

Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)

Completa ☐Incompleta ☐PATENTE DE INVENCION PCT ☒MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☒

Indicación que se solicita una PCT

☒

Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)

☐

Dibujos de ser estos pertinentes

☒

Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)

Completa ☐Incompleta ☐DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

☐

Indicación que se solicita Diseño Industrial

☐

Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud

☐

Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño

☐

Comprobante de pago de las tasas establecidas

Completa ☐Incompleta ☐ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

☐

Indicación que se solicita un esquema de trazado

☐

Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud

☐

Representación gráfica de un esquema de trazado

☐

Comprobante de pago de las tasas establecidas

Completa ☐Incompleta ☐



Bogotá D.C.,
2020

Doctor(a)
CORREA BARBOSA OSCAR
Apoderado(a) y/o Representante de
BASF SE

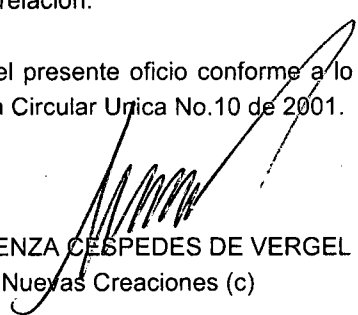
REFERENCIA	Radicación No.	10 098741
	Solicitud internacional	PCT/EP2009/050319
	Fecha inicio fase nacional	15/08/2010
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	111242

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. El solicitante debe presentar un nuevo título que permita identificar la materia de la cual trata la solicitud, ya que el título relacionado no se encuentra con la precisión necesaria para identificar claramente el objeto de la solicitud de patente. (Regla 4.3 PCT, Art 26-27 D-486, Circular única 5.2.9)

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Directora de Nuevas Creaciones (c)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 03 SET. 2010
adpa11