



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Veröffentlichungsnummer: **0 097 968**
B1

⑫

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
15.10.86

⑤① Int. Cl.+: **A 24 B 3/14, A 24 B 15/10,**
A 24 B 15/14, A 24 B 15/42

②① Anmeldenummer: **83106345.8**

②② Anmeldetag: **29.06.83**

⑤④ **Rauchbare, zusammenhängende Folie und Verfahren zu ihrer Herstellung.**

③⑩ Priorität: **30.06.82 DE 3224416**

⑦③ Patentinhaber: **TAMAG BASEL AG, Gellertstrasse**
18, CH- 4052 Basel (CH)

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.01.84 Patentblatt 84/2

⑦② Erfinder: **Egri, Laszlo, Dr., Aeschengraben 14, CH-**
4051 Basel (CH)

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
15.10.86 Patentblatt 86/42

⑦④ Vertreter: **Spott, Gottfried, Dr., Patentanwälte**
Spott und Puschmann Sendlinger- Tor- Platz 11,
D-8000 München 2 (DE)

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

⑤⑤ Entgegenhaltungen:
EP-A-0 056 308
DE-B-2 505 149
US-A-3 016 907

EP 0 097 968 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 eine rauchbare, zusammenhängende Folie aus zerkleinerten pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen, die übliche Bindemittel und sonstige Zusätze enthält und die auf wenigstens einer ihrer Oberflächen eine durch übliche Vernetzung mittels zweiwertiger und/oder dreiwertiger Metallionen gehärtete wasserunlösliche Oberflächenbeschichtung auf Basis eines Pektins aufweist.

Weiter ist die Erfindung auch auf ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Folie gerichtet, indem man eine teigartige Masse aus den pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen, üblichen Bindemitteln, sonstigen Zusätzen, gegebenenfalls wasserlöslichen Salzen zweiwertiger und/oder dreiwertiger Metalle, und Wasser, bei welcher der Anteil an Wasser geringer ist als der Anteil der vorhandenen Trockensubstanzen, zwischen Verformungselementen unter Druck formt, die erhaltene, noch feuchte Folie bei einem Feuchtigkeitsgehalt von 30 bis 50 % auf wenigstens einer ihrer Oberflächen mit einer Lösung oder Suspension eines wasserlöslichen Pektins beschichtet, die gegebenenfalls wasserlösliche Salze zweiwertiger und/oder dreiwertiger Metalle enthält, und die beschichtete Folie zur Vernetzung und Härtung des wasserlöslichen Pektins unter Bildung einer Oberflächenbeschichtung aus wasserunlöslichem Pektin trocknet.

Die Herstellung von regenerierten, rauchbaren Produkten aus zerkleinertem, pflanzlichem Material, vorzugsweise aus Tabak, geschieht heute hauptsächlich unter Anwendung der folgenden drei Verfahren und Systeme:

(1) Papierverfahren

Der zerkleinerte Tabak wird mit einer relativ großen Wassermenge ausgewaschen und die Waschflüssigkeit teilweise rezirkuliert. Die verfilzten Tabakfasern mit einem relativ hohen Anteil an Cellulosefasern werden auf ein Siebband gegossen. Für die Abtrocknung auf die gewünschte Endfeuchte sind hierbei aufgrund des hohen Feuchtigkeitsgehaltes erhebliche Energiemengen erforderlich.

(2) Slurryverfahren

Der gemahlene Tabak wird mit einer etwa 10-fachen Wassermenge und einem entsprechenden Bindemittelanteil zu einem Brei vermischt und auf ein Stahlband gegossen. Auch bei diesem Verfahren erfordert der große Feuchtigkeitsüberschuß eine relativ hohe Energiemenge für die Trocknung.

(3) Extruderverfahren und/oder Walzensystem

Zum zerkleinerten Tabak werden Bindemittel, Wasser und/ oder Lösungsmittel, im allgemeinen in einer geringeren Menge als der Trockensubstanzgehalt, gegeben, und die nach dem Mischen erhaltene, pastöse Masse wird unter Anwendung von Druck durch Extrudierung und/oder Verformung mittels Walzen und/oder Bändern zu Folien verformt und dann mit einem relativ geringen Energiebedarf auf die gewünschte Endfeuchtigkeit getrocknet.

Beim Papierverfahren und beim Slurryverfahren wird bei der Verformung praktisch kein Druck angewandt, und die so hergestellte Folie hat daher im geschnittenen Zustand einen hohen Füllfähigkeitswert. Dies bedeutet eine Ersparnis an Rohmaterial, weil bei der Zigarettenherstellung nicht das Gewicht, sondern die Zigarettenhärte bei gleichbleibendem Volumen maßgebend ist.

Die mit dem Extruderverfahren und/oder Walzensystem, nämlich mit wenig Wasser und unter Anwendung von Druck, hergestellte Folie weist im allgemeinen eine niedrigere Füllfähigkeit auf, was die bei ihrer Herstellung vorhandenen energetischen Vorteile gegenüber den vorerwähnten Systemen schmälert. Es wird angenommen, daß dies auf die kompakte Beschaffenheit beziehungsweise auf die weniger poröse Struktur im Vergleich zu der mit dem Papierverfahren oder Slurrysystem hergestellten Folie zurückzuführen ist.

Bei Tabakfolien, die in der Zigarettenindustrie als Umblatt oder Deckblatt verwendet werden, wird wiederum keine hohe Füllfähigkeit benötigt, dafür aber eine hohe Wasserbeständigkeit beziehungsweise Speichelfestigkeit verlangt, da solche Folien mit den Zigarren direkt in den Mund genommen werden.

Die US-A 2 797 689 beschreibt bereits ein Verfahren zur Erhöhung der Wasserfestigkeit von rauchbaren Folien, indem man als Bindemittel Carboxymethylcellulose (freie Säure) verwendet. Die Carboxymethylcellulose bewirkt jedoch eine außerordentliche Schärfe im Rauch, was man durch Zusatz von entsprechenden Siliciumkatalysatoren zu reduzieren versucht.

Es gibt noch weitere Verfahren zur Erhöhung der Wasserfestigkeit, beispielsweise durch Anwendung sogenannter Quervernetzungsmittel, wie Glyoxal und dergleichen, wie dies in der DE-C 2 653 377 beschrieben wird.

Weiter sind auch Verfahren bekannt, um der nach dem Slurryverfahren hergestellten Folie eine bessere Speichelfestigkeit zu verleihen, so daß sie vor allem auch als Zigarrendeckblatt verwendet werden kann.

Ein Verfahren dieser Art geht aus US-A 3 185 161 hervor, wonach ein in einem organischen Lösungsmittel lösliches und nach dessen Entfernung unlösliches Cellulosepolymerisat, beispielsweise alkohollösliche Ethylcellulose, als Beschichtungsmaterial auf die Oberfläche einer

rauchbaren Folie aufgebracht wird.

Bei dem aus US-A 3 016 907 bekannten Verfahren wird auf einen aus Bindemittel und Tabak bestehenden Film Tabakstaub aufgestreut. Um den auf der Oberfläche befindlichen Tabakstaub vor mechanischem Abrieb zu schützen, wird dieser zusätzlich mit verschiedenen Bindemittellösungen besprüht und dann getrocknet. Das zur Verhinderung des Staubabriebs verwendete Bindemittel kann aus Methylcellulose, Dextrinen, Pektinen, Alginaten, Stärken, Guargummi, Johannisbrotkerngummi, Karoyagummi, Traganthgummi, Amylose, Carboxymethylcellulose, Honig, Maissirup, Melassen oder Apfelsirup bestehen. Bei den Beispielen werden von diesen polysacchariden nur Guargummi und Johannisbrotkerngummi erwendet. Nähere Angaben über die genaue Art und Zusammensetzung dieser Bindemittel werden in dieser US-A-3 016 907 nicht gemacht, so daß darin auch keinerlei Hinweise über die Anwendung bestimmt aufgebauter Pektine enthalten sind.

Alle obigen bekannten Methoden sind jedoch nicht auf die Verbesserung der Füllfähigkeit ausgerichtet.

Bei den meisten genannten Verfahren wird die feuchte Folie vor dem Auftragen, vorzugsweise Aufsprühen, des Beschichtungsmaterials getrocknet und nach dem Beschichten nochmals auf die gewünschte Endfeuchtigkeit getrocknet. So wird beispielsweise gemäß US-A-3 185 161 und US-A-3 185 162 eine Tabakfolie mit einer dünnen, hydrophoben Beschichtung auf mindestens einer Oberfläche dadurch hergestellt, daß man aus feinzerteiltem Tabak und einem wasserlöslichen Bindemittel in wässriger Lösung eine Tabakfolie formt, die Folie trocknet, die getrocknete Folie dann mit einer alkoholischen Lösung von Ethylcellulose beschichtet und die Beschichtung schließlich trocknet. Dies erfordert also eine zweimalige Trocknung und zudem ein langes Transportband, was unwirtschaftlich und platzaufwendig ist.

Beim bereits erwähnten Papierverfahren wird zur Sicherung der Reißfestigkeit der Folie ein relativ hoher Anteil an Cellulosefasern benötigt. Das Slurrysystem erfordert für den gleichen Zweck einen relativ hohen Bindemittelanteil. All diese Stoffe beeinflussen jedoch die Rauchqualität negativ. Beim Extruderverfahren und/oder Walzenverfahren, bei dem weniger Wasser, Cellulosefasern und Bindemittel verwendet werden, ist zwar die Rauchqualität entsprechend besser, die von der Wirtschaftlichkeit her heute allgemein geforderte Füllfähigkeit dagegen schlechter.

Zur Verbesserung der verschiedenen physikalischen Eigenschaften der mit dem Extruderverfahren und/oder Walzenverfahren hergestellten Folie wurde die Folienoberfläche mit verschiedenen, sowohl wasserlöslichen als auch wasserunlöslichen Bindemitteln beschichtet, wozu beispielsweise Lösungen oder Suspensionen von

Natriumcarboxymethylcellulose, Guarkernmehl, Pectin, Alginat oder Johannisbrotkernmehl verwendet wurden, die gegebenenfalls auch Quervernetzungsmittel enthielten, wie Glyoxal oder andere Dialdehyde. Dadurch ließ sich zwar eine gewisse Verbesserung der physikalischen Eigenschaften, wie der Reißfestigkeit, solcher Folien erreichen, doch waren beim Verarbeiten solcher Folien in Zigaretten die Resultate nicht zufriedenstellend.

Obigen Ausführungen zufolge sind die aus zerkleinerten, pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen hergestellten rauchbaren Folien bezüglich ihrer verschiedenen Eigenschaften nicht voll befriedigend, und Aufgabe der Erfindung ist daher die Schaffung einer zusammenhängenden, rauchbaren Folie mit guter Rauchqualität, die die aus dem Stand der Technik bekannten Nachteile überwindet, und die sich vor allem auch durch eine gesteigerte Füllfähigkeit und hohe Feuchtigkeitsresistenz auszeichnet. Ferner soll ein wirtschaftliches und einfaches Verfahren zur Herstellung einer solchen Folie bereitgestellt werden.

Diese Aufgabe wird bei der rauchbaren, zusammenhängenden Folie der eingangs genannten Art erfindungsgemäß nun dadurch gelöst, daß die Oberflächenbeschichtung auf einem vor der Härtung wasserlöslichen und dann wasserunlöslichen modifizierten Pektin aus der Gruppe niedrig-verestertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 40 % und/oder amidiertes niedrig-verestertes Pektin mit einem Amidierungsgrad von über 15 % basiert. Vorzugsweise basiert die Oberflächenbeschichtung auf einem niedrig-veresterten Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 10 % in Form von Alkalimetallpektinat und/oder Ammoniumpektinat. Weiter ist eine Oberflächenbeschichtung bevorzugt, die auf einem niedrig-veresterten und amidierten Pektin mit einem Veresterungsgrad von 35 bis 20 % und einem Amidierungsgrad von 15 bis 30 % basiert. Die auf der jeweiligen rauchbaren, zusammenhängenden Folie befindliche Oberflächenbeschichtung soll vorzugsweise mindestens 0,5 Gew.-%, und insbesondere 1,2 bis 1,5 Gew.-%, auf das Trockengewicht der fertigen Folie bezogen betragen.

Die erfindungsgemäße rauchbare, zusammenhängende Folie wird zweckmäßigerweise unter Anwendung des eingangs ebenfalls bereits genannten Verfahrens hergestellt, indem man erfindungsgemäß zur Oberflächenbeschichtung eine wäßrige Lösung oder Suspension eines wasserlöslichen modifizierten Pektins aus der Gruppe niedrig-verestertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 40 % und/oder amidiertes niedrig-verestertes Pektin mit einem Amidierungsgrad von über 15 % verwendet. Hierzu wird vorzugsweise ein niedrig-verestertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 10 % in Form von Alkalimetallpektinat und/oder Ammoniumpektinat angewandt oder

vorzugsweise auch ein niedrig-verestertes und amidiertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von 35 bis 20 % und einem Amidierungsgrad von 15 bis 30 % verwendet. Die angewandte Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension weist vorzugsweise eine Pektinkonzentration von 2 bis 8 Gew.-% auf. Die Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension soll vorzugsweise eine Viskosität bei Auftragstemperatur von 5 000 mPa x s bis 60 000 mPa x s haben, wobei vorzugsweise eine Beschichtungs-lösung oder Beschichtungssuspension verwendet wird, die 0,5 bis 20 Gew.-% an zweiwertigen und/oder dreiwertigen Metallionen auf die Menge des modifizierten Pektins bezogen enthält, und zur Bildung der hierzu erforderlichen zweiwertigen und/oder dreiwertigen Metallionen werden vorzugsweise wasserlösliche Calciumsalze und/oder Magnesiumsalze und/oder Aluminiumsalze verwendet.

Unter Anwendung von Extruderverfahren und/oder Walzenverfahren entsteht danach eine Tabakfolie mit hoher Füllfähigkeit und hoher Feuchtigkeitsresistenz. Der Energiebedarf für die Herstellung solcher Folien liegt weit unter demjenigen von Slurryverfahren beziehungsweise von Papierverfahren, wobei die hiernach erhältlichen Folien zudem über eine wesentlich bessere Rauchqualität verfügen.

Es hat sich demnach überraschenderweise gezeigt, daß das Aufbringen einer viskosen Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension der angegebenen Art auf eine Oberfläche der noch nicht getrockneten, bereits verformten Folie mit einem bestimmten Feuchtigkeitsgehalt nach anschließender Trocknung dann eine signifikante Erhöhung der Füllfähigkeit der geschnittenen, rauchbaren Folie bewirkt, wenn die oben angegebenen erfindungsgemäßen Maßnahmen angewandt werden. Durch Zusammenbringen und Reaktion der erwähnten modifizierten Pektine mit zweiwertigen und/oder dreiwertigen Metallionen der genannten Art und Trocknung ergibt sich auf der Oberfläche der rauchbaren Folie ein wasserunlöslicher Film, dessen Füllfähigkeitserhöhung auch nach der Verarbeitung der Folie zu Zigaretten erhalten bleibt.

Der Veresterungsgrad der erfindungsgemäß geeigneten niedrigveresterten Pektine kann zwar allgemein von 0,5 bis 40 % reichen, doch werden infolge ihrer besseren Wasserlöslichkeit Pektine mit einem Veresterungsgrad von 10 bis 40 % bevorzugt.

Statt lediglich niedrig-veresterten Pektinen lassen sich erfindungsgemäß auch amidierte, niedrig-veresterte Pektine verwenden, nämlich Pektine, bei denen ein Teil der Estergruppen (Methylestergruppen) durch Amidgruppen ersetzt ist oder bei denen ein Teil der noch freien Carboxylgruppen in Amidgruppen überführt ist, wie dies bei den oben bereits erwähnten niedrig-veresterten und amidierten Pektinen mit den

angegebenen Amidierungsgraden der Fall ist. Es können natürlich auch Kombination aus einem oder mehreren niedrig-veresterten Pektinen und einem oder mehreren amidierten, niedrig-veresterten Pektinen angewandt werden.

Erfindungsgemäß lassen sich, wie bereits angegeben, auch niedrig-veresterte Pektine verwenden, deren Veresterungsgrad unter 10 % liegt, zumal solche Pektine bereits mit relativ geringen Mengen an zweiwertigen und/oder dreiwertigen Metallionen wasserunlösliche Filme von guter Stabilität ergeben. Wegen der geringen Wasserlöslichkeit solcher Pektine werden für die Zubereitung der Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension mit Vorteil jedoch ihre Alkalimetallsalze, wie Natriumpektinat, oder auch ihre Ammoniumsalze angewandt. Der Veresterungsgrad solcher Pektinate liegt vorzugsweise zwischen 0,5 und 10 % und insbesondere zwischen 1 und 5 %.

Überraschenderweise zeigt die mittels Drucksystemen hergestellte erfindungsgemäße Folie durch Anwendung der obigen relativ einfachen und billigen Maßnahmen eine gleich gute oder sogar bessere Füllfähigkeit als eine Folie, die nach dem wesentlich aufwendigeren Papierverfahren oder Slurryverfahren hergestellt wurde, wobei die verbesserten Eigenschaften solcher Folien insbesondere auch nach ihrer maschinellen Verarbeitung zu Zigaretten erhalten bleiben. Die Füllfähigkeit der den erfindungsgemäßen wasserunlöslichen Film aufweisenden geschnittenen Produkte liegt durchschnittlich um etwa 20 bis etwa 60 % höher als die Füllfähigkeit der auf gleiche Weise hergestellten und eine gleiche Zusammensetzung aufweisenden, jedoch unbeschichteten Produkte, auch wenn die letzteren über einen höheren Bindemittelanteil verfügt.

Die zur Bildung eines wasserunlöslichen Films notwendigen Calciumionen und/oder Magnesiumionen und/oder Aluminiumionen können entweder der Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension oder den zerkleinerten, pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen zugemischt werden. Zur Vermeidung einer vorzeitigen Gelierung werden die Ionen der Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension mit Vorteil in Form wasserunlöslicher Salze zugesetzt, wie in Form von CaCO_3 , $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, AlPO_4 oder MgCO_3 . Werden sie zu den zerkleinerten, pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen gegeben, dann lassen sich auch lösliche Salze verwenden, wie beispielsweise Lactat oder Sulfate. In beiden Fällen entsteht der wasserunlösliche Film durch Austausch der zweiwertigen beziehungsweise dreiwertigen Metallionen mit Kationen der löslichen, modifizierten Pektine während der Trocknung des beschichteten Gebildes. Die Konzentrationen der obigen Ionen liegen, je nach Anwendungsart und Beschichtungsmaterial, vorzugsweise zwischen 0,5 und 20 Gewichtsprozent, bezogen auf die Menge des

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

modifizierten Pectins, wenn sie der Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension zugegeben werden, und vorzugsweise zwischen 0,5 und 10 Gewichtsprozent, bezogen auf das Trockengewicht des fertigen Endproduktes, wenn sie den zerkleinerten, pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen zugesetzt werden. Diese Grenzen sind Richtwerte, so daß je nach Art des modifizierten Pectins die notwendigen Ionenmengen darunterliegen oder darüberliegen können.

Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1

Gemahlene Tabakabfälle, Bindemittel (NaCMC = Natriumcarboxymethylcellulose), Calciumcarbonat und Wasser wurden gründlich zusammengemischt und auf einem Dreiwalzenstuhl zu einer Folie ausgewalzt. Die Folie wurde auf der dritten Walze mit Hilfe einer Aufstreichvorrichtung mit verschiedenen Beschichtungslösungen beschichtet, bevor sie auf ein perforiertes Band abgenommen, vorgetrocknet und in einem Trommeltrockner auf eine Endfeuchte von 14 bis 16 % Wassergehalt gebracht wurde. Tabelle 1 zeigt die Zusammensetzungen der einzelnen Folien.

Tabelle 1

	A	B	C	D	E	F
Tabakmehl (g)	91,0	92,5	92,5	92,5	92,5	92,5
Bindemittel (NaCMC) (direkt mit Tabakmehl vermischt) (g)	6	3	3	3	3	3
Calciumcarbonat (g)	3	3	3	3	3	3
Beschichtung (jeweils in g) mit:						
Niedrig-verestertem Pectin mit einem Veresterungsgrad von etwa 30 bis 38 %	—	1,5	—	—	—	—
Hoch-verestertem Pectin mit einem Veresterungsgrad von etwa 60 bis 70 %	—	—	1,5	—	—	—
Natriumcarboxymethylcellulose	—	—	—	1,5	—	—
Guarkernmehl	—	—	—	—	1,5	—
Amidiertem, niedrig-verestertem Pectin mit einem Amidierungsgrad von etwa 22 % und einem Veresterungsgrad von etwa 28 %	—	—	—	—	—	1,5

50

Von den Folienproben A bis F wurden in Walsenaufrichtung sowie quer zur Walzenaufrichtung 1 mm breite Streifen geschnitten, ihre Feuchtigkeit auf 14 % Wassergehalt eingestellt und anschließend ihre Füllfähigkeit mittels eines Borgwald-Densimeters gemessen.

Tabelle 2 zeigt, daß die mit niedrig-verestertem Pectin (B) und amidiertem, niedrig-verestertem

55

Pectin (F) beschichteten Folien, trotz reduzierten Gesamtanteils an Bindemitteln ihre gegenüber der unbeschichteten Folie (A) erhöhte Füllfähigkeit auch nach der Verarbeitung zu Zigaretten beibehalten. Bei den Folien (C), (D) und (E) wird die anfänglich verbesserte Füllfähigkeit nach der Verarbeitung zu Zigaretten wieder eingebüßt.

60

65

5

Tabelle 2

	A	B	C	D	E	F
Füllfähigkeit bei 14 % Wassergehalt (densimetrisch gemessen) (cm ³ /g):						
In Walzenlaufrichtung geschnitten	4,20 (—)	5,03 (+19,8 %)	4,35 (+3,6 %)	4,91 (+16,9 %)	4,75 (+13,1 %)	5,30 (+26,2 %)
Quer zur Walzenlaufrichtung geschnitten	3,21 (—)	4,58 (+42,7 %)	3,57 (+11,2 %)	4,20 (+30,8 %)	4,02 (+25,2 %)	4,68 (+45,8 %)
Maschinell hergestellte Zigaretten mit 20 % geschnittener Folie und 80 % üblicher Tabakmischung:						
Mittleres Zigaretten-gewicht bei gleicher Härte und gleicher Feuchtigkeit (mg)	985 (—)	916 (-7,0 %)	989 (+0,4 %)	973 (-1,2 %)	979 (-0,6 %)	910 (-7,6 %)

25

Beispiel 2

Es wurden Tabakfolien auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 hergestellt und auf einer Oberfläche mit unterschiedlichen Mengen an niedrig-verestertem (Veresterungsgrad von etwa

30

20 bis 22 %) Pectin beschichtet. Die Beschichtungslösung enthielt dabei Calciumionen in einer Menge von 2 %, bezogen auf das niedrig-veresterte Pectin.

Tabelle 3

Mit niedrig-verestertem Pectin beschichtete Folie

Pectinmenge (Gewichtsprozent, auf Trockengewicht der Folie)	0,2	0,5	0,8	1,0	1,2	1,5	2,0	2,5
Füllfähigkeit bei 14% Wassergehalt (densimetrisch gemessen) (cm ³ /g):								
In Walzenlaufrichtung geschnitten	4,02	4,26	4,53	4,9	4,9	5,08	5,2	5,2
Quer zur Walzenlaufrichtung geschnitten	2,91	3,18	3,61	4,02	4,2	4,6	4,64	4,68

Aus Tabelle 3 ist ersichtlich, daß die Füllfähigkeit mit erhöhter Konzentration des Beschichtungsmaterials auf der Folienoberfläche zunimmt. Oberhalb 1,5 % wird die Zuwachsrate der Füllfähigkeitsverbesserung jedoch deutlich kleiner.

Das gleiche gilt auch für Folien, die aus sogenannten Tabakersatzmaterialien hergestellt werden, nämlich gemahlene Pflanzenteilen, beispielsweise Schalen von Kakaobohnen, Schalen von Kaffeebohnen oder Holzcellulose.

Beispiel 3

Für die Herstellung der Folie A wurden 2300 g gemahlene Tabakabfälle mit 50 g Natriumcarboxymethylcellulose, 37,5 g Guarkernmehl, 25 g Magnesiumformiat und 50 g Aluminiumsulfat zuerst trocken und anschließend mit 1000 g Wasser gründlich vermischt. Die feuchte, aber noch rieselfähige Masse wurde auf einem Dreiwalzenstuhl zu einer Folie ausgewalzt. Auf der dritten Walze wurde die noch feuchte

Folie mit Hilfe einer Walze mit einer 5 %-igen Lösung von Natriumpectinat (Veresterungsgrad des Pectins etwa 1 bis 4 %, Viskosität der Lösung etwa 40 000 mPa s bei Raumtemperatur) so beschichtet, daß die fertige Folie 1,5 Gewichtsprozent Natriumpectinat auf der Oberfläche enthielt. Die beschichtete Folie wurde anschließend auf einem Band bis zu einer Feuchte von 14 % Wassergehalt getrocknet.

Die Folie B wurde aus gleichem Material und Additiven hergestellt wie die Folie A, jedoch mit dem Unterschied, daß sie nicht beschichtet wurde, sondern stattdessen 1,5 Gewichtsprozent des gleichen Natriumpectinats in der Grundmasse enthielt.

Die Folie C wurde aus gleichem Material und Additiven hergestellt wie die Folien A und B, jedoch mit dem Unterschied, daß die Herstellung nach dem Papierverfahren erfolgte.

Alle drei Folientypen wurden mit Hilfe eines Aktenvernichters diagonal zur Laufrichtung in 1 mm breite und gleich lange Streifen geschnitten, ihre Feuchte auf 14,0 % Wassergehalt eingestellt und anschließend ihre Füllfähigkeit mit Hilfe eines Borgwaldt-Densimeters gemessen. Parallel dazu wurden Zigaretten aus allen drei Folien hergestellt und von einem Raucherpanel beurteilt. Die Resultate sind in Tabelle 4 zusammengefaßt.

Tabelle 4

	Folie A	Folie B	Folie C
Füllfähigkeit (cm ³ /g)	5,4	3,8	5,3
Rauchurteil	würzig, ausgesprochener Tabakcharakter, kein Nebengeschmack	würzig, ausgesprochener Tabakcharakter, praktisch kein Unterschied zu A	leer, kein Tabakgeschmack, cellulosig scharf

Patentansprüche

1. Rauchbare, zusammenhängende Folie aus zerkleinerten, pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen, die übliche Bindemittel und sonstige Zusätze enthält und die auf wenigstens einer ihrer Oberflächen eine durch übliche

Vernetzung mittels zweiwertiger und/oder dreiwertiger Metallionen gehärtete wasserunlösliche Oberflächenbeschichtung auf Basis eines Pectins aufweist, dadurch

5

10

15

20

25

30

50

55

60

65

7

gekennzeichnet, daß die Oberflächenbeschichtung auf einem vor der Härtung wasserlöslichen und dann wasserunlöslichen modifizierten Pektin aus der Gruppe niedrigverestertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 40% und/oder amidiertes niedrig-verestertes Pektin mit einem Amidierungsgrad von über 15% basiert.

2. Rauchbare Folie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächenbeschichtung auf einem niedrig-veresterten Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 10% in Form von Alkalimetallpektinat und/oder Ammoniumpektinat basiert.

3. Rauchbare Folie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächenbeschichtung auf einem niedrig-veresterten und amidierten Pektin mit einem Veresterungsgrad von 35 bis 20% und einem Amidierungsgrad von 15 bis 30% basiert.

4. Rauchbare Folie nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächenbeschichtung mindestens 0,5 Gew.-% auf das Trockengewicht der fertigen Folie bezogen beträgt.

5. Rauchbare Folie nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächenbeschichtung 1,2 bis 1,5 Gew.-% auf das Trockengewicht der fertigen Folie bezogen beträgt.

6. Verfahren zur Herstellung einer rauchbaren, zusammenhängenden Folie aus zerkleinerten pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen nach einem der Ansprüche 1 bis 5, indem man eine teigartige Masse aus den pflanzlichen Materialien und/oder Tabakabfällen, üblichen Bindemitteln, sonstigen Zusätzen, gegebenenfalls wasserlöslichen Salzen zweiwertiger und/oder dreiwertiger Metalle, und Wasser, bei welcher der Anteil an Wasser geringer ist als der Anteil der vorhandenen Trockensubstanzen, zwischen Verformungselementen unter Druck formt, die erhaltene, noch feuchte Folie bei einem Feuchtigkeitsgehalt von 30 bis 50 % auf wenigstens einer ihrer Oberflächen mit einer Lösung oder Suspension eines wasserlöslichen Pektins beschichtet, die gegebenenfalls wasserlösliche Salze zweiwertiger und/oder dreiwertiger Metalle enthält, und die beschichtete Folie zur Vernetzung und Härtung des wasserlöslichen Pektins unter Bildung einer Oberflächenbeschichtung aus wasserunlöslichem Pektin trocknet, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Oberflächenbeschichtung eine wäßrige Lösung oder Suspension eines wasserlöslichen modifizierten, Pektins aus der Gruppe niedrig-verestertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 40% und/ oder amidiertes, niedrig-verestertes Pektin mit einem Amidierungsgrad von über 15% verwendet.

7. Verfahren nach Anspruch 6, daß man ein niedrig-verestertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von unter 10% in Form von

Alkalimetallpektinat und/oder Ammoniumpektinat verwendet.

8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man ein niedrig-verestertes und amidiertes Pektin mit einem Veresterungsgrad von 35 bis 20% und einem Amidierungsgrad von 15 bis 30% verwendet.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension mit einer Pektinkonzentration von 2 bis 8 Gew.-% verwendet.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension mit einer Viskosität bei Auftragungstemperatur von 5 000 mPa x s bis 60 000 mPa x s verwendet.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension verwendet, die 0,5 bis 20 Gew.-% an zweiwertigen und/oder dreiwertigen Metallionen auf die Menge des modifizierten Pektins bezogen enthält.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Beschichtungslösung oder Beschichtungssuspension verwendet, die wasserlösliche Calciumsalze und/oder Magnesiumsalze und/oder Aluminiumsalze zur Bildung der erforderlichen zweiwertigen und/oder dreiwertigen Metallionen enthält.

Claims

1. A smokable, coherent sheet of disintegrated vegetable material and/or tobacco waste, comprising conventional binding agents and other additives and containing on at least one of its surfaces a water insoluble surface coating on the basis of a pectin cured by conventional cross-linking with the aid of bivalent and/or trivalent metal ions, characterized in that the surface coating is based on a prior to curing water soluble and then water insoluble modified pectin from the group of lowesterified pectin with an esterification degree of below 40 % and/or amidified, low-esterified pectin with an amidation degree of over 15 %.

2. A smokable sheet according to claim 1, characterized in that the surface coating is based on a low-esterified pectin with an esterification degree of below 10 % in the form of alkali metal pectinate and/or ammonium pectinate.

3. A smokable sheet according to claim 1, characterized in that the surface coating is based on a low-esterified and amidated pectin with an esterification degree of from 35 to 20 % and an amidation degree of from 15 to 30 %.

4. A smokable sheet according to claims 1, 2 or 3, characterized in that the surface coating is at

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

8

least 0.5 per cent by weight based on the dry weight of the finished sheet.

5. A smokable sheet according to claim 4, characterized in that the surface coating is 1.2 to 1.5 per cent by weight based on the dry weight of the finished sheet.

6. A method for manufacturing a smokable, coherent sheet of disintegrated vegetable material and/or tobacco waste according to one of claims 1 to 5, comprising pressure forming a pasty mass of the vegetable materials and/or tobacco waste, conventional binding agents, other additives, optionally water soluble salts of bivalent and/or trivalent metal ions, and water, wherein the share of water is lower than the share of the present dry substances, between forming elements, coating the obtained and still moist sheet at a moisture content of 30 to 50 % on at least one of its surfaces with a solution or suspension of a water soluble pectin, which optionally contains water soluble salts of bivalent and/or trivalent metals, and drying the coated sheet in order to cross-link and cure the water soluble pectin under formation of a surface coating of water insoluble pectin, characterized in that for the surface coating an aqueous solution or suspension of a water soluble, modified pectin from the group of low-esterified pectin with an esterification degree of below 40 % and/or amidified, low-esterified pectin with an amidation degree of over 15 % is used.

7. A method of claim 6, characterized in that a low-esterified pectin with an esterification degree of below 10 % in form of alkali metal pectinate and/or ammonium pectinate is used.

8. A method of claim 6, characterized in that a low-esterified and amidated pectin with an esterification degree of from 35 to 20 % and an amidation degree of from 15 to 30 % is used.

9. A method according to one of claims 6 to 8, characterized in that a coating solution or coating suspension having a pectin concentration of from 2 to 8 per cent by weight is used.

10. A method according to one of claims 6 to 9, characterized in that a coating solution or coating suspension having a viscosity at coating temperature of from 5 000 mPa x s to 60 000 mPa x s is used.

11. A method according to one of claims 6 to 10, characterized in that a coating solution or coating suspension is used, which contains 0.5 to 20 per cent by weight of bivalent and/or trivalent metal ions based on the amount of the modified pectin.

12. A method according to claim 11, characterized in that a coating solution or coating suspension is used, which contains water soluble calcium salts and/or magnesium salts and/or aluminum salts for the formation of the required bivalent and/or trivalent metal ions.

Revendications

1. Une feuille cohérente à fumer, en matières végétales et/ou déchets de tabac fractionnés, laquelle contient des agents liants usuels et d'autres adjuvants et présente sur l'une au moins de ses surfaces une enduction de surface à base d'une pectine, insoluble dans l'eau et durcie par une réticulation habituelle à l'aide d'ions métalliques divalents et/ou trivalents, caractérisée en ce que l'enduction de surface est à base d'une pectine modifiée hydrosoluble avant le durcissement puis insoluble dans l'eau, appartenant au groupe d'une pectine faiblement estérifiée ayant un taux d'estérification inférieur à 40 % et/ou d'une pectine faiblement estérifiée et amidée ayant un taux d'amidation supérieur à 15 %.
2. Une feuille à fumer selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'enduction de la surface est à base d'une pectine faiblement estérifiée ayant un taux d'estérification inférieur à 10% sous la forme d'un pectinate de métal alcalin et/ou de pectinate d'ammonium.
3. Une feuille à fumer selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'enduction de la surface est à base d'une pectine faiblement estérifiée et amidée ayant un taux d'estérification de 35 à 20 % et un taux d'amidation de 15 à 30 %.
4. Une feuille à fumer selon la revendication 1,2 ou 3, caractérisée en ce que l'enduction de la surface s'éleve à au moins 0,5 % en poids par rapport au poids sec de la feuille finie.
5. Une feuille à fumer selon la revendication 4, caractérisée en ce que l'enduction de la surface est de 1,2 à 1,5 % en poids par rapport au poids sec de la feuille finie.
6. Un procédé pour la fabrication d'une feuille cohérente à fumer, en matières végétales et/ou déchets de tabac fractionnés selon l'une des revendications 1 à 5, selon lequel on façonne entre des éléments de formage sous pression une masse pâteuse de matières végétales et/ou de déchets de tabac, agents liants habituels et autres adjuvants, éventuellement de sels hydrosolubles de métaux divalents et/ou trivalents et d'eau, la quantité étant inférieure à celle des matières sèches présentes, on enduit la feuille résultante encore humide d'une teneur en humidité comprise entre 30 et 50%, sur l'une au moins de ses surfaces avec une solution ou une suspension d'une pectine soluble dans l'eau, et contenant éventuellement des sels de métaux divalents et/ou trivalents solubles dans l'eau puis on sèche la feuille enduite pour réticuler et durcir la pectine soluble dans l'eau avec formation sur la surface d'une couche de pectine insoluble dans l'eau, procédé caractérisé en ce qu'on utilise pour l'enduction de la surface une solution ou suspension aqueuse d'une pectine modifiée hydrosoluble du groupe d'une pectine faiblement estérifiée ayant un taux d'estérification inférieur à 40 % et/ou d'une pectine faiblement estérifiée et amidée ayant un taux d'amidation supérieur à 15%.

7. Un procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'on utilise une pectine faiblement estérifiée ayant un taux d'estérification inférieur à 10 % sous la forme d'un pectinate de métal alcalin et/ou de pectinate d'ammonium. 5

8. Un procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'on utilise une pectine faiblement estérifiée et amidée ayant un taux d'estérification de 35 à 20 % et un taux d'amidation de 15 à 30 %. 10

9. Un procédé selon l'une des revendications 6 à 8, caractérisé en ce qu'on utilise une solution d'enduction ou une suspension d'enduction ayant une concentration de pectine comprise entre 2 et 8 % en poids. 15

10. Un procédé selon l'une des revendications 6 à 9, caractérisé en ce qu'on utilise une solution d'enduction ou une suspension d'enduction ayant une viscosité à la température d'application comprise entre 5000 mPa x s et 60 000 mPa x s. 20

11. Un procédé selon l'une des revendications 6 à 10, caractérisé en ce qu'on utilise une solution d'enduction ou une suspension d'enduction contenant de 0,5 à 20 % en poids d'ions métalliques divalents et/ou trivalents par rapport à la quantité de pectine modifiée. 25

12. Un procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'on utilise une solution d'enduction ou une suspension d'enduction contenant des sels de calcium et/ou des sels de magnésium et/ou des sels d'aluminium solubles dans l'eau pour former les ions métalliques divalents et/ou trivalents nécessaires. 30

35

40

45

50

55

60

65

10