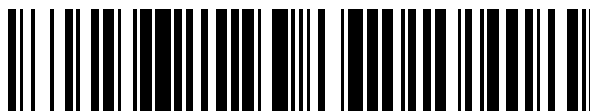


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 639**

51 Int. Cl.:  
**C04B 38/06** (2006.01)  
**A24D 3/16** (2006.01)  
**B01J 20/20** (2006.01)  
**B01J 20/28** (2006.01)  
**C01B 31/08** (2006.01)  
**C04B 38/00** (2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06726513 .2**  
96 Fecha de presentación: **27.03.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1863361**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **12.12.2007**

54 Título: **Filtros de humo que comprenden materiales de carbono poroso y artículos de fumador que incorporan dichos filtros**

30 Prioridad:  
**29.03.2005 GB 0506278**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**30.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**30.04.2012**

73 Titular/es:  
**BRITISH AMERICAN TOBACCO (INVESTMENTS)  
LIMITED  
GLOBE HOUSE, 1 WATER STREET  
LONDON WC2R 3LA, GB**

72 Inventor/es:  
**CASHMORE, Maria;  
WHITE, Peter Rex;  
KOZYNCZENKO, Oleksandr;  
BLACKBURN, Andrew y  
TENNISON, Stephen Robert**

74 Agente/Representante:  
**de Elizaburu Márquez, Alberto**

ES 2 379 639 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Filtros de humo que comprenden materiales de carbono poroso y artículos de fumador que incorporan dichos filtros

Esta invención se refiere a materiales de carbono poroso y a artículos para fumar y filtros de humo para los mismos que incorporan tales materiales.

5 Es bien conocido incorporar materiales de carbono poroso en artículos para fumar y filtros de humo para los mismos con el fin de reducir el nivel de ciertos materiales dañinos en el humo. Los materiales de carbono poroso se pueden producir de muchas maneras diferentes. Las propiedades físicas de los materiales de carbono poroso, que incluyen la forma y tamaño de las partículas, la distribución de los tamaños de partícula en una muestra, la velocidad de desgaste de las partículas, el tamaño de poro, la distribución de tamaños de poro y el área superficial, varían todas ellas ampliamente según la manera en la que se han producido. Estas variaciones afectan en gran medida al rendimiento o idoneidad del material como adsorbente en diferentes entornos.

10 De manera general, cuanto más grande es el área superficial de un material poroso, más eficaz es en la adsorción. Las áreas superficiales de los materiales porosos se estiman midiendo la variación del volumen de nitrógeno adsorbido por el material con una presión parcial de nitrógeno a una temperatura constante. El análisis de los resultados por modelos matemáticos originados por Brunauer, Emmett y Teller da como resultado un valor conocido como área superficial BET.

15 Los materiales de carbono pueden ser tratados con el fin de aumentar sus áreas superficiales mediante un procedimiento conocido como activación. La activación puede ser efectuada, por ejemplo, calentando el carbono que ha sido tratado con ácido fosfórico o cloruro de cinc, o calentando el carbono con vapor o con dióxido de carbono. La activación por dióxido de carbono es seguida a veces de una etapa de modificación con aire, que implica calentar el carbono en aire. El procedimiento de activación retira material de la superficie interna de las partículas de carbono, dando como resultado una reducción en el peso, siendo la pérdida de peso proporcional al periodo del tratamiento.

20 La distribución de los tamaños de poro en un material de carbono poroso también afecta a sus características de adsorción. En la presente memoria descriptiva de patente, y de acuerdo con la nomenclatura usada por los expertos en la técnica, los poros en un material adsorbente se llaman "microporos" si su tamaño de poro es menor que 2 nm ( $<2 \times 10^{-9}$  m) de diámetro, y "mesoporos" si su tamaño de poro está en el intervalo 2-50 nm. Los poros se denominan "macroporos" si su tamaño de poro excede de 50 nm. Los poros que tienen diámetros mayores que 500 nm usualmente no contribuyen de manera significativa a la adsorbancia de los materiales porosos. Para fines prácticos, por lo tanto, los poros que tienen diámetros en el intervalo de 50 nm a 500 nm, más típicamente 50-300 nm o 50-200 nm, pueden ser clasificados como macroporos.

25 Los volúmenes relativos de microporos, mesoporos y macroporos en un material poroso pueden ser estimados usando técnicas bien conocidas de adsorción de nitrógeno y porosimetría de mercurio. La porosimetría de mercurio se puede usar para estimar el volumen de macro- y mesoporos; la adsorción de nitrógeno se puede usar para estimar los volúmenes de micro- y mesoporos, usando el llamado modelo matemático BJH. Sin embargo, dado que las bases teóricas para las estimaciones son diferentes, los valores obtenidos por los dos métodos no pueden ser comparados directamente uno con el otro.

30 El carbono poroso se puede producir a partir de fuentes naturales. Por ejemplo, se obtiene carbón vegetal de coco mediante la carbonización de corteza de coco; se obtiene negro de horno mediante la pirólisis o combustión de residuos de petróleo, y se produce negro térmico a partir de gas natural. Las memorias descriptivas de patente de Estados Unidos y Gran Bretaña Nos. US-3909449, US-4045368 y GB-1383085 describen todas ellas procedimientos para producir esferas de carbón vegetal activado a partir de brea.

35 También se pueden obtener materiales de carbono poroso carbonizando resinas orgánicas. Por ejemplo, la publicación de patente internacional WO 02/12380 describe un procedimiento para producir carbono poroso carbonizando una resina orgánica que ha sido producida condensando un componente nucleófilo tal como una resina novolaca con un agente de reticulación electrófilo tal como hexametilentetramina en presencia de un formador de poros tal como etilenglicol.

40 La publicación de patente internacional WO 01/19904 describe un procedimiento para producir carbono poroso monolítico carbonizando una resina orgánica producida por polimerización de un sistema tal como resorcinol/formaldehído, divinilbenceno/estireno y cloruro de vinilideno o cloruro de vinilideno/divinilbenceno, en presencia de un tensioactivo.

45 También se pueden producir materiales de carbono poroso por aglomeración de finas partículas de carbono con aglutinantes. Por ejemplo, la memoria descriptiva de patente de EE.UU. N° 3351071 describe un procedimiento para producir partículas esféricas de carbono mezclando un agregado de cristalita de celulosa y carbono activo con agua en un molino, procesando en esferas y secando. Las partículas de carbono pueden ser activadas después y usadas en filtros de cigarrillos.

55 La memoria descriptiva de patente de EE.UU. N° 4029600 describe un procedimiento para producir un material de

carbón en partículas mezclando esferas de negro de humo con un aglutinante resinoso, y carbonizando y pulverizando después la mezcla.

5 La memoria descriptiva de patente británica GB-2395650 compara el efecto de varios materiales de carbón que tienen diversos volúmenes de microporos y mesoporos sobre el sabor de humo de tabaco que contiene aromatizantes tales como mentol. Se afirma que los materiales de carbón con un volumen de microporos no mayor que  $0,3 \text{ cm}^2/\text{g}$  y un volumen de mesoporos de al menos  $0,25 \text{ cm}^3$  por gramo adsorben menos mentol que materiales con diferentes distribuciones de tamaño de poro, y se considera por lo tanto que son más adecuados para el uso en un filtro de cigarrillo en cigarrillos aromatizados.

10 La publicación de patente internacional N° WO/03/059096 A1 describe cigarrillos que comprenden una barra de tabaco y un componente de filtro que tiene una cavidad llena de carbón en forma de pequeñas bolas de forma esférica con diámetros de 0,2 a 0,7 mm, áreas superficiales BET en el intervalo  $1000\text{-}1600 \text{ m}^2/\text{g}$ , y una distribución de tamaños de poro predominantemente en el intervalo de microporos y pequeños mesoporos.

La memoria descriptiva de patente de EE.UU. N° 6.814.786 describe un filtro que comprende al menos dos segmentos adsorbentes monolíticos de carbón activado.

15 De acuerdo con esta invención, los autores de la invención han identificado una clase de materiales de carbón poroso que son particularmente eficaces en la reducción de uno o más componentes dañinos del humo de tabaco.

Los materiales de la presente invención se caracterizan por una combinación de propiedades físicas.

20 Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un filtro de humo para un artículo para fumar que comprende un material de carbón poroso que tiene un área superficial BET de al menos  $800 \text{ m}^2/\text{g}$ , una densidad de no más que  $0,5 \text{ g}/\text{cm}^3$ , una estructura de poros que incluye mesoporos y microporos, y un volumen de poros (medido por adsorción de nitrógeno) de al menos  $0,9 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

25 Los materiales de carbón poroso de la invención tienen preferiblemente una densidad aparente menor que  $0,5 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Los valores superiores típicos para el intervalo de densidades de los materiales de carbón de la presente invención son  $0,45 \text{ g}/\text{cm}^3$ ,  $0,40 \text{ g}/\text{cm}^3$  y  $0,35 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Preferiblemente, la densidad aparente de los materiales de carbón de la invención está en el intervalo  $0,5$  a  $0,2 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

Los materiales de carbón de la invención también se pueden caracterizar por su estructura de poros en lugar de su densidad.

30 Según este aspecto de la invención, se proporciona un filtro de humo para un artículo para fumar que comprende un material de carbón poroso que tiene un área superficial BET de al menos  $800 \text{ m}^2/\text{g}$ , una estructura de poros que incluye mesoporos y microporos, y un volumen de poros (medido por adsorción de nitrógeno) de al menos  $0,9 \text{ cm}^3/\text{g}$ , del cual entre 15 y 65% está en microporos.

35 Los materiales de carbón poroso preferidos de la invención también se pueden caracterizar por una estructura de poros en la que el volumen de poros (medido por adsorción de nitrógeno) es al menos  $1,0 \text{ cm}^3/\text{g}$ , pero menos que 20% del volumen de poros está en poros de entre 2-10 nm. Usualmente, menos que 15%, y a menudo menos que 10% del volumen de poros combinado está en poros de entre 2-10 nm.

40 La densidad y estructura de poros del material de carbón poroso están estrechamente relacionadas. De manera general, los autores de la invención han encontrado que en las muestras de materiales de carbón de la invención, cuanto más alto es el volumen combinado de micro-, meso- y macroporos, más baja es la densidad, porque los poros aumentan el volumen de una masa dada de material sin aumentar su peso. Además, según disminuye la densidad, así aumenta la proporción de macro- y mesoporos a microporos. Es decir, en general, cuanto más baja es la densidad del material de carbón de la invención, más alta es la proporción del volumen de poros en mesoporos y macroporos comparado con el volumen de poros en microporos. Sin embargo, la correlación entre la densidad y el volumen de poros, determinada por adsorción de nitrógeno, no es precisa. Por tanto, algunos materiales de carbón de la invención que tienen la estructura de poros definida en cualquiera de los dos párrafos precedentes pueden tener densidades mayores que  $0,5 \text{ g}/\text{cm}^3$ , por ejemplo densidades de hasta 0,52, 0,55, 0,60 o  $0,65 \text{ g}/\text{cm}^3$ . De manera inversa, algunos materiales de carbón de la invención pueden tener densidades menores que  $0,5 \text{ g}/\text{cm}^3$  y una estructura de poros en la que menos que 15% (p.ej., 12%, 10% o 5%) del volumen de mesoporos y microporos combinado está en mesoporos.

50 La falta de una correlación completa entre densidad y estructura de micro- y mesoporos surge porque la técnica de adsorción de nitrógeno usada para estimar la distribución de tamaños de poro no es capaz de detectar tamaños de poro mayores que aproximadamente 50 nm. El volumen de poros total de un material estimado por técnicas de adsorción de nitrógeno corresponde por tanto a los volúmenes de poros combinados de microporos y mesoporos. El volumen de macroporos de un material no es revelado por esta técnica. Por tanto, donde los materiales de carbón de la invención tienen una baja densidad y una proporción relativamente baja de mesoporos, detectados por adsorción de nitrógeno, la baja densidad es atribuible a un relativamente alto volumen de poros en el intervalo de macroporos inmediatamente vecino al intervalo de mesoporos, es decir, en el intervalo de 50 nm a 500 nm. Aunque

los volúmenes de poros en el intervalo de macroporos pueden ser estimados por porosimetría de mercurio, los resultados obtenidos usando esta técnica no concuerdan con los obtenidos usando la adsorción de nitrógeno. Por tanto, es difícil estimar de manera precisa el volumen de poros de un material a lo largo del intervalo completo de tamaños de poro entre 2-500 nm.

- 5 La invención también incluye un artículo para fumar que comprende un material para fumar y un material de carbono poroso acorde con la invención.

10 El área superficial BET de los materiales de carbono poroso preferidos de la invención es al menos 800 m<sup>2</sup>/g, preferiblemente al menos 900 m<sup>2</sup>/g y deseablemente al menos 1000 m<sup>2</sup>/g. Los valores típicos para el área superficial BET de los materiales de carbono de la invención son aproximadamente 1000, 1100, 1150, 1200, 1250 y 1300 m<sup>2</sup>/g. Los materiales de carbono poroso con áreas superficiales BET de hasta 1250 m<sup>2</sup>/g, p.ej., 1000-1250 m<sup>2</sup>/g, son los más preferidos.

15 Los materiales de carbono poroso de la invención tienen preferiblemente un volumen de poros (estimado por adsorción de nitrógeno) de al menos 0,95 g/cm<sup>3</sup>, y deseablemente al menos 1 g/cm<sup>3</sup>. Los materiales de carbono con volúmenes de poros de al menos 1,1 cm<sup>3</sup>/g son particularmente útiles como adsorbentes para el humo del tabaco. Los valores típicos para los volúmenes de poro de los materiales de carbono de la invención son 1,15 cm<sup>3</sup>/g, 1,2 cm<sup>3</sup>/g, 1,25 cm<sup>3</sup>/g y 1,3 cm<sup>3</sup>/g. Usualmente, el volumen de poro combinado estará en el intervalo 1,1 a 2,0 cm<sup>3</sup>/g. Los materiales de carbono acordes con la invención con volúmenes de poros significativamente más altos que 2,1 cm<sup>3</sup>/g, por ejemplo 2,2 o 2,3 cm<sup>3</sup>/g, son bajos en densidad y son por lo tanto menos fáciles de manejar en los equipos de producción de cigarrillos. Tales materiales de carbono son menos favorables para el uso en cigarrillos o filtros de humo por esa razón.

20 En los materiales de carbono preferidos de la presente invención, al menos 30%, pero deseablemente no más que 65% del volumen de poros (estimado por adsorción de nitrógeno) está en mesoporos. Los valores mínimos típicos para el volumen de mesoporos como porcentaje de los volúmenes de microporos y mesoporos combinados de los materiales de carbono de la invención son 35%, 40% o 45%. Los valores máximos típicos para tales volúmenes son 65%, 60% y 55%. Preferiblemente, el volumen de mesoporos de los materiales de carbono de la invención está en el intervalo 35-55% del volumen de mesoporos y microporos combinado.

25 Los materiales de carbono poroso de la invención se pueden obtener a partir de cualquier fuente. Sin embargo, los materiales de carbono poroso de la invención que se forman a partir de resina orgánica carbonizada se prefieren a materiales de carbono poroso obtenidos a partir de otras fuentes, p.ej. carbón vegetal de coco. Los ejemplos de resinas adecuadas incluyen resinas aromáticas sustituidas con hidroxilo, tales como las derivadas de fenol, bis-fenol A, aminofenoles o resorcinol, y resinas no fenólicas tales como las derivadas de estireno y vinilpirrolidona o de estireno y divinilbenceno. Se prefieren las resinas aromáticas sustituidas con hidroxilo, especialmente las derivadas de fenoles.

30 Los materiales de carbono preferidos de la invención se obtienen condensando un componente nucleófilo con un agente de reticulación electrófilo en presencia de un formador de poros, como se describe en la solicitud de patente internacional WO-A-02/12380.

Un procedimiento para producir un material de carbono poroso comprende las etapas de condensar un componente nucleófilo con un agente de reticulación electrófilo en presencia de un formador de poros para formar una resina, carbonizar la resina y activar el material de carbono resultante.

35 La reacción para formar la resina se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador. También se puede usar un disolvente, pero preferiblemente el formador de poros también actúa como disolvente. El componente nucleófilo puede ser, por ejemplo, una resina fenólica, tal como una resina novolaca, u otra resina basada en copolímeros de compuestos fenólicos, tal como *m*-amino-fenol, difenoles tales como resorcinol, hidroquinona, o aminas tales como anilina, melamina o urea con aldehídos tales como formaldehído, furfural o aldehído salicílico. El agente de reticulación puede ser, por ejemplo, formaldehído, furfural o hexametilentetramina. El formador de poros puede ser, por ejemplo, un diol, un diol-éter, un éster cíclico, una amida cíclica o lineal sustituida o un aminoalcohol. Se prefieren el etilenglicol y el dietilenglicol. Se describen detalles de materiales adecuados en la publicación de patente internacional N° WO 02/12380 A2. Las resinas preferidas para el uso en la producción de los materiales de carbono poroso de la invención son resinas novolaca reticuladas con hexametilentetramina en presencia de etilenglicol.

40 El formador de poros se usa preferiblemente en cantidades suficientes para disolver los componentes del sistema de resina. La relación de pesos del formador de poros a los componentes del sistema de resina es preferiblemente al menos 1:1. El agente de reticulación se usa normalmente en una cantidad de 5 a 40 partes en peso por 100 partes en peso de los componentes nucleófilos, típicamente de 10 a 30 (p.ej., 10, 15 o 20) partes en peso de agente de reticulación por 100 partes en peso de componente nucleófilo.

45 Las resinas preferidas tienen pesos moleculares medios ponderales (Mw) en el intervalo de 300 a 3000 antes de la reticulación. Donde se usan resinas novolaca, las resinas con valores de Mw en el extremo inferior de esta escala son líquidos viscosos, y en el extremo superior de la escala son sólidos con puntos de fusión en la región de 100° C. Las resinas novolaca de Mw menor que 2000 y preferiblemente menor que 1500 forman resinas que, con la

carbonización, tienden a producir carbonos con distribuciones de tamaños de poro deseadas usando cantidades más bajas de formador de poros.

- 5 Como se describe en la solicitud de patente internacional WO 02/12380 A2, las condiciones de reacción para la resina pueden ser controladas de tal modo que el material resultante esté en la forma de pequeñas bolas con un intervalo deseado de tamaño de partícula. Las pequeñas bolas se pueden formar vertiendo una disolución prepolimérica del componente electrófilo, el agente de reticulación nucleófilo y el formador de poros en un medio en suspensión líquido y caliente en el que la mezcla sea inmiscible, tal como aceite mineral, agitando la mezcla, p.ej., por agitación, para formar una suspensión de glóbulos de resina, y dejando que la resina se solidifique en pequeñas bolas. El tamaño medio de partícula de las pequeñas bolas dependerá del procedimiento de agitación y su intensidad, la temperatura y viscosidad del medio de suspensión, la temperatura y viscosidad de la disolución prepolimérica y la relación de volúmenes de la disolución prepolimérica y el medio de suspensión. Las condiciones precisas necesarias para conseguir un tamaño de partícula deseado pueden ser establecidas fácilmente por experimentos de rutina. Después, las pequeñas bolas se separan del medio de suspensión, se lavan profusamente o se secan a vacío, y después se calientan para causar la carbonización.
- 10 La distribución de tamaños de poro del material de carbono activado es afectada por varios factores, que incluyen la naturaleza del componente electrófilo y los agentes de reticulación usados, la presencia de un catalizador, la presencia de un disolvente y la velocidad de reacción. Las temperaturas más altas y la presencia de un catalizador tienden a promover porosidades más altas en el material de carbono. La transferencia de calor en el sistema de reacción también influye en la porosidad. Los cambios bruscos o rápidos de temperatura tienden a reducir la formación de microporos, y a favorecer la formación de mesoporos. La separación del material de carbono del formador de poros a temperaturas bajas antes de la carbonización, p.ej., por lavado o secado a vacío, también afecta a la distribución de tamaños de poro. Los materiales de carbono que han sido tratados para retirar el formador de poros antes de la carbonización tienen volúmenes de mesoporos más altos que materiales similares en los que el formador de poros es retirado durante la carbonización.
- 15 La carbonización de la resina se efectúa preferiblemente calentándola en una atmósfera inerte a una temperatura de 600-850° C o más. El material de carbono resultante puede ser activado después, por ejemplo, por tratamiento en aire a 400-450° C, en vapor a 750° C o más o dióxido de carbono a 800° C o más.
- 20 Los autores de la invención han encontrado que una clase particular de materiales de carbono poroso es particularmente eficaz en la adsorción de cianuro de hidrógeno de la fase de vapor del humo de tabaco. Estos materiales se forman carbonizando una resina orgánica que contiene nitrógeno, por ejemplo una resina orgánica formada condensando un componente nucleófilo con un agente de reticulación que contiene nitrógeno, tal como hexametilen- tetramina o melamina, o producido a partir de precursores nucleófilos tales como aminofenoles.
- 25 Sin el deseo de estar limitados por ninguna teoría, se considera que cuando la resina orgánica que contiene nitrógeno es carbonizada, el material de carbono poroso resultante contendrá nitrógeno residual o sitios de nitrógeno, con los que se cree que el HCN interactúa de manera particularmente fuerte.
- 30 El material de carbono poroso puede ser una estructura monolítica, adaptada para el uso en un filtro para un artículo para fumar. Por ejemplo, el material se puede conformar en un elemento de filtro cilíndrico con un pasaje axial que permite al flujo de la masa de humo a través del mismo a la vez que pone al humo en contacto con el material de carbono. Preferiblemente, sin embargo, el material de carbono poroso está en partículas.
- 35 Cuando se incorpora material de carbono poroso en partículas en artículos para fumar tales como cigarrillos, o filtros de humo para los mismos, la cantidad de material para cada cigarrillo o filtro debe ser medida y entregada con alta precisión. La forma y tamaño de las partículas, y la distribución de tamaños de partícula afectan al flujo y manejo del material. Así, el carbón vegetal de coco tiene una amplia distribución de tamaños de partícula, y una alta velocidad de desgaste, y por lo tanto tiende a producir polvo, que puede interferir con el funcionamiento de maquinaria de alta velocidad. También, dado que las partículas de carbón vegetal de coco son de forma irregular, tienen características de flujo relativamente pobres, lo que crea dificultades en la medida de la entrega de material en el cigarrillo o filtro.
- 40 Preferiblemente, el material de carbono poroso está en la forma de microbolas, es decir, partículas generalmente esféricas de 50-1000 µm de tamaño. Las características de flujo de las microbolas son particularmente favorables para facilitar el manejo en la fabricación de artículos para fumar y filtros de humo para los mismos.
- 45 Los filtros de humo comprenden típicamente una barra corta de un material absorbente tal como acetato de celulosa. Un método para incorporar material de carbono poroso en partículas en el filtro es formar una estopa a partir del material absorbente, hacer pasar la estopa continuamente a través de una primera estación en la que la estopa es impregnada con un plastificante tal como triacetina, una segunda estación en la que partículas de material de carbono poroso son alimentadas desde una tolva sobre la estopa y de ahí a un procesamiento adicional hasta un elemento de filtro. Siempre que el flujo de material de carbono desde la tolva hasta la estopa y la velocidad de movimiento de la estopa sean uniformes, la carga de la estopa con el material de carbono también será uniforme. Ciertos materiales de carbono, sin embargo, en particular el carbono de coco, tienen unas pobres características de flujo. Las partículas tienden a pegarse entre sí debido a su forma irregular y no uniforme. Por consiguiente, la carga

del material sobre la estopa de filtro es difícil de controlar. Usando los materiales de carbono poroso en partículas en la forma de microbolas, el riesgo de pegado y de carga no uniforme de la estopa se reduce mucho.

5 Otra ventaja de usar un material de carbono poroso en partículas formado a partir de resinas orgánicas en artículos para fumar o filtros de humo surge del hecho de que tales materiales tienen velocidades de desgaste relativamente bajas en comparación con el carbón vegetal natural. Cuanto más alta es la velocidad de desgaste de un material en partículas, más polvo genera durante el manejo. El polvo interfiere con los procesos de fabricación, especialmente procesos de alta velocidad usados para fabricar cigarrillos o filtros de cigarrillo. En la producción de materiales de carbono poroso a partir de resina orgánica carbonizada, las condiciones de reacción para la resina pueden ser controladas de tal modo que las partículas de carbono resultantes tienen una velocidad de desgaste reducida en comparación, por ejemplo, con el carbón vegetal de coco.

10 Otra propiedad física del material de carbono poroso en partículas que afecta a su idoneidad para el uso en artículos para fumar o filtros de humo es su tamaño de partícula, y más particularmente su distribución de tamaños de partícula. Los materiales de carbono poroso de la invención tienen preferiblemente un tamaño medio de partícula en el intervalo 50-1000  $\mu\text{m}$ , deseablemente 100-700  $\mu\text{m}$ . Para la filtración del humo de tabaco, los materiales de carbono poroso con tamaños medios de partícula más pequeños, p.ej., 150-250  $\mu\text{m}$ , tienen un rendimiento usualmente mejor que los materiales con tamaños medios de partícula más grandes, p.ej., 250-500  $\mu\text{m}$ , que a su vez tienen un rendimiento usualmente mejor que los materiales con un tamaño medio de partícula en el intervalo 500-1000  $\mu\text{m}$ .

20 Cualquier muestra de material en partículas tendrá una distribución estadística de tamaños de partícula alrededor de un valor medio. La relación del 90° percentil (D90) al 10° percentil (D10) da una medida (D90/D10) de la extensión de la distribución del tamaño de partícula en la muestra. Para el carbón vegetal de coco, el tamaño medio de partícula estará típicamente en el intervalo 100-1000  $\mu\text{m}$ , con una relación D90/D10 de 20 o más, siendo una proporción significativa de las partículas menor que 20  $\mu\text{m}$  de tamaño. Esta relativamente amplia distribución de tamaños puede dar como resultado una distribución no uniforme del carbón vegetal en el filtro, y un alto riesgo de contaminación de la fabricación por polvo.

25 En la producción de materiales de carbono poroso a partir de resina orgánica carbonizada, las condiciones de reacción para la resina se pueden controlar de tal modo que el material resultante tenga una distribución más estrecha de tamaños de partícula en comparación, por ejemplo, con el carbón vegetal de coco. Los materiales de carbono de la invención tienen preferiblemente una distribución de tamaños de partícula D90/D10 que es al menos 10, deseablemente al menos 5, y lo más ventajosamente aproximadamente 2.

30 Los materiales que están sustancialmente exentos de polvo crean menos problemas de manejo y contaminación en la fabricación de artículos para fumar y filtros de humo. El material de carbono poroso de la invención está, por tanto, sustancialmente exento también, preferiblemente, de partículas más pequeñas que 10 micrómetros. Deseablemente, también está sustancialmente exento de partículas más pequeñas que 20 micrómetros, y lo más ventajosamente está exento de partículas más pequeñas que 30 micrómetros.

35 Los artículos para fumar de la invención pueden tomar cualquier forma. Por ejemplo, el artículo para fumar puede ser uno en el que el tabaco es fumado prendiendo el material para fumar e inhalando los productos de combustión, como por ejemplo en un cigarrillo o puro. Alternativamente, el artículo para fumar puede ser uno en el que el material para fumar es calentado hasta una temperatura a la cual se produce una descomposición en productos de pirólisis sin combustión. Tales artículos son bien conocidos, e incorporan medios eléctricos u otros medios de calentamiento tales como un elemento de carbón vegetal.

40 En particular, el artículo para fumar puede comprender una barra de material para fumar, opcionalmente dentro de un envoltorio, con o sin un filtro. El envoltorio puede ser de papel, hoja de tabaco o tabaco reconstituido. Alternativamente, cuando, por ejemplo, el artículo para fumar está destinado a producir bajas emisiones del humo de la corriente secundaria, o niveles más bajos de productos de pirólisis en el humo de la corriente principal, el envoltorio puede estar compuesto de un material inorgánico no combustible tal como un material cerámico. El filtro puede ser de cualquier material adecuado, por ejemplo acetato de celulosa fibroso, polipropileno o polietileno, o papel.

45 El material para fumar es preferiblemente tabaco, pero puede ser un material para fumar distinto al tabaco. Los ejemplos de materiales para fumar distintos al tabaco son materiales vegetales secados y curados, que incluyen materiales derivados de frutas, y un material para fumar sintético tal como el que se puede producir a partir de alginatos y una sustancia generadora de aerosoles tal como el etilenglicol. El material para fumar puede comprender una mezcla de tabaco y materiales para fumar distintos al tabaco. Donde el material para fumar comprende tabaco, el tabaco puede ser de cualquier tipo adecuado, o una mezcla del mismo, que incluye lámina o vena curada al aire, curada al fuego, curada al aire caliente o curada al sol, y puede haber sido procesado usando cualquier procedimiento apropiado. Por ejemplo, el tabaco puede ser cortado, rizado, expandido o reconstituido. El material para fumar también puede incluir aditivos convencionales, tales como suavizantes, colorantes, humectantes (tales como glicerol y propilenglicol) y aromatizantes (tales como azúcar, regaliz y cacao).

El material de carbono poroso puede ser incorporado en el material para fumar. Por consiguiente, la invención incluye un material para fumar que incorpora un material de carbono poroso que tiene cualquiera de las características descritas anteriormente en relación con la invención.

5 Preferiblemente, el artículo para fumar comprende un filtro, y el material de carbono poroso está incorporado en el filtro.

La presente invención también incluye un filtro de humo para un artículo para fumar que comprende un material de carbono poroso de la invención. El filtro de humo puede estar en la forma de un contenedor para un artículo para fumar, tal como un contenedor de cigarrillo o de puro, o se puede producir como una boquilla de filtro para su incorporación en un artículo para fumar.

10 El filtro de humo puede ser de cualquier construcción convencional. Por ejemplo, puede estar en la forma de un filtro "dálmeta" que comprende una sección de material de filtro fibroso, tal como acetato de celulosa, estando el material de carbono poroso en forma de partículas y distribuido en toda la sección. Alternativamente, el filtro puede estar en la forma de un filtro "de cavidad", que comprende secciones múltiples, estando el material de carbono poroso confinado en una de tales secciones. Por ejemplo, el material de carbono poroso puede estar entre dos secciones adyacentes del material de filtro fibroso.

15 El filtro de humo también puede comprender otros materiales adsorbentes, tales como una resina de intercambio iónico, una zeolita, sílice, alúmina o amberlita.

Los artículos para fumar preferidos de la invención son los cigarrillos, que comprenden una barra de tabaco, un envoltorio y un filtro, estando el material de carbono poroso incorporado en un filtro.

20 Un procedimiento para tratar los productos de descomposición de un material para fumar comprende poner en contacto los productos de descomposición con un material de carbono poroso de la invención.

A fin de que la invención pueda ser entendida mejor, se describirán ahora las realizaciones preferidas de la misma, a modo de ejemplo solamente, en los que se hará referencia a las siguientes Figuras:

Figura 1 - que es un gráfico.

25 Figura 2 - que es un gráfico.

Figura 3 - que es un gráfico.

Figura 4a - que es un gráfico.

Figura 4b - que es un gráfico.

Figura 4c - que es un gráfico.

30 Figura 4d - que es un gráfico.

Figura 4e - que es un gráfico.

Figura 4f - que es un gráfico.

Figura 4g - que es un gráfico.

Figura 4h - que es un gráfico.

35 Figura 4i - que es un gráfico.

Figura 4j - que es un gráfico.

Figura 4k - que es un gráfico.

Figura 5 - que es un gráfico.

Figura 6 - que es un gráfico.

40 Figura 7 - que es una representación diagramática de un artículo para fumar.

Figura 8 - que es una representación diagramática de un artículo para fumar.

Haciendo referencia a la Tabla 1, se prepararon muestras de resinas orgánicas mezclando 100 partes en peso de las resinas novolaca de fenol-formaldehído disponibles en el mercado especificadas en la Tabla 1 con el formador de poros etilenglicol en las proporciones indicadas en la Tabla 1, a temperatura elevada y con agitación, para potenciar la formación de una disolución transparente, la temperatura de la cual fue estabilizada después a 65-70° C.

45

Después se añadió el agente de reticulación hexametilentetramina (“hexamina”) en las proporciones indicadas en la Tabla 1. La mezcla agitada resultante fue calentada después hasta la temperatura y durante el tiempo de reacción especificados.

5 Las calidades comerciales de las resinas novolaca usadas fueron J1058F, disponible en Hexion Specialty Chemicals Inc (anteriormente Borden Chemical inc), con un Mw de aproximadamente 2400 y que contenía 5% en peso de hexametilentetramina; TPR210, con un Mw de aproximadamente 1030, que contenía ácido salicílico para catalizar la reticulación, y J1089F, con un Mw de aproximadamente 1110.

10 En cada caso, la disolución viscosa resultante se vertió como una corriente con agitación en 2 a 4 veces su volumen de un aceite mineral precalentado (115-120° C) que contenía 0,5% en volumen de un aceite secante (conocido comercialmente como aceite danés) para retrasar la coalescencia. La temperatura de la emulsión resultante cayó inicialmente a 105-110° C, pero con un calentamiento adicional la reticulación se produjo a aproximadamente 115-120° C. Se aplicó un calentamiento adicional a una velocidad de aproximadamente 0,5° C por minuto hasta 150° C para completar la reacción. Después de enfriar, las pequeñas bolas de resina resultantes se separaron del aceite por filtración y se lavaron varias veces con agua caliente para retirar la mayor parte del etilenglicol y una pequeña cantidad (menos que 5% del total) de polímero de bajo peso molecular. La resina esférica porosa resultante, que contenía agua, aceite residual, formador de poro residual y fracción de bajo peso molecular se carbonizó por calentamiento a 800°C para producir un material de carbono poroso esférico. Después, el material de carbono fue activado con vapor supercalentado, o dióxido de carbono, para conseguir la reducción de peso o “quemado” indicada en la Tabla 1.

20 **Tabla 1**

Ej. Nº	Etilenglicol (partes en peso)	Precursor de la resina Hexamina (partes en peso)	Novolaca (100 partes en peso)	Condiciones de la activación
1	200	15	J1058F	Vapor a 850° C
2	200	11	“	34% (CO <sub>2</sub> + modificación con aire)
3	200	11	“	34% (CO <sub>2</sub> )
4	200	11	“	38
5	200	11	“	34% (CO <sub>2</sub> )
6	300	11	“	33% (CO <sub>2</sub> )
7	200	15	“	37% (CO <sub>2</sub> )
8	400	11	“	36% (CO <sub>2</sub> + modificación con aire)
9	400	11	“	36% (CO <sub>2</sub> )
10	600	11	“	36% (CO <sub>2</sub> )
11	200	11	“	53% (CO <sub>2</sub> )
12	400	11	“	37% (CO <sub>2</sub> )
13	400	11	“	37% (CO <sub>2</sub> + modificación con aire)

25 Las pequeñas bolas resultantes exhibieron una alta durabilidad y una velocidad de desgaste muy baja en comparación con el carbono derivado de corteza de coco. En particular, cuando se manejaron físicamente, las pequeñas bolas tuvieron poco o ningún efecto de ensuciamiento en las manos cuando se frotaron, y cuando se agitaron físicamente formaron muy poco polvo. Las pequeñas bolas también tuvieron unas características de flujo excelentes, causando la forma esférica de las pequeñas bolas que el material fluyera fácilmente y que formara montones mucho más planos, es decir, pilas cónicas con un ángulo de caída, o ángulo de reposo, mucho más bajo que el carbono natural.

Para fines de comparación, se prepararon dos muestras adicionales de material de carbono (Ejemplos comparativos



B y C) mediante una técnica similar a la descrita anteriormente, usando los ingredientes y condiciones de activación referidos en la Tabla 2. También se usó una muestra de carbón vegetal de coco disponible en el mercado, de calidad 208C, para fines de comparación (Ejemplo comparativo A).

5 **Tabla 2**

Ej. N°	Precursor de la resina			Condiciones de la activación
	Formador de poros	Agente de reticulación	Resina	
B	100 partes en peso de etilenglicol	11 partes en peso de hexamina	100 partes en peso de Novolaca J1058F	36% (CO <sub>2</sub> )
C	agua		m-amino-fenol-formaldehído	27% (CO <sub>2</sub> )
A	Carbón vegetal de coco activado de calidad 208C			-

10 Las Figuras 1 a 3 muestran la distribución de tamaños de poro determinada por porosimetría de mercurio para los materiales de carbono poroso de los Ejemplos 3 y 9, y el Ejemplo comparativo A (carbón vegetal de coco). En cada gráfico, la ordenada de la izquierda indica el logaritmo (log) de la intrusión diferencial de mercurio en la muestra en ml/g, la ordenada de la derecha indica la intrusión acumulativa de mercurio en ml/g y la abscisa indica, en una escala logarítmica, el diámetro de tamaño de poro en nanómetros sobre el intervalo 5 nm-1 x 10<sup>6</sup> nm. El pico grande al lado izquierdo de cada gráfico es causado por la intrusión de mercurio en los huecos entre partículas individuales dentro de la muestra. Los picos hacia el lado derecho del gráfico son causados por la intrusión de mercurio en los micro-, meso- y macroporos.

15 Las Figuras 4a-k muestran la distribución de tamaños de poro para las muestras del material determinada por adsorción de nitrógeno. En estos dibujos, el tamaño medio de poro en unidades de Angstroms es representada gráficamente en una escala logarítmica en la abscisa frente a un valor indicativo del número de poros de un tamaño particular obtenido a partir de estudios de adsorción de nitrógeno, que es el diferencial del volumen de poros con respecto al logaritmo del tamaño de poro (dV/dlogR).

20 El área superficial BET y la porosidad de los materiales de carbono poroso activado descritos en las Tablas 1 y 2 se muestran en la Tabla 3, y las propiedades correspondientes de las muestras comparativas A, B y C se muestran en la Tabla 4. Las áreas superficiales BET se calcularon usando el método BET sobre un intervalo de presión parcial para el nitrógeno (P/P<sub>0</sub> N<sub>2</sub>) de 0,07-0,3. Las cifras mostradas para la adsorción de nitrógeno son la cantidad de nitrógeno en mililitros adsorbida bajo condiciones ambientales por gramo de muestra de carbono a una presión de nitrógeno relativa (P/P<sub>0</sub>) de 0,98, pero normalizada por la gravedad específica del nitrógeno líquido a la temperatura correspondiente.

25

**Tabla 3**

Ej. N°	Tamaño de las pequeñas bolas (µm)	Área superficial BET, m <sup>2</sup> /g	Adsorción de nitrógeno cm <sup>3</sup> /g	Densidad aparente g/cm <sup>3</sup>	Volumen de poro total cm <sup>3</sup> /g (por N <sub>2</sub> )	Volumen de meso-poros cm <sup>3</sup> /g (por N <sub>2</sub> )	Volumen de micro-poros cm <sup>3</sup> /g (por N <sub>2</sub> )	% de micro-poros (por N <sub>2</sub> )	% de meso-poros (por N <sub>2</sub> )
1	250-500	908	1,05		1,26	0,66	0,60	47,62	53,38
2	250-500	1077	1,04	0,41	1,30	0,58	0,72	55,38	44,62
3	250-500	1094	1,09	0,41	1,35	0,62	0,73	54,07	45,93
4	250-500	1155	1,16	0,59	1,41	0,66	0,75	53,19	46,81
5	150-250	1057	1,14	0,39	1,42	0,68	0,74	52,11	47,89
6	250-500	1165	1,25	0,27	1,51	0,73	0,78	51,66	48,34
7	250-500	1057	1,23	0,36	1,51	0,79	0,72	47,68	52,32

Ej. N°	Tamaño de las pequeñas bolas (µm)	Área superficial BET, m <sup>2</sup> /g	Adsorción de nitrógeno cm <sup>3</sup> /g	Densidad aparente g/cm <sup>3</sup>	Volumen de poro total cm <sup>3</sup> /g (por N <sub>2</sub> )	Volumen de mesoporos cm <sup>3</sup> /g (por N <sub>2</sub> )	Volumen de microporos cm <sup>3</sup> /g (por N <sub>2</sub> )	% de microporos (por N <sub>2</sub> )	% de mesoporos (por N <sub>2</sub> )
8	250-500	1203	1,27	0,23	1,53	0,72	0,81	52,94	47,06
9	250-500	1230	1,36	0,23	1,62	0,79	0,83	51,23	48,77
10	250-500	1139	1,37	0,25	1,62	0,87	0,75	46,30	53,70
11	250-500	1466	1,48	0,33	1,68	0,84	0,84	50,00	50,00
12	500-1000	1085	1,44	0,22	1,73	0,96	0,77	44,51	55,49
13	500-1000	1186	1,60	0,20	1,86	1,08	0,78	41,94	58,06

Tabla 4

Ej. N°	Tamaño de las pequeñas bolas (µm)	Área superficial BET m <sup>2</sup> /g	Adsorción de nitrógeno cm <sup>3</sup> /g	Densidad aparente g/cm <sup>3</sup>	Volumen de poro total cm <sup>3</sup> /g	Volumen de mesoporos cm <sup>3</sup> /g	Volumen de microporos cm <sup>3</sup> /g	% de microporos	% de mesoporos
A		996	0,55	0,5	0,78	0,04	0,74	94,87	5,13
B	250-500	1040	0,6	0,61	0,87	0,09	0,78	89,66	10,34
C	250-500	726	0,65	0,59	0,9	0,31	0,59	65,56	34,44

5 La Tabla 5 da detalles adicionales de la distribución de tamaños de poro de los Ejemplos 2, 3, 4, 7, 8, 9, 12 y 13, y de los ejemplos comparativos A y C.

Tabla 5

Ejemplo N°	Distribución de tamaños de poro (adsorción de N <sub>2</sub> )			
	(% del volumen de poros total por tamaño de poro)			
	> 10 nm	5-10 nm	2-5 nm	< 2 nm
2	34,62	5,38	7,69	52,31
3	36,30	6,67	6,67	50,37
4	34,04	8,51	7,80	49,65
7	46,00	4,00	5,33	44,67
8	39,87	3,92	7,84	48,37
9	42,56	3,09	5,56	48,77
12	51,45	2,31	4,05	42,20
13	53,76	2,15	4,84	39,25
A	1,28	1,58	7,69	89,74
C	31,11	1,11	5,56	62,22

Se puede ver, a partir de las Tablas anteriores y de las Figuras 1-4a-k, que los materiales de carbono de la invención

5 tienen una distribución de tamaños de partícula que se extiende sobre los intervalos de micro-, meso- y, a veces, macroporos. Aunque no se puede usar la adsorción de nitrógeno para estimar volúmenes de macroporos, la presencia de volúmenes de macroporos significativos es indicada por la pendiente positiva de la curva de distribución de tamaños de poro hacia el extremo superior del intervalo de medidas de adsorción de nitrógeno, como se ve para los Ejemplos 8 (Fig. 4f), 9 (Fig. 4g), 10 (Fig. 4e), 12 (Fig. 4g) y 13 (Fig. 4i). La presencia de macroporos puede ser confirmada por estudios de porosimetría de mercurio, como se muestra en las Figuras 2 y 3.

10 También se puede ver, a partir de las medidas de adsorción de nitrógeno, que hay un claro mínimo en la distribución de tamaños de poro de los materiales de carbono de los Ejemplos de la invención, en cada caso en el intervalo 2-10 nm. Dentro de este intervalo los mesoporos representan menos que 20% de los volúmenes de meso- y microporos combinados, usualmente menos que 15% y más a menudo menos que 10% del volumen combinado.

15 El efecto de los materiales de carbono de los ejemplos sobre el humo del tabaco se ensayó preparando cigarrillos estándar que comprendían una barra envuelta en papel de tabaco mezclado de estilo americano y un filtro de humo de 27 mm de longitud conectado a la barra por un papel de boquilla. Cada filtro estaba compuesto de dos trozos de acetato de celulosa separados por una cavidad de 3-5 mm que contenía una muestra de 60 mg del material, estando la longitud de la cavidad ajustada para albergar bien la muestra. Los cigarrillos fueron fumados hasta 3 mm del extremo del papel de la boquilla en un motor de fumar cigarrillos convencional según un régimen de fumado estándar ISO. Los niveles de compuestos de carbonilo volátiles fueron estimados atrapando la corriente principal entera del humo para cada cigarrillo en 2,4-dinitrofenilhidrazina estabilizada con un amortiguador de pH, y se analizaron los componentes aldehídicos por cromatografía líquida (HPLC) con un sistema de detección ultravioleta. Los niveles de componentes en fase de vapor del humo fueron estimados haciendo pasar la corriente principal del humo a través de una almohadilla de filtro Cambridge de 44 mm para retirar el material en partículas, recogiendo la fase de vapor del humo en una bolsa de Tedlar 31, y analizando el vapor por CGMS (cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas). Los niveles de cianuro de hidrógeno (HCN) en el humo fueron estimados atrapando la corriente principal entera del humo en una disolución acuosa de hidróxido de sodio y sometiendo la disolución a un análisis de flujo continuo. Cada ensayo se repitió en cuatro muestras, y se calcularon las medias en cada caso. Para cada muestra, se realizaron ensayos comparativos usando una muestra de control, que comprendía un cigarrillo con un filtro idéntico que tenía una cavidad vacía de 4 mm de longitud, y una muestra con una cavidad que contenía 60 mg de carbón vegetal de coco.

20 La Tabla 6 resume los resultados analíticos para 1,3-butadieno y cianuro de hidrógeno (HCN). Con el fin de comparar convenientemente los rendimientos con respecto al carbón vegetal de coco, los resultados para cada muestra fueron normalizados con respecto a los resultados para el carbón vegetal de coco. Los datos normalizados se representan gráficamente en las Figuras 5 y 6, que son diagramas de dispersión que representan gráficamente el porcentaje de reducción en 1,3-butadieno y HCN, normalizado con respecto al carbón vegetal de coco del ejemplo comparativo A, frente al volumen combinado total de meso- y microporos, y el % de volumen de microporos, respectivamente.

35 **Tabla 6**

Ejemplo N°	% de reducción de 1,3-butadieno frente al control	% de reducción de 1,3-butadieno normalizado respecto al Ejemplo A	% de reducción de HCN frente al control	% de reducción de HCN normalizado respecto al Ejemplo A
2	46,09	1,70	54,09	1,05
3	57,34	2,12	58,55	1,14
4	70,68	2,61	60,77	1,18
5	64,25	2,38	78,56	1,53
6	53,74	1,99	85,22	1,66
7	73,94	2,73	79,38	1,54
8	60,03	2,22	78,83	1,53
9	71,48	2,64	84,62	1,65
10	73,94	2,73	79,38	1,54
11	57,50	2,13	73,18	1,42
12	56,58	2,09	75,01	1,46

13	50,72	1,88	64,82	1,26
A	27,05	1,00	51,41	1,00
B	20,33	0,75	36,22	0,70
C	12,88	0,48	22,24	0,43

- 5 Como se puede ver a partir de los datos y de las Figuras 5 y 6, los materiales de carbono de la invención, con volúmenes de poros totales más altos y proporciones más altas de volúmenes de mesoporos que el carbón vegetal de coco, tuvieron un rendimiento significativamente mejor en relación a la adsorción de HCN y, especialmente, de 1,3-butadieno, del humo de tabaco.
- Los materiales ensayados mostraron características de adsorción similares en relación a los Ejemplos A, B y C para acreolina, propionaldehído, crotonaldehído, metiletilcetona y butiraldehído.
- 10 La Tabla 7 resume las propiedades de cinco ejemplos adicionales de materiales de carbono acordes con la invención en la forma de microbolas (Ejemplos 14-18), junto con dos ejemplos comparativos, también en la forma de microbolas en el mismo intervalo de tamaños de partícula (Ejemplos D y E). Todas las pequeñas bolas tenían un tamaño de partícula en el intervalo 250-500 micrómetros.
- 15 El material de carbono del Ejemplo 14 es similar al del ejemplo comparativo C, y se preparó a partir de una resina (MAP) producida polimerizando *m*-amino-fenol y formaldehído en presencia de agua como formador de poros, pero las pequeñas bolas fueron sometidas a una activación más extensiva en dióxido de carbono para conseguir un área superficial más alta. Aunque los mesoporos forman una proporción relativamente baja del volumen de meso- y microporos combinado de esta muestra, su densidad aparente es también baja, lo que indica que un significativo volumen de poros está en macroporos pequeños, no detectados por adsorción de nitrógeno.
- 20 El material de carbono del Ejemplo 15 se preparó carbonizando un polímero de estireno y divinilpirrolidona (SDP) disponible en el mercado, y activando en dióxido de carbono.
- 25 El material de carbono del Ejemplo 16 se preparó a partir de una resina de fenol-formaldehído (PF) obtenida polimerizando 100 partes en peso de fenol y formaldehído en presencia de 200 partes en peso de etilenglicol como formador de poros, sin ningún agente de reticulación adicional. El polímero resultante se lavó, se carbonizó y después se activó en dióxido de carbono para conseguir un 40% de quemado.
- 30 El material de carbono del Ejemplo 17 se preparó a partir de una resina de fenol-formaldehído (PF) obtenida de una manera similar a la del Ejemplo 16, pero usando 175 partes en peso de etilenglicol, con un lavado adicional y en dióxido de carbono para conseguir un quemado de 36%.
- 35 El material de carbono del Ejemplo 18 se preparó a partir de una resina de fenol-formaldehído (PF) obtenida de una manera similar a la del Ejemplo 17, pero usando 150 partes en peso de etilenglicol. Como el material del Ejemplo 14, los mesoporos forman una proporción relativamente baja del volumen de meso- y microporos combinado de esta muestra, sin embargo su densidad aparente es también baja, lo que indica que un significativo volumen de poros está en macroporos pequeños, no detectados por adsorción de nitrógeno.
- 40 El material de carbono del Ejemplo comparativo D se preparó usando un polímero de estireno y vinilpirrolidona similar al usado en el Ejemplo 15. El material resultante tuvo un volumen de micro- y mesoporos combinado más bajo y una densidad relativamente alta.
- 45 El material de carbono del Ejemplo comparativo E se preparó usando una resina de fenol-formaldehído obtenida de manera similar a la del Ejemplo 17. El material resultante tuvo una proporción más baja de volumen de mesoporos, y una densidad más alta.
- Se ensayaron los rendimientos de los materiales de carbono en la reducción de los componentes formaldehído, acetaldehído, 1,3-butadieno y HCN del humo de tabaco, usando los mismos procedimientos de ensayo descritos anteriormente. Los resultados también se exponen en la Tabla 7. Los rendimientos son evaluados en términos del % de reducciones de los analitos en el humo de tabaco, normalizados con respecto a las reducciones correspondientes medidas usando carbono de corteza de coco.
- Se puede ver que los materiales de carbono acordes con la invención tienen un rendimiento mejor con respecto al carbono de corteza de coco en la retirada de al menos tres de los cuatro analitos del humo ensayados, y que los ejemplos comparativos tuvieron un rendimiento peor que el carbono de corteza de coco en relación a los cuatro analitos.

Tabla 7

Ej N°	Resina	Á. S. BET m <sup>2</sup> /g	Densidad aparente g/cm <sup>3</sup>	Vol. de mesoporos cm <sup>3</sup> /g	Vol. de microporos cm <sup>3</sup> /g	Vol. de poros combinado cm <sup>3</sup> /g	% vol. de mesoporos	% de reducciones normalizadas			
								Formaldehído	Acetaldehído	1,3-butadieno	HCN
14	MAP	1059	0,35	0,16	0,75	0,91	17,6	1,26	1,09	0,79	1,66
15	SVP	1638	0,36	0,50	0,91	1,41	35,5	0,54	1,04	2,06	1,01
16	PF	1055	0,25	0,90	0,57	1,47	61,2	2,00	1,62	2,71	1,54
17	PF	1119	0,33	0,83	0,77	1,60	51,9	1,09	1,07	1,80	0,96
18	PF	1075	0,30	0,05	0,97	1,02	4,90	1,42	1,42	2,26	1,08
D	SVP	1048	0,51	0,22	0,64	0,86	25,6	0,52	0,48	0,40	0,69
E	PF	1085	0,60	0,13	0,81	0,94	13,8	0,67	0,67	0,60	0,32

5 Se describirán ahora realizaciones específicas de artículos para fumar y filtros de humo acordes con la invención a modo de ejemplo solamente, con referencia a las Figuras 6 y 7, en las cuales la Figura 6 es una vista en elevación lateral, en parte en sección transversal longitudinal y parcialmente escindida, de un artículo para fumar con un filtro de humo acorde con la invención.

La Figura 7 es una vista similar a la Figura 6 de un artículo para fumar con un filtro de humo alternativo acorde con la invención.

En los dibujos, que no están a escala, a los rasgos similares se les dan números de referencia similares.

10 Haciendo referencia a los dibujos, las Figuras 7 y 8 ilustran artículos para fumar en la forma de cigarrillos que tienen una barra 1 de tabaco recubierta por un envoltorio 2 unido a un filtro 3 de humo por medio de un papel 4 de boquilla. Por claridad, el papel 4 de boquilla se muestra separado del envoltorio 2, pero de hecho estarán en íntimo contacto.

15 En la Figura 7, el filtro 3 de humo comprende dos elementos 3a y 3b de filtro cilíndricos. El primer elemento 3a de filtro en el extremo del filtro que se lleva a la boca es de 15 mm de longitud, está compuesto de estopa de acetato de celulosa impregnada con 7% en peso del plastificante triacetina, que tiene una caída de presión manométrica de agua de 25 mm sobre su longitud. El segundo elemento 3b de filtro, posicionado adyacente a la barra 1, es de 12 mm de longitud, tiene una caída de presión manométrica de agua de 90 mm sobre su longitud, y comprende 80 mg de estopa de acetato de celulosa impregnada con 4% en peso de triacetina, y tiene 30 mg de un material de carbono poroso activado acorde con la invención distribuido uniformemente por todo su volumen en un estilo "dálmata".

20 El cigarrillo mostrado en la Figura 8 es similar al de la Figura 7, excepto que el filtro 3 de humo tiene tres elementos 3a, 3b y 3c de filtro cilíndricos, coaxiales. El primer elemento 3a de filtro en el extremo del cigarrillo que se lleva a la boca es de 10 mm de longitud, y está compuesto de estopa de acetato de celulosa impregnada con 7% en peso del plastificante triacetina. El segundo elemento 3b de filtro, posicionado adyacente al primer elemento 3a de filtro, es una cavidad de 7 mm de longitud que contiene 100 mg de un material de carbono poroso activado acorde con la invención. El tercer elemento 3c de filtro adyacente al segundo elemento 3b de filtro es de 10 mm de longitud y comprende estopa de acetato de celulosa impregnada con 7% en peso de triacetina. Está formado un anillo de orificios 5 de ventilación en el papel 4 de boquilla en un plano radial A-A, que entrega aire hacia el segundo elemento 3b de filtro aproximadamente 3 mm corriente abajo de la unión con el tercer elemento 3c de filtro cuando el humo es inhalado a través del cigarrillo.

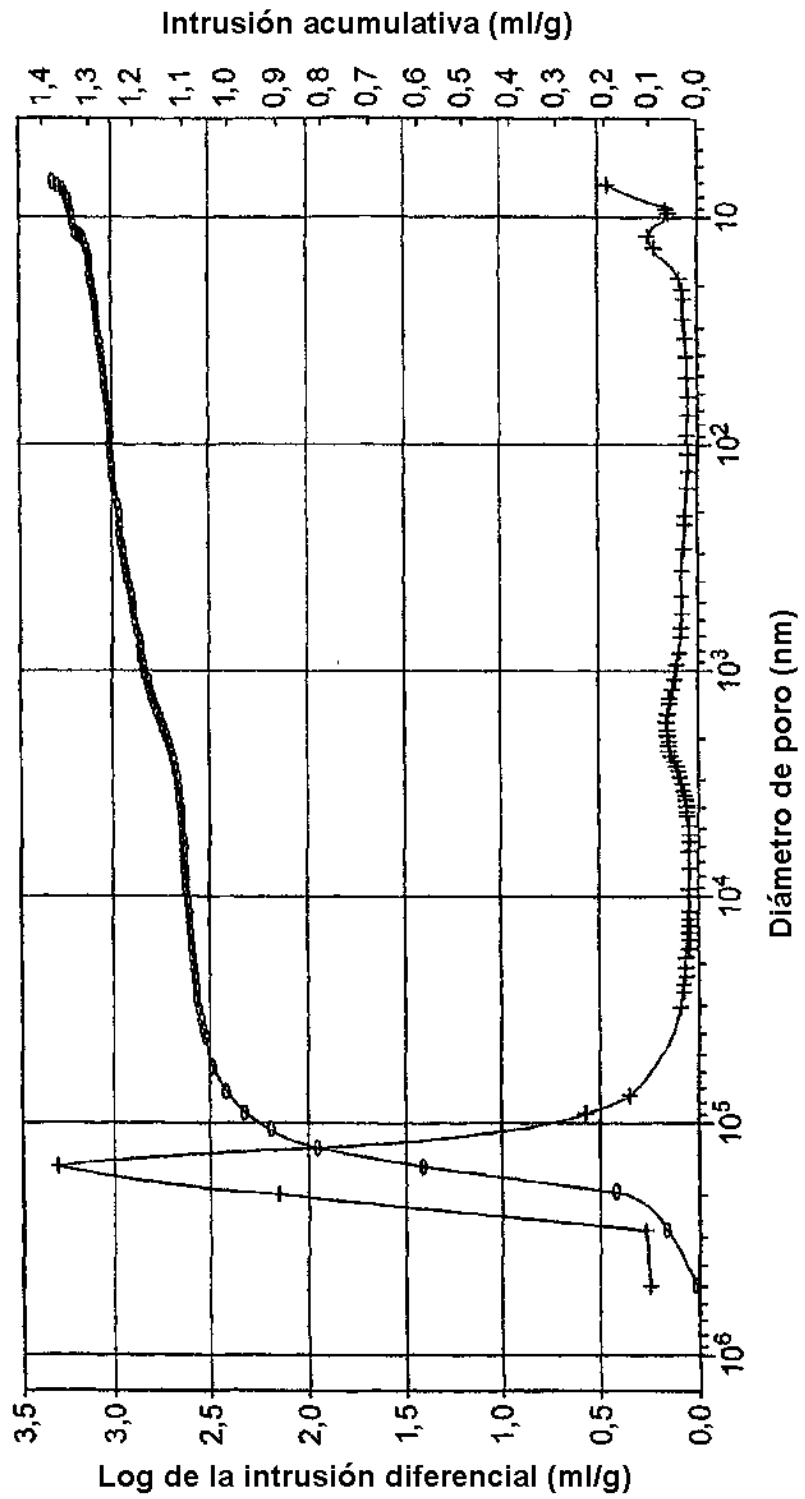
30 En resumen, los Ejemplos proporcionan un material de carbono poroso adecuado para su incorporación en filtros de humo para cigarrillos, que tiene un área superficial BET de al menos 800 m<sup>2</sup>/g y una estructura de poros que incluye mesoporos y microporos. El volumen de poros (medido por adsorción de nitrógeno) es al menos 0,9 cm<sup>3</sup>/g y de 15 a 65% del volumen de poros está en mesoporos. La estructura de poros del material proporciona una densidad aparente, de manera general, menor que 0,5 g/cm<sup>3</sup>. El material se puede producir carbonizando y activando resinas orgánicas, y puede estar en la forma de pequeñas bolas para su facilidad de manejo.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un filtro de humo para un artículo para fumar, que comprende un material de carbono poroso que tiene un área superficial BET de al menos 800 m<sup>2</sup>/g, una estructura de poros que incluye mesoporos y microporos, y un volumen de poros (medido por adsorción de nitrógeno) de al menos 0,9 cm<sup>3</sup>/g, y que tiene también al menos una de las siguientes propiedades, a saber:
- a) el material de carbono poroso tiene una densidad de no más que 0,5 g/cm<sup>3</sup>; y
- b) de 15 a 65% del volumen de poros del material de carbono poroso (medido por adsorción de nitrógeno) está en mesoporos.
- 10 2. Un filtro de humo según la reivindicación 1, en el que el volumen de poros del material (medido por adsorción de nitrógeno) es al menos 1,0 cm<sup>3</sup>/g, y de 30 a 65% del volumen de poro está en mesoporos.
3. Un filtro de humo según la reivindicación 1 o 2, en el que menos que 20% del volumen de poros del material está en poros que tienen diámetros en el intervalo 2-10 nm.
4. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el material tiene una densidad aparente de no más que 0,5 g/cm<sup>3</sup>.
- 15 5. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el material tiene un área superficial BET de 900 a 1300 m<sup>2</sup>/g.
6. Un filtro de humo según la reivindicación 5, en el que el material tiene un área superficial BET de 1000 a 1250 m<sup>2</sup>/g.
- 20 7. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el volumen de poros del material en microporos y mesoporos es de 1,1 a 2 cm<sup>3</sup>/g.
8. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que de 35 a 55% del volumen de poros del material está en mesoporos.
9. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el material tiene una estructura monolítica.
- 25 10. Un filtro de humo según la reivindicación 9, en el que la estructura monolítica tiene la forma de un elemento de filtro cilíndrico que tiene un pasaje axial que es capaz de permitir el flujo de la masa de humo a través del mismo a la vez de poner en contacto el humo con el material.
11. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el material está en forma de partículas.
- 30 12. Un filtro de humo según la reivindicación 11, en el que el material está en la forma de microbolas.
13. Un filtro de humo según la reivindicación 11 o la reivindicación 12, en el que el material tiene un tamaño medio de partícula de 50 a 700 µm.
14. Un filtro de humo según la reivindicación 13, en el que el material tiene un tamaño medio de partícula de 150 a 250 µm.
- 35 15. Un filtro de humo según la reivindicación 13, en el que el material tiene un tamaño medio de partícula de 250 a 500 µm.
16. Un filtro de humo según una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15, en el que el material tiene una distribución de tamaños de partícula D90/D10 de al menos 10.
- 40 17. Un filtro de humo según una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 16, en el que el material está sustancialmente exento de partículas más pequeñas que 10 µm.
18. Un filtro de humo según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en el que el material está compuesto de una resina orgánica carbonizada.
19. Un filtro de humo según la reivindicación 18, en el que la resina orgánica contiene nitrógeno.
- 45 20. Un filtro de humo según la reivindicación 18 o la reivindicación 19, en el que la resina se produce condensando un componente nucleófilo con un agente de reticulación electrófilo en presencia de un formador de poros.
21. Un filtro de humo según la reivindicación 20, en el que el componente nucleófilo o el agente de reticulación es un compuesto orgánico de nitrógeno.

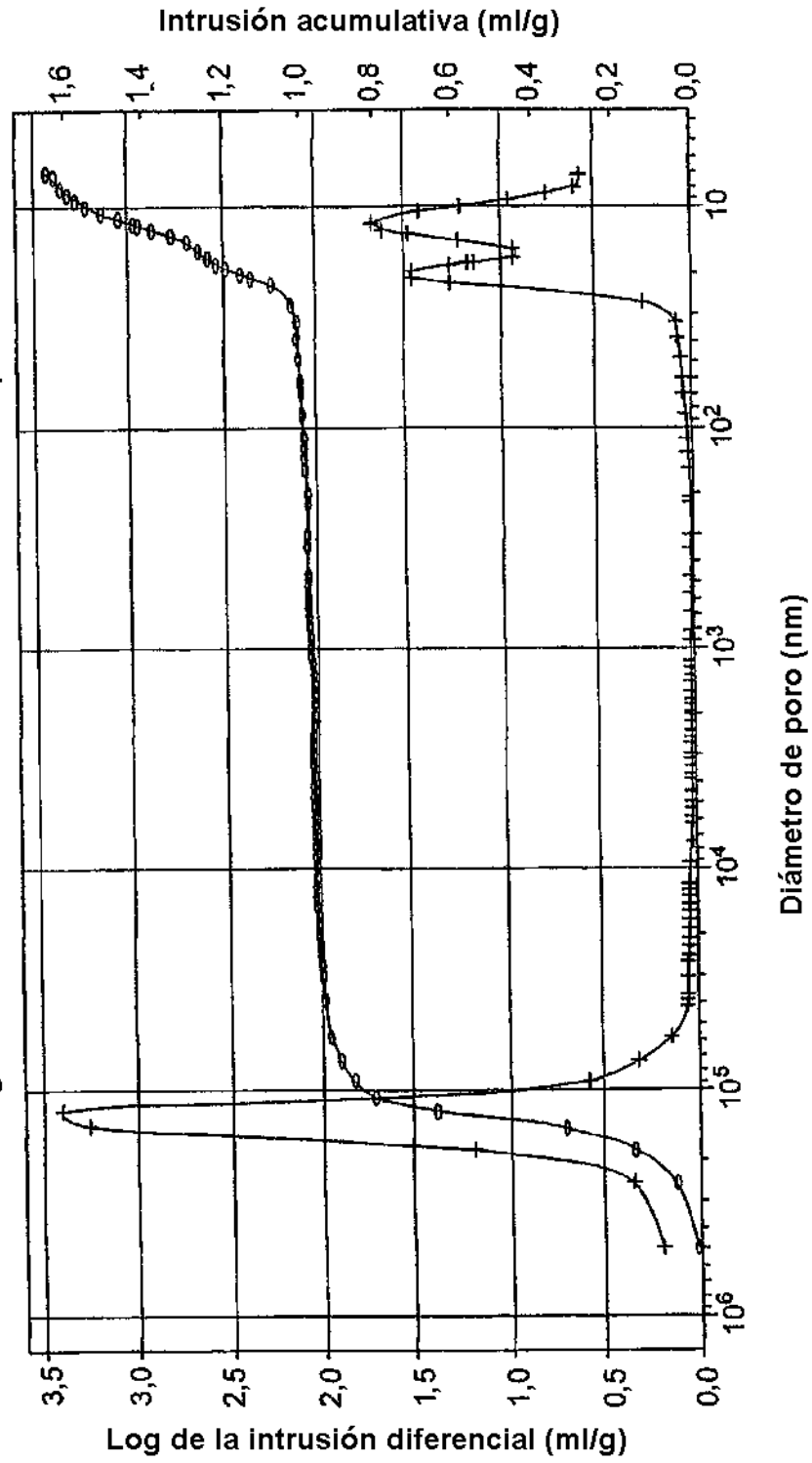
22. Un filtro de humo según la reivindicación 20 o la reivindicación 21, en el que el componente nucleófilo comprende una resina novolaca.
23. Un filtro de humo según una cualquiera de las reivindicaciones 20 a 22, en el que el agente de reticulación comprende hexametilentetramina.
- 5 24. Un filtro de humo según una cualquiera de las reivindicaciones 20 a 23, en el que el formador de poros comprende etilenglicol.
25. Un artículo para fumar que comprende un material para fumar y un filtro de humo como se define en cualquiera de las reivindicaciones precedentes.
- 10 26. Un artículo para fumar según la reivindicación 25, que comprende una barra de material para fumar y un filtro, en el que el material de carbono poroso está incorporado en el filtro.

**FIG. 1**  
 Ejemplo A - Porosimetría (Hg)  
 Intrusión frente a Diámetro de poro





**FIG. 2**  
Ejemplo 3 - Porosimetría (Hg)  
Log de la intrusión diferencial frente al Diámetro de poro



**FIG. 3**  
Ejemplo 9 - Porosimetría (Hg)

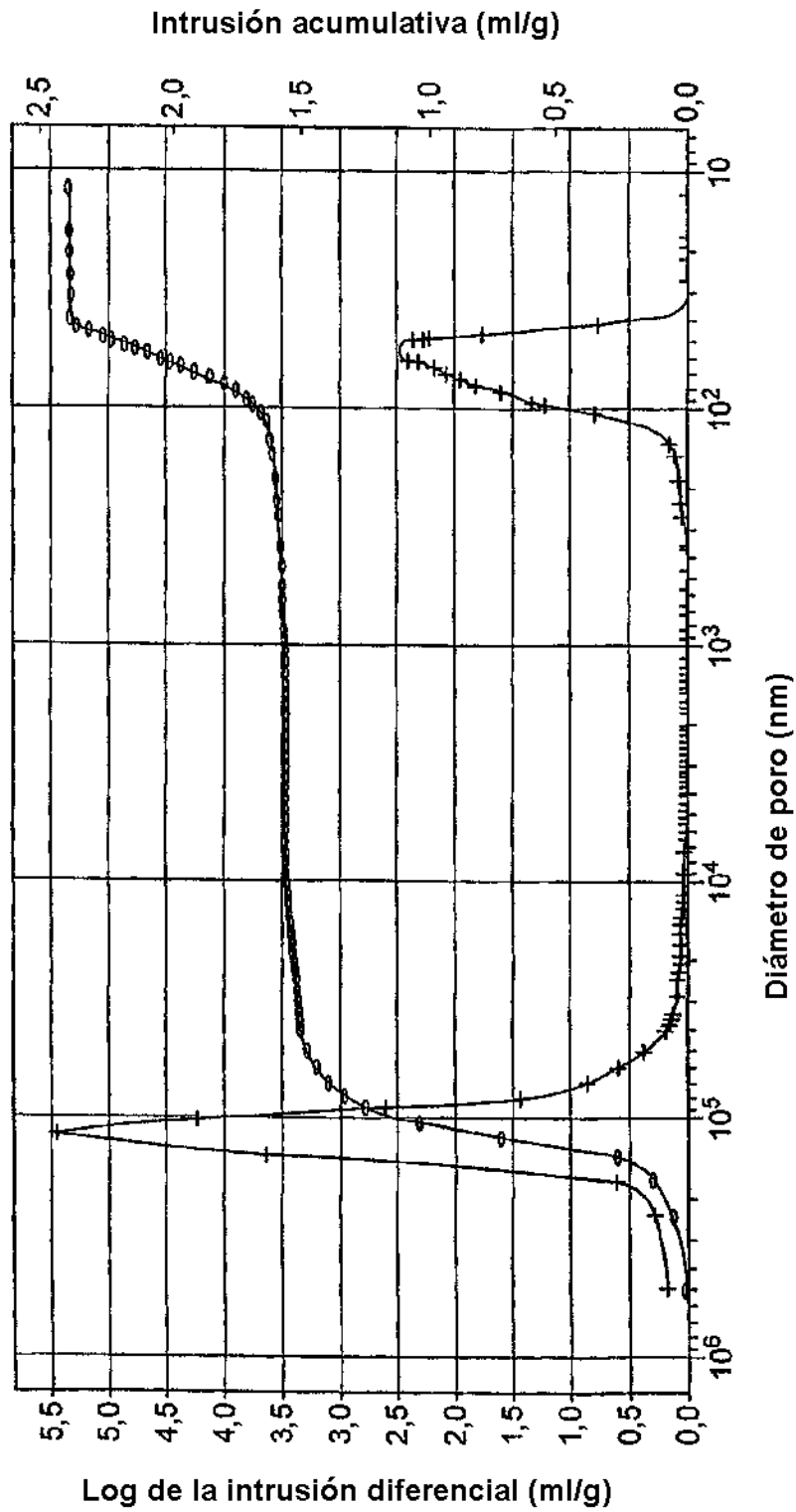
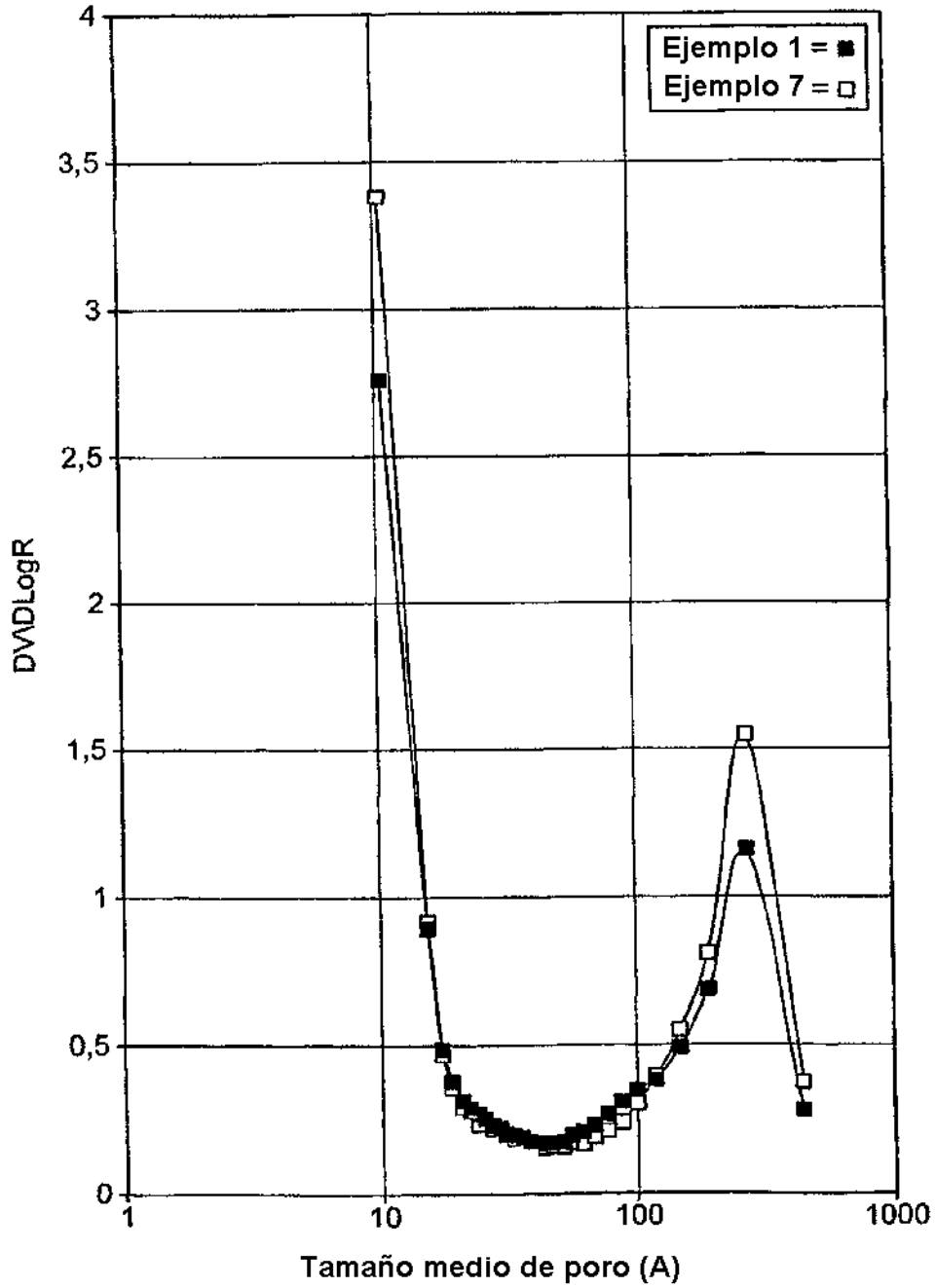


FIG. 4a

Distribuciones de tamaños de poro para los Ejemplos 1 y 7



**FIG. 4b**

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo 2

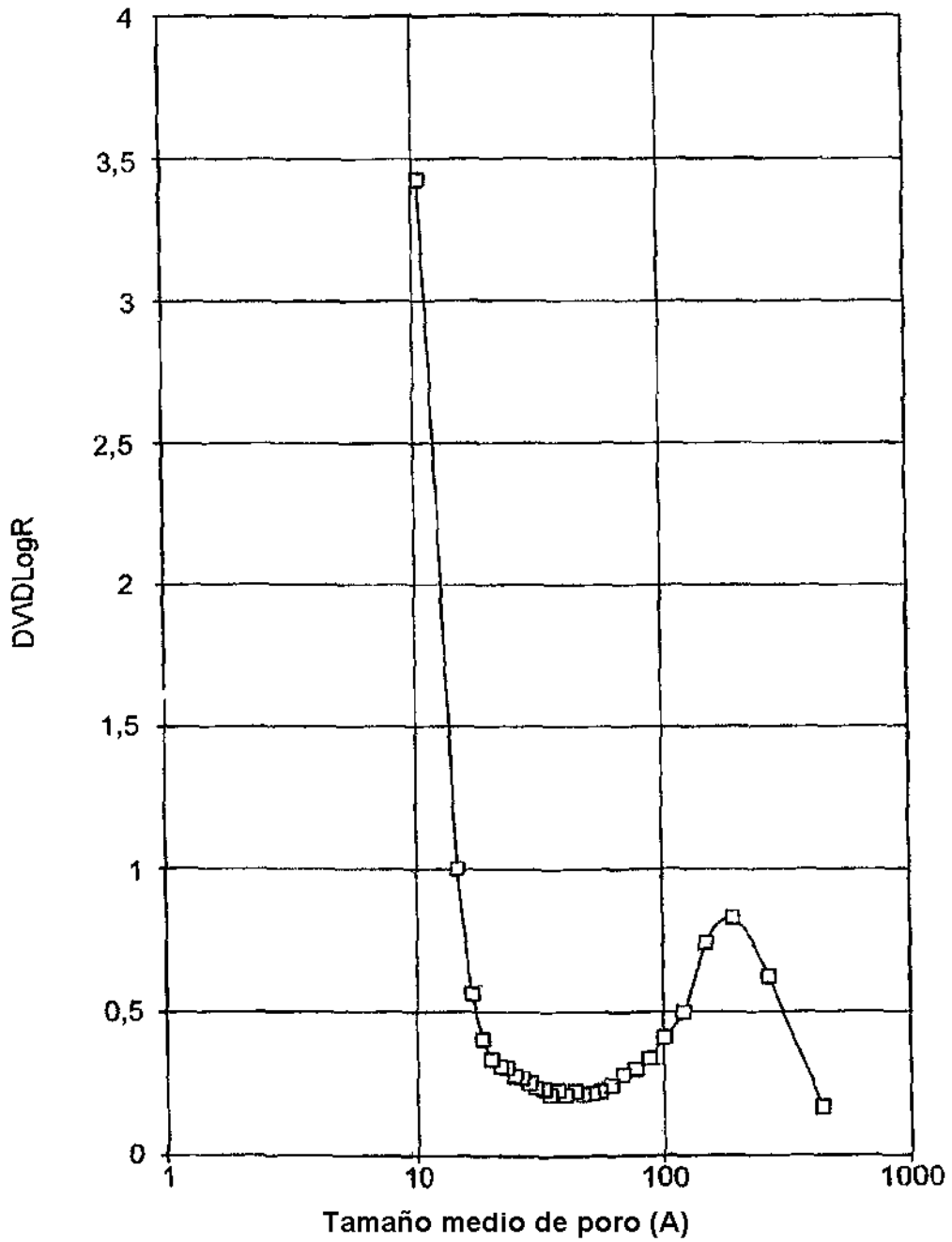


FIG. 4c

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo 3

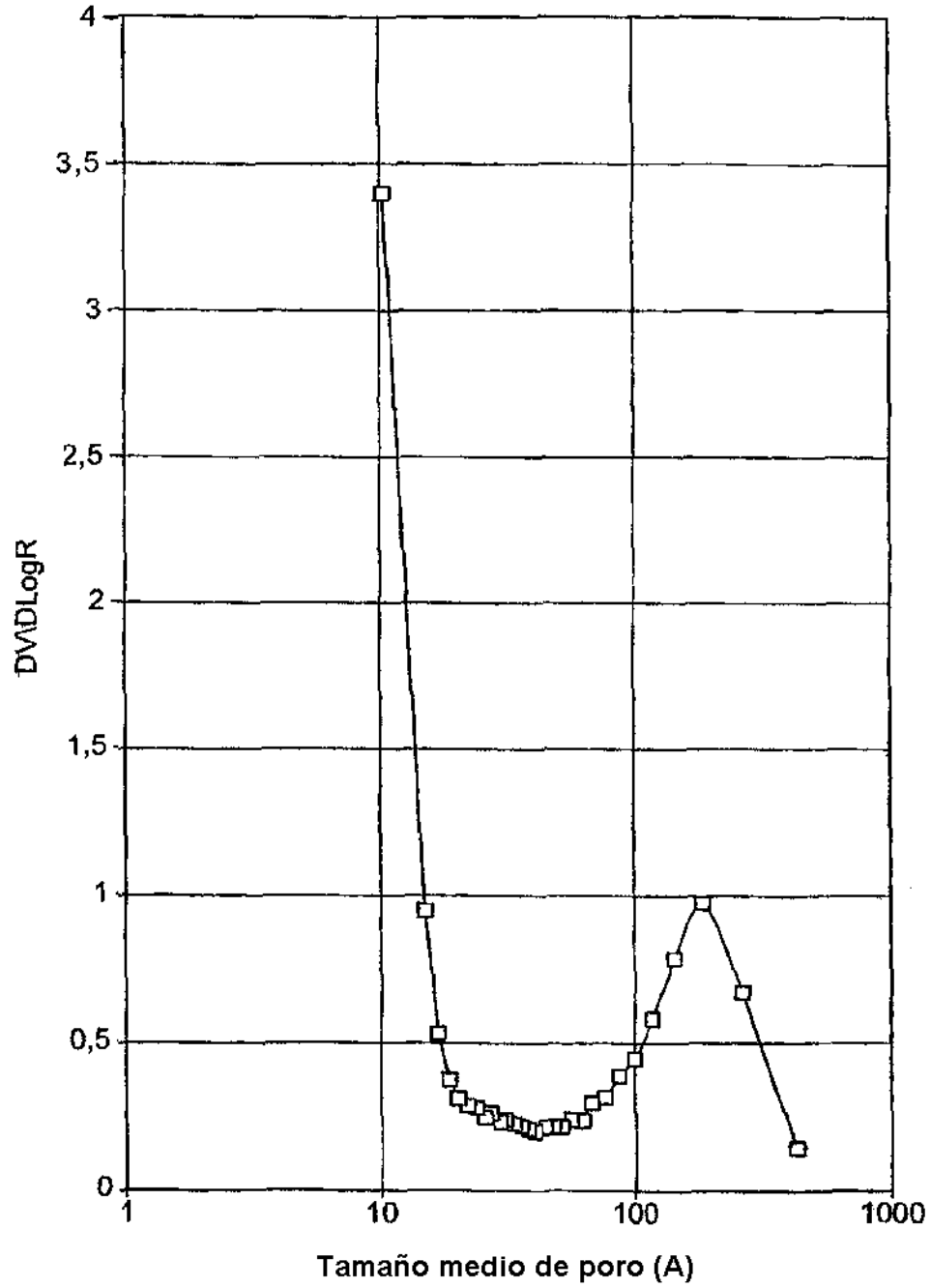


FIG. 4d

Distribuciones de tamaños de poro para los Ejemplos 4, 5 y 11

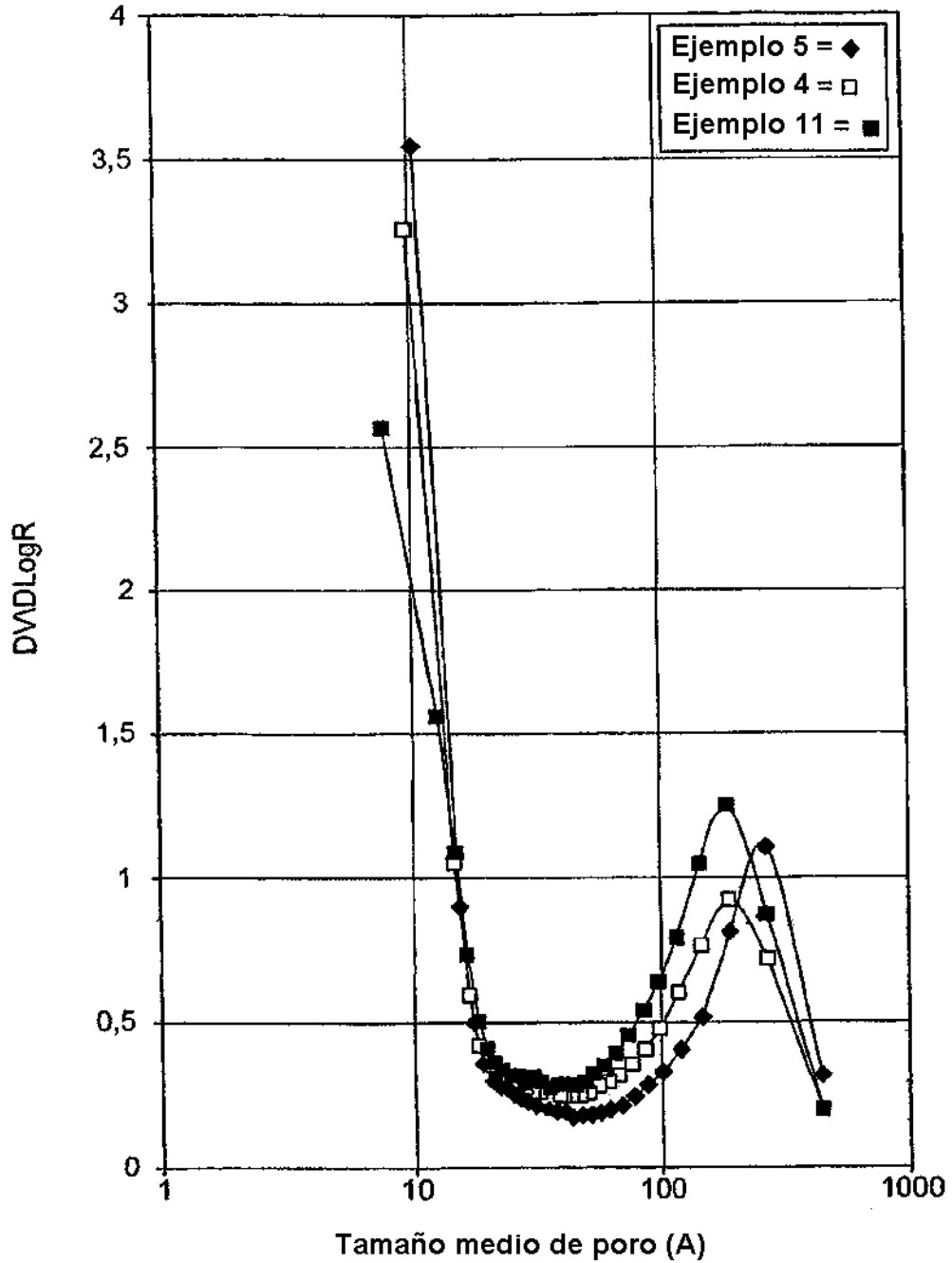
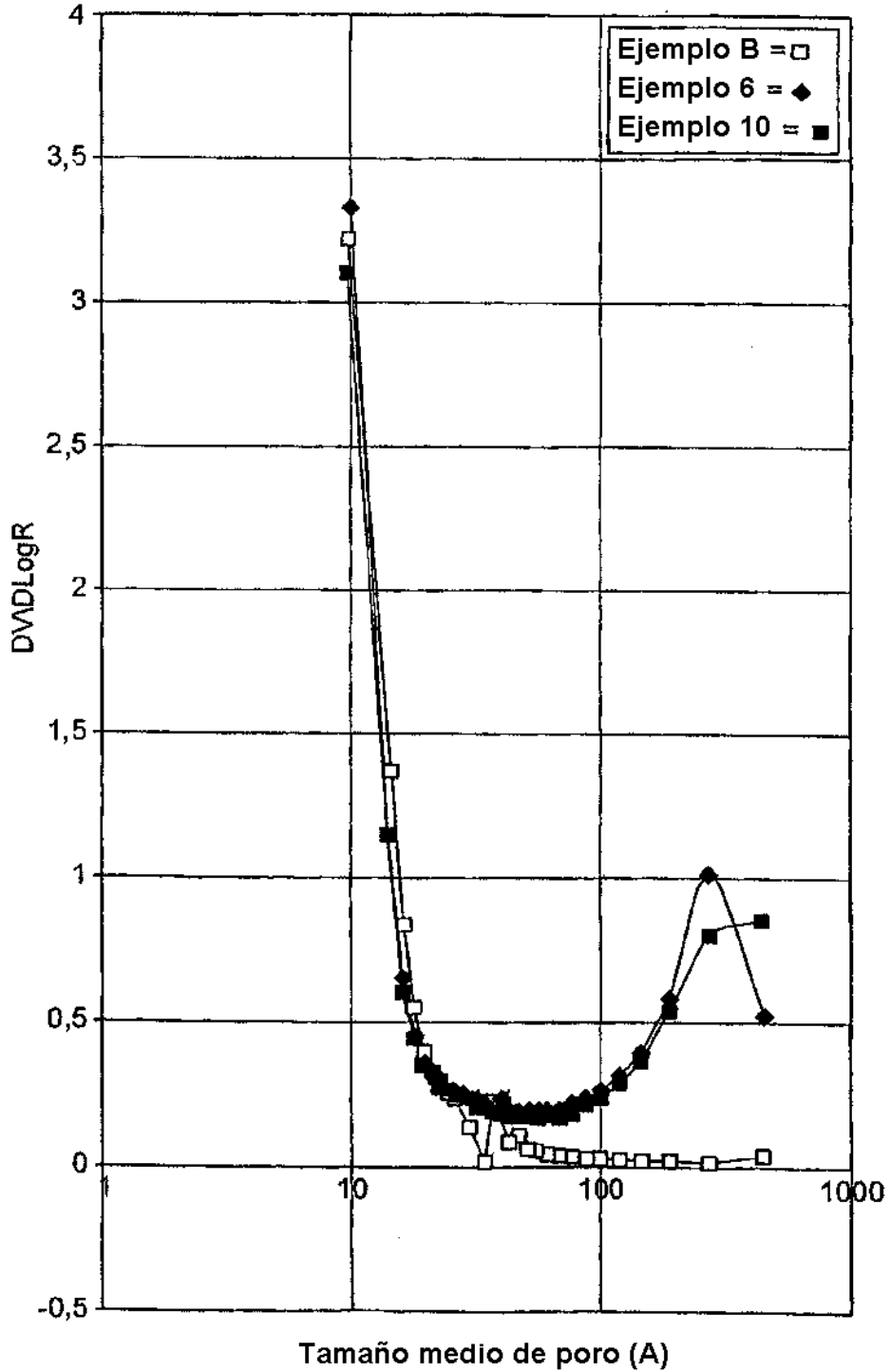


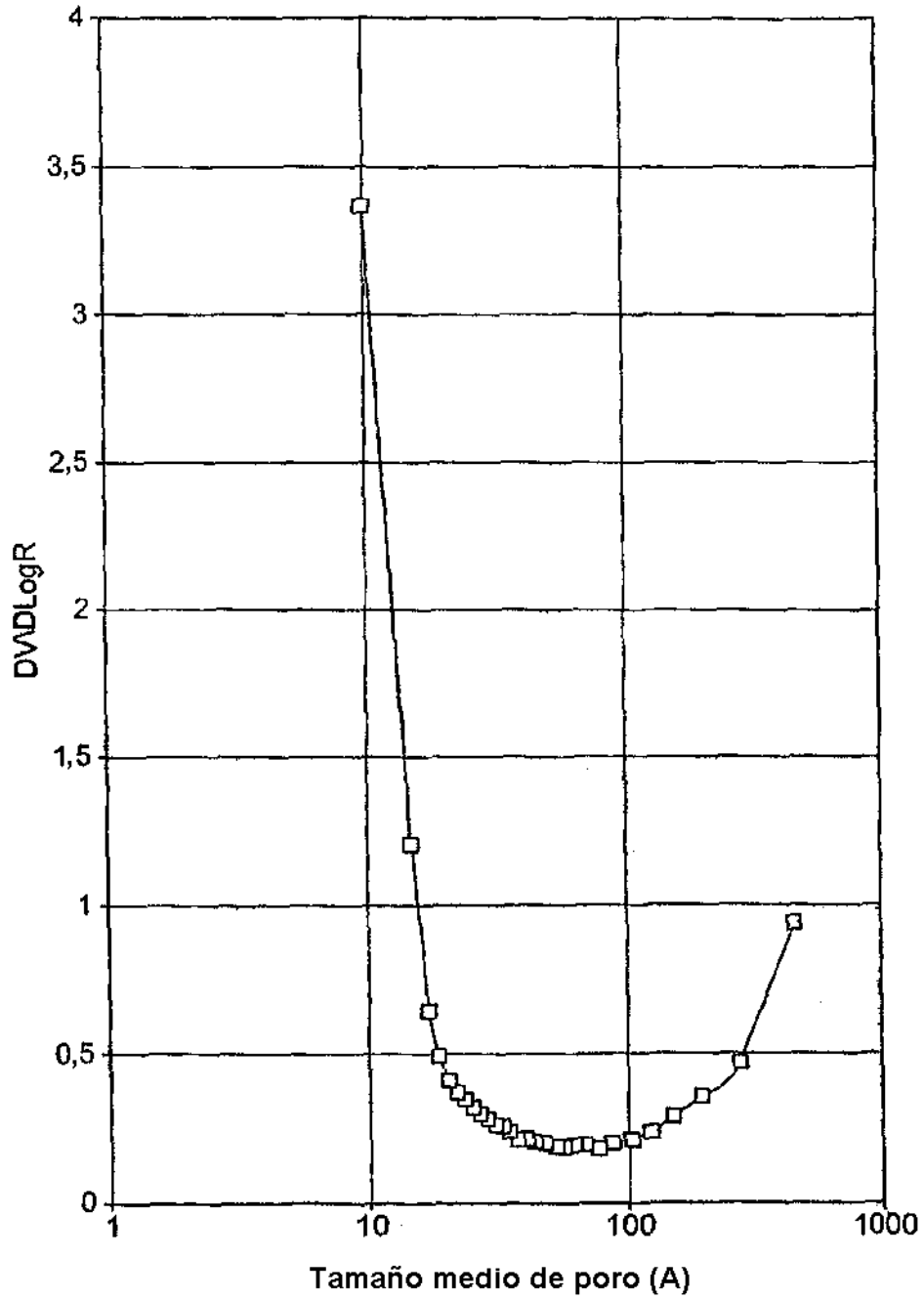
FIG. 4e

Distribuciones de tamaños de poro para los Ejemplos 6, 10 y B



**FIG. 4f**

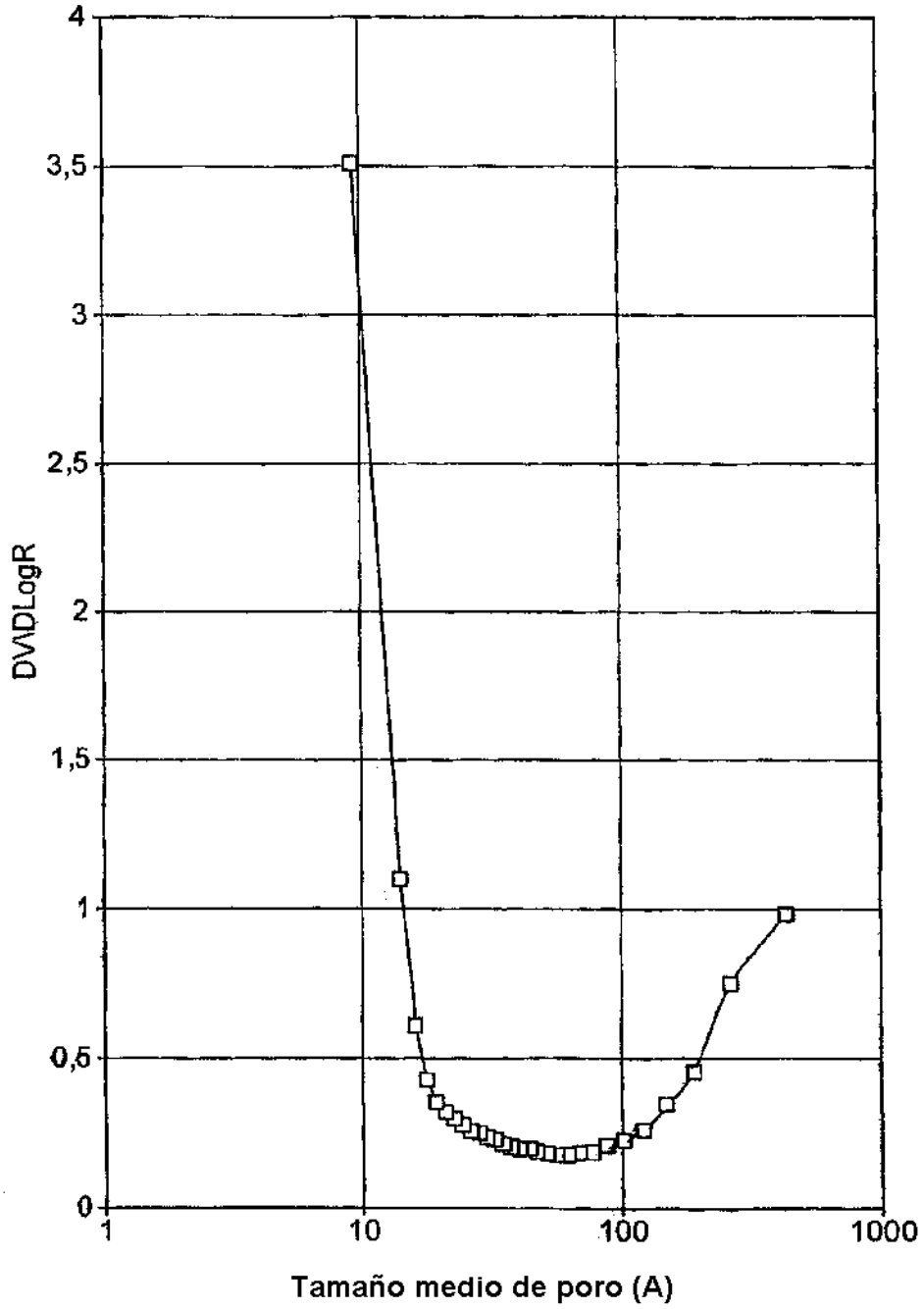
Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo 8





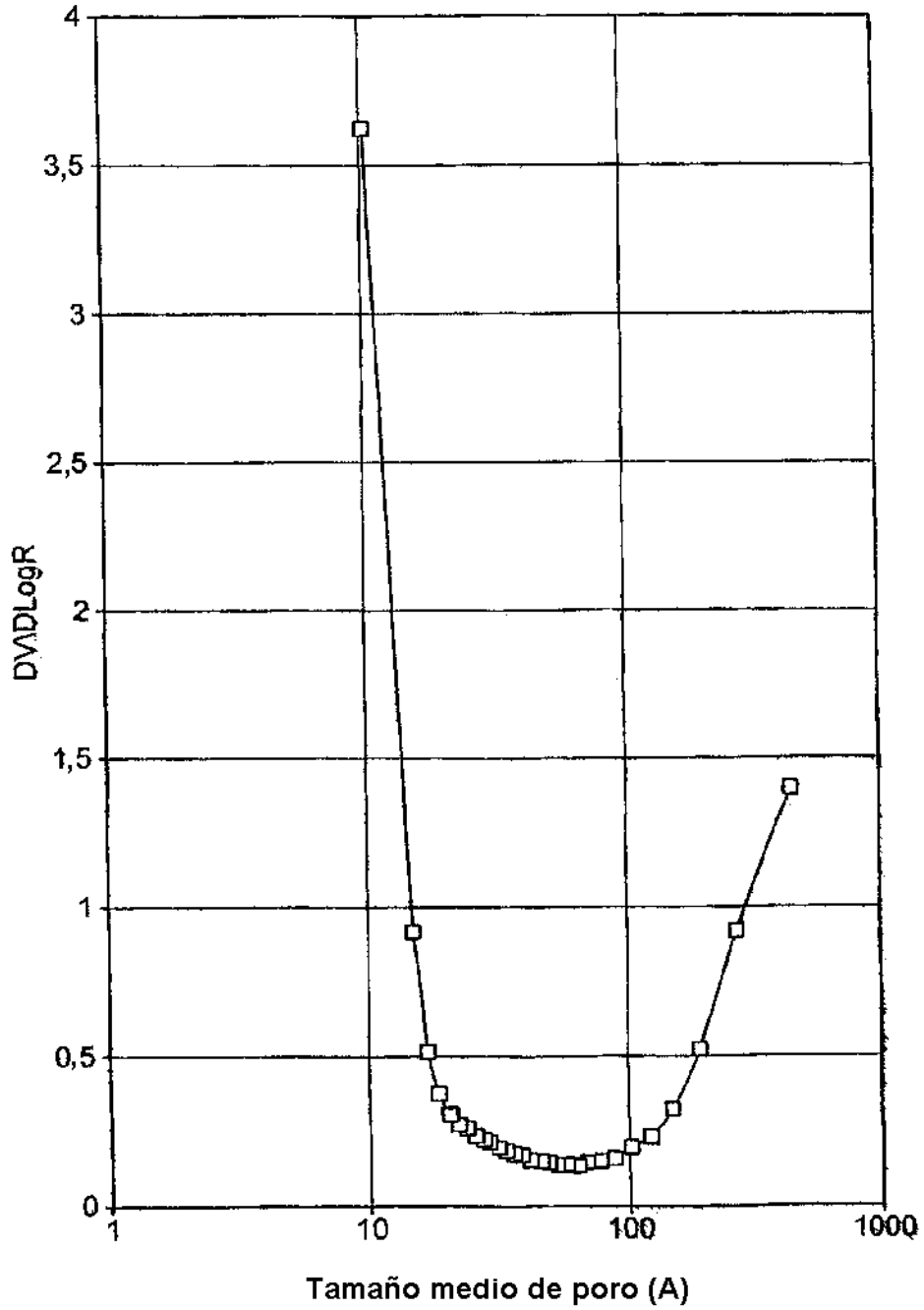
**FIG. 4g**

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo 9



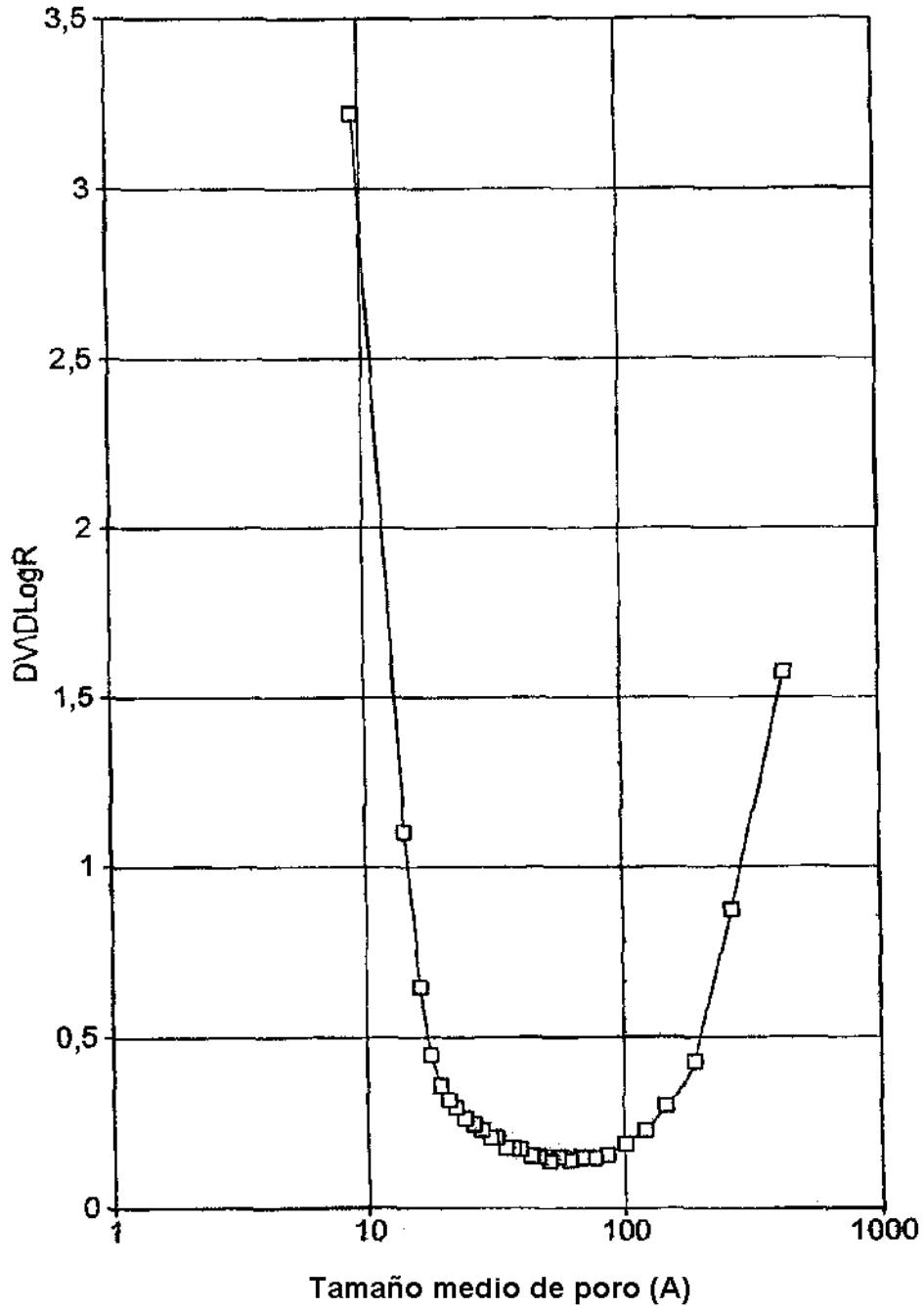
**FIG. 4h**

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo 12



**FIG. 4i**

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo 13



**FIG. 4j**

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo Comparativo A

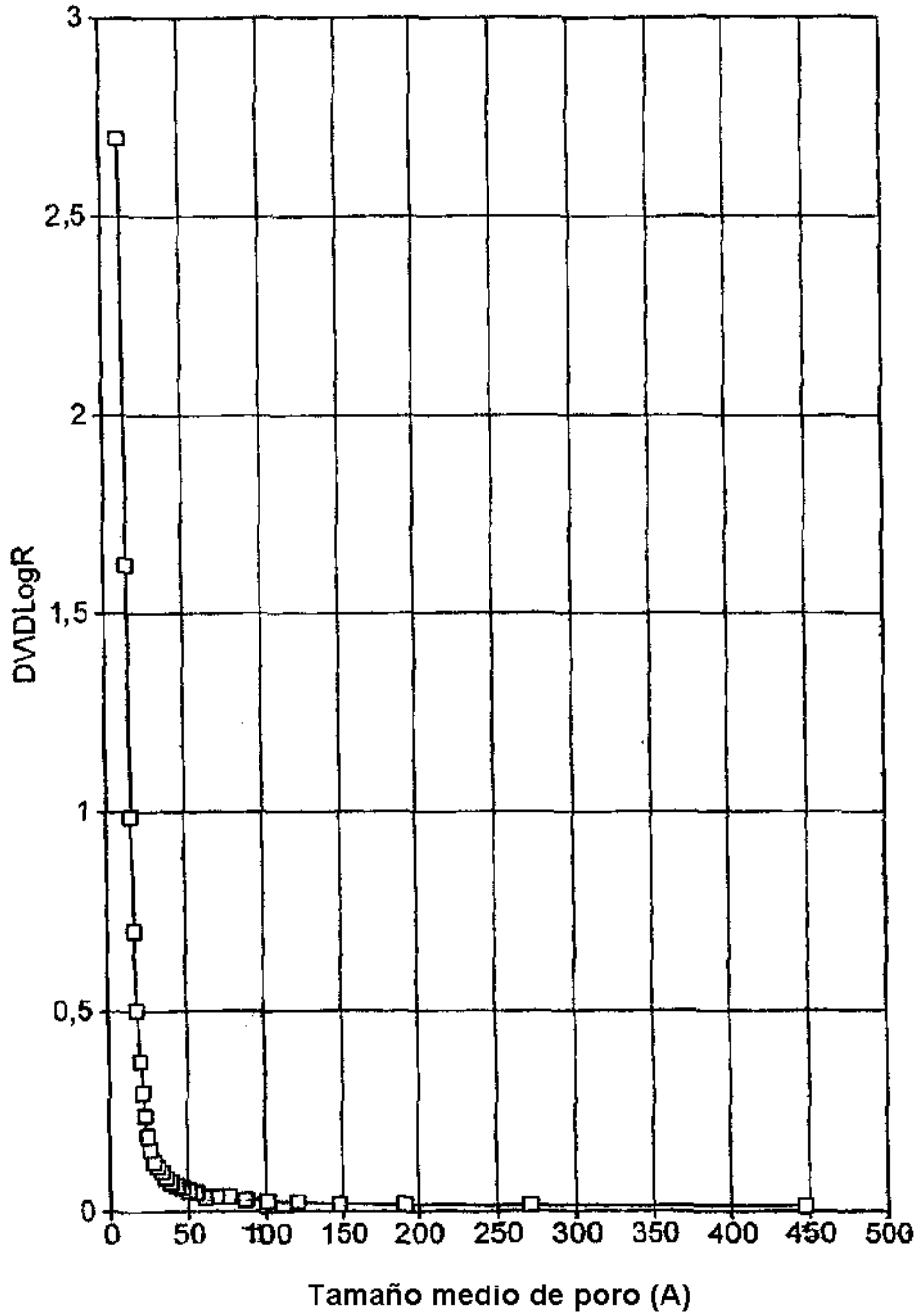
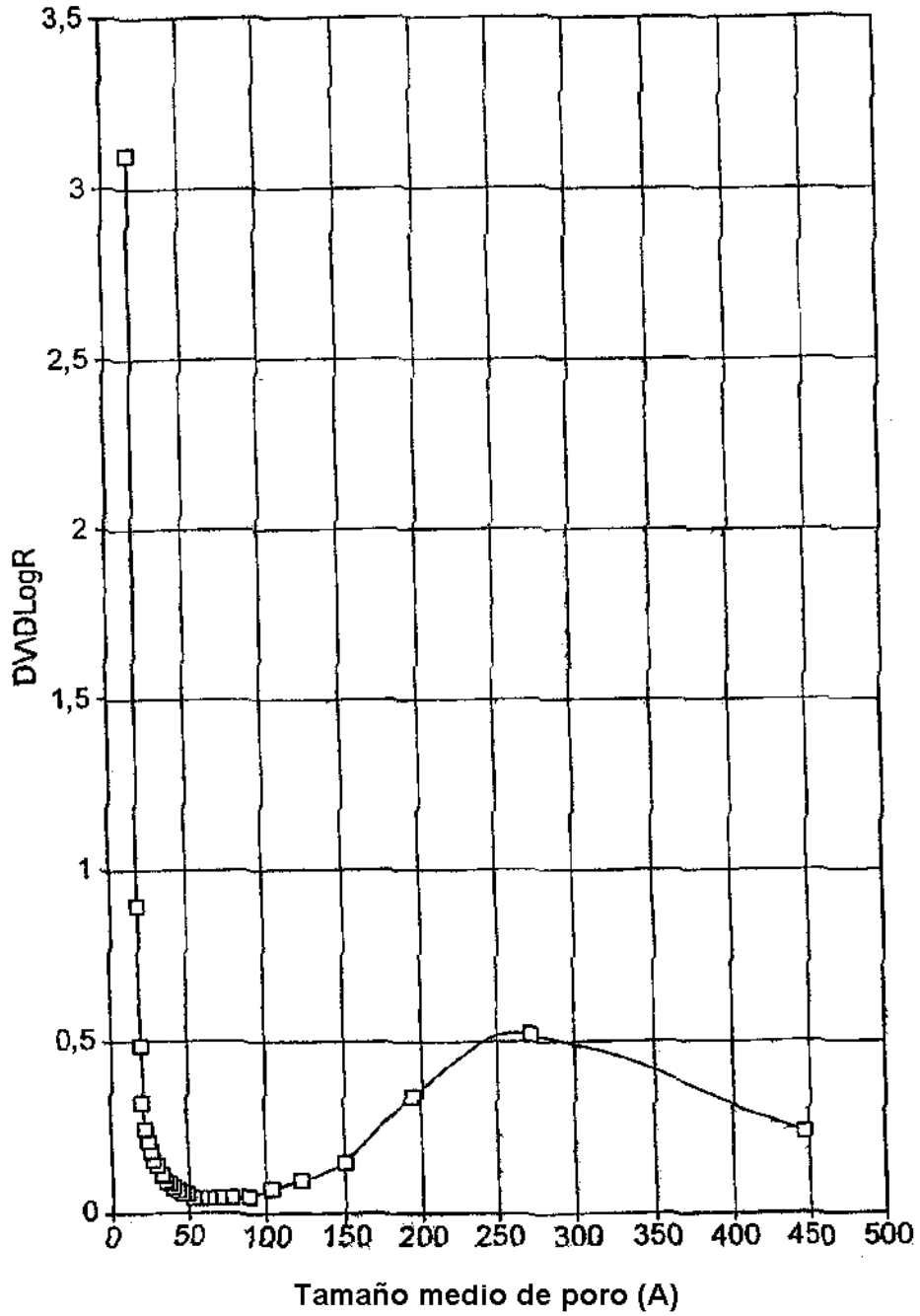
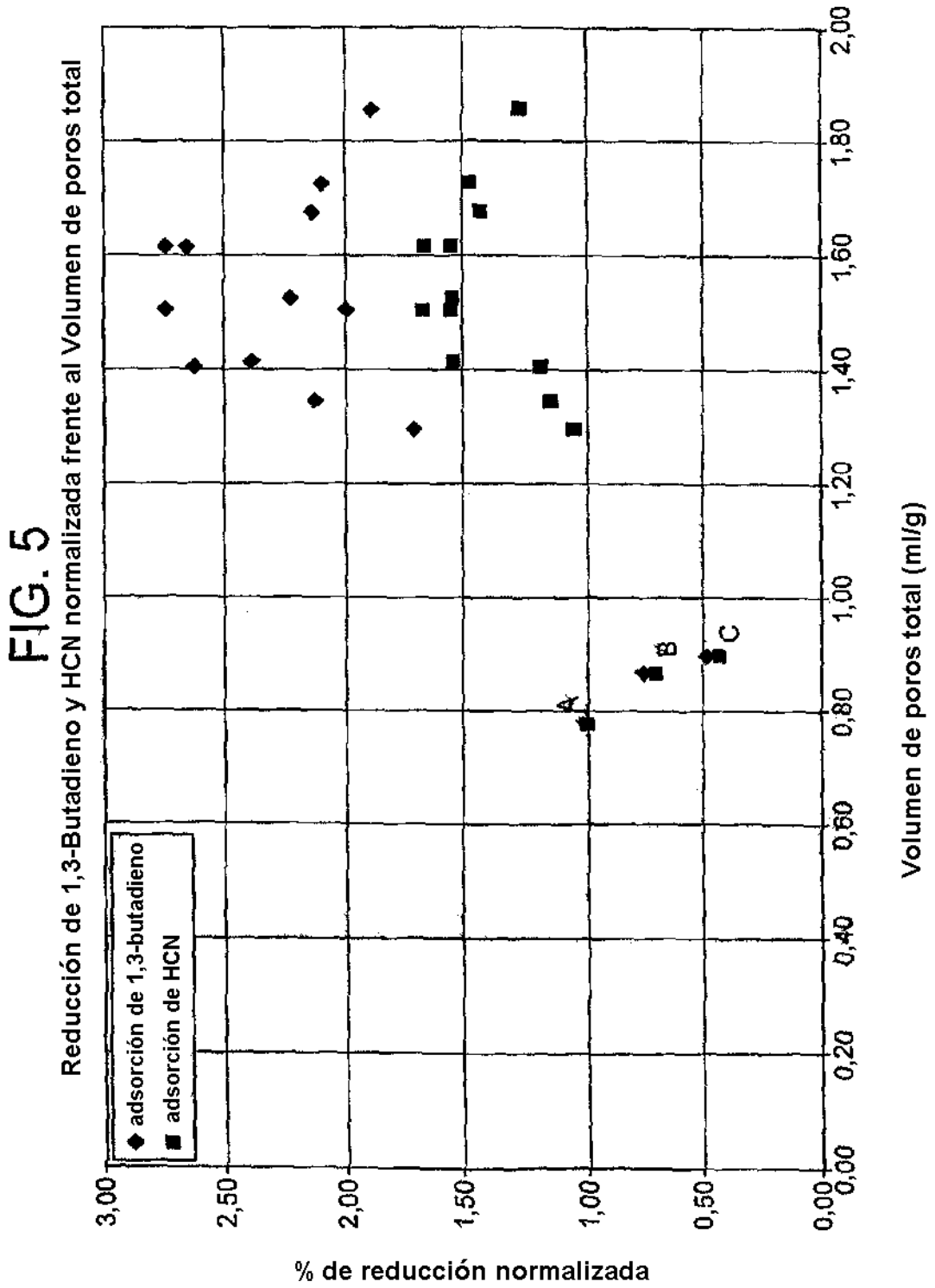
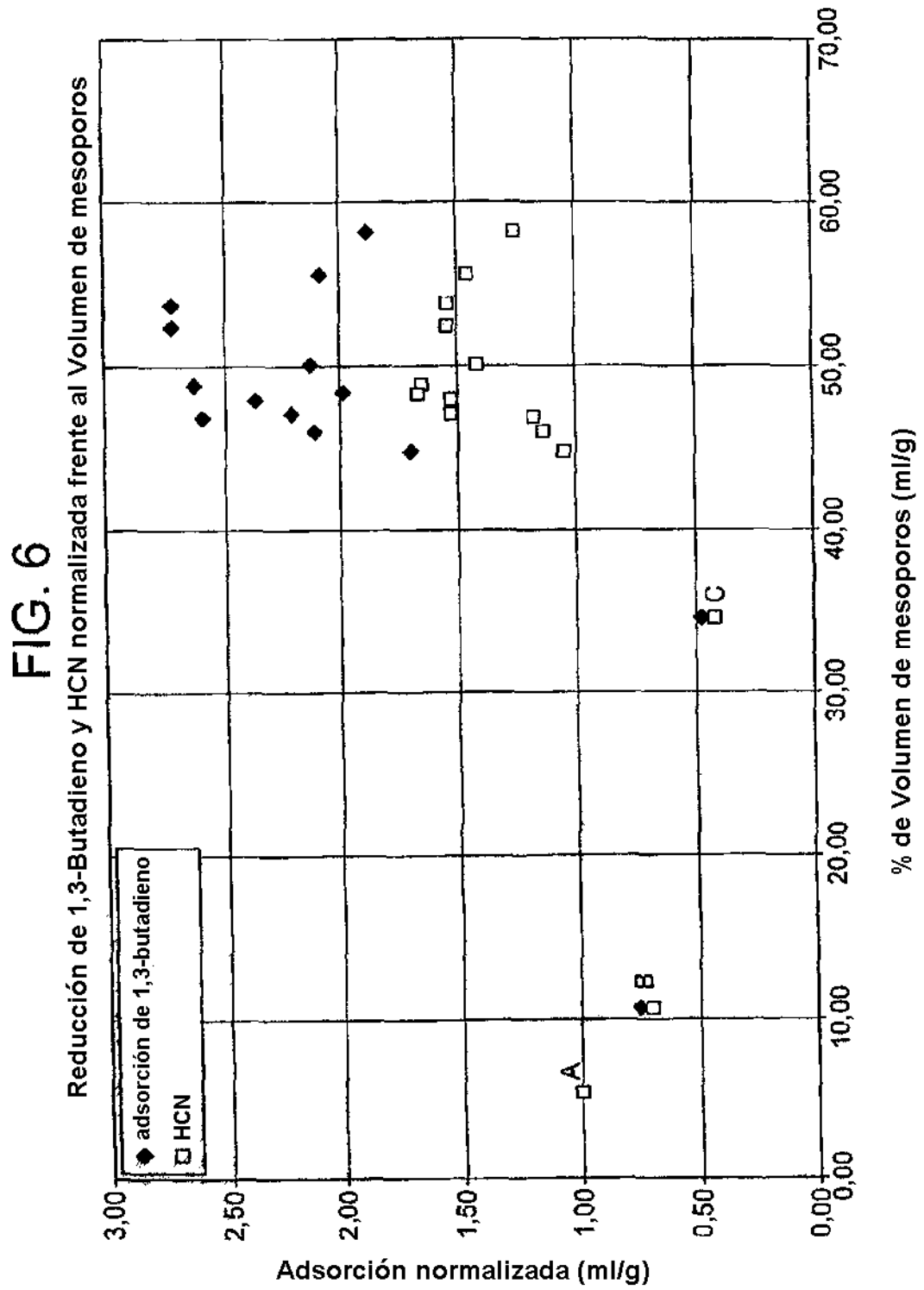


FIG. 4k

Distribución de tamaños de poro para el Ejemplo Comparativo C







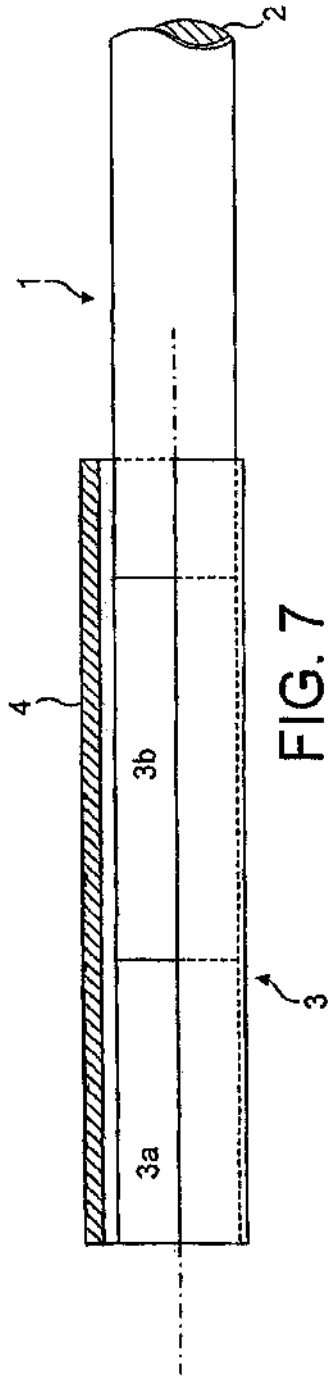


FIG. 7

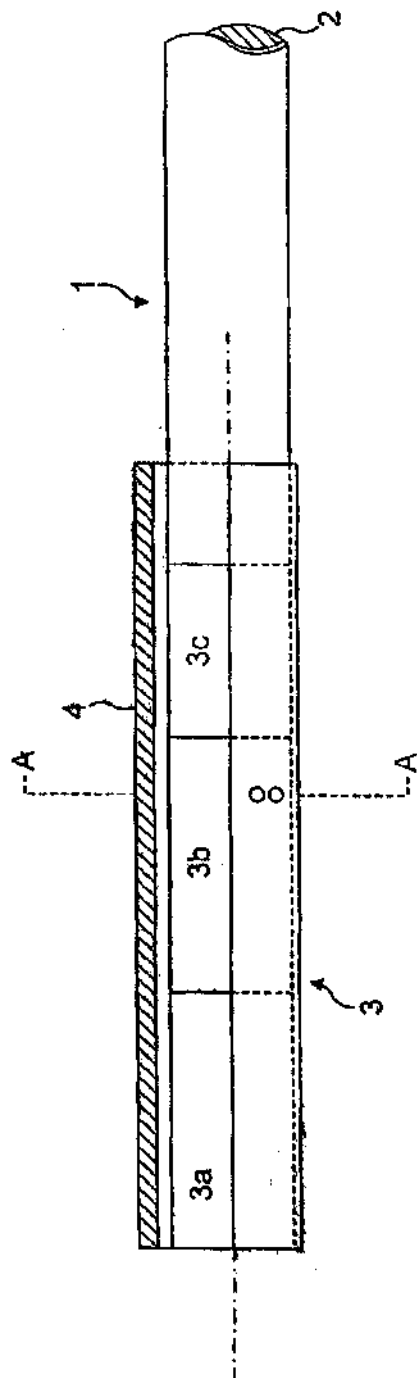


FIG. 8