



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-110472-00000-0000

Fecha: 2013-05-02 15:11:36
Tra. 11 PATENTEIYII
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 378 FASENACIONALI
Folios: 55

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No.

54. TITULO: SAL DE ALUMINIO QUE CONTIENE ALTO PORCENTAJE DE Al₃₀

51. CLASIFICACION INTERNACIONAL A61Q 15/00

71. SOLICITANTE: COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

DOMICILIO: New York, Estados Unidos de América

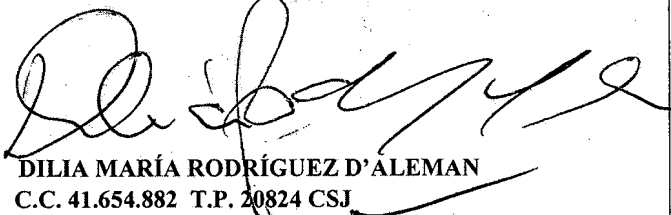
74. APODERADO DILIA RODRIGUEZ D'ALEMAN

22. BOGOTÁ, D.C.

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO radicación  No. 13-110472- -00000-0000 Fecha: 2013-05-02 15:11:36 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI Act. 411 PRESENTACION Folios: 55
--	--

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL – PCT

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I	☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)		
Solicitud Internacional No.		PCT/US2011/058559	Fecha 31 de Octubre de 2011
Publicación Internacional No.		WO 2012/061280 A2	Fecha 10 de Mayo de 2012
3	TÍTULO DE LA INVENCIÓN (200 caracteres o espacios máximos)		
SAL DE ALUMINIO QUE CONTIENE ALTO PORCENTAJE DE Al₃₀			
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP) A61Q 15/00		
5	SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN
COLGATE-PALMOLIVE COMPANY			
6	DATOS DEL SOLICITANTE		
DIRECCIÓN: 300 Park Avenue New York,		No. TELÉFONO:	
CIUDAD: New York 10022,		CORREO ELECTRONICO:	
PAÍS DE RESIDENCIA: Estados Unidos de América		LUGAR DE CONSTITUCIÓN: Estados Unidos de América	
7	INVENTOR (ES)		
APELLIDOS		NOMBRES	NACIONALIDAD
1.PAPPAS, 2.VAUGHN, 3.PAN,		Iraklis John Long	Estadounidense Estadounidense Chino
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO:			
8	DATOS INVENTOR (ES)		
DIRECCIÓN		CIUDAD	ESTADO
1.3335 West Hollywood Circle, 2. 62 Poplar Avenue, 3. 9 Black Latch Lane,		Pennsauken, Fair Haven, Cherry Hill,	New Jersey 08109, New Jersey 07704, New Jersey 08003,
			PAÍS RESIDENCIA
			Estados Unidos de América Estados Unidos de América Estados Unidos de América
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)			
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja a continuación.			
9	☐ REPRESENTANTE LEGAL ☒ APODERADO		
APELLIDOS		NOMBRES	IDENTIFICACIÓN
RODRIGUEZ D'ALEMAN		DILIA MARIA	C.C.41.654.882 T.P.20824 CSJ
DIRECCIÓN		No. TELÉFONO	
Cra. 11 No. 86 – 53, Piso 6		6181088	
CIUDAD		CORREO ELECTRÓNICO	
Bogotá, D.C.		notificaciones@clarkemodet.com.co.	
PAÍS			
Colombia			
10	DECLARACIONES DE PRIORIDAD ☐ SI ☐ NO		
(33) PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO
Estados Unidos de América		US	PCT/US2010/055030
			(32) FECHA AAA/MM/DD
			2010/11/02

11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS		
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.			
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES		
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado, o número de registro expedido por la Autoridad competente.			
13	REDUCCIÓN DE TASAS		
Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐			
Universidades públicas o privadas ☐			
Entidades sin ánimo de lucro ☐			
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos			
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☐ SI ☐ NO		
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.			
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	N° 13-040117// 13-040877	Fecha 29/04/2013 30/04/2013
16	FIRMA DEL APODERADO :		
 DILIA MARÍA RODRÍGUEZ D'ALEMAN C.C. 41.654.882 T.P. 20824 CSJ			
17	ANEXOS		
Documentación Técnica Solicitud Internacional en castellano		Documentación Jurídica	
1. ☒ Descripción 2. ☒ Reivindicaciones 3. ☒ Dibujos y/o figuras 4. ☒ Resumen. 5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso. 6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso. 7. ☐ Arte final 12 x 12. 8. ☐ Anexo formato digital.		9. ☒ Poderes, si fuera el caso. 10. ☒ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante. 11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso. 12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso. 13. Reducción de tasas Micro, pequeñas o medianas empresas ☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea. ☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004. Universidades públicas o privadas ☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación Entidades sin ánimo de lucro ☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio. ☐ Hoja de información complementaria. ☐ Otros, especificar 14. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud. 15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad. 16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación. 17. ☒ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.	

SAL DE ALUMINIO QUE CONTIENE ALTO PORCENTAJE DE Al_{30} **REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUDES RELACIONADAS**

[0001] Esta solicitud es una continuación de una solicitud parcial de la PCT/US2010/55030, presentada el 2 de noviembre de 2010, que se incorpora en la presente por referencia.

CAMPO DE LA INVENCION

[0002] La invención se refiere a una sal de aluminio que tiene un alto porcentaje de Al_{30} .

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0003] Se conocen las soluciones de aluminio parcialmente neutralizado por contener una variedad de especies de Al hidrolítico. La identidad y distribución de estas diversas formas depende de la relación hidrolítica (es decir, la relación molar OH:Al), el precursor de Al y la elección de la condición de reacción.

[0004] Se sabe en el arte que tal variedad de especies de Al hidrolítico existe y que es posible distinguir grandes moléculas de hidróxido de aluminio acuoso usando métodos espectroscópicos como RMN de ^{27}Al que elucida el ambiente estructural que rodea a los átomos de Al que están incluidos en diversas formas (Casey WH, "Large Aqueous Aluminum Hydroxyde Molecules", Chem. Rev. 2006, 106 (1), páginas 1 a 16.

[0005] Hay dos regiones en un espectro de RMN de ^{27}Al que representan núcleos de Al que están coordinados de forma octahédrica (0 ppm - 60 ppm) y de forma tetrahédrica (60 ppm - 85 ppm). La región octahédrica está ejemplificada por especies de Al hexacuadas, es decir, Al monomérico, que resuena fuerte cerca de 0 ppm. La región tetrahédrica está ejemplificada por resonancia cercana a 62,5 ppm del catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio. Al_{13} está compuesto por 12 átomos de Al coordinados de forma octahédrica rodeados por un átomo de Al situado en el centro que está coordinado de forma tetrahédrica. El catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio es esencialmente un dímero del catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio y contiene 2 átomos de Al situados

000002

tetrahédricamente que da como resultado una resonancia algo amplia cercana a 70 ppm. Según la calibración, los valores ppm anteriores pueden variar. Los valores para estos picos están aproximadamente donde se produce la resonancia.

[0006] Las sales de aluminio se pueden usar para muchos fines diferentes, que incluyen antitranspirantes y tratamiento de aguas.

[0007] En teoría, las composiciones con altas cantidades de Al_{30} serían más eficaces que las composiciones con altas cantidades de Al_{13} en el tratamiento de agua o para evitar la transpiración. Se desearía tener una sal de clorhidrato de aluminio con un alto nivel de Al_{30} para usar como un antitranspirante o para tratamiento de aguas.

BREVE SÍNTESIS DE LA INVENCION

[0008] La presente invención proporciona una composición que comprende una sal de clorhidrato de aluminio, donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene al menos 50% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio y un tampón.

[0009] La presente invención también proporciona un método de preparación de una sal de clorhidrato de aluminio que comprende:

I) calentamiento de una solución acuosa que contiene una primera sal de aluminio y un tampón, en donde la primera sal de aluminio está presente en una concentración molar de al menos 0,75 M, en donde el tampón es un aminoácido o betaína y una relación molar de tampón a aluminio es de al menos 0,1:1, a una temperatura de 50 °C a 100 °C durante un período de 1 hora a 6 horas para obtener una solución de primera sal de aluminio;

II) adición a la solución de primera sal de aluminio una solución acuosa de una base inorgánica para obtener una solución de primera sal de clorhidrato de aluminio que tiene una relación molar de $\text{OH}:\text{Al}$ de a lo sumo 2,6:1 u opcionalmente 2:1 a 2,6:1 y un pH de 2 a 5; y

000003

III) calentamiento de la solución de primera sal de clorhidrato de aluminio a una temperatura de 50 °C a 100 °C durante un período de al menos 8 horas para obtener una solución de segunda sal de clorhidrato de aluminio que contiene una sal de clorhidrato de aluminio que tiene al menos 50% en moles de catión Al_3O de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio.

[0010] El método también puede comprender la adición de una solución acuosa que contiene un compuesto de circonio a la solución de segunda sal de clorhidrato de aluminio para obtener así una solución de sal de aluminio-circonio, que opcionalmente tiene una relación molar de aluminio a circonio de 5:1 a 10:1. Opcionalmente, el compuesto de circonio puede ser $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$.

[0011] La presente invención también proporciona un método para reducir la transpiración que comprende la aplicación de la sal de clorhidrato de aluminio o la sal de clorhidrato de aluminio preparada por medio del método a la piel para evitar la transpiración.

[0012] La presente invención también proporciona un uso de la sal de clorhidrato de aluminio o la sal de clorhidrato de aluminio hecha por el método para evitar la transpiración.

[0013] La presente invención también proporciona un método de tratamiento de aguas que comprende la adición de la sal de clorhidrato de aluminio o la sal de clorhidrato de aluminio hecha por el método al agua.

[0014] La presente invención también proporciona un uso de la sal de clorhidrato de aluminio o la sal de clorhidrato de aluminio hecha por el método para tratar agua.

[0015] Otras áreas de aplicabilidad de la presente invención resultarán obvias de la descripción detallada provista a continuación en la presente. Se entenderá que la descripción detallada y los ejemplos específicos, mientras se indica la forma de realización preferida de la invención, se pretenden

sólo para fines ilustrativos y no pretenden limitar el alcance de la invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0016] Los dibujos acompañantes que se incluyen para proporcionar mayor comprensión de la descripción y se incorporan y constituyen una parte de esta memoria descriptiva, ilustran formas de realización de la descripción y, junto con la descripción, sirven para explicar los principios de la descripción.

[0017] La Figura 1A es un RMN de ^{27}Al de las regiones tetrahédricas y octahédricas para la sal obtenida en el Ejemplo 1. La Figura 1B es la región de RMN de ^{27}Al tetrahédrica sólo para esta muestra. La Figura 1C es el cromatograma SEC para esta muestra.

[0018] La Figura 2A es un RMN de ^{27}Al de las regiones tetrahédricas y octahédricas para la sal obtenida en el Ejemplo 2. La Figura 2B es la región de RMN de ^{27}Al tetrahédrica sólo para esta muestra. La Figura 2C es el cromatograma SEC para esta muestra.

[0019] La Figura 3A es un RMN de ^{27}Al de las regiones tetrahédricas y octahédricas para la sal obtenida en el Ejemplo 3. La Figura 3B es la región de RMN de ^{27}Al tetrahédrica sólo para esta muestra. La Figura 3C es el cromatograma SEC para esta muestra.

[0020] La Figura 4A es un RMN de ^{27}Al de las regiones tetrahédricas y octahédricas para la sal obtenida en el Ejemplo comparativo 2. La Figura 4B es la región de RMN de ^{27}Al tetrahédrica sólo para esta muestra. La Figura 4C es el cromatograma SEC para esta muestra.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0021] La siguiente descripción de las formas de realización preferidas es meramente ejemplificativa por naturaleza y no pretende limitar la invención de modo alguno, su aplicación o sus usos.

[0022] En una solicitud anterior PCT/US2010/55030, presentada el 2 de noviembre de 2010, las cantidades del catión de

000005

polihidroxioxoaluminio se determinaron por RMN de ^{27}Al cualitativa (no cuantitativa). En esta memoria descriptiva, las cantidades de catión de polihidroxioxoaluminio se determinan por RMN cuantitativa de ^{27}Al , que se describe más abajo.

[0023] La presente invención se refiere a una composición de sal de clorhidrato de aluminio que tiene un alto contenido de Al_{30} y opcionalmente un alto pico 4 SEC en solución acuosa. La composición se obtiene por medio de un procedimiento gradual para neutralizar una sal de aluminio en una solución (opcionalmente tamponada) usando bases inorgánicas. En algunas formas de realización, las composiciones de sal de aluminio obtenidas por medio de este procedimiento gradual incluyen sales de aluminio con una relación molar de aluminio a cloruro de 0,3:1 a 3:1, opcionalmente, la sal de aluminio exhibe un cromatograma SEC que tiene un área de pico 4 SEC de al menos 90% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC en solución acuosa. La composición puede incluir opcionalmente circonio.

[0024] La presente invención proporciona una composición que comprende una sal de clorhidrato de aluminio, donde la sal de clorhidrato de aluminio (i) tiene una relación molar de aluminio a cloruro de 0,3:1 a 3:1; y (ii) con al menos 50% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio.

[0025] También se provee un método de preparación de una sal de clorhidrato de aluminio que comprende:

I) calentamiento de una solución acuosa que contiene una primera sal de aluminio y un tampón, en donde la primera sal de aluminio está presente en una concentración molar de al menos 0,75 M, en donde el tampón es un aminoácido o betaína y una relación molar de tampón a aluminio es de al menos 0,1:1, a una temperatura de 50 °C a 100 °C durante un periodo de 1

000000

hora a 6 horas para obtener una solución de primera sal de aluminio;

II) adición a la solución de primera sal de aluminio una solución acuosa de una base inorgánica para obtener una solución de primera sal de clorhidrato de aluminio que tiene una relación molar de OH:Al de a lo sumo 2,6:1 u opcionalmente 2:1 a 2,6:1 y un pH de 2 a 5; y

III) calentamiento de la solución de primera sal de clorhidrato de aluminio a una temperatura de 50 °C a 100 °C durante un período de al menos 8 horas para obtener una solución de segunda sal de clorhidrato de aluminio que contiene una sal de clorhidrato de aluminio con al menos 50% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio.

[0026] En algunas formas de realización, en la etapa III) el período es de al menos 12 horas, opcionalmente de al menos 18 horas, de al menos 24 horas, de al menos 30 horas, de al menos 36 horas, de al menos 42 horas o de al menos 48 horas. En una forma de realización, el período es de al menos 48 horas.

[0027] Los altos niveles de Al_{30} se obtienen por combinación de una mayor concentración molar inicial e incluye un tampón (por ejemplo, glicina). En Chen et al., "Effect of thermal treatment on the formation and transformation of Keggin Al_{13} and Al_{30} species in hydrolytic polymeric aluminum solutions", Colloids and Surfaces A: Physiochem. Eng. Aspects, 292 (2007) páginas 110 a 118, cuando aumentó la concentración del aluminio inicial, se redujo la cantidad de Al_{30} . Chen et al. sólo era capaz para obtener mayores niveles de Al_{30} cuando se usa una solución muy diluida (0,2 M). Al incluir un tampón, se pueden obtener mayores contenidos de Al_{30} cuando se inicia con mayores concentraciones molares. Este proceso es más eficaz porque las soluciones diluidas en una reacción de volumen fijo da como resultado menos material.

000007

[0028] La concentración molar inicial de la primera sal de aluminio es de al menos 0,75 M. El límite superior sólo está limitado por la solubilidad de la sal de aluminio. En otras formas de realización, la concentración molar es de al menos 1 M, de al menos 1,25 M, de al menos 1,5 M, de al menos 1,75 M, de al menos 2 M o de al menos 2,5 M. En ciertas formas de realización, aun cuando la concentración molar de la sal de aluminio se incrementa, las relaciones molares entre el aluminio y el tampón, el aluminio y OH y el aluminio y el metal de la base (por ejemplo, calcio) se mantienen iguales.

[0029] En algunas formas de realización, la sal de aluminio tiene una relación de OH a Al de a lo sumo 2,6:1 y en otras formas de realización 2:1 a 2,6:1, opcionalmente una relación de OH a Al de 2:1 a 2,5:1 ó 2,3:1 a 2,5:1.

[0030] En algunas formas de realización, hay al menos 55% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al , opcionalmente al menos 60, al menos 65, al menos 70, al menos 75, al menos 80, al menos 85, al menos 90 o al menos 95% en moles en la sal de clorhidrato de aluminio. En otras formas de realización, el espectro de RMN ^{27}Al tiene una distribución de especies que incluye a lo sumo 5% en moles de catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al en la sal de clorhidrato de aluminio. En otras formas de realización, el espectro de RMN de ^{27}Al tiene una distribución de especies que no incluye ningún catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al en la sal de clorhidrato de aluminio.

[0031] Las composiciones se pueden preparar en una variedad de vías que incluyen un procedimiento gradual para neutralizar la sal de aluminio en solución (opcionalmente tamponada) usando sales básicas inorgánicas. El procedimiento incluye en general la etapa de calentamiento de una solución acuosa que contiene un compuesto de cloruro de aluminio (opcionalmente

con un agente de tamponado) a una temperatura de 50 °C a 100 °C, opcionalmente de 50 °C a 95 °C, durante un período de 1 hora a 6 horas. El calentamiento puede ser bajo agitación como agitación vigorosa o a reflujo. En una de tales formas de realización, una solución acuosa que contiene un compuesto de cloruro de aluminio y un agente de tamponado se calienta a una temperatura de 75 °C a 95 °C a reflujo durante un período de 2 horas a 4 horas. En una forma de realización, la temperatura es de 95 °C bajo vigorosa agitación durante un período de 2,5 horas.

[0032] Para ajustar el pH de la solución de sal de aluminio, se añade una solución acuosa de una base inorgánica a la solución calentada para obtener así una solución de sal de aluminio con pH ajustado que tiene una relación molar de hidróxido a aluminio de 1:1 a 4:1 y un pH de 2 a 5. En tal forma de realización, la relación molar de hidróxido a aluminio es de 2:1 a 3:1. En otra de tales formas de realización, la relación molar de hidróxido a aluminio es de 2,1:1 a 2,6:1.

[0033] En una forma de realización, la base inorgánica puede ser al menos una base seleccionada de hidróxidos metálicos, hidróxido de calcio, hidróxido de estroncio, hidróxido de sodio, hidróxido de bario, óxidos metálicos, óxido de calcio, óxido de estroncio, óxido de bario, carbonatos metálicos, carbonato de calcio, carbonato de estroncio, carbonato de bario, hidróxido de itrio, óxido de itrio y carbonato de itrio.

[0034] Opcionalmente, se puede incluir un tampón. Los tampones que se pueden usar pueden estar seleccionados de aminoácidos, tales como glicina y betaína, como monohidrato de betaína (trimetilglicina) o clorhidrato de betaína (clorhidrato de trimetilglicina). La relación molar de tampón a aluminio en determinadas formas de realización puede ser de al menos 0,1:1 ó 0,1:1 a 3:1. En otra forma de realización, la relación molar de tampón a aluminio es de 0,1: 1 a 2: 1.

000009

[0035] En una forma de realización, la base inorgánica es hidróxido de calcio. En tal forma de realización, la adición de hidróxido de calcio proporciona una solución acuosa con una relación molar de Ca(OH)_2 :glicina de al menos 0,1:1.

[0036] En algunas formas de realización, el tampón es glicina, la base inorgánica es hidróxido de calcio y la solución de primera sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación molar de OH a Al de 2,0:1 a 2,5:1 ó 2,1:1 a 2,5:1.

[0037] Cuando un tampón está ausente, la especie de pico 3 significativo en el cromatograma SEC comienza a formarse cuando la concentración total de Al es superior a 0,2 M. Cuando está presente un tampón, la concentración total de Al puede alcanzar hasta 2,5 M mientras mantiene un pico 4 predominante en el cromatograma SEC. En una forma de realización, una solución acuosa de sal de cloruro de aluminio se tampona con glicina y se mantiene de 50 °C a 95 °C bajo agitación vigorosa durante un período de 1 a 6 horas. A la solución calentada, se añade gota a gota una solución acuosa de una base inorgánica durante un período de 1 a 3 horas mientras mantiene la solución de aluminio-glicina de 50 °C a 95 °C bajo agitación vigorosa. En tal forma de realización, la solución tiene una relación molar de glicina a aluminio de 1,5. En otra de tales formas de realización, la solución tiene una relación molar de glicina a aluminio de 0,5.

[0038] En algunas formas de realización, una sal de circonio también se puede añadir a la solución de sal de aluminio con pH ajustado. En otra de tales formas de realización, la relación molar de Al: Zr es de 5:1 a 10:1. La sal de circonio puede ser $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. En tal forma de realización, la relación molar de Al: Zr es de 8. En otra de tales formas de realización, la relación molar de Al:Zr es de 7. En otra de tales formas de realización, la relación molar de Al: Zr es de 9.

[0039] Para los métodos anteriores, la sal de cloruro de aluminio y la base inorgánica se puede obtener de una

000010

variedad de fuentes. En una forma de realización, la sal de cloruro de aluminio incluye tricloruro de aluminio, clorohexahidrato de aluminio y diclorhidrato de aluminio. En tal forma de realización, la sal de cloruro de aluminio es clorohexahidrato de aluminio.

[0040] La cromatografía por exclusión de tamaño ("SEC") o cromatografía por permeación en gel ("GPC") son métodos usados con frecuencia para obtener información acerca de la distribución polimérica en soluciones de sales de aluminio. Con columnas de cromatografía apropiadas, en general cinco grupos distintos de especies poliméricas se pueden detectar en complejos comerciales de que aparecen en un cromatograma como picos 1, 2, 3, 4 y un pico conocido como "5,6", mencionado de ahora en más como pico 5. El pico 1 es la especie de Zr más grande (mayor que 60 Angstroms). Los picos 2 y 3 son grandes especies de aluminio. El pico 4 es una especie de aluminio menor (oligómeros de aluminio o pequeños cúmulos de aluminio) y se correlacionó con una mayor eficacia tanto para las sales de Al como de Al/Zr. El pico 5 es la especie de aluminio más pequeña. Se hallaron diversos enfoques analíticos para caracterizar los picos de ACH y diversos tipos de ZAG activos en "Antiperspirant Actives--Enhanced Efficacy Aluminum-Zirconium-Glycine (AZG) Salts" de Dr. Allan H. Rosenberg (Cosmetics and Toiletries Worldwide, Fondots, D. C. ed., Herthfordshire, UK: Aston Publishing Group, 1993, páginas 252, 254-256). La cromatografía por exclusión de tamaño (SEC) es el método tradicional usado para dilucidar la distribución de estas especies de Al. La SEC convencional separa físicamente las especies de Al en dominios que posteriormente se miden usando un detector de concentraciones. En general se reconoce que al menos cinco dominios de especies de Al se pueden diferenciar por cromatografía por exclusión de tamaño. Estos dominios se mencionan comúnmente como pico 1, pico 2 ... pico 5, donde un mayor número de pico indica un tamaño relativo menor de la especie en elución. Como se comentó más arriba, el pico 4 y

el pico 5 fueron implicados como dominios de Al altamente eficaces. El Al monomérico, que es indeseable por su acidez se conoce por eluirse bajo el pico 5.

[0041] El diseño de las modernas sales de aluminio tiene por objeto activar altos niveles de especies de Al y Zr de bajo peso molecular, lo cual se refleja en una traza de SEC que tiene un pico 4 intenso y picos 1, 2 y 3 bajos y opcionalmente un pico 5 bajo. A lo largo de todo el presente estudio, los niveles de las especies correspondientes a estos picos se estiman en base a las siguientes relaciones (o porcentajes):

$$f_{Pi} = \frac{P_i}{\sum P_j} \quad i = 1, 2, 3, 4, 5; \quad j = 2, 3, 4, 5$$

donde f_{Pi} es la fracción del pico i y P_i o P_j son la intensidad de los picos P_i o P_j , respectivamente. La cantidad de especies de Al de bajo peso molecular se correlacionarán con la fracción, f_{P4} o porcentaje, $f_{P4} \times 100$, de SEC-pico 4. Brevemente, una sal de aluminio preferida tendrá un f_{P1} , f_{P2} , f_{P3} muy bajo y/o f_{P5} y un f_{P4} alto.

[0042] La presente invención proporciona composiciones de aluminio y/o composiciones de sales de aluminio-circonio que tienen altos niveles de especies de Al y Zr de bajo peso molecular. La polimerización de la sal de aluminio en soluciones acuosas y el correspondiente proceso de gelación fue seguida por el control del perfil de peso molecular de los polioxohaluros a tiempo por SEC. El tiempo de retención relativo ("Kd") para cada uno de estos picos varía según las condiciones experimentales, pero los picos quedan relativos entre sí. Los datos de SEC para los ejemplos se obtuvieron usando un cromatograma SEC usando los siguientes parámetros: bomba analítica Waters®600 y controlador, inyector Rheodine® 7725I, columna Protein-Pak® 125 (Waters), detector del índice de refracción Waters 2414. Fase móvil de ácido nítrico 5,56 mM, 0,50 ml/min de tasa de flujo, 2,0 microlitros de volumen de inyección. Los datos se analizaron usando Water® Empower

software (Waters Corporation, Milford, Mass.). La concentración de la sal de aluminio en solución acuosa no afecta el tiempo de retención en la máquina. En esta memoria descriptiva, el cromatograma SEC se mide usando una solución acuosa de la sal de aluminio.

[0043] En algunas formas de realización, la sal de clorhidrato de aluminio tiene un área de pico 4 SEC de al menos 95% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC. En algunas formas de realización, la sal de clorhidrato de aluminio tiene un área de SEC de pico 3 inferior al 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC y con preferencia la sal de clorhidrato de aluminio no tiene un área de SEC de pico 3 en el cromatograma SEC. En algunas formas de realización, la sal de clorhidrato de aluminio tiene un área de pico 5 SEC inferior al 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC. En algunas formas de realización, la sal de aluminio tiene un área de pico 4 SEC de 95 a 100%, ningún área de SEC de pico 3 y un área de pico 5 SEC de 0 a 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

[0044] En ciertas formas de realización, la relación de pico 4 a pico 3 es de al menos 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 100 o cualquier número hasta el infinito. Con preferencia, el pico 3 es bajo a indetectable.

[0045] En una forma de realización, una sal de aluminio y/o una sal de aluminio-circonio, en solución acuosa, exhibe un perfil de SEC en donde la relación de intensidad SEC de pico 4 a pico 3 es infinita porque el pico 3 es indetectable. En algunas formas de realización, el porcentaje de pico 4 SEC de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC es: de al menos 90%; al menos 95% o 95 a 100%. En otra de tales formas de realización, el área SEC de pico 4 es del 100%.

[0046] En otra forma de realización, la sal de aluminio y/o la sal de aluminio-circonio, en solución acuosa, exhibe un

perfil de SEC que exhibe un bajo porcentaje de pico 3 SEC. En tales formas de realización, la composición tiene el porcentaje de área de SEC de pico 3 de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC es: menos de 5 %; menos de 2 %; menos de 1 %; menos de 0,9 %; menos de 0,8 %; menos de 0,7 %; menos de 0,6 %; inferior al 0,5 %; menos de 0,4 %; menos de 0,3 %; menos de 0,2 %; o menos de 0,1 %. En otra de tales formas de realización, la composición no tiene ningún área de SEC de pico 3.

[0047] En otra forma de realización, la sal de aluminio y/o la sal de aluminio-circonio, en solución acuosa, exhibe un perfil de SEC que exhibe bajos porcentajes de pico 5 de SEC. En tales formas de realización, el porcentaje del área de SEC de pico 5 de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC es: de menos de 5 %; o menos de 1 %. En otra de tales formas de realización, la composición no tiene un área de SEC de pico 5 rea.

[0048] En otras formas de realización, la sal de aluminio y/o la sal de aluminio-circonio, en solución acuosa, exhibe un perfil de SEC que exhibe un bajo porcentaje de pico 1 de SEC y un bajo porcentaje de pico 2 de SEC. En tales formas de realización, el porcentaje del área de SEC de pico 1 de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC es menos de 5 %; menos de 2 %; o menos de 1 % o la sal no tiene un área de SEC de pico 1. En otras formas de realización, el porcentaje del área de SEC de pico 2 de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC es menos de 5 %; menos de 2 % o menos de 1 %; o la sal no tiene un área de SEC de pico 2. Con preferencia, la sal no tiene un área de pico 1 ni área de pico 2. Con mayor preferencia, la sal no tiene área de pico 1, ni área de pico 2 ni área de pico 3. Con mayor preferencia aún, la sal no tiene área de pico 1, ni área de pico 2, ni área de pico 3 ni área de pico 5.

[0049] Las sales de aluminio y/o aluminio-circonio se pueden usar en una variedad de productos antitranspirantes. Si el producto se usa como un polvo sólido, el tamaño de las

partículas de antitranspirante activo de la invención puede ser cualquier tamaño deseado y puede incluir tamaños convencionales como en el rango de 2 a 100 micrones, donde los grados seleccionados tienen un tamaño medio de partícula de 30-40 micrones; grados de tamaño más fino con una distribución de tamaño de partícula media de 2-10 micrones con un tamaño medio de 7 micrones cuando se preparan por medio de un método de trituración seca apropiado; y grados micronizados que tienen un tamaño de partícula medio menor o igual a 2 micrones o menor o igual a 1,5 micrones.

[0050] Las composiciones de esta invención se pueden usar para formular antitranspirantes que tienen una mejor eficacia. Estos antitranspirantes incluyen sólidos como barras y cremas (las cremas a veces están incluidas en la expresión "sólido blando"), geles, líquidos (que son apropiados para productos a bolilla) y aerosoles. Las formas de estos productos pueden ser suspensiones o emulsiones. Estos antitranspirantes activos se pueden usar como el antitranspirante activo en cualquier composición antitranspirante.

[0051] La sal de aluminio se puede usar para tratar aguas y en particular aguas residuales. El agua residual puede ser de tipo de aguas residuales que incluyen, pero sin limitación, aguas residuales municipales o aguas residuales provenientes de procesos industriales. Cuando se añade al agua, la sal de aluminio puede coagular los sólidos suspendidos, de modo que se pueden depositar o filtrar. La sal de aluminio también puede reducir el contenido total de carbono orgánico, eliminar fosfatos, reducir la demanda de oxígeno químico y reducir la demanda de oxígeno biológico. La sal de aluminio se puede usar de acuerdo con cualquiera de los métodos conocidos para el tratamiento de agua con una sal de aluminio.

[0052] Método cuantitativo de RMN

[0053] Los moles de aluminio en cada muestra se determinan primero por medio de un análisis elemental. Se puede usar cualquier tipo de análisis elemental, tales como Plasma

acoplado por inducción - Espectrometría de emisión óptica (ICP-OES) o espectroscopia de absorción atómica.

[0054] El instrumento de RMN se calibra con $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (estándar primario) y NaAlO_2 (estándar secundario) de concentraciones conocidas. La RMN usa un tubo coaxial insertado dentro del tubo de RMN primario.

[0055] RMN de ^{27}Al se mide en un instrumento Varian 400-1. Se usan los siguientes parámetros para el instrumento: equilibrar a 90 °C durante 20 min, sfrq: 104,177 MHz, np: 17664, fn: 64k, pw: 9,4us, d1: 1s, LB: 10,0Hz, sw: 51,1k, nt: 2000.

[0056] Los porcentajes molares de Al_{13} y Al_{30} se determinan usando las siguientes ecuaciones:

$$\frac{13 \times \text{Moles Td Al}_{13}}{\text{Moles de Al del análisis elemental}} \times 100 = \% \text{ en moles de Al}_{13}$$

$$\frac{15 \times \text{Moles Td Al}_{30}}{\text{Moles de Al del análisis elemental}} \times 100 = \% \text{ en moles de Al}_{30}$$

[0057] La presente invención se ejemplifica por medio de los siguientes ejemplos no limitativos.

EJEMPLOS

[0058] Ejemplo 1

[0059] Se añaden 18,02 g de glicina a 182,27 g de una solución acuosa de 1,25 M de AlCl_3 . La mezcla se calienta hasta 95 °C durante 1 hora con agitación. Se añaden 38,72 g de una pasta al 48,34% en peso de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ durante 1 hora con vigorosa agitación seguido de la adición de 20 ml de agua. [Al] final es 1 M. La agitación se reduce y el calentamiento se continúa durante 48 horas. La muestra se diluye hasta 0,2 M [Al] para análisis.

[0060] Ejemplo 2

[0061] Se añaden 18,02 g de glicina a 182,27 g de una solución acuosa de 1,25 M de AlCl_3 . La mezcla se calienta hasta 95 °C durante 1 hora con agitación. Se añaden 63,77 g de $\text{Sr}(\text{OH})_2$ cristalino durante 1 hora con vigorosa agitación seguido de

adición de 20 ml de agua. [Al] final es 1 M. La agitación se reduce y el calentamiento se continúa durante 48 horas. La muestra se diluye hasta 0,2 M [Al] para análisis.

[0062] Ejemplo 3

[0063] Se añaden 18,02 g de glicina a 182,27 g de una solución acuosa de 1,25 M de AlCl_3 . La mezcla se calienta hasta 95 °C durante 1 hora con agitación. Se añaden 75,71 g de $\text{Ba}(\text{OH})_2$ cristalino durante 1 hora con vigorosa agitación seguido de adición de 20 ml de agua. [Al] final es 1 M. La agitación se reduce y el calentamiento se continúa durante 48 horas. La muestra se diluye hasta 0,2 M [Al] para análisis.

[0064] Ejemplo comparativo 1

[0065] Se añaden 9,38 g de glicina a 200 ml de una solución 0,5 M de AlCl_3 y se calienta hasta 95 °C con agitación. A esta solución se añaden 250 ml de una solución 0,492 M de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ durante un período de 1 hora. La agitación se reduce y el calentamiento se continúa durante una hora más. [Al] final es 0,22 M. Ver la Figura 5 en el documento WO 2009/076591 para el gráfico de SEC.

[0066] Ejemplo comparativo 2

[0067] 182,27 g de una solución acuosa que es de 1,25 M de AlCl_3 se calienta hasta 95 °C durante 1 hora con agitación. Se añaden 39,19 g de una solución al 48,98% en peso de NaOH durante 1 hora con vigorosa agitación seguido de adición de 20 ml de agua. [Al] final es 1 M. La agitación se reduce y el calentamiento se continúa durante 48 horas. La muestra se diluye hasta 0,2 M [Al] para análisis.

[0068] Los ejemplos anteriores se analizan en cuanto a la cantidad de Al_{30} por RMN cuantitativa y RMN cualitativa. El cálculo cualitativo de RMN se describe en el documento PCT/US2010/55030. Los resultados se muestran en la tabla de abajo.

Ejemplo	% en moles de Al_{30} por RMN cuantitativa	% de Al_{30} por RMN cualitativa
Ejemplo 1	82,57	100
Ejemplo 2	66,89	86,96

Ejemplo 3	69,74	86,27
Ejemplo comparativo 1	42,49	73,25
Ejemplo comparativo 2	31,98	77,02

[0069] Los ejemplos y ejemplos comparativos muestran colectivamente que el uso del tampón como glicina y una mayor concentración molar inicial combinada con un tiempo de reacción prolongado a temperatura elevada, típicamente más de 24 horas o más de 48 horas, puede provocar la conversión de una proporción sustancial, incluso de todo el catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio en el catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio, sin causar la creación de ninguna molécula que contenga aluminio de pico 3 SEC. El cromatograma SEC de la sal de aluminio resultante puede exhibir un área de pico 4 de al menos 90% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC y con especies de pico 3 y pico 5 no detectables, así como especies de pico 1 y pico 2 no detectables. La conversión del catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio en el catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio, per se, no incrementa el área del pico 4 porque tanto el catión Al_{13} del polihidroxioxoaluminio y el catión Al_{30} del polihidroxioxoaluminio se eluyen bajo el pico 4 cuando la sal de aluminio se somete a cromatografía SEC. El catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio, sin embargo, tiene una mayor estabilidad que el catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio.

[0070] Tal como se usa en la presente, los rangos se usan como atajos para describir cada uno de los valores que está dentro del rango. Se puede seleccionar cualquier valor dentro del rango como el término del rango. Además, todas las referencias citadas aquí se pueden incorporar por referencia en su totalidad. En caso de haber un conflicto en una definición en la presente descripción y la de una referencia citada, rige la presente descripción.

[0071] A menos que se especifique otra cosa, todos los porcentajes y cantidades expresadas en la presente y en otro

000018

lado de la memoria descriptiva se han de entender por referencia a porcentajes en peso. Las cantidades dadas se basan en el peso activo del material.

REIVINDICACIONES

1. Una composición que comprende una sal de clorhidrato de aluminio, donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene al menos 50% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio y un tampón.

2. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde hay al menos 55% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al , opcionalmente al menos 60, al menos 65, al menos 70, al menos 75, al menos 80, al menos 85, al menos 90 o al menos 95% en moles en la sal de clorhidrato de aluminio.

3. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la sal de clorhidrato de aluminio exhibe un cromatograma SEC que tiene un área de pico 4 SEC de al menos 90% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

4. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el espectro de RMN ^{27}Al tiene una distribución de especies que incluye a lo sumo 5% en moles de catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al en la sal de clorhidrato de aluminio.

5. La composición de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el espectro de RMN ^{27}Al tiene una distribución de especies que no incluye ningún catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al en la sal de clorhidrato de aluminio.

000020

6. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación molar de aluminio a cloruro de 0,3:1 a 3:1.

7. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación de OH a Al de a lo sumo 2,6:1 ó 2:1 a 2,6:1.

8. La composición de acuerdo con la reivindicación 7, en donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación de OH a Al de 2:1 a 2,5:1 u opcionalmente 2,3:1 a 2,5:1.

9. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde una relación molar de tampón a aluminio es de al menos 0,1:1 u opcionalmente 0,1:1 a 3:1.

10. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el tampón es al menos un tampón seleccionado de un aminoácido y betaína.

11. La composición de acuerdo con la reivindicación 10, en donde el tampón es un aminoácido y una relación molar de aminoácido a aluminio es de al menos 0,1.

12. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el tampón es glicina.

13. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde el tampón es glicina y está presente en una relación molar de glicina a aluminio de 0,1:1 a 2:1 y la sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación de OH a Al de 2:1 a 2,5:1, opcionalmente 2,3:1 a

000021

2,5:1 y la sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación molar de aluminio a cloruro de 0,3:1 a 3:1.

14. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición tiene un área de pico 4 SEC de al menos 95% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

15. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición tiene un área de SEC de pico 3 inferior al 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

16. La composición de acuerdo con la reivindicación 13, en donde la composición no tiene un área de SEC de pico 3 en el cromatograma SEC.

17. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición tiene un área de pico 5 SEC inferior al 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

18. La composición de acuerdo con la reivindicación 15, en donde la composición no tiene un área de pico 5 SEC en el cromatograma SEC.

19. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición tiene un área de pico 4 SEC de 95 a 100%, ningún área de SEC de pico 3 y un área de pico 5 SEC de 0 a 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

20. La composición de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la composición también comprende circonio, que opcionalmente tiene una relación molar de aluminio a circonio de 5:1 a 10:1.

000322

21. Un método para preparar una sal de clorhidrato de aluminio que comprende:

- I) calentamiento de una solución acuosa que contiene una primera sal de aluminio y un tampón, en donde la primera sal de aluminio está presente en una concentración molar de al menos 0,75 M, en donde el tampón es un aminoácido o betaína y una relación molar de tampón a aluminio es de al menos 0,1:1, a una temperatura de 50 °C a 100 °C durante un período de 1 hora a 6 horas para obtener una solución de primera sal de aluminio;
- II) adición a la solución de primera sal de aluminio a una solución acuosa de una base inorgánica para obtener una solución de primera sal de clorhidrato de aluminio que tiene una relación molar de OH:Al de a lo sumo 2,6:1 u opcionalmente 2:1 a 2,6:1 y un pH de 2 a 5; y
- III) calentamiento de la solución de primera sal de clorhidrato de aluminio a una temperatura de 50 °C a 100 °C durante un período de al menos 8 horas para obtener una solución de segunda sal de clorhidrato de aluminio que contiene una sal de clorhidrato de aluminio con al menos 50% en moles de catión Al_3O de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio.

22. El método de acuerdo con la reivindicación 21, en donde la concentración molar de la primera sal de aluminio es de al menos 1 M, opcionalmente de al menos 1,25 M, de al menos 1,5 M, de al menos 2 M o de al menos 2,5 M.

23. El método de acuerdo con la reivindicación 21 ó 22 que también comprende la adición de una solución acuosa que

000023

contiene un compuesto de circonio a la solución de segunda sal de clorhidrato de aluminio para obtener así una solución de sal de aluminio-circonio, que opcionalmente tiene una relación molar de aluminio a circonio de 5:1 a 10:1, donde opcionalmente el compuesto de circonio es $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$.

24. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 23, en donde el calentamiento en la etapa III está al menos a 90 °C, opcionalmente al menos a 95 °C.

25. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 24, en donde el período en la etapa III es de al menos 12 horas, opcionalmente de al menos 18 horas, de al menos 24 horas, de al menos 30 horas, de al menos 36 horas, de al menos 42 horas o de al menos 48 horas.

26. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 25, en donde la sal de clorhidrato de aluminio exhibe un cromatograma SEC que tiene un área de pico 4 SEC de al menos 90% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

27. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 26, en donde el tampón es glicina.

28. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 27, en donde la base inorgánica incluye al menos un miembro seleccionado de hidróxido de calcio, hidróxido de estroncio, hidróxido de bario, óxido de calcio, óxido de estroncio, óxido de bario, carbonato de calcio, carbonato de bario, carbonato de estroncio, hidróxido de itrio, óxido de itrio y carbonato de itrio.

29. El método de acuerdo con la reivindicación 28, en donde la base inorgánica es hidróxido de calcio.

000024

30. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 29, en donde la segunda sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación molar de aluminio a cloruro de 0,3:1 a 3:1.

31. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 29, en donde la solución de segunda sal de clorhidrato de aluminio tiene una relación molar de OH a Al de 2:1 a 2,5:1 u opcionalmente de 2,3:1 a 2,5:1.

32. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 30, en donde la primera sal de aluminio es un compuesto de cloruro de aluminio seleccionado de tricloruro de aluminio, clorohexahidrato de aluminio y diclorhidrato de aluminio.

33. El método de acuerdo con la reivindicación 21 a 32, en donde el tampón es glicina presente en una relación molar de glicina a aluminio de 0,1:1 a 2:1, la base inorgánica es hidróxido de calcio y el calentamiento en la etapa III está al menos a 90 °C, opcionalmente al menos a 95 °C, durante al menos 12 horas, opcionalmente durante al menos 24 horas o al menos 48 horas.

34. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 33, en donde hay al menos 50% en moles de catión Al_{30} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al , opcionalmente al menos 55, al menos 60, al menos 65, al menos 70, al menos 75, al menos 80, al menos 85, al menos 90 o al menos 95% en moles en la sal de clorhidrato de aluminio.

35. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 34, en donde el espectro de RMN ^{27}Al tiene una distribución de especies que incluye a lo sumo 5%

000025

en moles de catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al en la sal de clorhidrato de aluminio.

36. El método de acuerdo con la reivindicación 35, en donde el espectro de RMN ^{27}Al tiene una distribución de especies que no incluye ningún catión Al_{13} de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al en la sal de clorhidrato de aluminio.

37. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 36, en donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene un área de pico 4 SEC de al menos 95% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

38. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 37, en donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene un área de SEC de pico 3 inferior al 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

39. El método de acuerdo con la reivindicación 38, en donde la sal de clorhidrato de aluminio no tiene un área de SEC de pico 3 en el cromatograma SEC.

40. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 39, en donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene un área de pico 5 SEC inferior al 5% de un área total de picos 1, 2, 3, 4 y 5 en el cromatograma SEC.

41. Una composición que incluye una sal de clorhidrato de aluminio producida por medio del método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 40.

42. Un método para reducir la transpiración que comprende la aplicación de una sal de clorhidrato de aluminio

000025

de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20 ó 41 a la piel para evitar la transpiración.

43. Uso de una sal de clorhidrato de aluminio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20 ó 41 para evitar la transpiración.

44. Un método para tratar agua que comprende la adición de una sal de clorhidrato de aluminio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20 ó 41 al agua.

45. Uso de una sal de clorhidrato de aluminio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20 ó 41 para el tratamiento de agua.

RESUMEN

Una composición que comprende una sal de clorhidrato de aluminio, donde la sal de clorhidrato de aluminio tiene al menos 50% en moles de catión Al_3^+ de polihidroxioxoaluminio de todos los cationes de polihidroxioxoaluminio detectables por RMN cuantitativa de ^{27}Al dentro de la sal de clorhidrato de aluminio y un tampón. La composición puede incluir opcionalmente circonio. También se describe un método de preparación de una sal de aluminio usando una mayor concentración molar de una sal de aluminio inicial con un tampón, un método para evitar la transpiración con la sal de clorhidrato de aluminio y un método de tratamiento de agua con la sal de clorhidrato de aluminio.

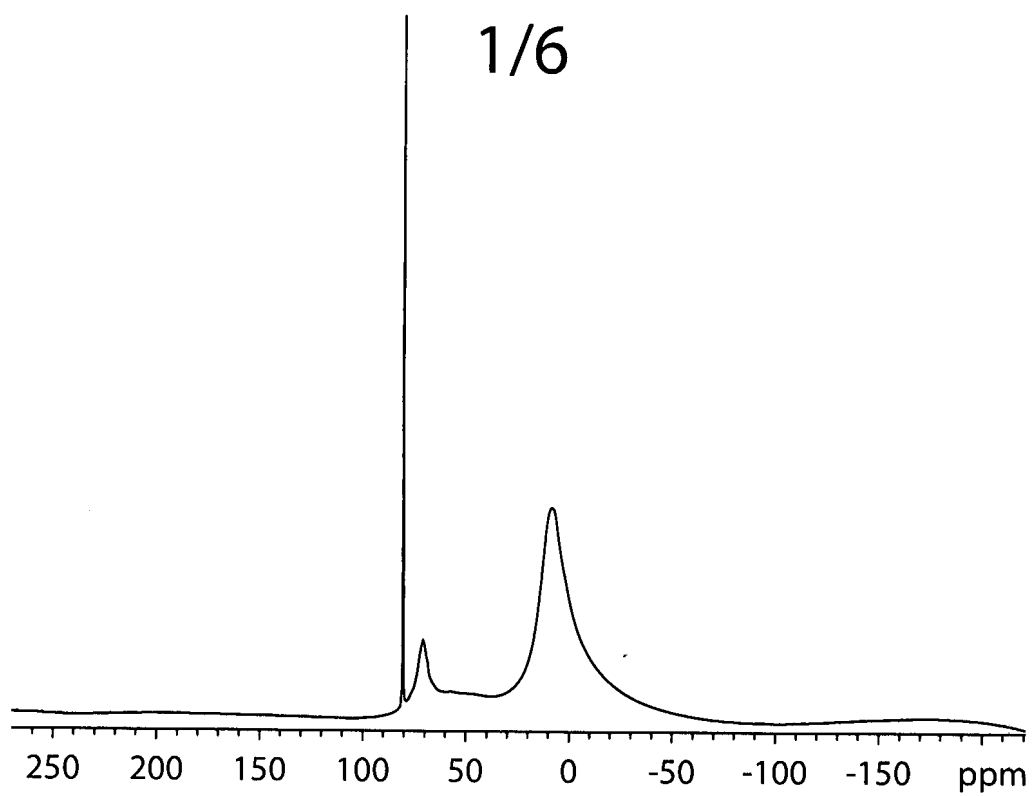


FIG. 1A

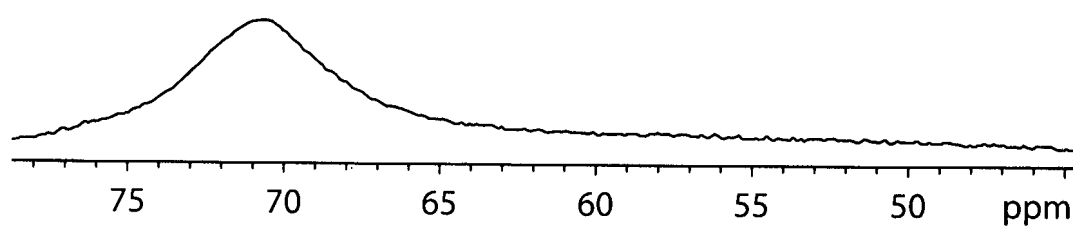


FIG. 1B

000029

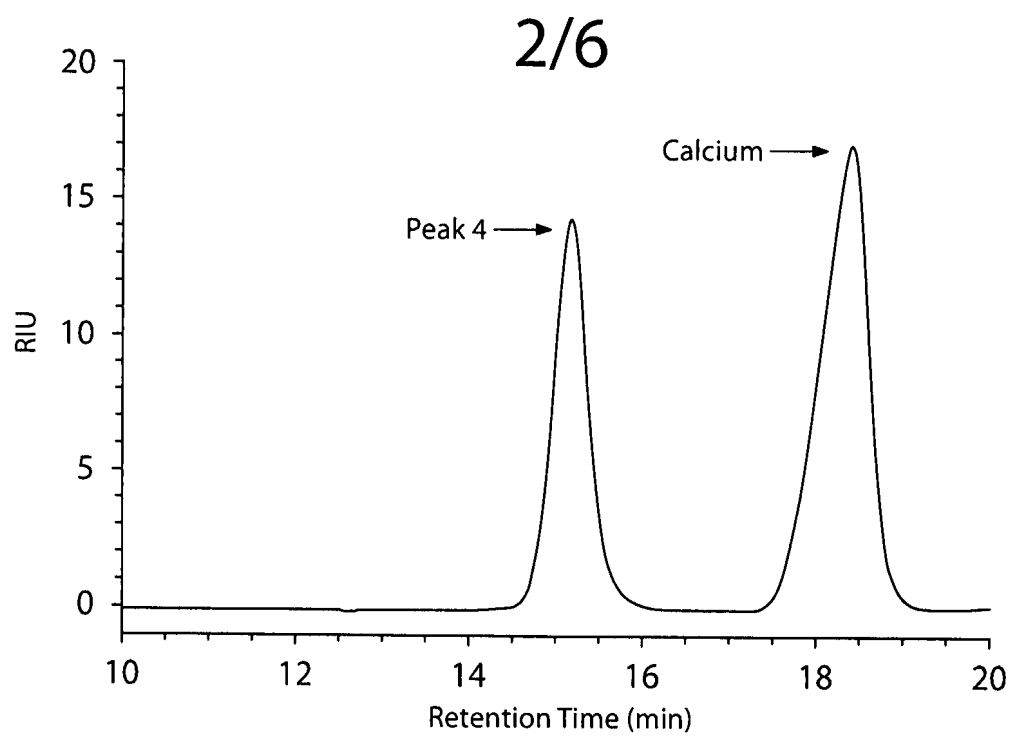


FIG. 1C

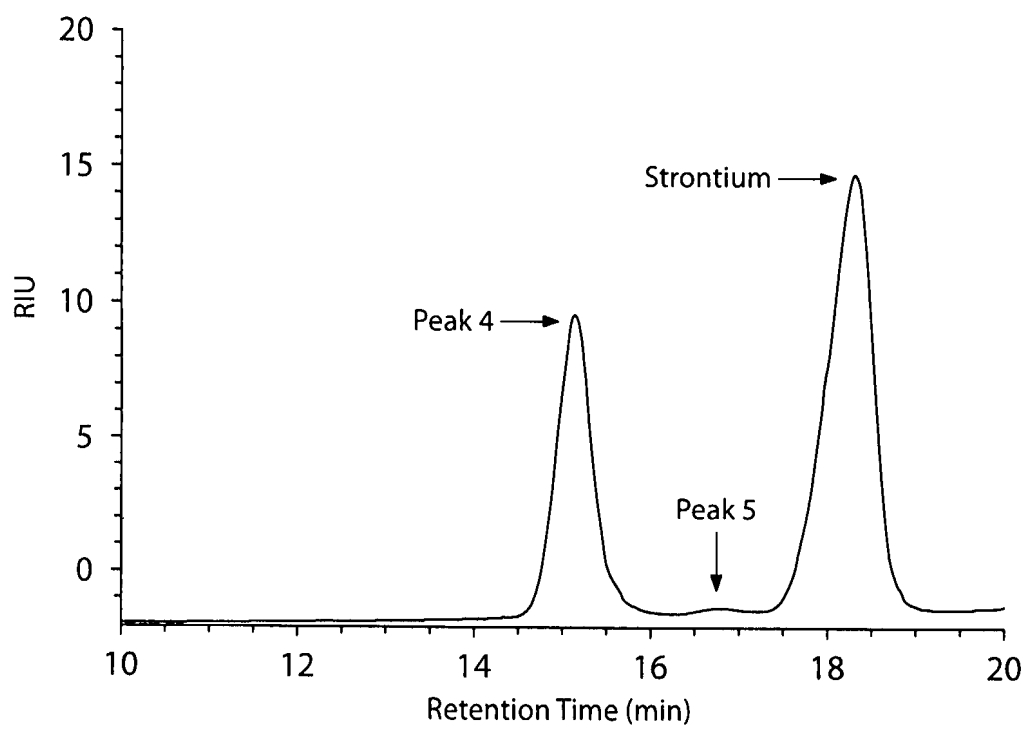


FIG. 2C

000030

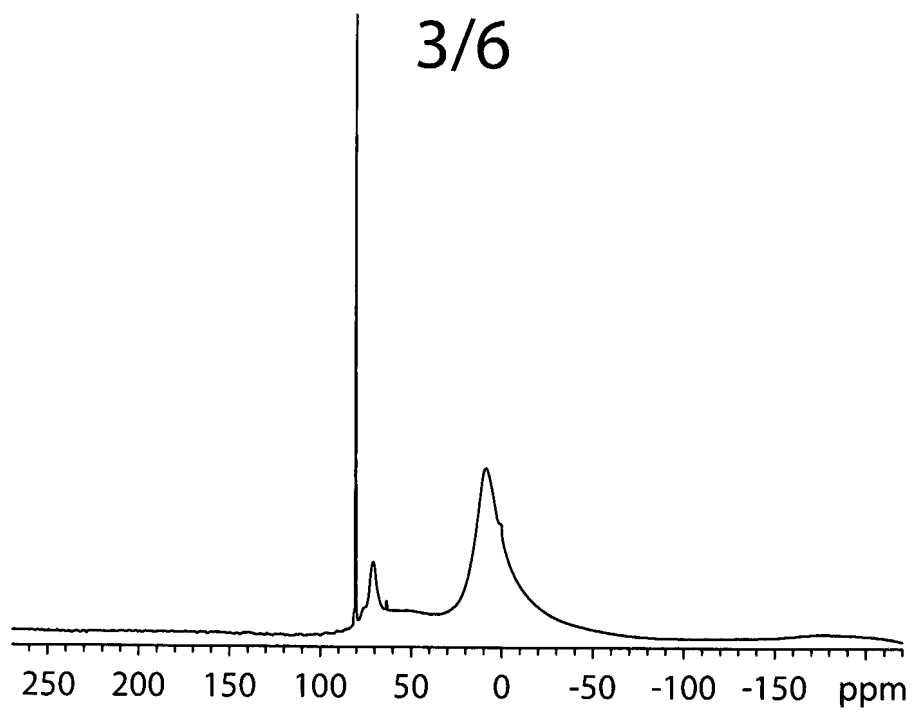


FIG. 2A

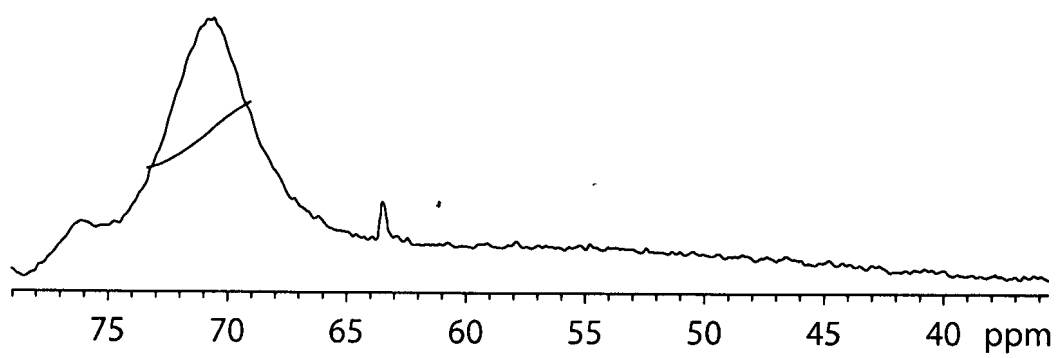


FIG. 2B

000031

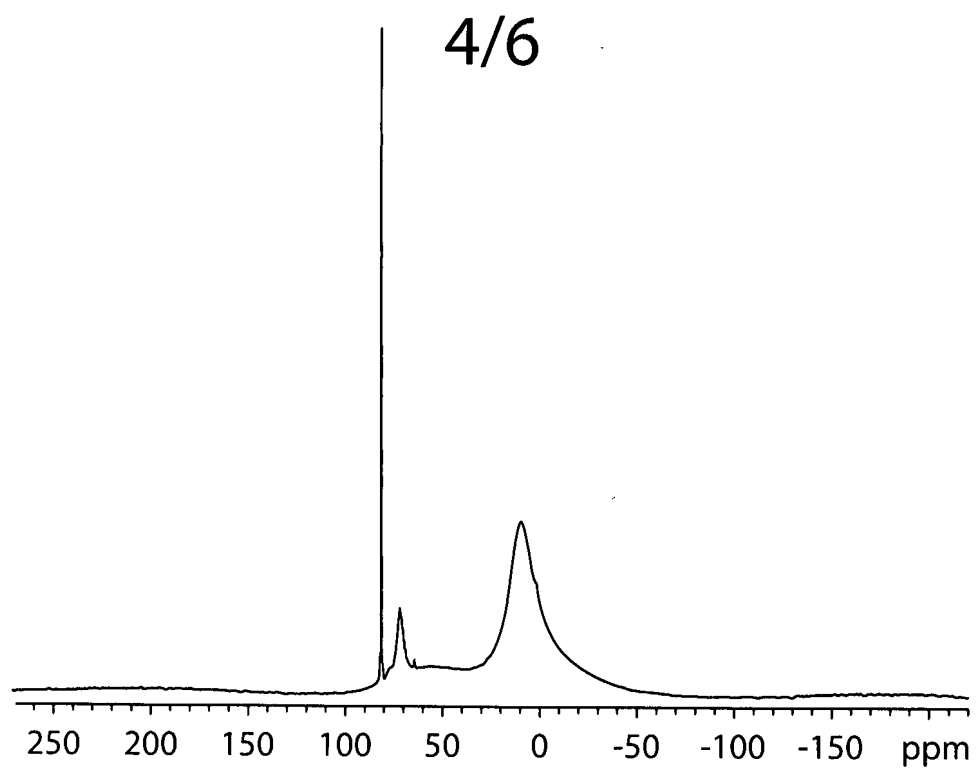


FIG. 3A

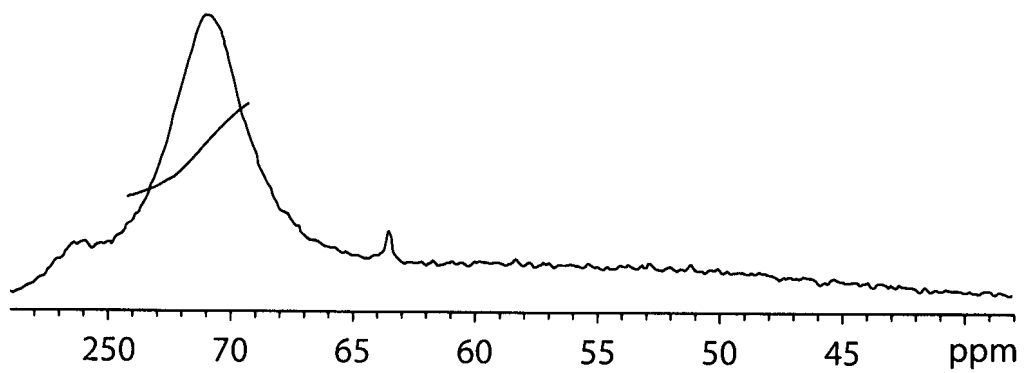


FIG. 3B

000032

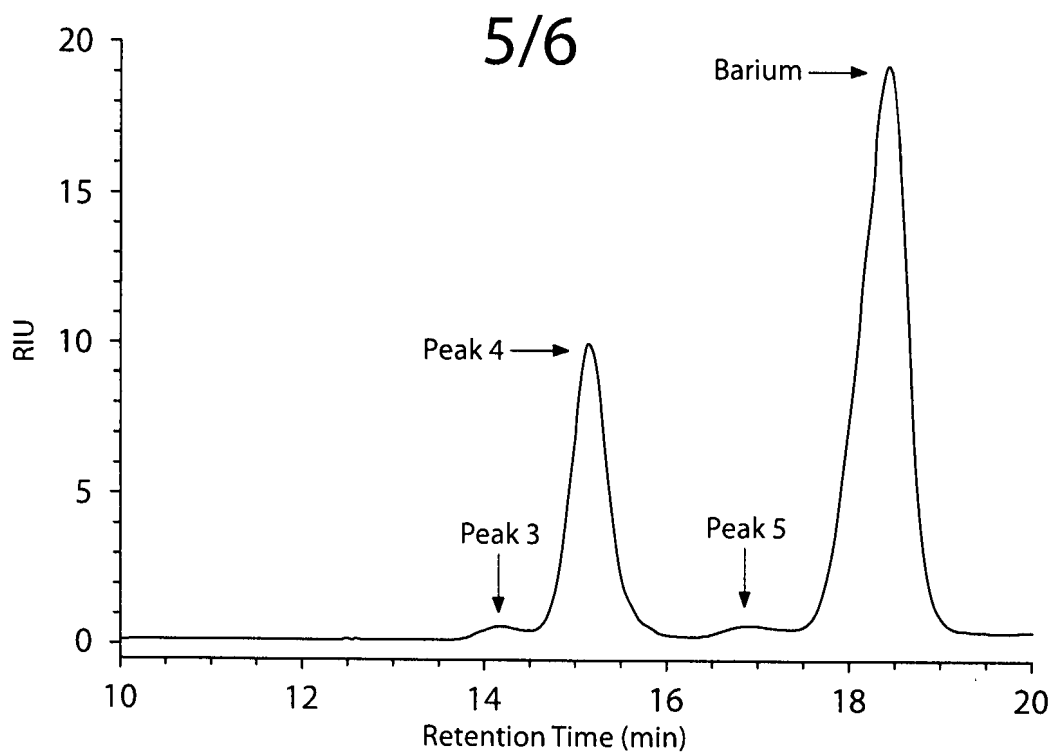


FIG. 3C

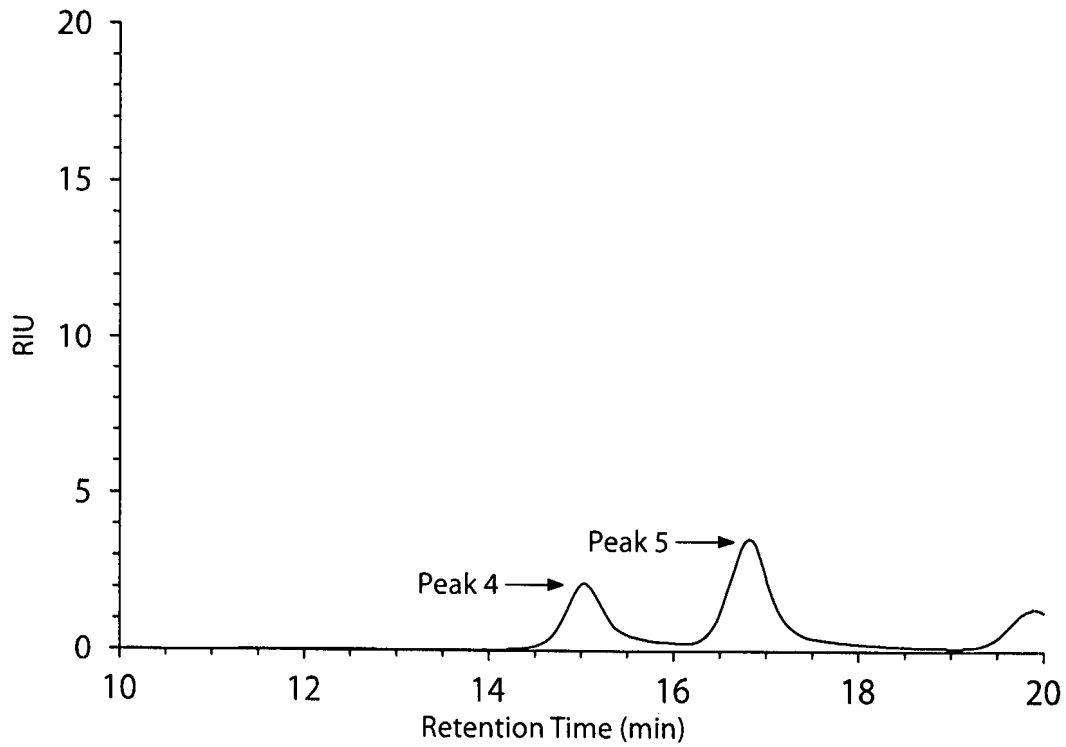


FIG. 4C

000033

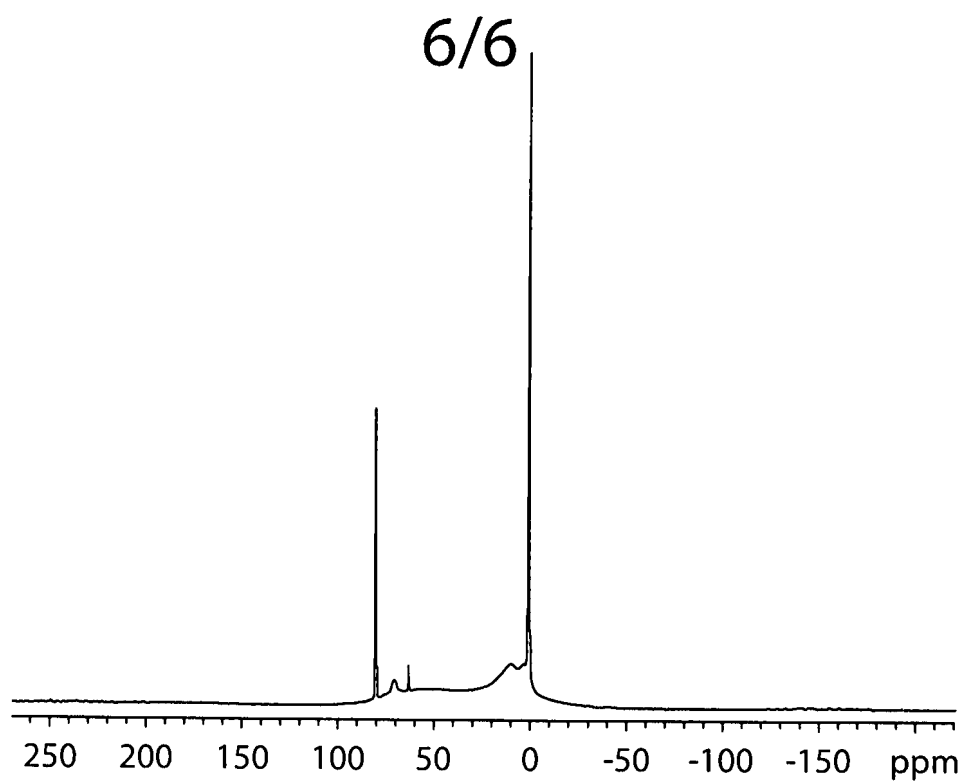


FIG. 4A

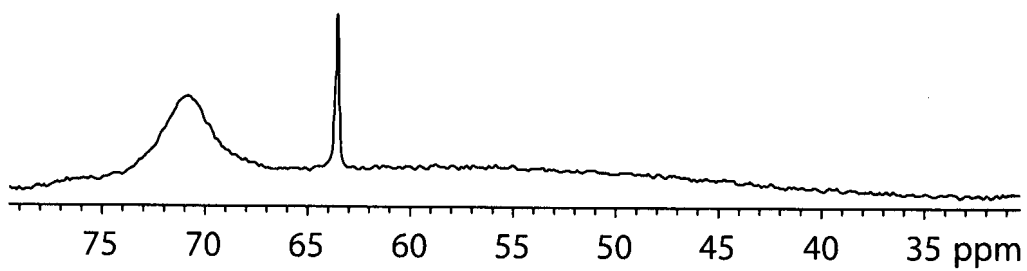


FIG. 4B

000034

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
10 May 2012 (10.05.2012)

(10) International Publication Number
WO 2012/061280 A2

(51) International Patent Classification:
A61Q 15/00 (2006.01) *A61K 8/26* (2006.01)

(21) International Application Number:
PCT/US2011/058559

(22) International Filing Date:
31 October 2011 (31.10.2011)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
PCT/US2010/055030
2 November 2010 (02.11.2010) US

(71) Applicant (for all designated States except US): **COLGATE-PALMOLIVE COMPANY** [US/US]; 300 Park Avenue, New York, New York 10022 (US).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (for US only): **PAPPAS, Iraklis** [US/US]; 3335 West Hollywood Circle, Pennsauken, New Jersey 08109 (US). **VAUGHN, John** [US/US]; 62 Poplar Avenue, Fair Haven, New Jersey 07704 (US).

PAN, Long [CN/US]; 9 Black Latch Lane, Cherry Hill, New Jersey 08003 (US).

(74) Agent: **MORGAN, Michael F.**; Colgate-Palmolive Company, 909 River Road, PO Box 1343, Piscataway, New Jersey 08855 (US).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, 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, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,

[Continued on next page]

(54) Title: ALUMINUM SALT CONTAINING HIGH PERCENTAGE OF Al_{30}

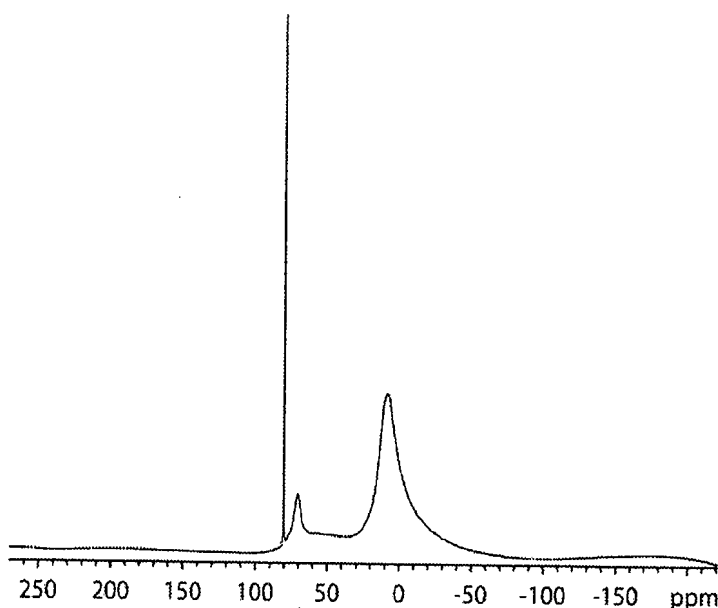
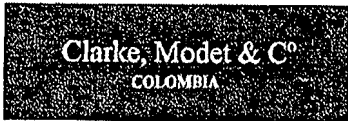


FIG. 1A

(57) Abstract: A composition comprising an aluminum chlorohydrate salt, the aluminum chlorohydrate salt having at least 50 mole % Al_{30} polyhydroxyoxoaluminum cation of all polyhydroxyoxoaluminum cations detectable by quantitative²⁷ Al NMR within the aluminum chlorohydrate salt, and a buffer. The composition can optionally include zirconium. Also disclosed are a method of making an aluminum salt using an increased molar concentration of a starting aluminum salt with a buffer, a method of reducing perspiration with the aluminum chlorohydrate salt, and a method of treating water with the aluminum chlorohydrate salt.

WO 2012/061280 A2

000035



COLOMBIA

Carrera 11 N° 86-53 Piso 6 Bogotá Colombia Tel: (57 1) 6181088 Fax: (57 1) 6350824 Email: info@clarkemodet.com.co

PODER

Yo (nosotros), abajo firmante(s)

en mi (nuestro) carácter de representante(s) legales de

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

una sociedad organizada y existente de acuerdo con las leyes de

y en actual cumplimiento de su objeto social, con domicilio en 300 Park Avenue New York, New York 10022, Estados Unidos de América.

por el presente instrumento confiero (conferimos) poder especial a favor de DILIA MARIA RODRIGUEZ D'ALEMAN, con Cédula de Ciudadanía No. 41.654.882 de Bogotá, y tp. 20824, para que actuando en su orden en nombre del (de la) otorgante le (la) representen ante cualquier entidad, autoridad y/o persona, especialmente ante las del orden Administrativo, Contencioso Administrativo, Judicial, Tribunales de Arbitramento y/o cualquier otro en lo referente a los siguientes asuntos:

- 1) Solicitar, tramitar, obtener y/o registrar cualquiera de las modalidades de Propiedad Industrial, tales como: patentes de invención, modelos de utilidad, diseños industriales, variedades vegetales; así como sus renovaciones, prórrogas, transferencias, cambios de nombre y/o domicilio, contratos y licencias.
- 2) Solicitar, tramitar, obtener y/o registrar secretos industriales y know-how.
- 3) Ejercer acciones de oposición, observación, reclamos, reconsideración, reposición, apelación, cancelación administrativa o judicial, nulidad, protección al consumidor, concesión de licencias, protección de secretos industriales y demás acciones y recursos relacionados con derechos derivados de los asuntos arriba indicados y en contra de la competencia desleal, acciones derivadas de la obtención o explotación de licencias, acciones de indemnización de perjuicios. También podrá(n) intervenir en juicios civiles, comerciales, penales, contencioso-administrativos, tutelas y de policía, en acciones o juicios promovidos por el (la) mandante o en contra el (ella).
- 4) En el ejercicio de este mandato los mandatarios arriba mencionados quedan facultados para: conciliar, cancelar, transigir, comprometer en árbitros, desistir, recibir y tomar posesión de la cosa objeto de litigio y renunciar o desistir a derechos concedidos o en curso de concesión, admitir los hechos del proceso.
- 5) Ratificar o no la agencia oficiosa.
- 6) Así mismo faculto (facultamos) a los mencionados apoderados para recibir notificaciones y designar apoderados judiciales o extrajudiciales, sustituir el presente poder y revocar las sustituciones que hicieron.

Dado y firmado en

a los días de

POWER OF ATTORNEY

I (we), the undersigned

legal representative(s) of

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

an organization existing under the laws of

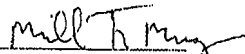
and in present execution of its business activity, domiciled at 300 Park Avenue New York, New York 10022, United States of America.

do hereby grant POWER OF ATTORNEY to DILIA MARIA RODRIGUEZ D'ALEMAN, identification card No. 41.654.882 of Bogotá, and tp. 20824, to act in the order of their appointment in behalf of grantor before any entity, authority and/or natural or juridical person, specially before those Administrative, Administrative-Contentious, Judicial, arbitration courts, and/or any other, in all matters concerning the following:

- 1) To apply, process, obtain and/or register any of the modalities of Industrial Property, such as: Patents of Invention, Utility Models; Designs, plant varieties; as well as their renewals, assignments, changes of name and/or domicile, agreements and licenses.
- 2) To apply, process, obtain and/or register secrets or know-how.
- 3) To bring actions of opposition, observations, claims, reconsideration, appeal or legal remedies, cancellations, nullity, protection to the consumer, granting of licenses, protection of trade secrets and other actions related with rights derived from the above-mentioned matters and against the unfair competition, actions resulting from the obtaining or exploitation of licenses, recovering damages actions. They can also intervene or participate in Civil, Commercial, Criminal or Contentious-Administrative Trials; the actions for writ mandamus, police actions; in actions, lawsuits or litigations instituted by the grantor or against him.
- 4) To the effect of this mandate the above-named proxy are empowered to: conciliate, cancel, settle, submit to arbitration, withdraw and to receive and take possession of the litigation related objet and waive or renounce the rights granted or in process of granting, admit the facts of the case.
- 5) To ratify or not the officious agency.
- 6) I (we) hereby appoint the afore mentioned attorneys with powers to receive notifications and to designate judicial and extrajudicial attorneys, substitute this Power of Attorney and to revoke such substitutions.

Granted and signed at Piscataway, NJ USA

on this 17 day of January of 2013


Michael F. Morgan - Associate Patent Counsel
Firma / signature

000036

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

Delegation of Authority with Respect to Patent Matters

Pursuant to the authority vested in me by resolutions of the Board of Directors of Colgate-Palmolive Company, a Delaware corporation (the "Company"), duly adopted at a meeting of the Board of Directors held at New York, New York on May 7, 2004, a true and complete copy of which is attached hereto as Exhibit A, the undersigned, ANDREW D. HENDRY, Senior Vice-President, General Counsel and Secretary of the Company, does hereby designate each of the following persons:

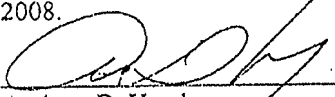
Ellen K. Park	Vice President and Chief Patent Counsel
Donald L. Traut	Associate Patent Counsel
Michael J. Wallace	Associate Patent Counsel
Michael F. Morgan	Associate Patent Counsel
Michael U. Lee	Associate Patent Counsel
Shannon E. McGarrah	Patent Attorney
Amy M. Fernandez	Patent Attorney

as authorized, for and on behalf of the Company, (i) to apply for and obtain in all countries of the world registrations of patents (including, but not limited to, issued patents, pending patents, designs, utility models, industrial models, patents of confirmation, patents of importation, patents of addition, cautionary notices, and inventors certificates), (ii) to promote before the competent authority the working of the patents, (iii) to effect payment of respective official maintenance fees, as well as the respective reissues or renewals, (iv) to actively and passively defend the grantor's interest, (v) to submit protests, oppositions and appeals, (vi) to assign or transfer ownership, (vii) to abandon applications, and (viii) to execute and deliver, under the Company's seal, any and all documents related thereto with such person's execution and delivery of such documents as conclusive evidence of such person's approval, in each case in the product categories for which such person is responsible and as may be necessary or desirable in the ordinary course of the Company's business.

000037

All prior such delegations and powers are hereby revoked as of the date hereof, provided, however, that such revocation shall in no way cancel or limit the authority for or validity of actions taken pursuant to such delegations or powers on or prior to the date hereof.

IN WITNESS WHEREOF, I have hereunto signed my name this 29th day of July, 2008.



Andrew D. Hendry
Senior Vice President, General Counsel and Secretary

General Signing Authority adopted at a meeting of Colgate-Palmolive Company Board of Directors held at New York, New York on May 7, 2004 at which a quorum was present and acting throughout and which resolutions are now in full force and effect:

RESOLVED, that, unless otherwise specified by the Board of Directors, the following persons be, and they hereby are, jointly and severally authorized on behalf of the Company to execute and deliver agreements, contracts, commitments, bids, instruments, certificates, reports, powers of attorney and other documents or writings (collectively, the "Documents") either as heretofore or hereafter specifically authorized or approved by the Board of Directors, or not specifically authorized or approved by the Board of Directors but made in the ordinary course of the Company's business:

- (i) the following elected officers, in relation to all matters:
 - the Chairman of the Board and Chief Executive Officer,
 - the President,
 - the Chief Financial Officer and
 - the Senior Vice President, General Counsel and Secretary,
- (ii) the other elected officers and the appointed officers, including vice presidents and division presidents, in relation to matters in their areas of responsibility,
- (iii) any successor to an officer listed in subparagraph (i) above, irrespective of title, who has the powers and performs the duties customarily exercised by such officer (any such successors, together with the officers listed in subparagraphs (i) and (ii) above, the "Authorized Officers"), in relation to matters prescribed in subparagraph (i) or (ii) above, as applicable, and
- (iv) such officers and employees of the Company (the "Delegated Signers") as may be designated in writing by an Authorized Officer, to take actions for which such Authorized Officer is authorized under these resolutions;

and be it further

RESOLVED, that the execution on behalf of the Company and the delivery of a Document by an Authorized Officer or a Delegated Signer shall be conclusive evidence of his or her authority to do the same; and be it further

RESOLVED, that the Secretary and any Assistant Secretary be and they hereby are severally authorized to affix the corporate seal to any document executed pursuant to the authority granted in the foregoing paragraph and to attest the same.

000039

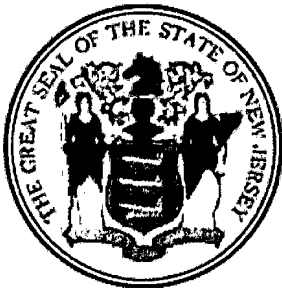
APOSTILLE

(CONVENTION DE LA HAYE DU 5 OCTOBRE 1961)

1. COUNTRY: UNITED STATES OF AMERICA
2. THIS PUBLIC DOCUMENT HAS BEEN SIGNED BY:
EMILY LANG
3. ACTING IN THE CAPACITY OF:
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
4. BEARS THE SEAL/STAMP OF:
EMILY LANG, NOTARY

CERTIFIED

5. AT TRENTON, NEW JERSEY
6. THE 4TH DAY OF MARCH 2013
7. BY: Andrew P Sidamon-Eristoff
State Treasurer
8. NO: A481773
9. SEAL/STAMP:
10. SIGNATURE



Certificate Number: 127601623

Verify this certificate at

https://www1.state.nj.us/TYTR_StandingCert/JSP/Verify_Cert.jsp

000040

I, Michele Konrad, of COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, do hereby declare that the copy attached hereto is a true photocopy of the assignment of International Patent Application PCT/US2010/55030 filed November 2, 2010.

Michele Konrad

Michele Konrad
Senior Legal Assistant - Patent
Colgate-Palmolive Company

Subscribed and sworn to
Before me this 26 day
of February 2013

x Emily Lang

EMILY LANG
NOTARY PUBLIC
STATE OF NEW JERSEY
MY COMMISSION EXPIRES NOV. 30, 2013

000041

ASSIGNMENT

WHEREAS, WE, **Iraklis Pappas and Long Pan** (below referred to as ASSIGNORS), residing, respectively, as set forth hereinafter, have made an invention for which application for Letters Patent was filed in the United States Patent and Trademark Office as International Receiving Office for International Application No. PCT/US2010/55030 filed November 2, 2010, naming the ASSIGNOR(S) as inventor(s), and entitled: **ANTIPERSPIRANT ACTIVE COMPOSITIONS AND MANUFACTURE THEREOF**; and

WHEREAS, Colgate-Palmolive Company, a corporation duly organized and existing under the laws of the State of Delaware, United States of America and having its principal office and place of business at 300 Park Avenue, New York, New York 10022, and offices and place of business at 909 River Road, Piscataway, New Jersey 08854 (below referred to as "ASSIGNEE"), is desirous of obtaining the entire right, title and interest in and to the aforesaid invention and patent application and corresponding patent rights worldwide;

NOW, THEREFORE, in consideration of good and valuable consideration, the receipt and sufficiency of which is hereby acknowledged, ASSIGNOR(S), by these presents do sell, assign and transfer to ASSIGNEE, the full and exclusive right, title and interest in and to the aforesaid invention, the aforesaid International Patent Application and all corresponding foreign patent applications, all divisional, continuation, continuation-in-part, reissue, reexamination, and any additional United States Patent applications which claim priority to the aforesaid International application, and all Letters Patent or comparable rights issuing thereon in the United States and in all foreign countries, together with the right(s) of priority under the International Convention for the Protection of Industrial Property, Inter-American Convention Relating to Patents, Designs and Industrial Models, and any other international agreements to which the United States of America adheres, and the ASSIGNOR(S) hereby authorize and request the United States Commissioner of Patents and Trademarks and all foreign Patent Offices to issue all Letters Patent or comparable rights issuing on any application as aforesaid to ASSIGNEE, or to its successors, assigns or legal representatives;

ASSIGNOR(S) hereby covenant that ASSIGNOR(S) have full right to convey the entire interest herein assigned, and that ASSIGNOR(S) have not executed, and will not execute, any agreement in conflict herewith;

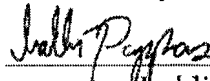
ASSIGNOR(S) agree to communicate to ASSIGNEE or to its successors, assigns or legal representatives any and all facts known to them or any of them respecting said invention, and without further remuneration to testify in any legal proceeding, sign all lawful papers, execute all divisional, continuation, continuation-in-part, reissue and reexamination applications, make all rightful oaths and generally do all lawful acts to aid ASSIGNEE or its successors, assigns or legal representatives to obtain and enforce proper patent protection for said invention in all countries and to enhance or perfect ASSIGNEE's title in and to the invention and patent rights therein.

ASSIGNOR(S) hereby authorize attorneys for ASSIGNEE to enter on this document any applicable serial numbers and filing dates after ASSIGNOR(S') execution of this document.

This Assignment is effective as of: November 2, 2010
(date of filing)

000042

IN TESTIMONY WHEREOF, I hereunto set my hand and seal this 1 day of
November 2010.


Iraklis Pappas

EMILY R. RHODEN
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
My Commission Expires 7/28/2015

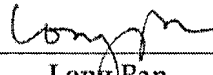
Address: 3335 West Hollywood Circle
Pennsauken, New Jersey 08109
United States of America

State of
County of

On this 1st day of November 2010, before me, a Notary
Public in and for the State and County aforesaid, personally appeared the above
signatory, known to me to be the person of that name, who executed the foregoing
instrument in my presence.


NOTARY PUBLIC

IN TESTIMONY WHEREOF, I hereunto set my hand and seal this 28 day of
Oct 2010.

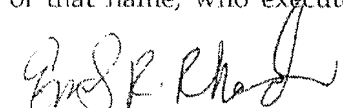

Long Pan

EMILY R. RHODEN
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
My Commission Expires 7/28/2015

Address: 9 Black Latch Lane
Cherry Hill, NJ 08003
United States of America

State of
County of

On this 28th day of October 2010, before me, a Notary
Public in and for the State and County aforesaid, personally appeared the above
signatory, known to me to be the person of that name, who executed the foregoing
instrument in my presence.


NOTARY PUBLIC

000043

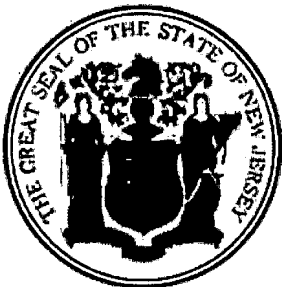
APOSTILLE

(CONVENTION DE LA HAYE DU 5 OCTOBRE 1961)

1. COUNTRY: UNITED STATES OF AMERICA
2. THIS PUBLIC DOCUMENT HAS BEEN SIGNED BY:
EMILY LANG
3. ACTING IN THE CAPACITY OF:
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
4. BEARS THE SEAL/STAMP OF:
EMILY LANG, NOTARY

CERTIFIED

5. AT TRENTON, NEW JERSEY
6. THE 4TH DAY OF MARCH 2013
7. BY: Andrew P Sidamon-Eristoff
State Treasurer
8. NO: A481773
9. SEAL/STAMP:
10. SIGNATURE



A handwritten signature in black ink, appearing to be "A. P. Sidamon-Eristoff".

Certificate Number: 127601647

Verify this certificate at

https://www1.state.nj.us/TYTR_StandingCert/JSP/Verify_Cert.jsp

000044

I, Michele Konrad, of COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, do hereby declare that the copy attached hereto is a true photocopy of the assignment of International Patent Application PCT/US2011/58559 filed October 31, 2011.

Michele Konrad

Michele Konrad
Senior Legal Assistant - Patent
Colgate-Palmolive Company

Subscribed and sworn to
Before me this 26 day
of February 2013

X Emily Lang

EMILY LANG
NOTARY PUBLIC
STATE OF NEW JERSEY
MY COMMISSION EXPIRES NOV. 30, 2013

000045

ASSIGNMENT

WHEREAS, WE, **Iraklis Pappas, John Vaughn and Long Pan** (below referred to as ASSIGNORS), residing, respectively, as set forth hereinafter, have made an invention for which application for Letters Patent was filed in the United States Patent and Trademark Office as Application Serial No. PCT/US11/58559, filed October 31, 2011 naming the ASSIGNOR(S) as inventor(s), and entitled **ALUMINUM SALT CONTAINING HIGH PERCENTAGE OF AL₃₀**; and

WHEREAS, Colgate-Palmolive Company, a corporation duly organized and existing under the laws of the State of Delaware, United States of America and having its principal office and place of business at 300 Park Avenue, New York, New York 10022, and offices and place of business at 909 River Road, Piscataway, New Jersey 08855 (below referred to as "ASSIGNEE"), is desirous of obtaining the entire right, title and interest in and to the aforesaid invention and patent application and corresponding patent rights worldwide;

NOW, THEREFORE, in consideration of good and valuable consideration, the receipt and sufficiency of which is hereby acknowledged, ASSIGNOR(S), by these presents do sell, assign and transfer to ASSIGNEE, the full and exclusive right, title and interest in and to the aforesaid invention, the aforesaid Patent Application and all corresponding patent applications, all divisional, continuation, continuation-in-part, reissue, reexamination, and any additional patent applications which claim priority to the aforesaid Patent Application, and all Letters Patent or comparable rights issuing thereon in the United States and in all foreign countries, together with the right(s) of priority under the International Convention for the Protection of Industrial Property, Inter-American Convention Relating to Patents, Designs and Industrial Models, and any other international agreements to which the United States of America adheres, and the ASSIGNOR(S) hereby authorize and request the United States Commissioner of Patents and Trademarks and all foreign Patent Offices to issue all Letters Patent or comparable rights issuing on any application as aforesaid to ASSIGNEE, or to its successors, assigns or legal representatives;

ASSIGNOR(S) hereby covenant that ASSIGNOR(S) have full right to convey the entire interest herein assigned, and that ASSIGNOR(S) have not executed, and will not execute, any agreement in conflict herewith;

ASSIGNOR(S) agree to communicate to ASSIGNEE or to its successors, assigns or legal representatives any and all facts known to them or any of them respecting said invention, and without further remuneration to testify in any legal proceeding, sign all lawful papers, execute all divisional, continuation, continuation-in-part, reissue and reexamination applications, make all rightful oaths and generally do all lawful acts to aid ASSIGNEE or its successors, assigns or legal representatives to obtain and enforce proper patent protection for said invention in all countries and to enhance or perfect ASSIGNEE's title in and to the invention and patent rights therein.

ASSIGNOR(S) hereby authorize attorneys for ASSIGNEE to enter on this document any applicable serial numbers and filing dates after ASSIGNOR(S)' execution of this document.

This Assignment is effective as of: October 31, 2011.
(date of filing)

000046

IN TESTIMONY WHEREOF, I hereunto set my hand and seal this 28 day of
October 2011.

Iraklis Pappas
Iraklis Pappas

EMILY R. RHODEN
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
My Commission Expires 7/28/2016

Address: 3335 West Hollywood Circle
Pennsauken, New Jersey 08109
United States of America

State of New Jersey
County of Middlesex

On this 28th day of October 2011, before me, a Notary
Public in and for the State and County aforesaid, personally appeared the above
signatory, known to me to be the person of that name, who executed the foregoing
instrument in my presence.

Emily R. Rhoden
NOTARY PUBLIC

IN TESTIMONY WHEREOF, I hereunto set my hand and seal this 31 day of
OCTOBER 2011.

John Vaughn
John Vaughn

Address: 62 Poplar Avenue
Fair Haven, NJ 07704
United States of America

State of New Jersey
County of Middlesex

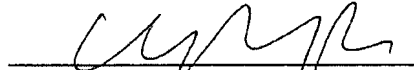
On this 31st day of October 2011, before me, a Notary
Public in and for the State and County aforesaid, personally appeared the above
signatory, known to me to be the person of that name, who executed the foregoing
instrument in my presence.

Michele Konrad
NOTARY PUBLIC

MICHELE KONRAD
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
My Commission Expires 8/18/2015

000047

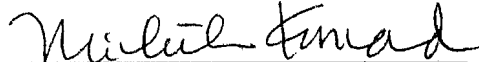
IN TESTIMONY WHEREOF, I hereunto set my hand and seal this 31 day of
Oct 2011.


Long Pan

Address: 9 Black Latch Lane
Cherry Hill, NJ 08003
United States of America

State of New Jersey
County of Middlesex

On this 31st day of October 2011 before me, a Notary
Public in and for the State and County aforesaid, personally appeared the above
signatory, known to me to be the person of that name, who executed the foregoing
instrument in my presence.


NOTARY PUBLIC

MICHELE KONRAD
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
My Commission Expires 8/18/2015

000048

APOSTILLA

(CONVENCIÓN DE LA HAYA DEL 5 DE OCTUBRE DE 1961)

1. PAÍS: ESTADOS UNIDOS DE AMERICA
2. ESTE DOCUMENTO PÚBLICO HA SIDO FIRMADO POR:
EMILY LANG
3. ACTUANDO EN SU CAPACIDAD DE:
NOTARIO PUBLICO DE NEW JERSEY
4. PORTA EL SELLO/ESTAMPA DE:
EMILY LANG, NOTARIO

CERTIFICADO

5. EN TRENTON, NEW JERSEY
6. EL 4 DE MARZO DE 2013
7. por Andrew P. Sidamon-Eristoff
Tesorero de Estado
8. NO: A481773
9. SELLO/ETAMPA
10. FIRMA:

(Rúbrica)

Sello redondo que
lee:

EL GRAN SELLO
DEL ESTADO DE
NEW JERSEY

Número de Certificado: 127601623

Verificar este certificado en

https://www1.state.nj.us/TYTR_StandingCert/JSP/Verify_Cert.jsp

008049

Yo, Michele Konrad, de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, por medio del presente declaro que la copia anexa al presente es una fotocopia fiel de la cesión de la Solicitud de Patente Internacional PCT/US2010/55030 presentada el 2 de noviembre de 2010.

[Rúbrica]

Michele Konrad
Asistente Legal Senior - Patentes
Colgate-Palmolive Company

Suscrito y jurado
Ante mí hoy 26
de febrero de 2013

x [Rúbrica]

EMILY LANG
NOTARIO PUBLICO
ESTADO DE NEW JERSEY
MI COMISION VENCE EL 30 DE NOVIEMBRE DE 2013

CESION

CONSIDERANDO QUE, NOSOTROS, Iraklis Pappas y Long Pan (a continuación referidos como los CEDENTES), con domicilio, respectivamente, como se establece de aquí en adelante, hemos hecho una invención para la cual la Solicitud para Título de Patente de los Estados Unidos fue presentada en la Oficina de Patentes y Marcas de los Estados Unidos en la Oficina de Recepción Internacional para la Solicitud Internacional No. PCT/US2010/55030 presentada el 2 de Noviembre de 2010, mencionando al CEDENTE (S) como inventor(es), y titulada, "COMPOSICIONES ACTIVAS ANTITRANSPIRANTES Y FABRICACION DE LAS MISMAS", y

CONSIDERANDO QUE, Colgate-Palmolive Company, una corporación debidamente organizada y existente bajo las leyes del Estado de Delaware, Estados Unidos de América y con oficinas y lugar de negocios en 300 Park Avenue, New York, New York 10022, y oficinas y lugar de negocios en 909 River Road, Piscataway, New Jersey 08854 (a continuación referido como "CESIONARIO"), está deseoso de obtener todo derecho, título e interés en y para la invención antes mencionada y solicitud de Patente así como derechos de patente correspondientes a nivel mundial;

AHORA, POR LO TANTO, conforme a una consideración buena y valiosa, cuya recepción y suficiencia se reconocen por medio del presente, el CEDENTE(S), por la presente vende, cede y transfiere al CESIONARIO, el completo y exclusivo derecho, título e interés en y para la invención antes mencionada, la Solicitud de Patente Internacional antes mencionada y todas las solicitudes de Patente extranjeras correspondientes, todas las solicitudes de Patente de los Estados Unidos divisionales, de continuación, continuación-en-parte, reexpedición, reexaminación, y cualesquiera adicionales, mismas que reclamen prioridad a la Solicitud Internacional antes mencionada, y todos los Títulos de Patente o derechos comparables que se expidan sobre la misma en los Estados Unidos y en todos los Países extranjeros, junto con los derechos de prioridad bajo la Convención Internacional para la Protección de Propiedad

Industrial, Convención Interamericana relacionada con Patentes, Diseños y Modelos Industriales, y cualquier otro acuerdo internacional al cual se adhieran los Estados Unidos de América, y el CEDENTE(S) por la presente autoriza y solicita al Comisionado de la Oficina de Patentes y Marcas de los Estados Unidos y todas las Oficinas de Patente Extranjeras a expedir todos los Títulos de Patente o derechos comparables en cualquier solicitud como se mencionó anteriormente al CESIONARIO, o a sus sucesores, asignados o representantes legales;

EL CEDENTE(S), por la presente conviene que el CEDENTE(S) tiene el completo derecho para conferir el interés total por la presente cedido, y que el CEDENTE(S) no ha ejecutado, y no ejecutará, ningún acuerdo en conflicto con lo presente;

EL CEDENTE(S) acuerda comunicar al CESIONARIO o sus sucesores, asignados, o representantes legales cualquiera y todos los hechos conocidos por ellos o cualquiera de ellos respecto a dicha invención, y sin mayor remuneración para testificar en cualquier proceso legal, firmar todos los documentos legales, ejecutar todas las solicitudes divisionales, de continuación, continuaciones-en-parte, reexpediciones y reexaminaciones, hacer todos los juramentos y generalmente hacer todos los actos legales para ayudar al CESIONARIO o sus sucesores, asignados o representantes legales a obtener y reforzar la protección apropiada de la patente para dicha invención en todos los países y mejorar o perfeccionar el derecho del CESIONARIO en y para la invención y derechos de patente del mismo.

EL CEDENTE(S) por la presente autoriza a los abogados para el CESIONARIO a ingresar en este documento cualquier número de serie aplicable y fechas de presentación después de la ejecución de este documento por parte del CEDENTE(S).

Esta Cesión tiene vigencia a partir del 2 de noviembre de 2010
(fecha de presentación)

EN TESTIMONIO DE LO CUAL, Yo, he puesto mi firma y sello este día 1 de Noviembre de 2010.

[Rúbrica]

Iraklis Pappas

Dirección: 3335 West Hollywood Circle
Pennsauken, New Jersey 08109
Estados Unidos de América

EMILY R. RHODEN
NOTARIO PUBLICO DE NEW JERSEY
MI COMISION VENCE EL 28/07/2015

Estado de
Condado de

En este día 1 de Noviembre de 2010, ante mí, un Notario Público en y para el Estado y País antes mencionados, personalmente compareció el arriba firmante, sabido por mí que es la persona de ese nombre, quien ejecuto el instrumento anterior en mi presencia.

[Rúbrica]

NOTARIO PUBLICO

EN TESTIMONIO DE LO CUAL, Yo, he puesto mi firma y sello este día 28 de Octubre de 2010.

[Rúbrica]

Long Pan

Dirección: 9 Black Latch Lane
Cherry Hill, NJ 08003
Estados Unidos de América

EMILY R. RHODEN
NOTARIO PUBLICO DE NEW JERSEY
MI COMISION VENCE EL 28/07/2015

Estado de
Condado de

En este día 28 de Octubre de 2010, ante mí, un Notario Público en y para el Estado y País antes mencionados, personalmente compareció el arriba firmante, sabido por mí que es la persona de ese nombre, quien ejecuto el instrumento anterior en mi presencia.

[Rúbrica]

NOTARIO PUBLICO

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 13 - 0040877

Bogotá D.C., Abril 30 de 2013 - 15:12:00

RECIBIDO DE : CLARKE MODET NI 830.008.643

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	155835514	30/04/2013	49.905.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
35	50005-01-01 SOLICITUDES	1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA ADICIONAL A LAS 10 INIC	30.000.00	1.050.000.00
				\$1.050.000.00

SON: **UN MILL&OACUTE;N CINCUENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE***

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-110472- -00000-0000

Fecha: 2013-05-02 15:11:36 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 55

000055

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.slc.gov.co e-mail: info@slc.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Abril 30 de 2013 - 15:12:09



No. 13-110472- -00000-0000

Fecha: 2013-05-02 15:11:36 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 55

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 ☐