

①②

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
30.04.86

⑤① Int. Cl.*: **A 24 D 3/06**

②① Anmeldenummer: **82810238.4**

②② Anmeldetag: **01.06.82**

⑤④ **Verfahren zur Aromatisierung von Tabakrauch, Zigarettenendstück zur Durchführung des Verfahrens und Verwendung des Verfahrens.**

③① Priorität: **10.06.81 CH 3787/81**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
05.01.83 Patentblatt 83/1

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
30.04.86 Patentblatt 86/18

⑥④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

⑥⑥ Entgegenhaltungen:
DE - B - 1 218 918
DE - C - 549 413
FR - A - 1 589 807
US - A - 2 063 014

⑦③ Patentinhaber: **Baumgartner Papiers S.A., Rue de la Vernie 23, CH-1023 Crissier (CH)**

⑦② Erfinder: **Bonnet, Jacques, Dr., Chemin des croix-rouges 16, CH-1007 Lausanne (CH)**
Erfinder: **Jaccard, Pierre, Chemin Pottellaz 68, CH-1030 Bussigny (CH)**
Erfinder: **Veluz, Serge, Chemin des Roches 37, CH-1066 Epalinges (CH)**

⑦④ Vertreter: **Werffell, Heinz R., Dipl.-Ing., Postfach 275 Waldgartenstrasse 12, CH-8125 Zürich-Zollikerberg (CH)**

EP 0 069 056 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aromatisierung von aus einer Zigarette abgesogenem Tabakrauch mittels einem im Mundstück der Zigarette angeordneten, mit Aromastoffen beladenen Silikagel, ein Zigarettenendstück, insbesondere Zigarettenfilter, zur Durchführung des Verfahrens, sowie eine Verwendung dieses Verfahrens.

Es ist aus FR-A-1 589 807 bereits bekannt, Silikagel als Aromastoffträger zu verwenden. Silikagel als Aromastoffträger weist jedoch den Nachteil auf, dass für eine wirklich gute Aromatisierung von aus einer Zigarette abgesogenem Tabakrauch einerseits wegen dem hohen Adsorptionsvermögen des Silikagels sehr viel vom meist sehr teuren Aromastoff benötigt wird, andererseits bei den dazu erforderlichen hohen Aromabeladungen die Lagerfähigkeit unbefriedigend, und als in der Praxis äusserst wichtiger Punkt, die Aromaabgabe an den am mit dem Aromastoff beladenen Silikagel vorbeiströmenden warmen und feuchten Rauchgasstrom über die Abrauchdauer der Zigarette gesehen, zu ungleichmässig ist.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens zur Aromatisierung von aus einer Zigarette abgesogenem Tabakrauch, bei dessen Anwendung einerseits während der Lagerung der Zigaretten resp. des erfindungsgemäss beladenen Silikagels praktisch kein Aromastoff unerwünschterweise an die Umgebung abgegeben wird, so dass nur eine minimale Menge vom meist sehr teuren Aromastoff erforderlich ist, und andererseits während dem Abrauchen einer derart aromatisierten Zigarette dieser Aromastoff über die gesamte Abrauchdauer sehr gleichmässig und praktisch vollständig an den vorbeiströmenden feuchteissen Rauchgasstrom abgegeben wird.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren der eingangs genannten Art erfindungsgemäss dadurch gelöst, dass man die Adsorptionsfähigkeit des hochporösen Silikagels mit Hilfe von als Desaktivierungsmittel wirkendem Propylenglykol auf einen gewünschten Wert einstellt.

Es hat gezeigt, dass granulatförmiges, poröses Silikagel, dessen Adsorptionsfähigkeit mit Hilfe von als Desaktivierungsmittel wirkendem Propylenglykol auf einem bestimmten Wert eingestellt ist, ein ausgezeichnetes Adsorptionsvermögen zur Speicherung von Aromastoffen aufweist, und selbst bei offener Lagerung des derart mit Aromastoffen beladenen Aromaträgers bei Raumtemperatur (ca. 18 bis 22°C) über eine Zeitdauer von mehreren Monaten die Verflüchtigung des gespeicherten Aromastoffes so gering ist, dass noch eine genügende Menge an letzterem im Aromaträger gespeichert vorhanden ist. Befindet sich andererseits der derart mit Aromastoffen beladene Aromaträger in einem warmen und feuchten Rauchgasstrom einer Zigarette, dann wird bei jedem Zug des Rauchers an einer solchen Zigarette, wie erwünscht, eine bestimmte relativ gleichmässige Menge an Aromastoff an den vorbeiströmenden warmen und feuchten Rauchgasstrom abgegeben.

Es ist vorteilhaft, wenn man als Aromastoff ein synthetisches Tabakaroma, einen natürlichen oder synthetischen Tabakextrakt, einen natürlichen oder synthetischen Tabakrauchextrakt oder ein Phenoläther, zum Beispiel Anethol oder Anisol, verwendet.

Es hat sich als zweckmässig erwiesen, wenn man ein Silikagel mit einer spezifischen Oberfläche im Bereich von 300 bis 700 m²/g, vorzugsweise von etwa 550 m²/g verwendet. Dabei ist es ferner vorteilhaft, wenn man ein Silikagel mit einem Porenvolumen im Bereich von 0,6 bis 0,85 ml/g, vorzugsweise von etwa 0,73 ml/g, verwendet.

Es hat sich zur Erzielung einer guten Aromatisierung des Zigarettenrauches ausserdem als zweckmässig erwiesen, wenn man ein mit 16 bis 44 Gew.-%, vorzugsweise mit etwa 30 Gew.-%, bezogen auf das unbeladene Silikagel, mit Aromastoffen und Desaktivierungsmittel beladenes Silikagel verwendet.

Es ist ferner vorteilhaft, wenn man ein Silikagel verwendet, welches bei einem Aequilibrium von 20°C und 50% relativer Luftfeuchtigkeit bezogen auf die Trockensubstanz des Silikagel, 5 bis 18 Gew.-%, vorzugsweise etwa 8 Gew.-% Wasser enthält. Das Gewicht des trockenen Silikagel wird bestimmt, indem man das mit Feuchtigkeit beladene Silikagel solange einer Temperatur von 160°C aussetzt, bis das Gewicht des Silikagel konstant bleibt, und darauf sein Trockengewicht feststellt.

Es ist ausserdem zweckmässig, wenn man das mit Aromastoffen beladene Silikagel in mindestens einem Teil eines Zigarettenfilters anordnet. Dabei ist es vorteilhaft, wenn man das mit Aromastoffen und Propylenglykol beladene Silikagel mindestens in einen Teil des für ein Zigarettenfilter, zum Beispiel Doppelfilters, bestimmten Filtermaterials einarbeitet.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ferner ein Zigarettenendstück, insbesondere Zigarettenfilter, zur Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass es eine mindestens das mit Aromastoffen und Propylenglykol beladene, granulatförmige Silikagel enthaltende Kammer aufweist.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ausserdem eine Verwendung des erfindungsgemässen Verfahrens zur Anetholisierung von Tabakrauch.

Vergleichsbeispiel

Unter Standardbedingungen, das heisst alle Minuten ein Zug von 35ml Volumen und von 2 Sekunden Dauer, wurden Filterzigaretten der gleichen Marke und mit der gleichen Feuchtigkeit abgeraucht, und parallel dazu von Testpersonen auf den Geschmack überprüft, wobei in den dabei verwendeten Kammerfiltern einerseits mit Anethol beladene, aus Kokosnuss hergestellte Aktivkohle und andererseits erfindungsgemäss mit Anethol und Propylenglykol beladenes, granulatförmiges, hochporöses Silikagel eingefüllt war.

Dabei ergaben sich folgende Ergebnisse:

Anetholmenge bezogen auf das Gewicht des unbelade- nen Trägerma- terials	Propylenglykol als Deaktivie- rungsmittel be- zogen auf das Gewicht des unbeladenen Trägermaterials	Aromatisie- rungsvirkung mit aus Kokos- nuss hergestell- ter Aktivkohle als Trägermate- rial	Aromatisie- rungswirkung mit Silikagel als trägermaterial
10 Gew.-%	—	keine	schwach
20 Gew.-%	—	keine	ziemlich gut
30 Gew.-%	—	zu stark	gut bis stark
10 Gew.-%	20 Gew.-%	keine	gut bis stark

Wie man sieht, kann man bei Verwendung von Silikagel als Träger- und Speichermaterial für das Anethol und das Deaktivierungsmittel bereits mit einer geringen Beladungsmenge von 10 Gew.-% Anethol (bezogen auf das Gewicht des unbeladenen Silikagels) eine einwandfreie Aromatisierung des Rauches erreichen, wenn die Optimierungsregel beachtet wird, dass Aromastoff und Desaktivierungsmittel zusammen etwa 30 Gew.-%, bezogen auf das unbeladene Silikagel, ausmachen. Da das Deaktivierungsmittel Propylenglykol bedeutend billiger ist als Anethol, ist dies auch aus Kostengründen interessant. Bei der Verwendung von Aktivkohle als Träger- und Speichermaterial für das Anethol ist es unmöglich, mit 10 Gew.-% Anethol auf irgend eine Weise eine Aromatisierung des Rauches zu erzielen.

Zur Ueberprüfung der Lagerungsfähigkeit wurde ferner der unter Standardbedingungen beim Abrauchen von mit einem mit hochporösem, mit 10 Gew.-% Anethol und 20 Gew.-% Propylenglykol Gew.-% (jeweils bezogen auf das Gewicht des unbeladenen Trägermaterials) beladenen granulatformigen Silikagel enthaltenden Kammerfiltern versehenen Zigaretten bei neun Zügen im Rauch in Partikularphase vorhandene Anetholgehalt bestimmt, und zwar kurz nach der Beladung des verwendeten Silikagels und nochmals nach etwa drei Monaten, wobei beide Male eine Anetholmenge (in Partikularphase) von 0,44mg/Zigarette festgestellt wurde. Dabei wurde ein unter der Handelsbezeichnung "Polygel W-45" von der Firma Chemische Fabrik Uetikon, Uetikon (Schweiz) hergestelltes Silikagel mit einer spezifischen Oberfläche von 550m²/g Silikagel und einem Porenvolumen von 0,73ml/g Silikagel verwendet.

Anstatt das mit einem Aromastoff und Propylenglykol beladene Silikagel in die Kammer eines Kammerfilters einzufüllen, ist es auch möglich, dieses in einem in axialer Richtung mittels zweier Abschlusswandungen, deren Filterwirkung vernachlässigbar ist, verschlossenen Mund- oder Endteil vorzusehen, so dass zum Beispiel der Teer- und Nikotingehalt des durchströmenden Rauches praktisch nicht verändert wird und somit dem Rauch einer filterlosen Zigarette entspricht, anderseits der durchströmende Rauch jedoch zusätzlich aromatisiert wird.

Es ist auch möglich, das mit einem Aromastoff und Propylenglykol beladene Silikagel bei der Herstellung eines Zigarettenfilters mittels einem Haftmittel zwischen den Fasern des filtermaterialstranges anzuordnen. Bei einem Doppelfilter würde man das mit Aromastoffen und Propylenglykol beladene Trägermaterial vorzugsweise in dem Tabakteil der Filterzigarette benachbarten Stöpsel des Filters anordnen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Aromatisierung von aus einer Zigarette abgesogenem Tabakrauch mittels einem im Mundstück der Zigarette angeordneten, mit Aromastoffen beladenen Silikagel, dadurch gekennzeichnet, dass man die Adsorptionsfähigkeit des hochporösen Silikagels mit Hilfe von als Desaktivierungsmittel wirkendem Propylenglykol auf einen gewünschten Wert einstellt.

2. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man als Aromastoff ein synthetisches Tabakaroma, einen natürlichen oder synthetischen Tabakextrakt, einen natürlichen oder synthetischen Tabakrauchextrakt oder ein Phenoläther, zum Beispiel Anethol oder Anisol, verwendet.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Silikagel mit einer spezifischen

Oberfläche im Bereich von 300 bis 700 m²/g, vorzugsweise von etwa 550 m²/g, verwendet.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Silikagel mit einem Porenvolumen im Bereich von 0,6 bis 0,85 ml/g, vorzugsweise von etwa 0,73 ml/g, verwendet.

5 5. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man ein mit 16 bis 44 Gew.-%, vorzugsweise mit etwa 30 Gew.-%, bezogen auf das unbeladene Silikagel, mit Aromastoffen und Desaktivierungsmittel beladenes Silikagel verwendet.

6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Silikagel verwendet, welches bei einem Aequilibrium von 20°C und 50% relativer Luftfeuchtigkeit, bezogen auf die Trockensubstanz des Silikagel, 5 bis 18 Gew.-%, vorzugsweise etwa 8 Gew.-% Wasser enthält.

10 7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das mit Aromastoffen und Propylenglykol beladene Silikagel in mindestens einem Teil eines Zigarettenfilters anordnet.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass man das mit Aromastoffen und Propylenglykol beladene Silikagel mindestens in einen Teil des für ein Zigarettenfilter, zum Beispiel Doppelfilters, bestimmten Filtermaterials einarbeitet.

15 9. Zigarettenendstück, insbesondere Zigarettenfilter, zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dass es eine mindestens das mit Aromastoffen und Propylenglykol beladene, granulatförmige Silikagel enthaltende Kammer aufweist.

10. Verwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 zur Anetholisierung von Tabakrauch.

20

Claims

25 1. Process to aromatise tobacco smoke drawn from a cigarette by the use of a silica gel charged with aroma substances in the cigarette endpiece, characterized in, that the adsorption capacity of the highly porous silica gel is adjusted to a required value with the aid of propylene glycol acting as deactivating agent.

2. Process according claim 1, characterized by the use of synthetic tobacco extract, a natural or synthetic tobacco extract, a natural or synthetic tobacco smoke extract or a phenolic ether, for example methole or anisole, as aroma substance.

30 3. Process according claim 1 or 2, characterized by the use of a silica gel with a specific surface area within the range of 300 to 700 m²/g, preferably of around 550 m²/g.

4. Process according to one or more of claims 1 to 3, characterized by the use of a silica gel with a pore volume within the range of 0,6 to 0,85 ml/g, preferably of around 0,73 ml/g.

35 5. Process according to one or more of claims 1 to 4, characterized by the use of a silica gel charged with aroma substances and deactivating agent to 16 to 44% by weight, preferably with around 30% by weight, with respect to the uncharged silica gel.

6. Process according to one or more of the claims 1 to 5, characterized by the use of a silica gel containing 5 to 18% by weight, preferably around 8% by weight, of water at an equilibrium of 20°C and 50% relative humidity, with respect to the dry weight of the silica gel.

40 7. Process according to one or more of the claims 1 to 6, characterized by the use of the silica gel charged with aroma substances and propylene glycol in at least one part of a cigarette filter.

8. Process according claim 7, characterized in that the silica gel charged with aroma substances and propylene glycol is incorporated in at least one part of the filter material used in a cigarette filter, for example a double-filter.

45 9. Cigarette endpiece, in particular a cigarette filter, for carrying out the process according claim 1, comprising a chamber containing at least the granular silica gel charged with aroma substances and propylene glycol.

10. Use of the process according claim 1 for anetholization of tobacco smoke.

50

Revendications

55 1. Procédé pour aromatiser de la fumée de tabac aspirée d'une cigarette au moyen d'un gel de silice chargé de substances aromatiques et disposé dans l'embouchure de la cigarette, caractérisé en ce que l'on règle la capacité d'adsorption du gel de silice fortement poreux à une valeur désirée à l'aide de propylène-glycol agissant en tant qu'agent de désactivation.

2. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'on utilise en tant que substance aromatique un arôme de tabac synthétique, un extrait de tabac naturel ou synthétique, un extrait de fumée de tabac naturel ou synthétique, ou un éther phénolique, par exemple de l'anéthol ou de l'anisol.

60 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on utilise un gel de silice ayant une surface spécifique de l'ordre de grandeur de 300 à 700 m²/g et de préférence d'environ 550 m²/g.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on utilise un gel de silice ayant un volume de pores de l'ordre de grandeur de 0,6 à 0,85 ml/g et de préférence d'environ 0,73 ml/g.

65 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on utilise un gel de silice chargé à 16 à 44% en poids, et de préférence d'environ 30% en poids, de substances aromatiques et d'agent de

désactivation par rapport au gel de silice non chargé.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on utilise un gel de silice qui contient pour un équilibre de 20°C et une humidité relative de l'air de 50% de 5 à 18% en poids d'eau et de préférence environ 8% en poids d'eau par rapport à la substance sèche du gel de silice.

5 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'on dispose le gel de silice chargé de substances aromatiques et de propylène-glycol dans au moins une partie d'un filtre à cigarette.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'on incorpore le gel de silice chargé de substances aromatiques et de propylène-glycol dans au moins une partie du matériau du filtre prévu pour un filtre de cigarette, par exemple un filtre double.

10 9. Élément d'extrémité de cigarette, notamment filtre de cigarette, pour la mise en oeuvre du procédé de la revendication 1, comprenant une chambre contenant au moins le gel de silice sous forme de granulats et chargé de substances aromatiques et de propylène-glycol.

10. Utilisation du procédé de la revendication 1 pour l'anétholisation de la fumée de tabac.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65