

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 433 581**

51 Int. Cl.:

C01B 31/08 (2006.01)

C04B 38/06 (2006.01)

B01J 20/20 (2006.01)

B01J 20/28 (2006.01)

C04B 38/00 (2006.01)

A24D 3/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.03.2006 E 10179551 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.08.2013 EP 2263484**

54 Título: **Materiales de carbono poroso**

30 Prioridad:

29.03.2005 GB 0506278

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

11.12.2013

73 Titular/es:

**BRITISH AMERICAN TOBACCO (INVESTMENTS)
LIMITED (100.0%)
Globe House 1 Water Street
London WC2R 3LA, GB**

72 Inventor/es:

**CASHMORE, MARIA;
WHITE, PETER REX;
KOZYNCHENKO, OLEKSANDR;
BLACKBURN, ANDREW y
TENNISON, STEPHEN ROBERT**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 433 581 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

Materiales de carbono poroso

Materiales de carbono poroso y artículos de fumar y filtros de humo que incorporan dichos materiales

Esta invención se refiere a materiales de carbono poroso.

5 Es bien conocido incorporar materiales de carbono poroso en artículos de fumar y filtros de humo para reducir el nivel de ciertos materiales perjudiciales en el humo. Los materiales de carbono poroso se pueden producir de muchas maneras diferentes. Las propiedades físicas de los materiales de carbono poroso, incluidas la forma y tamaño de las partículas, la distribución del tamaño de las partículas en una muestra, el índice de atrición de las partículas, el tamaño de los poros, la distribución del tamaño de los poros y la superficie específica, varían mucho de acuerdo con la manera en la que se han producido. Estas variaciones afectarán mucho al comportamiento o conveniencia del material como adsorbente en diferentes ambientes.

10 En general, cuanto mayor sea la superficie específica de un material poroso, más eficaz será en adsorción. La superficie específica de los materiales porosos se estima midiendo la variación del volumen de nitrógeno adsorbido por el material con presión parcial de nitrógeno a una temperatura constante. El análisis de los resultados por modelos matemáticos creados por Brunauer, Emmett y Teller origina un valor conocido como superficie específica BET.

15 Los materiales de carbono se pueden tratar para incrementar su superficie específica por un proceso conocido como activación. La activación se puede realizar, por ejemplo, calentando carbono que ha sido tratado con ácido fosfórico o con cloruro de cinc o calentando el carbono con vapor de agua o con dióxido de carbono. La activación por dióxido de carbono a veces va seguida de una etapa adicional de modificación en aire, que implica calentar el carbono en aire. El proceso de activación elimina material de la superficie interior de las partículas de carbono, lo cual origina una pérdida de peso, siendo la pérdida de peso proporcional al período de tratamiento.

20 La distribución del tamaño de los poros en un material de carbono poroso afecta también a sus características de adsorción. En la memoria de la presente invención, de acuerdo con la nomenclatura usada por los expertos en la técnica, los poros de un material adsorbente se denominan "microporos" si el diámetro de los poros es menor que 2 nm ($<2 \times 10^{-9}$ m) y "mesoporos" si el diámetro de los poros está en el intervalo de 2-50 nm. Los poros se denominan "macroporos" si el diámetro de los poros es mayor que 50 nm. Usualmente los poros que tienen diámetros mayores que 500 nm no contribuyen significativamente a la capacidad de adsorción de los materiales porosos. Por lo tanto, con fines prácticos, los poros que tienen diámetros en el intervalo de 50 a 500 nm, más típicamente de 50 a 300 nm o de 50 a 200 nm, se pueden clasificar 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 y la adsorción de nitrógeno se puede usar para estimar los volúmenes de micro- y mesoporos usando el modelo matemático denominado BJH. Sin embargo, como las bases teóricas para las estimaciones son diferentes, los valores obtenidos por los dos métodos no se pueden comparar directamente entre sí.

30 Se puede producir carbono poroso a partir de diferentes materiales. Por ejemplo, se obtiene carbón vegetal de coco por carbonización de cáscara de coco, se obtiene negro de horno por pirólisis o combustión de residuos del petróleo y se produce negro térmico a partir de gas natural. Las memorias de las patentes de Estados Unidos números 3.909.449 y 4.045.360 y de la patente británica número 1.383.085 describen procesos para producir esferas de carbón activado a partir de alquitrán.

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

40 La publicación de la patente internacional WO 01/119904 describe un proceso para producir carbono poroso monolítico carbonizando una resina orgánica producida por polimerización de un sistema como resorcinol/formaldehído, divinilbenceno/estireno o cloruro de vinilideno/divinilbenceno en presencia de un tensioactivo.

45 También se pueden producir materiales de carbono poroso por aglomeración de partículas finas de carbono con aglutinantes. Por ejemplo, la memoria de la patente de Estados Unidos número 3.510.071 describe un proceso para

producir partículas esféricas de carbono mezclando un agregado cristalino de celulosa y carbono activo con agua en un molino, transformado la mezcla en esferas y secando. Después, las partículas de carbono se pueden activar y usar en filtros de cigarrillos.

5 La memoria de la patente de Estados Unidos 4.029.600 describe un proceso para producir material de carbono en partículas mezclando esferas de negro de carbono con una resina como aglutinante, carbonizando y pulverizando después la mezcla.

10 La memoria de la patente británica GB-2.395.650 compara el efecto de una serie de materiales de carbono que tienen diversos volúmenes de microporos y mesoporos sobre el aroma del humo de tabaco que contiene aromatizantes, como mentol. Esta patente especifica que materiales de carbono con un volumen de microporos no mayor que $0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$ y un volumen de mesoporos de por lo menos $0,25 \text{ cm}^3/\text{g}$ adsorben menos mentol que materiales con distribuciones diferentes del tamaño de los poros y, por lo tanto, se considera que son más adecuados para usarlos en filtros de cigarrillos aromatizados.

15 La publicación de la patente internacional número WO 03/059096A1 describe cigarrillos que comprenden un cilindro de tabaco y un filtro que tiene una cavidad rellena de carbono en perlas de forma esférica con diámetros de 0,2 a 0,7 mm, superficies específicas en el intervalo de $1.000\text{-}1.600 \text{ m}^2/\text{g}$ y una distribución del tamaño de los poros en el intervalo de microporos y mesoporos pequeños.

La memoria de la patente de Estados Unidos 6.814.786 describe un filtro que comprende por lo menos dos segmentos de carbono activado como adsorbente.

20 De acuerdo con esta invención, se ha identificado una clase de materiales de carbono que son particularmente eficaces en reducir uno o más componentes perjudiciales del humo del tabaco.

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

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un material de carbono poroso como el definido en la reivindicación 1.

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

Los materiales de carbono de la invención se caracterizan por su estructura de poros.

30 De acuerdo con este aspecto de la invención, se proporciona un material de carbono poroso que tiene una superficie específica BET de por lo 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 por lo menos $0,9 \text{ cm}^3/\text{g}$, de los que 15 a 65% son mesoporos.

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

40 La densidad y la estructura de los poros del material de carbono poroso están íntimamente relacionadas. En general, se ha encontrado que, en muestras de materiales de carbono de la invención, cuanto mayor sea el volumen combinado de micro-, meso- y macroporos, menor será la densidad porque los poros incrementan el volumen de una masa dada de material sin incrementar su peso. Además, como disminuye la densidad, se incrementa la proporción de macro- y mesoporos a microporos. Es decir, en general, cuanto menor sea la densidad del material de carbono de la invención, mayor será la proporción del volumen de mesoporos y macroporos comparado con el volumen de microporos. Sin embargo, la relación entre densidad y volumen de los poros, determinado por adsorción de nitrógeno, no es precisa. Por lo tanto, materiales de carbono de la invención que tienen la estructura de poros definida en cualquiera de los dos párrafos precedentes pueden tener densidades mayores que $0,5 \text{ g/cm}^3$, por ejemplo, densidades de hasta $0,52$, $0,55$, $0,60$ ó $0,65 \text{ g/cm}^3$.

50 La falta de una relación completa entre densidad y estructura de micro- y mesoporos surge porque la técnica de adsorción de nitrógeno usada para estimar la distribución del tamaño de los poros no es capaz de detectar tamaños de poros mayores que aproximadamente 50 nm. Por lo tanto, el volumen total de poros de un material, estimado por técnicas de adsorción de nitrógeno, corresponde a los volúmenes combinados de microporos y mesoporos. El volumen de los macroporos de un material no lo revela esta técnica. Así, cuando los materiales de carbono de la invención tienen una densidad baja y una proporción relativamente baja de mesoporos, detectada por adsorción de nitrógeno, la baja densidad es atribuible a un volumen relativamente alto de poros en el intervalo inmediatamente próximo al intervalo de mesoporos, esto es, en el intervalo de 50 a 500 nm. Cuando los volúmenes de poros en el

intervalo de los macroporos pueden ser estimados por porosimetría de mercurio, los resultados obtenidos usando esta técnica no concuerdan con los obtenidos usando adsorción de nitrógeno. Por lo tanto, es difícil estimar con precisión el volumen de poros en todo el intervalo de tamaños de 2-500 nm.

5 La superficie específica BET de los materiales de carbono poroso de la invención es por lo menos 800 m²/g, preferiblemente por lo menos 900 m²/g y deseablemente por lo menos 1.000 m²/g. Valores típicos de la superficie específica BET de materiales de carbono de la invención son aproximadamente 1.000, 1.100, 1.150, 1.200, 1.250 y 1.300 m²/g. Los más preferidos son materiales de carbono poroso con superficies específicas BET de hasta 1.250 m²/g, por ejemplo, de 1.000-1.250 m²/g.

10 Los materiales de carbono poroso de la invención tienen preferiblemente un volumen de poros (estimado por adsorción de nitrógeno) de por lo menos 0,95 cm³/g y deseablemente de por lo menos 1 cm³/g. Materiales de carbono con volúmenes de poros de por lo menos 1,1 cm³/g son particularmente útiles como adsorbentes del humo del tabaco. Valores típicos del volumen de poros de los materiales de carbono de la invención son 1,15, 1,2, 1,25 y 1,3 cm³/g. Usualmente, el volumen combinado de poros estará en el intervalo de 1,1 a 2,0 cm³/g. Los materiales de carbono de acuerdo con la invención con volúmenes de poros significativamente mayores que 2,1 cm³/g, por ejemplo, de 2,2 ó 2,3 cm³/g, son de densidad baja y, por lo tanto, menos fáciles de manipular en equipo de producción de cigarrillos. Por esta razón, dichos materiales de carbono son menos favorables para usarlos en cigarrillos o filtros de humo.

15 En los materiales de carbono preferidos de la presente invención, por lo menos el 30% pero deseablemente no más del 65% del volumen de los poros (estimado por adsorción de nitrógeno) son mesoporos. Valores mínimos típicos del volumen de mesoporos como porcentaje de los volúmenes combinados de microporos y mesoporos de los materiales de carbono de la invención son 35, 40 ó 45%. Valores máximos típicos de dichos volúmenes son 65, 60 y 55%. Preferiblemente el volumen de mesoporos de los materiales de carbono de la invención está en el intervalo de 35-55% del volumen combinado de mesoporos y microporos.

20 Los materiales de carbono poroso de la invención se pueden obtener de cualquier origen. Sin embargo, los materiales de carbono poroso de la invención que se forman a partir de resinas orgánicas carbonizadas son preferidos a materiales de carbono poroso obtenidos de otros orígenes, por ejemplo, carbón vegetal de coco. Ejemplos de resinas adecuadas incluyen resinas aromáticas sustituidas por hidroxilo, como las derivadas de fenol, bisfenol A, aminofenoles o resorcinol, y resinas no fenólicas, como las derivadas de estireno y vinilpirrolidona o de estireno o divinilbenceno. Las preferidas son resinas aromáticas sustituidas por hidroxilo, especialmente las derivadas de fenoles.

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

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

35 La reacción para formar la resina se puede realizar en presencia de un catalizador. También se puede usar un disolvente, pero preferiblemente el formador de poros actúa como disolvente. El componente nucleófilo puede ser, por ejemplo, una resina fenólica, como una resina de novolaca, u otra resina basada en copolímeros de compuestos fenólicos como m-aminofenol, difenoles como resorcinol, hidroquinona, o aminas como anilina, melamina o urea con aldehídos como formaldehído, furfural o aldehído salicílico. El agente reticulante puede ser, por ejemplo, formaldehído, furfural o hexametilentetramina. El formador de poros puede ser, por ejemplo, un diol, un éter de diol, un éster cíclico, una amina lineal o cíclica sustituida o un aminoalcohol. En la publicación de la patente internacional número WO 02/12380A2 se describen detalles de materiales adecuados. Las resinas preferidas para usarlas en la producción de los materiales de carbono poroso de la invención son resinas de 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 ponderal de formador de poros a componentes del sistema de resina es preferiblemente por lo menos 1:1. El agente reticulante 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 (por ejemplo, 10, 15 ó 20) partes en peso de agente reticulante por 100 partes en peso de componentes nucleófilos.

45 Las resinas preferidas tienen un peso molecular medio ponderal (Mw), antes de la reticulación, en el intervalo de 300 a 3.000. Cuando se usan resinas de novolaca, las resinas con valores del Mw en el extremo inferior de este intervalo son líquidos viscosos y en el extremo superior del intervalo son sólidos con puntos de fusión en la región de 100°C. Las resinas de novolaca con un Mw menor que 2.000 y preferiblemente menor que 1.500 forman resinas que, tras la carbonización, tienden a producir carbonos con una distribución deseada del tamaño de los poros usando cantidades menores de formador de poros.

Como se describe en la publicación de la patente internacional número WO 02/12380A2, las condiciones de la reacción para producir la resina se pueden controlar para que el material resultante esté en forma de perlas con el intervalo deseado del tamaño de las partículas. Las perlas se pueden formar vertiendo una solución de un prepolímero del componente electrófilo, el agente reticulante nucleófilo y el formador de poros en una suspensión líquida caliente en la que sea inmiscible la mezcla, como aceite mineral, agitando la mezcla para formar una suspensión de glóbulos de la resina y dejando que la resina solidifique en perlas. El tamaño medio de partículas de las perlas dependerá del proceso de agitación y su intensidad, temperatura y viscosidad del medio de suspensión, temperatura y viscosidad de la solución del prepolímero y relación ponderal de la solución del prepolímero y el medio de suspensión. Las condiciones exactas para conseguir el tamaño de partículas deseado se pueden establecer fácilmente por experimentación rutinaria. A continuación las perlas se separan del medio de suspensión, se lavan a fondo o se secan al vacío y finalmente se calientan para producir la carbonización.

La distribución del tamaño de los poros del material de carbono activado está afectada por una serie de factores, incluidas la naturaleza del componente electrófilo y de los agentes reticulantes usados, presencia de un catalizador, presencia de un disolvente y velocidad de reacción. Temperaturas más altas y la presencia de un catalizador tienden a favorecer porosidades más altas en el material de carbono. La transferencia de calor en el sistema de reacción influye también en la porosidad. Cambios súbitos o rápidos de la 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, por ejemplo, por lavado o secado al vacío, afecta también a la distribución de tamaños de los poros. Los materiales de carbono que se han tratado para separar el formador de poros antes de la carbonización tienen volúmenes mayores de mesoporos que materiales similares en los que el formador de poros se separa durante la carbonización.

La carbonización de la resina se realiza preferiblemente calentándola en una atmósfera inerte a una temperatura de 600-850°C o mayor. El material de carbono resultante se puede activar después, por ejemplo, por tratamiento en aire a 400-450°C o más, en vapor de agua a 750°C o más o en dióxido de carbono a 800°C o más.

Se ha encontrado que una clase particular de materiales de carbono poroso es particularmente eficaz en la adsorción de cianuro de hidrógeno (HCN) de la fase de vapor del humo del 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 reticulante que contenga nitrógeno, como hexametilentetramina o melamina, o producida a partir de precursores nucleófilos, como aminofenoles.

Sin desear estar limitado por teoría alguna, se considera que cuando se carboniza una resina orgánica que contiene nitrógeno, el material de carbono poroso resultante contendrá nitrógeno residual o sitios de nitrógeno con los que se cree interacciona HCN de modo particularmente intenso.

El material de carbono poroso puede ser una estructura monolítica, destinada a ser usada en un filtro para un artículo de fumar. Por ejemplo, el material se puede conformar en un elemento de filtro cilíndrico con un paso axial que permite el flujo global de humo a través de aquél cuando el humo contacta con el material de carbono. Sin embargo, preferiblemente el material de carbono poroso está en forma de partículas.

Cuando un material de carbono poroso en partículas se incorpora en artículos de fumar, como cigarrillos o filtros de humo, la cantidad de material para cada cigarrillo o filtro debe ser medida y aportada con alta precisión. La forma y tamaño de las partículas y la distribución del tamaño de las partículas afectan al flujo y manipulación del material. Así, el carbón vegetal de coco tiene una distribución ancha del tamaño de las partículas y un índice alto de atrición y, por lo tanto, tiende a producir polvo, que puede interferir con el funcionamiento de maquinaria de alta velocidad. También, como las partículas de carbón vegetal de coco son de forma irregular, tienen características relativamente malas de fluidez, lo cual crea dificultades en la medición del aporte de material en el cigarrillo o filtro.

En una realización de la invención, el material de carbono poroso está en forma de microperlas, esto es, partículas generalmente esféricas de 50-1.000 μm de tamaño. Las características de fluidez de las microperlas son particularmente favorables en facilitar la manipulación en la fabricación de artículos de fumar y filtros de humo para estos.

Los filtros de humo comprenden típicamente un cilindro corto de un material absorbente, como acetato de celulosa. Un método de incorporar en el filtro el material de carbono poroso en partículas es formar una estopa del material absorbente, pasar la estopa en continuo a través de una primera instalación en la que la estopa se impregna con un plastificante como triacetina y a través de una segunda instalación en la que las partículas del material de carbono poroso se alimentan desde una tolva sobre la estopa y después se transforman en un elemento de filtro. Siempre que el flujo del material de carbono desde la tolva sobre la estopa y la velocidad de movimiento de la estopa sean uniformes, la carga de la estopa con material de carbono será también uniforme. Sin embargo, algunos materiales de carbono, en particular carbón vegetal de coco, tienen malas características de fluidez. Las partículas tienden a aglomerarse entre sí debido a su forma irregular y no uniforme. En consecuencia, la carga de material sobre la estopa del filtro es difícil de controlar. Usando los materiales de carbono poroso en partículas en forma de microperlas, se reduce mucho el riesgo de apelmazamiento y de carga no uniforme de la estopa.

- 5 Otra ventaja de usar material de carbono poroso en partículas formado a partir de resinas orgánicas en artículos de fumar o filtros de humo se deriva del hecho de que dichos materiales tienen índices relativamente bajos de atrición comparados con carbón natural. Cuanto mayor sea el índice de atrición de un material en partículas, más polvo generará durante su manipulación. El polvo interfiere en procesos de fabricación, especialmente en procesos de alta velocidad usados para fabricar cigarrillos o filtros de cigarrillos. En la producción de materiales de carbono poroso a partir de resinas orgánicas carbonizadas, las condiciones de la reacción para la producción de la resina se pueden controlar para que las partículas resultantes de carbono tengan un índice de atrición reducido comparado, por ejemplo, con carbón vegetal de coco.
- 10 Otra propiedad física de materiales de carbono poroso que afecta a su conveniencia para ser usados en artículos de fumar o filtros de humo es el tamaño de sus partículas y, más particularmente, la distribución del tamaño de sus partículas. Los materiales de carbono poroso en partículas de la invención tienen un tamaño medio de partículas en el intervalo de 50-1.000 ó 60-700 μm , deseablemente de 100-700 μm . Para la filtración del humo del tabaco, materiales de carbono poroso con menor tamaño medio de partículas, por ejemplo, de 150-250 μm , se comportan usualmente mejor que materiales con mayor tamaño medio de partículas, por ejemplo, de 250-500 μm , que a su vez se comportan mejor que materiales con un tamaño medio de partículas en el intervalo de 500-1.000 μm .
- 15 Toda muestra de un material en partículas tendrá una distribución estadística de tamaños de partículas alrededor de un valor medio. La relación del percentil 90° (D90) al percentil 10° (D10) da una media (D90/D10) de la amplitud de la distribución del tamaño de partículas en la muestra. En el caso de carbón vegetal de coco, el tamaño medio de partículas estará típicamente en el intervalo de 100-1.000 μm , con una relación D90/D10 de 20 o más, siendo una proporción significativa de las partículas de tamaño menor que 20 μm . Esta distribución relativamente ancha del tamaño de partículas puede originar una distribución no uniforme del carbón vegetal en el filtro y un riesgo alto de contaminación por polvo durante la fabricación.
- 20 En la producción de materiales de carbono poroso a partir de resinas orgánicas carbonizadas, se pueden controlar las condiciones de la reacción que produce la resina para que el material resultante tenga una distribución más estrecha del tamaño de partículas comparado, por ejemplo, con carbón vegetal de coco. Los materiales de carbono de la invención tienen preferiblemente una distribución D90/D10 del tamaño de partículas que es por lo menos 10, deseablemente por lo menos 5 y lo más ventajosamente aproximadamente 2.
- 25 Los materiales sustancialmente exentos de polvo crean menos problemas de manipulación y contaminación en la fabricación de artículos de fumar y filtros de humo. Por lo tanto, preferiblemente el material de carbono poroso de la invención está sustancialmente exento de partículas menores que 10 μm . Deseablemente también está sustancialmente exento de partículas menores que 20 μm y lo más ventajosamente está exento de partículas menores que 30 μm .
- 30 Los artículos de fumar pueden tener cualquier forma. Por ejemplo, el artículo de fumar puede ser uno en el que el tabaco produce humo quemando el material de fumar e inhalando los productos de la combustión, como, por ejemplo, en un cigarrillo o cigarro. Alternativamente, el artículo de fumar puede ser uno en el que el material de fumar se calienta a una temperatura a la que se produce su descomposición en productos de pirólisis sin combustión. Dichos artículos son bien conocidos e incorporan medios eléctricos u otros elementos de calentamiento, como un elemento de carbón vegetal.
- 35 En particular, el artículo de fumar puede comprender un cilindro de material de fumar, opcionalmente con una envoltura, con o sin filtro. La envoltura puede ser de papel, hoja de tabaco o tabaco reconstituido. Alternativamente, cuando, por ejemplo, se pretende que el artículo de fumar produzca emisiones bajas de corriente secundaria de humo o niveles bajos de productos de pirólisis en la corriente principal de humo, la envoltura puede estar compuesta de un material inorgánico no combustible, como un material cerámico. La carga puede ser de cualquier material adecuado, por ejemplo, acetato de celulosa fibroso, polipropileno, polietileno o papel.
- 40 El material de fumar es preferiblemente tabaco pero puede ser un material de fumar que no sea tabaco. Ejemplos de materiales de fumar que no son tabaco son material vegetal curado y secado, incluidos materiales de frutos y un material de fumar sintético, como el producido a partir de alginatos y una sustancia generadora de aerosol, como etilenglicol. El material de fumar puede comprender una mezcla de tabaco y materiales que no sean tabaco. Cuando el material de fumar comprende tabaco, éste puede ser de cualquier tipo adecuado o una mezcla de estos, incluidos hoja o tallo curado al aire, curado al fuego, curado al humo o curado al sol, y puede haber sido procesado usando cualquier proceso apropiado. El material de fumar también puede incluir aditivos convencionales, como mejoradores, colorantes, humectantes (como glicerol y propilenglicol) y saboreantes (como azúcar, regaliz y cacao).
- 45 El material de carbono poroso puede estar incorporado en el material de fumar.
- 50 Preferiblemente, el artículo de fumar comprende un filtro, y el material de carbono poroso está incorporado en el filtro.
- 55

Un filtro de humo para un artículo de fumar comprende un material de carbono poroso de la invención. El filtro de humo puede estar en forma de soporte de un artículo de fumar, como un cigarrillo o soporte de cigarro, o se puede producir como punta del filtro para su incorporación en un artículo de fumar.

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

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

Los artículos de fumar preferidos son cigarrillos, que comprenden un cilindro de tabaco, una envoltura y un filtro, estando incorporado en el filtro el material de carbono poroso.

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

Para que la invención pueda ser mejor comprendida, a continuación se describen realizaciones preferidas de aquélla, sólo a modo de ejemplo, en las que se hará referencia a las siguientes figuras:

La figura 1, que es una gráfica.

La figura 2, que es una gráfica.

20 La figura 3, que es una gráfica.

La figura 4a, que es una gráfica.

La figura 4b, que es una gráfica.

La figura 4c, que es una gráfica.

25

La figura 4d, que es una gráfica.

La figura 4e, que es una gráfica.

La figura 4f, que es una gráfica.

30 La figura 4g, que es una gráfica.

La figura 4h, que es una gráfica.

La figura 4i, que es una gráfica.

La figura 4j, que es una gráfica.

35 La figura 4k, que es una gráfica.

La figura 5, que es una gráfica.

La figura 6, que es una gráfica.

La figura 7, que es una representación esquemática de un artículo de fumar.

40 La figura 8, que es una representación esquemática de un artículo de fumar.

5 Con referencia a la figura 1, se prepararon muestras de resinas orgánicas mezclando 100 partes en peso de las resinas de novolaca de fenol-formaldehído disponibles comercialmente y especificadas en la tabla 1 con etilenglicol (formador de poros) en las proporciones indicadas en la tabla 1, a temperatura elevada y agitando para favorecer la formación de una solución transparente, cuya temperatura se estabilizó después a 65-70°C. Se añadió después hexametilentetramina ("hexamina") como agente reticulante en las proporciones indicadas en la tabla 1. La mezcla agitada resultante se calentó después a la temperatura y durante el tiempo especificados.

10 Los tipos comerciales de resinas de novolaca usada fueron J1058F, disponible de Hexlon Specialty Chemicals Inc. (antes Borden Chemicals Inc.), con un Mw de aproximadamente 2.400 y que contenía 5% en peso de hexametilentetramina, TPR210 con un Mw de aproximadamente 1.030 y que contenía ácido salicílico para catalizar la reticulación y J1089F con un Mw de aproximadamente 1.110.

15 En cada caso, se vertió la solución viscosa resultante en forma de corriente, agitando, 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 al calentar más se produjo la reticulación a aproximadamente 115-120°C. Se calentó más a una velocidad de aproximadamente 0,5°C por minuto para completar la reacción. Después de enfriar, las perlas de resina resultantes se filtraron del aceite y se lavaron varias veces con agua caliente para eliminar la mayor parte del etilenglicol y una pequeña cantidad (menos de 5% del total) de polímero de peso molecular bajo. La resina esférica porosa resultante, que contenía agua, aceite residual, formador de poros residual y fracción de peso molecular bajo, se carbonizó calentando a 800°C produciéndose material esférico de carbono poroso. Después el material de carbono se activó con vapor de agua recalentado o con dióxido de carbono para conseguir la pérdida de peso o "pérdida al fuego" indicada en la tabla 1.

Tabla 1

Ejemplo número	Etilenglicol (partes en peso)	Hexamina (partes en peso)	Novolaca (100 partes en peso)	Condiciones de la activación
1	200	15	J1058F	Vapor de agua a 850°C
2	200	11	J1058F	34% (CO ₂ + modificación en aire)
3	200	11	J1058F	34% (CO ₂)
4	200	11	J1058F	38% (CO ₂)
5	200	11	J1058F	34% (CO ₂)
6	300	11	J1058F	33% (CO ₂)
7	200	15	J11058F	37% (CO ₂)
8	400	11	J1058F	36% (CO ₂ + modificación en aire)
9	400	11	J1058F	36% (CO ₂)
10	600	11	J1058F	36% (CO ₂)
11	200	11	J1058F	53% (CO ₂)
12	400	11	J1058F	37% (CO ₂)
13	400	11	J1058F	37% (CO ₂ + modificación en aire)

25 Las perlas resultantes tenían duración alta e índice de atrición muy bajo comparadas con carbono obtenido de cáscara de coco. En particular, cuando se manejan físicamente, las perlas tenían poco o ningún efecto de ensuciar las manos cuando se frotaban y cuando se agitaban físicamente formaban muy poco polvo. Las perlas tenían también excelentes características de fluidez, haciendo la forma esférica de las perlas que el material fluyera fácilmente y que formara montones más planos, esto es, pilas cónicas con un ángulo de bajada, o ángulo de reposo, mucho menor que carbono natural.

Con fines comparativos, se prepararon dos muestras más de material de carbono (ejemplos comparativos B y C) mediante una técnica similar a la descrita antes, usando los ingredientes y condiciones de activación indicadas en la tabla 2. Con fines comparativos (ejemplo comparativo A) se usó también una muestra de carbón vegetal de coco disponible comercialmente, calidad 208C.

5

Tabla 2

Ejemplo	Formador de poros	Agente reticulante	Resina	Condiciones de la activación
B	Etilenglicol (100 partes en peso)	Hexamina (100 partes en peso)	Novolaca J1058F (100 partes en peso)	36% CO ₂
C	Agua			27% CO ₂
A	Carbón vegetal activado de coco calidad 208C			

10 Las figuras 1 a 3 muestran la distribución del tamaño de los poros, determinada por porosimetría de mercurio, de los materiales de carbono poroso de los ejemplos 3 y 9 y del ejemplo comparativo A (carbón vegetal de coco). En cada gráfica, 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, en escala logarítmica, el diámetro de los poros en nanómetros (nm) en el intervalo de 5 nm – 1x10⁶ nm. El pico del lado izquierdo de cada gráfica lo causa la intrusión de mercurio en los espacios vacíos entre partículas individuales de la muestra. Los picos hacia el lado derecho de la gráfica los causa la intrusión de mercurio en los micro-, meso- y macroporos.

15 Las figuras 4a-k muestran la distribución del tamaño de los poros de las muestras del material, determinada por adsorción de nitrógeno. En estos dibujos, se representa gráficamente el tamaño medio de los poros en Angstroms en escala logarítmica en el eje de abscisas frente a un valor indicativo del número de poros de un tamaño particular obtenido por estudios de adsorción de nitrógeno, que es el diferencial del volumen de poros con respecto al logaritmo del tamaño de poros (dV/dlogR).

20 En la tabla 3 se muestran la superficie específica BET y la porosidad de los materiales de carbono poroso activado descritos en las tablas 1 y 2, y en la tabla 4 se muestran las propiedades correspondientes de las muestras comparativas A, B y C. Las superficies específicas BET se calcularon usando el método BET en un intervalo de presión parcial de nitrógeno (P/P₀ N₂) de 0,07-0,3. Las figuras muestran la adsorción de nitrógeno como cantidad de nitrógeno en mililitros adsorbida bajo condiciones ambiente por gramo de muestra de carbono a una presión relativa de nitrógeno (P/P₀) de 0,98, pero normalizada por el peso específico del nitrógeno líquido a la temperatura correspondiente.

25

Tabla 3

Ej.	Tamaño de las perlas (µm)	Superf. especif. BET (m ² /g)	Adsorc. de N ₂ (cm ³ /g)	Dens. apar. (g/cm ³)	Volumen total de poros (por N ₂) (cm ³ /g)	Volumen de mesoporos (por N ₂) (cm ³ /g)	Volumen de microporos (por N ₂) (cm ³ /g)	Microporos (%) (por N ₂)	Mesoporos (%) (por N ₂)
1	250-500	918	1,05		1,26	0,66	0,60	47,62	53,38
2	250-500	1.077	1,04	0,41	1,30	0,58	0,72	55,38	44,62
3	250-500	1.094	1,09	0,41	1,35	0,62	0,73	54,07	45,93
4	250-500	1.155	1,16	0,59	1,41	0,66	0,75	53,19	46,81
5	150-250	1.057	1,14	0,39	1,42	0,68	0,74	52,11	47,89

Ej.	Tamaño de las perlas (µm)	Superf. especif. BET (m ² /g)	Adsorc. de N ₂ (cm ³ /g)	Dens. apar. (g/cm ³)	Volumen total de poros (por N ₂) (cm ³ /g)	Volumen de mesoporos (por N ₂) (cm ³ /g)	Volumen de microporos (por N ₂) (cm ³ /g)	Microporos (%) (por N ₂)	Mesoporos (%) (por N ₂)
6	250-500	1.165	1,25	0,27	1,51	0,73	0,78	51,66	48,34
7	250-500	1.057	1,23	0,36	1,51	0,79	0,72	47,68	52,32
8	250-500	1.203	1,27	0,23	1,53	0,72	0,81	52,94	47,06
9	250-500	1.230	1,36	0,23	1,62	0,79	0,83	51,23	48,77
10	250-500	1.139	1,37	0,25	1,62	0,87	0,75	46,30	53,70
11	250-500	1.466	1,48	0,33	1,68	0,84	0,84	50,00	50,00
12	500-1.000	1.085	1,44	0,22	1,73	0,96	0,77	44,51	55,49
13	500-1.000	1.186	1,60	0,20	1,86	1,08	0,78	41,94	58,06

Tabla 4

Ej.	Tamaño de las perlas (µm)	Superf. especif. BET (m ² /g)	Adsorc. de N ₂ (cm ³ /g)	Dens. apar. (g/cm ³)	Volumen total de poros (por N ₂) (cm ³ /g)	Volumen de mesoporos (por N ₂) (cm ³ /g)	Volumen de microporos (por N ₂) (cm ³ /g)	Microporos (%) (por N ₂)	Mesoporos (%) (por N ₂)
A		996	0,55	0,5	0,78	0,04	0,74	94,87	5,13
B	250-500	1.040	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 más detalles de la distribución del tamaño de los poros de los ejemplos 2, 3, 4, 7,8, 9, 12 y 13 y de los ejemplos comparativos A y C.

Tabla 5

Ejemplo número	Distribución del tamaño de poros (por adsorción de N ₂) (% del volumen total de poros por tamaño de poros)			
	>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

Ejemplo número	Distribución del tamaño de poros (por adsorción de N ₂) (% del volumen total de poros por tamaño de poros)			
	>10 nm	5-10 nm	2-5 nm	<2 nm
8	39,87	3,92	7,84	48,37
9	42,59	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	1,28	7,69	89,74
C	31,11	1,11	5,56	62,22

- 5 Por las tablas anteriores y las figuras 1-4a-k se puede ver que los materiales de carbono de la invención tienen una distribución del tamaño de los poros que se extiende por los intervalos de micro-, meso- y, a veces, macroporos. Aunque la adsorción de nitrógeno no se puede usar para estimar volúmenes de macroporos, la presencia de volúmenes significativos de macroporos indica la pendiente positiva de la curva de distribución del tamaño de los poros hacia el extremo superior del intervalo de medición de la adsorción de nitrógeno, como se ve en los ejemplos 8 (figura 4f), 9 (figura 4g), 10 (figura 4e), 12 (figura 4g) y 13 (figura 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, por las mediciones de adsorción de nitrógeno, que hay un mínimo claro en la distribución del tamaño de los poros de los materiales de carbono de los ejemplos de la invención, en cada caso en el intervalo de 2-10 nm. Dentro de este intervalo los mesoporos suponen menos del 20% de los volúmenes combinados de meso- y microporos, usualmente menos del 15% y más frecuentemente menos del 10% del volumen combinado.
- 15 Se ensayó el efecto de los materiales de los ejemplos sobre el humo del tabaco preparando cigarrillos estándar que comprendían un cilindro de tabaco americano, del tipo de mezcla, envueltos por papel y un filtro de 27 mm de longitud conectado al cilindro por un papel de unión. Cada filtro estaba compuesto por dos tacos de acetato de celulosa separados por una cavidad de 3-5 mm que contenía una muestra de 60 mg del material, regulándose la longitud de la cavidad para acomodar la muestra de forma ajustada. Los cigarrillos se fumaron hasta 3 mm del extremo del papel de unión en una máquina convencional de fumar cigarrillos de acuerdo con el régimen estándar de fumar ISO. Los niveles de compuestos de carbonilo volátiles se estimaron atrapando toda la corriente principal de humo de cada cigarrillo en 2,4-dinitrofenilhidrazina estabilizada con un tampón y analizando los componentes aldehídicos por cromatografía líquida (HPLC) con un sistema de detección ultravioleta. Los niveles de componentes de la fase de vapor del humo se estimaron pasando la corriente principal de humo a través de un filtro Cambridge de 44 mm para eliminar material en partículas, recogiendo la fase de vapor del humo en una bolsa Tedlar 31 y analizando el vapor por GCMS. Los niveles de cianuro de hidrógeno (HCN) en el humo se estimaron atrapando toda la corriente principal de humo en una solución acuosa de hidróxido sódico y sometiendo la solución a análisis de flujo continuo. Se repitió cada ensayo en cuatro muestras y se calculó en cada caso las medias. En 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
- 25
- 30 La tabla 6 resume los resultados analíticos para 1,3-butadieno y cianuro de hidrógeno (HCN). Para comparar los comportamientos con respecto a carbón vegetal de coco, los resultados de cada muestra se normalizaron con respecto a los resultados del carbón vegetal de coco. Los datos normalizados se representan gráficamente en las figuras 5 y 6, que son gráficas de dispersión que representan el porcentaje de reducción de 1,3-butadieno y HCN, normalizado con respecto al carbón vegetal de coco del ejemplo comparativo A, frente al volumen total combinado de meso- y microporos, y el % de volumen de microporos respectivamente.
- 35

Tabla 6

Ejemplo número	Reducción de 1,3-butadieno con respecto al control (%)	Reducción de 1,3-butadieno normalizada al ejemplo A (%)	Reducción de HCN con respecto al control (%)	Reducción de HCN normalizada 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 por los datos y las figuras 5 y 6, los materiales de carbono de la invención, con mayores volúmenes totales de poros y mayores proporciones de volúmenes de mesoporos que el carbón vegetal de coco, se comportaron significativamente mejor en cuanto a absorción de HCN y, especialmente de 1,3-butadieno, del humo del tabaco.
- Los materiales ensayados mostraron características de adsorción similares con respecto a los ejemplos A, B y C, de acroleína, aldehído propiónico, aldehído crotonico, metil etil cetona y aldehído butírico.
- 10 La tabla 7 resume las propiedades de otras cinco muestras de materias de carbono de acuerdo con la invención en forma de microperlas (ejemplos 14-18), junto con dos ejemplos comparativos, también en forma de microperlas con el mismo intervalo de tamaño de partículas (ejemplos D y E). Todas las perlas tenían un tamaño de partículas en el intervalo de 250-500 μm .
- 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-aminofenol y formaldehído en presencia de agua como formador de poros, pero las perlas se sometieron a una activación más intensa en dióxido de carbono para conseguir una superficie específica mayor. Como los mesoporos forman una proporción relativamente baja del volumen combinado de meso- y microporos de esta muestra, su densidad aparente también es baja, lo cual indica que un volumen significativo de poros son macroporos pequeños no detectados por adsorción de nitrógeno.
- 20 El material de carbono del ejemplo 15 se preparó carbonizando un polímero disponible comercialmente de estireno y divinilpirrolidona (SDP) y activando en dióxido de carbono.

El material de carbono del ejemplo 16 se preparó a partir de 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 agente reticulante alguno. El polímero resultante se lavó, carbonizó y activó después en dióxido de carbono para conseguir 40% de pérdida al fuego.

5 El material de carbono del ejemplo 17 se preparó a partir de 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 una pérdida al fuego de 36%.

10 El material de carbono del ejemplo 18 se preparó a partir de una resina de fenol-formaldehído (PF) de una manera similar a la del ejemplo 17, usando 150 partes en peso de etilenglicol. Igual que el material del ejemplo 14, los mesoporos forman una proporción relativamente baja del volumen combinado de meso- y microporos de esta muestra y también su densidad aparente es baja, lo cual indica que un volumen significativo de poros son macroporos pequeños no detectados por adsorción de nitrógeno.

15 El material de carbono del ejemplo comparativo D se preparó usando un polímero de estireno-vinilpirrolidona similar al usado en el ejemplo 15. El material resultante tenía un volumen combinado de micro- y mesoporos menor y una densidad relativamente alta.

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 tenía una proporción menor de volumen de mesoporos y una densidad mayor.

20 Se ensayaron los comportamientos de los materiales de carbono en reducir formaldehído, acetaldehído, 1,3-butadieno y HCN del humo del tabaco, usando los mismos procedimientos de ensayo antes descritos. Los resultados se indican también en la tabla 7. Los comportamientos se evaluaron como porcentaje de reducción de de los analitos en el humo del tabaco, normalizado con respecto a las reducciones correspondientes medidas usando carbón de cáscara de coco.

25 Se puede ver que los materiales de carbono de acuerdo con la invención se comportan mejor con respecto a carbón de cáscara de coco en la separación de por lo menos tres de los cuatro analitos del humo del tabaco ensayados y que los ejemplos comparativos se comportaron peor que el carbón de cáscara de coco en relación con los cuatro analitos.

Tabla 7

Ej.	Resina	S _{esp} BET (m ² /g)	Dens. apar. (g/cm ³)	V _{mesoporos} (cm ³ /g)	V _{microporos} (cm ³ /g)	V _{combin} (cm ³ /g)	V _{mesopros} (%)	Reducciones normalizadas (%)			
								Formal- dehído	Acetal- dehído	1,3- bta-	HCN
14	MAP	1.059	0,35	0,16	0,75	0,91	17,6	1,26	1,09	0,79	1,66
15	SVP	1.638	0,36	0,50	0,91	1,41	35,5	0,54	1,04	2,06	1,01
16	PF	1.055	0,25	0,90	0,57	1,47	61,2	2,00	1,62	2,71	1,54
17	PF	1.119	0,33	0,83	0,77	1,60	51,9	1,09	1,07	1,80	0,96
18	PF	1.075	0,30	0,05	0,97	1,02	4,90	1,42	1,42	2,26	1,08
D	SVP	1.048	0,51	0,22	0,64	0,86	25,6	0,52	0,48	0,40	0,69
E	PF	1.085	0,60	0,13	0,81	0,94	13,8	0,67	0,67	0,60	0,32

30 A continuación se describen realizaciones específicas de artículos de fumar y filtros de humo, sólo a modo de ejemplo y con referencia a las figuras 6 y 7, en las que la figura 6 es una vista lateral en alzado, parcialmente en sección longitudinal y parcialmente rota de un artículo de fumar y un filtro de humo.

La figura 7 es una vista similar a la figura 6 de un artículo de fumar con un filtro alternativo de humo.

35 En los dibujos, que no son a escala, características similares se dan con números de referencia iguales.

Con referencia a los dibujos, las figuras 7 y 8 ilustran artículos de fumar en forma de cigarrillos que tienen un cilindro 1 de tabaco envuelto en una envoltura 2 y unido a un filtro de humo 3 por medio de un papel de unión 4. Por claridad, el papel de unión 4 se muestra distanciado de la envoltura 2 pero, en realidad, están en contacto íntimo.

5 En la figura 7, el filtro de humo 3 comprende dos elementos de filtro cilíndricos 3a y 3b. El primer elemento de filtro 3a en el extremo de la boca del filtro es de 15 mm de longitud y está compuesto de estopa de acetato de celulosa impregnada con 7% en peso de triacetina (plastificante) que tiene una caída de presión manométrica de 25 mm de agua por toda su longitud. El segundo elemento de filtro 3b, situado adyacente al cilindro 1 es de 12 mm de longitud y tiene una caída de presión manométrica de 90 mm de agua por toda 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
10 activado de acuerdo con la invención distribuido uniformemente por todo su volumen en un estilo "dálmeta".

El cigarrillo mostrado en la figura 8 es similar al de la figura 7 excepto en que el filtro de humo 3 tiene tres elementos de filtro cilíndricos coaxiales 3a, 3b y 3c. El primer elemento de filtro 3a en el extremo de la boca del cigarrillo tiene 10 mm de longitud y está compuesto de estopa de acetato de celulosa impregnada con 7% en peso de triacetina (plastificante). El segundo elemento de filtro 3b situado adyacente al primer elemento de filtro 3a es una cavidad de 7 mm de longitud que contiene 100 mg de un material de carbono poroso activado de acuerdo con la invención. El
15 tercer elemento de filtro 3c adyacente al segundo elemento de filtro 3b tiene una longitud de 10 mm y comprende estopa de acetato de celulosa impregnada con 7% en peso de triacetina. Un anillo de orificios de ventilación 5 está formado en el papel de unión 4 en un plano radial A□□-A que aporta aire al segundo elemento de filtro 3b aproximadamente 3 mm corriente debajo de la unión con el tercer elemento de filtro 3c cuando se inhala humo a
20 través del cigarrillo.

En resumen, los ejemplos proporcionan un material de carbono poroso, adecuado para incorporarlo en filtros de humo de cigarrillos, que tiene una superficie específica BET de por lo menos 800 m²/g y una estructura de poros que incluye mesoporos y microporos. El volumen de los poros (medido por adsorción de nitrógeno) es por lo menos 0,9 cm³/g, y 15 a 65% del volumen de los poros son mesoporos. La estructura de los poros del material proporciona una
25 densidad aparente generalmente menor que 0,5 g/cm³. El material se puede producir carbonizando y activando resinas orgánicas y puede estar en forma de perlas para facilidad de manipulación. El material puede estar en forma de partículas con un tamaño medio de las partículas de 50 a 1.000 µm o puede tener una estructura monolítica.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un material de carbono poroso adecuado para usarlo en filtración de humo, en el que el material tiene una superficie específica BET de por lo 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 por lo menos $0,9 \text{ cm}^3/\text{g}$, de los que 15 a 65% son mesoporos, caracterizado porque:
- (a) el material de carbono poroso está en forma de partículas que tienen un tamaño medio de 50 a $1.000 \mu\text{m}$, o
 - (b) el material de carbono poroso es una estructura monolítica.
- 10 2. Un material de carbono poroso de acuerdo con la reivindicación 1, que tiene una estructura monolítica y tiene forma de elemento de filtro cilíndrico que tiene un paso axial que es capaz de permitir el flujo global de humo a través de aquél cuando el humo contacta con el material.
3. Un material de carbono poroso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que el volumen de los poros del material (medido por adsorción de nitrógeno) es por lo menos $1,0 \text{ cm}^3/\text{g}$ y 30 a 65% del volumen de los poros son mesoporos.
- 15 4. Un material de carbono poroso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, en el que menos del 20% del volumen de los poros del material son poros que tienen diámetros en el intervalo de 2-10 nm.
5. Un material de carbono poroso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el material tiene una densidad no mayor que $0,5 \text{ g}/\text{cm}^3$.
- 20 6. Un material de carbono poroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el material tiene una superficie específica BET de 900 a $1.300 \text{ m}^2/\text{g}$, y opcionalmente el material tiene una superficie específica BET de 1.000 a $1.250 \text{ m}^2/\text{g}$.
7. Un material de carbono poroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el volumen de los poros del material en microporos y mesoporos es $1,1$ a $2 \text{ cm}^3/\text{g}$.
8. Un material de carbono poroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que 35 a 55% del volumen de los poros son mesoporos.
- 25 9. Un material de carbono poroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 3 a 8, en el que el material está en forma de partículas y opcionalmente en forma de micropelotas.
10. Un material de carbono poroso de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el material tiene un tamaño medio de partículas de 50 a $700 \mu\text{m}$ y opcionalmente el material tiene un tamaño medio de partículas de:
- (a) de 150 a $250 \mu\text{m}$ o
 - (b) de 250 a $500 \mu\text{m}$.
- 30 11. Un material de carbono poroso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el material tiene una distribución D90/D10 del tamaño de partículas de por lo menos 10.
12. Un material de carbono poroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 u 11, en el que el material está sustancialmente exento de partículas menores que $10 \mu\text{m}$.
- 35 13. Un material de carbono poroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el material está compuesto de una resina orgánica carbonizada, que contiene opcionalmente nitrógeno.
14. Un material de carbono poroso de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la resina se produce condensando un componente nucleófilo con un agente reticulante electrófilo en presencia de un formador de poros, opcionalmente en el que:
- (a) el componente nucleófilo o el agente reticulante son un compuesto orgánico de nitrógeno,
 - (b) el componente nucleófilo comprende una resina de novolaca,
 - (c) el agente reticulante comprende hexametilentetramina, y/o
 - (d) el formador de poros comprende etilenglicol.
- 40

FIG. 1

Ejemplo A - Porosimetría (Hg)
Intrusión frente a diámetro de los poros

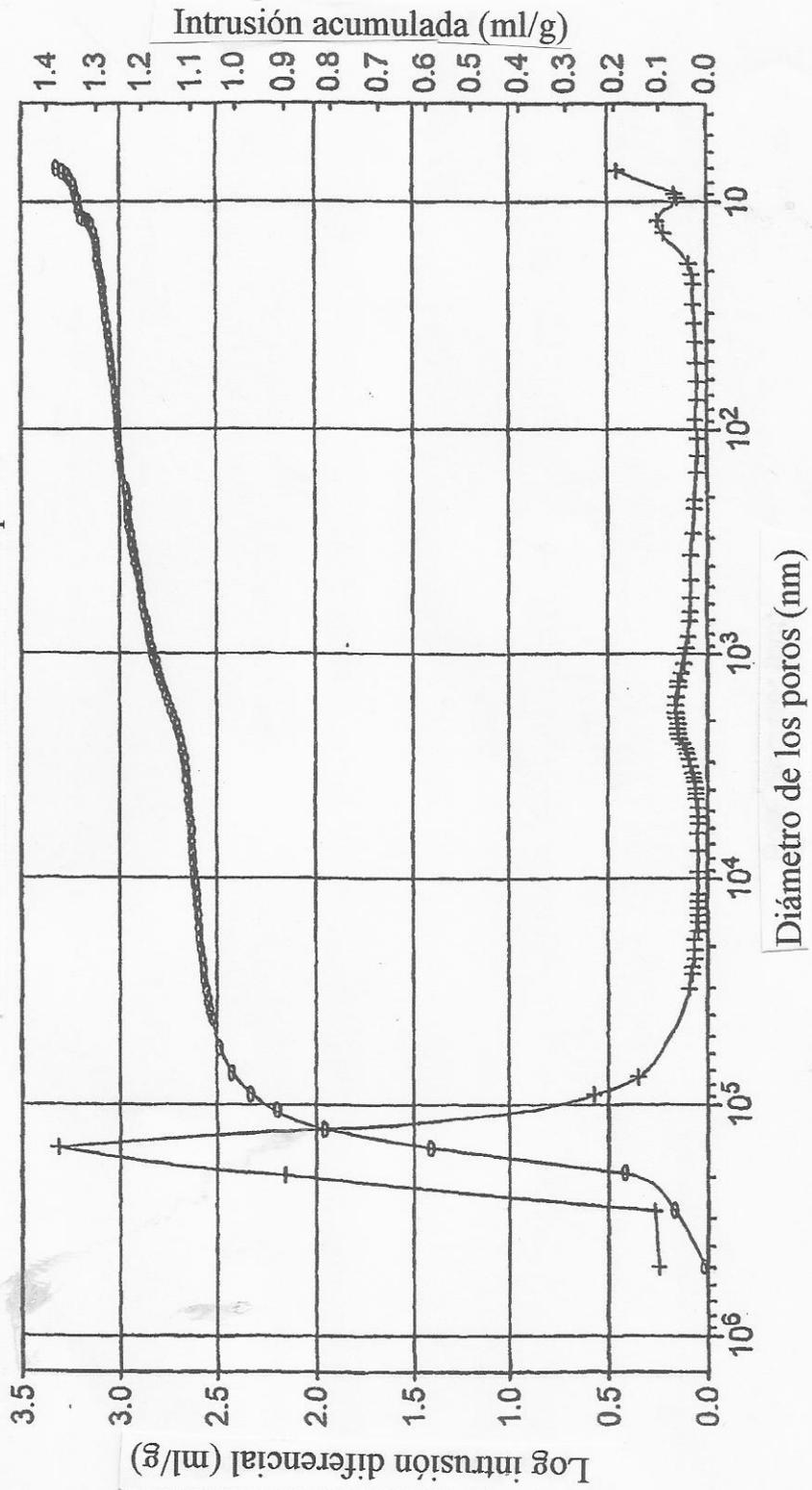


FIG. 2
 Ejemplo 3 - Porosimetría (Hg)
 Log intrusión diferencial frente a diámetro de los poros

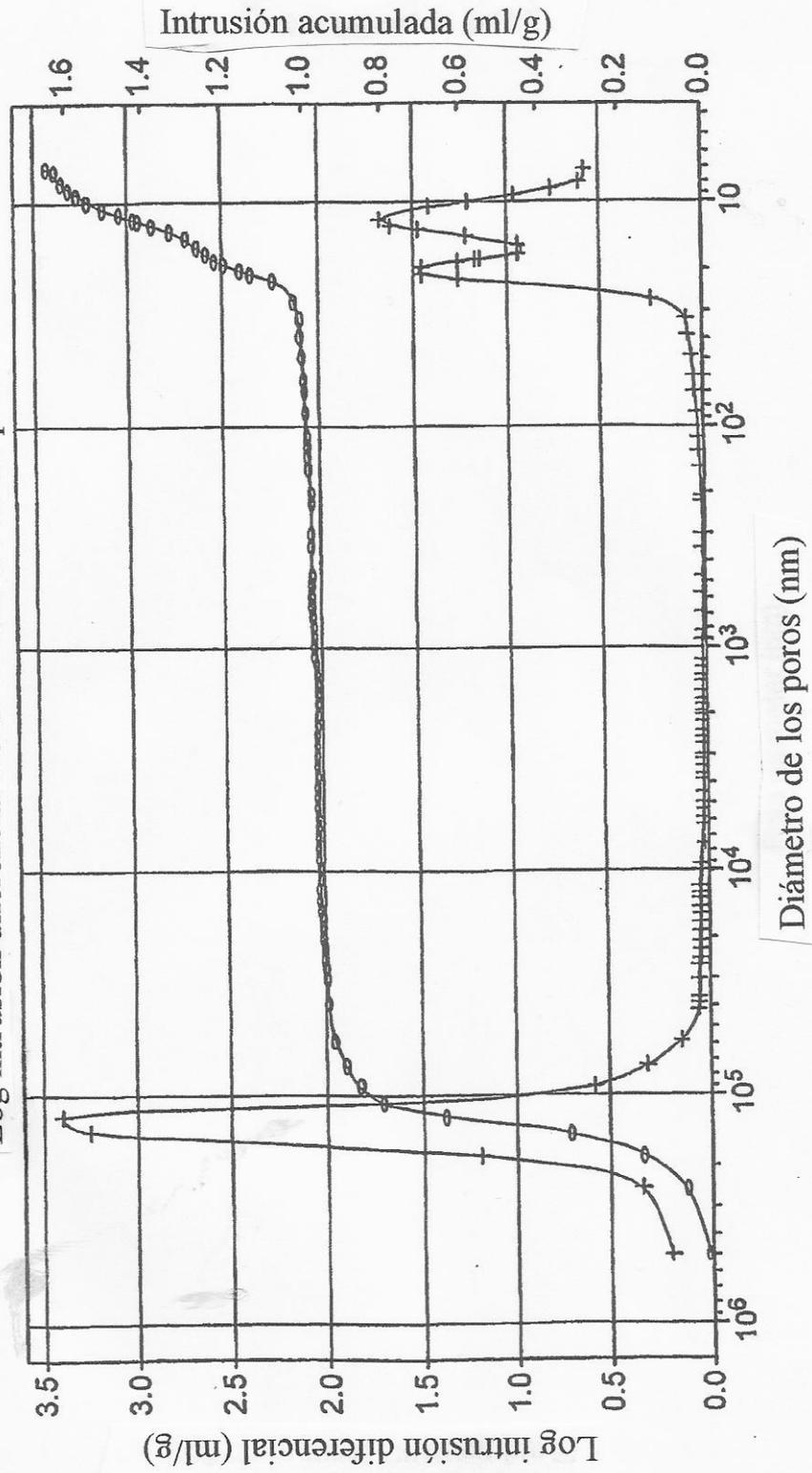


FIG. 3
Ejemplo 9 – Porosimetría (Hg)

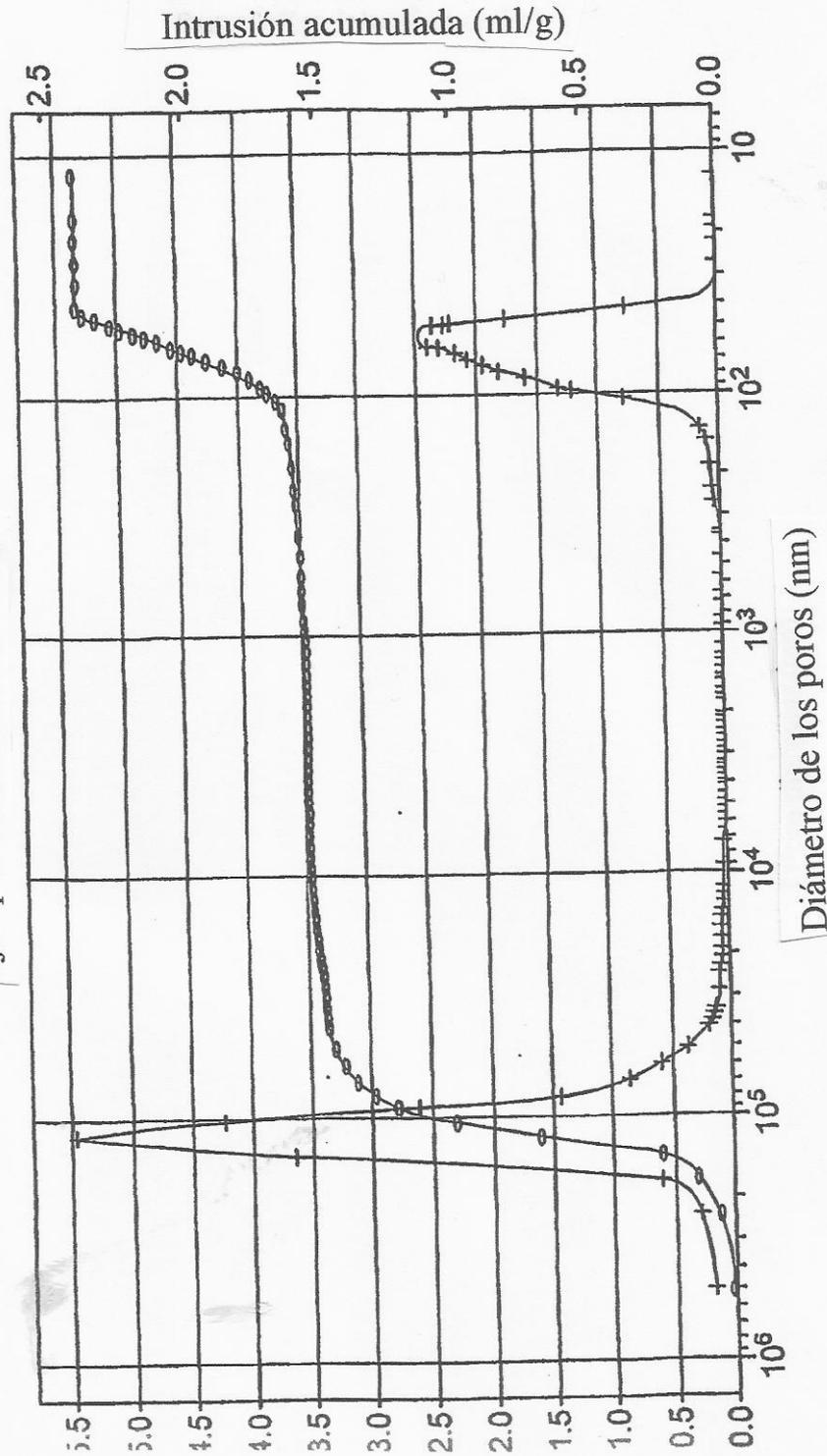


FIG. 4a

Distribución del tamaño de los poros de los ejemplos 1 y 7

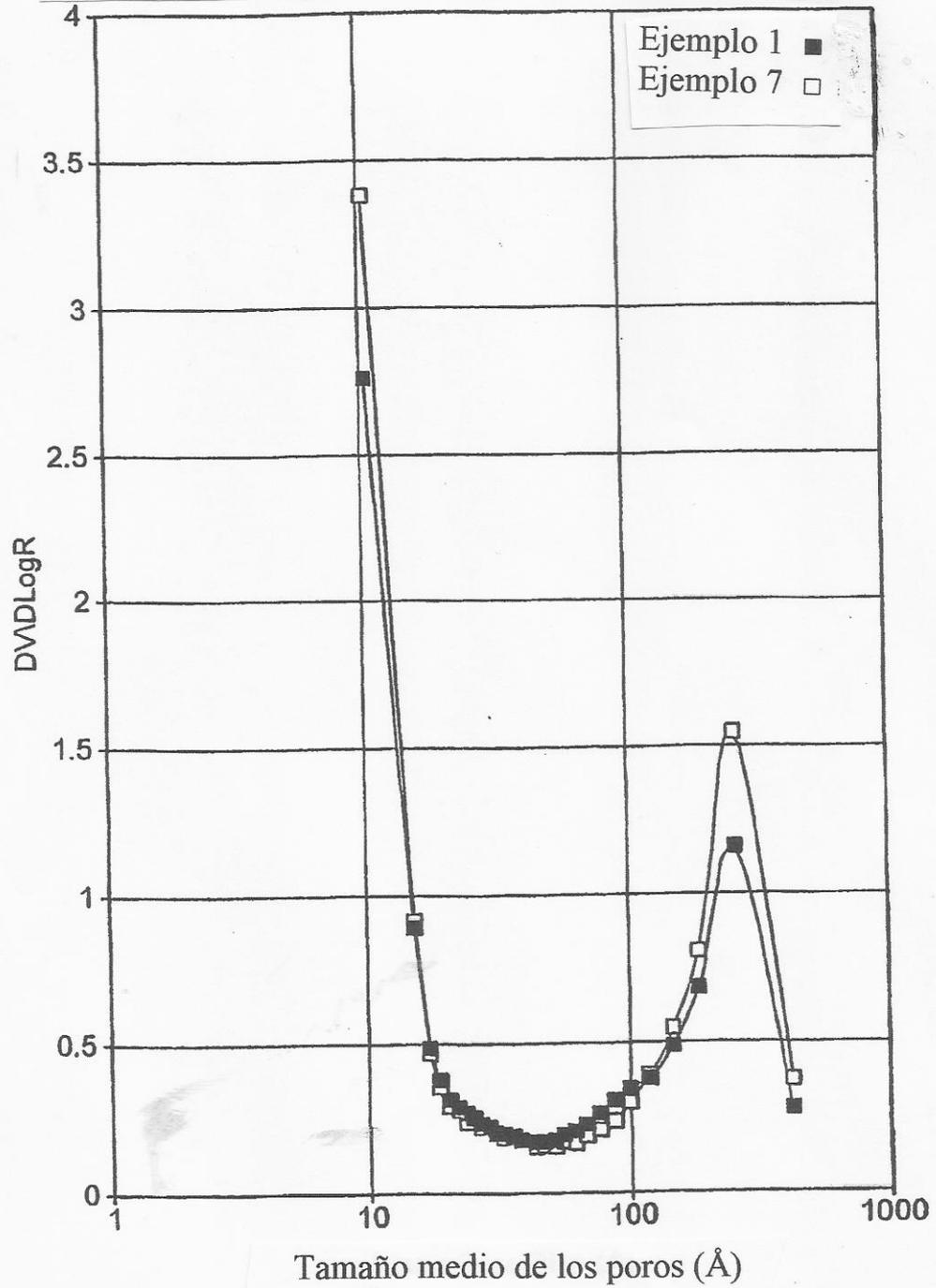


FIG. 4b

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo 2

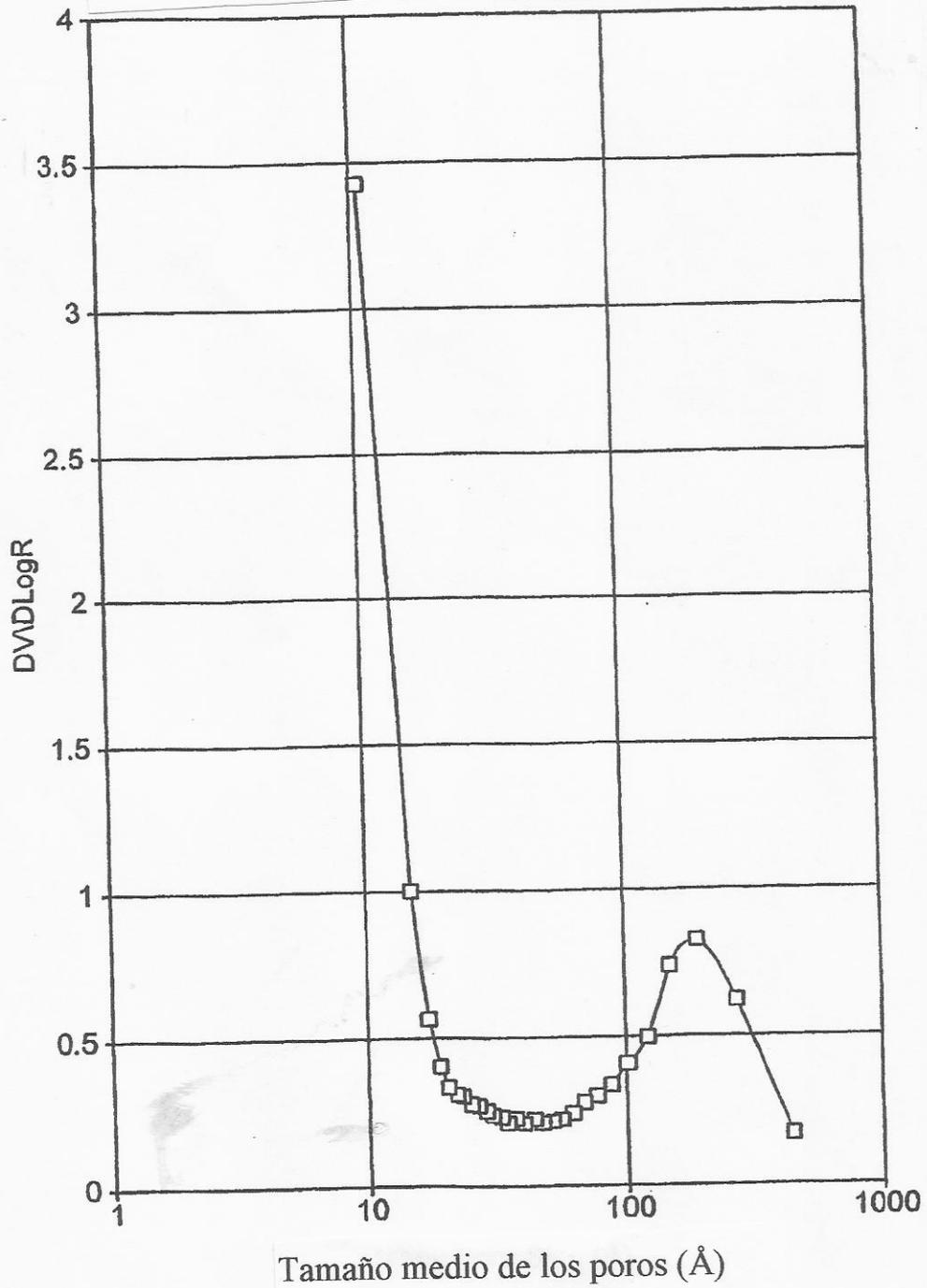


FIG. 4c

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo 3

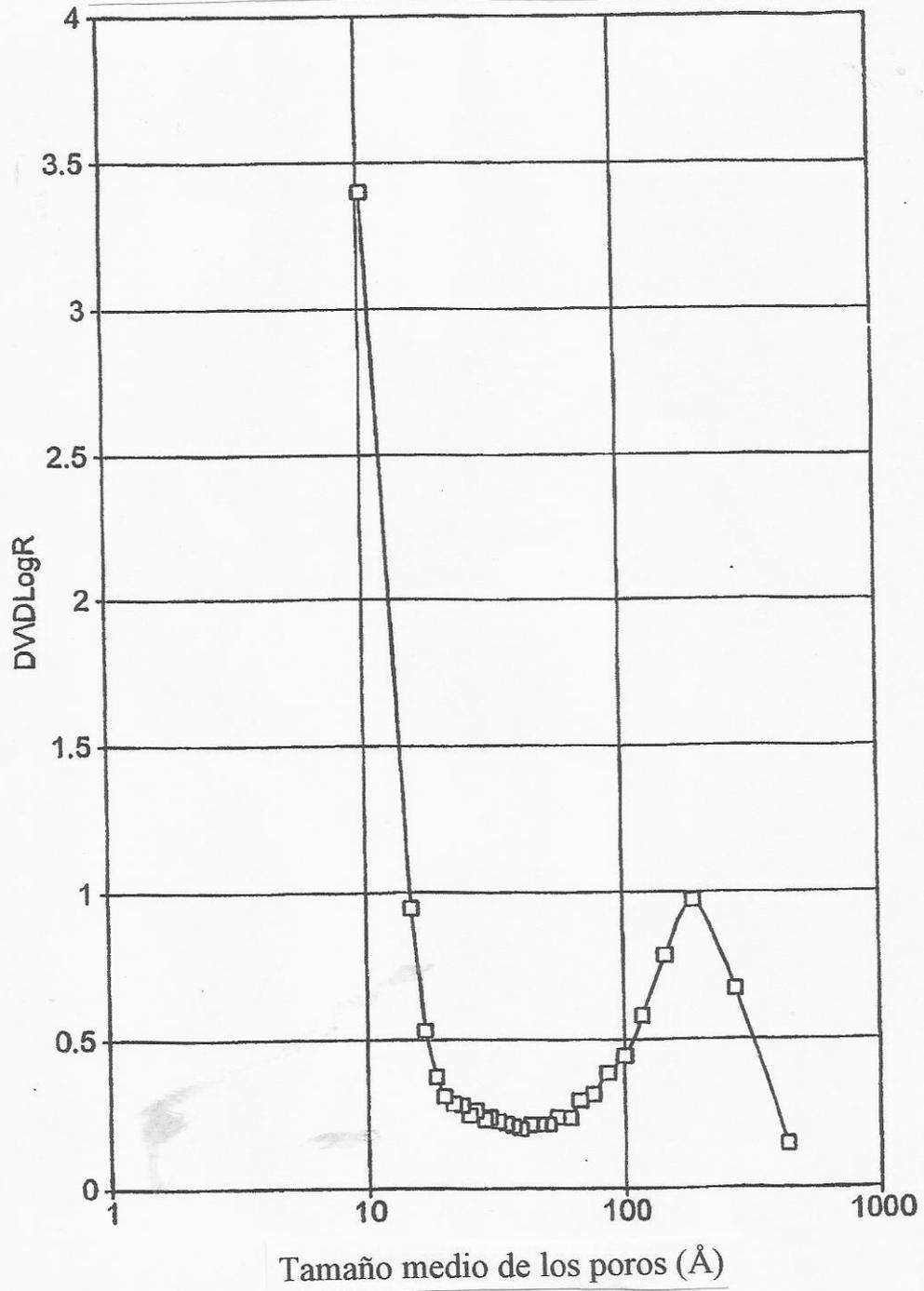


FIG. 4d

Distribución del tamaño de los poros de los ejemplos 4, 5 y 11

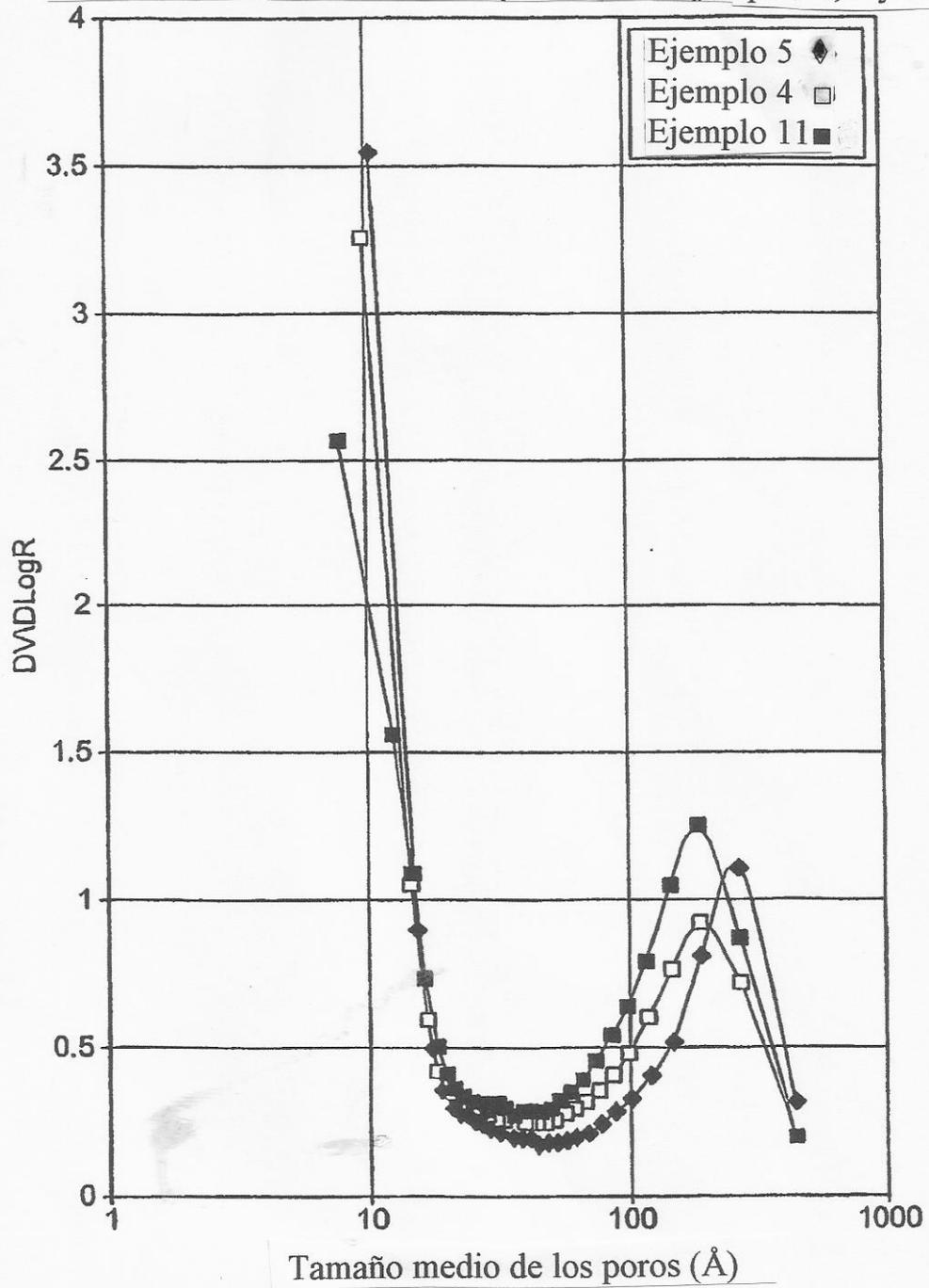


FIG. 4e

Distribución del tamaño de los poros de los ejemplos 8, 10 y B

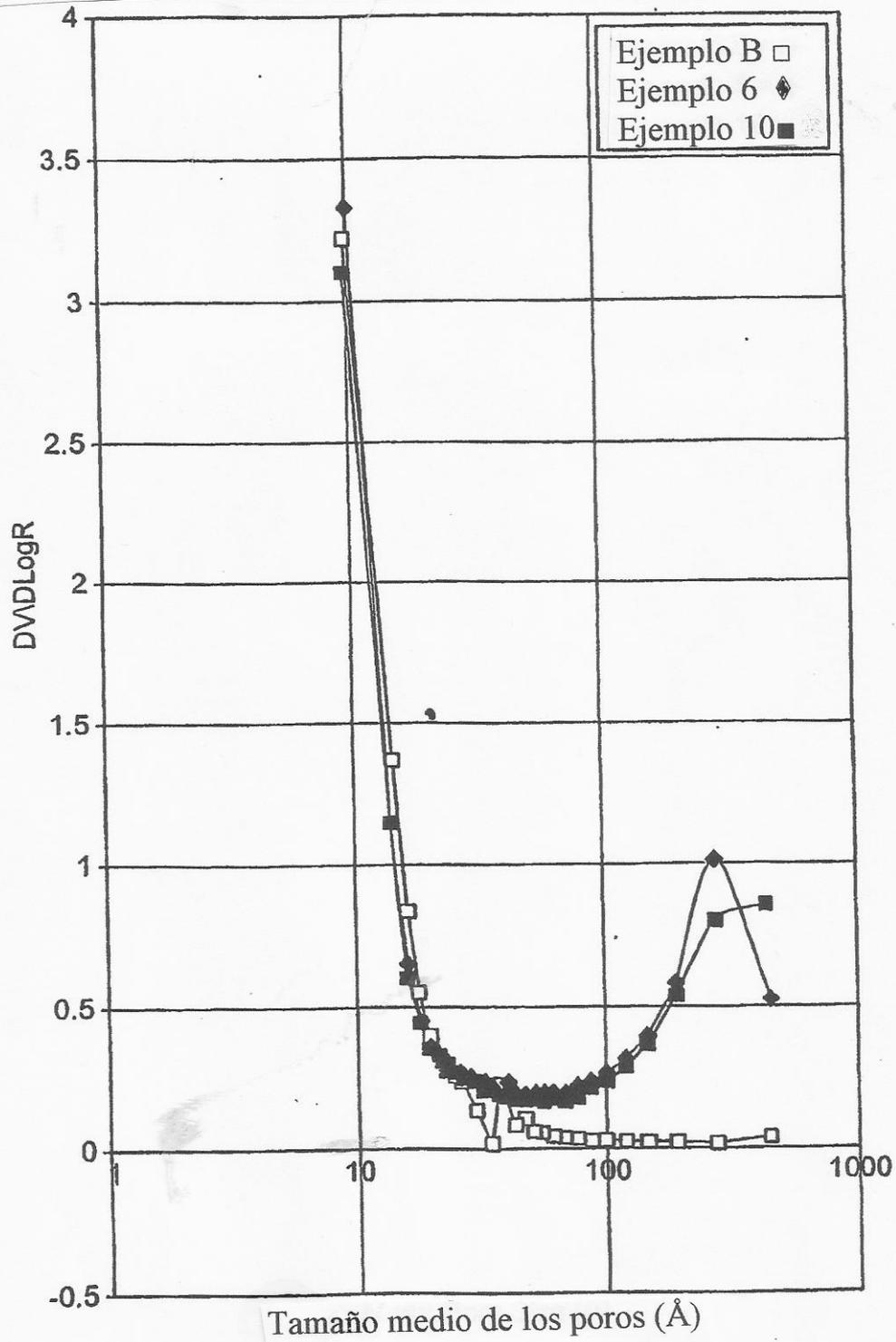


FIG. 4f

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo 8

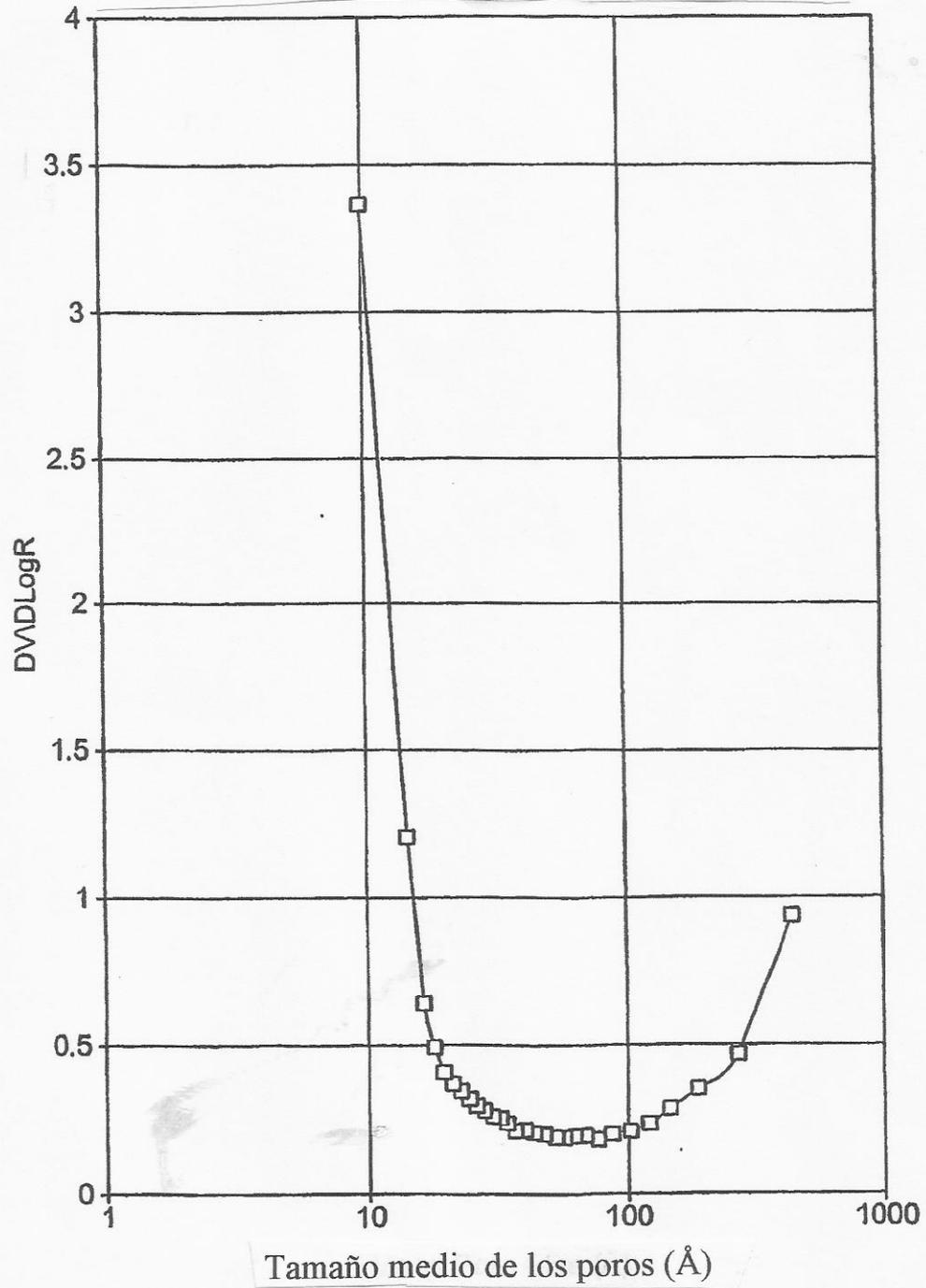


FIG. 4g

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo 9

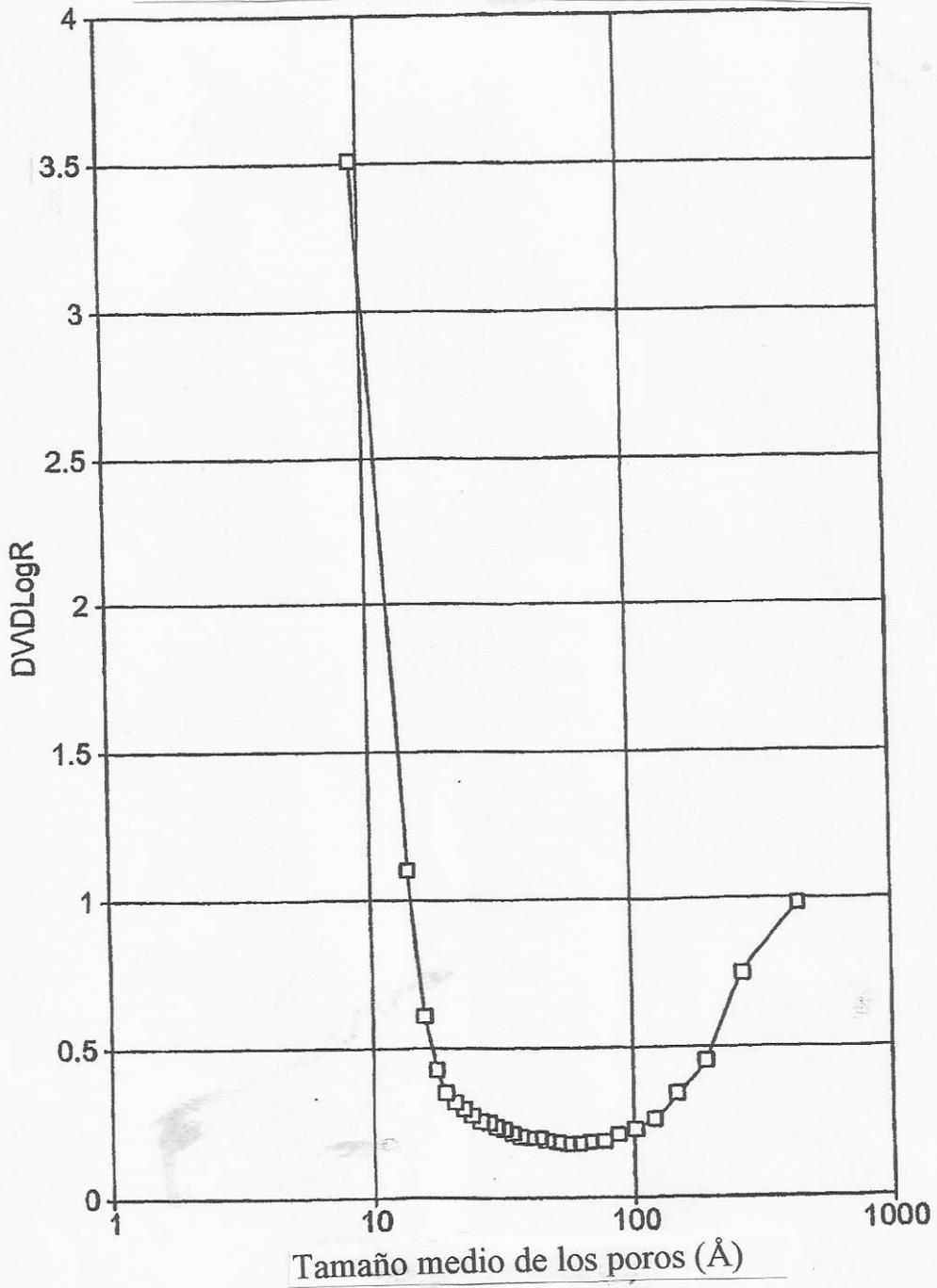


FIG. 4h

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo 12

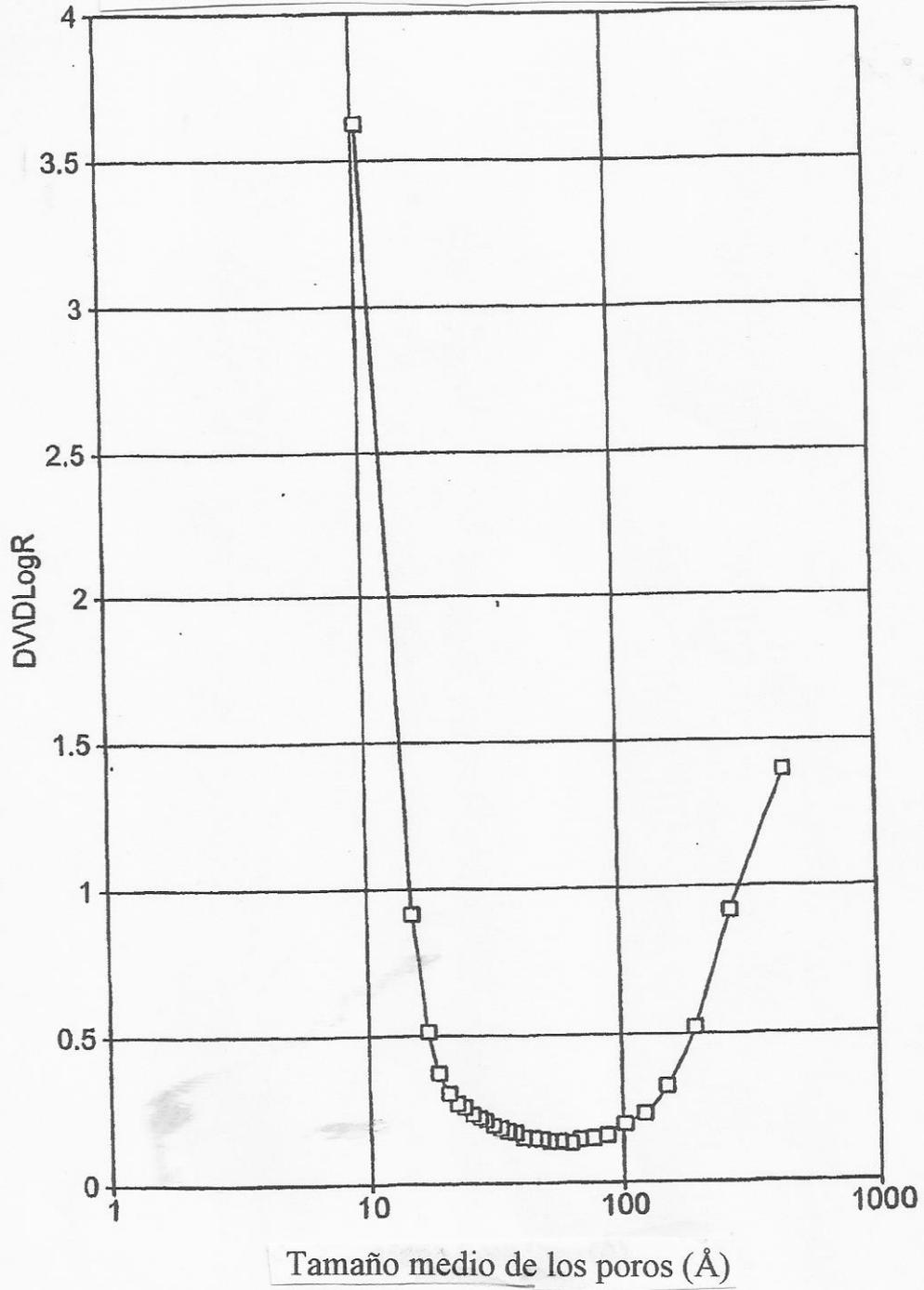


FIG. 4i

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo 13

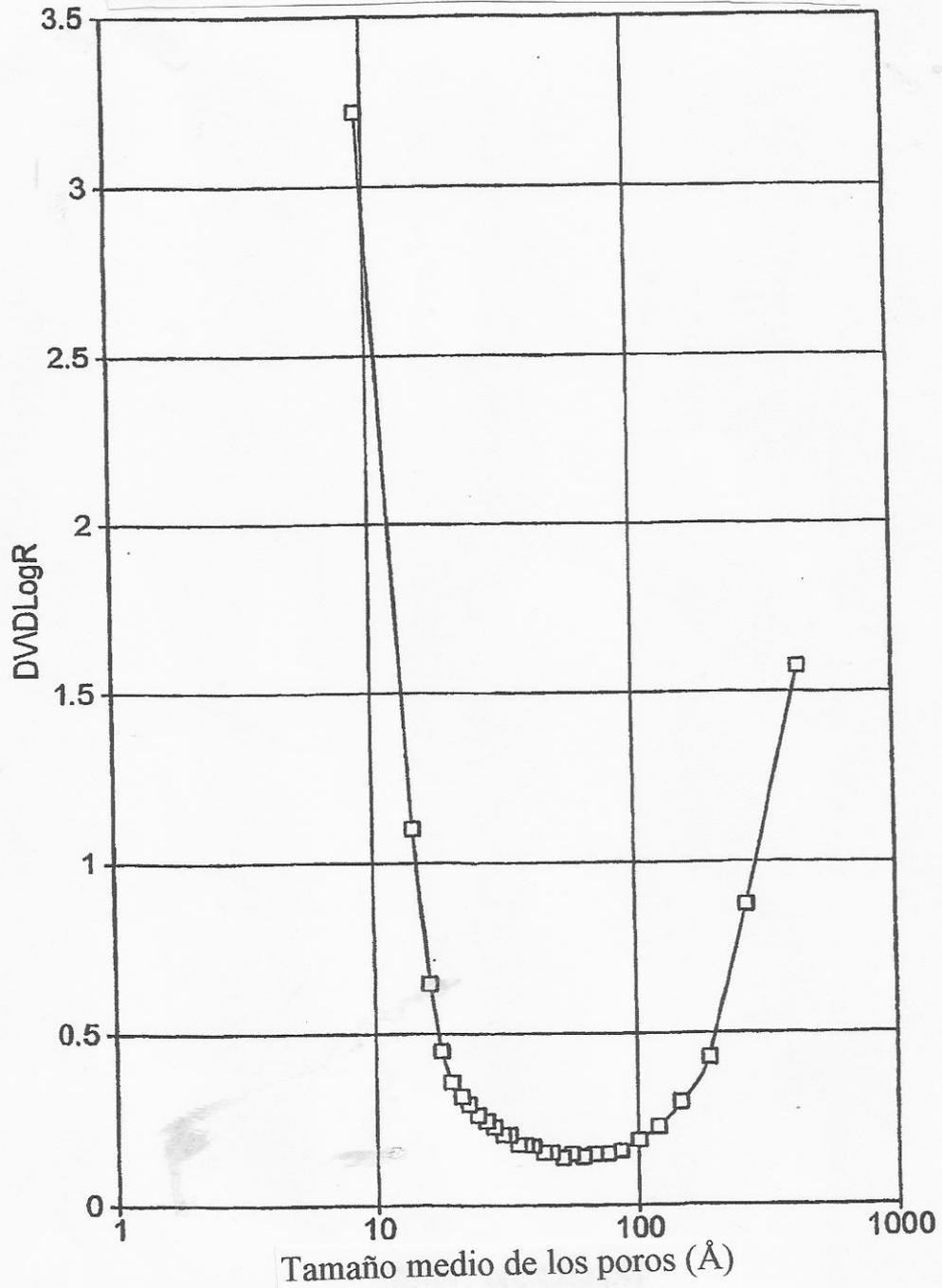


FIG. 4j

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo comparativo A

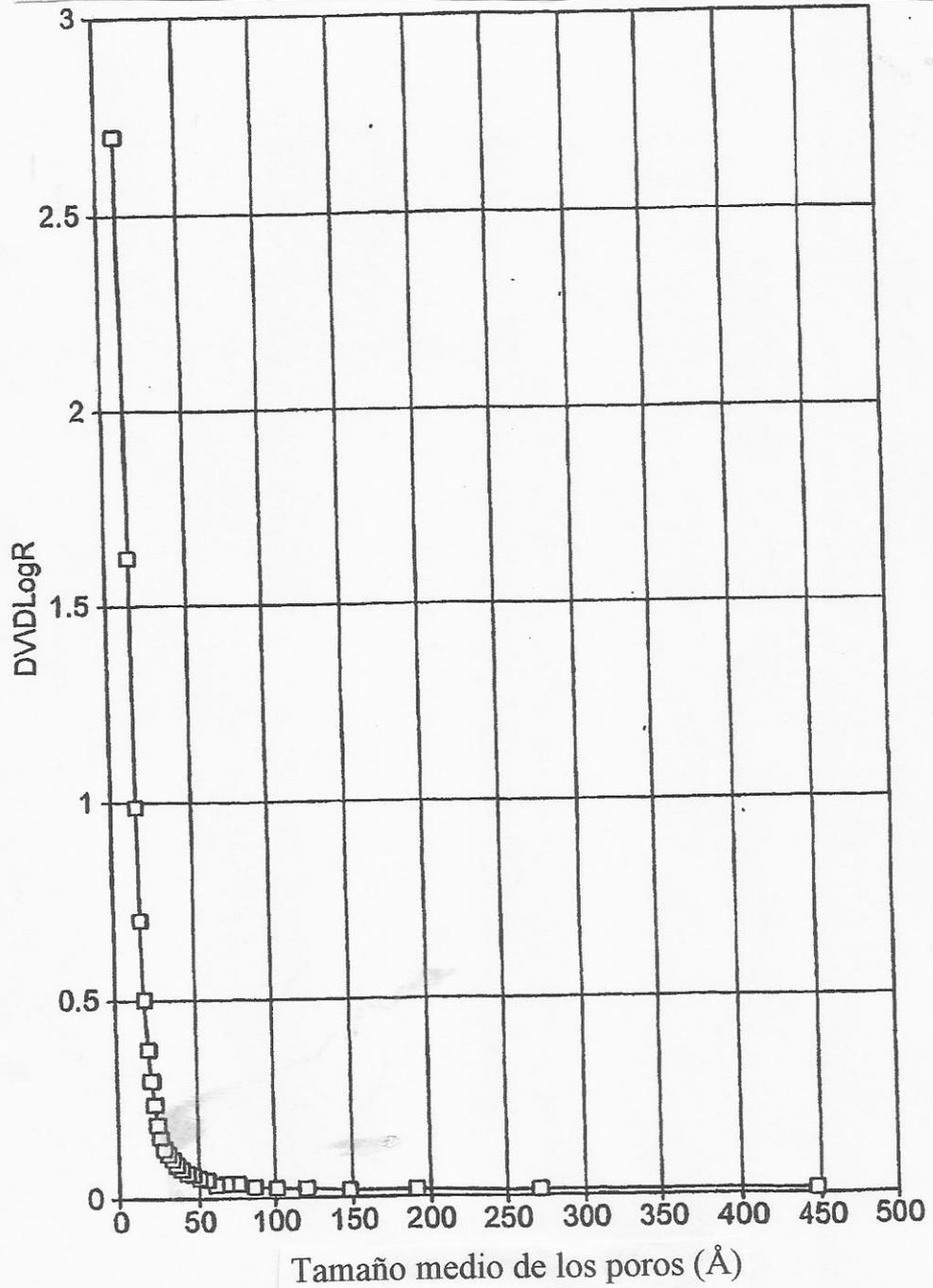


FIG. 4k

Distribución del tamaño de los poros del ejemplo comparativo C

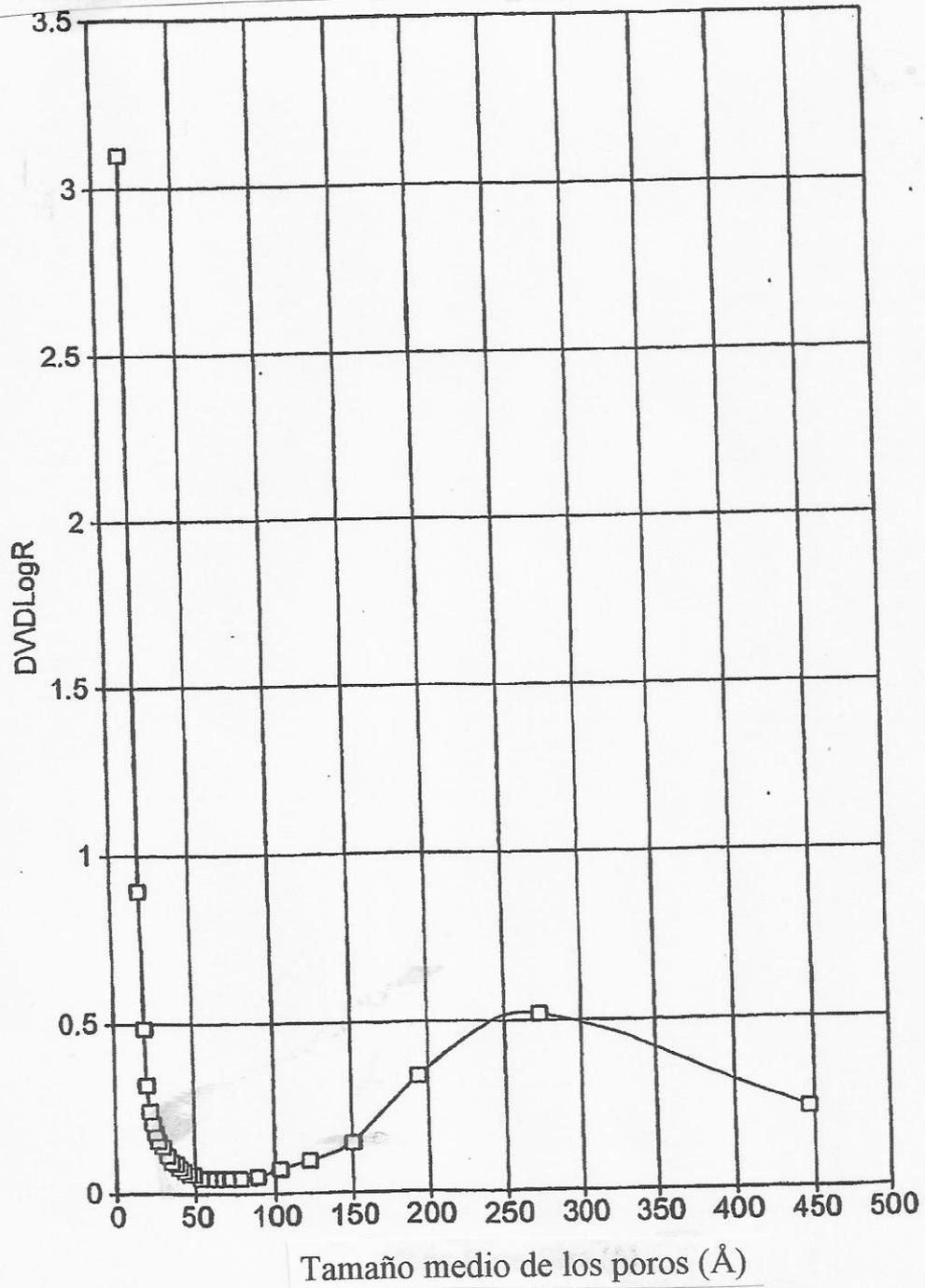


FIG. 5

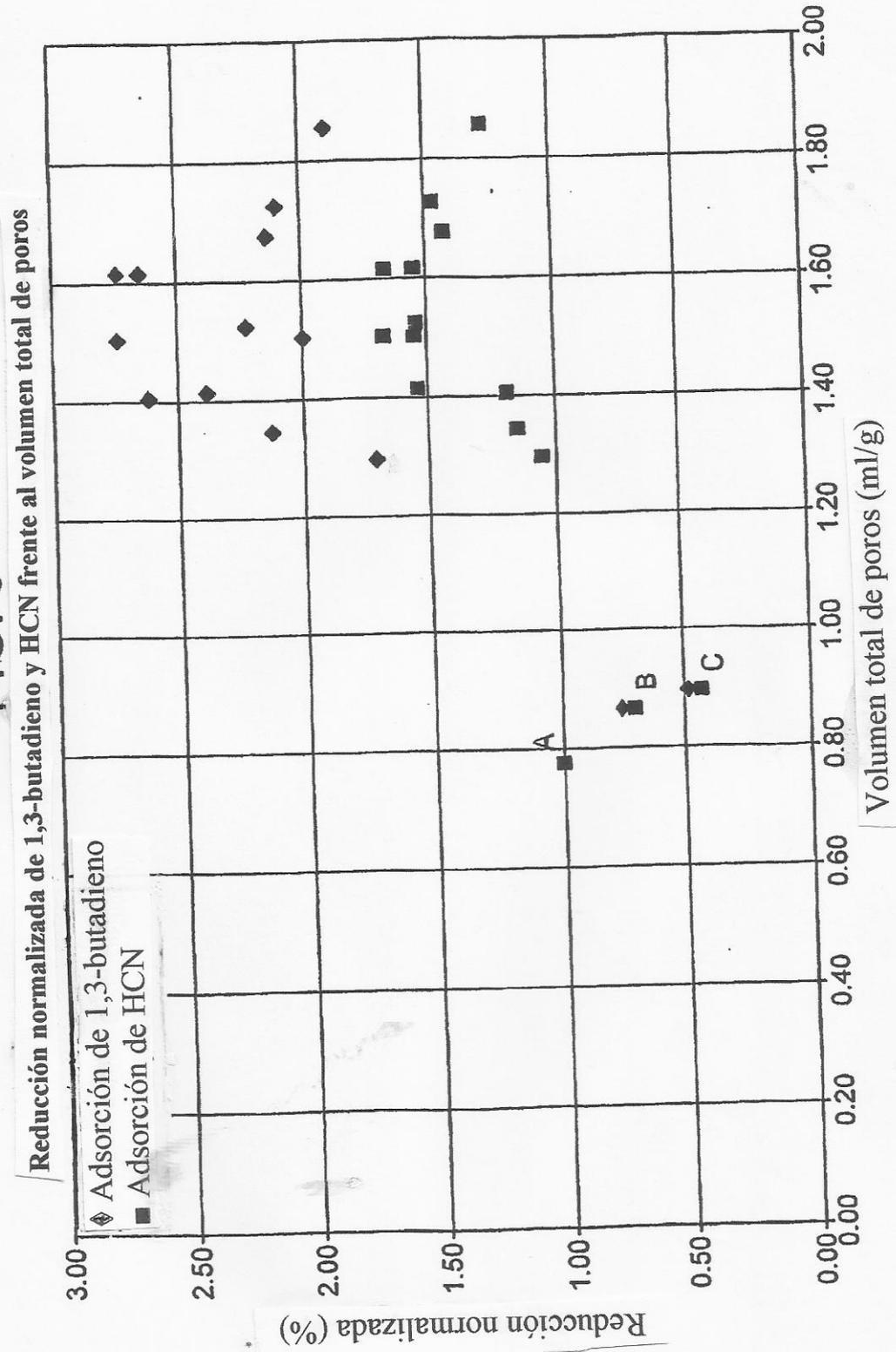


FIG. 6

