

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 551 698**

51 Int. Cl.:

A24D 3/14	(2006.01) B01J 20/28	(2006.01)
A24D 3/10	(2006.01) B01D 53/02	(2006.01)
A24D 3/16	(2006.01) B01J 20/02	(2006.01)
A24D 3/08	(2006.01)	
B01J 20/06	(2006.01)	
B01J 20/08	(2006.01)	
B01J 20/10	(2006.01)	
B01J 20/16	(2006.01)	
B01J 20/20	(2006.01)	
B01J 20/26	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.03.2009 E 09719869 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.08.2015 EP 2265137**

54 Título: **Material compuesto altamente cohesivo, método de preparación y usos, especialmente en filtros de cigarrillo**

30 Prioridad:

14.03.2008 FR 0801423

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

23.11.2015

73 Titular/es:

**RHODIA OPÉRATIONS (100.0%)
40, rue de la Haie Coq
93306 Aubervilliers, FR**

72 Inventor/es:

**HUMMEL, ANDREAS;
HABECK, CARSTEN;
VIOT, JEAN-FRANÇOIS y
LAPERSONNE, PHILIPPE**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 551 698 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

Material compuesto altamente cohesivo, método de preparación y usos, especialmente en filtros de cigarrillo

5 La presente invención se refiere a materiales altamente cohesivos y a un método para preparar materiales altamente cohesivos.

Se refiere también a sus usos, en particular como un soporte líquido, un soporte catalítico, un aditivo o para filtración de líquido o gas; se refiere más particularmente a su uso en filtros de cigarrillo.

10 Se sabe cómo acondicionar líquidos sobre soportes sólidos, en particular sobre un soporte de sílice.

Se sabe también cómo usar un compuesto tal como carbono activado para sus propiedades de adsorción, especialmente para filtración de líquido o gas, en particular en filtros de cigarrillo.

15 La solicitud de patente CZ20013569 describe, por ejemplo, un método para la preparación de filtros activos basados en un sistema de poliuretano, en particular, destinado a retirar el humo del cigarrillo.

20 Uno de los objetivos de la invención es proporcionar un nuevo material que tenga una alta cohesión y que preferentemente produzca poco o nada de polvo, que posiblemente pueda usarse de forma satisfactoria como un soporte líquido o para filtración de gas o líquido, en particular en filtros de cigarrillo, especialmente como un filtro activo, preferentemente por sustitución del carbono activado y/o además del filtro usado convencionalmente, tal como acetato de celulosa.

25 De esta manera, una cuestión de la invención es un material compuesto, caracterizado por que está constituido de al menos un polímero (P) elegido entre celulosa y derivados de celulosa y al menos un compuesto (C) elegido entre sílice precipitada, carbono activado y una mezcla de sílice precipitada y carbono activado, y que tiene:

- 30 - un tamaño de partícula medio en número ($D_{50n(o)}$) de al menos 150 μm , y preferentemente como máximo 2000 μm ,
- un volumen de poros ($Vd1$), constituido por poros con diámetro entre 3,6 y 1000 nm, de al menos 0,4 cm^3/g , y
- 35 - una cohesión tal que su índice de cohesión CI_N , igual a la relación (tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar)/(tamaño de partícula medio en número sin tensión por presión en aire (0 bar)), de acuerdo con el ensayo descrito a continuación, es mayor de 0,40.

El polímero (P) es ventajosamente un polímero poroso.

El polímero (P) puede ser, por ejemplo, uno de los siguientes polímeros: celulosa, acetato de celulosa, sulfato de celulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, hidroximetilcelulosa, carboximetilcelulosa.

40 En particular, el polímero (P) puede ser celulosa o uno de sus derivados (entre otros, acetato de celulosa o sulfato de celulosa).

45 Más particularmente, el polímero (P) puede ser un derivado de celulosa (por ejemplo, acetato de celulosa, sulfato de celulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, hidroximetilcelulosa, carboximetilcelulosa).

Más preferentemente, el polímero (P) es acetato de celulosa.

El compuesto (C) muy a menudo es un adsorbente y/o un soporte catalítico.

50 De acuerdo con una variante preferida de la invención, el compuesto (C) es sílice precipitada.

De acuerdo con otra variante preferida de la invención, el compuesto (C) es carbono activado.

55 El material compuesto puede contener, de acuerdo con una realización de la invención, una mezcla de sílice precipitada y carbono activado.

El material compuesto conforme a la invención puede estar constituido únicamente de al menos un polímero (P) y al menos un compuesto (C).

60 La cohesión se mide por el siguiente ensayo de cohesión.

Se usa un analizador láser del tamaño de partícula MALVERN MASTERSIZER 2000 (de Malvern Instruments) acoplado a la unidad de muestreo en modo seco Scirocco. El análisis se realiza usando un modelo óptico Fraunhofer, con un tiempo de medición de 5 segundos.

65

Se realiza un primer análisis de introducción del producto únicamente por la vibración de la tolva y aspiración, para tener acceso a un tamaño inicial del producto. Este tamaño inicial del producto corresponde a su tamaño de partícula medio en número ($D_{50n(0)}$), denominado tamaño de partícula medio en número sin tensión por presión de aire (0 bar).

Se realiza un segundo análisis inyectando, a través de la boquilla de la unidad de muestreo, una presión de aire de 4 bar. Este valor de presión se ha definido para gránulos constituidos únicamente de carbono activado, siendo el carbono activado un producto ya usado en filtros de cigarrillo; genera una tensión suficiente para iniciar el desgaste del carbono activado. Este nivel de tensión corresponde por tanto a la aparición de partículas finas en el caso del carbono activado en solitario; se usa como valor de referencia para colocación de los materiales de referencia de acuerdo con la invención.

El nivel de desgaste experimentado por el producto se evalúa por comparación entre, por un lado, la distribución del tamaño de partícula medida sin tensión de presión de aire (0 bar) y, por otro lado, la distribución del tamaño de partícula medida después de una tensión por presión de aire de 4 bar. Más particularmente, el indicador usado para la distribución del tamaño de partícula es el tamaño promedio en número (D_{50n}).

Después del tamaño de partícula en número sin tensión por presión de aire (0 bar), denominado $D_{50n(0)}$, se mide el tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar, denominado $D_{50n(4)}$.

Se calcula el índice de cohesión CI_N , es igual a la relación $D_{50n(4)}/D_{50n(0)}$ (es decir (tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar)/(tamaño de partícula medio en número sin tensión por presión de aire (0 bar))); esto hace posible cuantificar la resistencia al desgaste presentada por el producto, es decir, su cohesión: cuanto mayor es el índice de cohesión CI_N , mejor soporta el producto el desgaste, es decir, más cohesivo es el producto.

La cohesión de los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención expresa, en particular, su capacidad de resistir un nivel de tensión sin formación, en una cantidad significativa, y ventajosamente sin formación en absoluto de partículas finas que, en particular, posiblemente puede inhalarlas el fumador cuando estos materiales se usan en filtros de cigarrillo.

Los volúmenes y diámetros de poro de los poros se miden por porosimetría de mercurio (porosímetro Micromeritics Autopore 9520, por ejemplo); para estas mediciones, la preparación de cada muestra puede realizarse de la siguiente manera: cada muestra se seca en primer lugar durante 2 horas a 90 °C, a presión atmosférica, después se coloca en un recipiente de ensayo en los 5 minutos siguientes a este secado y se desgasifica al vacío, por ejemplo usando una bomba de vacío; los tamaños de muestra son 0,22 g ($\pm 0,01$ g); se usan penetrómetros del nº 10. Los diámetros de poro se calculan por la ecuación de Washburn con un ángulo de contacto $\theta = 140^\circ$ y una tensión superficial $\gamma = 484$ dinas/cm. En el presente texto, los poros que tienen un diámetro entre 3,6 y 1000 nm no se tienen en cuenta.

El material compuesto de acuerdo con la invención tiene un tamaño de partícula medio en número ($D_{50n(0)}$) de al menos 150 μm , notablemente de al menos 250 μm . Preferentemente, éste es como máximo 2000 μm . Puede ser entre 150 y 1000 μm , en particular, entre 250 y 1000 μm , por ejemplo entre 250 y 900 μm .

En general, tiene un tamaño de partícula medio en número mayor de 250 μm (especialmente que varía de 250 (exclusivo) a 2000 μm , incluso a 1000 μm), preferentemente de al menos 400 μm , especialmente entre 400 y 2000 μm , en particular entre 450 y 1200 μm .

Su tamaño de partícula medio en número en general es entre 450 y 1000 μm , en particular entre 500 y 1000 μm , especialmente entre 540 y 900 μm , por ejemplo entre 540 y 800 μm .

El material compuesto de acuerdo con la invención puede tener, por ejemplo cuando se pretende usar en un filtro de cigarrillo, tamaños de partícula entre 150 y 2000 μm , en concreto entre 250 y 1500 μm , en particular entre 400 y 800 μm , incluso entre 500 y 800 μm .

El material compuesto de acuerdo con la invención es, ventajosamente, poroso.

Tiene un volumen de poros intrapartículas ($Vd1$), que consiste en poros con un diámetro entre 3,6 y 1000 nm (es decir, un volumen de poros acumulado de los poros de diámetro entre 3,6 y 1000 nm), de al menos 0,4 cm^3/g , y normalmente como máximo 3,0 cm^3/g (cm^3 por gramo de material compuesto).

Su volumen de poros ($Vd1$) es, en general, de al menos 0,5 cm^3/g , en particular entre 0,5 y 3,0 cm^3/g , por ejemplo entre 0,5 y 2,5 cm^3/g , incluso entre 0,5 y 2,0 cm^3/g . En concreto, en el caso de que el compuesto (C) sea sílice (preferentemente sílice precipitada), el volumen de poros ($Vd1$) del material compuesto de acuerdo con la invención puede ser de al menos 0,6 cm^3/g , en particular entre 0,6 y 3,0 cm^3/g , preferentemente entre 0,6 y 2,0 cm^3/g , por

ejemplo entre 0,7 y 1,5 cm³/g, incluso entre 0,7 y 1,5 cm³/g, incluso entre 0,7 y 1,4 cm³/g. Aún más preferentemente, su volumen de poros (Vd1) es al menos 0,8 cm³/g, en particular entre 0,8 y 3,0 cm³/g, especialmente entre 0,8 y 2,0 cm³/g, por ejemplo entre 0,9 y 1,4 cm³/g.

5 El material compuesto de acuerdo con la invención tiene una alta resistencia cohesiva.

Tiene una cohesión tal que su índice de cohesión CI_N , es igual a la relación (tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar)/(tamaño de partícula medio en número sin una tensión por presión de aire (0 bar)), de acuerdo con el ensayo descrito anteriormente, es mayor de 0,40, preferentemente mayor de 0,50.

Su tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar ($D_{50n(4)}$), de acuerdo con el ensayo de cohesión descrito anteriormente, es mayor de 350 μm , en particular mayor de 400 μm , por ejemplo mayor de 500 μm .

Ventajosamente, más particularmente cuando se pretende usar en un filtro de cigarrillo, y por ejemplo, entre otros, cuando el compuesto (C) es sílice precipitada y/o carbono activado, su cohesión es tal que su índice de cohesión CI_N , igual a la relación (tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar)/(tamaño de partícula medio en número sin una tensión por presión de aire (0 bar)), de acuerdo con el ensayo descrito anteriormente, es mayor de 0,60, preferentemente mayor de 0,80, en particular mayor de 0,85, por ejemplo mayor de 0,90.

El material compuesto de acuerdo con la invención preferentemente no genera polvo durante su manipulación.

25 El material compuesto de acuerdo con la invención tiene, preferentemente, en concreto cuando se usa en un filtro de cigarrillo, una filtrabilidad cercana a, incluso mayor que la del compuesto (C) incorporado en su composición, en particular cuando el compuesto (C) es carbono activado y/o sílice precipitada, mientras que tiene una mejor cohesión. Esto es incluso más el caso cuando el polímero (P) es acetato de celulosa.

30 El material compuesto conforme a la invención puede tener, especialmente, cuando el compuesto (C) es sílice precipitada, un diámetro de poro promedio para los poros de diámetro entre 3,6 y 1000 nm, de al menos 9 nm (por ejemplo entre 9 y 100 nm o entre 9 y 50 nm), preferentemente mayor de 11 nm (por ejemplo, entre 11 (exclusivo) y 100 nm o entre 11 (exclusivo) y 50 nm), especialmente de al menos 12 nm, por ejemplo entre 12 y 100 nm; puede estar entre 12 y 50 nm, en particular entre 12 y 25 nm o entre 12 y 18 nm; puede variar entre 13 y 25 nm, por ejemplo entre 13 y 18 nm.

El material compuesto de acuerdo con la invención, que ventajosamente está en forma sólida, generalmente tiene un área superficial específica BET de al menos 50 m²/g. En general, su área superficial específica BET es como máximo 1300 m²/g y en particular como máximo 1200 m²/g, especialmente como máximo 1000 m²/g, por ejemplo como máximo 900 m²/g, incluso como máximo 700 m²/g (m² por gramo de material compuesto). Puede ser menor de 400 m²/g.

45 El área superficial específica BET se determina de acuerdo con el método de Brunauer-Emmett-Teller descrito en "The Journal of the American Chemical Society", vol. 60, página 309, febrero de 1938 y correspondiente a la norma NF ISO 9277 (diciembre de 1996).

El área superficial específica BET del material compuesto de acuerdo con la presente invención puede ser de al menos 100 m²/g, en general de al menos 160 m²/g, preferentemente de al menos 200 m²/g (por ejemplo al menos 210 m²/g); puede ser entre 200 y 1300 m²/g, en particular entre 200 y 1000 m²/g, por ejemplo entre 200 y 800 m²/g, incluso entre 200 y 700 m²/g, o entre 210 y 650 m²/g. Específicamente, en el caso de que el compuesto (C) sea sílice precipitada, el área superficial específica BET de un material compuesto de acuerdo con la invención puede ser entre 200 y 60 m²/g, en particular entre 200 y 500 m²/g; por ejemplo entre 210 y 400 m²/g o entre 210 y 300 m²/g.

55 El área superficial específica del material compuesto de acuerdo con la invención esencialmente es una función del área superficial específica del compuesto (C), su contenido de compuesto (C) y la accesibilidad superficial del compuesto (C) dentro del material compuesto, permitida por la porosidad del polímero (P). Preferentemente, el material compuesto de acuerdo con la invención retiene una parte sustancial del área superficial específica del compuesto (C), en particular cuando el polímero (P) es acetato de celulosa, especialmente en el caso de que el compuesto (C) sea carbono activado y/o especialmente sílice precipitada.

60 De acuerdo con una realización particular, más particularmente cuando se pretende usar en un filtro de cigarrillo y, por ejemplo, entre otros, cuando el compuesto (C) es sílice precipitada y/o carbono activado, el material compuesto que es conforme a la invención tiene un tamaño de partícula medio en número ($D_{50n(0)}$) de al menos 400 μm (y por ejemplo de como máximo 2000 μm), en concreto entre 400 y 1000 μm , por ejemplo entre 500 y 800 μm , un área superficial específica BET de al menos 200 m²/g (y por ejemplo como máximo 1000 m²/g), preferentemente entre 200 y 800 m²/g, en particular entre 200 y 600 m²/g, especialmente entre 200 y 500 m²/g, por ejemplo entre 200 y 400

m²/g, incluso entre 210 y 400 m²/g o entre 210 y 300 m²/g, y una cohesión tal que su índice de cohesión Cl_N igual a la relación (tamaño de partícula medio en número después una tensión por presión de aire 4 bar o (D_{50n(4)})/(tamaño de partícula medio en número sin una tensión por presión de aire (0 bar) o (D_{50n(0)}), es mayor de 0,60, en particular mayor de 0,80, por ejemplo mayor de 0,85.

5 En general, el material compuesto de acuerdo con la invención tiene un contenido de polímero (P) entre 10 y 95%, preferentemente entre 15 y 45% en peso, y un contenido de compuesto (C) entre 5 y 90%, preferentemente entre 55 y 85% en peso.

10 El material compuesto de acuerdo con la invención puede estar especialmente en forma de extruidos, por ejemplo en forma cilíndrica, en forma esférica, o, preferentemente, en forma de gránulos.

Puede contener, además del polímero (P) y el compuesto (C), al menos un aroma y/o al menos un plastificante.

15 Otra cuestión de la invención es un método para preparar el material compuesto de acuerdo con la invención, descrito en el texto precedente, que comprende las siguientes etapas sucesivas:

20 1) al menos un compuesto (C), elegido entre sílice precipitada, carbono activado y una mezcla de sílice precipitada y carbono activado, y una solución de polímero (P), eligiéndose dicho polímero (P) entre celulosa y derivados de celulosa, se introducen en una extrusora, estando equipada la salida de la extrusora con una placa perforada con un orificio u orificios, estando localizada dicha placa entre la extrusora y las cuchillas, abriéndose la salida de la extrusora a un baño que comprende un líquido que no es un disolvente para el polímero (P) y que es al menos parcialmente miscible con el disolvente usado en la solución de polímero (P), estando dichas cuchillas sumergidas en este baño;

25 2) después de pasar el orificio u orificios de la placa perforada, el efluente (o extruido) que procede de la salida de la extrusora se corta, mediante dichas cuchillas, en forma de gotas (porciones o segmentos de efluente (o del extruido)), precipitando dichas gotas en dicho baño como partículas o elementos (en particular gránulos) de material compuesto;

3) dichas partículas (o gránulos) se separan de dicho baño;

30 4) dichas partículas (o gránulos) se lavan para eliminar, al menos parcialmente, el disolvente usado en la solución de polímero (P); y

5) dichas partículas (o gránulos) se secan.

35 El polímero (P) usado es, ventajosamente, un polímero poroso.

El polímero (P) puede ser, por ejemplo, uno de los siguientes polímeros: celulosa, acetato de celulosa, sulfato de celulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, hidroximetilcelulosa, carboximetilcelulosa.

40 En particular, el polímero (P) puede ser celulosa o uno de sus derivados (entre otros, acetato de celulosa o sulfato de celulosa), polietileno, goma arábica o un alcohol polivinílico.

Más particularmente, el polímero (P) puede ser un derivado de celulosa (por ejemplo, celulosa, acetato de celulosa, sulfato de celulosa, etilcelulosa, hidroxietilcelulosa, metilcelulosa, hidroximetilcelulosa, carboximetilcelulosa).

45 Más preferentemente, el polímero (P) es acetato de celulosa.

El compuesto (C) usado más a menudo es un adsorbente y/o un soporte catalítico.

50 De acuerdo con una variante preferida de la invención, el compuesto (C) es sílice precipitada. Esta puede prepararse mediante una reacción para precipitar un silicato, tal como un silicato de metal alcalino (silicato sódico por ejemplo), con un agente acidificante (ácido sulfúrico por ejemplo) para producir una suspensión de sílice precipitada, separando después normalmente, en particular filtrando (con producción de una torta de filtrado) la sílice precipitada obtenida, y finalmente secando (generalmente por secado por pulverización); puede usarse cualquier método para preparar la sílice precipitada: especialmente, adición del agente acidificante a una reserva de silicato, adición simultánea total o parcial de agente acidificante y silicato a una reserva de agua y silicato.

De acuerdo con otra variante preferida de la invención, el compuesto (C) es carbono activado.

60 De acuerdo con una realización de la invención, se usa una mezcla de sílice precipitada y carbono activado.

El compuesto (C) usado en la etapa 1) del método de acuerdo con la invención ventajosamente tiene un área superficial específica alta. Generalmente tiene, en el caso de una sílice precipitada y/o carbono activado, un área superficial específica BET de al menos 100 m²/g, preferentemente de al menos 200 m²/g, en particular mayor de 450 m²/g.

65

El compuesto (C) normalmente tiene un tamaño de partícula medio de al menos 0,5 μm , en particular entre 0,5 y 100 μm .

5 Cuando el compuesto (C) es sílice precipitada, este tamaño preferentemente es más particularmente entre 0,5 y 50 μm , especialmente entre 0,5 y 20 μm , por ejemplo entre 2 y 15 μm .

Cuando el compuesto (C) es carbono activado (en particular carbono activado con coco), este tamaño preferentemente es más particularmente entre 1 y 80 μm , especialmente entre 2 y 70 μm .

10 El compuesto (C) usado en la etapa 1) del método de acuerdo con la invención, en particular cuando éste es sílice precipitada, preferentemente tiene una captación de aceite DOP de menos de 260 ml/100 g, especialmente de menos de 240 ml/100 g, por ejemplo de menos de 225 ml/100 g. Su captación de aceite DOP puede ser menor de 210 ml/100 g, incluso de 205 ml/100 g. Su captación de aceite DOP puede ser de al menos 80 ml/100 g, especialmente mayor de 145 ml/100 g, por ejemplo mayor de 180 ml/100 g. La captación de aceite DOP se determinará de acuerdo con la norma ISO 787/5 usando ftalato de dioctilo (la medición se realiza sobre el compuesto (C) tal cual).

15 El compuesto (C) usado, en particular cuando es sílice precipitada y/o carbono activado, generalmente tiene un área superficial específica CTAB (área superficial externa determinada de acuerdo con la norma NF T 45007 (noviembre de 1987)) mayor de 280 m^2/g , especialmente mayor de 300 m^2/g , en particular mayor de 330 m^2/g , por ejemplo mayor de 350 m^2/g ; podría ser menor de 450 m^2/g .

En la etapa 1) del método de acuerdo con la presente invención, puede usarse especialmente una sílice precipitada particular que tiene:

- 25
- una captación de aceite DOP de menos de 260 ml/100 g, especialmente menor de 240 ml/100 g, en particular menor de 225 ml/100 g;
 - un volumen de poros (V_{d25}), formado a partir de poros con un diámetro de menos de 25 nm, mayor de 0,8 ml/g, especialmente mayor de 0,9 ml/g, por ejemplo de al menos 0,95 ml/g (volumen de poros determinado por el método de Barrett, Joyner y Halenda, conocido como el método de BJH, descrito especialmente, por F. Rouquerol, L. Luciani, P. Llewellyn, R. Denoyel y J. Rouquerol, en "Les Techniques de l'Ingénieur", septiembre de 2001);
 - un área superficial específica CTAB mayor de 280 m^2/g , especialmente mayor de 300 m^2/g , en particular mayor de 330 m^2/g , por ejemplo mayor de 350 m^2/g ;
 - 30 - preferentemente, un área superficial específica BET mayor de 450 m^2/g , por ejemplo mayor de 510 m^2/g .

Esta sílice precipitada particular puede tener un diámetro de poro (d_p), para poros con diámetro menor de 25 nm, tomado al máximo de la distribución de tamaño de poro en volumen, de menos de 12 nm, en particular de menos de 8 nm (método de Barrett, Joyner y Halenda).

40 Puede prepararse por un método que comprende la reacción de un silicato con un agente acidificante, a partir del cual se tiene una suspensión de sílice precipitada, separando después y secando (especialmente por secado por pulverización) esta suspensión, realizándose la reacción del silicato con el agente acidificante de acuerdo con las siguientes etapas sucesivas:

45 (i) se forma una reserva inicial que comprende una parte de la cantidad total de silicato implicado en la reacción, siendo la concentración de silicato (expresado como SiO_2) en dicha reserva inicial entre 10 y 50 g/l, preferentemente entre 12 y 48 g/l, en particular entre 15 y 45 g/l, y siendo la temperatura de dicha reserva inicial entre 40 y 65 $^\circ\text{C}$;

50 (i') opcionalmente, el agente acidificante se añade a dicha reserva durante 5 a 30 minutos, hasta que se obtiene un valor de pH del medio de reacción de entre 3,5 y 8,5;

(ii) se añaden el agente acidificante y la cantidad restante de silicato, preferentemente de forma simultánea, a dicha reserva, durante 20 a 150 minutos, siendo la relación de la cantidad de silicato añadido (expresado como SiO_2)/cantidad de silicato presente en la reserva inicial (expresado como SiO_2) mayor de 5:

- 55
- a) dando como resultado, a cualquier caudal constante, al final esta adición simultánea, un valor de pH del medio de reacción de entre 3,5 y 8,5,
 - b) o a un caudal de agente acidificante ajustado tal como para mantener el pH del medio de reacción a un valor constante y entre 3,5 y 8,5;

60 (iii) el agente acidificante se añade al medio de reacción, en el caso de que el valor pH del medio de reacción al final de la etapa (ii) sea mayor de 6,0, durante 3 a 25 minutos, tal como para conseguir un valor de pH en el medio de reacción de entre 3,5 y 6,0; y

65 (iv) el medio de reacción, obtenido al final de la etapa precedente, se mantiene con agitación durante 5 a 60 minutos.

La superficie de las partículas del compuesto (C) usado, en particular cuando es una sílice precipitada, puede funcionalizarse en primer lugar, especialmente por injerto o adsorción de moléculas orgánicas, que comprende por ejemplo al menos una función amino, fenilo, alquilo, ciano, nitrilo, alcoxi, hidroxilo, amida, tio y/o halógeno.

5 De acuerdo con una variante del método de la invención, el compuesto (C) y la solución del polímero (P) pueden mezclarse entre sí en la propia extrusora, especialmente bajo el efecto del movimiento del tornillo o tornillos con los que generalmente está equipada la extrusora.

10 De acuerdo con otra variante del método de la invención, el compuesto (C) y la solución del polímero (P) se introducen (etapa 1) en la extrusora en forma de una mezcla preparada previamente.

15 Dicha mezcla después se obtiene ventajosamente (etapa 0) mezclando (adición) al menos un compuesto (C) con (dentro de) al menos una solución de polímero (P), preferentemente con agitación. En particular, esto se realiza por adición del compuesto (C) en la solución de polímero (P) gradualmente para obtener la mezcla más homogénea posible. Esta etapa previa preferida supone dispersar el compuesto (C) (en forma sólida) en un medio formado por el polímero (P) en solución en uno de sus disolventes. Ventajosamente, la mezcla obtenida y que se va a usar en la etapa 1) del método de acuerdo con la invención está en forma de una pasta homogénea. Puede usarse una mezcladora rotatoria equipada con cuchillas o púas posiblemente aquí, por ejemplo de tipo Rotolab Zanchetta, o preferentemente, una mezcladora Ploughshare rotatoria de tasa de cizalla moderada, especialmente, una mezcladora de tipo Lödige. El mezclado puede realizarse a temperatura ambiente (temperatura de la ubicación de la instalación).

20 Los siguientes pueden usarse, por ejemplo, como disolventes para la solución de polímero (P): ácido acético (en particular cuando el polímero (P) es acetato de celulosa), agua (en particular en el caso de que el polímero (P) sea sulfato de celulosa, y aceite nafténico.

25 Cuando el polímero (P) es acetato de celulosa, generalmente se disuelve en una mezcla de ácido acético y agua, por ejemplo en las siguientes proporciones en peso:

30 acetato de celulosa: de 10 a 25%,
 ácido acético: de 65 a 80%,
 agua: de 3 a 15%

35 Puede realizarse una adición de disolvente (por ejemplo de ácido acético en el caso de que el polímero (P) sea acetato de celulosa) en la mezcla formada antes de la etapa 1) o en la solución de polímero (P), especialmente para disminuir la viscosidad de la misma.

40 Las proporciones de polímero (P) y compuesto (C) usados en la etapa 1) (o en la etapa de mezcla previa) dependen de las proporciones deseadas en el material compuesto final y, en general, son tales que el material compuesto tiene un contenido de polímero (P) entre el 10 y el 95%, preferentemente entre el 15 y el 45% en peso y un contenido de compuesto (C) entre el 5 y el 90%, preferentemente entre el 55 y el 85% en peso.

45 Preferentemente, la extrusora usada en la etapa 1) es una extrusora de doble tornillo (en particular una extrusora de doble tornillo co-rotatoria), por ejemplo una extrusora de tipo Clextral BC21. La presión de trabajo de la extrusora después generalmente es entre 10 y 40 bar, por ejemplo entre 20 y 30 bar.

50 La extrusora usada en la etapa 1) está equipada en su salida con una placa perforada con uno o, preferentemente, varios orificios (especialmente entre 1 y 200 orificios, en particular entre 20 y 200 orificios, por ejemplo entre 30 y 180 orificios). El diámetro de dichos orificios puede ser entre 0,1 y 2 mm, en particular entre 0,2 y 1 mm, por ejemplo entre 0,3 y 0,5 mm.

55 Incluso si esto solo constituye una variante no preferida del método de la invención, es posible reemplazar la extrusora usada en la etapa 1) por cualquier medio (por ejemplo pistón dentro de una cámara) que haga posible empujar la mezcla obtenida del compuesto (C) y desde la solución de polímero (P) a través del orificio u orificios.

60 La placa perforada con orificios está localizada entre la extrusora y las cuchillas (cuchillas de corte o cuchillos). Estas cuchillas en general están equipadas en un granulador. Puede haber, por ejemplo, entre 2 y 10, especialmente entre 4 y 7 cuchillas. Estas cuchillas ventajosamente son cuchillas rotatorias (cuchillas de corte rotatorias o cuchillos), siendo posiblemente su velocidad de rotación, por ejemplo, entre 2000 y 7500 rpm, en particular entre 3000 y 5000 rpm.

65 Puesto bajo presión dentro de la extrusora, en general por el tornillo o tornillos contenidos en la extrusora, el material introducido en la extrusora se empuja hacia la salida de la extrusora y se fuerza a pasar a través del orificio u orificios de la placa perforada.

La salida de la extrusora (equipada con la placa perforadora con orificios) se abre a un baño que comprende un líquido que no es un disolvente para el polímero (P) y que es al menos parcialmente (preferentemente totalmente) miscible con el disolvente usado en la solución de polímero (P). La salida de la extrusora (equipada con la placa perforadora con orificios) puede sumergirse en este baño.

5 Las cuchillas (cuchillas de corte o cuchillos, siendo estas cuchillas/cuchillos preferentemente cuchillas/cuchillos rotatorios) se sumergen en el baño. Estas cuchillas están destinadas a pasar muy cerca del orificio u orificios de la placa perforada para cortar el material procedente de la salida de la extrusora y que pasa a través del orificio u orificios de la placa perforada.

10 Los siguientes pueden usarse, por ejemplo, como el líquido que no es un disolvente para el polímero (P): agua (en particular cuando el polímero (P) es acetato de celulosa y el disolvente usado es ácido acético), una solución acuosa (diluida) de ácido acético (en particular cuando el polímero (P) es acetato de celulosa y el disolvente usado es ácido acético), etanol (en particular en el caso en el que el polímero (P) sea sulfato de celulosa y el disolvente usado sea agua), un ácido carboxílico.

15 En general, se usa agua como el líquido que no es un disolvente para el polímero (P).

20 En la etapa 2) del método de acuerdo con la invención, después de pasar por el orificio u orificios de la placa perforada debido a la presión ejercida dentro de la extrusora, el efluente (o extruido) procedente de la salida de la extrusora se corta por las cuchillas (o cuchillos) en forma de gotas (porciones o segmentos de efluente (o de extruido)), precipitando dichas gotas en el baño en forma de partículas o elementos (en particular gránulos) del material compuesto.

25 El líquido que no es un disolvente para el polímero (P) opcionalmente puede añadirse a dicho baño durante la etapa 2).

30 El baño preferentemente consiste en una corriente o flujo de líquido que no es un disolvente para el polímero (P) y que es al menos parcialmente (preferentemente totalmente) miscible con el disolvente usado en la solución de polímero (P). La velocidad de la corriente (o flujo) puede ser, por ejemplo, entre 5 y 20 l/min, especialmente entre 8 y 15 l/min, en particular para una capacidad de producción (del efluente) que sale de la extrusora de 100 a 300 g/min, por ejemplo de 200 g/min.

35 El baño que comprende el líquido que no es un disolvente para el polímero (P) en general está precalentado.

De esta manera, preferentemente, durante el método de preparación de acuerdo con la invención, en particular durante la etapa 2), la temperatura del baño que comprende el líquido que no es un disolvente para el polímero (P), especialmente cuando el polímero (P) es acetato de celulosa y dicho líquido es agua, es entre 25 y 80 °C, en particular entre 45 y 70 °C, por ejemplo entre 55 y 65 °C.

40 En la etapa 2), además de cortar el efluente (o extruido o extruidos) procedentes de la extrusora, el polímero (P) se hace insoluble (precipita). De esta manera, en la etapa 2), el término precipitación se entiende generalmente que significa la insolubilización del polímero (P) en un líquido que no es un disolvente para dicho polímero (P) y que es al menos parcialmente (preferentemente totalmente) miscible con el disolvente usado en la solución de polímero (P) usada en la etapa 1), convirtiendo la insolubilización del polímero (P) en una matriz sólida porosa en la que el compuesto (C) está dispersado.

45 Los productos formados al final de la etapa 2) (o gránulos del material compuesto) se separan después del baño (etapa 3)), por cualquier medio conocido de separación o de recuperación. Por ejemplo, se recuperan mediante una bolsa de filtro.

50 En la etapa 4) el material compuesto recuperado se lava después (una o más etapas de lavado) para retirar al menos parcialmente, preferentemente totalmente, el disolvente residual. Este lavado puede realizarse con agua (por ejemplo por inmersión en agua durante varias horas), especialmente en el caso de que el disolvente usado para el polímero (P) sea ácido acético.

Después, después de una posible etapa de limpieza (preferentemente ligera), el método de acuerdo con la invención comprende una etapa 5) de secado, especialmente para retirar el líquido de lavado usado en la etapa 4).

60 Especialmente cuando el líquido de lavado es agua, y en particular cuando el polímero (P) es acetato de celulosa, la etapa de secado puede realizarse a una temperatura entre 40 y 110 °C, por ejemplo en un dispositivo ventilado (especialmente un horno o un lecho fluido), en general durante 2 a 60 horas, en particular entre 4 y 30 horas.

65 El método de acuerdo con la invención puede tener lugar en modo discontinuo o, preferentemente, continuamente, en particular en sus etapas 1) y 2).

5 El método de acuerdo con la invención notablemente presenta el interés de que solo comprende un número reducido de etapas, especialmente en comparación con los métodos convencionales para preparar gránulos. De esta manera, ventajosamente, justo después de pasar al interior del orificio u orificios de la placa perforada, el extruido se corta directamente por las cuchillas en la salida de la extrusora, abriéndose (especialmente por inmersión) a un líquido, en gránulos que tienen el tamaño deseado, curándose estos gránulos directamente sin pegarse entre sí, mientras que después solo requiere las etapas de lavado y de secado. Por lo tanto, no es absolutamente necesaria una etapa de calibrado, tamizado y/o molienda.

10 El método de acuerdo con la invención hace posible, ventajosamente, preparar un material compuesto que tiene una filtrabilidad al menos tan alta, en general mayor, que la del compuesto (C) usado, en particular cuando el compuesto (C) es carbono activado y/o especialmente sílice precipitada. Esto puede ser más el caso cuando el polímero (P) usado es acetato de celulosa.

15 Análogamente, de una manera preferida, el método de acuerdo con la invención hace posible obtener un material compuesto que retiene una parte sustancial del área superficial específica del compuesto (C) usado, en particular cuando el polímero (P) es acetato de celulosa, especialmente en el caso de que el compuesto (C) sea carbono activado y/o especialmente sílice precipitada.

20 El material compuesto de acuerdo con la invención puede usarse notablemente como un soporte líquido.

Como el líquido, cabe mencionar especialmente líquidos orgánicos tales como ácidos orgánicos, tensioactivos, aditivos orgánicos para cauchos/polímeros y pesticidas.

25 Los siguientes pueden usarse como el líquido: conservantes (ácido fosfórico y especialmente ácido propiónico), aromas, colorantes, complementos alimentarios líquidos, especialmente para pienso para animales (en particular, vitaminas (vitamina E por ejemplo) y cloruro de colina).

El material compuesto de acuerdo con la invención puede usarse como un soporte catalítico.

30 Puede usarse también como un aditivo, en particular para materiales laminares gruesos y finos. Puede usarse como un aditivo para papel, pintura o para preparar separadores de baterías.

35 El material compuesto de acuerdo con la invención puede usarse para filtración de líquidos (por ejemplo para filtrar cerveza) o para filtración de gases, especialmente en cromatografía.

40 Tiene una aplicación particularmente beneficiosa en filtros de cigarrillo. Por ejemplo, puede introducirse en una cavidad del filtro o dispersarse dentro de la red de fibras que constituyen uno de los segmentos del filtro. Ventajosamente, tiene una buena absorbabilidad para los componentes volátiles y semi-volátiles del humo del cigarrillo. Su filtrabilidad preferentemente es cercana a, incluso mayor que la del compuesto (C) en solitario. Sus características permiten un aumento razonable en la caída de presión a través del filtro y un menor arrastre de partículas finas en el humo que en el caso de los aditivos tradicionales, tales como carbono activado y sílice, cuando se fuma un cigarrillo.

45 Otra cuestión de la presente invención es un filtro de cigarrillo que contiene al menos un material compuesto de acuerdo con la invención; dicho material compuesto puede comprender sílice precipitada y carbono activado.

50 De esta manera, un material compuesto que contiene varios compuestos (C) de diferentes tipos puede introducirse ventajosamente en el mismo filtro, usando tecnologías convencionales, tal como si fuera un único aditivo. La invención por lo tanto hace posible, además, proporcionar una ventaja en términos de coste y diversidad de filtros.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención, sin embargo, sin limitar del alcance de la misma.

EJEMPLOS 1-4

55 En los Ejemplos 1 a 3, como el compuesto (C), se usa una sílice precipitada en forma de polvo como el material de partida, que tiene las siguientes características:

- área superficial específica BET: 550 m²/g
- captación de aceite (DOP): 200 ml/100 g
- 60 - tamaño de partícula medio: 23 μm
- humedad (norma ISO 787/2, 105 °C, 2 h): 7%

65 En los Ejemplos 1 a 3, como el polímero (P), se usa acetato de celulosa en solución en ácido acético (solución de acetato de celulosa) como el material de partida. Más específicamente, la solución de acetato de celulosa usada contiene un 18% de acetato de celulosa, 11% de agua y 71% de ácido acético (% en peso).

EJEMPLO 1 (de acuerdo con la invención)

En primer lugar, se preparó una mezcla añadiendo 1390 g de sílice precipitada a 3000 g de solución de acetato de celulosa.

5 Para hacer esto, la sílice precipitada se añadió gradualmente a la solución de acetato de celulosa, esta adición se realizó con agitación (motor de agitador equipado con una estructura de paletas), para obtener una mezcla homogénea; el producto obtenido se puso en el cuenco de un granulador Rotolab Zanchetta, en el que se sometió a agitación (velocidad del rotor: 500 rpm) a temperatura ambiente durante 5 minutos.

10 Después, la mezcla obtenida se introdujo en el cilindro de una prensa de pistón operada hidráulicamente, la salida de la prensa de pistón estaba conectada a la entrada de una extrusora de doble tornillo co-rotatorio (Clextral BC21). La salida de la extrusora usada estaba equipada con una placa perforada con 36 orificios, siendo el diámetro de dichos orificios 0,5 mm.

15 Esta placa perforada con 36 orificios estaba localizada entre la extrusora y siete cuchillas de corte de un granulador. Estas cuchillas de corte estaban montadas en un disco rotatorio, girando a 4950 rpm en contacto directo con la placa perforada para cortar la mezcla que pasa a través de los orificios. Los cuchillos se sumergieron en una corriente de agua encerrada por un tubo. Dicha corriente de agua se mantuvo a una temperatura constante de 60 °C y se mantuvo por bombeo el agua en un ciclo desde un depósito con un volumen de 150 l a un tubo que pasaba por dichos cuchillos rotatorios, después a través de una bolsa de filtro y de vuelta al depósito.

20 Puesta a presión dentro de la prensa de pistón, la mezcla de sílice precipitada y la solución de acetato de celulosa se empujan hacia la salida de la prensa hidráulica y se fuerzan dentro de la extrusora. Dicha mezcla después se pone adicionalmente a presión dentro de la extrusora hasta 20 bar, funcionando la extrusora a 80 rpm y, de esta manera, forzándola a pasar a través de los orificios de la placa perforada.

25 El efluente (o extruido) procedente de la extrusora a través de estos orificios de la placa perforada se cortó por los cuchillos montados en el disco rotatorio en forma de gotas, precipitando dichas gotas en la corriente de agua hasta dar gránulos. La corriente de agua se ajustó de manera que dichos gránulos eran transportados por esta corriente al interior de la bolsa de filtro. El tamaño de malla de la bolsa de filtro era menor que el de los gránulos resultantes, asegurando una separación eficaz de los gránulos de la corriente de agua en circulación.

30 Los gránulos después se recuperaron de la bolsa de filtro y se lavaron con agua durante 24 horas para retirar el ácido acético residual.

35 Después de una limpieza ligera, los gránulos se secaron en un horno ventilado durante 24 horas a una temperatura de 80 °C.

40 Las características del material compuesto obtenido de esta manera (CM1) se dan en la Tabla 1.

EJEMPLO 2 (de acuerdo con la invención)

45 En este caso, la sílice precipitada y la solución de acetato de celulosa se mezclaron juntas en la propia extrusora bajo el efecto del movimiento de los tornillos de la extrusora.

50 Para hacer esto, la sílice precipitada se dosificó continuamente en la entrada de una extrusora de doble tornillo co-rotatorio (Clextral BC21) mediante un alimentador gravimétrico (Ktron) a una tasa de 1,42 kg por hora y simultáneamente la solución de acetato de celulosa se dosificó continuamente en la entrada de la extrusora mediante una bomba de tipo engranaje a una tasa de 3,15 kg por hora.

55 La extrusora de doble tornillo co-rotatoria estaba equipada con tornillos de una longitud total de 90 cm. En el lado de entrada de la extrusora, los tornillos estaban equipados a lo largo de una longitud de 50 cm con elementos de transporte, seguido en el medio de los tornillos a lo largo de una longitud de 10 cm de elementos de mezclado (amasadora) y seguido en el lado de salida a lo largo de una longitud de 30 cm de elementos de transporte.

La salida de la extrusora usada está equipada con una placa perforada con 36 orificios, siendo el diámetro de dichos orificios de 0,5 mm.

60 Esta placa perforada con 36 orificios estaba localizada entre la extrusora y siete cuchillas de corte de un granulador. Estas cuchillas de corte estaban montadas en un disco rotatorio, que giraba a 4950 rpm en contacto directo con la placa perforada para cortar la mezcla que pasaba a través de los orificios. Los cuchillos se sumergen en una corriente de agua encerrada por un tubo. Dicha corriente de agua se mantuvo a una temperatura constante de 60 °C y se mantuvo por bombeo del agua en un ciclo desde un depósito con un volumen de 150 l en un tubo que pasaba por dichos cuchillos rotatorios, después a través de una bolsa de filtro y de vuelta al depósito.

65

Dosificando la sílice precipitada y la solución de acetato de celulosa en la entrada de la extrusora, que funcionaba a 80 rpm, los materiales se transportaron a los elementos de mezclado (amasado). La mezcla resultante se transportó adicionalmente hacia la salida de la extrusora y se puso a presión hasta 20 bar por los elementos de transporte y se forzó a pasar a través de los orificios de la placa perforada.

5 El efluente (o extruido) procedente de la extrusora a través de estos orificios de la placa perforada se cortó por los cuchillos montados en el disco rotatorio en forma de gotas, precipitando dichas gotas, en la corriente de agua, hasta gránulos. La corriente de agua se ajustó de manera que dichos gránulos fueron transportados por esta corriente al interior de una bolsa de filtro. El tamaño de malla de la bolsa de filtro era menor que el de los gránulos resultantes, asegurando una separación eficaz de los gránulos a partir de la corriente en circulación de agua.

Los gránulos de material compuesto después se recuperaron de la bolsa de filtro y se lavaron con agua durante 24 horas para retirar el ácido acético residual.

15 Después de una ligera limpieza, los gránulos se secaron en un horno ventilado durante 24 horas a una temperatura de 80 °C.

En la Tabla 1 se dan las características del material compuesto obtenido de esta manera (CM2).

20 EJEMPLO 3 (ejemplo comparativo)

En primer lugar, se preparó una mezcla añadiendo 139 g de sílice precipitada a 300 g de solución de acetato de celulosa.

25 Para hacer esto, la sílice precipitada se añadió gradualmente a la solución de acetato de celulosa, esta adición se realizó con agitación (motor del agitador equipado con una estructura de paletas), para obtener una mezcla homogénea; el producto obtenido se colocó en el cuenco de un granulador Rotolab Zanchetta, en el cual se sometió a agitación (velocidad de rotor: 500 rpm) a temperatura ambiente durante 5 minutos.

30 Después la mezcla obtenida se introdujo en el tamiz cilíndrico de una extrusora Fuji Paudal, estando el tamiz perforado con orificios con un diámetro de 500 µm, y la extrusión se realizó haciendo girar el rotor que empuja la mezcla a través del tamiz, generando de esta manera extruidos cilíndricos con un diámetro de 500 µm. La aplicación de una corriente de aire hizo posible limitar la unión entre varios extruidos cilíndricos.

35 Los extruidos obtenidos se vertieron después en agua que se había precalentado a 60 °C, en la cual se dejaron durante 15 minutos, sometándose el agua a agitación.

Después de haberlos retirado del agua, los extruidos se lavaron 5 veces con agua fría (duración de cada lavado: 15 minutos) para retirar el ácido acético residual.

40 Después de una ligera limpieza, los extruidos se secaron en un horno ventilado durante 12 horas a una temperatura de 95 °C.

En la Tabla 1 se dan las características del material compuesto obtenido de esta manera (referencia CCM).

45

Tabla 1

	CM1	CM2	CMM
Tamaño de partícula medio (mm)	583	595	715
Vd1 (cm ³ /g)	0,94	1,01	0,55
Índice de cohesión Cl _N *	0,91	0,89	0,02
Diámetro de poro promedio (nm)	16,2	14,1	11,7
Área superficial BET (m ² /g)	287	290	380
Contenido de sílice (%)	70	70	70
Contenido de acetato de celulosa (%)	30	30	30
* medido por el ensayo de cohesión mencionado en la descripción			

50 En particular, puede verse que los materiales compuestos de acuerdo con la invención (CM1, CM2) tienen una mayor cohesión que el material compuesto comparativo (CMM) y que el carbono activado en solitario (para el cual el índice de cohesión Cl_N es igual a 0,11).

EJEMPLO 4

5 Para evaluar sus propiedades para adsorber compuestos volátiles y semi-volátiles en una corriente de humo de cigarrillo, los materiales compuestos obtenidos en los Ejemplos 1 y 2 se usaron en muestras de cigarrillo fabricadas a partir de una parte de muestras de tabaco de la marca Coresta Monitor nº 4 con las cuales está asociado un filtro con cavidad montada manualmente.

10 Este filtro se prepara a partir de un segmento de acetato de celulosa de 8 mm de longitud, una cavidad completamente llena (sin volumen muerto) con el aditivo que se va a ensayar y otro segmento de acetato de celulosa de 8 mm de longitud. El aditivo a ensayar se prepara a partir de uno de los materiales compuestos de los Ejemplos 1 y 2, o a partir de sílice en solitario a partir de carbono activado en solitario (correspondiente a aquellos usados como el material de partida en los ejemplos anteriores) a modo de referencia; en estos dos últimos casos, la cantidad de sílice o de carbono usado en el filtro es igual a la cantidad de sílice presente en el filtro que contiene el material compuesto de los Ejemplos 1 o 2. La longitud de la cavidad que contiene el aditivo es de aproximadamente 15 9 mm.

20 Después de montar manualmente el filtro, cada muestra de cigarrillo se acondicionó durante 90 horas a una humedad relativa del 60% y a una temperatura de 22 °C, después se fumó en una máquina de fumar rotatoria Borgwaldt (RM20H) en la posición 20.

El humo que salía del filtro pasa a un filtro "Cambridge" que solo permite que pase la fase vapor, y este después se recupera mediante trampas frías cargadas con metanol.

25 Los compuestos volátiles y semi-volátiles recuperados de esta manera se analizaron por cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS).

30 Los grados de reducción de las especies volátiles y semi-volátiles indicadas en la Tabla 2 a continuación se determinaron en relación con los obtenidos con cigarrillos del mismo tipo, pero con los que se dejó vacía una cavidad de 9 mm de longitud entre los dos segmentos de acetato de celulosa.

Tabla 2

	CM1	CM2	Sílice	Carbono activado
Contenido de sílice (%)	70	70	100	-
Contenido de carbono activado (%)	-	-	-	100
Cantidad usada (mg)	107	107	75	75
	Grado de reducción (%)			
Piridina	81	80	75	55
Crotonaldehído	44	45	34	71
Acroleína	53	55	52	69
Acetona	66	66	64	68
Acetonitrilo	58	60	52	61

35 Puede verse que los materiales compuestos de acuerdo con la invención (CM1, CM2) tienen propiedades de adsorción satisfactorias. Hacen posible obtener grados de reducción de las especies volátiles y semi-volátiles mayores que aquellos obtenidos con la sílice en solitario y globalmente equivalentes a aquellos obtenidos con el carbono activado en solitario; mientras que tienen una cohesión mucho mejor.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Material compuesto, caracterizado por que está formado de al menos un polímero (P) elegido de celulosa y derivados de celulosa, y de al menos un compuesto (C) elegido de sílice precipitada, carbono activado y una mezcla de sílice precipitada y carbono activado, y por que tiene:
- un tamaño de partícula medio en número de al menos 150 μm ,
 - un volumen de poros (Vd1), constituido por poros de diámetro entre 3,6 y 1000 nm, de al menos 0,4 cm^3/g , y
 - 10 - un índice de cohesión Cl_N , igual a la relación (tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar)/(tamaño de partícula medio en número sin una tensión por presión en aire (0 bar)), mayor de 0,40.
- 15 2. Material compuesto de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que dicho polímero (P) es acetato de celulosa.
3. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por que dicho compuesto (C) es sílice precipitada.
- 20 4. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que tiene una cohesión tal que su índice de cohesión Cl_N es mayor de 0,50, preferentemente mayor de 0,60, en particular mayor de 0,80.
- 25 5. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que su tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar es mayor de 350 μm , en particular mayor de 400 μm , por ejemplo mayor de 500 μm .
- 30 6. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que su diámetro de poro promedio, para poros de diámetro entre 3,6 y 1000 nm, es de al menos 9 nm, preferentemente mayor de 11 nm, en particular de al menos 12 nm, por ejemplo entre 12 y 25 nm.
- 35 7. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que tiene un tamaño de partícula medio de al menos 400 μm , en particular entre 500 y 1200 μm , un área superficial específica BET de al menos 200 m^2/g , en particular entre 200 y 800 m^2/g , por ejemplo entre 200 y 400 m^2/g , y un índice de cohesión Cl_N igual a la relación (tamaño de partícula medio en número después de una tensión por presión de aire de 4 bar)/(tamaño de partícula medio en número sin una tensión por presión de aire (0)), mayor de 0,60, en particular mayor de 0,80.
- 40 8. Material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que tiene un contenido de polímero (P) entre 10 y 95%, preferentemente entre 15 y 45% en peso, y un contenido de compuesto (C) entre 5 y 90%, preferentemente entre 55 y 85% en peso.
- 45 9. Método para preparar un material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende las siguientes etapas sucesivas:
- 1) al menos un compuesto (C), elegido entre sílice precipitada, carbono activado y una mezcla de sílice precipitada y carbono activado, y una solución de polímero (P), eligiéndose dicho polímero (P) entre celulosa y derivados de celulosa, se introducen en una extrusora, la salida de la extrusora está equipada con una placa perforada con orificios, estando localizada dicha placa entre la extrusora y las cuchillas, abriéndose la salida de la extrusora a un baño que comprende un líquido que no es un disolvente para el polímero (P) y que es al menos parcialmente miscible con el disolvente usado en la solución de polímero (P), estando dichas cuchillas sumergidas en el baño;
 - 2) después de pasar por los agujeros de la placa, el efluente procedente de la salida de la extrusora se corta, por dichas cuchillas en forma de gotas, precipitando dichas gotas en dicho baño como partículas, en particular gránulos, de material compuesto;
 - 3) dichas partículas se separan de dicho baño;
 - 55 4) dichas partículas se lavan para eliminar, al menos parcialmente, el disolvente usado en la solución de polímero (P); y
 - 5) dichas partículas se secan.
- 60 10. Método de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizado por que el compuesto (C) y la solución de polímero (P) se introducen en la extrusora en forma de una mezcla preparada previamente.
11. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 y 10, caracterizado por que dicho polímero (P) es acetato de celulosa.
- 65 12. Método de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado por que la solución de acetato de celulosa usada en la etapa 1) contiene ácido acético como disolvente.

13. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 y 12, caracterizado por que dicho compuesto (C) es sílice precipitada.
- 5 14. Método acuerdo con una de las reivindicaciones 9 y 13, caracterizado por que la extrusora usada es una extrusora de doble tornillo.
15. Uso de un material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8 como un soporte líquido, como un soporte sólido, como un aditivo o para filtración de líquido o gas.
- 10 16. Uso de acuerdo con la reivindicación 15 en filtros de cigarrillo.
17. Filtro de cigarrillo, caracterizado por que contiene al menos un material compuesto de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8.