(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) **EP 2 551 407 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
19.06.2013 Patentblatt 2013/25

(51) Int Cl.:
D21H 27/08 *(2006.01)* ***A24D 3/10*** *(2006.01)*
A24D 1/02 *(2006.01)*

(21) Anmeldenummer: **11175809.0**

(22) Anmeldetag: **28.07.2011**

(54) **Ölbeständiges Filterhüllpapier**

Oil-resistant filter wrapping paper

Papier d'enveloppe de filtre comprenant de l'huile

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
30.01.2013 Patentblatt 2013/05

(73) Patentinhaber: **delfortgroup AG**
4050 Traun (AT)

(72) Erfinder:
- **Möhring, Dieter**
  6112 Wattens (AT)
- **Volgger, Dietmar**
  6130 Schwaz (AT)
- **Zitturi, Roland**
  6020 Innsbruck (AT)

(74) Vertreter: **Lucke, Andreas**
Boehmert & Boehmert
Pettenkoferstrasse 20-22
80336 München (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A2- 0 375 844
EP-A2- 0 758 532
EP-A2- 0 758 695
WO-A2-2009/006570
DD-A3- 145 863
US-A- 5 979 460

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 2 551 407 B1

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung liegt auf dem Gebiet der Papierherstellung für Rauchartikel. Insbesondere betrifft sie ein Filterhüllpapier für einen Rauchartikel, ein Verfahren zu dessen Herstellung sowie einen Rauchartikel, der sich eines solchen Filterhüllpapiers bedient.

Hintergrund und verwandter Stand der Technik

[0002] Eine handelsübliche Filterzigarette besteht aus einem zylinderförmigen, runden oder ovalen, Tabakstrang, der von einem Zigarettenpapier umhüllt ist, einem ebenso geformten Filterstöpsel, der von einem Filterhüllpapier umgeben ist, sowie einem Tippingpapier, das üblicherweise mit dem gesamten Filterhüllpapier und einem Teil des den Tabakstrang umhüllenden Zigarettenpapiers verklebt ist, und so den Filterstöpsel mit dem Tabakstrang verbindet.

[0003] Der Filterstöpsel selbst kann aus verschiedenen Materialien bestehen, häufig werden Celluloseacetatfasem, teilweise in Kombination mit Aktivkohlepartikeln eingesetzt. Das den Filterstöpsel einhüllende Filterhüllpapier ist üblicherweise in einem oder mehreren schmalen bahnförmigen Bereichen mit der Oberfläche des Filterstöpsels verklebt, der bzw. die sich üblicherweise entlang einer Richtung parallel zur Symmetrieachse des Filterstöpsels erstreckt bzw. erstrecken. Ebenso ist das Filterhüllpapier üblicherweise mit sich selbst entlang einer schmalen Naht verklebt, um ein Aufplatzen des Filterstöpsels zu verhindern. Dazu wird im Stand der Technik eine Vielzahl unterschiedlicher Klebstoffe verwendet, häufig werden allerdings Polyvinylacetat oder Schmelzklebstoffe eingesetzt.

[0004] Typische Filterhüllpapiere im Bereich verhältnismäßig niedriger und mittlerer Luftdurchlässigkeiten, bestehen aus Holzzellstoff, wobei ein Gemisch aus Lang- oder Kurzfasern je nach gewünschten Eigenschaften des Papiers eingesetzt wird. Weiters enthalten diese Papiere typischerweise mineralische Füllstoffe, wie beispielsweise Calciumcarbonat, Kaolin, Talkum, Titandioxid oder andere mineralische Füllstoffe und Gemische daraus. Zusätzlich oder alternativ können andere Additive zur Erzielung spezieller Eigenschaften vorgesehen sein, wie beispielsweise Nassfestmittel.

[0005] Für die in der Patentanmeldung EP 03752844 A2 beschriebenen Hüllpapiere eines Tabakstrangs werden beispielsweise Füllstoffe wie Calciumcarbonat, Natriumacetat und Magnesiumcarbonat verwendet. Auch in der Patentanmeldung WO 2009/006570 A2 wird neben Magnesiumoxid als ein zweiter Füllstoff Calciumcarbonat zur Herstellung eines Tabakhüllpapiers genannt. Ein weiteres Beispiel für die Verwendung eines Füllstoffes gibt die Patentschrift DD 145863 A3, in der hauptsächlich Calciumcarbonat als Füllstoff für ein Zigarettenpapier dient.

[0006] Die Herstellung solcher Filterhüllpapiere erfolgt auf Papiermaschinen, beispielsweise auf Langsiebmaschinen.

[0007] Die für die Papierherstellung verwendeten Zellstofffasern werden üblicherweise in Lang- und Kurzfasern unterschieden, wobei es sich bei Langfasern typischerweise um Zellstofffasern aus Nadelhölzern, wie Fichte oder Kiefer, mit einer Länge von mehr als 2 mm handelt, während die Kurzfasern von Laubhölzern, wie Birke, Buche oder Eukalyptus stammen und typischerweise eine Länge von weniger als 2 mm, häufig von etwa 1 mm aufweisen.

[0008] In einem ersten Schritt der Papierherstellung wird der Zellstoff in Wasser suspendiert und danach in einem Mahlaggregat, einem sogenannten Refiner, gemahlen. Es ist üblich, dass Kurz- und Langfasern separat gemahlen werden. Die Intensität, mit der der Zellstoff gemahlen wurde, wird durch die Messung des Mahlgrads, beispielsweise nach ISO 5267 ("Pulps. Determination of drainability - Part 1: Schopper-Riegler method") bestimmt. Das Ergebnis dieser Messung wird in Grad nach Schopper-Riegler (°SR) angegeben. Typischerweise wird Langfaserzellstoff für die Anwendung in Filterhüllpapieren zu einem Mahlgrad von 50-70 °SR ausgemahlen.

[0009] Kurzfaserzellstoff wird meistens deutlich weniger stark gemahlen und erreicht einen Mahlgrad von 15 °SR bis 40 °SR. Die Mahlung von Kurzfaserzellstoffen kann auch ganz entfallen.

[0010] Beispiele für Mahlgrade, die für die Herstellung eines Papiers zur Filtereinhüllung oder zur Verbindung von Filter- und Zigarettenteil angewendet werden, geben die Patentanmeldungen EP 0758695 A2 and EP 0758532 A2. Für Faserlängen von 0.8 bis 2 mm werden dabei Mahlgrade zwischen 14 °SR und 72 °SR verwendet. In der Patentanmeldung US 5979460 werden Zellulose-Ester-Fasern mit typischen Faserlängen von 3 bis 7 mm mit einem Mahlgrad von 30 bis 60 °SR zur Erzeugung einer Schicht, die zu einem Tabakfilter aufgerollt wird, gemahlen. Weitere Beispiele für Mahlgrade werden in den Patentschriften EP 03752844 A2 und DD 145863 A3 für Filterhüllpapier oder Tippingpapier genannt, in denen Mahlgrade zwischen 92 °SR und 94 °SR und zwischen 91 °SR und 92 °SR eingesetzt werden.

[0011] Nach der Beigabe von Füllstoffen, wie beispielsweise Calciumcarbonat, Kaolin, Talkum, Titandioxid oder anderen mineralischen Füllstoffen oder Gemischen daraus, fließt die Faser-Füllstoff-Suspension vom Stoffauflauf der Papiermaschine auf das Sieb und kann dort mit verschiedenen Mitteln entwässert werden, beispielsweise durch Schwerkraft oder Vakuum. Danach kann das feuchte Fasernetzwerk durch die Pressenpartie laufen, in der sie durch mechanischen Druck gegen einen Trockenfilz getrocknet wird. Schließlich kann das Fasemetzwerk noch durch die Trockenpartie laufen, in der es durch Kontakt mit - beispielsweise mit Dampf beheizten - Zylindern getrocknet wird. Anschließend kann das fertige Papier aufgerollt werden. Es können noch weitere Bearbeitungsschritte in der Papiermaschine durch-

geführt werden, beispielweise eine Leimung in einer Leim- oder Filmpresse, das Aufbringen von Wasserzeichen, eine Prägung, Imprägnierung etc.

[0012] In den Patentanmeldungen EP 0758695 A2 and EP 0758532 A2 wird beispielsweise ein Prozessschritt beschrieben, der eine Alkali-Imprägnierung beinhaltet, die auf eine getrocknete Papierbahn zur Erzeugung eines Filterhüllpapiers oder eines Verbindungspapiers zwischen Filterteil und Zigarettenteil angewendet wird. Dazu werden Substanzen wie Hydroxide, Carbonate und Hydrogencarbonate von Alkalimetallen verwendet, die wasserlöslich sind. Auch in der Patentschrift DD 145863 A3 wird eine Imprägnierung für ein Zigarettenpapier genannt, für die Gemische aus Alkali- und Erdalkalisalzen der Essigsäure, Weinsäure, Zitronensäure und Salpetersäure verwendet werden.

[0013] Das fertige Filterhüllpapier liegt dann üblicherweise in Form einer Rolle vor, mit einer Breite, wie sie der Breite der Papiermaschine entspricht. Diese Rolle wird dann meistens in schmälere Rollen, sogenannte Bobinen, geschnitten, deren Breite sich nach dem Umfang des Filterstöpsels und der gewünschten Breite der Klebnaht richtet. Eine typische Bobine ist etwa 5000 bis 6000 m lang und 25 bis 27 mm breit. Erhebliche Abweichungen in Länge und Breite der Bobine sind zur Anpassung an die große Bandbreite handelsüblicher Zigarettenfilter möglich. Es ist außerdem üblich, dass die Breite einer Bobine ein etwa ganzzahliges Vielfaches der für die Herstellung eines Filterstöpsels benötigten Breite beträgt, da Filterherstellungsmaschinen durchaus mehrere, typischerweise zwei, Filterstränge gleichzeitig parallel herstellen können.

[0014] In manchen Filterzigaretten sind in den Filterstöpsel eine oder mehrere durch mechanischen Druck zerstörbare Kapseln eingebracht. Diese Kapseln enthalten eine Flüssigkeit, meistens ein Öl, mit Aromastoffen, wie beispielsweise Menthol. Der Raucher hat damit die Möglichkeit, durch Druck auf den Filterstöpsel, beispielsweise mit den Fingern, diese Kapsel(n) zu zerstören und so die Aromastoffe freizusetzen. Die freigesetzten Aromastoffe aromatisieren dann den durch den Filterstöpsel strömenden und aus dem Mundende der Zigarette tretenden Rauch, sodass der Raucher die Aromastoffe wahrnehmen kann. Somit kann der Raucher den Geschmackseindruck der Zigarette durch Zerstörung der Kapseln steuern. Eine solche Filterzigarette ist beispielsweise in US 2008/142028 beschrieben.

[0015] Die aus den zerstörten Kapseln austretende Flüssigkeit hat jedoch die Tendenz, durch das Filterhüllpapier und ebenso durch das Tippingpapier zu dringen, sodass an der Außenseite der Zigarette Flecken sichtbar werden. Diese Flecken sind für den Raucher wahrnehmbar und beeinträchtigen das optische Erscheinungsbild der Zigarette.

[0016] Solche Flecken können verhindert werden, indem das Filterhüllpapier eine gewisse Barriere gegen Öl bildet. Die Fähigkeit eines Papiers, eine Barriere gegen Öl zu bilden, im Folgenden auch als "Ölbeständigkeit" bezeichnet, kann dabei mittels eines in der Papier- und Papierverarbeitungsindustrie üblichen Tests nach Tappi T559 cm-02 "Grease Resistance Test for Paper and Paperboard" bestimmt werden. Bei diesem Test werden Tropfen von 12 verschiedenen, hinsichtlich Ihrer Benetzungsfähigkeit aufsteigend sortierten Testflüssigkeiten auf das Papier aufgebracht, und es wird festgestellt, welche der Flüssigkeiten auf die andere Seite des Papiers durchschlägt. Das Ergebnis des Tests ist der sogenannte KIT Level, der beschreibt, bei welcher der Testflüssigkeit der Durchschlag auf die andere Seite des Papiers zum ersten Mal aufgetreten ist. Er wird daher durch eine Zahl zwischen 1 und 12 beschrieben, wobei höhere Werte einer höheren Barrierewirkung gegen Öl entsprechen. Für den Fall, dass bereits bei der ersten Testflüssigkeit ein Durchschlag erfolgt, wird das Ergebnis als "<1" angegeben. Für Filterhüllpapier in der obigen Anwendung hat sich ein KIT Level von etwa 5 als ausreichend herausgestellt, um die Fleckenbildung auf der Zigarette zu verhindern.

[0017] Eine Möglichkeit dem Papier eine solche Barrierenfunktion gegen Öl bzw. "Ölbeständigkeit" zu verleihen, besteht darin, das Filterhüllpapier mit flourierten Kohlenwasserstoffen zu beschichten, die dem Papier ölabweisende Eigenschaften verleihen. Solche flourierten Kohlenwasserstoffe werden beispielsweise häufig in Lebensmittelverpakkungen aus Papier eingesetzt, sind jedoch in vielen Ländern für den Einsatz in Zigaretten nicht zugelassen. Zudem kann die Beschichtung das Verkleben des Filterhüllpapiers erschweren.

[0018] Neben flourierten Kohlenwasserstoffen wurde auch vorgeschlagen, speziell modifizierte Stärkeprodukte, konkret mit Octenylsuccinat substituierte Stärken, zur Imprägnierung von Papieren für Lebensmittelverpackungen einzusetzen, vgl. WO 2008/100688. Diese Stärken haben jedoch den Nachteil, dass sie in vergleichsweise großer Menge auf das Papier aufgetragen werden müssen, um den gewünschten Effekt zu erzielen. Ein ausreichender Effekt konnte erst ab Auftragsmengen von mehr als etwa 80 kg dieses Stärkeprodukts pro Tonne Papier erreicht werden.

[0019] Wendet man das vorgeschlagene Verfahren auf ein Filterhüllpapier an, so würde dieses Verhältnis einem Auftrag von typischerweise deutlich mehr als 2 g/m^2 entsprechen. Hierdurch würden nicht nur die Materialkosten, sondern auch der Energiebedarf für die Trocknung auf unvorteilhafte Weise erhöht.

[0020] Auch in CA 2467601 ist der Auftrag von Stärkeprodukten zur Erzielung der Ölbeständigkeit beschrieben. Dort wird vorgeschlagen, eine Zusammensetzung bestehend aus einer modifizierten Stärke, einem Mittel zur Erhöhung der mechanischen Flexibilität, wie beispielsweise Glykol, und einem Mittel zur Anpassung des rheologischen Verhaltens einzusetzen. Wiewohl dadurch die mechanische Flexibilität der Beschichtung verbessert werden kann, bedarf es auch laut dieser Patentschrift eines Auftrags von mehr als 75 kg dieser Zusammensetzung pro Tonne Papier, um eine ausreichende Ölbeständigkeit sicherzustellen. Daher sind auch hier der Materialeinsatz und die damit verbundenen Kosten für Material und Energie zur Trocknung des Papiers vergleichsweise hoch. Der Effekt konnte auch nur für Papiere mit einem Flächengewicht von über 37 g/m^2 demonstriert werden, was demnach einem Auftrag von mindestens 2.78 g/m^2

entspricht. Es ist jedoch keineswegs offensichtlich, dass sich der in dieser Patentschrift beschriebene Effekt ohne Weiteres auch auf Filterhüllpapiere mit wesentlich geringerem Flächengewicht übertragen lässt. Zudem ist in einigen Ländern der Einsatz von Glykolen in Papieren für die Zigarette nicht erlaubt.

[0021] Bei Filterhüllpapieren, die im allgemeinen wesentlich leichter und dünner als Lebensmittelverpackungspapiere sind, werden im Verhältnis zur Papiermasse schon von vornherein höhere Auftragsmengen dieser Stärkeprodukte benötigt, da die Papiere wegen ihres geringen Flächgewichts und ihrer geringen Dicke dem Öl von sich aus weniger Widerstand bieten, und weil aufgrund des geringen Flächengewichts der Auftrag pro Gewichtseinheit des Filterhüllpapiers auf eine vergleichsweise erheblich größere Fläche erfolgt.

[0022] Der Auftrag großer Mengen von Stärkeprodukten bringt aber neben zusätzlichen Kosten auch noch andere Nachteile mit sich. Beispielsweise neigen intensiv mit Stärke beschichtete Papiere zur Staubbildung, was die Zahl der Reinigungszyklen auf Verarbeitungsmaschinen erhöht und deren Produktivität reduziert.

Zusammenfassung der Erfindung

[0023] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Filterhüllpapier zur Verfügung zu stellen, das mit geringen Kosten hergestellt werden kann und dennoch eine ausreichende Beständigkeit gegen Öl aufweist und für die Weiterverarbeitung günstige mechanische Eigenschaften besitzt.

[0024] Diese Aufgabe wird durch ein Filterhüllpapier nach Anspruch 1 sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung nach Anspruch 11 gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen sind in den abhängigen Ansprüchen angegeben.

[0025] Das erfindungsgemäße Filterhüllpapier enthält einen Anteil an Langfaserzellstoffen von mindestens 30 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 40 Gew.-% bezogen auf die reine Fasermenge des Papiers. Ferner zeichnet sich das Filterhüllpapier durch die Kombination der folgenden drei Merkmale aus:

(i) Der Mahlgrad des Langfaserzellstoffs beträgt zwischen 80 °SR und 100 °SR, vorzugsweise zwischen 85 °SR und 95 °SR, nach ISO 5267, Schopper-Riegler-Verfahren,

(ii) das Filterhüllpapier hat einen Füllstoffgehalt von < 10 Gew.-%, vorzugsweise < 8 Gew.-% und besonders vorzugsweise < 6 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Papiers und

(iii) das Filterhüllpapier ist mit einem Material imprägniert, das geeignet ist, eine wässrige Zusammensetzung, insbesondere eine wässrige Lösung oder Suspension zu bilden.

[0026] Die Erfinder haben festgestellt, dass sich durch die Kombination dieser Merkmale ein Filterhüllpapier herstellen lässt, das einen KIT-Level nach Tappi T559 cm-02 von mindestens 4, typischerweise sogar von 5 oder mehrbesitzt. Dies gilt selbst dann, wenn das Filterhüllpapier als Ausgangsmaterial, d. h. noch ohne Imprägnierung, ein sehr geringes Flächengewicht von 15-35 g/m^2 aufweist.

[0027] Dies ist ein aus Sicht der Erfinder überraschendes und nicht vorhersehbares Ergebnis, das ganz offensichtlich auf einen Synergieeffekt zwischen den drei Merkmalen (i) bis (iii) zurückzuführen ist. Denn keine zwei der obigen Merkmale (i) bis (iii) in Kombination deuten auf diesen positiven Effekt hin, wie unten anhand von Vergleichsbeispielen näher aufgezeigt wird. Die Untersuchungen der Erfinder deuten vielmehr darauf hin, dass dieser spezielle technische Effekt erst durch die Kombination dieser drei speziellen Merkmale erreicht wird.

[0028] Wie oben erwähnt, erlaubt das erfindungsgemäße Filterhüllpapier eine ausreichende Ölbeständigkeit bei vergleichsweise niedrigen Flächengewichten von 15 bis 35 g/m^2, bezogen auf das Ausgangsmaterial ohne Imprägnierung. Als bevorzugt werden Papiere angesehen, deren Flächengewicht vor der Imprägnierung 20-30 g/m^2, besonders vorzugsweise 20-25 g/m^2 beträgt. Solche Filterpapier können eine mittlere Luftdurchlässigkeit nach ISO 2965 von weniger als 12.000 cm^3/(cm^2 min kPa) vorzugsweise weniger als 8.000 cm^3/(cm^2 min kPa) aufweisen. Der erfindungsgemäße Effekt lässt sich auch bei Filterpapieren mit höherem Flächengewicht erzielen. Allerdings ist es bei Filterpapieren oberhalb von 35 g/m^2 auch auf andere, herkömmliche Weise möglich, eine ausreichende Ölbeständigkeit herzustellen, anders als in dem hier bevorzugten Bereich, für den der Stand der Technik nach Wissen der Erfinder noch keine wirklich zufriedenstellende Lösung zur Verfügung stellt.

[0029] Durch die Imprägnierung und einen unten beschriebenen optionalen weiteren Auftrag von Material erhöht sich das Flächengewicht des fertiggestellten Filterhüllpapiers. Bevorzugte Bereiche für das fertiggestellte Filterhüllpapier liegen bei 15,5-24,0 g/m^2, vorzugsweise 20,5-39,0 g/m^2 und besonders vorzugsweise 20,5-34,0 g/m^2.

[0030] Die geeignete Auftragsmenge des Materials zur Imprägnierung kann experimentell so bestimmt werden, dass sich die erwünschte Ölbeständigkeit ergibt. Vorzugsweise beträgt der Beitrag des Materials zur Imprägnierung zum Flächengewicht des fertiggestellten Filterpapiers jedoch 0,5-3,0 g/m^2, vorzugsweise 1,0-2,5 g/m^2, und besonders vorzugsweise 1,3-2,0 g/m^2.

[0031] Wie oben erwähnt ist das Filterhüllpapier der Erfindung mit einem Material imprägniert, das geeignet ist, eine

wässrige Zusammensetzung, insbesondere eine wässrige Lösung oder Suspension zu bilden. Diese wässrige Lösung bzw. Suspension kann dann bei der Imprägnierung verwendet werden, um das Material in das Papier einzubringen, während der Wasserbestandteil nach der Imprägnierung verdunstet oder verdampft. Als vorteilhaftes Material für die Imprägnierung hat sich Stärke oder ein Stärkederivat erwiesen, vorzugsweise eine hydrolysierte Stärke, insbesondere Maltodextrin.

[0032] Die Erfindung ist jedoch nicht auf diese Materialien beschränkt. Stattdessen können für das Material der Imprägnierung auch eine oder mehrere der folgenden Substanzen verwendet werden: Gelatine, Schellack, Collodium, Gummi Arabicum, Agar-Agar, Tragant, Johannesbrotkernmehl, Guarkernmehl, Carboxymethylstärke, Alginsäure und deren Salze, insbesondere Natrium-, Kalium- und Calciumalginate, oder ein Zellulosederivat, insbesondere Methylzellulose oder Carboxymethylzellulose und deren Natrium-, Kalium-, Calcium- oder Magnesiumverbindungen.

[0033] Wie oben beschrieben wurde, besteht eine Besonderheit des erfindungsgemäßen Filterhüllpapiers darin, dass der Anteil an Füllstoffen verhältnismäßig gering gewählt ist. Dennoch können Füllstoffe, wenn auch in vergleichsweise geringerem Anteil, vorhanden sein, bei denen es sich vorzugsweise um mineralische Füllstoffe, insbesondere Calciumcarbonat, Kaolin, Talkum, Titandioxid oder ein Gemisch zweier oder mehrerer dieser Füllstoff handelt.

[0034] Obwohl sich bereits durch die oben beschriebene Imprägnierung des Papiers - in Kombination mit dem speziell hohen Mahlgrad des Langfaserzellstoffs und dem vergleichsweise geringen Anteil an Füllstoffen - eine für die meisten Anwendungen ausreichende Erhöhung der Ölbeständigkeit erzielen lässt, kann die Ölbeständigkeit bei Bedarf weiter erhöht werden, indem eine weitere Materialschicht aufgetragen, insbesondere aufgedruckt oder aufgesprüht wird. Diese weitere Materialschicht kann grundsätzlich auf jede der beiden Seiten des Filterhüllpapiers aufgetragen werden. Vorzugsweise ist sie jedoch mindestens auf der Seite, die im Gebrauch dem Filterstöpsel zugewandt ist, aufgetragen. Im Unterschied zu der Imprägnierung, bei der das Material in das Papier eingebracht wird, beschränkt sich der optionale weitere Materialauftrag im Wesentlichen auf die Oberfläche des bereits imprägnierten Papiers, und wird in der vorliegenden Schrift daher auch als "Beschichtung" bezeichnet.

[0035] Vorzugsweise beträgt der Beitrag der weiteren Materialschicht zum Flächengewicht des fertiggestellten Filterhüllpapiers in dem behandelten Bereich 1,0-6,0 g/m^2, vorzugsweise 2,0-4,0 g/m^2. Dabei weist die Einschränkung "in dem behandelten Bereich" darauf hin, dass nicht notwendigerweise die gesamte Oberfläche des Filterhüllpapiers mit dem weiteren Material beschichtet zu werden braucht. Dies ist insbesondere bei den unten näher beschriebenen Anwendungen der Fall, in denen die weitere Materialbeschichtung in erster Linie zum Bereitstellen eines Selbstklebeeffekts dient.

[0036] Auch das Material der weiteren Materialschicht ist vorzugsweise geeignet, eine wässrige Zusammensetzung, insbesondere eine wässrige Lösung oder Suspension zu bilden. Als besonders vorteilhaft hat sich oxidierte Stärke erwiesen. Es kommen jedoch auch sämtliche der oben im Zusammenhang mit der Imprägnierung genannten Materialien in Betracht.

[0037] Vorzugsweise ist das Material der Imprägnierung und/oder das Material der weiteren Materialschicht geeignet, nach seiner Befeuchtung das Filterhüllpapier ohne weiteres Klebemittel mit sich selbst, einem Filterstöpsel und/oder einem Tippingpapier zu verkleben. Wie unten anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert wird, dient die Imprägnierung und die optionale weitere Beschichtung nicht nur zur Erhöhung der Ölbeständigkeit, sondern sie verleihen dem Filterhüllpapier als besonderen weiteren Vorteil eine Selbstklebewirkung. Dazu muss das Material der Imprägnierung bzw. der weiteren Beschichtung lediglich benetzt und damit angelöst werden, woraufhin es mit einem anderen Abschnitt des Filterhüllpapiers, dem Filterstöpsel oder einem Tippingpapier verklebt werden kann. Dieser Selbstklebeeffekt kann schon durch die Imprägnierung selbst erzeugt werden, wird jedoch durch die weitere Materialbeschichtung noch verstärkt. Falls die Imprägnierung allein zur Herstellung der Ölbeständigkeit bereits ausreicht, kann der Auftrag des weiteren Materials, d.h. die Beschichtung, auf solche ausgewählte Bereiche beschränkt werden, die als Klebestellen dienen, wenn das Filterhüllpapier mit sich selbst, dem Filterstöpsel oder einem Tippingpapier verklebt wird.

[0038] Bei dem erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren des Filterhüllpapiers wird zunächst ein Vorläuferpapier hergestellt, das die obigen Merkmale (i) und (ii) aufweist. Danach wird das Vorläuferpapier mit einem geeigneten Material in einer wässrigen Zusammensetzung, insbesondere einer wässrigen Lösung oder Suspension imprägniert. Diese Imprägnierung kann beispielsweise in der Leimpresse einer Papiermaschine stattfinden. Alternativ kann die Imprägnierung durch beidseitigen Auftrag der wässrigen Zusammensetzung in einer Filmpresse einer Papiermaschine oder durch beidseitigen Walzenauftrag durchgeführt werden.

[0039] Nach der Imprägnierung und der Trocknung kann das Filterhüllpapier wie gesagt optional mit weiterem Material beschichtet werden. Als Beschichtungsverfahren ist das Tiefdruckverfahren bevorzugt. Weitere geeignete Aufbringverfahren sind der Flexodruck, Aufsprühen oder der Auftrag über eine Filmpresse oder eine Walze. Kennzeichnend hierbei ist aber, dass das Material auf die Oberfläche aufgebracht wird und nicht, wie bei der Imprägnierung beispielsweise in der Leimpresse, in die Papierstruktur eingebracht wird.

Beschreibung der bevorzugten Ausführungsbeispiele

[0040] Es hat sich gezeigt, dass es durch eine spezielle Behandlung der Fasern, durch geeignete Wahl der Papierzusammensetzung und durch Imprägnierung des Papiers mit einer wässrigen Zusammensetzung zu einem überraschenden Synergieeffekt kommt, der es erlaubt, alle zuvor beschriebenen Anforderungen gleichzeitig gemeinsam zu verwirklichen. Dies sollen die folgenden Beispiele illustrieren.

BEISPIELE 1-8: Mangelnde Ölbeständigkeit herkömmlicher und modifizierter Filterhüllpapiere und Erzielung der Ölbeständigkeit durch die Erfindung

[0041] Es wurden mehrere Filterhüllpapiere mit einem Flächengewicht von etwa 23 g/m^2 hergestellt, umfassend etwa 60% Langfaserzellstoff und etwa 40% Kurzfaserzellstoff, beide Prozentsätze bezogen auf die reine Fasermasse, und einen variablen Füllstoffanteil von 0-10%, bezogen auf die gesamte Papiermasse. Als Füllstoff wurde gefälltes Calciumcarbonat (PCC) verwendet.

[0042] Neben dem Füllstoffgehalt wurde auch der Mahlgrad des Langfaserzellstoffs variiert. In Tabelle 1 bezeichnet "normal" einen Langfaserzellstoff mit einem üblichen Mahlgrad von 50 bis 70 °SR, während bei den Varianten mit einem hoch ausgemahlenen Langfaserzellstoff ("intensiv"), der Langfaserzellstoff in einem Doppelscheibenrefiner auf einen Mahlgrad von 93 °SR ausgemahlen wurde. Die Imprägnierung der Papiere, sofern durchgeführt, erfolgte in der Leimpresse der Papiermaschine mit einer 10-15%igen wässrigen Suspension einer kurzkettigen hydrolysierten Stärke, (Maltodextrin Eliane MD2 von Avebe, beziehbar beispielsweise über Brenntag CEE GmbH), sodass in der Papierstruktur nach dem Trocknen des Papiers etwa 1-2 g dieser Stärke pro Quadratmeter Papier verblieben, was im Folgenden auch als "Auftragsmenge" bezeichnet wird, obwohl es sich hierbei streng genommen nicht um einen "Auftrag" im Sinne einer Beschichtung, sondern um eine Imprägnierung handelt. Sofern nichts anderes bestimmt ist, beziehen sich sämtliche Prozentangaben auf Gewichts-%.

[0043] Zur Herstellung der Stärkesuspension wurden 150 kg dieses Stärkeprodukts in 800 Liter Leitungswasser bei Raumtemperatur mit einem üblichen Rührwerk verrührt und nach etwa 5-15 Minuten Rühren auf 1000 kg mit Leitungswasser aufgefüllt.

[0044] Die im Papier durch die Imprägnierung hinzugefügte Menge an Stärke wurde als Differenz im vor und nach der Imprägnierung nach ISO 536 bestimmten Flächengewicht ermittelt.

[0045] Alle Papiere wurden bezüglich ihrer Ölbeständigkeit gemäß Tappi T559 cm-02 getestet, wobei an jedem Papier 9 Tests durchgeführt wurden. Der Bereich der erhaltenen Werte und alle anderen Ergebnisse dieser Versuche sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Ölbeständigkeit herkömmlicher, modifizierter und beschichteter Filterhüllpapiere

	Filterhüllpapier		Imprägnierung		Ölbeständigkeit
Nr.	Langfaserzellstoff Mahlung	Füllstoffgehalt [%]	Stärkesuspension [%]	Auftragsmenge [g/m^2]	KIT-Level
1	Normal	10	Keine	0	<1
2	Intensiv	10	Keine	0	<1
3	Normal	0	Keine	0	1
4	Intensiv	0	Keine	0	1-2
5	Normal	10	12	1.5	<1
6	Intensiv	10	12	1.5	<1
7	Normal	0	12	1.5	1-2
8	Intensiv	0	10	1.2	5-6

[0046] Beispiel 1 beschreibt ein übliches Filterhüllpapier und zeigt damit, dass übliche Filterhüllpapiere keine ausreichende Ölbeständigkeit aufweisen.

[0047] In Beispiel 2 wurde der Langfaserzellstoff intensiv gemahlen, was zu einer dichteren Papierstruktur führt. Trotzdem konnte keine Verbesserung der Ölbeständigkeit erreicht werden.

[0048] In Beispiel 3 wurde kein Füllstoff verwendet. Auch diese Maßnahme führt zu einer dichteren Papierstruktur, verbessert aber die Ölbeständigkeit ebenso wenig.

[0049] Beispiel 4 zeigt, dass auch die Kombination aus hoch ausgemahlenem Langfaserzellstoff und dem Verzicht

auf Füllstoff keine ausreichende Verbesserung der Ölbeständigkeit erzielt.

[0050] Beispiele 5-7 zeigen dieselben Papiere wie in den Beispielen 1-3, allerdings mit einer zusätzlichen Imprägnierung durch die Stärkesuspension. Obwohl die Menge des Auftrags von Stärke etwa der Menge entspricht, wie sie in WO 2008/100688 oder CA 2467601 vorgeschlagen ist und somit zumindest eine kleine Verbesserung der Ölbeständigkeit zu erwarten gewesen wäre, lässt sich dies experimentell nicht bestätigen.

[0051] Aus den Beispielen 1-7 kann man daher schließen, dass das geringe Flächengewicht und die geringe Dicke von Filterhüllpapieren bei der Erzielung der Ölbeständigkeit eine besondere Schwierigkeit darstellen, die nicht in offensichtlicher Weise durch aus dem Stand der Technik bekannte Methoden überwunden werden kann.

[0052] Überraschenderweise haben die Erfinder aber festgestellt, dass durch eine Kombination aller dieser Maßnahmen, also

- durch Verwendung von hoch ausgemahlenem Langfaserzellstoff,
- durch Reduktion des Füllstoffgehalts und
- durch Imprägnierung mit einer Stärkesuspension

ein Synergieeffekt erzielt werden kann, der sich nicht bloß aus der einfachen Überlagerung einzelner Beiträge dieser Maßnahmen ergibt. Denn die Messungen zeigen für das Papier aus Beispiel 8 einen KIT-Level von 5-6, während für keines der Beispiele 1-7, in denen bis zu zwei der beschriebenen Maßnahmen ebenfalls zur Anwendung kamen, ein KIT-Level von mehr als 2 erreicht wurde. Ein KIT-Level von 5-6 hingegen stellt schon eine ausreichende Ölbeständigkeit dar.

[0053] Zu beachten ist auch, dass in Beispiel 8 ein KIT-Level von 5-6 bereits durch Imprägnierung mit lediglich 1.2 g Stärke pro Quadratmeter Papier erreicht werden kann, während eine Imprägnierung mit 1.5 g Stärke pro Quadratmeter Papier in den Beispielen 5-7 noch keine nennenswerte Verbesserung bewirkt.

BEISPIELE 9-20: Einsetzbarkeit der Erfindung im Bereich von typischen Filterhüllpapieren

[0054] Die folgenden Beispiele zeigen, dass der beobachtete Synergieeffekt nicht stark von den Papiereigenschaften abhängt, sondern im gesamten Spektrum typischer Filterhüllpapiere genutzt werden kann.

Tabelle 2: Ölbeständigkeit beschichteter Filterhüllpapiere

	Papier			Imprägnierung	Ölbeständigkeit
Nr.	Flächengewicht [g/m^2]	Langfaser [%]	Füllstoffgehalt [%]	Auftragsmenge [g/m^2]	KIT-Level
9	20	55	2	1.2	4-5
10	25	55	2	1.3	5-6
11	30	55	2	1.4	8-9
12	25	30	2	1.2	4-5
13	25	45	2	1.3	6-7
14	25	70	2	1.4	6-8
15	25	55	4	1.3	6-7
16	25	55	6	1.3	6-7
17	25	55	8	1.2	4-6
18	25	55	2	1.5	5-7
19	25	55	2	1.7	6-8
20	25	55	2	2.0	8-9

[0055] Aus den Beispielen 9-11 erkennt man, dass ein steigendes Flächengewicht für die Ölbeständigkeit günstig ist, und man daher mit zunehmendem Flächengewicht entweder einen höheren KIT-Level bei gleicher Auftragsmenge in der Imprägnierung erreicht, oder denselben KIT-Level mit niedriger Auftragsmenge in der Imprägnierung halten wird können. Das Verfahren kann mit ähnlichen Ergebnissen für Filterhüllpapiere mit einem Flächengewicht ab etwa 15 g/m^2 bis etwa 35 g/m^2 durchgeführt werden. Man wird aufgrund dieser Beispiele das Flächengewicht vorzugsweise aber aus

dem Bereich von 20 g/m^2 bis 30 g/m^2 wählen und besonders bevorzugt aus dem Bereich von 20 g/m^2 bis 25 g/m^2. Das Flächengewicht bezeichnet hier das Flächengewicht des Filterhüllpapiers vor dem Imprägnieren, welches im Folgenden auch als "Ausgangs-Flächengewicht" bezeichnet wird. Auch über einem Ausgangs-Flächengewicht von 35 g/m^2 wird der beschriebene Effekt erzielt, allerdings können für solche Papiere auch andere bekannte Verfahren zur Erzielung der Ölbeständigkeit verwendet werden.

[0056] In den Beispielen 12-14 wird der Gehalt an hoch ausgemahlenem Langfaserzellstoff bei konstantem Fasergewicht variiert. Der Erwartung gemäß zeigt sich eine steigende Ölbeständigkeit mit steigendem Gehalt an Langfaserzellstoff, da der hoch ausgemahlene Langfaserzellstoff zu einer dichteren Papierstruktur beiträgt. Um eine ausreichende Ölbeständigkeit zu erreichen, sollte der Gehalt an Langfaserzellstoff, bezogen auf die gesamte Fasermasse des Papiers, mindestens 30% betragen, bevorzugt mindestens 40%. Es spricht grundsätzlich nichts dagegen, bis zu 100% Langfaserzellstoff einzusetzen. Allerdings nehmen die Vorteile in der Ölbeständigkeit bei sehr hohen Anteilen an Langfaserzellstoff nicht mehr im gleichen Maße zu wie bei niedrigen Anteilen. Da Langfaserzellstoff üblicherweise teurer ist als Kurzfaserzellstoff und auch die Mahlung mit Energiekosten verbunden ist, ergibt sich ein für die jeweilige Anwendung idealer Anteil an Langfaserzellstoff unter anderem auch aus wirtschaftlichen Überlegungen.

[0057] Bezüglich der Mahlung des Langfaserzellstoffs tritt ein Effekt ab einem Mahlgrad von etwa 80°SR ein, bevorzugt ist allerdings der Bereich von 85°SR bis 95°SR. Da mit immer stärkerer Mahlung auch die Zugfestigkeit des Papiers abnimmt, wird man den Langfaserzellstoff nicht beliebig intensiv mahlen. Eine Obergrenze für den Mahlgrad des Langfaserzellstoffs wird mit 100°SR festgesetzt.

[0058] In den Beispielen 15-17 schließlich wird der Füllstoffgehalt (hier gefälltes Calciumcarbonat) im Filterhüllpapier variiert. Ein steigender Gehalt an Calciumcarbonat oder ähnlichen Füllstoffen lockert die Papierstruktur auf und verschlechtert die Ölbeständigkeit, sodass man den Gehalt an Calciumcarbonat, wie aus dem Beispiel 6 zu schließen ist, jedenfalls kleiner als 10% bevorzugt aber kleiner als 8% und besonders bevorzugt kleiner als 6% wählen wird. Es ist auch möglich, vollständig auf Füllstoff verzichten. Da Calciumcarbonat einerseits kostengünstiger als Zellstoff ist, man aber andererseits bei höherem Füllstoffgehalt eventuell mehr Stärke in der Imprägnierung verwenden muss, um eine ausreichende Ölbeständigkeit zu erreichen, ergibt sich die konkrete Wahl des Füllstoffgehalts - innerhalb der hier definierten Grenzen - nicht zuletzt aus wirtschaftlichen Überlegungen.

[0059] Schließlich kann, wie in den Beispielen 10 und 18-20 gezeigt ist, die Menge an Stärke variiert werden, die in der Imprägnierung auf das Papier aufgetragen wird. Mit steigender Auftragsmenge zeigt sich eine zunehmende Ölbeständigkeit, wobei aber ebenso wie beim Gehalt an Langfaserzellstoff die Verbesserung in der Ölbeständigkeit bei größeren Auftragsmengen nicht im gleichen Maße zunimmt wie bei geringen. Als geeignet haben sich Auftragsmengen von 0.5 g/m^2 bis 3 g/m^2 erwiesen, bevorzugt solche zwischen 1.0 g/m^2 und 2.5 g/m^2, besonders bevorzugt zwischen 1.3 g/m^2 und 2.0 g/m^2.

[0060] Neben der hier an Beispielen gezeigten Imprägnierung mittels einer Suspension einer kurzkettigen, hydrolysierten Stärke, kann die Erfindung auch durch Imprägnierung mit anderen wasserbasierten Zusammensetzungen, wie beispielsweise Lösungen oder Suspensionen, erreicht werden. Als Alternative zur kurzkettigen, hydrolysierten Stärke werden beispielsweise Gelatine, Schellack, Collodium, Gummi Arabicum, Agar-Agar, Tragant, Johannisbrotkernmehl, Guarkernmehl, vorgeschlagen, ferner Stärke und Stärkederivate, wie Carboxymethylstärke, oder Alginsäure und deren Salze, insbesondere Natrium-, Kalium-, und Calciumalginate, sowie Cellulosederivate, wie Methylcellulose oder Carboxymethylcellulose und deren Natrium-, Kalium-, Calcium- oder Magnesiumverbindungen. Auch Mischungen, die eine oder mehrere dieser Substanzen enthalten, können zur Anwendung kommen. Bei der konkreten Auswahl der Substanz oder des Substanzgemischs sind neben der Verarbeitbarkeit auch noch die gesetzlichen Bestimmungen zu berücksichtigen.

[0061] Da die Möglichkeit, die Ölbeständigkeit durch Imprägnierung mit immer größeren Mengen an Stärke zu verbessern technisch begrenzt ist, wird in einer Weiterbildung der Erfindung vorgeschlagen, auf die Oberfläche des Papiers nach der Imprägnierung noch zusätzlich eine weitere wässrige Zusammensetzung aufzutragen. Die wässrige Zusammensetzung kann eine Stärke oder ein Stärkederivat enthalten, die bzw. das auch dasselbe sein kann, wie es zur Imprägnierung verwendet wird. In vielen Fällen wird man aber eine andere Substanz oder ein Substanzgemisch wählen, das sich im gewählten Auftragsverfahren, beispielsweise wegen der Anforderungen an das rheologische Verhalten, besser einsetzen lässt.

[0062] Ein vergleichbarer Effekt kann auch beispielsweise mit Gelatine, Schellack, Collodium, Gummi Arabicum, Agar-Agar, Tragant, Johannisbrotkernmehl, Guarkernmehl erzielt werden, ferner mit Stärke und Stärkederivaten, wie Carboxymethylstärke, oder mit Alginsäure und deren Salzen, insbesondere Natrium-, Kalium-, und Calciumalginaten, sowie mit Cellulosederivaten, wie Methylcellulose oder Carboxymethylcellulose und deren Natrium-, Kalium-, Calcium- oder Magnesiumverbindungen.

[0063] Hinsichtlich der Art des Auftragsverfahrens bestehen keine Einschränkungen. Es können übliche Druckverfahren wie Tiefdruck oder Flexodruck verwendet werden, aber auch das Aufsprühen der Zusammensetzung ist möglich, ebenso wie der einseitige Auftrag über eine Filmpresse oder eine Walze. Kennzeichnend ist aber, dass das Material auf die Oberfläche aufgebracht und nicht, wie bei der Imprägnierung beispielsweise in einer Leimpresse, in die Papier-

struktur eingebracht wird. Zur begrifflichen Unterscheidung von der oben genannten "Imprägnierung" wird dieser zusätzlich zur Imprägnierung vorgesehene Materialauftrag als "Beschichtung" bezeichnet. Dieser Begriff ist weit zu verstehen und soll lediglich zum Ausdruck bringen, dass das zusätzliche Material zum überwiegenden Teil auf das bereits imprägnierte Papier aufgetragen statt in die Papierstruktur eingebracht wird.

[0064] In den folgenden Beispielen wurden einige der bereits imprägnierten Papiere aus den Beispielen 9-20 noch zusätzlich mit einer etwa 20%igen wässrigen Zusammensetzung, konkret einer wässrigen Suspension einer oxidierten Stärke, (Perfectamyl A5760 von Avebe) in einem üblichen Tiefdruckverfahren vollflächig bedruckt (d.h. "beschichtet"). Dabei wurden zusätzlich 3 g der oxidierten Stärke pro Quadratmeter bedruckter Fläche des Papiers aufgetragen.

Tabelle 3: Olbeständigkeit bedruckter und imprägnierter Filterhüllpapiere

Beispiel Nr.	Imprägniertes Papier wie Beispiel Nr.	KIT Level	
		Vor dem Bedrucken	Nach dem Bedrucken
21	9	4-5	6-8
22	10	5-6	8-9
23	12	4-5	6-8
24	17	4-6	7-9

[0065] Aus den Beispielen 21-24 erkennt man, dass durch das Bedrucken im Allgemeinen eine weitere Steigerung der Ölbeständigkeit um 2-3 Punkte erreicht werden kann, wobei die Messung der Ölbeständigkeit auf der bedruckten Seite durchgeführt wurde. In der Anwendung auf der Zigarette ist es dann empfehlenswert, aber nicht unbedingt erforderlich, dass die bedruckte Seite dem Filterstöpsel zugewandt ist.

[0066] Die im Tiefdruckverfahren zusätzlich zur zuvor genannten Imprägnierung aufgetragene Menge an Feststoffen der wässrigen Zusammensetzung bringt im Bereich von 1,0 - 6,0 g/m^2 bedruckter Fläche nachweisbare Effekte, bevorzugt ist allerdings der Bereich von 2,0 - 4,0 g/m^2 bedruckter Fläche. Die angegebenen Auftragsmengen beziehen sich auf das getrocknete Papier, also nachdem das Wasser der aufgetragenen wässrigen Zusammensetzung verdunstet oder verdampft wurde. Auch mit anderen Auftragsverfahren ist zu erwarten, dass mit einer aufgetragenen Menge von 1,0 - 6,0 g/m^2 und bevorzugt 2,0 - 4,0 g/m^2 ein dem Tiefdruckverfahren zumindest annähernd vergleichbarer Effekt erzielt werden kann, da die Ölbeständigkeit offensichtlich mehr von der Auftragsmenge als von der Art des Auftragsverfahrens abhängt.

Beispiel 25: Verklebung der Filterhüllpapiere

[0067] Sowohl die Imprägnierung allein als auch in Kombination mit dem zusätzlichen Auftrag auf die Oberfläche ("Beschichtung") erlauben es, ein Filterhüllpapier zu erhalten, das mit sich selbst oder mit dem Filterstöpsel verklebbar ist, ohne dass weitere Klebstoffe zum Einsatz kommen müssen. Stattdessen genügt es, auf die Oberfläche des Papiers in einem Teilbereich oder auch ganzflächig zunächst eine geringe Menge Wasser aufzutragen. An das Wasser bestehen keine besonderen Anforderungen, es kann sich vorzugsweise um übliches Leistungswasser handeln, auch deionisiertes Wasser ist möglich. Die Temperatur des Wassers ist ebenfalls für die Verklebung nicht von besonderer Relevanz, vorzugsweise wird sie in einem Bereich von 15°C bis 60°C liegen.

[0068] Danach ist die mit Wasser benetzte Fläche mit der zu verklebenden Fläche unter geringem mechanischem Druck in Kontakt zu bringen und kurze Zeit, vorzugsweise bei erhöhter Temperatur, beispielsweise etwa 60°C, zu trocknen. Bevorzugt sind hierbei Temperaturen, die ein rasches Trocknen ermöglichen, vorzugsweise über 40°C, besonders vorzugsweise über 50°C. Allerdings sollte die Temperatur nicht so hoch gewählt werden, dass es zu einer thermischen Zersetzung des Papiers kommt, weshalb sie jedenfalls unter 105°C, vorzugsweise unter 90°C liegen sollte.

[0069] Von besonderer Bedeutung bei der Herstellung von Zigarettenfiltern ist, dass die Verklebung sehr rasch eine gewisse Mindestfestigkeit erreicht, damit der Filter in den weiteren Verarbeitungsschritten nicht aufplatzt oder sich das Filterhüllpapier vom Filter löst. Die Verklebung erfolgt dabei so, dass die Klebnaht etwa 2 mm breit ist und in Maschinenrichtung des Filterhüllpapiers liegt. Dort wo das Filterhüllpapier mit sich selbst verklebt wird, erfolgt die Verklebung zwischen Oberseite und Siebseite des Filterhüllpapiers.

[0070] Um diesen Prozess im Labor nachzuahmen, wurde jedes der Papiere aus den Beispielen 10, 11, 14 und 22 auf seine Verklebbarkeit getestet. Neben dem Papier aus Beispiel 10 und dessen bedruckter Variante aus Beispiel 22, die beide einem etwa durchschnittlichen Filterhüllpapier entsprechen, wurden auch die Papiere aus den Beispielen 11 und 14 gewählt, weil sie wegen des höheren Flächengewichts bzw. wegen des höheren Anteils an Langfaserzellstoff eine höhere Zugfestigkeit aufweisen.

[0071] Für den Test wurden zunächst zwei in Maschinenrichtung 15 mm breite und in Querrichtung für eine Zugfestigkeitsmessung nach ISO 1924-2 ausreichend lange Streifen des Papiers vorbereitet. Auf die Oberseite des ersten Streifens wurde mit einem Pinsel entlang einer etwa 2 mm breiten, in Maschinenrichtung des Papiers, also parallel zur kurzen Seite des Streifens liegenden geraden Bahn Wasser aufgetragen. Danach wurde der Papierstreifen mit der Siebseite des zweiten Streifens so in Kontakt gebracht, dass sich ein 15 mm breiter aber nun längerer, gerader Streifen aus der Verklebung der beiden Streifen ergibt. Die Klebestelle wurde mit einem flachen Metallkörper, der auf eine Temperatur von etwa 60°C aufgeheizt war, für etwa 1 Sekunde durch manuellen Druck belastet. Unmittelbar danach wurde der verklebte Papierstreifen einer Zugfestigkeitsmessung in Anlehnung an ISO 1924-2 zugeführt. Dabei wird der Papierstreifen an beiden Enden eingespannt und bis zum Abriss gedehnt. In den Experimenten wurde beobachtet, ob der Abriss an der Klebstelle oder an einer anderen Stelle des Papierstreifens erfolgte. Pro Papier wurden vier Streifen getestet.

[0072] Es zeigt sich, dass außer beim Papier von Beispiel 11 bei drei oder mehr der vier getesteten Streifen der Abriss nicht an der Klebestelle erfolgt. Daher ist die Festigkeit der Verklebung bereits zu diesem Zeitpunkt höher als die Zugfestigkeit des Papiers selbst, weshalb davon auszugehen ist, dass die Festigkeit der Klebverbindung für die maschinelle Verarbeitung ausreichend ist. Bei Beispiel 11 war dies zwar nicht der Fall, da das Papier nur einmal in vier Versuchen nicht an der Klebstelle gerissen ist. Allerdings ist wegen der höheren Zugfestigkeit dieses Papiers auch in diesem Fall davon auszugehen, dass die Klebkraft für die maschinelle Herstellung von Filtern aus diesem Papier ausreichend ist.

[0073] Sollte eine ausreichende Ölbeständigkeit des Papiers bereits durch die Imprägnierung des Papiers erreicht worden sein, aber die Klebkraft nicht für eine maschinelle Verarbeitung ausreichen, wird vorgeschlagen, die für den Auftrag auf die Oberfläche bzw. "Beschichtung" vorgesehene Zusammensetzung nicht vollflächig sondern nur in Teilbereichen aufzutragen. Diese Teilbereiche können an sich eine beliebige Gestalt haben, werden sich aber nach der Gestalt der zu verklebenden Fläche richten. Bevorzugt werden diese Teilbereiche in ihrer Gestalt so ausgeführt sein, wie es auch bisher den bei der Filterherstellung mit Klebstoff versehenen Bereichen des Filterhüllpapiers entspricht.

[0074] Die Zusammensetzung wird typischerweise und bevorzugt in Teilbereichen auf der dem Filterstöpsel zugewandten Seite des Papiers aufgebracht. Es ist aber auch denkbar, diese Teilbereiche auf der anderen Seite des Papiers oder auf beiden Seiten des Papiers vorzusehen, beispielsweise wenn eine zusätzliche Verklebung des Filterhüllpapier mit dem Tippingpapier in einem späteren Schritt der Zigarettenherstellung erreicht werden soll.

[0075] Die vorstehend beschriebenen Merkmale können in beliebiger Kombination von Bedeutung sein.

Patentansprüche

1. Filterhüllpapier für einen Rauchartikel,
das einen Anteil an Langfaserzellstoff von mindest 30 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 40 Gew.-% bezogen auf die reine Fasermasse des Papiers hat, **dadurch gekennzeichnet, dass**

   - der Mahlgrad des Langfaserzellstoffs nach ISO 5267, Schopper-Riegler-Verfahren zwischen 80 °SR und 100 °SR, vorzugsweise zwischen 85 °SR und 95 °SR beträgt,
   - das Filterhüllpapier einen Füllstoffgehalt von weniger als 10 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 8 Gew,-% und besonders vorzugsweise weniger als 6 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmasse des Papiers hat,
   - das Filterhüllpapier mit einem Material imprägniert ist, das geeignet ist, eine wässrige Zusammensetzung, insbesondere eine wässrige Lösung oder Suspension zu bilden, und
   - die Ölbeständigkeit des Filterhüllpapiers einen KIT-Level nach Tappi T559 cm-02 von mindestens 4, vorzugsweise von mindestens 5 aufweist.

2. Filterhüllpapier nach Anspruch 1, das ohne Imprägnierung ein Flächengewicht von 15-35 g/m^2, vorzugsweise 20-30 g/m^2 und besonders vorzugsweise 20-25 g/m^2 hat, und/oder
das als fertiggestelltes Filterhüllpapier ein Flächengewicht von 15,5-44,0 g/m^2, vorzugsweise 20,5-39,0 g/m^2 und besonders vorzugsweise 20,5-34,0 g/m^2 hat.

3. Filterhüllpapier nach Anspruch 1 oder 2, bei dem der Beitrag des Materials der Imprägnierung zum Flächengewicht des fertiggestellten Filterpapiers 0,5-3,0 g/m^2, vorzugsweise 1,0-2,5 g/m^2 und besonders vorzugsweise 1,3-2,0 g/m^2 beträgt.

4. Filterhüllpapier nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem das Material der Imprägnierung Stärke oder ein Stärkederivat, vorzugsweise hydrolysierte Stärke und besonders vorzugsweise Maltodextrin umfasst, oder
bei dem das Material der Imprägnierung eine oder mehrere der folgenden Substanzen umfasst: Gelatine, Schellack,

Collodium, Gummi Arabicum, Agar-Agar, Tragant, Johannesbrotkernmehl, Guarkernmehl, Carboxymethylstärke, Alginsäure und deren Salze, insbesondere Natrium-, Kalium- und Calciumalginate, oder ein Zellulosederivat, insbesondere Methylzellulose oder Carboxymethylzellulose und deren Natrium-, Kalium-, Calcium- oder Magnesiumverbindungen.

5. Filterhüllpapier nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die mittlere Faserlänge des ungemahlenen Langfaserzellstoffs 2 mm oder mehr beträgt.

6. Filterhüllpapier nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem der Füllstoff zumindest teilweise durch einen mineralischen Füllstoff, insbesondere Calciumcarbonat, Kaolin, Talkum, Titandioxid oder ein Gemisch zweier oder mehrerer dieser Füllstoffe gebildet wird.

7. Filterhüllpapier nach einem der vorhergehenden Ansprüche, auf dem eine weitere Materialschicht aufgetragen, insbesondere aufgedruckt oder aufgesprüht ist, wobei die weitere Materialschicht vorzugsweise zumindest auf der Seite, die im Gebrauch dem Filterstöpsel zugewandt ist, aufgetragen ist.

8. Filterhüllpapier nach Anspruch 7, bei dem der Beitrag der weiteren Materialschicht zum Flächengewicht des fertiggestellten Filterhüllpapiers in dem behandelten Bereich 1,0-6,0 g/m^2, vorzugsweise 2,0-4,0 g/m^2 beträgt.

9. Filterhüllpapier nach Anspruch 7 oder 8, bei dem das Material der weiteren Materialschicht geeignet ist, eine wässrige Zusammensetzung, insbesondere eine wässrige Lösung oder Suspension zu bilden,
wobei das Material vorzugsweise oxidierte Stärke oder eines oder mehrere der Materialien von Anspruch 4 umfasst.

10. Filterhüllpapier nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem das Material der Imprägnierung und/oder das Material der weiteren Materialschicht geeignet ist, nach dessen Befeuchtung das Filterhüllpapier ohne weiteres Klebemittel mit sich selbst, einem Filterstöpsel und/oder einem Tippingpapier zu verkleben.

11. Verfahren zur Herstellung eines Filterhüllpapiers, mit den folgenden Schritten:

- Mahlen eines Langfaserzellstoffs auf einen Mahlgrad nach ISO 5267, Schopper-Riegler-Verfahren, zwischen 80 °SR und 100 °SR, vorzugsweise zwischen 85 °SR und 95 °SR,
- Herstellen eines Vorläuferpapiers,

    - dessen Anteil an gemahlenem Langfaserzellstoff mindestens 30 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 40 Gew.-% bezogen auf die reine Fasermasse beträgt, und
    - das einen Füllstoffgehalt von < 10 Gew.-%, vorzugsweise < 8 Gew.-% und besonders vorzugsweise < 6 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Vorläuferpapiers hat, und

- Imprägnieren des Vorläuferpapiers mit einer wässrigen Zusammensetzung, insbesondere einer wässrigen Lösung oder Suspension.

12. Verfahren nach Anspruch 11, bei dem die Imprägnierung in einer Leimpresse einer Papiermaschine, in einer Filmpresse einer Papiermaschine oder durch beidseitigen Walzenauftrag durchgeführt wird.

13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, bei dem nach dem Imprägnieren eine weitere Materialschicht auf zumindest einem Abschnitt des Filterhüllpapiers in Form einer wässrigen Zusammensetzung, vorzugsweise in einem Tiefdruckverfahren, aufgetragen wird,
wobei die weitere Materialschicht vorzugsweise in ausgewählten Bereichen aufgetragen wird, die als Klebestellen dienen können, wenn das Filterhüllpapier mit sich selbst, einem Filterstöpsel oder einem Tippingpapier verklebt wird, wobei die wässrige Zusammensetzung für die Imprägnierung und/oder die wässrige Zusammensetzung für den weiteren Materialauftrag vorzugsweise einen Feststoffanteil von 5-20 Gew.-%, vorzugsweise von 10-15 Gew.-% hat.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, bei dem das Vorläuferpapier ein Flächengewicht von 15-35 g/m^2, vorzugsweise 20-30 g/m^2 und besonders vorzugsweise 20-25 g/m^2 hat, und/oder
bei dem das Material der Imprägnierung eine oder mehrere der in Anspruch 4 genannten Substanzen umfasst, und/oder
bei dem die wässrige Zusammensetzung für den weiteren Materialauftrag als Festbestandteil oxidierte Stärke oder eines oder mehrere der Materialien von Anspruch 4 umfasst.

15. Rauchartikel, mit einem Filterstöpsel, der von einem Filterhüllpapier nach einem der Ansprüche 1 bis 10 umgeben ist, wobei der Filterstöpsel einen oder mehrere durch mechanischen Druck zerstörbare Kapseln enthält, die mit einer Aromastoffe enthaltenden Flüssigkeit gefüllt ist bzw. sind.

Claims

1. A filter wrapper paper for a smoking article,
said filter wrapper paper having a content of long-fiber pulp of at least 30 % by weight, preferably at least 40 % by weight, based on the pure fiber mass of the paper, **characterized in that**

- the refining degree of the long-fiber pulp according to ISO 5267, Schopper-Riegler method is between 80 °SR and 100 °SR, preferably between 85 °SR and 95 °SR,
- the filter wrapper paper has a filler content of less than 10 % by weight, preferably less than 8 % by weight, and especially preferably less than 6 % by weight, based on the total paper mass,
- the filter wrapper paper is impregnated with a material that is suitable to form an aqueous composition, particularly an aqueous solution or suspension, and
- the oil resistance of the filter wrapper paper has a KIT level according to Tappi T559 cm-02 of at least 4, preferably of at least 5.

2. The filter wrapper paper according to claim 1, which has, without impregnation, a basis weight of 15-35 g/m^2, preferably 20-30 g/m^2, and especially preferably 20-25 g/m^2
and/or
the finished filter wrapper paper has a basis weight of 15.5-44.0 g/m^2, preferably 20.5-39.0 g/m^2, and especially preferably 20.5-34.0 g/m^2.

3. The filter wrapper paper according to claim 1 or 2, wherein the contribution of the impregnation material to the basis weight of the finished filter paper is 0.5-3.0 g/m^2, preferably 1.0-2.5 g/m^2, and especially preferably 1.3-2.0 g/m^2.

4. The filter wrapper paper according to one of the preceding claims, wherein the material of the impregnation comprises starch or a starch derivative, preferably a hydrolyzed starch and especially preferably maltodextrin, or
wherein the material of the impregnation comprises one or more of the following substances: gelatin, shellac, collodion, Arabic gum, agar-agar, tragacanth, locust bean gum, guar gum, carboxymethyl starch, alginic acid and salts thereof, especially sodium, potassium and calcium alginates, or a cellulose derivative, especially methyl cellulose or carboxymethyl cellulose and the sodium, potassium, calcium, or magnesium compounds thereof.

5. The filter wrapper paper according to one of the preceding claims, wherein the mean fiber length of the unrefined long-fiber pulp is 2 mm or more.

6. The filter wrapper paper according to one of the preceding claims, wherein the filler is at least partly formed by a mineral filler, especially calcium carbonate, kaolin, talcum, titanium dioxide or a mixture of two or more of these fillers.

7. The filter wrapper paper according to one of the preceding claims, on which a further material layer is applied, especially printed on or sprayed on, wherein the further material layer is applied preferably at least on the side that in use faces the filter plug.

8. The filter wrapper paper according to claim 7, wherein the contribution of the further material layer to the basis weight of the finished filter wrapper paper in the treated area is 1.0-6.0 g/m^2, preferably 2.0-4.0 g/m^2.

9. The filter wrapper paper according to claim 7 or 8, wherein the material of the further material layer is suitable to form an aqueous composition, especially an aqueous solution or suspension,
wherein the material is preferably oxidized starch or comprises one or more of the materials of claim 4.

10. The filter wrapper paper according to one of the preceding claims, wherein the material of the impregnation and/or the material of the further material layer is suitable, after being wetted, to adhere the filter wrapper paper to itself, a filter plug and/or a tipping paper, without a further adhesive.

11. A method for producing a filter wrapper paper, said method comprising the following steps:

- Refining a long-fiber pulp to a refining degree according to ISO 5267, Schopper-Riegler method, between 80 °SR and 100 °SR, preferably between 85 °SR and 95 °SR,
- Producing a base paper,

    - which has a content of refined long-fiber pulp of at least 30 % by weight, preferably at least 40 % by weight based on the pure fiber mass, and
    - which has a filler content of < 10 % by weight, preferably < 8 % by weight, and especially preferably < 6 % by weight, based on the total mass of the base paper, and

- Impregnating the base paper with an aqueous composition, especially an aqueous solution or suspension.

12. The method according to claim 11, wherein the impregnation is carried out in a size press of a paper machine, in a film press of a paper machine or by two-sided roll application.

13. The method according to claim 11 or 12, wherein, after the impregnation, a further material layer is applied on at least one section of the filter wrapper paper in the form of an aqueous composition, preferably by gravure printing, wherein the further material layer is preferably applied in selected areas, which can serve as adhesive points, if the filter wrapper paper is adhered to itself, a filter plug or a tipping paper,
wherein the aqueous composition for the impregnation and/or the aqueous composition for the further material application preferably have a solid content of 5-20 % by weight, preferably of 10-15 % by weight.

14. The method according to one of the claims 11 to 13, wherein the base paper has a basis weight of 15-35 g/m^2, preferably 20-30 g/m^2, and especially preferably 20-25 g/m^2 and/or
wherein the impregnation material comprises one or more of the substances mentioned in claim 4, and/or
wherein the aqueous composition for the further material application comprises, as solid content, oxidized starch or one or more of the materials of claim 4.

15. A smoking article with a filter plug, which is surrounded by a filter wrapper paper according to one of claims 1 to 10, wherein the filter plug contains one or more capsules, which can be destroyed by mechanical pressure and is/are filled with a liquid that contains aromatic substances.

Revendications

1. Papier d'enveloppe de filtre pour un article à fumer,
qui possède une proportion de cellulose à fibres longues d'au moins 30 % en poids, de préférence d'au moins 40 % en poids, par rapport à la masse nette de fibres de papier, **caractérisé en ce que**

- le degré de mouture de la cellulose à fibres longues selon ISO 5267, procédé de Schopper-Riegler, est entre 80 °SR et 100 °SR, de préférence entre 85 °SR et 95 °SR,
- le papier d'enveloppe de filtre possède une teneur en charges inférieure à 10 % en poids, de préférence inférieure à 8 % en poids, et de manière particulièrement préférée, inférieure à 6 % en poids, par rapport à la masse totale de papier,
- le papier d'enveloppe de filtre est imprégné d'un matériau qui est approprié pour former une composition aqueuse, en particulier une solution ou une suspension aqueuse, et
- la résistance à l'huile du papier d'enveloppe de filtre présente un niveau KIT selon Tappi T559 cm-02 d'au moins 4, de préférence d'au moins 5.

2. Papier d'enveloppe de filtre selon la revendication 1 qui possède un poids surfacique sans imprégnation de 15-35 g/m^2, de préférence de 20-30 g/m^2 et, de manière particulièrement préférée, de 20-25 g/m^2,
et/ou
qui possède un poids surfacique de 15,5-44,0 g/m^2, de préférence de 20,5-39,0 g/m^2 et, de manière particulièrement préférée, de 20,5-34,0 g/m^2 sous la forme de papier d'enveloppe de filtre prêt à l'emploi.

3. Papier d'enveloppe de filtre selon les revendications 1 ou 2 dans lequel la contribution au poids surfacique du matériau d'imprégnation du papier filtre prêt à l'emploi est de 0,5-3,0 g/m^2, de préférence de 1,0-2,5 g/m^2 et de manière particulièrement préférée de 1,3-2,0 g/m^2.

4. Papier d'enveloppe de filtre selon l'une des revendications précédentes dans lequel le matériau d'imprégnation comprend de l'amidon ou un dérivé d'amidon, de préférence, un amidon hydrolysé, et de manière particulièrement préférée, de la maltodextrine, ou dans lequel le matériau d'imprégnation comporte une ou plusieurs parmi les substances suivantes : la gélatine, le shellac, le collodion, la gomme arabique, l'agar-agar, la tragacanthe, la farine de graines de caroube, la farine de graines de guar, le carboxyméthylamidon, l'acide alginique et ses sels, en particulier les alginates de sodium, de potassium et de calcium, ou un dérivé de cellulose, en particulier la méthylcellulose ou la carboxyméthylcellulose et leurs combinaisons avec le sodium, le potassium, le calcium ou le magnésium.

5. Papier d'enveloppe de filtre selon l'une des revendication précédentes dans lequel la longueur moyenne des fibres de la cellulose à longues fibres non moulue s'élève à 2 mm ou davantage.

6. Papier d'enveloppe de filtre selon l'une des revendications précédentes dans lequel les charges sont formées au moins partiellement par une charge minérale, en particulier du carbonate de calcium, du kaolin, du talc, du dioxyde de titane ou par un mélange de deux ou de plusieurs de ces charges.

7. Papier d'enveloppe de filtre selon l'une des revendications précédentes sur lequel est déposée une couche de matériau supplémentaire, en particulier par impression ou par pulvérisation, la couche de matériau supplémentaire étant rapportée au moins sur la face qui est orientée vers le bouchon de filtre durant l'emploi.

8. Papier d'enveloppe de filtre selon la revendication 7 dans lequel l'apport de la couche de matériau supplémentaire dans le poids surfacique du papier d'enveloppe de filtre prêt à l'emploi s'élève à 1,0-6,0g/m^2, de préférence à 2,0-4,0 g/m^2, dans la zone traitée.

9. Papier d'enveloppe de filtre selon les revendications 7 ou 8 dans lequel le matériau de la couche de matériau supplémentaire est approprié pour former une composition aqueuse, en particulier une solution ou une suspension aqueuse,
le matériau comprenant de préférence des amidons oxydés ou un ou plusieurs parmi les matériaux de la revendication 4.

10. Papier d'enveloppe de filtre selon l'une des revendications précédentes dans lequel le matériau d'imprégnation et/ou le matériau de la couche de matériau supplémentaire est approprié, après son humidification, pour coller le papier d'enveloppe de filtre avec lui-même sans autre produit adhésif, avec un bouchon de filtre et/ou un papier d'embout.

11. Procédé de fabrication d'un papier d'enveloppe de filtre, comprenant les étapes suivantes :

- mouture d'une cellulose à longues fibres jusqu'à un degré de mouture selon ISO 5267, procédé de Schoppper-Riegler, entre 80 °SR et 100 °SR, de préférence entre 85 °SR et 95 °SR,
- fabrication d'un papier provisoire,

  - dont la proportion en cellulose à longues fibres moulue est d'au moins 30 % en poids, de préférence d'au moins 40 % en poids par rapport à la masse nette de fibres, et
  - qui possède une teneur en charges < 10 % en poids, de préférence < 8 % en poids, et de manière particulièrement préférée < 6 % en poids par rapport à la masse totale de papier provisoire, et

- imprégnation du papier provisoire avec une composition aqueuse, en particulier une solution ou une suspension aqueuse.

12. Procédé selon la revendication 11 dans lequel l'imprégnation est réalisée dans une presse encolleuse d'une machine à papier, dans une filme-presse d'une machine à papier ou par une application avec des rouleaux sur les deux faces.

13. Procédé selon les revendications 11 ou 12 dans lequel une couche de matériau supplémentaire est apportée après l'imprégnation, sur au moins une partie du papier d'enveloppe de filtre sous la forme d'une composition aqueuse, de préférence par un procédé de taille douce,
la couche de matériau supplémentaire étant de préférence appliquée dans des domaines choisis qui peuvent servir de zones de collage lorsque le papier d'enveloppe de filtre est collé sur lui-même, sur un bouchon de filtre ou un papier d'embout,

la composition aqueuse pour l'imprégnation et/ou la composition aqueuse pour un apport supplémentaire de matière possédant de préférence une teneur en charges de 5-20 % en poids, de préférence de 10-15 % en poids.

14. Procédé selon l'une des revendications de 11 à 13 dans lequel le papier provisoire possède un poids surfacique de 15-35 g/m^2, de préférence de 20-30 g/m^2, et, de manière particulièrement préférée, de 20-25 g/m^2, et/ou
dans lequel le matériau d'imprégnation comprend une ou plusieurs parmi les substances citées en revendication 4, et/ou
dans lequel la composition aqueuse pour l'apport de matériau supplémentaire comprend, en tant que composant solide, des amidons oxydés ou un ou plusieurs parmi les matériaux de la revendication 4.

15. Article à fumer comprenant un bouchon de filtre qui est entouré d'un papier d'enveloppe de filtre selon l'une des revendications de 1 à 10,
le bouchon de filtre contenant une ou plusieurs capsules pouvant être détruites par une pression mécanique, capsule (s) qui est, respectivement sont, remplie(s) avec un liquide contenant des substances aromatiques.

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 03752844 A2 **[0005] [0010]**
- WO 2009006570 A2 **[0005]**
- DD 145863 A3 **[0005] [0010] [0012]**
- EP 0758695 A2 **[0010] [0012]**
- EP 0758532 A2 **[0010] [0012]**
- US 5979460 A **[0010]**
- US 2008142028 A **[0014]**
- WO 2008100688 A **[0018] [0050]**
- CA 2467601 **[0020] [0050]**