

Q.F.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



DELEGATURA PROPIEDAD INDUSTRIAL

Division de Nuevas Creaciones

PCT
SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

ENTRADA EN FASE NACIONAL

21 EXPEDIENTE No

03-88509

54 TITULO

MICROCAPSULAS DE PERFUME O AROMATIZANTE QUE COMPRENDEN

AGENTE IGNIFUGO

51 CLASIFICACION INTERNACIONAL

A61K 7/00; B01J 13/02

71 SOLICITANTE

FIRMENICH SA

DOMICILIO

CH-1211 GENEVA 8 SUIZA

74 APODERADO

RAMIRO CASTRO DUQUE

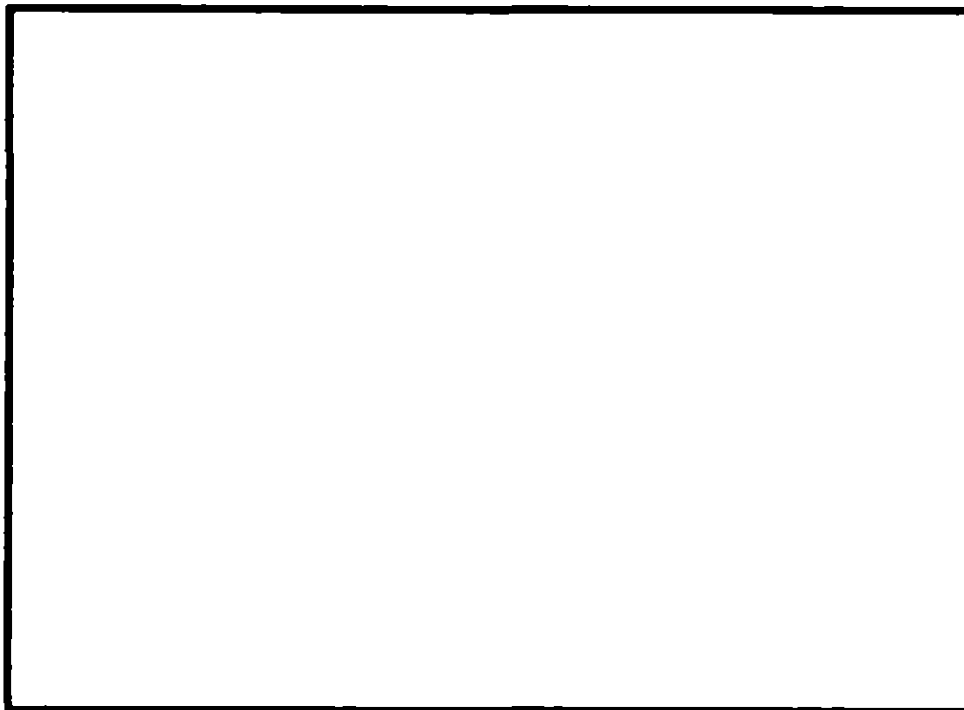
22 SANTAFE DE BOGOTA, D C

10

ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud. \$400.000
- ☐ Documento que acredite 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 Tarjeta de propietarios.

11 FIGURA CARACTERÍSTICA:



12 Solicito la concesión de la patente.

NOMBRE: RAMIRO CASTRO DUCUE

FIRMA:

C.C. 170.322 de Bogotá T.P. 1003 del C.S.J.

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página.

3

EL MINISTERIO Y COMERCIO
Radicación : 03028599 03000000 Folios: 43
Fecha (ACM): 2003-10-03 17:07:21
Trámite : 011 FCT-PATENT 379 FASE INCI 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE MEDIAN CREACIONES

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 03 - 65,423
FECHA : SEPTIEMBRE 11 DE 2003

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
BRIGARD & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	14795071	11/09/2003	27,830,000.00

***** C O N C E P T O *****

CANT. HISTORICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50003-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	400,000.00
	TOTAL :	\$ 400,000.00

SON: CUATROCIENTOS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Folio 4: Tarjeta de Autor
29.10.2003
gpl

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
30 May 2003 (30.05.2003)

PCT

(10) International Publication Number
WO 03/043728 A1

(51) International Patent Classification⁷:
B01J 13/02, 13/04, A61K 7/00, A23P 1/04, A61K 9/50

(21) International Application Number: PCT/IB02/04749

(22) International Filing Date:
11 November 2002 (11.11.2002)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
PCT/IB01/02210
22 November 2001 (22.11.2001) IB

(71) Applicant *(for all designated States except US)*: FIRMENICH SA [CH/CH]; P. O. Box 239, 1, route des Jeunes, CH-1211 GENEVA 8 (CH).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants *(for US only)*: HOLZNER, Günter [AT/CH]; 15, chemin des Palettes, CH-1212 GRAND-LANCY (CH). MOSER, André [CH/FR]; 124, rue du Jura, Les Hutins, F-01170 SEGNY (FR).

(74) Agent: SALVATERRA-GARCIA, Maria de Lurdes; FIRMENICH SA, 1, route des Jeunes, P. O. Box 239, CH-1211 GENEVA 8 (CH).

(81) Designated States (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GE, GD, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (*regional*): ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

- with international search report
- before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: PERFUMING OR FLAVOURING MICROCAPSULES COMPRISING A FIREPROOFING AGENT

(57) Abstract: Perfuming or flavouring microcapsules comprising, further to a perfuming or flavouring ingredient and a carrier material, a fireproofing agent, proved to undergo, when suspended in hot air during their preparation, an explosion of a reduced violence.

WO 03/043728 A1

Perfuming or flavouring microcapsules comprising a fireproofing agent**Technical Field**

5 The present invention relates to the field of perfumery and to the flavour industry. It concerns more particularly perfuming or flavouring microcapsules characterised by the fact that, when subjected to a sufficiently powerful ignition source, their rapid combustion reaction is weak or moderate. In fact, the microcapsules of the invention comprise an effective amount of a fireproofing agent susceptible of reducing the violence of their explosion, so as to classify these particles in a dust hazard class St-1.

Background of the Invention

15 Microcapsules are employed to a large extent in the perfumery and flavouring industries. They constitute delivery systems for perfuming or flavouring ingredients and can be advantageously used in a very large number of applications. The encapsulation of active substances such as perfuming or flavouring ingredients provides at the same time a protection of the ingredients there-encapsulated against "aggressions" such as oxidation or moisture and allows, on the other hand, a certain control of the kinetics of flavour or fragrance release to induce sensory effects through sequential release.

20 Now, the numerous advantageous properties of microcapsules in these fields are opposed to other properties that must be taken into account during their preparation, transportation, storage and handling. In fact, such delivery systems, due to their nature, and in particular to the fact that they encapsulate volatile and flammable substances, constitute combustible dusts which can, when dispersed in air or another oxygen-containing gas, form readily ignitable mixtures. When ignited by a sufficient powerful ignition source, the result is a rapid combustion reaction with advancing pressure and flame front.

25 This issue becomes important during the preparation of microcapsules. In particular, spray-drying and fluidised-bed encapsulation processes are highly concerned by this issue, as they are both based on the use of an equipment wherein particles are suspended in hot air as fine particles and can therefore undergo explosion during their preparation.

Spray-drying is the most common encapsulation technique used to stabilise volatile substances such as flavours or fragrances, by encapsulating them in a solid form, suited to many applications. Spray-dried powders are commonly made in an usual spray-drying equipment. Spray-drying is usually effected by means of a rotating disc or of
5 multicomponent nozzles. Detailed techniques are described for instance in K. Masters, Spray-drying Handbook, Longman Scientific and Technical, 1991.

Fluidised beds are used for spraying a coating on a core material fluidised in a bed. This encapsulation technique is also well known and is described for instance in EP 70719 or in US 6,056,949, the contents of which are hereby included by reference.

10 Both the above-described encapsulation equipments being susceptible to explosions of particles suspended in the air, they thus have to be adapted as a function of the technical safety parameters characterising the particles there-treated. In particular, they have to be dimensioned as a function of the violence of explosions that can occur during the preparation of microcapsules. Therefore, the problem of reducing the violence
15 of possible explosions of powder products resulting from such encapsulation processes is of paramount importance for the industry.

For the safe handling of combustible substances, it is imperative to know the dangerous properties of a product. The reliable way to characterise the combustible and explosive properties of a product is to subject a sample of the product to various tests and
20 classify the results in accordance with the technical safety characteristics. The international standards (VDI Guideline 2263 part 1 : Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment – Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, May 1990) describe the test equipments (Modified Hartmann apparatus and Close apparatus) and methods. These methods allow
25 to determine physical constants such as the maximum explosion behaviour of a combustible dust in a closed system. A pyrotechnic igniter with a total energy of 10 kJ is used as ignition source. From test methods described in the mentioned guidelines, a characteristic constant, K_{St} , which is dust specific is determined. As there are so many such dusts produced and processed in industrial practice, for example for pharmaceutical
30 and cereal, flour products, it is appropriate to assign this maximum explosion constant to one of the several dust explosion classes and to use these as a basis for the dimensioning of constructional protective measures. The correspondence between these classes hereafter referred as dust hazard classes, and the constant K_{St} is the following :

<u>Dust Hazard Class</u>	<u>Product Specific Constant K_{St} [bar.m.s⁻¹]</u>
St-1	> 0 to 200
St-2	< 200 to 300
St-3	< 300

5

Now, despite that some perfuming and flavouring ingredients are classified in a dust hazard class St-1, a large number of these ingredients and thus the microcapsules encapsulating them, and depending on the volatility of the perfuming or flavouring ingredients, are still classified under an St-2 dust hazard class and thus require production equipments specifically adapted to the violence of possible explosions, which of course can be very costly.

While solutions have been proposed for solving similar problems in other technical fields such as for instance for polymeric organic compositions which demonstrate a tendency to degrade, the perfuming and flavouring industry was never provided with an efficient solution, adapted to these products and which would solve the economic problem related to the costly equipment required to prepare St-2 classified microcapsules.

Description of the Invention

20

Now, we have been able to establish that fireproofing agents could be added directly to perfuming and flavouring microcapsules in an amount effective to reduce the violence of possible explosions during their preparation, in particular when suspended in hot air. One object of the invention is thus to provide perfuming or flavouring microcapsules comprising at least one perfuming or flavouring ingredient dispersed in or adsorbed within a polymeric carrier material, characterised by the fact that the microcapsules also comprise an effective amount of a fireproofing agent susceptible of reducing the dust hazard explosive class of the microcapsules to St-1. It is also an object of the invention to provide methods of making and using such microcapsules.

30

As mentioned above, the St-class of a microcapsule is deduced from the value of its product specific constant K_{St} (see correspondance Table above). The K_{St} parameter is measured by means of a Modified Hartmann apparatus and Close apparatus. This equipment and the methods of measurement of K_{St} are described in International

standards, hereby included by reference (VDI Guideline 2263 part 1 : Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, May 1990).

5 The perfuming or flavouring microcapsules of the invention comprise an effective amount of a fireproofing agent which is capable of reducing the violence of the explosion of the microcapsules possibly induced by their suspension in the air during their preparation. This is very advantageous considering that such delivery systems are mainly composed of highly volatile ingredients which constitute therefore combustible dusts. Such volatile ingredients had to be used in the past in limited proportions in compositions
10 subjected to processes involving the suspension of particles in hot air. Now, the solution provided by the present invention allows to use higher quantities of these ingredients, and therefore provides an advantageous alternative to the prior use of precursors of certain particularly volatile ingredients.

The invention therefore provides an advantageous solution as regards the problem
15 of the preparation of perfuming and flavouring microcapsules and powder products, in particular for preparations via processes involving a spray-drier or a fluidised bed, wherein fine particles are suspended in the air and are therefore more susceptible of exploding. Under an St-1 class, the violence of the explosion will be a weak or at least moderate reaction, whereas it would be a strong reaction for a dust hazard class St-2, and
20 a very strong reaction for a dust hazard class St-3. As a consequence, the equipment used for the preparation of microcapsules according to the present invention can be dimensioned accordingly i.e. as St-1 and thus become less costly, whilst guarantying the same or better manufacture safety conditions.

Furthermore, the microcapsules and powder products of the invention not only
25 present an advantage as regards the violence of any possible such reaction induced during their preparation, but also have proved to be less sensitive to ignition, i.e. to present a reduced tendency to explode. This characteristic may be measured and is expressed through the minimum ignition energy or MIE parameter. The MIE of a dust is defined as the lowest quantity of electrical energy stored in a capacitor which, when discharged over
30 a spark gap, is just not sufficient to ignite the most readily ignitable dust or air mixture in a series of twenty consecutive tests, at atmospheric pressure, ambient temperature and lowest turbulence possible. The international standards (VDI Progress Report 134) state that dusts with a minimum ignition energy between 10 and 100 mJ are generally regarded



as having normal ignibility, whereas, in the case of dusts with a minimum ignition energy below 10 mJ, particular attention must be paid to eliminate all sources of ignition, even weak ignition sources such as mechanical sparks or discharges of static electricity.

5 The method for measuring a MIE parameter is described in International standards, hereby included by reference, namely VDI Guidelines 2263, part 1 : Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, May 1990.

As regards the industry here-concerned, it turns out that some perfuming and flavouring powders possess, due to the nature of perfuming and flavouring ingredients, 10 MIE values in the range of 1 to 10 mJ. Now, it turned out that, in a totally unexpected manner and as shown in the example below, the presence of a fireproofing agent in the composition of the microcapsules of the invention resulted in an increase in the MIE characterising values of these products, which thus reached a value above 10 mJ. This is an unexpected advantage of the invention which is moreover of paramount importance, as 15 the microcapsules of the invention, besides their facilitated process of preparation, now present also numerous advantages as regards the requirements for their storage or even their transport, and further handling.

The fireproofing agent of the invention is preferably selected from the group consisting of sodium silicate, potassium silicate, sodium carbonate, sodium 20 hydrogencarbonate, monoammonium phosphate or carbonate, diammonium phosphate, mono-, di- or trisodium phosphate, sodium hypophosphite, melamine cyanurate, chlorinated hydrocarbons and mixtures thereof. Examples of commercial products of this kind include Monnex[®] (origin : SICLI Matériel Incendie SA, Geneva, Switzerland), Bi-Ex[®] (origin : SICLI Matériel Incendie SA, Geneva, Switzerland), ABC-E[®] (origin : 25 SICLI Matériel Incendie SA, Geneva, Switzerland), Tropolar[®] (origin : SICLI Matériel Incendie SA, Geneva, Switzerland) and ATO-33[®] (origin : SICLI Matériel Incendie SA, Geneva, Switzerland).

The fireproofing agent is usually present in a proportion representing from 5 to 90% by weight of the total dry weight of the microcapsule. Preferably, it will represent 30 from 5 to 15% by weight relative to the total dry weight of the microcapsule.

The microcapsule of the invention is based on the presence of at least one perfuming or flavouring material and a polymeric carrier material.

The perfuming or flavouring ingredient, in the form of one sole ingredient or in the form of a composition, either in isolation or, optionally, in a solution or suspension in solvents and adjuvants of current use, represents from 1 to 80%, and preferably from 1 to 50% by weight relative to the total weight of the microcapsule. The terms perfume or
5 flavour ingredient or composition as used herein are deemed to define a variety of fragrance and flavour materials of both natural and synthetic origins. They include single compounds and mixtures. Specific examples of such components may be found in the current literature, e.g. in *Perfume and Flavour Chemicals* by S. Arctander, Montclair, N.J. (USA); *Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients*, CRC Press or *Synthetic Food*
10 *Adjuncts* by M.B. Jacobs, van Nostrand Co. Inc., and other similar text books; and are well-known to the person skilled in the art of perfuming, flavouring and/or aromatising consumer products, i.e. of imparting an odour or a taste to a consumer product.

In one embodiment of the invention, the perfume or flavour ingredient or composition is dispersed in a polymeric carrier material. Non limiting examples of the
15 latter include polyvinyl acetate, polyvinyl alcohol, dextrans, natural or modified starch, vegetable gums, pectins, xanthanes, alginates, carragenans or yet cellulose derivatives such as for example carboxymethyl cellulose, methylcellulose or hydroxyethylcellulose, and generally all materials currently used for encapsulation of volatile substances.

In another embodiment, the perfume or flavour ingredient or composition is
20 adsorbed within a polymeric carrier material. As non limiting examples of the latter, one can cite amorphous silica, precipitated silica, fumed silica and aluminosilicates such as zeolite and alumina.

A second object of the invention is a method for the preparation of perfuming and flavouring microcapsules comprising a fireproofing agent. There are several alternatives
25 to the method for the preparation of the microcapsules of the invention. In a first embodiment, the fireproofing agent is added to an aqueous emulsion consisting of the perfuming or flavouring ingredient or composition dispersed in the polymeric carrier material. The obtained emulsion is then spray-dried in order to form a powder. Optionally, an emulsifier may be added to the initial emulsion. This encapsulation
30 technique does not require a more detailed description herein, as it relies on conventional spray-drying techniques, which are perfectly well documented in the prior art [see for example *Spray-Drying Handbook*, 3rd ed., K. Masters; John Wiley (1979)] and currently applied in the food industry or in the flavour and perfume industries.

In another embodiment, the fireproofing agent, in the form of a solid powder, is simply blended with a spray-dried powder formed from the aqueous emulsion of perfuming or flavouring ingredient or composition in the polymeric carrier material and the emulsifier.

5 A third alternative for the preparation of the microcapsules of the invention presenting an explosion reaction of reduced violence, is to firstly adsorb the perfuming or flavouring ingredient or composition within a porous polymeric carrier material as described above and to further coat the resulting system with a fireproofing agent. This method of preparation can be carried out in a fluidised bed apparatus, according to
10 conventional techniques such as those described for instance in EP 70719 or in US 6,056,949 the contents of which are hereby included by reference. The particles formed by adsorption of a fragrance or flavour ingredient or composition within the carrier can thus be coated after granulation, e.g. by spraying a solution, emulsion or melt of the fireproofing agent, which forms a protective film around the core.

15 During the granulation process, there can also be used usual additives such as artificial sweeteners, food dyes, vitamins, antioxidants, anti-foam agents, carbonic acid generators, or additional flavorants etc. which can be added to the core material or to the spray emulsion.

The microcapsules of the invention have an average diameter varying from
20 usually 5 to 500 μm .

The microcapsules of the invention can advantageously be used to impart, improve, enhance or modify the organoleptic properties of a great variety of edible or perfumed end products. In the field of perfumery, the perfuming microcapsules resulting from any embodiment of the process according to the invention can be incorporated in a
25 perfuming composition such as a perfume, a Cologne or an after-shave lotion, or yet they can be added to functional products such as detergents or fabric softeners, soaps, bath or shower gels, deodorants, body lotions, shampoos and other hair-care products, household cleansers, cleaning and deodorising blocks for toilet tanks. On the other hand, in the case of flavours encapsulated, the consumer products susceptible of being flavoured by the
30 microcapsules of the invention may include foods, beverages, pharmaceuticals and the like.

The concentrations in which the microcapsules of the invention can be incorporated in such consumer products vary in a wide range of values, which are

dependent on the nature of the product to be perfumed or flavoured. Typical concentrations, to be taken strictly by way of example, are comprised in a range of values as wide as from a few ppm up to 5 or 10% of the weight of the flavouring or perfuming composition or finished consumer product into which they are included.

- 5 The invention will be now illustrated but not limited by way of the following examples wherein temperatures are given in degrees centigrade and abbreviations have the meaning common in the art.

Embodiments of the Invention

10

Example 1

Dry blending of a spray-dried perfuming powder and a powdered fireproofing agent

- 15 An emulsion of the following composition was spray-dried in a spray-drier Büchi (origin : Switzerland) :

	<u>Ingredients</u>	<u>grams</u>
	Water	150.0
20	Capsul ^{® 1)}	67.0
	Perfume concentrate ²⁾	<u>33.0</u>
	Total	250.0

- 1) dextrin dioctenylsuccinate ; origin : National Starch, USA
25 2) origin : Firmenich SA, Geneva, Switzerland

The theoretical yield after evaporation of water was of 100 g of powder containing 33% of perfume.

- 30 The explosive character of the powder was measured with a Hartmann apparatus (see VDI Guideline 2263 part 1 : Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment – Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, May 1990), and the powder was attributed a dust hazard class St-2. The same powder was then mixed with diammonium phosphate in a powder form, in a ratio of 80:20.

9/2

The analysis of the explosive character of the homogeneous mixture, made under the same condition demonstrated that the mixture could be classified as St-1.

Example 2

5

Coating of combustive perfuming microcapsules with sodium silicate

10

Silica dioxide spheres (Tixosil 68 ; origin : Rhodia, France) were filled with the perfuming ingredient described in Example 1 and further coated with sodium silicate as follows :

Adsorption of perfume in silica dioxide

Thanks to its porous character, the silica dioxide adsorbed 60% of perfume and still stayed as a free-flowing granule without external liquid.

15

The explosive analysis measured as explained in Example 1 classified the mixture as St-2. The latter was then coated into a Kugelcoater (origin : Hüttlin, Germany) with sodium silicate, according to the following formula :

	<u>Ingredients</u>	<u>grams</u>
20	Tioxil 68 and perfume	900
	Aqueous sodium silicate solution 35%	<u>300</u>
	Total	1200

25

After evaporation of water during the coating in the Kugelcoater, there were obtained about 1000 g of coated spheres coated with a sodium silicate layer. The explosive analysis in a Hartmann apparatus classified the product as St-1. This result is a clear demonstration of the action of the sodium silicate protective layer.

Example 3

30

Spray-drying of a perfuming emulsion comprising a fireproofing agent

Two perfuming emulsions were prepared from the following formulas (parts by weight) :

	<u>Ingredients</u>	<u>Formula A</u>	<u>Formula B</u>
		(parts by weight)	(parts by weight)
	Lavender perfume ¹⁾	13.20	13.20
	Tween [®] 20 ²⁾	0.12	0.12
5	Water	60.00	60.00
	Citric acid	0.12	0.12
	Capsul [®] 3)	20.56	26.56
	Budit [®] 315 ⁴⁾	2.00	-
	Monoammonium phosphate	<u>4.00</u>	<u>-</u>
10	Total	100.00	100.00

1) origin : Firmenich SA, Geneva, Switzerland

2) polyoxyethylene monolaurate ; origin : ICI Chemicals, Great Britain

3) dextrin dioctenylsuccinate ; origin : National Starch, USA

15 4) melamine cyanurate ; origin : Budenheim, Germany

The ingredients above-cited were homogenised by means of a Silverson type fast stirrer.

The mixtures were then spray-dried in a Sodeva apparatus with an emulsion output of 2 kg/h, drying air : 320 m³/h at 350°C and 0.45x10⁵ Pa.

20 There were thus obtained fine powders, the diameter of the particles being comprised between 10 and 300 µm and the content of liquid perfume being 13.2% by weight.

After measuring the dust hazard class, as explained in Example 1, of the 2 kinds of powders, Formula A was classified as St-1, while Formula B was classified as St-2.

Furthermore, the minimal ignition energy (MIE) was measured for both powders (for
25 method used, see VDI Guideline 2263 part 1 : Dust Fires and Dust Explosions, Hazard
Assessment – Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety
Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, May 1990). Formula A had a MIE comprised
between 10 and 25 mJ, while Formula B had an MIE comprised between 5 and 10 mJ.
The latter was thus classified as very reactive (very low values for its MIE) and thus
30 should be treated as a flammable gas (such as propane or butane). On the other hand,
Formula A which possessed higher values for its MIE, would thus not be ignited by
electric discharges.

~~10~~
10

Example 4

Spray-drying of a flavouring emulsion comprising a fireproofing agent

5 Two flavouring emulsions were prepared from the following formulas (parts by weight) :

	<u>Ingredients</u>	<u>Formula A</u>	<u>Formula B</u>
		(parts by weight)	(parts by weight)
	Basilic flavour ¹⁾	16.33	16.33
10	Acetaldehyde	1.81	1.81
	Water	45.02	45.02
	Capsul® ²⁾	28.59	36.84
	Disodium phosphate	<u>8.25</u>	<u>-</u>
	Total	100.00	100.00

15

- 1) origin : Firmenich SA, Geneva, Switzerland
- 2) dextrin dioctenylsuccinate ; origin : National Starch, USA

20 The ingredients above cited were homogenised by means of a fast stirrer.
The mixtures were then spray-dried in an APV PSD 52 apparatus with an emulsion output of 1 kg/h ; inlet temperature of 180° ; outlet temperature of 80° ; evaporation capacity of 20 kg/h at 300°.

25 There were thus obtained fine powders, the mean particle sizes being respectively 45 µm (Formula A) and 37 µm (Formula B), and the flavour content of the spray-dried powders being identical to that of the starting emulsions.

After measuring the respective dust hazard classes of the obtained powders, as explained in Example 1, Formula A was classified as St-1, while Formula B was classified as St-3. Therefore the presence of an effective amount of disodium phosphate in Formula A

30 advantageously reduced the dust hazard explosive class of the powder.

Furthermore, the evaluation of the two powders by an expert flavourist revealed that the flavour of the powder of formula A was not altered by the presence of disodium phosphate.

Claims

1. Perfuming or flavouring microcapsule comprising at least one perfuming or flavouring ingredient dispersed in or adsorbed within a polymeric carrier material,
5 characterised in that the microcapsule further comprises an effective amount of a fireproofing agent susceptible of reducing the dust hazard explosive class of the microcapsule to St-1.
2. Perfuming or flavouring microcapsule according to claim 1, characterised
10 in that the fireproofing agent is selected from the group consisting of sodium silicate, potassium silicate, sodium carbonate, sodium hydrogencarbonate, monoammonium phosphate or carbonate, diammonium phosphate, mono-, di- or trisodium phosphate, sodium hypophosphite, melamine cyanurate, chlorinated hydrocarbons and mixtures thereof.
- 15 3. Perfuming or flavouring microcapsule according to claim 1, characterised in that it comprises from 5 to 90% by weight of fireproofing agent relative to the dry weight of the microcapsule.
- 20 4. Perfuming or flavouring microcapsule according to claim 3, characterised in that it comprises from 5 to 15% by weight of fireproofing agent relative to the dry weight of the microcapsule.
- 25 5. Perfuming or flavouring microcapsule according to claim 1, characterised in that it comprises from 1 to 80% by weight of perfume or flavour relative to the total weight of the microcapsule.
- 30 6. Perfuming or flavouring microcapsule according to claim 1, characterised in that it comprises from 1 to 50% by weight of perfume or flavour relative to the total weight of the microcapsule.
7. Method for the preparation of perfuming or flavouring microcapsules as defined in claim 1, which comprises adding a fireproofing agent to an aqueous emulsion

of the perfuming or flavouring ingredient in the carrier polymeric material, and spray-drying the obtained emulsion to form a powder.

8. Method for the preparation of perfuming or flavouring microcapsules as defined in claim 1, which comprises impregnating a porous polymeric carrier material with the perfuming or flavouring ingredient and coating the resulting system with a fireproofing agent.

9. Method for the preparation of perfuming or flavouring microcapsules as defined in claim 1, which comprises spray-drying an aqueous emulsion of a perfuming or flavouring ingredient in a polymeric carrier, and dry blending the spray-dried powder obtained with a fireproofing agent in a powdered form.

10. Use of a fireproofing agent in the composition of a perfuming or flavouring microcapsule for reducing the violence of the explosion of the microcapsule during its suspension in the air.

11. Use according to claim 10, characterised in that the fireproofing agent is selected from the group consisting of sodium silicate, potassium silicate, sodium carbonate, sodium hydrogencarbonate, monoammonium phosphate or carbonate, diammonium phosphate, mono-, di- or trisodium phosphate, sodium hypophosphite, melamine cyanurate, chlorinated hydrocarbons and mixtures thereof..

12. A perfumed product selected from the group consisting of a perfume, a Cologne, an after-shave lotion, a soap, a bath or shower gel, a deodorant, a body lotion, a shampoo or another hair-care product, a detergent, a fabric softener, a household cleaner and a cleaning and deodorising block for toilet tanks, characterised in that it comprises perfuming microcapsules according to any one of claims 1 to 6.

13. A food, beverage or pharmaceutical product, characterised in that it comprises flavouring microcapsules according to any one of claims 1 to 6.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte al Application No

PCT/IB 02/04749

12

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01J13/02 B01J13/04 A61K7/00 A23P1/04 A61K9/50

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)

IPC 7 B01J A61K A23P

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)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 989 852 A (PALMER EDWIN) 2 November 1976 (1976-11-02) the whole document	1-13
A	US 3 445 563 A (ELLIOTT LEONARD GODFREY ET AL) 20 May 1969 (1969-05-20) the whole document	1-13

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in 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.

"Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 March 2003

Date of mailing of the international search report

31/03/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5618 Patentkan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax. (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Willsher, C

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No
PCT/IB 02/04749

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 3989852	A	02-11-1976	US	3903295 A	02-09-1975
US 3445563	A	20-05-1969	GB	1142147 A	05-02-1969
			CH	488455 A	15-04-1970
			DE	1617489 A1	08-04-1971
			FR	1497511 A	13-10-1967
			NL	6607282 A	29-11-1966

**MICROCAPSULAS DE PERFUME O AROMATIZANTE QUE COMPRENDEN AGENTE
IGNIFUGO**

Campo Técnico

5 La presente invención se refiere al campo de la
perfumería y a la industria de aromatizantes. La misma se
refiere más particularmente a microcápsulas de perfume o
aromatizante caracterizadas porque, cuando se someten a una
fuente de ignición suficientemente potente, su rápida
10 reacción de combustión se debilita o modera. En efecto, las
microcápsulas de la invención comprenden una cantidad
efectiva de un agente ignífugo susceptible de reducir la
violencia de su explosión, para clasificar estas partículas
en una clase de riesgo de polvo St-1.

15 **Antecedentes de la Invención**

Las microcápsulas se emplean en un grado mayor en
las industrias de perfumería y aromatizantes. Las mismas
constituyen sistemas de suministro para ingredientes de
perfumería o aromatizante y se pueden usar ventajosamente en
20 un número muy grande de aplicaciones. La encapsulación de las
sustancias activas, tales como ingredientes de perfumería o
aromatizante, provee al mismo tiempo una protección de los
ingredientes encapsulados en estas contra "agresiones" tales
como oxidación o humedad y permite, por otra parte, un cierto
25 control de las cinéticas de liberación de aromatizante o

19/10

fragancia para inducir efectos sensoriales a través de la liberación secuencial.

Actualmente, las numerosas propiedades ventajosas de las microcápsulas en estos campos se oponen a otras propiedades que se deben tomar en cuenta durante su preparación, transportación, almacenamiento y manipulación. En efecto, tales sistemas de suministro, debido a su naturaleza, y en particular al hecho que los mismos encapsulan sustancias volátiles e inflamables, constituyen polvos combustibles los cuales pueden formar, cuando se dispersan en el aire u otro gas que contiene oxígeno, mezclas fácilmente inflamables. Cuando se encienden por una fuente de ignición potente, suficiente, el resultado es una reacción de combustión rápida con presión de avance y frente de llama.

Este tema llega a ser importante durante la preparación de microcápsulas. En particular, los procesos de encapsulación de lecho fluidizado y secado por aspersión están altamente relacionados por este tema, cuando los mismos se basan tanto en el uso de un equipo en donde las partículas se suspenden en aire caliente como partículas finas y por lo tanto pueden sufrir explosión durante su preparación.

El secado por aspersión es la técnica de encapsulación más común usada para estabilizar sustancias volátiles tales como aromatizantes o fragancias, encapsulándolas en una forma sólida, adecuado para muchas

15 X

aplicaciones. Los polvos secados por aspersion comúnmente están hechos en un equipo usual de secado por aspersion. El secado por aspersion usualmente se efectúa por medio de un disco giratorio o de boquillas de componentes múltiples. Las técnicas detalladas se describen, por ejemplo, en K. Masters, Spray-drying Handbook, Longman Scientific and Technical, 1991.

Los lechos fluidizados se utilizan para rociar un revestimiento en un material de núcleo fluidizado en un lecho. Esta técnica de encapsulación también es bien conocida y se describe por ejemplo en EP 70719 o en US 6,056,949, los contenidos de los cuales se incluyen como referencia.

Ambos equipos de encapsulación descritos anteriormente son susceptibles a explosiones de partículas suspendidas en el aire, por consiguiente, los mismos tienen que adaptarse como una función de los parámetros de seguridad técnica que caracterizan las partículas tratadas aquí. En particular, tienen que ser dimensionados como una función de la violencia de explosiones que pueden ocurrir durante la preparación de microcápsulas. Por lo tanto, el problema de reducir la violencia de posibles explosiones de productos en polvo que resultan de tales procesos de encapsulación es de primordial importancia para la industria.

Para la manipulación segura de sustancias combustibles, es imperativo conocer las propiedades de riesgo de un producto. La forma confiable para caracterizar el

16 ~~7~~

combustible y las propiedades explosivas de un producto es someter una muestra del producto a varias pruebas y clasificar los resultados de acuerdo con las características de seguridad técnica. Los estándares internacionales

5 (Directriz VDI 2263 2263 parte 1: Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, Mayo 1990) describen los equipos de prueba (aparato Close y aparato Hartmann Modificado) y

10 métodos. Estos métodos permiten determinar las constantes físicas tales como el máximo comportamiento de explosión de un polvo combustible en un sistema cerrado. Un ignitor pirotécnico con una energía total de 10 kJ se utiliza como fuente de ignición. A partir de los métodos de prueba

15 descritos en las directrices mencionadas, se determina una constante característica, K_{st} , la cual es específica del polvo. Cuando existen muchos polvos producidos y procesados en la práctica industrial, por ejemplo para productos de harina, farmacéuticos y cereales, es apropiado asignar esta

20 constante de explosión máxima a una de las diversas clases de explosión de polvo y al uso de estas como una base para dimensionar las medidas de protección en la construcción. La relación entre estas clases referidas después como clases de riesgo de polvo, y la

25 constante K_{st} es la siguiente:

Clases de riesgo de Polvo
Constante Específica del
Producto K_{st} [bar.m.s⁻¹]

St-1	>0 a 200
St-2	<200 a 300
St-3	<300

5

Actualmente, a pesar de que algunos ingredientes de perfumes y aromatizantes se clasifican en una clase de riesgo de polvo St-1, un gran número de estos ingredientes y por consiguiente las microcápsulas que los encapsulan, y dependiendo de la volatilidad de los ingredientes de perfumes o aromatizantes, todavía se clasifican bajo una clase de riesgo de polvo St-2 y por consiguiente requieren equipos de producción específicamente adaptados a la violencia de posibles explosiones, los cuales por supuesto puede ser muy costosos.

10

15

Mientras que las soluciones se han propuesto para solucionar problemas similares en otros campos técnicos tales como, por ejemplo, para composiciones orgánicas poliméricas las cuales demuestran una tendencia a degradarse, la industria de perfumes y aromatizantes nunca se proporcionó con una solución eficiente, adaptada para estos productos y la cual podría solucionar el problema económico relacionado con el equipo costoso requerido para preparar las microcápsulas clasificadas como St-2.

20

Descripción de la Invención

Actualmente, ha sido posible establecer que los agentes ignífugos se podrán agregar directamente a las

25

18
/

microcápsulas de perfume y aromatizante en una cantidad efectiva para reducir la violencia de posibles explosiones durante su preparación, en particular cuando se suspenden en aire caliente. Por consiguiente, un objeto de la invención es

5 proporcionar las microcápsulas de perfume o aromatizante que comprenden al menos un ingrediente de perfume o aromatizante dispersado o absorbido dentro de un material portador polimérico, caracterizado por el hecho que las microcápsulas también comprenden una cantidad efectiva de un agente

10 ignífugo susceptible de reducir la clase explosiva de riesgo de polvo de las microcápsulas para St-1. También es un objeto de la invención proporcionar métodos de producción y usar tales microcápsulas.

Como se mencionó anteriormente, la clase St de una

15 microcápsula se deduce del valor de su constante específica de producto K_{St} (véase relación de la Tabla anterior). El parámetro K_{St} se mide por medio de un aparato Close y aparato Hartmann Modificado. Este equipo y los métodos de medición de K_{St} se describen en estándares internacionales, por lo cual

20 se incluyen como referencia (Directriz VDI 2263 parte 1: Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlín, Mayo 1990).

Las microcápsulas de perfume o aromatizante de la

25 invención comprenden una cantidad efectiva de un agente

19

ignífugo el cual es capaz de reducir la violencia de la explosión de las microcápsulas posiblemente inducidas por su suspensión en el aire durante su preparación. Esto es muy ventajoso considerando que tales sistemas de suministro están compuestos principalmente de ingredientes altamente volátiles los cuales constituyen, por lo tanto, polvos combustibles. Tales ingredientes volátiles tienen que ser utilizados en la pasta en proporciones limitadas en composiciones sometidas a procesos que involucran la suspensión de partículas en aire caliente. Actualmente, la solución provista por la presente invención permite usar cantidades superiores de estos ingredientes, y por lo tanto proporciona una alternativa ventajosa para el uso previo de precursores de ciertos ingredientes particularmente volátiles.

Por lo tanto, la invención proporciona una solución ventajosa con respecto al problema de la preparación de microcápsulas de perfume y aromatizante y productos en polvo, en particular para preparaciones vía procesos que involucran un secador por aspersion y un lecho fluidizado, en donde las partículas finas se suspenden en el aire y por lo tanto son más susceptibles de explotar. Bajo una clase St-1, la violencia de la explosión será una reacción débil o al menos moderada, mientras que podría ser una reacción fuerte para una clase de riesgo de polvo St-2, y una reacción muy fuerte para una clase de riesgo de polvo St-3. Como una

20
X

consecuencia, el equipo usado para la preparación de microcápsulas de acuerdo con la presente invención puede ser dimensionado de conformidad, es decir, como St-1 y por consiguiente llega a ser menos costoso, aunque garantiza las mismas o mejores condiciones de seguridad de producción.

Además, las microcápsulas y productos en polvo de la invención no solamente presentan una ventaja con respecto a la violencia de cualquier posible reacción inducida durante su preparación, sino también han probado ser menos sensibles a la ignición, es decir, presentan una reducida tendencia a explotar. Esta característica se puede medir y se expresa a través de la energía de ignición mínima o parámetro EIM. La EIM de un polvo se define como la cantidad mínima de energía eléctrica almacenada en un capacitador la cual, cuando se descarga sobre un estallador, casi no es suficiente para encender el polvo más fácilmente inflamable o mezcla de aire en una serie de veinte pruebas consecutivas, a presión atmosférica y mínima turbulencia posible. Los estándares internacionales (Reporte de Progreso VDI 134) establecen que los polvos con una energía de ignición mínima entre 10 y 100 mJ, son considerados generalmente como que tienen ignibilidad normal, mientras que, en el caso de polvos con una energía de ignición mínima inferior a 10 mJ, se debe prestar particular atención de eliminar todas las fuentes de ignición, aún fuentes de ignición débiles tales como chispas mecánicas o descargas de electricidad estática.

21/2/

El método para medir un parámetro EIM se describe en estándares internacionales, por lo cual se incluye como referencia, principalmente las Directrices VDI 2263, parte 1: Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment-Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dust, Beuth, Berlín, Mayo 1990.

Con respecto a la industria aquí referida, resulta que algunos polvos de perfume y aromatizante poseen, debido a la naturaleza de los ingredientes de perfume y aromatizante, valores de EIM en el intervalo de 1 a 10 mJ. Actualmente, resulta que, de una manera totalmente inesperada y como se muestra en el ejemplo posterior, la presencia de un agente ignífugo en la composición de las microcápsulas de la invención resulta en un incremento en los valores de caracterización de EIM de estos productos, que alcanza así un valor por arriba de 10 mJ. Esto es una ventaja inesperada de la invención, lo cual es además de primordial importancia, cuando las microcápsulas de la invención, a pesar de su proceso facilitado de preparación, ahora presentan también numerosas ventajas con respecto a los requerimientos para su almacenamiento o aún su transporte, y además su manipulación.

El agente ignífugo de la invención se selecciona preferiblemente del grupo que consiste de silicato de sodio, silicato de potasio, carbonato de sodio, carbonato ácido de sodio, fosfato o carbonato de monoamonio, fosfato de

227

diamonio, fosfato de mono-, di- o trisodio, hipofosfito de sodio, cianurato de melamina, hidrocarburos clorados y mezclas de los mismos. Los ejemplos de productos comerciales de esta clase incluyen Monnex[®] (origen: SICLI Matériel Incendie SA, Génova, Suiza), Bi-Ex[®] (origen: SICLI Matériel Incendie SA, Génova, Suiza), ABC-E[®] (origen: SICLI Matériel Incendie SA, Génova, Suiza), Tropolar[®] (origen: SICLI Matériel Incendie SA, Génova, Suiza) y ATO-33[®] (origen: SICLI Matériel Incendie SA, Génova, Suiza).

10 El agente ignífugo usualmente está presente en una proporción que representa de 5 a 90% en peso del peso seco total de la microcápsula. Preferiblemente, estará presente desde 5 a 15% en peso con relación al peso seco total de la microcápsula.

La microcápsula de la invención se basa en la presencia de al menos un material de perfume o aromatizante y un material portador polimérico.

El ingrediente de perfume o aromatizante, en la forma de un solo ingrediente o en la forma de una composición, ya sea en aislamiento u, opcionalmente, en una solución o suspensión en solventes y adyuvantes de uso común, representa de 1 a 80%, y preferiblemente de 1 a 50% en peso con relación al peso total de la microcápsula. Los términos composición o ingrediente de perfume o aromatizante como se utilizan aquí se considera que definen una variedad de materiales de fragancia y aromatizante de orígenes tanto

23
2

naturales como sintéticos. Los mismos incluyen compuestos y mezclas únicas. Los ejemplos específicos de tales componentes se pueden encontrar en la literatura común, por ejemplo, en Perfume and Flavour Chemicals por S. Arctander, Montclair, N.J. (USA); Fenaroli's Handbook of Flavour Ingredients, CRC Press o Synthetic Food Adjuncts por M.B. Jacobs, van Nostrand Co. Inc., y otros libros de texto similares; y son bien conocidos por la persona experta en la técnica de productos de consumo de perfumes, fragancias y/o aromatizantes, es decir, imparten un olor o un sabor a un producto de consumo.

En una modalidad de la invención, el ingrediente o composición de perfume o aromatizante se dispersa en un material portador polimérico. Ejemplos no limitativos del último incluyen acetato de polivinilo, alcohol polivinílico, dextrinas, almidón natural o modificado, gomas vegetales, pectinas, xantanos, alginatos, carragenos o aún derivados de celulosa tales como por ejemplo carboximetil celulosa, metilcelulosa o hidroxietilcelulosa, y generalmente todos los materiales comúnmente usados para la encapsulación de sustancias volátiles.

En otra modalidad, el ingrediente o composición de perfume o aromatizante se absorbe dentro de un material portador polimérico. Como ejemplos no limitativos del último, se pueden citar sílice amorfo, sílice precipitado, sílice humeante y aluminosilicatos tales como zeolita y alúmina.

74 X

Un segundo objeto de la invención es un método para la preparación de microcápsulas de perfume y aromatizante que comprenden un agente ignífugo. Existen varias alternativas al método para la preparación de las microcápsulas de la invención. En una primera modalidad, el agente ignífugo se adiciona a una emulsión acuosa que consiste del ingrediente o composición de perfume o aromatizante dispersado en el material portador polimérico. La emulsión obtenida entonces se seca por aspersión para formar un polvo. Opcionalmente, un emulsificante se puede adicionar a la emulsión inicial. Esta técnica de encapsulación no requiere una descripción más detallada aquí, cuando se vincula con técnicas de secado por aspersión convencionales, las cuales están perfectamente bien documentadas en la técnica previa [véase por ejemplo Spray-Drying Handbook, 3ª ed., K. Masters; John Wiley (1979)] y comúnmente aplicadas en la industria alimenticia o en las industrias de aromatizantes y perfumes.

En otra modalidad, el agente ignífugo, en la forma de un polvo sólido, simplemente se mezcla con un polvo secado por aspersión formado de la emulsión acuosa de ingrediente o composición de perfume o aromatizante en el material portador polimérico y el emulsificante.

Una tercera alternativa para la preparación de las microcápsulas de la invención, que presentan una reacción explosiva de violencia reducida, es adsorber primeramente el

25/2

ingrediente o composición de perfume o aromatizante dentro de un material portador polimérico poroso como se describió anteriormente y revestir adicionalmente el sistema resultante con un agente ignífugo. Este método de preparación se puede
5 realizar en un aparato de lecho fluidizado, de acuerdo con las técnicas convencionales tales como aquellas descritas por ejemplo en EP 70719 o en US 6,056,949 los contenidos de los cuales se incluyen por esto como referencia. Las partículas formadas por adsorción de un ingrediente o composición de
10 fragancia o aromatizante dentro del portador se pueden revestir así después de la granulación, por ejemplo, rociando una solución, emulsión o fusión del agente ignífugo, lo cual forma una película protectora alrededor del núcleo.

Durante el proceso de granulación, también se
15 pueden usar aditivos usuales tales como edulcorantes artificiales, tintes para alimentos, vitaminas, antioxidantes, agentes antiespumantes, generadores de ácido carbónico, o aromatizantes adicionales etc., los cuales se pueden adicionar al material de núcleo o a la emulsión de aspersion.

20 Las microcápsulas de la invención tienen un diámetro promedio que varía desde usualmente 5 a 500 μm .

Las microcápsulas de la invención se pueden usar ventajosamente para impartir, mejorar, aumentar o modificar las propiedades organolépticas de una gran variedad de
25 productos finales comestibles o perfumados. En el campo de la

26 ✓

perfumería, las microcápsulas de perfume resultantes de cualquier modalidad del proceso de acuerdo con la invención, se pueden incorporar en una composición de perfume tal como un perfume, una Colonia o una loción para después de afeitar, o aún las mismas se pueden adicionar a productos funcionales tales como detergentes o suavizantes de tela, jabones, geles para baño o ducha, desodorantes, lociones corporales, champús y otros productos para el cuidado del cabello, limpiadores de hogar, bloques para limpiar y desodorizar tanques de inodoros. Por otra parte, en el caso de aromatizantes encapsulados, los productos de consumo susceptibles de ser aromatizados por las microcápsulas de la invención pueden incluir alimentos, bebidas, productos farmacéuticos y similares.

Las concentraciones en las cuales las microcápsulas de la invención se pueden incorporar en tales productos de consumo varían en un amplio intervalo de valores, las cuales son dependientes de la naturaleza del producto a ser perfumado o aromatizado. Las concentraciones típicas, que se toman estrictamente en calidad de ejemplo, están comprendidas en un intervalo de valores tan amplio como desde algunos ppm hasta 5 6 10% del peso de la composición de perfume o aromatizante o producto de consumo terminado en el cual las mismas se incluyen.

La invención ahora se ilustrará, pero no se limitará por medio de los siguientes ejemplos en donde las

27 ~~2~~

temperaturas se dan en grados centígrados y abreviaciones tienen el significado común en la técnica.

Modalidades de la Invención

Ejemplo 1

5 Mezclado en seco de un polvo de perfume secado por aspersión y un agente ignífugo en polvo

Una emulsión de la composición siguiente se secó por aspersión en secador por aspersión Büchi (origen: Suiza):

	<u>Ingredientes</u>	<u>gramos</u>
10	Agua	150.0
	Capsul ¹⁾	67.0
	Concentrado de perfume ²⁾	<u>33.0</u>
	Total	250.0

1) dioctenilsuccinato de dextrina; origen: National Starch, USA

15 2) origen: Firmenich SA, Génova, Suiza

El rendimiento teórico después de la evaporación de agua fue de 100 g de polvo que contiene 33% de perfume.

El carácter explosivo del polvo se midió con un aparato Hartmann (véase Directriz VDI 2263 parte 1: Dust
 20 Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlín, Mayo 1990), y el polvo se atribuyó a una clase de riesgo de polvo St-2. El mismo polvo se mezcló entonces con fosfato de diamonio en una forma de polvo, en una
 25 relación de 80:20.

28

El análisis del carácter explosivo de la mezcla homogénea, hecha bajo la misma condición demostró que la mezcla podría ser clasificada como St-1.

Ejemplo 2

5 Revestimiento de microcápsulas de perfume comburente con silicato de sodio

Se rellenaron esferas de dióxido de sílice (Tixosil 68; origen: Rhodia, Francia) con el ingrediente de perfume descrito en el Ejemplo 1 y se revistieron adicionalmente con
10 silicato de sodio como sigue:

Adsorción de perfume en dióxido de sílice

Gracias a su carácter poroso, el dióxido de sílice absorbió 60% de perfume y todavía permaneció como un gránulo de flujo libre sin líquido externo.

15 El análisis explosivo medido como se explica en el Ejemplo 1 clasificó la mezcla como St-2. La última se revistió entonces en un Kugelcoater (origen: Hüttlin, Alemania) con silicato de sodio, de acuerdo con la siguiente fórmula:

	<u>Ingredientes</u>	<u>gramos</u>
20	Tioxil 68 y perfume	900
	Solución de silicato de	
	sodio acuoso 35%	<u>300</u>
	Total	1200

Después de la evaporación del agua durante el
25 revestimiento en el Kugelcoater, se obtuvieron

aproximadamente 1000 g de esferas revestidas, revestidas con una capa de silicato de sodio.

El análisis explosivo en un aparato Hartmann clasificó el producto como St-1. Este resultado es una demostración clara de la acción de la capa protectora de silicato de sodio.

Ejemplo 3

Secado por aspersión de una emulsión de perfume que comprende un agente ignífugo

Se prepararon dos emulsiones de perfume a partir de las siguientes fórmulas (partes en peso):

	<u>Ingredientes</u>	<u>Fórmula A</u>	<u>Fórmula B</u>
		(partes en peso)	(partes en peso)
	Perfume de Lavanda ¹⁾	13.20	13.20
15	Tween [®] 20 ²⁾	0.12	0.12
	Agua	60.00	60.00
	Ácido cítrico	0.12	0.12
	Capsul [®] ³⁾	20.56	26.56
	Budit [®] 315 ⁴⁾	2.00	-
20	Fosfato de monoamonio	<u>4.00</u>	<u>-</u>
	Total	100.00	100.00

1) origen: Firmenich SA, Génova, Suiza

2) monolaurato de polioxietileno; origen: ICI Chemicals, Gran Bretaña

3) dioctenilsuccinato de dextrina; origen: National Starch, USA

4) cianurato de melamina; origen: Budenheim, Alemania

Los ingredientes citados anteriormente se homogenizaron por medio de un agitador rápido tipo Silverson. Luego las mezclas se secaron por aspersión en un aparato Sodeva con una salida de emulsión de 2 kg/h, aire de secado: 320 m³/h a 350°C y 0.45x10⁵ Pa.

Así se obtuvieron polvos finos, el diámetro de las partículas está comprendido entre 10 y 300 µm y el contenido de perfume líquido es 13.2% en peso. Después de la medición de la clase de riesgo de polvo, como se explica en el Ejemplo 1, de los 2 tipos de polvos, la Fórmula A se clasificó como St-1, mientras que la Fórmula B se clasificó como St-2. Además, la energía de ignición mínima (EIM) se midió para ambos polvos (por el método usado, ver Directriz VDI 2263 parte 1: Dust Fires and Dust Explosions, Hazard Assessment - Protective Measures, Test Methods for the Determination of Safety Characteristics of Dusts, Beuth, Berlin, Mayo 1990). La Fórmula A tuvo una EIM comprendida entre 10 y 25 mJ, mientras que la Fórmula B tuvo una EIM comprendida entre 5 y 10 mJ. La última se clasificó así como muy reactiva (valores muy bajos para su EIM) y por consiguiente se deberá tratar como un gas inflamable (tal como propano o butano). Por otro lado, la Fórmula A la cual posee valores superiores para su EIM, no podría ser encendida por descargas eléctricas.

31/27

Ejemplo 4

Secado por aspersión de una emulsión aromatizante que comprende un agente ignífugo

Dos emulsiones de aromatizante se prepararon a
5 partir de las fórmulas siguientes (partes en peso):

	<u>Ingredientes</u>	<u>Fórmula A</u>	<u>Fórmula B</u>
		(partes en peso)	(partes en peso)
	Aromatizante Basílico ¹⁾	16.33	16.33
	Acetaldehído	1.81	1.81
10	Agua	45.02	45.02
	Capsul® ²⁾	28.59	36.84
	Fosfato de disodio	<u>8.25</u>	<u>-</u>
	Total	100.00	100.00

1) origen: Firmenich SA, Génova, Suiza

15 2) dioctenilsuccinato de dextrina; origen: National Starch,
USA

Los ingredientes citados anteriormente se
homogeneizaron por medio de un agitador rápido. Las mezclas
luego se secaron por aspersión en un aparato APV PSD 52 con
20 una salida de emulsión de 1 kg/h; temperatura de entrada de
180°; temperatura de salida de 80°; capacidad de evaporación
de 20 kg/h a 300°.

Se obtuvieron así polvos finos, los tamaños de
partícula promedio son respectivamente 45 µm (Fórmula A) y 37
25 µm (Fórmula B), y el contenido de aromatizante de los polvos

32 ~~27~~

secados por aspersión es idéntico a aquél de las emulsiones de partida.

Después de la medición de las clases de riesgo de polvo de los polvos obtenidos, como se explica en el Ejemplo 1, la Fórmula A se clasificó como St-1, mientras que la Fórmula B se clasificó como St-3. Por lo tanto, la presencia de una cantidad efectiva de fosfato de disodio en la Fórmula A ventajosamente redujo la clase explosiva de riesgo de polvo del polvo. Además, la evaluación de los dos polvos por un químico especializado en aromas reveló que el aromatizante del polvo de la fórmula A no se alteró por la presencia de fosfato de disodio.

Se hace constar que con relación a esta fecha, el mejor método conocido por la solicitante para llevar a la práctica la citada invención, es el que resulta claro de la presente descripción de la invención.

33
KREIVINDICACIONES

Habiéndose descrito la invención como antecede se reclama como propiedad lo contenido en las siguientes reivindicaciones:

5 1. Microcápsula de perfume o aromatizante que comprende al menos un ingrediente de perfume o aromatizante dispersado o absorbido dentro de un material portador polimérico, caracterizada porque la microcápsula además comprende una cantidad efectiva de un agente ignífugo
10 susceptible de reducir la clase explosiva de riesgo de polvo de la microcápsula a St-1.

 2. Microcápsula de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada porque el agente ignífugo se selecciona del grupo que consiste de
15 silicato de sodio, silicato de potasio, carbonato de sodio, carbonato ácido de sodio, fosfato o carbonato de monoamonio, fosfato de diamonio, fosfato de mono-, di- o trisodio, hipofosfito de sodio, cianurato de melamina, hidrocarburos clorados y mezclas de los mismos.

20 3. Microcápsula de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada porque comprende de 5 a 90% en peso de agente ignífugo con relación al peso seco de la microcápsula.

 4. Microcápsula de perfume o aromatizante de
25 conformidad con la reivindicación 3, caracterizada porque

34

comprende de 5 a 15% en peso de agente ignífugo con relación al peso seco de la microcápsula.

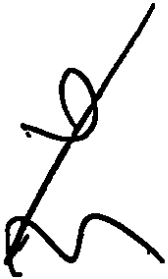
5. Microcápsula de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada porque
5 comprende de 1 a 80% en peso de perfume o aromatizante con relación al peso total de la microcápsula.

6. Microcápsula de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada porque
comprende de 1 a 50% en peso de perfume o aromatizante con
10 relación al peso total de la microcápsula.

7. Método para la preparación de microcápsulas de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque comprende adicionar un agente ignífugo a una emulsión acuosa del ingrediente de perfume o
15 aromatizante en el material polimérico portador, y secar por aspersion la emulsión obtenida para formar un polvo.

8. Método para la preparación de microcápsulas de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque comprende impregnar un material portador
20 polimérico, poroso, con el ingrediente de perfume o aromatizante y revestir el sistema resultante con un agente ignífugo.

9. Método para la preparación de microcápsulas de perfume o aromatizante de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque comprende secar por aspersion una
25 emulsión acuosa de un ingrediente de perfume o aromatizante

35


en un portador polimérico, y mezclar en seco el polvo secado por aspersión obtenido, con un agente ignífugo en una forma de polvo.

10. Uso de un agente ignífugo en la composición de una microcápsula de perfume o aromatizante para reducir la
5 violencia de la explosión de la microcápsula durante su suspensión en el aire.

11. Uso de conformidad con la reivindicación 10, en donde el agente ignífugo se selecciona del grupo que consiste de silicato de sodio, silicato de potasio, carbonato de
10 sodio, carbonato ácido de sodio, fosfato o carbonato de monoamonio, fosfato de diamonio, fosfato de mono-, di- o trisodio, hipofosfito de sodio, cianurato de melamina, hidrocarburos clorados y mezclas de los mismos.

12. Producto perfumado seleccionado del grupo que
15 consiste de un perfume, una colonia, una loción para después de afeitar, un jabón, un gel para baño o ducha, un desodorante, una loción para el cuerpo, un champú u otro producto para el cuidado del cabello, un detergente, un suavizante de telas, un limpiador para hogar, y un bloque
20 para limpiar y desodorizar tanques de inodoro, caracterizado porque comprende microcápsulas de perfume de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

13. Alimento, bebida o producto farmacéutico, caracterizado porque comprende microcápsulas de aromatizante
25 de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

36 RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a microcápsulas de perfume o aromatizante que comprenden, además de un ingrediente de perfume o aromatizante y un material portador, un agente ignífugo, probado para experimentar, cuando se suspende en aire caliente durante su preparación, una explosión de una violencia reducida.

Brigard & Castro

BOGOTÁ - COLOMBIA

PODER

POWER OF ATTORNEY

Yo (nosotros)

I (We) FIRMENICH SA

domiciliado(s) en

domiciled in 1, route des Jeunes
1211 GENEVE 8
Suisse / Switzerland

Nombro(amos) a: RAMIRO CASTRO DUQUE y/o HECTOR GOMEZ MEJIA, de Bogotá, Colombia, apoderados verdaderos y legales con poder especial, amplio y suficiente, para recabar de las oficinas y autoridades colombianas administrativas, judiciales y de policía, en cualquier instancia o recurso, la obtención de patentes de invención, registros de marcas, diseños industriales, modelos de utilidad, depósitos de nombres comerciales y enseñas, registros de derechos de autor y contratos sobre los mismos, obtención de certificados de obtentor de variedades vegetales, así como sus prórrogas, renovaciones, anotaciones de traspaso, cambios de nombre y/o domicilio; elaborar, tramitar y registrar contratos de licencia y licencias de cualesquiera clases; intervenir como demandante o como demandado en cualquier instancia y recurso ante cualquier juez, corporación, funcionario público o autoridad en acciones judiciales, administrativas y de policía tales como: oposiciones al registro de marcas; acciones de caducidad, cancelación y nulidad; acciones reivindicatorias, acciones derivadas de la obtención o explotación de licencias; acciones de competencia desleal; demandas penales; acciones de indemnización de perjuicios, reclamos y observaciones a solicitudes de patentes, diseños industriales, modelos de utilidad, en el ejercicio de medidas cautelares y en otras acciones o medidas similares.

Hereby appoint RAMIRO CASTRO DUQUE and/or HECTOR GOMEZ MEJIA, of Bogotá, Colombia, my (our) true and lawful attorneys with special, ample and sufficient power to obtain from the Colombian administrative, judicial and police offices and authorities, in any instance, privileges of patents of invention, registration of trademarks, industrial designs and utility models; registration of commercial names and emblems, registration of copyright and contracts related thereto, certificates of obtainers of vegetables varieties, as well as extensions, renewals and recordal of assignments and changes of name and domicile related to the above; to prepare, prosecute and register licenses of any kind; to act as plaintiff or defendant in any instance or recourse, and before any judge, corporation, public official or authority in judicial, administrative and police actions, such as: oppositions to the registration of trademarks; caducity, cancellation and nullity actions; claim actions derived from the obtaining or exploitation of licenses, action of unfair competition; penal demands, actions of indemnities for damages; claims or observations on patent applications, models, industrial designs and utility models; in the exercise of preventive measures: and in other actions or similar proceedings.

A este efecto, lo(s) faculto(amos) para elevar solicitudes, formular descripciones, enmiendas, protestas, declaraciones, oposiciones, cancelaciones, nulidades, apelaciones y reclamos; pagar impuestos, cuotas y gravámenes prescritos por la ley; renunciar o desistirse a derechos concedidos o en curso de concesión; recibir toda clase de documentos y valores, dando el descargo respectivo, y, en general, para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al efecto indicado y tomar todas las medidas que creyeran conducentes al resguardo de mis (nuestros) intereses), con todas las demás facultades legales necesarias.

To that effect they hereby empowered to file applications, formulate descriptions, amendments, protests, declarations, oppositions, cancellations, nullities, appeals and claims; to pay taxes, quotas and assessments prescribed by law, renounce or waive the rights granted or in the process of granting; to receive all kinds of documents and valuables, giving the respective release or receipt, and, in general, to take before said authorities the necessary steps to such effect, and any measures that they may deem appropriate to the safeguard of my (our) interest(s) with all the other necessary legal powers.

Este poder comprende la facultad de ratificar o confirmar en mi (nuestro) nombre lo actuado así como la facultad de desistirse, transigir, comprometer y la de sustituirlo en todo o en parte y revocar sustituciones. Asimismo nombro(amos) a: RAMIRO CASTRO DUQUE y/o HECTOR GOMEZ MEJIA, domiciliado(s) en la Carrera 7 No. 16-56 Piso 9, mis (nuestros) apoderados en Colombia, con facultades para recibir notificaciones y designar apoderados judiciales o extrajudiciales.

This power includes the faculty to ratify or confirm what, settle and compromise on my (our) behalf, and to substitute this power in whole or in part and to revoke substitution. At the same time I (We) hereby appoint RAMIRO CASTRO DUQUE and/or HECTOR GOMEZ MEJIA, domiciled in Carrera 7 No. 16-56, Piso 9, my (our) attorney(s) in fact, with powers to receive notifications and to designate judicial and extrajudicial attorneys.

Otorgado y firmado en

Granted and signed in, Geneva

hoy de de 200_

this 8th day of September, 2003

Firma

Signature

Nombre
Cargo

Name Maria SALVATERRA-GARCIA
Title Vice President, Patents
Corporate R&D Division
André BOSCHUNG
Senior Vice President





LEGALIZATION BY APOSTILLE IS REQUIRED.



LEGALIZACION POR APOSTILLA ES REQUERIDA.

Notary Public (Seal)

Notario Público (sello)

who is/are known to me and who I attest executed the foregoing document and he (they) declared he (they) grant(s) the document for the uses and purposes therein expressed.

a quien (es) conozco y me consta que es/son la(s) persona(s) firmante(s) del documento que precede y quien(es) declara(n) que otorgan el mismo para los fines y propósitos que en él se expresan.

On this day of personally appeared before me of

Hoy de comparecieron ante mí

NOTARIAL CERTIFICATE
NATURAL PERSON

CERTIFICADO NOTARIAL
PERSONA NATURAL

Public Notary (Seal)

Notario Público (sello)

and that he (she) who grants the present power of attorney is its Representative.

Y que quien confiere el presente poder es su representante.

State of under date of

Estado de con fecha

Which is legally constituted for a term not yet expired, that deponent is authorized by said Company to confer this Power of Attorney; that the seal affixed hereunto by the deponent in the name and on behalf of said Corporation is the corporate seal thereof; and that the purpose for which this instrument is granted is included within the corporate purpose of company.

Sociedad legalmente constituida para un periodo de duración que aún no ha terminado; que el declarante está autorizado por dicha compañía para conferir este poder; que el sello estampado por él al pie de tal poder, en nombre y representación de la expresada compañía, es el sello oficial de ella; y que el objeto para el cual se confiere este instrumento está comprendido dentro del de la sociedad.

sworn did depose and say that he (she) is the aligned the foregoing instrument who being by me duly

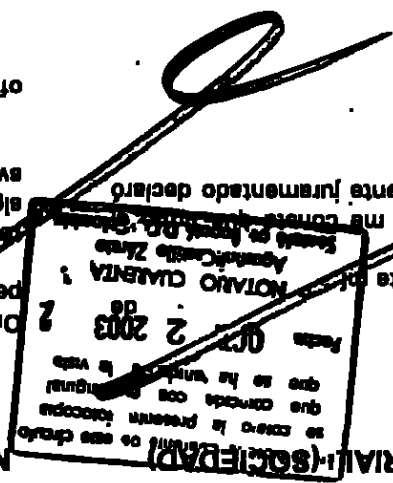
a quien conozco, y de quien me consta que es/son la(s) persona(s) firmante(s) del documento, debidamente juramentado declaró

On this day of personally appeared before me of

Hoy de personalmente compareció ante mí

NOTARIAL CERTIFICATE (CORPORATION)

CERTIFICADO NOTARIAL (SOCIEDAD)

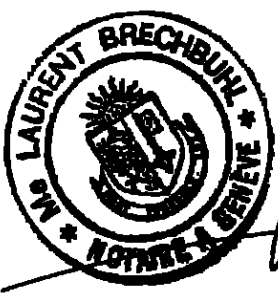
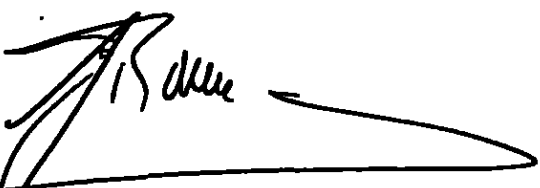


Fr. 2.50

Vu par Me Laurent BRECHBUHL, notaire à Genève, pour légalisation des signatures apposées ci-dessus par Madame Maria SALVATERRA-GARCIA et Monsieur André BOSCHUNG, lesquels engagent valablement la société anonyme FIRMENICH SA., valablement inscrite au Registre du Commerce de Genève, sous No.6710/1972, dont le siège est à Genève, route des Jeunes No 1, par leur signature collective à deux.

38

Genève, le 17 septembre 2003

APOSTILLE

(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)

- 1. Pays: Suisse
- Le présent acte public
- 2. a été signé par Me L. BRECHBUHL
- 3. agissant en qualité de Notaire
- 4. est revêtu du sceau/timbre de la

Attesté **18 SEP. 2003**

- 5. à Genève
- 6. le

7. République et Canton de Genève

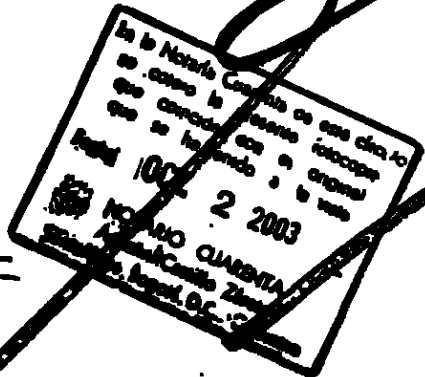
8. sous No 3613

9. Sceau / timbre

10. signature




Catherine GONZALEZ
comme administrative



TRADUCCION OFICIAL NO.712/2003-.

TRADUCCIÓN DE LOS SELLOS QUE SE ENCUENTRAN EN EL PODER
OTORGADO POR FIRMENICH SA DOMICILIADA EN 1 ROUTE DES JEUNES
1211 GENEVE 8, SUIZA., A LOS DOCTORES RAMIRO CASTRO DUQUE
Y/O HECTOR GOMEZ MEJIA.

FIRMADO EL DIA 8 DE SEPTIEMBRE DE 2003.

FIRMENICH S.A.

FIRMADO: MARIA SALVATERRA GARCIA, VICEPRESIDENTE, PATENTS
CORPORATE R&D DIVISION

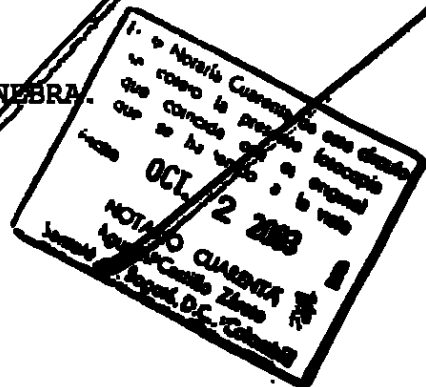
FIRMADO: ANDRE BOSCHUNG, VICEPRESIDENTE, DIRECTOR.

VISTO POR EL SEÑOR LAURENT BRECHBUHL, Notario en Ginebra,
para legalización de las firmas colocadas en el presente
documento por la señora MARIA SALVATERRA GARCIA y el señor
ANDRE BOSCHUNG, quienes comprometen de manera válida a la
sociedad anónima FIRMENICH S.A., debidamente inscrita en el
Registro de Comercio de Ginebra bajo el No. 6710/1972, cuya
sede esta en Ginebra, route des Jeunes No.1, mediante sus
firmas conjuntas.

Ginebra, 17 de Septiembre de 2003

FIRMADO: LAURENT BRECHBUHL, NOTARIO EN GINEBRA.

HAY SELLO DEL NOTARIO.



Helena Uribe de Lemoine

APOSTILLA

CONVENIO DE LA HAYA DEL 5 DE OCTUBRE DE 1961

1. PAIS: SUIZA

EL PRESENTE DOCUMENTO PUBLICO

2. HA SIDO FIRMADO POR: L. BRECHBUHL
3. ACTUANDO EN SU CAPACIDAD DE: NOTARIO
4. LLEVA EL SELLO DE: NOTARIO

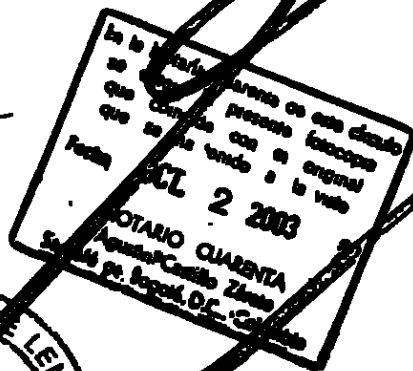
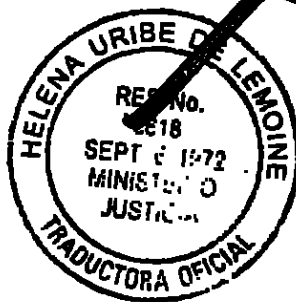
CERTIFICADO

5. EN: GINEBRA
6. EL: 18 DE SEPTIEMBRE DE 2003
7. POR: REPUBLICA Y CANTON DE GINEBRA
8. BAJO EL NO.: 3613
9. SELLO: DEPARTAMENTO DE JUSTICIA, POLICIA Y SEGURIDAD
DEL CANTON DE GINEBRA
10. FIRMADO: CATHERINE GONZALEZ, FUNCIONARIA ADMINISTRATIVA

LA TRADUCTORA OFICIAL

Helena Uribe de Lemoine

HELENA URIBE DE LEMOINE



92.740
41

**DOCUMENT OF ASSIGNMENT OF
PATENT APPLICATION**

ASSIGNMENT

The Undersigned 1) Günter HOLZNER
and 2) André MOSER
acting as inventors

of Microcapsulas de perfume o
aromatizante que comprenden
agente ignifugo
with domicile in

1) 15, chemin des Palettes, 1212 GRAND-LANCY, Switzerland
2) 124, rue du Jura, Les Hutains, 01170 SEGNY, France

hereby declares that it assigns all rights of
ownership as well as all rights and
privileges relating thereto without
exception over the following patent
application in Colombia:

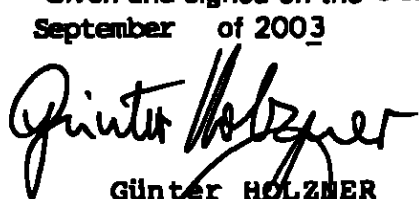
Microcapsulas de perfume o aromati-
zante que comprenden agente ignifugo

to FIRMENICH SA

domiciled in 1, route des Jeunes
1211 GENEVA 8
Switzerland

The assignor and the assignee sign this
document as proof of their acceptance of
the assignment.

Given and signed on the 8th day of
September of 2003



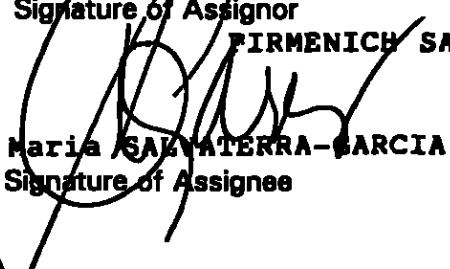
Günter HOLZNER

Signature of Assignor



André MOSER

FIRMENICH SA, ppon



Maria SALVATERRA-GARCIA

Signature of Assignee

El Suscrito

en calidad de

de

con domicilio en

1) 15, chemin des Palettes, 1212 GRAND-LANCY, Switzerland
2) 124, rue du Jura, Les Hutains, 01170 SEGNY, France

declara por el presente documento que
cede todos los derechos de propiedad que
le correspondan, así como las
prerrogativas, sin excepción alguna, sobre
la siguiente solicitud de patente en
Colombia:

a

domiciliada en

El cedente y el cesionario firman este
documento como prueba de su aceptación
de la cesión.

Dado y firmado a los días del mes de
de 200_

Firma del Cedente

Firma del Cesionario



NOTARIAL CERTIFICATE (CORPORATION)

On this day of of
personally appeared before me

to me known, and known to me to be the
person who signed the foregoing instrument
who being by me duly sworn did depose and
say that he (she) is the

of

Which is legally constituted for a term not yet
expired, that deponent is authorized by said
Company to confer this Assignment document:
that the seal affixed hereunto by the deponent
in the name and on behalf of said Corporation
is the corporate seal thereof; and that the
purpose for which this instrument is granted is
included within the corporate purpose of
company.

The undersigned Notary Public attests that he
has seen the documents that prove the
existence of the company.

State of
under date of

and that he (she) who grants the present
Assignment document is its Representative.

Notary Public (Seal)

**NOTARIAL CERTIFICATE
NATURAL PERSON**

On this day of of
personally appeared before me

who is(are) known to me and who I attest
executed the foregoing document and he
(they) declared he (they) grant(s) the document
for the uses and purposes therein expressed.

Notary Public (Seal)

LEGALIZATION BY APOSTILLE IS REQUIRED.

CERTIFICADO NOTARIAL (SOCIEDAD)

Hoy de de
personalmente compareció ante mí

a quien conozco, y de quien me consta que
firmó el anterior documento, debidamente
juramentado declaró y dijo que él es

de

Sociedad legalmente constituida para un
período de duración que aún no ha terminado;
que el declarante está autorizado por dicha
compañía para conferir este documento de
Cesión; que el sello estampado por él al pie de
tal Cesión, en nombre y representación de la
expresada compañía, es el sello oficial de ella;
y que el objeto para el cual se confiere este
instrumento está comprendido dentro del de la
sociedad.

El suscrito Notario hace constar que tuvo a la
vista las pruebas de la existencia de la
sociedad.

Estado de
con fecha

y que quien confiere el presente documento de
Cesión es su representante.

Notario Público (sello)

**CERTIFICADO NOTARIAL
PERSONA NATURAL**

Hoy de de
compareció(eron) ante mí

a quien (es) conozco y me consta que es(son)
la(s) persona(s) firmante(s) del documento que
precede y quien(es) declara(n) que otorgan el
mismo para los fines y propósitos que en él se
expresan.

Notario Público (sello)

LEGALIZACION POR APOSTILLA ES REQUERIDA.



I, Laurent BRECHBUHL, notary public in Geneva (Switzerland) hereby certify the signatures affixed hereover by Mr Günter HOLZNER, Mr André MOSER, Mr André BOSCHUNG and Mrs Maria SALVATERRA-GARCIA.

Geneva, September 17, 2003

42



[Signature]

APOSTILLÉ

(Convention de la Haye du 5 octobre 1961)

1. Pays: Suisse

Le présent acte public

2. a été signé par Laurent Brechbuhl

3. agissant en qualité de Notaire

4. est revêtu du sceau/timbre de

Attesté **18 SEP. 2003**

5. à Genève

6. le

7.

République et Canton de Genève

8. No. de l'acte 3612

9. Sceau / timbre

10. Signature



[Signature]
Catherine GONZALEZ
commissaire administrative

43

DOCUMENTO DE TRASPASO DE SOLICITUD DE PATENTE

CESION

LOS SUSCRITOS:

1) GÜNTER HOLZNER; Y 2) ANDRE MOSER,

EN CALIDAD DE INVENTORES DE MICROCAPSULAS DE PERFUME O AROMATIZANTE QUE COMPRENDEN AGENTE IGNIFUGO,

CON DOMICILIO EN:

1) 15, CHEMIN DES PALETTES, 1212 GRAND-LANCY, SUIZA

2) 124, RUE DU JURA, LES HUTAINS, 01170 SEGNY, FRANCIA

DECLARAN POR EL PRESENTE DOCUMENTO QUE CEDEN TODOS LOS DERECHOS DE PROPIEDAD QUE LES CORRESPONDAN, ASI COMO LAS PRERROGATIVAS, SIN EXCEPCION ALGUNA, SOBRE LA SIGUIENTE SOLICITUD DE PATENTE EN COLOMBIA:

MICROCAPSULAS DE PERFUME O AROMATIZANTE

QUE COMPRENDEN AGENTE IGNIFUGO

A : FIRMENICH SA,

DOMICILIADA EN 1, ROUTE DES JEUNES 1211 GINEBRA 8, SUIZA.

LOS CEDENTES Y LOS CESIONARIOS FIRMAN ESTE DOCUMENTO COMO PRUEBA DE SU ACEPTACIÓN DE LA CESIÓN.

DADO Y FIRMADO A LOS 8 DIAS DE SEPTIEMBRE DE 2003.

LOS CEDENTES:

FIRMADO: GÜNTER HOLZNER

FIRMADO: ANDRE MOSER



TRADUCCIÓN OFICIAL NO. 712/2003-.

LOS CESIONARIOS:

POR FIRMENICH SA

FIRMADO: MARIA SALVATERRA GARCIA

FIRMADO: ANDRE BOSCHUNG

YO, LAURENT BRECHBUHL, NOTARIO PUBLICO EN GINEBRA (SUIZA),
CERTIFICO LA AUTENTICIDAD DE LAS FIRMAS DEL SEÑOR GUNTER
HOLZNER, DEL SEÑOR ANDRE MOSER, DEL SEÑOR ANDRE BOSCHUNG Y
DE LA SEÑORA MARIA SALVATERRA-GARCIA.

GINEBRA, 17 DE SEPTIEMBRE DE 2003

FIRMADO: LAURENT BRECHBUHL, NOTARIO EN GINEBRA.

HAY SELLO DEL NOTARIO.

He L



APOSTILLA

CONVENIO DE LA HAYA DEL 5 DE OCTUBRE DE 1961

1. PAIS: SUIZA

EL PRESENTE DOCUMENTO PUBLICO

2. HA SIDO FIRMADO POR: L. BRECHBUHL

3. ACTUANDO EN SU CAPACIDAD DE: NOTARIO

4. LLEVA EL SELLO DE: NOTARIO

CERTIFICADO

5. EN: GINEBRA

6. EL: 18 DE SEPTIEMBRE DE 2003

7. POR: REPUBLICA Y CANTON DE GINEBRA

8. BAJO EL NO.: 3612

9. SELLO: DEPARTAMENTO DE JUSTICIA, POLICIA Y SEGURIDAD
DEL CANTON DE GINEBRA

10. FIRMADO: CATHERINE GONZALEZ,
FUNCIONARIO ADMINISTRATIVO

LA TRADUCTORA OFICIAL

Helena Uribe de Lemoine

HELENA URIBE DE LEMOINE



REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION ✓ MODELO DE UTILIDAD	()	()
- Indicación de que se solicita la concesión de una patente.	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()
- Descripción de la invención.	()	()
- Dibujos de ser estos pertinentes.	()	()
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA () INCOMPLETA ()	()	()
DISEÑO INDUSTRIAL ()		
- Indicación de que se solicita el registro de 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 ()		
- Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado.	()	()
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud.	()	()
- Representación gráfica del esquema de trazado	()	()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA () INCOMPLETA ()	()	()

Firma Responsable:

AUREA ROSSE

Fecha:



47

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Folio 48

2020
Bogotá DC

Doctor(a)
RAMIRO CASTRO DUQUE
Apoderado(a)
FIRMENICH S.A.

REFERENCIA:	Radicación No.	03-88509
	Solicitud Internacional	PCT/IB2002/04749
	Fecha Inicio fase nacional	22/06/2004
	Trámite	011
	Evento	379
	Actuación	416
	Oficio No.	1299
	Folios	001

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, el Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), el Reglamento y la Circular Unica de la Superintendencia de Industria y Comercio, se envía el extracto de la solicitud a la Oficina de Comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial.

Cúmplase 21 NOV. 2003
Dado en Bogotá DC,


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones

202058