



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0908160-7 B1



(22) Data do Depósito: 16/03/2009

(45) Data de Concessão: 01/10/2019

(54) Título: MATERIAL COMPÓSITO, MÉTODO PARA A PREPARAÇÃO DE UM MATERIAL COMPÓSITO, USO DE UM MATERIAL COMPÓSITO, E, FILTRO DE CIGARRO

(51) Int.Cl.: A24D 3/10; A24D 3/16; A24D 3/08; B01J 20/06; B01J 20/08; (...).

(30) Prioridade Unionista: 14/03/2008 FR 0801423.

(73) Titular(es): SOLVAY ACETOW GMBH.

(72) Inventor(es): ANDREAS HUMMEL; CARSTEN HABECK; JEAN-FRANÇOIS VIOT; PHILIPPE LAPERSONNE.

(86) Pedido PCT: PCT EP2009053090 de 16/03/2009

(87) Publicação PCT: WO 2009/112591 de 17/09/2009

(85) Data do Início da Fase Nacional: 30/08/2010

(57) Resumo: MATERIAL CO:MPÓSITO, MÉTODO PARA A PREPARAÇÃO DE UM MATERIAL CO:MPÓSITO, USO DE UM MATERIAL CO:MPÓSITO, E, FILTRO DE CIGARRO A invenção se refere a um material compósito altamente coesivo, formado de pelo menos um polímero e pelo menos um composto selecionado de óxidos minerais, silicoaluminatos e carbono ativado, o referido material compósito tendo: - um tamanho de partícula médio numérico de pelo menos 150 J.Lm, - um volume de poros (Vd1), constituído de poros com diâmetros entre 3,6 e 1.000 nm, de pelo menos 0,4 cm³/g, e -um índice de coesão CIN, igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar)), maior do que 0,40. Ela também se refere a um método para preparar o material compósito. Ela se refere também ao uso deste material compósito como um suporte de líquido, suporte de catalisador, aditivo ou para a filtração de líquido ou gás, em particular em filtros de cigarro.

“MATERIAL COMPÓSITO, MÉTODO PARA A PREPARAÇÃO DE UM MATERIAL COMPÓSITO, USO DE UM MATERIAL COMPÓSITO, E, FILTRO DE CIGARRO”

[0001] A presente invenção se refere a materiais altamente coesivos e a um método para preparar materiais altamente coesivos.

[0002] Ela também se refere a seus usos, em particular como um suporte de líquido, um suporte de catalisador, um aditivo ou para a filtração de líquido ou gás; ela se refere mais particularmente a seu uso em filtros de cigarro.

[0003] É conhecido condicionar líquidos em suportes de sólido, em particular sobre um suporte de sílica.

[0004] É conhecido também o uso de um composto tal como carbono ativado por suas propriedades de adsorção, especialmente para filtração de líquido ou gás, em particular em filtros de cigarro.

[0005] Um dos objetivos da invenção é prover um material novo tendo uma coesão alta e que preferivelmente produz pouca ou nenhuma poeira, o qual pode possivelmente ser usado satisfatoriamente como um suporte de líquido ou para a filtração de líquido ou gás, em particular em filtros de cigarros, especialmente como um filtro ativo, preferivelmente através da substituição do carbono ativado e/ou, além disso, do filtro usado convencionalmente, tal como acetato de celulose.

[0006] Desse modo, um objetivo da invenção é um material compósito, caracterizado pelo fato de que ele é composto de pelo menos um polímero (P) e de pelo menos um composto (C) selecionado de óxidos minerais, silicoaluminatos e carbono ativado, e em que ele tem:

- um tamanho de partícula médio numérico de ($D_{50n(0)}$) de pelo menos 150 μm , e preferivelmente no máximo 2000 μm ,

- um volume de poros ($Vd1$), constituído de poros com diâmetros entre 3,6 e 1.000 nm, de pelo menos 0,4 cm^3/g , e

- uma coesão de modo que seu índice de coesão C_{IN} , é igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar)), de acordo com o teste descrito abaixo, é maior do que 0,40.

[0007] O polímero (P) é vantajosamente um polímero poroso.

[0008] O polímero (P) é em geral selecionado dos seguintes polímeros: celulose e seus derivados (em particular acetato de celulose), amido e seus derivados, alginatos e seus derivados, polietileno, guar e seus derivados, alcoóis polivinílicos e seus derivados.

[0009] O polímero (P) pode ser, por exemplo, um dos polímeros abaixo: celulose, acetato de celulose, sulfato de celulose, etil celulose, hidroxietil celulose, metil celulose, hidroximetil celulose, carboximetil celulose, amido, amido carboximetilado, hidroxipropil amido, goma arábica, agár-agár, ácido algínico, alginato de sódio, alginato de potássio, alginato de cálcio, goma tragacanto, goma guar, goma de alfarroba, acetatos de polivinila (possivelmente hidrolisadas), copolímeros de acetatos de polivinila e ésteres de vinila de ácidos carboxílicos alifáticos, alcoóis polivinílicos, polietileno, copolímeros de etileno e ésteres de vinila de ácidos carboxílicos alifáticos saturados, policiclopentadieno hidratado.

[0010] Em particular, o polímero (P) pode ser de celulose ou de um de seus derivados (entre outros, acetato de celulose ou sulfato de celulose), polietileno, goma arábica ou um álcool polivinílico.

[0011] Mais particularmente, o polímero (P) pode ser um derivado de celulose (por exemplo, acetato de celulose, sulfato de celulose, etil celulose, hidroxietil celulose, metil celulose, hidroximetil celulose, carboximetil celulose).

[0012] Mais preferivelmente, o polímero (P) é acetato de celulose.

[0013] O composto (C) é mais frequentemente um adsorvente e/ou um suporte de catalisador.

[0014] O composto (C) pode ser um óxido mineral, tais como, em particular, uma sílica, uma alumina, um óxido de zircônio, um óxido de titânio, um óxido de ferro ou óxido de cério.

[0015] O composto (C) pode ser também um aluminossilicato.

[0016] Finalmente, o composto (C) pode ser carbono ativado (em particular, carbono ativado de coco).

[0017] Desse modo, o composto (C) é geralmente selecionado de sílicas,

aluminas, óxidos de zircônio, óxidos de titânio, óxido de ferro, óxidos de cério, aluminossilicatos e carbono ativado.

[0018] O composto (C) consiste de, por exemplo, sílica amorfa sintética.

[0019] Esta pode ser uma sílica fumigada, uma sílica coloidal, um gel de sílica, uma sílica precipitada ou uma das suas misturas.

[0020] De acordo com uma variante preferida da invenção, o composto (C) é sílica precipitada.

[0021] De acordo com outra variante preferida da invenção, o composto (C) é carbono ativado.

[0022] O material compósito pode conter, de acordo com uma forma de realização da invenção, uma mistura de compostos (C), em particular uma mistura de sílica precipitada e carbono ativado.

[0023] O material compósito de acordo com a invenção pode ser feito apenas de pelo menos um polímero (P) e pelo menos um composto (C).

[0024] A coesão é medida pelo teste de coesão seguinte.

[0025] Um analisador de tamanho de partículas a laser MALVERN MASTERSIZER 2000 (da Malvern Instruments) é usado acoplado com a unidade de amostragem no modo seco Scirocco. A análise é realizada usando o modelo óptico de Fraunhofer, com um tempo de medição de 5 segundos.

[0026] Uma primeira análise é realizada através da introdução do produto apenas pela vibração da tremonha e aspiração, a fim de ter acesso a um tamanho inicial do produto. Esse tamanho inicial do produto corresponde ao seu tamanho de partícula médio numérico ($D_{50n(0)}$), referido como o tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar).

[0027] Uma segunda análise é realizada injetando, através do bocal da unidade de amostragem, uma pressão de ar de 4 bar. Esse valor de pressão foi definido para grânulos compostos apenas de carbono ativado, o carbono ativado sendo um produto já usado em filtros de cigarros; ele gera uma tensão suficiente para iniciar o atrito do carbono ativado. Este nível de tensão corresponde desse modo, ao aparecimento de partículas finas no caso do carbono ativado sozinho; ele é usado

como um valor de referência para o posicionamento dos materiais compósitos de acordo com a invenção.

[0028] O nível de atrito sofrido pelo produto é avaliado através da comparação entre, por um lado, a distribuição de tamanho de partícula medida sem tensão de pressão de ar (0 bar) e, por outro lado, a distribuição de tamanho de partícula medida depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar. Mais particularmente, o indicador usado para a distribuição de tamanho de partículas é o tamanho médio numérico (D_{50n}).

[0029] Depois que o tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar), referido como $D_{50n(0)}$, o tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar, referido como $D_{50n(4)}$, é medido.

[0030] O índice de coesão CI_N , é igual à relação $D_{50n(4)}/D_{50n(0)}$ (isto é, (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar)) é calculado; isto torna possível quantificar a resistência ao atrito exibida pelo produto, isto é, a sua coesão: quanto maior o índice de coesão CI_N , melhor o produto suporta o atrito, isto é, mais coesivo o produto.

[0031] A coesão dos materiais de compósito de acordo com a invenção expressa, em particular, a sua capacidade para resistir a um nível de tensão sem formar, em uma quantidade significativa, e vantajosamente sem formar, partículas finas, que, em particular, podem possivelmente ser inaladas pelo fumante quando estes materiais são usados em filtros de cigarro.

[0032] Os volumes de poros e os diâmetros dos poros são medidos por porosimetria de mercúrio (porosímetro Micromeritics Autopore 9520, por exemplo); para estas medições, a preparação de cada amostra pode ser realizada como se segue: cada amostra é primeiramente seca por 2 horas a 90°C, sob pressão atmosférica, em seguida é colocada em um vaso de teste nos 5 minutos seguintes a esta secagem e é desgaseificada sob vácuo, por exemplo, usando uma bomba a vácuo; os tamanhos de amostra são 0,22 g ($\pm 0,01$ g); os penetrômetros nº 10 são usados. Os diâmetros dos poros são calculados pela equação de Washburn, com

um ângulo de contato $\theta = 140^\circ$ e uma tração superficial γ igual a 484 dinas/cm. No presente texto, poros tendo um diâmetro entre 3,6 e 1000 nm não são levados em conta.

[0033] O material compósito de acordo com a invenção tem um tamanho de partícula médio numérico ($D_{50n(0)}$) de pelo menos 150 μm , notavelmente de pelo menos 250 μm . Preferencialmente, este é no máximo 2000 μm . Ele pode ser entre 150 e 1000 μm , em particular entre 250 e 1000 μm , por exemplo, entre 250 e 900 μm .

[0034] Em geral, ele tem um tamanho de partícula médio numérico maior do que 250 μm (variando especialmente de 250 (exclusivo) a 2000 μm , mesmo a 1000 μm), preferivelmente de pelo menos 400 μm , especialmente entre 400 e 2000 μm , em particular entre 450 e 1200 μm .

[0035] O seu tamanho de partícula médio numérico é em geral entre 450 e 1000 μm , em particular entre 500 e 1000 μm , especialmente entre 540 e 900 μm , por exemplo, entre 540 e 800 μm .

[0036] O material compósito de acordo com a invenção pode ter, por exemplo, quando ele é planejado para ser usado em um filtro de cigarro, tamanhos de partículas entre 150 e 2000 μm , notavelmente entre 250 e 1500 μm , em particular entre 400 e 800 μm , mesmo entre 500 e 800 μm .

[0037] O material compósito de acordo com a invenção é, vantajosamente, poroso.

[0038] Ele tem um volume de poros intra-partículas ($Vd1$), constituído de poros com um diâmetro entre 3,6 e 1.000 nm (isto é, um volume de poros acumulado dos poros com diâmetro entre 3,6 e 1.000 nm), de pelo menos 0,4 cm^3/g , e frequentemente no máximo 3,0 cm^3/g (cm^3 por grama de material compósito).

[0039] O seu volume de poros ($Vd1$) é, em geral, de pelo menos 0,5 cm^3/g , em particular entre 0,5 e 3,0 cm^3/g , por exemplo, entre 0,5 e 2,5 cm^3/g , mesmo entre 0,5 e 2,0 cm^3/g . Notavelmente no caso onde o composto (C) é sílica (preferivelmente sílica precipitada), o volume de poros ($Vd1$) do material compósito de acordo com a invenção pode ser de pelo menos 0,6 cm^3/g , em particular entre 0,6 e 3,0 cm^3/g ,

preferivelmente entre 0,6 e 2,0 cm³/g, por exemplo, entre 0,7 e 1,5 cm³/g, mesmo entre 0,7 e 1,4 cm³/g. Ainda mais preferivelmente, o seu volume de poros (Vd1) é pelo menos 0,8 cm³/g, em particular entre 0,8 e 3,0 cm³/g, especialmente entre 0,8 e 2,0 cm³/g, por exemplo, entre 0,9 e 1,4 cm³/g.

[0040] O material compósito de acordo com a invenção tem uma resistência coesiva elevada.

[0041] Ele tem uma coesão tal que seu índice de coesão CI_N , é igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar)), de acordo com o teste descrito acima, é maior do que 0,40, preferivelmente maior do que 0,50.

[0042] O seu tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar ($D_{50n(4)}$), de acordo com o teste de coesão descrito acima, é maior do que 350 µm, em particular maior do que 400 µm, por exemplo, maior do que 500 µm.

[0043] Vantajosamente, mais particularmente quando ele é planejado para ser usado em um filtro de cigarro, e, por exemplo, entre outros, quando o composto (C) é sílica (preferivelmente sílica precipitada) e/ou carbono ativado, a sua coesão é tal que o seu índice de coesão CI_N , é igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de (0 bar)), de acordo com o teste descrito acima, é maior do que 0,60, preferivelmente maior do que 0,80, em particular maior do que 0,85, por exemplo, maior do que 0,90.

[0044] O material compósito de acordo com a invenção preferivelmente não gera poeira durante a sua manipulação.

[0045] O material compósito de acordo com a presente invenção tem, preferivelmente, notavelmente quando é usado em um filtro de cigarro, uma filtrabilidade perto da, ainda maior do que a do composto (C) incorporado em sua composição, em particular quando o composto (C) é carbono ativado e/ou sílica (preferivelmente sílica precipitada), embora tendo uma melhor coesão. Este é ainda

mais o caso quando o polímero (P) é acetato de celulose.

[0046] O material compósito de acordo com a invenção pode ter, especialmente quando o composto (C) é sílica, em particular sílica precipitada, um diâmetro médio de poros, para os poros com diâmetro entre 3,6 e 1.000 nm, de pelo menos 9 nm (por exemplo, entre 9 e 100 nm ou entre 9 e 50 nm), preferivelmente maior do que 11 nm (por exemplo, entre 11 (exclusivo) e 100 nm ou entre 11 (exclusivo) e 50 nm), especialmente de pelo menos 12 nm, por exemplo, entre 12 e 100 nm, ele pode ser entre 12 e 50 nm, em particular entre 12 e 25 nm ou entre 12 e 18 nm; ele pode também variar entre 13 e 25 nm, por exemplo, entre 13 e 18 nm.

[0047] O material compósito de acordo com a invenção, que está vantajosamente na forma sólida, geralmente tem uma área de superfície específica BET de pelo menos 50 m²/g. Em geral, a sua área de superfície específica BET é no máximo 1300 m²/g e em particular no máximo 1200 m²/g, especialmente no máximo 1000 m²/g, por exemplo, no máximo 900 m²/g, mesmo no máximo 700 m²/g (m² por grama de material compósito). Ela pode ser menor do que 400 m²/g.

[0048] A área de superfície específica BET é determinada de acordo com o método de Brunauer-Emmett-Teller descrito no "The Journal of American Chemical Society", vol. 60, página 309, Fevereiro de 1938, e corresponde ao padrão NF ISO 9277 (Dezembro de 1996).

[0049] A área de superfície específica BET do material compósito de acordo com a presente invenção pode ser de pelo menos 100 m²/g, em geral pelo menos, 160 m²/g, preferivelmente de pelo menos 200 m²/g (por exemplo, pelo menos, 210 m²/g); ela pode ser entre 200 e 1300 m²/g, em particular entre 200 e 1000 m²/g, por exemplo, entre 200 e 800 m²/g, mesmo entre 200 e 700 m²/g ou entre 210 e 650 m²/g. Especialmente, no caso onde o composto (C) é sílica, em particular sílica precipitada, a área de superfície específica BET do material compósito de acordo com a invenção pode ser entre 200 e 600 m²/g, em particular entre 200 e 500 m²/g, por exemplo, entre 210 e 400 m²/g, ou entre 210 e 300 m²/g.

[0050] A área de superfície específica do material compósito de acordo com a invenção é essencialmente uma função da área de superfície específica do

composto (C), o seu teor de composto (C) e a acessibilidade da superfície do composto (C) dentro do material compósito, permitida pela porosidade do polímero (P). Preferivelmente, o material compósito de acordo com a invenção retém uma parte substancial da área de superfície específica do composto (C), em particular quando o polímero (P) é acetato de celulose, especialmente no caso onde o composto (C) é carbono ativado e/ou especialmente sílica (preferivelmente sílica precipitada).

[0051] De acordo com uma forma de realização em particular, mais particularmente quando ele é planejado para ser usado em um filtro de cigarro, e, por exemplo, entre outros, quando o composto (C) é sílica (preferivelmente sílica precipitada) e/ou carbono ativado, o material compósito de acordo com a invenção tem um tamanho de partícula médio numérico ($D_{50n(0)}$) de pelo menos 400 μm (e, por exemplo, no máximo, 2.000 μm), notavelmente entre 400 e 1000 μm , por exemplo, entre 500 e 800 μm , uma área de superfície específica BET de pelo menos 200 m^2/g (e, por exemplo, no máximo 1000 m^2/g), preferivelmente entre 200 e 800 m^2/g , em particular entre 200 e 600 m^2/g , especialmente entre 200 e 500 m^2/g , por exemplo, entre 200 e 400 m^2/g , mesmo entre 210 e 400 m^2/g ou entre 210 e 300 m^2/g , e uma coesão tal que o seu índice de coesão Cl_N , é igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar, ou $D_{50n(4)}$)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar) ou $D_{50n(0)}$), é maior do que 0,60, em particular maior do que 0,80, por exemplo, maior do que 0,85.

[0052] Em geral, o material compósito de acordo com a invenção tem um teor de polímero (P) entre 10 e 95%, preferivelmente entre 15 e 45% em peso, e um teor de composto (C) entre 5 e 90%, preferivelmente entre 55 e 85% em peso.

[0053] O material compósito de acordo com a presente invenção pode estar especialmente na forma de extrudados, por exemplo, em forma cilíndrica, em forma esférica, ou, preferivelmente, em forma de grânulos.

[0054] Ele pode conter, além do polímero (P) e do composto (C), pelo menos um aroma e/ou pelo menos um plastificante.

[0055] Outro objetivo da invenção é um método para preparar um material compósito, em particular o material compósito de acordo com a invenção, descrito no texto precedente, compreendendo as etapas sucessivas seguintes:

- 1) pelo menos um composto (C), selecionado de óxidos minerais, aluminossilicatos e carbono ativado, e uma solução de polímero (P) são introduzidos dentro de uma extrusora, a saída da extrusora sendo equipada com uma placa perfurada com orifício (s), a referida placa estando localizada entre a extrusora e as lâminas, a saída da extrusora se abrindo dentro de um banho compreendendo um líquido que é um não solvente para o polímero (P) e que é pelo menos parcialmente miscível com o solvente usado na solução de polímero (P), as referidas lâminas estando submersas neste banho;
- 2) depois de passar dentro do (s) orifício (s) da placa perfurada, o efluente (ou extrudado) vindo da saída da extrusora é cortado pelas referidas lâminas, em forma de gotas (porções ou segmentos de efluentes (ou extrudado)), as referidas gotas se precipitando no referido banho em partículas ou elementos (em particular grânulos) de material compósito;
- 3) as referidas partículas (ou grânulos) são separados do referido banho;
- 4) as referidas partículas (ou grânulos) são lavados a fim de eliminar, pelo menos parcialmente, o solvente usado na solução de polímero (P); e
- 5) as referidas partículas (ou grânulos) são secos.

[0056] O polímero (P) usado é, vantajosamente, um polímero poroso.

[0057] O polímero (P) é em geral, selecionado dos seguintes polímeros: celulose e seus derivados (em particular acetato de celulose), amido e seus derivados, alginato e seus derivados, polietileno, guars e seus derivados, alcoóis polivinílicos e seus derivados.

[0058] O polímero (P) pode ser, por exemplo, um dos polímeros abaixo: celulose, acetato de celulose, sulfato de celulose, etil celulose, hidroxietil celulose, metil celulose, hidroximetil celulose, carboximetil celulose, amido, amido carboximetilado, hidroxipropil amido, goma arábica, agár-agár, ácido alginico, alginato de sódio,

alginate de potássio, alginato de cálcio, goma tragacanto, goma guar, goma de alfarroba, acetatos de polivinila (possivelmente hidrolisadas), copolímeros de acetatos de polivinila e ésteres de vinila de ácidos carboxílicos alifáticos, alcoóis polivinílicos, polietileno, copolímeros de etileno e ésteres de vinila de ácidos carboxílicos alifáticos saturados, policiclopentadieno hidratado.

[0059] Em particular, o polímero (P) pode ser celulose ou um de seus derivados (entre outros, acetato de celulose ou sulfato de celulose), polietileno, goma arábica ou um álcool polivinílico.

[0060] Mais particularmente, o polímero (P) pode ser um derivado de celulose (por exemplo, acetato de celulose, sulfato de celulose, etil celulose, hidroxietil celulose, metil celulose, hidroximetil celulose, carboximetil celulose).

[0061] Mais preferivelmente, o polímero (P) é acetato de celulose.

[0062] O composto (C) usado é mais frequentemente um adsorvente e/ou um suporte de catalisador.

[0063] O composto (C) pode ser um óxido mineral, tais como, em particular, uma sílica, uma alumina, um óxido de zircônio, um óxido de titânio, um óxido de ferro ou um óxido de cério.

[0064] O composto (C) pode ser também um aluminossilicato.

[0065] Finalmente, o composto (C) pode ser carbono ativado (em particular, carbono ativado de coco).

[0066] Desse modo, o composto (C) é geralmente selecionado de sílicas, aluminas, óxidos de zircônio, óxidos de titânio, óxido de ferro, óxidos de cério, aluminossilicatos e carbono ativado.

[0067] O composto (C) consiste, por exemplo, de uma sílica amorfa sintética.

[0068] Esta pode ser uma sílica fumigada, uma sílica coloidal, um gel de sílica, uma sílica precipitada ou uma das suas misturas.

[0069] De acordo com uma variante preferida da invenção, o composto (C) é sílica precipitada. Esta pode ser preparada através de uma reação para a precipitação de um silicato, tal como um silicato de metal alcalino (silicato de sódio, por exemplo), com um agente de acidificação (ácido sulfúrico, por exemplo) para

produzir uma suspensão de sílica precipitada, em seguida, frequentemente através de separação, em particular através de filtração (com produção de uma torta de filtro) da sílica precipitada obtida e finalmente secagem (geralmente através de secagem por pulverização), qualquer método pode ser usado para preparar a sílica precipitada: especialmente, a adição do agente de acidificação para um estoque de silicato, adição simultânea total ou parcial de agente de acidificação e silicato para um estoque de água e silicato.

[0070] De acordo com outra variante preferida da invenção, o composto (C) é carbono ativado.

[0071] De acordo com uma forma de realização da invenção, uma mistura de compostos (C), em particular uma mistura de sílica precipitada e carbono ativado, é usada.

[0072] O composto (C) usado na etapa 1) do método de acordo com a invenção vantajosamente tem uma área de superfície específica relativamente alta. Ele geralmente tem em particular no caso de uma sílica precipitada e/ou carbono ativado, uma área de superfície específica BET de pelo menos 100 m²/g, preferivelmente de pelo menos

[0073] 200 m²/g, em particular maior do que 450 m²/g.

[0074] O composto (C) frequentemente tem um tamanho de partícula médio de pelo menos 0,5 µm, em particular entre 0,5 e 100 µm.

[0075] Quando o composto (C) é sílica precipitada, este tamanho é preferivelmente, mais particularmente entre 0,5 e 50 µm, especialmente entre 0,5 e 20 µm, por exemplo, entre 2 e 15 µm.

[0076] Quando o composto (C) é carbono ativado (em particular carbono ativado de coco), este tamanho é preferivelmente mais particularmente entre 1 e 80 µm, especialmente entre 2 e 70 µm.

[0077] O composto (C) usado na etapa 1) do método de acordo com a invenção, em particular quando ele é sílica, notavelmente sílica precipitada, preferivelmente tem uma absorção de óleo DOP de menos do que 260 ml/100g, especialmente de menos do que 240 ml/100g, por exemplo, de menos do que 225 ml/100g. Sua

absorção de óleo DOP pode ser de menos do que 210 ml/100g, mesmo do que 205 ml/100g. Sua absorção de óleo DOP pode ser de pelo menos 80 ml/100g, especialmente maior do que 145 ml/100g, por exemplo, maior do que 180 ml/100g. A absorção de óleo DOP é determinada de acordo com o padrão ISO 787/5 usando ftalato de dioctila (a medição é realizada no composto (C) como é).

[0078] O composto (C) usado, em particular quando ele é sílica, especialmente sílica precipitada e/ou carbono ativado, geralmente tem uma área de superfície específica CTAB (área de superfície externa determinada de acordo com o padrão NF T 45007 (novembro 1987)) maior do que 280 m²/g, especialmente maior do que 300 m²/g, em particular maior do que 330 m²/g, por exemplo, maior do que 350 m²/g; ela pode ser menor do que 450 m²/g.

[0079] Na etapa 1) do método de acordo com a presente invenção, um sílica precipitada em particular pode ser usada especialmente tendo:

- uma absorção de óleo DOP de menos de 260 ml/100g, especialmente menos do que 240 ml/100g, em particular menos do que 225 ml/100g;

- um volume de poros (V_{d25}), formado a partir de poros com um diâmetro menor do que 25 nm, maior do que 0,8 ml/g, especialmente maior do que 0,9 ml/g, por exemplo, de pelo menos, 0,95 ml/g (volume de poro determinado pelo método de Barrett, Joyner e Halenda, conhecido como o método BJH, descrito especialmente, por F. Rouquerol, L. Luciani, P. Llewellyn, R. Denoyel e J. Rouquerol, em "Les Techniques de l'Ingenieur", Setembro de 2001);

- uma área de superfície específica CTAB maior do que 280 m²/g, especialmente maior do que 300 m²/g, em particular maior do que 330 m²/g, por exemplo, maior do que 350 m²/g;

- preferivelmente, uma área de superfície específica BET maior do que 450 m²/g, por exemplo, maior do que 510 m²/g.

[0080] Esta sílica precipitada em particular pode ter um diâmetro de poro (d_p), para poros com diâmetro menor do que 25 nm, tomada no máximo da distribuição de tamanho dos poros por volume, de menos do que 12 nm, em particular de menos do que 8 nm (método de Barrett, Joyner e Halenda).

[0081] Ela pode ser preparada através de um método que compreende a reação de um silicato com um agente de acidificação, a partir da qual uma suspensão de sílica precipitada é obtida, em seguida separando e secando (especialmente por secagem por pulverização) esta suspensão, a reação do silicato com o agente de acidificação sendo realizada de acordo com as etapas sucessivas seguintes:

(i) um estoque inicial é formado compreendendo uma parte da quantidade total de silicato envolvido na reação, a concentração de silicato (expressa como SiO_2) no referido estoque inicial sendo entre 10 e 50 g/l, preferivelmente entre 12 e 48 g/l, em particular entre 15 e 45 g/l, e a temperatura do referido estoque inicial sendo entre 40 e 65°C;

(i') opcionalmente, o agente de acidificação é adicionado no referido estoque, durante de 5 a 30 minutos, até que um valor de pH do meio de reação entre 3,5 e 8,5 é obtido;

(ii) o agente de acidificação e a quantidade restante de silicato são adicionados, preferivelmente simultaneamente, ao referido estoque, durante de 20 a 150 minutos, a quantidade de silicato adicionada (expressa como SiO_2)/a relação da quantidade de silicato presente no estoque inicial (expressa como SiO_2) sendo maior do que 5:

a) ou com taxas de fluxo constante resultando, no final desta adição simultânea, em um valor de pH do meio de reação entre 3,5 e 8,5,

b) ou com uma taxa de fluxo de agente de acidificação ajustada a fim de manter o pH do meio de reação com um valor constante e entre 3,5 e 8,5;

(iii) o agente de acidificação é adicionado ao meio de reação, no caso onde o valor do pH do meio de reação no final da etapa (ii) é maior do que 6,0, durante de 3 a 25 minutos, a fim de alcançar um valor de pH do meio de reação entre 3,5 e 6,0; e

(iv) o meio de reação, obtido no final da etapa precedente, é mantido com agitação durante de 5 a 60 minutos.

[0082] A superfície das partículas do composto (C) usado, em particular quando se trata de uma sílica precipitada, pode ser funcionalizada primeiro, especialmente

através de enxerto ou adsorção de moléculas orgânicas, compreendendo, por exemplo, pelo menos uma função amino, fenila, alquila, ciano, nitrila, alcóxi, hidroxila, amida, tio e/ou halogênio.

[0083] De acordo com uma variante do método da invenção, o composto (C) e a solução de polímero (P) podem ser misturados juntos na própria extrusora, especialmente sob o efeito do movimento do parafuso ou parafusos que a extrusora é geralmente equipada com.

[0084] De acordo com outra variante do método da invenção, o composto (C) e a solução de polímero (P) são introduzidos (etapa 1) dentro da extrusora na forma de uma mistura previamente preparada.

[0085] A referida mistura é então obtida vantajosamente (etapa 0) através da mistura (adição) de pelo menos um composto (C) com (dentro) pelo menos uma solução de polímero (P), preferivelmente com agitação. Em particular, ela é realizada através da adição do composto (C) dentro da solução de polímero (P) gradualmente a fim de obter a mistura mais homogênea possível. Esta etapa anterior preferida chega a dispersar o composto (C) (na forma sólida) em um meio formado pelo polímero (P) em solução em um de seus solventes. Vantajosamente, a mistura obtida e a ser usada na etapa 1) do método de acordo com a invenção está na forma de uma pasta homogênea. Um misturador rotativo equipado com lâminas ou pinos pode possivelmente ser usado aqui, por exemplo, do tipo Rotolab Zanchetta, ou preferivelmente, um misturador rotativo com lâminas com taxa de cisalhamento moderada, especialmente um misturador do tipo Lodige. A misturação pode ser realizada em temperatura ambiente (temperatura do local de instalação).

[0086] Os seguintes podem, por exemplo, ser usados como solventes para a solução de polímero (P): ácido acético (em particular quando o polímero (P) é acetato de celulose), água (em particular no caso onde o polímero (P) é sulfato de celulose, um álcool polivinílico ou goma arábica), um óleo naftênico (em particular no caso onde o polímero (P) é polietileno).

[0087] Quando o polímero (P) é acetato de celulose, ele é geralmente dissolvido em uma mistura de ácido acético e água, por exemplo, nas proporções em peso

seguintes:

acetato de celulose: de 10 a 25%,

ácido acético: de 65 a 80%,

água: de 3 a 15%.

[0088] Uma adição de solvente (por exemplo, de ácido acético no caso onde o polímero (P) é acetato de celulose) pode ser feita dentro da mistura formada antes da etapa 1), ou dentro da solução de polímero (P), especialmente para diminuir a viscosidade da mesma.

[0089] As proporções de polímero (P) e composto (C) usadas na etapa 1) (ou na etapa de misturação anterior) dependem das proporções desejadas no material compósito final, e são, em geral, de modo que o material compósito tem um teor de polímero (P) entre 10 e 95%, preferivelmente entre 15 e 45% em peso, e um teor de composto (C) entre 5 e 90%, preferencialmente entre 55 e 85%, em peso.

[0090] Preferivelmente, a extrusora usada na etapa 1 é uma extrusora com parafuso duplo (em particular uma extrusora com parafuso duplo de co-rotação), por exemplo, uma extrusora do tipo Clextral BC21. A pressão de trabalho da extrusora está então geralmente entre 10 e 40 bar, por exemplo, entre 20 e 30 bar.

[0091] A extrusora usada na etapa 1) é equipada na sua saída com uma placa perfurada com um ou, preferivelmente vários orifícios (especialmente entre 1 e 200 orifícios, em particular entre 20 e 200 orifícios, por exemplo, entre 30 e 180 orifícios). O diâmetro dos referidos orifícios pode ser entre 0,1 e 2 mm, em particular entre 0,2 e 1 mm, por exemplo, entre 0,3 e 0,5 mm.

[0092] Mesmo se isto constitua somente uma variante não preferida do método da invenção, é possível substituir a extrusora usada na etapa 1) por qualquer meio (por exemplo, um embolo dentro de uma câmara) que torne possível empurrar a mistura obtida de composto (C) e da solução de polímero (P) através do orifício ou orifícios.

[0093] A placa perfurada com orifício (s) está localizada entre a extrusora e as lâminas (facas ou lâminas de corte). Estas lâminas em geral estão equipadas com um granulador. Podem existir, por exemplo, entre 2 e 10, especialmente entre 4 e 7,

lâminas. Estas lâminas são vantajosamente lâminas rotativas (facas ou laminas rotativas de corte), a sua velocidade de rotação sendo possivelmente, por exemplo, entre 2000 e 7500 rpm, em particular entre 3000 e 5000 rpm.

[0094] Colocado sob pressão dentro da extrusora, em geral pelo parafuso ou parafusos contidos na extrusora, o material introduzido dentro da extrusora é empurrado em direção a saída da extrusora e forçado a passar através do (s) orifício (s) da placa perfurada.

[0095] A saída da extrusora (equipada com a placa perfurada com orifício (s) se abre dentro de um banho compreendendo um líquido que não é um solvente para o polímero (P) e que é pelo menos parcialmente (preferivelmente totalmente) miscível com o solvente usado na solução de polímero (P). A saída da extrusora (equipada com a placa perfurada com orifício (s), pode ser submersa neste banho.

[0096] As lâminas (lâminas ou facas de corte, estas lâminas/facas preferivelmente sendo lâminas/facas rotativas) são submersas no banho. Essas lâminas são planejadas para passar muito perto do orifício ou orifícios da placa perfurada, a fim de cortar o material vindo da saída da extrusora e passando através do (s) orifício (s) da placa perfurada.

[0097] Os seguintes podem, por exemplo, ser usados como o líquido que não é um solvente para o polímero (P): água (em particular quando o polímero (P) é acetato de celulose e o solvente usado é ácido acético), uma solução aquosa (diluída) de ácido acético (em particular quando o polímero (P) é acetato de celulose e o solvente usado é ácido acético), etanol (em particular no caso onde o polímero (P) é sulfato de celulose e o solvente usado é água), um ácido carboxílico (em particular no caso onde o polímero (P) é um álcool polivinílico e o solvente usado é água), um álcool (em particular no caso onde o polímero (P) é goma arábica e o solvente usado é água (quente)), hexano (em particular no caso onde o polímero (P) é polietileno e o solvente usado é um óleo naftênico).

[0098] Em geral, água é usada como o líquido que não é um solvente para o polímero (P).

[0099] Na etapa 2) do método de acordo com a invenção, depois de passar

dentro do (s) orifício (s) da placa perfurada devido à pressão exercida no interior da extrusora, o efluente (ou extrudado) vindo da saída da extrusora é cortado pelas lâminas (ou facas) na forma de gotas (porções ou segmentos de efluentes (ou de extrudado)), as referidas gotas se precipitando no banho em partículas ou elementos (em particular grânulos) de material compósito.

[00100] O líquido que não é um solvente para o polímero (P) pode ser opcionalmente adicionado ao referido banho durante a etapa 2).

[00101] O banho preferivelmente consiste de uma corrente ou fluxo de líquido que não é um solvente para o polímero (P) e que é pelo menos parcialmente (preferivelmente totalmente) miscível com o solvente usado na solução de polímero (P). A velocidade da corrente (ou fluxo) pode ser, por exemplo, entre 5 e 20 l/min., especialmente entre 8 e 15 l/min., em particular para uma produção (de efluente) saindo da extrusora de 100 a 300 g/min., por exemplo, de 200 g/min.

[00102] O banho compreendendo o líquido que não é um solvente para o polímero (P) é em geral pré-aquecido.

[00103] Desse modo, preferivelmente, durante a preparação do método de acordo com a invenção, em particular durante a etapa 2), a temperatura do banho compreendendo o líquido que não é um solvente para o polímero (P), especialmente quando o polímero (P) é acetato de celulose e o referido líquido é água, é entre 25 e 80°C, em particular entre 45 e 70°C, por exemplo, entre 55 e 65°C.

[00104] Na etapa 2), além de cortar o efluente (ou extrudado(s)) vindo da extrusora, o polímero (P) é tornado insolúvel (precipitado). Desse modo, na etapa 2), o termo precipitação é geralmente entendido como significando a insolubilização do polímero (P) em um líquido que não é um solvente para o referido polímero (P) e que é pelo menos parcialmente (preferivelmente totalmente) miscível com o solvente usado na solução de polímero (P) usada na etapa 1), a insolubilização do polímero (P) o converte em uma matriz sólida porosa em que o composto (C) é disperso.

[00105] Os produtos formados no final da etapa 2) (ou grânulos de material compósito são em seguida separados do banho (etapa 3)), por qualquer meio conhecido de separação ou de recuperação. Eles são, por exemplo, recuperados

por meio de um saco do filtro.

[00106] Na etapa 4) o material compósito recuperado é em seguida lavado (uma ou mais etapas de lavagem), a fim de pelo menos parcialmente, preferivelmente totalmente, remover o solvente residual. Esta lavagem pode ser realizada com água (por exemplo, através de imersão em água por várias horas), especialmente no caso onde o solvente usado para o polímero (P) é ácido acético.

[00107] Em seguida, depois de uma etapa possível de esfregadelas (preferivelmente suave), o método de acordo com a invenção compreende uma etapa 5) de secagem, especialmente a fim de remover o líquido de lavagem usado na etapa 4).

[00108] Especialmente quando o líquido de lavagem é água, e em particular quando o polímero (P) é acetato de celulose, a etapa de secagem pode ser realizada com uma temperatura entre 40 e 110°C, por exemplo, em um dispositivo ventilado (especialmente um forno ou leito fluido), em geral por de 2 a 60 horas, em particular entre 4 e 30 horas.

[00109] O método de acordo com a invenção pode ser realizado no modo batelada ou, preferivelmente, continuamente, em particular nas suas etapas 1) e 2).

[00110] O método de acordo com a invenção notavelmente apresenta o interesse de compreender somente um número reduzido de etapas, especialmente comparado a métodos convencionais para a preparação de grânulos. Desse modo, vantajosamente, logo depois de passar dentro do (s) orifício (s) da placa perfurada, o extrudado é cortado diretamente pelas lâminas na saída da extrusora, que se abre (especialmente através de imersão) dentro de um líquido, em grânulos tendo o tamanho desejado, estes grânulos se curando diretamente sem se aderirem um ao outro, enquanto em seguida exigem somente etapas de lavagem e secagem. Nenhuma etapa de calibração, peneiramento e/ou moagem é desse modo absolutamente necessária.

[00111] O método de acordo com a invenção torna possível, vantajosamente preparar um material compósito tendo uma filtrabilidade pelo menos tão alta, em geral mais alta do que a do composto (C) usado, em particular quando o composto

(C) é carbono ativado e/ou especialmente sílica (preferivelmente sílica precipitada). Este pode ser ainda mais o caso quando o polímero (P) usado é acetato de celulose.

[00112] Similarmente, de uma forma preferida, o método de acordo com a invenção torna possível obter um material compósito que retém uma parte substancial da área de superfície específica do composto (C) usado, em particular quando o polímero (P) é acetato de celulose, especialmente no caso onde o composto (C) é carbono ativado e/ou especialmente sílica (preferivelmente sílica precipitada).

[00113] O material compósito de acordo com a invenção obtido ou (capaz de ser) pelo método da invenção pode ser usado notavelmente como um suporte de líquido.

[00114] Como o líquido, menção pode ser feita especialmente a líquidos orgânicos tais como ácidos orgânicos, tensoativos, aditivos orgânicos para borrachas/polímeros, e pesticidas.

[00115] Os seguintes podem ser usados como o líquido: conservantes (especialmente ácido fosfórico e ácido propiônico), aromas, colorantes, suplementos alimentares líquidos, especialmente para a alimentação de animais (em particular, vitaminas (vitamina E, por exemplo) e cloreto de colina).

[00116] O material compósito de acordo com a invenção obtido ou (capaz de ser) pelo método da invenção pode ser usado como um suporte de catalisador.

[00117] Ele pode ser usado também como um aditivo, em particular para materiais volumosos ou de filme fino. Ele pode ser usado como um aditivo para papel, tinta, ou para preparar separadores de bateria.

[00118] O material compósito de acordo com a invenção obtido ou (capaz de ser) pelo método da invenção pode ser usado para filtração de líquido (por exemplo, para filtrar cerveja) ou para filtração de gás, especialmente em cromatografia.

[00119] Ele tem uma aplicação benéfica em particular em filtros de cigarro. Ele pode ser, por exemplo, introduzido dentro de uma cavidade do filtro ou ser disperso dentro da rede de fibras compondo um dos segmentos do filtro. Ele tem, vantajosamente, uma boa capacidade de absorção para os componentes voláteis e semi-voláteis da fumaça do cigarro. A sua filtrabilidade é preferivelmente perto de,

mesmo maior do que a do composto (C) sozinho. As suas características permitem um aumento razoável na queda de pressão através do filtro e um arrastamento inferior de partículas finas na fumaça do que no caso dos aditivos tradicionais, tais como carbono ativado e sílica, quando o cigarro é fumado.

[00120] Outro objetivo da presente invenção é um filtro de cigarro contendo pelo menos um material compósito de acordo com a invenção obtido ou (capaz de ser) pelo método da invenção; o referido material compósito pode compreender pelo menos dois compostos (C) diferentes, por exemplo, sílica precipitada e carbono ativado.

[00121] Desse modo, um material compósito contendo vários compostos (C) de tipos diferentes pode ser introduzido vantajosamente dentro do mesmo filtro, usando tecnologias convencionais, como se ele fosse um único aditivo. A invenção pode, portanto tornar isso possível, além de prover vantagens em termos de custos e variedades de filtros.

[00122] Os exemplos seguintes ilustram a invenção.

[00123] EXEMPLOS 1 - 4

[00124] Nos Exemplos de 1 a 3, como composto (C), uma sílica precipitada em forma de pó é usada como material de partida, tendo as características seguintes:

- área de superfície específica BET: 550 m²/g.
- absorção de óleo (DOP): 200 ml/100g.
- tamanho médio de partícula: 23 µm.
- umidade (padrão ISO 787/2, 105°C, 2 h): 7 %

[00125] Nos Exemplos de 1 a 3, como polímero (P), acetato de celulose em solução em ácido acético (solução de acetato de celulose) é usada como material de partida. Mais especificamente, a solução de acetato de celulose usada contém 18 % de acetato de celulose, 11 % de água e 71 % de ácido acético (% em peso).

[00126] EXEMPLO 1 (de acordo com a invenção)

[00127] Primeiramente, uma mistura foi preparada através da adição de 1390 g de sílica precipitada para 3000 g da solução de acetato de celulose.

[00128] A fim de fazer isto, a sílica precipitada foi adicionada gradualmente para a

solução de acetato de celulose, esta adição sendo realizada com agitação (o motor do agitador equipado com uma pá da armação), a fim de obter uma mistura homogênea; o produto obtido foi colocado em um recipiente de um granulador Rotolab Zanchetta, no qual ele foi submetido à agitação (velocidade do rotor: 500 rpm) em temperatura ambiente por 5 minutos.

[00129] Em seguida a mistura obtida foi introduzida dentro do cilindro de uma prensa com embolo operada hidráulicamente, a saída da prensa com embolo sendo conectada a entrada de uma extrusora com parafuso duplo de co-rotação (Clextral BC21). A saída da extrusora usada foi equipada com uma placa perfurada com 36 orifícios, o diâmetro dos referidos orifícios sendo 0,5 mm.

[00130] Esta placa perfurada com 36 orifícios estava localizada entre a extrusora e sete lâminas de corte de um granulador. Estas lâminas de corte estavam montadas em um disco rotativo, girando com 4950 rpm em contato direto com a placa perfurada a fim de cortar a mistura passando através dos orifícios. As facas estavam submersas em uma corrente de água encerradas por um tubo. A referida corrente de água foi mantida em uma temperatura constante de 60°C e foi mantida através do bombeamento da água em ciclos a partir de um reservatório com um volume de 150 l dentro de um tubo passando pelas referidas facas rotativas, em seguida através do saco do filtro e de volta para o reservatório.

[00131] Colocada sob pressão na parte interna da prensa com embolo, a mistura de sílica precipitada e solução de acetato de celulose é empurrada em direção a saída da prensa hidráulica e forçada dentro da extrusora. A referida mistura é em seguida adicionalmente colocada sob pressão na parte interna da extrusora até 20 bar, a extrusora sendo operada a 80 rpm, e desse modo forçada a passar através dos orifícios da placa perfurada.

[00132] O efluente (ou extrudado) vindo da extrusora através destes orifícios da placa perfurada foi cortado pelas facas montadas no disco rotativo em forma de gotas, as referidas gotas se precipitando na corrente de água em grânulos. A corrente de água foi ajustada de modo que os referidos grânulos foram transportados por esta corrente para dentro do saco do filtro. O tamanho da malha

do saco do filtro era menor do que os grânulos resultantes, assegurando uma separação efetiva dos grânulos da corrente de circulação de água.

[00133] Os grânulos foram em seguida recuperados do saco filtro e lavados com água por 24 horas a fim de remover o ácido acético residual.

[00134] Depois de uma esfregadela leve, os grânulos foram secos em um forno ventilado por 24 horas com uma temperatura de 80°C.

[00135] As características do material compósito desse modo obtido (CM1) são dadas na Tabela 1.

[00136] EXEMPLO 2 (de acordo com a invenção)

[00137] Aqui a sílica precipitada e a solução de acetato de celulose foram misturadas juntas na própria extrusora sob o efeito do movimento dos parafusos da extrusora.

[00138] A fim de fazer isso, a sílica precipitada foi dosada continuamente dentro da entrada de uma extrusora com parafuso duplo de co-rotação (Clextral BC21) por meio de um alimentador gravimétrico (Ktron) com uma taxa de 1,42 kg por hora e simultaneamente a solução de acetato de celulose foi dosada continuamente dentro da entrada da extrusora por meio de uma bomba tipo de engrenagem com uma taxa de 3,15 kg por hora.

[00139] A extrusora de parafuso duplo de co-rotação estava equipada com parafusos de um comprimento total de 90 cm. Na lateral da entrada da extrusora, os parafusos foram equipados por um comprimento de 50 cm com elementos de transporte, seguido no meio dos parafusos por um comprimento de 10 cm por elementos de misturação (amassamento) e seguido na lateral da saída por um comprimento de 30 cm por elementos de transporte.

[00140] A saída da extrusora usada foi equipada com uma placa perfurada com 36 orifícios, o diâmetro dos referidos orifícios sendo 0,5 mm.

[00141] Esta placa perfurada com 36 orifícios estava localizada entre a extrusora e sete lâminas de corte de um granulador. Estas lâminas de corte estavam montadas em um disco rotativo, girando com 4950 rpm em contato direto com a placa perfurada a fim de cortar a mistura passando através dos orifícios. As facas

estavam submersas em uma corrente de água encerradas por um tubo. A referida corrente de água foi mantida com uma temperatura constante de 60°C e foi mantida através do bombeamento da água em ciclos a partir de um reservatório com um volume de 150 l dentro de um tubo passando pelas referidas facas rotativas, em seguida através do saco do filtro e de volta para o reservatório.

[00142] Através da dosagem de sílica precipitada e da solução de acetato de celulose dentro da entrada da extrusora, que era operada a 80 rpm, os materiais foram transportados para os elementos de misturação (amassamento). A mistura resultante foi transportada ainda em direção a saída da extrusora e colocada sob pressão até 20 bar pelos elementos de transporte e forçada a passar através dos orifícios da placa perfurada.

[00143] O efluente (ou extrudado) vindo da extrusora através destes orifícios da placa perfurada foi cortado pelas facas montadas no disco rotativo em forma de gotas, as referidas gotas se precipitando na corrente de água em grânulos. A corrente de água foi ajustada de modo que os referidos grânulos foram transportados por esta corrente para dentro do saco do filtro. O tamanho da malha do saco do filtro era menor do que os grânulos resultantes, assegurando uma separação efetiva dos grânulos da corrente de circulação de água.

[00144] Os grânulos do material compósito foram em seguida recuperados do saco filtro e lavados com água por 24 horas a fim de remover o ácido acético residual.

[00145] Depois de uma esfregadela leve, os grânulos foram secos em um forno ventilado por 24 horas com uma temperatura de 80°C.

[00146] As características do material compósito desse modo obtido (CM2) são dadas na Tabela 1.

[00147] EXEMPLO 3 (exemplo comparativo)

[00148] Primeiramente, uma mistura foi preparada através da adição de 139 g de sílica precipitada para 300 g da solução de acetato de celulose.

[00149] A fim de fazer isto, a sílica precipitada foi adicionada gradualmente para a solução de acetato de celulose, esta adição sendo realizada com agitação (o motor

do agitador equipado com uma pá da armação), a fim de obter uma mistura homogênea; o produto obtido foi colocado no recipiente de um granulador Rotolab Zanchetta, no qual ele foi submetido à agitação (velocidade do rotor: 500 rpm) em temperatura ambiente por 5 minutos.

[00150] Em seguida a mistura obtida foi introduzida dentro da peneira cilíndrica de uma extrusora Fuji Paudal, a peneira sendo perfurada com orifícios com um diâmetro de 500 μm , e a extrusão foi realizada girando o rotor que empurra a mistura através da peneira, gerando, desse modo extrudados cilíndricos de 500 μm de diâmetro. A aplicação de uma corrente de ar torna possível limitar a ligação entre vários extrudados cilíndricos.

[00151] Os extrudados obtidos foram em seguida despejados dentro da água que tinha sido pré-aquecida para 60°C, na qual eles foram deixados por 15 minutos, a água sendo submetida à agitação. Depois de terem sido removidos da água, os extrudados foram lavados 5 vezes com água fria (duração de cada lavagem: 15 minutos) a fim de remover o ácido acético residual.

[00152] Depois de uma esfregadela leve, os extrudados foram secos em um forno ventilado por 12 horas com uma temperatura de 95°C.

[00153] As características do material compósito desse modo obtido (referência CCM) são dadas na Tabela 1.

[00154] Tabela 1

	CM1	CM2	CMM
Tamanho de partícula médio μm	583	595	715
Vd1 (cm^3/g)	0,94	1,01	0,55
Índice de coesão C_{IN}^*	0,91	0,89	0,02
Diâmetro médio de poro (nm)	16,2	14,1	11,7
Área de	287	290	380

superfície BET (m ² /g)			
Teor de sílica (%)	70	70	70
Teor de acetato de celulose (%)	30	30	30

- Medido pelo teste de coesão mencionado na descrição.

[00155] Em particular, pode ser visto que os materiais compósitos de acordo com a invenção (CM1, CM2) têm uma coesão superior a do material compósito comparativo (CMM) e a do carbono ativado sozinho (para o qual o índice de coesão CI_N é igual a 0,11).

[00156] EXEMPLO 4

[00157] A fim de avaliar as suas propriedades para adsorver compostos voláteis e semi-voláteis em uma corrente de fumaça de cigarro, os materiais compósitos obtidos nos Exemplos 1 e 2 foram usados em amostras de cigarros feitas da parte de tabaco das amostras padrão do monitor Coresta n⁴ com as quais um filtro com cavidade montado manualmente é associado.

[00158] Este filtro é feito de um segmento de acetato de celulose de 8 mm de comprimento, uma cavidade preenchida completamente (sem volume morto) com o aditivo a ser testado e de outro segmento de acetato de celulose com 8 mm de comprimento. O aditivo a ser testado é feito ou de um dos materiais compósitos dos Exemplos 1 e 2, ou de sílica sozinha ou de carbono ativado sozinho (correspondendo aqueles usados como o material de partida nos exemplos acima) como meio de referência; nestes últimos dois casos, a quantidade de sílica ou de carbono usado no filtro é igual a quantidade de sílica presente no filtro contendo o material compósito do Exemplo 1 ou 2. O comprimento da cavidade contendo o aditivo é cerca de 9 mm.

[00159] Depois de montar o filtro manualmente, cada amostra de cigarro foi condicionada por 90 horas com 60 % de umidade relativa e com uma temperatura de 22°C, em seguida fumado em uma máquina de fumar rotativa Borgwaldt (RM20H)

na posição 20.

[00160] A fumaça saindo do filtro passa dentro de um filtro "Cambridge" que permite somente que a fase a vapor passe, esta em seguida sendo recuperada por coletores frios cheios com metanol.

[00161] Os compostos voláteis e semi-voláteis desse modo recuperados foram analisados por cromatografia a gás-espectrometria de massa (GC-MS).

[00162] Os graus de redução das espécies voláteis e semi-voláteis indicados na Tabela 2 abaixo foram determinados com relação aqueles obtidos com cigarros do mesmo tipo, mas para os quais uma cavidade com 9 mm de comprimento foi deixada vazia entre os dois segmentos de acetato de celulose.

Tabela 2

	CM1	CM2	Sílica	Carbono ativado
Teor de sílica (%)	70	70	100	-
Teor de carbono ativado (%)	-	-	-	100
Quantidade usada (mg)	107	107	75	75
	Grau de redução (%)			
Piridina	81	80	75	55
Crotonaldeído	44	45	34	71
Acroleína	53	55	52	69
Acetona	66	66	64	68
Acetonitrila	58	60	52	61

[00163] Pode ser visto que os materiais de compósito de acordo com a invenção (CM1, CM2) têm propriedades de adsorção muito satisfatórias. Eles tornam possível obter graus de redução de espécies voláteis e semi-voláteis maiores do que àqueles obtidos com a sílica sozinha e equivalente total aqueles obtidos com carbono ativado sozinha, embora tendo uma coesão muito melhor.

REIVINDICAÇÕES

1. Material compósito, caracterizado pelo fato de que ele é formado de pelo menos um polímero (P) e de pelo menos um composto (C) selecionado dentre sílica precipitada, carbono ativado e uma mistura de sílica precipitada e carbono ativado e, em que ele tem:

- um tamanho de partícula médio numérico de pelo menos 150 μm ,
- um volume de poros (Vd1), constituído de poros com diâmetros entre 3,6 e 1.000 nm, de pelo menos 0,4 cm^3/g , e
- um índice de coesão C_{IN} , igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar)), maior do que 0,40.

2. Material compósito de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o referido polímero (P) é selecionado dos seguintes polímeros: (derivados de) celulose, (derivados de) amido, (derivados de) alginato, polietileno, (derivados de) guars e (derivados de) álcool polivinílico.

3. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 e 2, caracterizado pelo fato de que o referido polímero (P) é acetato de celulose.

4. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) é sílica precipitada.

5. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) é carbono ativado.

6. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) é uma mistura de sílica precipitada e carbono ativado.

7. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o seu tamanho de partícula médio numérico é de pelo menos 250 μm .

8. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o seu volume de poros (Vd1), constituído de poros com um diâmetro entre 3,6 e 1.000 nm, é de pelo menos 0,5 cm^3/g .

9. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 8, caracterizado pelo fato de que ele tem uma coesão de modo que o seu índice de coesão C_{IN} é maior do que 0,50.

10. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o seu tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar é maior do que 350 μm .

11. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o seu diâmetro médio de poros, para poros com diâmetro entre 3,6 e 1.000 nm, é de pelo menos 9 nm.

12. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 11, caracterizado pelo fato de que ele tem uma área de superfície específica BET de pelo menos 50 m^2/g .

13. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 12, caracterizado pelo fato de que ele tem um tamanho de partícula médio de pelo menos 400 μm , em particular entre 500 e 1200 μm , uma área de superfície específica BET de pelo menos 200 m^2/g , e um índice de coesão C_{IN} , igual à relação (tamanho de partícula médio numérico depois de uma tensão de pressão de ar de 4 bar)/(tamanho de partícula médio numérico sem tensão de pressão de ar (0 bar)), maior do que 0,60.

14. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 13, caracterizado pelo fato de que ele tem um teor de polímero (P) entre 10 e 95%, preferivelmente entre 15 e 45% em peso, e um teor de composto (C) entre 5 e 90%, preferivelmente entre 55 e 85% em peso.

15. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 14, caracterizado pelo fato de que ele está em forma cilíndrica, em forma esférica ou em forma de grânulos.

16. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 15, caracterizado pelo fato de que ele contém, além disso, pelo menos um aroma e/ou pelo menos um plastificante.

17. Método para a preparação de um material compósito como definido

em qualquer uma das reivindicações 1 a 16, caracterizado pelo fato de que as etapas sucessivas seguintes:

1) pelo menos um composto (C), selecionado dentre sílica precipitada, carbono ativado e mistura de sílica precipitada e carbono ativado, e uma solução de polímero (P), são introduzidos em uma extrusora, a saída da extrusora sendo equipada com uma placa perfurada com orifício (s), a referida placa estando localizada entre a extrusora e as lâminas, a saída da extrusora se abrindo dentro de um banho compreendendo um líquido que não é um solvente para o polímero (P) e que é pelo menos parcialmente miscível com o solvente usado na solução de polímero (P), as referidas lâminas sendo submersas no banho;

2) depois de passar dentro do (s) orifício (s) da placa, o efluente vindo da saída da extrusora é cortado pelas referidas lâminas em forma de gotas, as referidas gotas se precipitando no referido banho em partículas, em particular grânulos, de material compósito;

3) as referidas partículas são separadas do referido banho;

4) as referidas partículas são lavadas a fim de eliminar, pelo menos parcialmente, o solvente usado na solução de polímero (P); e

5) as referidas partículas são secas.

18. Método de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que o composto (C) e a solução de polímero (P) são introduzidos dentro da extrusora na forma de uma mistura previamente preparada.

19. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 17 e 18, caracterizado pelo fato de o referido líquido que não é um solvente para o polímero (P) é água.

20. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 19, caracterizado pelo fato de que o referido polímero (P) é selecionado dos seguintes polímeros: (derivados de) celulose, (derivados de) amido (derivados de) alginato, polietileno, (derivados de) guars e (derivados de) alcoóis polivinílicos.

21. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 20, caracterizado pelo fato de que o referido polímero (P) é acetato de celulose.

22. Método de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato de que a solução de acetato de celulose usada na etapa 1) contém ácido acético como solvente.

23. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 21 e 22, caracterizado pelo fato de que o líquido, que não é um solvente para o acetato de celulose, é água ou uma mistura de água e ácido acético.

24. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 23, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) é sílica precipitada.

25. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 23, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) é carbono ativado.

26. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 23, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) é uma mistura de sílica precipitada e carbono ativado.

27. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 26, caracterizado pelo fato de que o referido composto (C) tem uma área de superfície específica BET de pelo menos 100 m²/g.

28. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 27, caracterizado pelo fato de que a extrusora usada é uma extrusora com parafuso duplo.

29. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 28, caracterizado pelo fato de que a temperatura do banho compreendendo o líquido que não é um solvente para o polímero (P) está entre 25 e 80°C.

30. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações de 17 a 29, caracterizado pelo fato de que as referidas lâminas são lâminas rotativas.

31. Uso de um material compósito como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 16, caracterizado pelo fato de ser como um suporte de líquido, como um suporte de sólido, como um aditivo ou para a filtração de líquido ou gás.

32. Uso de acordo com a reivindicação 31, caracterizado pelo fato de que é em filtros de cigarro.

33. Uso de acordo com a reivindicação 32, caracterizado pelo fato de que

o referido material compósito compreende pelo menos dois compostos (C) diferentes.

34. Filtro de cigarro, caracterizado pelo fato de que ele contém pelo menos um material compósito como definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 16.

35. Filtro de cigarro de acordo com a reivindicação 34, caracterizado pelo fato de que o referido material compósito compreende pelo menos dois compostos (C) diferentes.