# (11) **EP 2 868 213 A1**

## (12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag: 06.05.2015 Patentblatt 2015/19

(21) Anmeldenummer: **14191057.0** 

(22) Anmeldetag: 30.10.2014

(51) Int Cl.:

A24D 1/02 (2006.01) D21H 17/67 (2006.01)

D21H 17/66 (2006.01) D21H 17/69 (2006.01)

(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

Benannte Erstreckungsstaaten:

**BA ME** 

(30) Priorität: 31.10.2013 EP 13191043

(71) Anmelder: Julius Glatz GmbH 67468 Neidenfels (DE)

(72) Erfinder:

- Nover, Christoph 47495 Rheinberg (DE)
- Vucak, Marijan
   65624 Altendiez (DE)
- Fritzsching, Thomas
   67434 Neustadt an der Weinstraße (DE)
- (74) Vertreter: Schön, Christoph Dr. Schön, Neymeyr & Partner mbB Bavariaring 26 80336 München (DE)

## (54) Rauchwarenumhüllungsmaterial mit kontrollierten Glimmeigenschaften

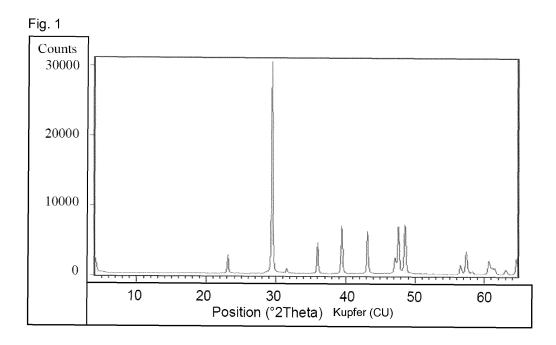
- (57) Beschrieben wird ein Rauchwarenumhüllungsmaterial, das Kompositteilchen umfasst, die nach einem Verfahren erhältlich sind, bei welchem man
- a) eine wässrige Suspension vorlegt, die Calciumcarbonat-Partikel enthält,
- b) ein Metallsalz, umfassend ein Aluminiumkation, zugibt,

wobei das Metallsalz

(i) in der Lage ist, in der Suspension eine basische Me-

tallkomponente zu bilden,

(ii) in Wasser, gemessen bei dem pH-Wert der vorgelegten Suspension und einer Temperatur von 20°C, eine Löslichkeit größer 9,0 mg/l aufweist, sowie ein Verfahren zur Herstellung desselben, die Verwendung eines derartigen Rauchwarenumhüllungsmaterials zur Herstellung von Rauchwaren und daraus hergestellte Rauchwaren.



EP 2 868 213 A1

### Beschreibung

10

20

30

35

40

45

50

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Rauchwarenumhüllungsmaterial, das Kompositteilchen auf Basis mineralischer Partikel umfasst, Verfahren zu deren Herstellung sowie ihre Verwendung in Rauchwaren. Ein Schwerpunkt der vorliegenden Anmeldung liegt dabei auf Rauchartikeln mit kontrollierten Glimmeigenschaften.

[0002] Üblicherweise bestehen Filterzigaretten aus einem zylinderförmigen, runden oder ovalen Tabakstrang, der von einem Zigarettenpapier umhüllt ist, einem ebenso geformten Filterstöpsel, der von einem Filterumhüllungspapier umgeben ist, sowie einem Belagpapier (Basispapier für den Mundstückbelag, das auch als Tippingpapier bezeichnet wird), das üblicherweise mit dem gesamten Filterumhüllungspapier und einem Teil des den Tabakstrang umhüllenden Zigarettenpapiers verklebt ist, und so den Filterstöpsel mit dem Tabakstrang verbindet. Alle diese Papiere sollen hier und im Folgenden gemeinsam als Rauchwarenumhüllungsmaterialien bezeichnet werden.

**[0003]** Rauchwarenumhüllungsmaterialien enthalten üblicherweise Füllstoffe. Zusätzlich können andere Additive zur Erzielung spezieller Eigenschaften enthalten sein, wie beispielsweise Nassfestmittel, die Brenngeschwindigkeit verzögernde Substanzen und/oder die brenngeschwindigkeit beschleunigende Substanzen usw.

[0004] Als Füllstoffe werden dabei üblicherweise Stoffe wie Calciumcarbonat, Titandioxid, Aluminiumhydroxid, Magnesiumhydroxid, Kaolin, kalziniertes Kaolin oder Talkum und deren Gemische in Rauchwarenumhüllungsmaterialien eingearbeitet, wobei durch geeignete Wahl der Art und Menge der Füllstoffe sowohl die optischen Eigenschaften als auch die Glimmeigenschaften gesteuert werden können. Rauchwarenumhüllungsmaterialien, die keine Füllstoffe oder nur einen geringen Füllstoffgehalt aufweisen, können eine verstärkte Verlöschungswirkung bei Rauchwaren aufweisen, solche Rauchwarenumhüllungsmaterialien besitzen jedoch nicht die gewünschten optischen Eigenschaften, wie einen hohen Weißgrad oder eine hohe Opazität.

[0005] Bei Rauchwarenumhüllungsmaterialien gibt es jedoch darüber hinaus auch Einschränkungen, welche Füllstoffe nach den jeweils geltenden gesetzlichen Bestimmungen eingesetzt werden dürfen. Calciumcarbonat kann nach den geltenden Bestimmungen uneingeschränkt in allen Arten von Rauchwarenumhüllungsmaterialien eingesetzt werden. Es ist jedoch bekannt, dass bestimmte Füllstoffe für die optischen Eigenschaften und die Glimmeigenschaften nachteilig sind. Des Weiteren ist bekannt, dass Rauchwarenumhüllungsmaterialien, die einen hohen Anteil an Füllstoffen aufweisen und zusätzlich bei Verwendung in Rauchwaren kontrollierte Glimmeigenschaften sowie ein gewünschtes Verlöschungsverhalten zeigen, neben Calciumcarbonat einen erheblichen Anteil von anderen Füllstoffen oder Mischungen von anderen Füllstoffen benötigen, sowie gegebenenfalls weitere Stoffe, z.B. die Brenngeschwindigkeit verzögernde Substanzen, die in diese Rauchwarenumhüllungsmaterialien eingearbeitet werden können.

**[0006]** Weiterhin ist es auf dem einschlägigen Fachgebiet bekannt, Substanzen wie Polymere, Silikate, Polysaccharide und Derivate in wässrigen oder nichtwässrigen Lösungen oder Suspensionen in hinreichender Menge und in geeigneter geometrischer Verteilung auf ein Rauchwarenumhüllungsmaterial, vorzugsweise Zigarettenpapier, aufzutragen, um hierdurch die Glimmeigenschaften des Rauchwarenumhüllungsmaterials zu beeinflussen.

[0007] In den letzten Jahren wurden nun weitere Anforderungen an einen Rauchartikel, wie beispielsweise eine Zigarette, gestellt. So wird in der letzten Zeit gefordert, dass ein Rauchartikel, welcher beim gewöhnlichen Rauchen ohne Verlöschung weiterglimmt, jedoch verlöscht, wenn der Rauchartikel auf ein brennbares Material gelegt wird, um zu verhindern, dass das brennbare Material Feuer fängt. Mit anderen Worten wird ein gesteuertes Glimmverhalten gewünscht, bei welchem die Rauchware einerseits mit dem Rauchwarenumhüllungsmaterial unbehindert an frei zutretender Luft abglimmt und andererseits aber auf Unterlagen, die ihrerseits brennbar sein können, kurz nach Kontakt mit diesen Unterlagen selbst erlischt.

**[0008]** Die japanische Patentanmeldung Nr. 11-151082 A offenbart eine Zigarette mit gesteuerten Glimmeigenschaften, bei welcher eine Vielzahl von ringförmigen Bereichen (Verbrennungssteuerbereichen) getrennt voneinander in Längsrichtung einer Zigarette angeordnet sind. Diese ringförmigen Bereiche sind wiederum mit einer Suspension beschichtet, die ein anorganisches Füllmaterial, wie beispielsweise Kreide, Lehm oder Titanoxid in einem Cellulosepolymer umfasst.

[0009] Die europäische Patentanmeldung EP 1 321 048 A1 beschreibt einen Rauchartikel mit gesteuerten Glimmeigenschaften, der ein Zigarettenpapier umfasst, das mit einem Verbrennungsreguliermittel beschichtet ist, das das Brandverhalten des Rauchartikels anpassen soll. Als Beispiele für dieses Verbrennungsreguliermittel werden Proteine, wie z. B. Gelatine, Kasein, Albumin und Gluten; verdickende Polysaccharide, wie beispielsweise Stärke, Xanthan (Echo Gum), Johannisbrotgummi, Guargummi (Guarpack), Tragantgummi, "Tara"-Gummi, Tamarindensamen-Polysaccharide (Glyloid), Karayagummi, Gummiarabikum, Pullulan, Dextrin, Cyclodextrin (Oligoseven) und Ghattigummi; gelierende Polysaccharide, wie beispielsweise Carrageenan, Kurdlan, Agar, Furcellaran, Pektin, "Jeram"-Gummi und "Kelco"-Gel; Lipide, wie beispielsweise Lecithin; natürliche, hochmolekulare Derivate, wie beispielsweise Carboxymethylcellulose, Methylcellulose, Propylenglykolalginatester, und eine verarbeitete Stärke, wie beispielsweise Stärkephosphat; synthetische, hochmolekulare Verbindungen, wie beispielsweise Poly(natriumacrylat) und verschiedene hochmolekulare Emulgatoren; anorganische Ammoniumsalze, wie beispielsweise Ammoniumchlorid, Ammoniumphosphat, Ammoniumhydrogenphosphat, Ammoniumbloromid und Ammoniumsulfat; anorganische Hydroxide,

wie beispielsweise Bariumhydroxid, Calciumhydroxid und Aluminiumhydroxid; und Flammenschutzmittel aus anorganischen Salzen, wie beispielsweise Natriumborat, Borsäure, Zinkchlorid, Magnesiumchlorid, Calciumchlorid und Natriumsulfat, genannt. Diese Verbrennungsreguliermittel sollen einzeln oder in Form eines Gemisches von mindestens zwei dieser Verbrennungsreguliermittel verwendet werden können.

[0010] CN 101747909 B offenbart ein flammhemmendes Additiv, umfassend Calciumcarbonat und Magnesiumhydroxid, welches durch Vorlegen einer Magnesiumsulfatlösung, Zugabe einer alkalischen Calciumhydroxidsuspension, Zugabe einer Calciumchloridlösung und Abtrennen des Niederschlags erhältlich ist.

**[0011]** Nachteilig bei der in dieser Druckschrift beschriebenen Vorgehensweise ist das zeitintensive und aufwendige Verfahren, welches insgesamt 10 Schritte umfasst, wobei alleine Schritt 9 2-3 Tage dauert. Darüber hinaus beinhaltet Schritt 4 eine im technischen Maßstab nur sehr aufwendig zu realisierende Ultraschallbehandlung.

**[0012]** Weiterhin ist das auf diese Weise erhältliche Produkt erst oberhalb von 200 °C in der Lage, signifikante Mengen Wasser abzugeben. Röntgenbeugungsspektren des Produkts zeigen, dass das Produkt eine physikalische Mischung von Calciumcarbonat und Magnesiumhydroxid ist.

[0013] In der Patentanmeldung US 2006/0162884 A1 werden Mineralpigmente beschrieben, die ein Produkt enthalten, welches in situ durch Umsetzung eines Calciumcarbonats mit einer schwachen oder einer starken Säure, gasförmigem CO<sub>2</sub> und einem bestimmten Salz erhalten wird. Dabei soll als Salz Aluminiumsilikat, synthetisches Silica, Calciumsilikat, ein Silikat eines monovalenten Salzes, wie z. B. Natriumsilikat, Kaliumsilikat und/oder Lithiumsilikat, Aluminiumhydroxid, Natriumaluminat und/oder Kaliumaluminat eingesetzt werden, wobei der Gehalt an monovalenten Silikatsalzen kleiner 0,1 Gew.-%, bezogen auf das Trockengewicht des Calciumcarbonats, sein soll. Die auf diese Weise erhältlichen Mineralpigmente sollen einen pH, gemessen bei 20°C, größer 7,5 aufweisen.

**[0014]** Die BET-Oberfläche des Mineralpigments dieser Druckschrift soll vorzugsweise zwischen 25 m²/g und 200 m²/g liegen.

**[0015]** In Ausführungsbeispiel 10 dieser Patentanmeldung werden zu einer Suspension von natürlichem Calciumcarbonat in Wasser Aluminiumhydroxidpulver und anschließend Natriumsilikat zugegeben und die resultierende Suspension mit Phosphorsäure behandelt.

**[0016]** Eine Zugabe eines Metallsalzes zu einer Calciumcarbonat-Suspension, welches in der Suspension, gemessen bei 20°C, eine Löslichkeit größer 9,0 mg/l aufweist, ist der Druckschrift allerdings nicht zu entnehmen.

**[0017]** Weiterhin beschäftigt sich diese Anmeldung nicht mit dem technischen Gebiet der vorliegenden Erfindung, nämlich der Zugänglichmachung von Rauchartikeln mit kotrollierten Glimmeigenschaften, sondern betrifft die Bereitstellung von Füllstoffen für Inkjet-Papiere und hat insbesondere die Verbesserung der Bedruckbarkeit herkömmlicher beschichteter oder unbeschichteter Papiere zum Ziel.

30

35

40

45

50

**[0018]** Schließlich sind für die Zwecke der vorliegenden Erfindung Stoffe nicht einsetzbar, bei welchen Calciumsilikate als Haupt- oder als Nebenprodukt gebildet werden, da Silikate nach einschlägigen gesetzlichen Bestimmungen in Zigarettenpapieren nicht zulässig sind.

[0019] Weiterhin ist das auf diese Weise erhältliche Produkt erst oberhalb von 200 °C in der Lage, signifikante Mengen Wasser abzugeben. Röntgenbeugungsspektren des Produkts zeigen, dass das Produkt eine physikalische Mischung von Calciumcarbonat und Magnesiumhydroxid ist.

**[0020]** WO-A-03/034845 beschreibt Zigaretten mit erhöhter Selbstlöschungstendenz, wobei das Zigarettenpapier ringförmige Zonen aufweist, deren Luftdurchlässigkeit durch die Gegenwart eines Polymers erniedrigt ist. Bei den eingesetzten Polymeren handelt es sich insbesondere um Polyvinylacetat, teilhydrolysiertes Polyvinylacetat oder Polyvinylalkohol.

[0021] EP 1 933 651 A1 beschreibt ein Rauchwarenumhüllungsmaterial, bei dem es sich um ein Basisumhüllungsmaterial handelt, auf das zumindest in diskreten Zonen eine Zusammensetzung aufgetragen ist, die ein mechanisch fragmentiertes, chemisch vernetztes Polysaccharid mit einer Teilchengröße (gewichtetes Mittel) des Polysaccharidtrockenprodukts im Bereich von 1 µm bis 1000 µm umfasst.

[0022] Die in Rauchwarenumhüllungsmaterialien üblicherweise verwendeten Füllstoffe sind somit mit Einschränkungen und Nachteilen behaftet, insbesondere da durch sie das Glimmverhalten des Rauchwarenumhüllungsmaterials nicht gezielt gesteuert werden kann. Es wäre aber erstrebenswert, ein Füllstoffe umfassendes Rauchwarenumhüllungsmaterial zu haben, bei dem das Glimmverhalten des Rauchwarenumhüllungsmaterials gezielt durch den Füllstoff gesteuert werden kann.

[0023] Vor diesem Hintergrund sollten bessere Möglichkeiten zur Reduktion der Entflammbarkeit von brennbaren Artikeln aufgezeigt werden. Gewünscht werden insbesondere bessere Lösungen für die Kontrolle der Glimmeigenschaften und des Verlöschungsverhaltens von Rauchartikeln, vor allem bessere Lösungen für die Steuerung der Glimmeigenschaften von Rauchartikeln, wobei die Rauchartikel beim gewöhnlichen Rauchen möglichst ohne Verlöschung glimmen sollen, aber bei Kontakt mit einem weiteren brennbaren Material dessen Entzündung bestmöglich verhindert werden sollte, d. h. die Rauchware sollte einerseits unbehindert an frei zutretender Luft abglimmen und andererseits auf Unterlagen, die ihrerseits brennbar sein können, selbst erlöschen. Dabei sollte die erfindungsgemäße Lösung auf möglichst einfache Art und Weise sowie möglichst kostengünstig realisierbar und möglichst universell einsetzbar sein.

[0024] Gelöst werden diese sowie weitere Aufgaben, die sich aus den in der Beschreibung der Erfindung diskutierten Zusammenhängen unmittelbar ergeben, durch die Bereitstellung eines Rauchwarenumhüllungsmaterials mit allen Merkmalen des vorliegenden Anspruchs 1. Die auf Anspruch 1 rückbezogenen Unteransprüche beschreiben bevorzugte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials. In den übrigen Ansprüchen werden besonders vorteilhafte Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials, die Verwendung des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials sowie unter Verwendung des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials hergestellte Rauchwaren unter Schutz gestellt.

[0025] Durch die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen, welche nach einem Verfahren erhältlich sind, bei welchem man

- a) eine wässrige Suspension vorlegt, die Calciumcarbonat-Partikel enthält, und
- b) ein Metallsalz, umfassend ein Aluminiumkation, zugibt, wobei das Metallsalz

10

15

20

25

30

35

40

45

50

- (i) in der Lage ist, in der Suspension eine basische Aluminiumkomponente zu bilden, und
- (ii) in Wasser, gemessen bei dem pH-Wert der vorgelegten Suspension und einer Temperatur von 20°C, eine Löslichkeit größer 9,0 mg/l aufweist,

wird auf nicht ohne Weiteres vorhersehbare Weise ein Additiv zur Verfügung gestellt, mit welchem die Entflammbarkeit, die Glimmeigenschaften und das Verlöschungsverhalten des Rauchwarenumhüllungsmaterials gezielt gesteuert werden können. Dabei ermöglicht die Verwendung der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen insbesondere eine ausgezeichnete Steuerung der Glimmeigenschaften von Rauchartikeln, wobei die Rauchartikel beim gewöhnlichen Rauchen möglichst ohne Verlöschung glimmen, aber bei Kontakt mit einem weiteren Material, dessen Entzündung bestmöglich verhindert wird, d.h. die vorliegende Erfindung ermöglicht die Bereitstellung von Rauchwaren, die einerseits unbehindert an frei zutretender Luft abglimmen und andererseits auf Unterlagen, die ihrerseits brennbar sein können, selbst erlöschen. Die erfindungsgemäße Lösung kann auf einfachste Art und Weise äußerst kostengünstig realisiert werden und ist universell einsetzbar.

[0026] Verglichen mit den im Stand der Technik, insbesondere in den Patentanmeldungen JP 11-151082 A und EP 1 321 048 A1 beschriebenen Methoden zur Steuerung der Glimmeigenschaften herkömmlicher Rauchartikel sind die Vorteile der vorliegenden Erfindung insbesondere darin zu sehen, dass die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen den in jedem Fall einzusetzenden Füllstoff in einem Rauchwarenumhüllungsmaterial substituieren können. Im Idealfall wird nur ein Zusatzstoff, nämlich die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen verwendet, mit den entsprechend verfahrenstechnischen Vorteilen.

[0027] Verglichen mit Pulvern, umfassend eine physikalische Mischung von Calciumcarbonat und einer basischen Metallkomponente, wie z. B. Aluminiumhydroxid oder Magnesiumhydroxid, weisen die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen mehrere Vorteile auf. Insbesondere ermöglichen sie eine bessere und effizientere Steuerung der Glimmeigenschaften von Rauchartikeln.

**[0028]** Bei der Herstellung von Rauchartikeln profitiert man davon, dass im Grunde der gleiche Füllstoff wie bisher, nämlich CaCO<sub>3</sub>, eingesetzt werden kann, mit der Folge, dass die bereits existierenden Verfahren zur Herstellung von Rauchartikeln, falls überhaupt, nur geringfügig modifiziert werden müssen. Die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen sind leicht handhabbar und zeigen eine sehr gute Kompatibilität und ein hervorragendes Mischverhalten, insbesondere mit Langfaserzellstoffen.

[0029] Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind dementsprechend Rauchwarenumhüllungsmaterialien, die erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen umfassen, die durch ein Verfahren erhältlich sind, bei welchem man

- a) eine wässrige Suspension vorlegt, die Calciumcarbonat-Partikel enthält, und
- b) ein Metallsalz, umfassend ein Aluminiumkation, zugibt.

[0030] Im Rahmen der vorliegenden Erfindung werden Calciumcarbonat-Partikel in einer wässrigen Suspension vorgelegt.

[0031] Die in Schritt a) vorzulegende Suspension, die Calciumcarbonat-Partikel enthält, weist vorzugsweise einen pH Wert im Bereich von 6,0 bis 13,0, bevorzugt im Bereich von 6,0 bis 11,0, jeweils gemessen bei 20°C, auf.

**[0032]** Weiterhin umfasst die in Schritt a) vorzulegende Suspension, die Calciumcarbonat-Partikel enthält, jeweils bezogen auf ihr Gesamtgewicht, vorzugsweise mindestens 1,0 Gew.-%, bevorzugt mindestens 5,0 Gew.-%, insbesondere 8,0 Gew.-% bis 22,0 Gew.-%, Calciumcarbonat. Bei Zusatz geeigneter und an sich bekannter Viskositätsverbesserer sind aber wesentlich höhere Anteile von bis zu 75,0 Gew.-% Calciumcarbonat denkbar.

[0033] Zusätzlich kann die Suspension andere mineralische Stoffe, wie Talk, Kaolin, Titandioxid, Magnesiumoxid,

enthalten, wobei diese mineralischen Stoffe sich in der Suspension bei Temperaturen im Bereich von 10°C bis 90°C und dem pH-Wert der Suspension zweckmäßigerweise inert verhalten. Der Anteil dieser mineralischen Stoffe in der Suspension, bezogen auf das Gesamtgewicht der Suspension, ist jedoch vorzugsweise kleiner 25,0 Gew.-%, bevorzugt kleiner 10,0 Gew.-%, besonders bevorzugt kleiner 5,0 Gew.-%, zweckmäßigerweise kleiner 1,0 Gew.-%, insbesondere kleiner 0,1 Gew.-%. Im Rahmen einer besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung enthält die Suspension abgesehen von den in dieser Anmeldung genannten essentiellen Komponenten keine weiteren mineralischen Stoffe. Erfindungsgemäß werden unter mineralischen Stoffen chemische Elemente oder chemische Verbindungen verstanden, bei denen es sich um kristallisierte Bestandteile handelt, die kleinste Bausteine enthalten, die ungeachtet gegebenenfalls vorhandener Kristallbaufehler und Unregelmäßigkeiten dreidimensional periodisch angeordnet sind und durch geologische Prozesse gebildet wurden.

[0034] Der Ursprung des eingesetzten Calciumcarbonats ist für die vorliegende Erfindung von untergeordneter Bedeutung und es können sowohl natürliche gemahlene Calciumcarbonatteilchen (GCC), als auch gefällte Calciumcarbonatteilchen (PCC) eingesetzt werden, wobei jedoch die Verwendung von gefällten Calciumcarbonat-Teilchen besonders vorteilhaft ist.

10

20

30

35

40

[0035] Die Form der bevorzugt eingesetzten Calciumcarbonatteilchen, insbesondere der gefällten Calciumcarbonatteilchen, unterliegt erfindungsgemäß keinen weiteren Beschränkungen und kann auf den konkreten Anwendungszweck abgestimmt werden. Bevorzugt werden jedoch skalenoedrische, rhomboedrische, nadelförmige, plättchenförmige oder kugelförmige (sphärische) Teilchen eingesetzt. Im Rahmen einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden nadelförmige (vorzugsweise aragonitische), rhomboedrische (vorzugsweise calcitische) und/oder skalenoedrische (vorzugsweise calcitische) Calciumcarbonatteilchen, zweckmäßigerweise nadelförmige (vorzugsweise aragonitische) und/oder skalenoedrische (vorzugsweise calcitische) Calciumcarbonatteilchen, insbesondere gefällte Calciumcarbonatteilchen, verwendet, wobei der Einsatz von skalenoedrischen (vorzugsweise calcitische) Calciumcarbonatteilchen, insbesondere von gefällten skalenoedrischen (vorzugsweise calcitische) Calciumcarbonatteilchen, am Meisten bevorzugt wird.

[0036] Der mittlere Durchmesser der eingesetzten Calciumcarbonatteilchen, vor allem der gefällten Calciumcarbonatteilchen, kann prinzipiell frei gewählt werden. Er liegt vorzugsweise im Bereich von  $0.05~\mu m$  bis  $30.0~\mu m$ , insbesondere im Bereich von  $0.1~\mu m$  bis  $15.0~\mu m$ .

[0037] Für skalenoedrische Calciumcarbonatteilchen ist der mittlere Durchmesser der Calciumcarbonatteilchen günstigerweise im Bereich von  $0.05~\mu m$  bis  $5.0~\mu m$ , vorzugsweise kleiner  $3.0~\mu m$ , besonders bevorzugt kleiner  $1.8~\mu m$ , insbesondere kleiner  $1.6~\mu m$ . Weiterhin ist der mittlere Teilchendurchmesser in diesem Fall günstigerweise größer  $0.1~\mu m$ , vorzugsweise größer  $0.3~\mu m$ , besonders bevorzugt größer  $0.6~\mu m$ , zweckmäßigerweise größer  $0.8~\mu m$ , insbesondere größer  $1.0~\mu m$ .

[0038] Die vorstehend genannten mittleren Teilchengrößen (auf Gewichtsbasis) der eingesetzten Calciumcarbonatteilchen, werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung zweckmäßigerweise mittels Sedimentationsanalyseverfahren ermittelt, wobei in diesem Zusammenhang die Verwendung eines Sedigraphs 5100 (Micromeritics GmbH) besonders vorteilhaft ist. Die Ermittlung dieser Messgröße erfolgt wie auch für alle anderen in dieser Anmeldung genannten Messgrößen, sofern nichts anderes angegeben wird, vorzugsweise bei 20°C.

**[0039]** Die Herstellung der wässrigen Suspension kann auf an sich bekannte Weise durch Mischen der Komponenten erfolgen. Alternativ ist es auch möglich, die wässrige Suspension in situ beispielsweise durch Einleiten von CO<sub>2</sub>-haltigem Gas in wässrige Kalkmilch herzustellen.

**[0040]** In Schritt b) wird ein Metallsalz, das ein Aluminiumkation umfasst, zu der wässrigen Suspension, bevorzugt zu einer wässrigen Calciumcarbonat-haltigen Suspension, zugegeben. Dabei ist das eingesetzte Metallsalz ferner dadurch gekennzeichnet, dass es in der Lage ist, in der Suspension quasi in situ eine basische Aluminiumkomponente bilden zu können.

[0041] Im Rahmen der vorliegenden Erfindung weist das Aluminiumkationen enthaltende Metallsalz, welches in der Lage ist, eine basische Metallkomponente zu bilden, in Wasser, gemessen bei dem pH-Wert der vorgelegten Suspension und einer Temperatur von 20°C, eine Löslichkeit größer 9,0 mg/l, bevorzugt größer 100,0 mg/l, besonders bevorzugt größer 500,0 mg/l, zweckmäßigerweise größer 1,0 g/l, günstigerweise größer 5,0 g/l, noch mehr bevorzugt größer 100,0 g/l, insbesondere größer 400,0 g/l, auf. Im Folgenden wird es daher gelegentlich als "wasserlösliches Metallsalz" bezeichnet.

[0042] Darüber hinaus umfasst das Metallsalz, welches in der Lage ist, eine basische Metallkomponente zu bilden, vorzugsweise weniger als 10,0 mol-%, bevorzugt weniger als 5,0 mol-%, günstigerweise weniger als 1,0 mol-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 mol-%, insbesondere keine von Hydroxid verschiedene Anionen, welche in der Lage sind, mit Ca<sup>2+</sup>-Ionen Salze zu bilden, die in Wasser, gemessen bei dem pH-Wert der vorgelegten Suspension und einer Temperatur von 20°C, eine Löslichkeit kleiner 5,0 g/l, bevorzugt kleiner 2,5 g/l, besonders bevorzugt kleiner gleich 2,0 g/l, insbesondere kleiner 1,0 g/l, aufweisen. Vor allem ist der Anteil von Metallsalzen, die Sulfat- und/oder Silikationen umfassen, für die Zwecke der vorliegenden Erfindung möglichst gering.

[0043] Im Hinblick auf die in der folgenden Aufstellung zusammengefassten Wasserlöslichkeiten einiger Salze wird

daher die Verwendung von Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> für die Zwecke der vorliegenden Erfindung besonders bevorzugt, wohingegen die Verwendung von Al(OH)<sub>3</sub> als wasserlösliches Metallsalz erfindungsgemäß nicht möglich ist.

Salz	Wasserlöslichkeit bei 20°C [mg/l]
Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	419.000
Al(OH) <sub>3</sub>	1,5
CaCl <sub>2</sub>	740.000
Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	>1470.000
CaSiO <sub>3</sub>	praktisch unlöslich
Ca(OH) <sub>2</sub>	1.700
CaCO <sub>3</sub>	14

20

30

35

50

55

5

10

15

**[0044]** Weitere für die Zwecke der vorliegenden Erfindung besonders geeignete Metallsalze, welche in der Lage sind, eine basische Metallkomponente zu bilden, schließen Aluminiumchlorid, Polyaluminiumchlorid, Aluminiumsulfat, Aluminiumnitratsulfat, Polyaluminiumnitratsulfat (Nicasol<sup>®</sup> der Firma Sachtleben Wasserchemie), Aluminiumhydroxidchlorid, Aluminiumhydroxidchloridsulfat und Aluminiumhydroxidnitratsulfat ein.

[0045] Darüber hinaus haben sich Aluminate als Metallsalze besonders bewährt. Hierbei handelt es sich um Salze der Aluminiumsäure  $HAIO_2 \cdot H_2O$ , bei denen Aluminium ein komplexes Anion  $[AI(OH)_4]$ - mit Hydroxidionen als Liganden bildet, sowie Salze, bei denen das Anion als Kondensat des Aluminations vorliegt. Besonders bevorzugte Aluminate genügen der allgemeinen Formel  $Met[AI(OH)_4]$  mit Met gleich einem einwertigen Kation, insbesondere Natriumaluminat  $(NaAI(OH)_4)$  und Kaliumaluminat  $(KAI(OH)_4)$ .

[0046] Erfindungsgemäß hat sich die Zugabe eines Aluminiumsalzes als ganz besonders günstig erwiesen.

**[0047]** Die Zugabemenge des wasserlöslichen Metallsalzes wird vorzugsweise derart gewählt, dass das Gewichtsverhältnis von Aluminium des wasserlöslichen Metallsalzes zum Mineral der Calciumcarbonat-Partikel im Bereich von 0,01 bis 25,0, bevorzugt im Bereich von 0,1 bis 20,0, besonders bevorzugt im Bereich von 0,2 bis 15,0, insbesondere im Bereich von 2,0 bis 7,5, liegt.

**[0048]** Die Umsetzung der Komponenten in Schritt b) wird vorzugsweise bei einer Temperatur im Bereich von 5°C bis 90°C, vorzugsweise im Bereich von 15°C bis 30°C, durchgeführt und führt vorzugsweise zur in situ Bildung der erfindungsgemäß verwendeten basischen Kompositteilchen.

**[0049]** Die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen fallen unter den oben genannten Bedingungen aus der Reaktionsmischung aus und können auf an sich bekannte Weise, z. B. durch Filtration oder Zentrifugation, von der Mutterlauge getrennt werden. Zur weiteren Aufreinigung können die Kompositteilchen bei Bedarf mit Wasser, Aceton und/oder anderen geeigneten Substanzen gewaschen werden.

[0050] Im Rahmen einer weiteren bevorzugten Variante der vorliegenden Erfindung wird die Suspension der Kompositteilchen ohne Isolation der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen direkt im Papierherstellungsprozess eingesetzt.

[0051] Möglich ist darüber hinaus die Zugabe eines Metallsalzes während der Herstellung einer Calciumcarbonatsuspension aus wässriger Ca(OH)<sub>2</sub>-Suspension (Kalkmilch) durch Einleitung von CO<sub>2</sub>. Bevorzugt wird in diesem Zusammenhang ein Verfahren, bei welchem man

- a) eine wässrige Ca(OH)<sub>2</sub>-Suspension vorlegt,
- b) eine erste Menge CO<sub>2</sub> enthaltendes Gas in die wässrige Ca(OH)<sub>2</sub>-Suspension einleitet,
- c) ein Metallsalz, umfassend ein Aluminiumkation, zugibt,
- d) eine zweite Menge CO<sub>2</sub> enthaltendes Gas in das Reaktionsgemisch einleitet und
- c) die sich bildenden Kompositteilchen isoliert.

[0052] Die vorstehend beschriebenen Verfahren führen zu einem Einbau der sich vorzugsweise in situ bildenden basischen Metallkomponente in die vorgelegten Calciumcarbonatteilchen. Hinsichtlich der reinen basischen Metallkomponenten sind die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen vorzugsweise röntgenamorph, d. h. die Fernordnungsreichweite der zugegebenen basischen Metallkomponenten liegt unterhalb der Kohärenzlänge der verwendeten

Röntgenstrahlung, insbesondere unterhalb der Kohärenzlänge von Cu K $_{\alpha}$ -Strahlung (Wellenlänge 154 pm).

10

25

30

35

40

45

50

55

**[0053]** Röntgenbeugungsuntersuchungen an den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen zeigen daher vorzugsweise keine Bragg-Reflexe der reinen basischen Metallkomponenten, insbesondere von Aluminiumhydroxid, sondern, falls überhaupt, lediglich sogenannte Signalbuckel, die die übliche Gaußverteilung der mittleren Atomabstände der reinen basischen Metallkomponente wiedergeben.

**[0054]** Dementsprechend können Röntgenbeugungsspektren in der Regel dazu genutzt werden, die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen von herkömmlichen Mischungen von mineralischen Partikeln und einer basischen Metallkomponente , insbesondere von herkömmlichen Mischungen von Calciumcarbonat und einer basischen Metallkomponente, zu unterscheiden.

[0055] So ist insbesondere bei Aluminium-haltigen Kompositteilchen, die calcitisches Calciumcarbonat enthalten, in einer Röntgenbeugungsaufnahme der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen die Signalintensität bei  $2\theta$ =18,3±1,0, bevorzugt bei  $2\theta$ =18,3±0,5, insbesondere bei  $2\theta$ =18,3, üblicherweise kleiner 100,0 %, bevorzugt kleiner 75,0 %, besonders bevorzugt kleiner 50,0 %, günstigerweise kleiner 25,0 %, zweckmäßigerweise kleiner 10,0 %, noch mehr bevorzugt kleiner 5,0 %, ganz besonders bevorzugt kleiner 1,0 %, insbesondere kleiner 0,1 %, wobei die Intensität des Signals bei  $2\theta$ =29,5±1,0, bevorzugt bei  $2\theta$ =29,5±0,5, insbesondere bei  $2\theta$ =29,5, in derselben Röntgenbeugungsaufnahme als 100% definiert wird.

[0056] Für Aluminium-haltige Kompositteilchen, die aragonitisches Calciumcarbonat enthalten, ist in einer Röntgenbeugungsaufnahme der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen die Signalintensität bei  $2\theta$ =18,3 $\pm$ 1,0, bevorzugt bei  $2\theta$ =18,3 $\pm$ 0,5, insbesondere bei  $2\theta$ =18,3, üblicherweise kleiner 100,0 %, bevorzugt kleiner 75,0 %, besonders bevorzugt kleiner 50,0 %, günstigerweise kleiner 25,0 %, zweckmäßigerweise kleiner 10,0 %, noch mehr bevorzugt kleiner 5,0 %, ganz besonders bevorzugt kleiner 1,0 %, insbesondere kleiner 0,1 %, wobei die Intensität des Signals bei  $2\theta$ =26,2 $\pm$ 1,0, bevorzugt bei  $2\theta$ =26,2 $\pm$ 0,5, insbesondere bei  $2\theta$ =26,2, in derselben Röntgenbeugungsaufnahme als 100% definiert wird.

[0057] Der strukturelle Unterschied zwischen den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen und herkömmlichen Mischungen aus mineralischen Partikeln und basischer Metallkomponente, insbesondere zwischen den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen und herkömmlichen Mischungen aus Calciumcarbonatpartikeln und basischer Metallkomponente, führt weiterhin zu einem unterschiedlichen Verhalten der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen im Vergleich mit herkömmlichen Mischungen aus mineralischen Partikeln und basischer Metallkomponente, insbesondere im Vergleich mit herkömmlichen Mischungen aus mineralischen Partikeln und basischer Metallkomponente, bei thermogravimetrischen Untersuchungen. Die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen geben bei Erhitzung ab Raumtemperatur (20°C) bis auf über 200°C, vorzugsweise bis auf über 300°C, insbesondere bis auf über 450°C kontinuierlich Wasser ab, wohingegen eine Mischung aus mineralischen Partikeln und Al(OH)<sub>3</sub>, insbesondere aus PCC und Al(OH)<sub>3</sub>, erst ab einer Mindesttemperatur von größer 200°C signifikante Mengen Wasser abgibt.

[0058] Die thermogravimetrischen Untersuchungen werden in diesem Zusammenhang vorzugsweise im Bereich von 40°C bis 1000°C durchgeführt. Die Heizrate ist vorzugsweise 20°C/min. Die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen, die vorzugsweise eine Feuchte, gemessen bei 130°C, kleiner 5%, bevorzugt kleiner 4%, insbesondere kleiner 3%, aufweisen, zeigen in der thermogravimetrischen Analyse im Bereich von 40°C bis 200°C bei einer Heizrate von 20°C vorzugsweise einen Gewichtsverlust von mindestens 0,4 %, bevorzugt von mindestens 5,0 %, insbesondere von mindestens 10,0 %.

[0059] Die Zusammensetzung der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen kann prinzipiell frei gewählt und an den konkreten Anwendungszweck angepasst werden. Im Sinne der vorliegenden Erfindung haben sich jedoch Kompositteilchen als besonders geeignet erwiesen, die, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Kompositteilchen,

- a) mindestens 23,2 Gew.-%, bevorzugt mindestens 30,3 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 34,8 Gew.-%, insbesondere mindestens 37,3 Gew.-%, Calcium,
- b) mindestens 34,8 Gew.-%, bevorzugt mindestens 45,4 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 52,0 Gew.-%, insbesondere mindestens 55,8 Gew.-%, Carbonat,
- c) mindestens 0,1 Gew.-%, bevorzugt mindestens 0,5 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 1,0 Gew.-%, insbesondere mindestens 2,5 Gew.-%, eines Aluminiumkations und
- d) mindestens 0,1 Gew.-%, bevorzugt mindestens 0,7 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 1,3 Gew.-%, insbesondere mindestens 3,5 Gew.-%, Hydroxid umfassen.

**[0060]** Die jeweiligen Anteile von Calcium, Carbonat und des Aluminiumkations werden dabei vorzugsweise mittels Röntgenfluoreszensanalyse ermittelt. Der Hydroxidanteil wird vorzugsweise aus der Differenz zu 100 Gew.-% ermittelt. **[0061]** Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung liegt die BET-Oberfläche der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen vorzugsweise im Bereich von 0,1 m²/g bis 100 m²/g, bevorzugt im Bereich von 1,0 m²/g bis kleiner 25,0 m²/g, besonders bevorzugt im Bereich von 2,5 m²/g bis kleiner 20,0 m²/g, insbesondere im Bereich von 5,0 m²/g bis 12,0 m²/g.

[0062] Die spezifische Oberfläche (BET-Oberfläche) der Kompositteilchen wird vorzugsweise mittels Stickstoff-Adsorption unter Verwendung der BET-Methode ermittelt. Die Verwendung eines Micromeritics Gemini 2360 Analysegeräts hat sich in diesem Zusammenhang ganz besonders bewährt. Zweckmäßigerweise werden die Proben vor der Adsorptionsmessung bei 130°C für mindestens 3 Stunden, insbesondere für mindestens 12 Stunden, entgast, wobei hierfür die Verwendung eines FlowPrep 060 Entgasers besonders vorteilhaft ist.

[0063] Mögliche Anwendungsgebiete der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen sind unmittelbar offensichtlich. Sie eignen sich insbesondere als Additiv für brennbare Substanzen, um deren Glimmeigenschaften zu steuern. Sie werden daher insbesondere als Additiv zur Steuerung der Glimmeigenschaften eingesetzt.

[0064] Darüber hinaus hat ein Zusatz der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen einen starken selbstverlöschenden Effekt, da die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen kontinuierlich Wasser freisetzen und auf diese Weise die Glut selbst löschen.

**[0065]** Die Anwendung der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen ist daher insbesondere in Rauchartikeln, insbesondere in Zigaretten besonders vorteilhaft.

**[0066]** Für Zigarettenpapiere, Belagpapiere und Filterumhüllungspapiere werden üblicherweise Zugabemengen der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen gewählt, die dem Gehalt der üblicherweise verwendeten Füllstoffe entsprechen, wobei die Zusatzmengen bevorzugt im Bereich von 0,1 Gew.-% bis 50,0 Gew.-%, insbesondere im Bereich von 0,2 Gew.-% bis 45,0 Gew.-% liegen, um die Steuerung der Glimmeigenschaften zu gewährleisten.

[0067] Im Rahmen einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in Rauchwarenumhüllungsmaterialien eingesetzt. Hier sind die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen vorzugsweise in der Lage, neben ihrer Funktion als Füllstoff dem Rauchwarenumhüllungsmaterial kontrollierte Glimmeigenschaften zu verleihen.

20

30

35

40

50

55

**[0068]** Üblicherweise weisen die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen für diese Anwendung eine mittlere Teilchengröße von  $0,1~\mu m$  bis  $10~\mu m$ , vorzugsweise von  $0,5~\mu m$  bis  $5~\mu m$ , insbesondere von  $1~\mu m$  bis  $3~\mu m$  auf.

**[0069]** Weiterhin liegt die BET-Oberfläche der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen für diese Anwendung vorzugsweise im Bereich von 0,1 m²/g bis 100 m²/g, bevorzugt im Bereich von 1,0 m²/g bis kleiner 25,0 m²/g, besonders bevorzugt im Bereich von 2,5 m²/g bis kleiner 20,0 m²/g, insbesondere im Bereich von 5,0 m²/g bis 12,0 m²/g.

**[0070]** Der Gesamtgehalt des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials an Füllstoffen beträgt üblicherweise 0,1 Gew.-% bis 50 Gew.-%, gewöhnlich 0,2 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 10 Gew.-% bis 45 Gew.-%, vorzugsweise 15 Gew.-% bis 40 Gew.-%, insbesondere 25 Gew.-% bis 35 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Rauchwarenumhüllungsmaterials.

[0071] Neben den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen kann das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial optional weitere Füllstoffe wie Calciumcarbonat, Titandioxid, Aluminiumhydroxid, Magnesiumhydroxid, Kaolin, kalziniertes Kaolin oder Talkum enthalten. Der Anteil dieser weiteren Füllstoffe, bezogen auf das Gesamtgewicht des Rauchwarenumhüllungsmaterials, ist jedoch vorzugsweise kleiner 25,0 Gew.-%, bevorzugt kleiner 10,0 Gew.-%, besonders bevorzugt kleiner 5,0 Gew.-%, zweckmäßigerweise kleiner 1,0 Gew.-%, insbesondere kleiner 0,1 Gew.-%. [0072] Bei dem Rauchwarenumhüllungsmaterial kann es sich um ein Zigarettenpapier, das den Tabakstrang umhüllt, ein Filterumhüllungspapier, das den Filter umgibt, oder ein Belagpapier (Basispapier für den Mundstückbelag, das auch als Tippingpapier bezeichnet wird) handeln. Ferner kann es sich um Zigarettenpapier filterloser Zigaretten handeln, das

den Tabakstrang umhüllt. In einer bevorzugten Ausführungsform handelt es sich bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Zigarettenpapier. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform handelt es sich bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Belagpapier.

**[0073]** Ferner kann das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial optional weitere Bestandteile, wie eine die Brenngeschwindigkeit verzögernde Substanz und/oder eine die Brenngeschwindigkeit beschleunigende Substanz mit 0,1 % bis 6 %, vorzugsweise 0,3 % bis 3 % Gewichtsanteil enthalten.

[0074] Weitere bevorzugte optionale Bestandteile sind Bindemittel auf Basis von Polysacchariden wie Guar, Galaktomannan, Stärke und deren Derivate, Carboxylmethylcellulose und Naßfestmittel für eine temporäre oder dauerhafte Naßfestigkeit und Leimungsmittel zur Hydrophobierung und Steuerung der Penetrationsfähigkeit des Rauchwarenumhüllungsmaterials.

[0075] Als die Brenngeschwindigkeit beschleunigende Substanz lassen sich bei Bedarf Alkali- oder Erdalkalimetallsalze, wie Natrium-, Kalium- und Magnesiumsalze, oder Carbonsäuresalze, wie Essigsäure-, Citronensäure-, Äpfelsäure-, Milchsäure- und Weinsäuresalze, insbesondere Citronensäuresalze, einsetzen.

**[0076]** Die Anteile der jeweiligen Bestandteile in dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial betragen, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht des Rauchwarenumhüllungsmaterials, üblicherweise - falls vorhanden - 0 bis 6 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 Gew.-% bis 3 Gew.-% eines die Brenngeschwindigkeit verzögernden und/oder beschleunigenden Substanz.

[0077] Bevorzugte Basisumhüllungsmaterialien für das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial bestehen üblicherweise aus Zellstofffasern, die beispielsweise aus Flachs, Weichholz oder Hartholz erhalten werden. Um die Eigenschaften des Basisumhüllungsmaterials - falls gewünscht - zu verändern, können auch verschiedene Gemische

von Zellstofffasern als Basisumhüllungsmaterial verwendet werden.

10

30

35

45

50

[0078] 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 weniger als 1 mm aufweisen.

[0079] Das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial besitzt in Abwesenheit der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen üblicherweise eine Luftdurchlässigkeit von 5 CU bis 200 CU (= Coresta-Einheiten), vorzugsweise von 20 CU bis 130 CU, insbesondere 30 CU bis 90 CU. Zusätzliche Perforationen unterschiedlicher Art, die in das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial eingearbeitet werden, können zu Rauchwarenumhüllungsmaterialien mit Luftdurchlässigkeiten von mehr als 200 CU führen.

**[0080]** Die Flächemasse des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials beträgt üblicherweise 10 g/m² bis 120 g/m², vorzugsweise 15 g/m² bis 80 g/m², stärker bevorzugt 15 g/m² bis 70 g/m², noch stärker bevorzugt 18 g/m² bis 40 g/m².

[0081] Die Herstellung des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials erfolgt üblicherweise auf Papiermaschinen, beispielsweise auf Langsiebmaschinen.

[0082] In einem ersten Schritt der Herstellung wird der Zellstoff üblicherweise 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.

**[0083]** Typischerweise wird Langfaserzellstoff für die Anwendung in erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterialien bis zu einem Mahlgrad von 50-90 °SR, vorzugsweise auf 70 - 80 °SR ausgemahlen.

**[0084]** Kurzfaserzellstoff wird meistens deutlich weniger stark gemahlen und erreicht einen Mahlgrad von 20 °SR bis 60 °SR, vorzugsweise 40 °SR bis 60 °SR. Die Mahlung von Kurzfaserzellstoffen kann auch ganz entfallen.

[0085] Die hergestellte Zellstoffsuspension wird aus einem Stoffauflauf der Papiermaschine auf ein Entwässerungssieb geführt und kann dort mit verschiedenen Mitteln entwässert werden, beispielsweise durch Schwerkraft oder Vakuum. Danach kann das feuchte Fasernetzwerk durch eine Pressenpartie laufen, in der sie durch mechanischen Druck gegen einen Preßfilz weiter entwässert wird. Schließlich kann das Fasernetzwerk noch durch eine Trockenpartie laufen und durch Trockenfilze oder Trockensiebe, die das Fasernetzwerk gegen eine heiße - beispielsweise mit Dampf beheizte-Trockenzylinderoberfläche drücken und dadurch das Fasernetzwerk trocknen. Anstatt der Trockenpartie mit Trockenzylindern kann auch eine Durchströmtrocknung oder Prallströmtrocknung und/oder eine andere Art der Konvektionstrocknung verwendet werden. Anschließend kann das fertige Rauchwarenumhüllungsmaterial aufgerollt werden. Falls gewünscht, können noch weitere Bearbeitungsschritte in der Papiermaschine durchgeführt werden, beispielweise eine Leimung in einer Leim- oder Filmpresse, das Aufbringen von Wasserzeichen, eine Prägung usw.

[0086] Die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen können entweder der Zellstoffsuspension vor dem Entwässern zugemischt und/oder der Zellstoffpulpe nach der Entwässerung beispielsweise über eine Leimpresse oder durch Aufsprühen zugegeben und/oder auf die Oberfläche des wie oben beschrieben hergestellten erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials durch Applikation, beispielsweise Tränken, Aufsprühen, Aufdrucken, Aufstreichen, aufgebracht werden.

[0087] Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials besonders bevorzugt, welches ein Herstellen eines erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials auf einer Papiermaschine unter Verwendung einer Zellstoffsuspension umfasst, die erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen enthält.

[0088] Weiterhin wird ein Verfahren zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials besonders bevorzugt, welches ein Herstellen eines Rauchwarenumhüllungsmaterials auf einer Papiermaschine umfasst, wobei der Zellstoffpulpe nach der Entwässerung über eine Leimpresse und/oder durch beliebige andere Applikationsvorrichtungen erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen zugegeben werden.

[0089] Darüber hinaus wird ein Verfahren zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials besonders bevorzugt, welches ein Applizieren erfindungsgemäß verwendeter Kompositteilchen auf ein mittels einer Papiermaschine hergestelltes Rauchwarenumhüllungsmaterial umfasst.

[0090] In einer bevorzugten Ausführungsform werden die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen der Zellstoffsuspension zugegeben. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen auf die Oberfläche eines beispielsweise mittels Papiermaschine hergestellten erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials entweder ganzflächig oder lediglich in speziellen Zonen, vorzugsweise lediglich in speziellen Zonen, wie es nachfolgend beschrieben ist, appliziert.

[0091] In einer Ausführungsform, wenn es sich bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Belagpapier handelt, kann auf den Einsatz weiterer Füllstoffe neben den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in dem Belagpapier verzichtet werden. Die Menge an erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in einem

solchen Belagpapier, das diese als Füllstoff enthält, kann üblicherweise 0,1 Gew.-% bis 50 Gew.-%, gewöhnlich 0,2 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 10 Gew.-% bis 45 Gew.-% betragen.

[0092] In einer weiteren Ausführungsform, wenn es sich bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Filterumhüllungspapier handelt, kann auf den Einsatz weiterer Füllstoffe neben den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in dem Filterumhüllungspapier verzichtet werden. Die Menge an erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in einem solchen Filterumhüllungspapier, das diese als Füllstoff enthält, kann üblicherweise 0,1 Gew.-% bis 50 Gew.-%, gewöhnlich 0,2 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 10 Gew.-% bis 45 Gew.-%, betragen.

[0093] In einer weiteren Ausführungsform, wenn es sich bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Zigarettenpapier handelt, können die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen als alleiniger Füllstoff in Mengen von üblicherweise 0,1 Gew.-% bis 50 Gew.-%, gewöhnlich 0,2 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 10 Gew.-% bis 45 Gew.-%" bezogen auf das Gewicht des Zigarettenpapiers, oder als ein Bestandteil eines Füllstoffgemisches eingesetzt werden, wobei die gesamte Füllstoffmenge üblicherweise 0,1 Gew.-% bis 50 Gew.-%, gewöhnlich 0,2 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 10 Gew.-% bis 45 Gew.-%" bezogen auf das Gewicht des Zigarettenpapiers, beträgt und der Anteil der erfindungsgemäß einzusetzenden Kompositteilchen 20 % bis 99 %, vorzugsweise 50 % bis 99 %, insbesondere 60 % bis 99 %, bezogen auf das Gewicht des Füllstoffgemisches, beträgt. Bei dem Füllstoffgemisch kann es sich um ein Gemisch aus den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen und einem weiteren Füllstoff, vorzugsweise gefälltem Calciumcarbonat, das beispielsweise mittels einer Fällungsreaktion von Calciumhydroxid und Kohlenstoffdioxid hergestellt wurde, handeln.

10

30

35

40

45

50

55

[0094] Durch Einarbeitung eines derartigen Füllstoffgemisches in das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial ist es möglich, die üblicherweise glimmfördernde Wirkung des weiteren Füllstoffs, beispielsweise des gefällten Calciumcarbonats, durch Zugabe geeigneter Anteile von mehr als 20 %, vorzugsweise von mehr als 50 % der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen, die eine glimmverzögernde Wirkung aufweisen, bezogen auf das Gewicht des Füllstoffgemisches, zu modifizieren, beispielsweise eine glimmfördernde Wirkung aufzuheben, wobei erfindungsgemäß festgestellt wurde, dass diese Wirkung üblicherweise bei Anteilen von größer 30 % der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen, bezogen auf das Gewicht des Füllstoffgemisches, beginnt. Somit ist es möglich, die Glimmeigenschaften des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials, beispielsweise die Glimmgeschwindigkeit von Zigarettenpapier und somit die Zugzahl von Rauchwaren, z.B. Zigaretten, gezielt zu steuern, ohne weitere Parameter des Zigarettenpapiers wie Flächenmasse, Luftdurchlässigkeit, Glimmsalzmenge und - art ändern zu müssen. Dies kann für ein ausgewogenes sensorisches Ergebnis der Rauchware genutzt werden.

[0095] In einer weiteren Ausführungsform kann es sich bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Zigarettenpapier handeln, das diskrete Zonen enthält, in denen die Luftdurchlässigkeit des Basisumhüllungsmaterials verändert ist (sog. LIP-Zigarettenpapiere). In einer Ausführungsform handelt es sich bei den diskreten Zonen mit veränderter Luftdurchlässigkeit um Zonen mit einer Luftdurchlässigkeit von 0 CU bis 30 CU, vorzugsweise 3 CU bis 15 CU, insbesondere 3 CU bis 10 CU.

[0096] Bei dem erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial, auf das die oben genannten diskreten Zonen appliziert werden, in denen die Luftdurchlässigkeit des Basisumhüllungsmaterials verändert ist, kann es sich in einer Ausführungsform um ein Rauchwarenumhüllungsmaterial handeln, in das die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen eingearbeitet wurden, oder alternativ in einer weiteren Ausführungsform um ein Rauchwarenumhüllungsmaterial handeln, das die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen nicht enthält. In einer bevorzugten Ausführungsform werden auf ein erfindungsgemäßes Rauchwarenumhüllungsmaterial diskrete Zonen appliziert, die erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen in einer Menge von 5 Gew.-% bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der applizierten diskreten Zonen, enthalten, wobei das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial, auf das die diskreten Zonen appliziert werden, die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in einer Menge von 15 %-40 %, bezogen auf das Gesamtgewicht des erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterials, enthalten.

[0097] Die diskreten Zonen können durch Applikation eines Glimmsalzes, beispielsweise der oben genannten, und/oder der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen und/oder eines Gemisches aus erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen und einem weiteren Füllstoff, wie beispielsweise Calciumcarbonat, und/oder eines mechanisch fragmentierten, chemisch vernetzten Polysaccharids gegebenenfalls in Verbindung mit den erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen gebildet werden.

[0098] In einer bevorzugten Ausführungsform werden diskrete Zonen auf ein erfindungsgemäßes Rauchwarenumhüllungsmaterial, das eine die Brenngeschwindigkeit verzögernde Substanz und gegebenenfalls die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen enthält, appliziert, wobei die die diskreten Zonen bildende zu applizierende Substanz ebenfalls eine die Brenngeschwindigkeit verzögernde Substanz enthält, so dass das die diskreten Zonen aufweisende erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial dadurch gekennzeichnet ist, dass der Gehalt an die Brenngeschwindigkeit verzögernder Substanz in den Bereichen in den diskreten Zonen und außerhalb der diskreten Zonen unterschiedlich ist.

[0099] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden diskrete Zonen auf ein erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial, das eine die Brenngeschwindigkeit verändernde Substanz und gegebenenfalls erfindungsge-

mäß verwendete Kompositteilchen enthält, appliziert, wobei die die diskreten Zonen bildende zu applizierende Substanz eine die Brenngeschwindigkeit verändernde Substanz enthält, die von der in dem Rauchwarenumhüllungsmaterial enthaltenen die Brenngeschwindigkeit verzögernden Substanz verschieden ist, so dass das die diskreten Zonen aufweisende erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial dadurch gekennzeichnet ist, dass die Art der die Brenngeschwindigkeit verändernden Substanz in den Bereichen in den diskreten Zonen und außerhalb der diskreten Zonen unterschiedlich ist.

[0100] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden diskrete Zonen auf ein erfindungsgemäßes Rauchwarenumhüllungsmaterial, das erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen enthält, appliziert, wobei die die diskreten Zonen bildende zu applizierende Substanz ebenfalls erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen enthält, so dass das die diskreten Zonen aufweisende erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial dadurch gekennzeichnet ist, dass der Gehalt an erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in den Bereichen in den diskreten Zonen und außerhalb der diskreten Zonen unterschiedlich ist.

[0101] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform werden diskrete Zonen auf ein erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial, das erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen enthält, appliziert, wobei die die diskreten Zonen bildende zu applizierende Substanz ein mechanisch fragmentiertes, chemisch vernetztes Polysaccharid enthält, so dass das die diskreten Zonen aufweisende erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial dadurch gekennzeichnet ist, dass der Gehalt an erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in den Bereichen in den diskreten Zonen und außerhalb der diskreten Zonen nicht unterschiedlich ist.

[0102] Durch die Einarbeitung der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in das erfindungsgemäße Rauchumhüllungsmaterial vor Applikation diskreter Zonen ist es möglich, insbesondere wenn beispielsweise ein mechanisch fragmentiertes, chemisch vernetztes Polysaccharid in diskreten Zonen appliziert wird, dass das mechanisch fragmentierte, chemisch vernetzte Polysaccharid in den diskreten Zonen in geringeren Mengen als bisher zur Verringerung der Luftdurchlässigkeit auf beispielsweise 3 CU bis 15 CU eingesetzt werden kann. Somit zeichnet sich ein diskrete Zonen verringerter Luftdurchlässigkeit aufweisendes erfindungsgemäßes Rauchwarenumhüllungsmaterial auch dadurch aus, dass die diskreten Zonen für das menschliche Auge nicht mehr oder deutlich weniger erkennbar sind. [0103] Darüber hinaus wird bei einem derartigen erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial mit diskreten Zonen verringerter Luftdurchlässigkeit ein geringerer sensorischer Unterschied beim Abrauchen der Rauchware beim Vergleich der diskreten Zone und den Bereichen außerhalb der diskreten Zone gegenüber herkömmlichen Zigarettenpapieren ohne erfindungsgemäß verwendete Kompositteilchen und entsprechend stark ausgeprägten Unterschieden zwischen diskreter Zone und den Bereichen außerhalb der diskreten Zone wahrgenommen.

**[0104]** Als mechanisch fragmentiertes, chemisch vernetztes Polysaccharid kann ein(e) einer mechanischen Fragmentierung und einer chemischen Vernetzung unterzogene(s) Stärke, modifizierte Stärke, Stärkederivat, Cellulose, Cellulosederivat, Chitosan, Chitosanderivat, Chitin, Chitinderivat, Alginat, Alginatderivat oder eine Kombination dieser Verbindungen, bevorzugt eine mechanisch fragmentierte, chemisch vernetzte Stärke, verwendet werden.

30

35

45

50

**[0105]** Unter einem mechanisch fragmentierten, chemisch vernetzten Polysaccharid wird ein Polysaccharid verstanden, das durch eine Scherwirkung und anschließende Expansion unter Verwendung von beispielsweise einem Extruder zerkleinert wird, wobei dieses Polysaccharid auch verschiedensten chemischen Reaktionen wie beispielsweise einer Oxidation oder Reduktion unterworfen werden kann.

**[0106]** So kann im Falle der Verwendung einer Stärke als kornförmige Ausgangsstärke beispielsweise eine native oder eine oxidativ, thermisch oder hydrolytisch abgebaute Stärke oder ein chemisch modifiziertes Ether- oder Esterderivat hiervon verwendet werden.

**[0107]** Die Herstellung ionisierter Polysaccharidderivate kann z.B. mit folgenden Kationisierungs-bzw. Anionisierungsmitteln im Substitutionsbereich zwischen 0,02 - 0,1 (D.S.) erfolgen: 3- Chlor-2-hydroxypropyltrimethylammoniumchlorid, 2,3-Epoxipropyltrimethylammoniumchlorid, 3-Chlor-2-hydroxypropyldimethyloctadecylammoniumchlorid, Natriummonochloracetat, Essigsäureanhydrid und/oder Maleinsäureanhydrid.

**[0108]** Zur Vernetzung werden bevorzugt 0,1 Gew.-% - 0,8 Gew.% eines bifunktionellen oder polyfunktionellen Mittels, berechnet auf Basis des Gewichts des Polysaccharids in Kornform, das mit wenigstens zwei freien Hydroxylgruppen der Polysaccharidmoleküle reagieren kann, mit den Stärkekörnern umgesetzt. Das einsetzbare bifunktionelle oder polyfunktionelle Mittel ist hierbei üblicherweise aus der Gruppe ausgewählt, die aus aliphatischen Epoxyhalogen- oderdihalogenverbindungen, Phosphoroxyhalogeniden, Alkalimetaphosphaten, Aldehyden, einschließlich aldehydhaltigen Harzen, Säureanhydriden und polyfunktionellen Reagenzien wie beispielsweise Cyanursäurechlorid ausgewählt.

[0109] Chemische Modifizierungsreaktionen können sowohl vor der Extrusion als auch im Extruder durchgeführt werden. Es kann sinnvoll sein, diese vor der Extrusion durchzuführen, weil dann nach Fragmentierung im Extruder und anschließender Dispergierung des gemahlenen Produkts im Wasser Dispersionen mit kleineren Fragmenten entstehen.
[0110] Die Stärken können vorzugsweise von Knollen- und Wurzelstärken sowie Getreidestärken als Ausgangsmaterial herrühren. Typische Knollen- und Wurzelstärken sind Kartoffelstärke, Tapiokastärke; wobei leicht verfügbare Getreidestärken Maisstärke oder Weizenstärke sind. Die verwendbare Stärke ist jedoch keineswegs auf diese Stärken

beschränkt - der Vorteil der vorgenannten besteht lediglich darin, dass sie gegenwärtig auf dem Markt leicht zu beschaffen sind. Es können selbstverständlich auch Mischungen aus einer oder mehreren Stärken, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus nativen, oxidativ, thermisch oder hydrolytisch abgebauten sowie chemisch modifizierten Knollen-, Wurzeloder Getreidestärken eingesetzt werden. Darüber hinaus können auch Knollen-, Wurzel- oder Getreidemehle als Rohstoff eingesetzt werden. Mit Hilfe eines Extruders (sowohl Einschnecken- als auch Doppelschneckenextruder) kann, ausgehend von z.B. Kartoffelstärkekörnern, eine definierte Fragmentierung erreicht werden, wobei das fertige Trockenprodukt unter 2 mm Körnung, vorzugsweise unter 1 mm, mit einer mittleren Partikelgröße von ca. 500 µm gemahlen wird.

**[0111]** Das mechanische und thermische Zerkleinern der vernetzten Polysaccharidkörner führt dabei zu Fragmenten, deren Oberfläche nicht aus geordneten molekularen Bezirken besteht, sondern von losen, teilhydrolysierten Polysaccharidsträngen gebildet wird. Diese nach Quellen in Wasser "weiche" Schicht ermöglicht größere Berührungsflächen beim Anlagern an Fasern und damit festere Bindung der Polysaccharidpartikel an Fasern.

10

15

20

30

35

45

50

55

**[0112]** Die auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial aufzutragende Zusammensetzung kann optional neben dem die Luftdurchlässigkeit des Rauchwarenumhüllungsmaterials bewirkenden Mittel ein Lösemittel enthalten. Als Lösemittel lassen sich Wasser und/oder ein organisches Lösemittel verwenden. Als organisches Lösemittel eignen sich beispielsweise Isopropanol, Ethanol, Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon und/oder N-Methylmorpholin-N-oxid.

**[0113]** Ferner kann die auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial aufzutragende Zusammensetzung optional weitere Bestandteile wie beispielsweise weitere die Luftdurchlässigkeit des Basisumhüllungsmaterials verändernde Substanzen, Füllstoffe, die Brenngeschwindigkeit verzögernde Substanzen und/oder die Brenngeschwindigkeit beschleunigende Substanzen, enthalten.

**[0114]** Als weitere die Luftdurchlässigkeit des Basisumhüllungsmaterials verändernde Substanzen lassen sich insbesondere nicht einer mechanischen Fragmentierung und chemischen Vernetzung unterzogene Polysaccharide, wie Stärke, modifizierte Stärke, Stärkederivate, Cellulose, Cellulosederivate, Chitosan, Chitosanderivate, Chitin, Chitinderivate, Alginat, Alginatderivate oder eine Kombination dieser Verbindungen nennen.

[0115] Die Anteile der jeweiligen Bestandteile in der auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial aufzutragenden Zusammensetzung betragen, jeweils bezogen auf das Gewicht des Feststoffgehalts der Zusammensetzung, beispielsweise 20 % - 100 %, vorzugsweise 45 % - 100 %, speziell bevorzugt 70 % - 100 % chemisch vernetztes, mechanisch fragmentiertes Polysaccharid, insbesondere Stärke, gegebenenfalls 0 % bis 40 %, vorzugsweise 0 % bis 20 % eines herkömmlich verwendeten Polysaccharids, gegebenenfalls 0 % - 50 %, vorzugsweise 0 % - 30 % Füllstoff, und optional 0 % - 6 %, vorzugsweise 0 % - 3 % die Brenngeschwindigkeit verzögernde und/oder beschleunigende Substanz.

[0116] Die Auftragung der Zusammensetzung auf das Rauchwarenumhüllungsmaterial erfolgt üblicherweise nach der Herstellung des Basisrauchwarenumhüllungsmaterials beispielsweise mittels einer Sprüh- oder Drucktechnik, vorzugsweise einer Tiefdrucktechnik. Diese Verfahren sind dem Fachmann auf dem einschlägigen Fachgebiet wohlbekannt und in der Patentliteratur ausführlich beschrieben, so dass hier auf eine detaillierte Beschreibung der einsetzbaren Auftragungsverfahren verzichtet werden kann.

[0117] In einer weiteren, besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann die Auftragung der Zusammensetzung auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial durch Applikation mittels einer Druckdüse mit einem in der Regel quer zur Laufrichtung verlaufenden Austrittsschlitz erfolgen. Bei der einsetzbaren Druckdüse handelt es sich üblicherweise um eine Düse mit einer unter einem Vordruck stehenden Innenkammer, gesteuerten und schnell reagierenden Ventilen, die den Auslauf in einen Düsenschlitz steuern, und einer an die gewünschte Applikation angepassten Geometrie von Düse und Austrittsschlitz.

[0118] Die Verwendung einer solchen Druckdüse ermöglicht entweder einen kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Materialauftrag auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial in den für die beschriebene Anwendung erforderlichen diskreten Bereichen oder über die gesamte Fläche des Rauchwarenumhüllungsmaterials hinweg. Für die gewünschte Applikation können auch mehrere separat steuerbare Einzeldüsen in modularer Form kombiniert sein. [0119] Das Verfahren liefert bei ausreichender Viskosität des Auftragsmediums gleichmäßige Beschichtungen mit klaren und genau abgesetzten Vorder- und Hinterkanten. Da es sich um kein Sprühverfahren handelt, treten keine unerwünschten vereinzelten Spritzer des applizierten Materials außerhalb des diskreten Bereiches auf.

[0120] Die Auftragung der zu applizierenden Zusammensetzung auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial gemäß einem der oben geschilderten Auftragungsverfahren erfolgt üblicherweise zumindest in diskreten Zonen des Rauchwarenumhüllungsmaterials, gewünschtenfalls auch auf dem gesamten Rauchwarenumhüllungsmaterial.

**[0121]** Die Auftragungsmenge der Zusammensetzung auf das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial liegt üblicherweise in einem Bereich von 0,1 g/m² - 10 g/m², vorzugsweise 0,3 g/m² - 5 g/m² des Rauchwarenumhüllungsmaterials.

[0122] Die Auftragung wird üblicherweise so durchgeführt, dass die Auftragung auf dem erhaltenen erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterial nicht oder kaum sichtbar ist und die behandelten Zonen ein glattes und flaches Gefüge aufweisen, das im Wesentlichen demjenigen der unbehandelten Zonen entspricht. Die Breite und der Abstand

der aufgetragenen Zonen hängen von einer Reihe von Variablen, wie der Luftdurchlässigkeit des Rauchwarenumhüllungsmaterials, der Dichte der Zusammensetzung des Tabakstranges, dem Zigarettendesign usw. ab. Die Zonen besitzen üblicherweise eine Breite von mindestens 3 mm, vorzugsweise 5 mm bis 10 mm.

**[0123]** Auch der Abstand zwischen den Zonen hängt auch von einer Reihe von Variablen ab. Üblicherweise sollte der Abstand der Zonen 1 mm bis 35 mm, vorzugsweise 10 mm bis 25 mm betragen.

**[0124]** Gewöhnlich enthält das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungspapier (in der gerollten Form) 1 bis 3 behandelte ringförmige Zonen, die wie oben ausgeführt, beabstandet sind.

[0125] Im Rahmen eines weiteren Aspekts der vorliegenden Erfindung wird das vorstehend beschriebene erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial zur Herstellung von Rauchwaren verwendet.

[0126] Allgemein gilt, dass das erfindungsgemäße Rauchwarenumhüllungsmaterial im Bereich dieser Zonen eine verringerte Luftdurchlässigkeit aufweist, wodurch die Zigarette in diesem Bereich erlischt, sofern eine Behinderung des freien Zutritts von Luft vorliegt. Zur Messung der Selbsterlöschungstendenz wird üblicherweise ein allgemein anerkannter Standard, der NIST-Test gemäß NIST Technical Note 1436, angewendet. Ferner kann ein auf dem allgemeinen Fachgebiet üblicher Test auf freies Glimmen durchgeführt werden, bei dem eine Zigarette nach Befestigung in einer Halterung unter Ermöglichung eines freien Zutritts von Luft einmal angezündet wird. Bei einem erfolgreichen Test für freies Glimmen glimmt die Zigarette nach dem Anzünden in der Halterung vollständig ab ohne zu erlöschen. Sollte dies nicht der Fall sein und die Zigarette vor dem vollständigen Abglimmen erlöschen, ist dieser Test nicht oder nur teilweise erfüllt.

[0127] Die erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen können in erfindungsgemäßen Rauchwarenumhüllungsmaterialien beliebiger Luftdurchlässigkeit verwendet werden, da die Teilchengröße, die Form und andere wichtige Parameter der erfindungsgemäßen Kompositteilchen mit denen von üblicherweise als Füllstoff verwendetem Substanzen, insbesondere mit gefälltem Calciumcarbonat, in Übereinstimmung gebracht werden können. Andere Füllstoffe, die ebenfalls eine glimmreduzierende Wirkung besitzen, können diesen breiten Luftdurchlässigkeitsbereich von Zigarettenpapier nicht abdecken oder sind nicht zulässig nach geltenden gesetzlichen Bestimmungen. Im Folgenden wird die vorliegende Erfindung durch Beispiele und Vergleichsbeispiele weiter veranschaulicht, ohne dass hierdurch eine Beschränkung des Erfindungsgedankens erfolgen soll.

Messmethoden

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Elektronenmikroskop

**[0128]** Die rasterelektronischen Aufnahmen wurden mit einem Hochspannungselektronenmikroskop (Zeiss, DSM 962) bei 15 kV durchgeführt. Die Proben wurden mit einer Gold-Palladiumschicht besprüht.

Thermogravimetrie (TGA)

[0129] Die Thermogravimetrie wurde mit einem PerkinElmer STA 6000 unter Stickstoff (Stickstoff-Durchflußmenge: 20 ml/min) im Bereich von 40°C bis 1000°C bei einer Heizrate von 20°C/min durchgeführt.

Brandlochtest

**[0130]** Eine ca. 1 mm dünne Drahtschlinge, die ihrerseits auf 550 °C Temperatur geheizt wird, wird in einen senkrecht gespannten Papierstreifen, der das zu prüfende Rauchwarenumhüllungspapier ist, waagerecht eingeführt und während der Messung in dieser Position belassen. Die Temperatur der heißen Drahtschlinge wird hierbei mit einem Temperaturfühler gemessen und auf 550 °C gesteuert. Die heiße Drahtschlinge verbrennt das Papier, bildet ein Brandloch und leitet einen Glimmvorgang ein. Die horizontale Vergrößerung des Brandlochdurchmessers abzüglich des Drahtschlingendurchmessers ergibt den Brandlochzuwachs und wird in mm ausgedrückt. Der Brandlochtest wurde jeweils 5 mal mit jeder Papierprobe durchgeführt.

Sauerstoffindex

**[0131]** Der Sauerstoffindex (abgekürzt OI, oder LOI = Limiting Oxygen Index) ist eine Kenngröße zur Beschreibung des Brandverhaltens von Kunststoffen. Es ist die minimale Sauerstoffkonzentration eines Sauerstoff-Stickstoff-Gemisches, bei der die Verbrennung eines vertikal angeordneten Prüfkörpers unter den Prüfbedingungen anhält.

**[0132]** Die Probe, deren Sauerstoffindex ermittelt werden soll, wird in einem stehenden Glasrohr, das von einer Sauerstoff-Stickstoff-Mischung durchströmt wird, von oben entzündet. Nach Entfernen der Zündflamme wird das Brandverhalten beobachtet. Brennt die Flamme länger als 180 Sekunden oder erreicht eine 50 mm unterhalb der oberen Kante befindliche Messmarke, wird die Sauerstoffkonzentration im folgenden Versuch reduziert, im anderen Fall erhöht. Dies wird so lange durchgeführt, bis bei einer bestimmten Konzentration 50 % der Prüfkörper brennen.

#### Sedimentationsanalyse

[0133] Bestimmung der Korngrößenverteilung mit dem Sedigrafen 5100.

### 5 Prüfdurchführung

10

20

35

45

50

**[0134]** Die Bestimmung der Korngrößenverteilung erfolgt durch die Messung der Sedimentationsgeschwindigkeit der Prüfsubstanz. Die Messung selbst geschieht durch die Schwächung eines Röntgenstrahles, der durch die Suspension geschickt wird. Anfangs ist die Schwächung hoch, später bei beginnender Sedimentation kann der Strahl die "dünner" werdende Suspension besser durchdringen, d.h. die Schwächung nimmt ab.

[0135] Geräte, Chemikalien

- allgemeine Laborausrüstung
- Sedigraf 5100 mit Master-Tech 51 der Firma Micromeritics
- Dispergierlösungen 0,5% und 0,1% Natriumpolyphosphat(NPP) in vollentsalztes-Wasser;

### Durchführung

### 1. Präparation

1. I Taparatic

**[0136]** Zunächst wird die Probe präpariert, indem man den Probenbecher auf der Waage tariert, die Probenmenge gemäß Tabelle 1 einwiegt oder einpipettiert und mit der Dispergierlösung gemäß Tabelle 1 auf insgesamt ca.80 g auffüllt.

### Tabelle 1:

25	Probe	Einwaage	Dispergiermittel
	Pulver	3,0 g	0,1 % NPP
	PCC Suspension,	20,0 g	0,5 % NPP
	Konzentration ca. 160g CaCO <sub>3</sub> /I*		
30	PCC Suspension, Konzentration ca. 120g CaCO <sub>3</sub> /I*	25,0 g	0,5 % NPP

<sup>\*</sup> Die Einwaage bezieht sich immer auf 3 g atro, bei starken Abweichungen des Feststoffgehaltes muss die Einwaage angepasst werden.

### Messung und Auswertung

[0137] Die Messung und die Auswertung erfolgt mittels des Sedigrafen. Die Software errechnet die Korngrößenverteilung.

## 40 Beispiel 1

### [0138]

Eingesetzte Rohstoffe: 20 kg Calciumcarbonat-Suspension in Wasser Kristallstruktur: Calcit / Skalenoeder

Teilchengröße (Sedimentationsanalyse, Sedigraph):  $d_{50}$  = ca. 1,5  $\mu$ m; < 1  $\mu$ m = ca. 19 %

pH-Wert: 8 - 9

Feststoffgehalt (gravimetrisch): 17 % Spez. Oberfläche (BET): 9 m²/g

1,12 kg Polyaluminiumchlorid-Lösung (12,5 % Al  $\pm$  0,3 %; Handelsware PAX-XL 19 von

Kemira)

Geräte: Dissolver-Dispermat der Fa. Emod mit Propellerrührer Rührbehälter ca. 25 L ohne

Stromstörer

[0139] Es werden 20,0 kg einer 14 Gew.%-igen wässrigen Calciumcarbonat-Suspension vorgelegt und bei 450 U/min gerührt. Anschließend werden unter Rühren 1120 g PAX-XL 19 zügig zugegeben und die Drehzahl auf 1000 U/min erhöht. Bei der sichtbaren Abnahme der Viskosität wird die Drehzahl wieder auf 450 U/min reduziert. Die Suspension wird 20 min gerührt. Am Ende der Fällung liegt der pH-Wert zwischen 6 und 7.

### Analyse

10

15

20

30

40

45

50

[0140] Die Suspension wird mit einer Nutsche (d=26 cm) und mit einem Blaubandrundfilter ("42"-Quantitative) filtriert und der Filterkuchen wird mit vollentsalztem-Wasser gewaschen, bis durch Ausflockung mit Silbernitrat in bekannter Weise keine Chloridionen im Filtrat mehr beobachtet werden. Der feuchte Filterkuchen wird im Umlufttrockenschrank bei 100°C bis zur Massenkonstanz getrocknet. Anschließend wird der trockene Filterkuchen mit einer Stiftmühle (UPZ der Fa. ALPINE bei 220 V) gemahlen.

Analysendaten des Pulvers			
Pulver	spez. Oberfläche	Feuchte	
ruivei	[m <sup>2</sup> /g]	[%]	
Ausgangs Calciumcarbonat	9	0,4	
Kompositteilchen	21	2,9	

**[0141]** Fig. 1 zeigt das Diffraktogramm des Ausgangscalciumcarbonates, Fig. 2 zeigt das Diffraktogramm des Kompositteilchens. Fig. 3 zeigt eine REM-Aufnahme des Kompositteilchens. Fig. 4 zeigt die TGA-Kurve des Kompositteilchens.

Vergleichsbeispiel 1

<sup>25</sup> **[0142]** 750 g Calciumcarbonatsuspension des Beispiels 1 wurden mit 15,2 g Aluminiumhydroxid (Alfrimal; Fa. Alpha) gemischt, 15 Minuten gerührt und wie zuvor beschrieben bei 130°C getrocknet.

**[0143]** Fig. 5 zeigt das Diffraktogramm des Aluminiumhydroxids, Fig. 6 zeigt das Diffraktogramm der resultierenden Mischung. Fig. 7 zeigt eine REM-Aufnahme der resultierenden Mischung.

[0144] Im Unterschied zum erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen zeigt das Diffraktogramm der Mischung aus Calciumcarbonat und Aluminiumhydroxid Signale, beispielsweise bei ca. 2θ=18,3, für Aluminiumhydroxid und in der REM-Aufnahme ist das Aluminiumhydroxid eindeutig zu erkennen.

**[0145]** Fig. 8 zeigt die TGA-Kurve der resultierenden Mischung. Im Unterschied zum erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen gibt die Mischung aus Calciumcarbonat und Aluminiumhydroxid erst oberhalb von 200°C Wasser ab.

35 Beispiel 2

[0146] Durchführung wie in Beispiel 1 unter Verwendung von 0,09 kg PAX-XL 19.

Analysendaten des Pulvers			
Pulver	spez. Oberfläche	Feuchte	
Fulvei	[m <sup>2</sup> /g]	[%]	
Ausgangs Calciumcarbonat	9	0,4	
Kompositteilchen	10 0,6		

Vergleichsbeispiel 2

[0147] Calciumcarbonat-Suspension:

Kristallstruktur: Calcit / Skalenoeder

Teilchengröße (Sedimentationsanalyse, Sedigraph): d $_{50}$  = ca. 1,5  $\mu$ m; < 1  $\mu$ m = ca. 19 %

<sup>55</sup> pH-Wert: 8 - 9

Feststoffgehalt (gravimetrisch): 17 % Spez. Oberfläche (BET): 9 m²/g

### Beispiel 3

[0148] Durchführung wie in Beispiel 1 unter Verwendung der folgenden Calciumcarbonat-Suspension

Kristallstruktur: Calcit / Skalenoeder

Teilchengröße (Sedimentationsanalyse, Sedigraph):  $d_{50}$  = ca. 2,95  $\mu$ m; < 1  $\mu$ m = ca. 0,47 %

pH-Wert: 8 - 9

Feststoffgehalt (gravimetrisch): 17 % Spez. Oberfläche (BET): 6 m²/g

10

15

Analysendaten des Pulvers				
Pulver	spez. Oberfläche	Feuchte		
Fulvei	[m <sup>2</sup> /g]	[%]		
Ausgangs Calciumcarbonat	6	0,4		
Verbundpigment 11 2,7				

## 20 Beispiel 4

**[0149]** Durchführung wie in Beispiel 3, wobei jedoch statt 1,12 kg Polyaluminiumchlorid-Lösung nur 0,56 kg Polyaluminiumchlorid-Lösung eingesetzt wurden.

25

30

40

55

 Analysendaten des Pulvers

 Pulver
 spez. Oberfläche [m²/g] [%]

 Ausgangs Calciumcarbonat
 6
 0,4

 Verbundpigment
 9
 1,8

## 35 Beispiel 5

## [0150]

Eingesetzte Rohstoffe: 6 kg Calciumcarbonat-Suspension in Wasser Kristallstruktur: Calcit / Skalenoeder Teilchen-

größe (Sedimentationsanalyse, Sedigraph): d  $_{50}$  = ca. 2,0  $\mu$ m; < 1  $\mu$ m = ca. 7 % pH-Wert: 8 - 9

Feststoffgehalt (gravimetrisch): 13,8 % Spez. Oberfläche (BET): 7 m²/g

0,964 kg Aluminiumsulfat-Lösung (4,3 % Al; Handelsware ALS von Kemira)

Geräte:

Dissolver-Dispermat der Fa. Emod mit Propellerrührer Rührbehälter ca. 10 Lohne Stromstörer

[0151] Es werden 6 kg einer 14 Gew.%-igen wässrigen Calciumcarbonat-Suspension vorgelegt und bei 450 U/min gerührt. Anschließend werden unter Rühren 964 g ALS zügig zugegeben und die Drehzahl auf 1000 U/min erhöht. Bei der sichtbaren Abnahme der Viskosität wird die Drehzahl wieder auf 450 U/min reduziert. Die Suspension wird 20 min gerührt. Am Ende der Fällung liegt der pH-Wert zwischen 6 und 7.

### 50 Analyse

**[0152]** Die Suspension wird mit einer Nutsche (d=26 cm) und mit einem Blaubandrundfilter ("42"-Quantitative) filtriert und der Filterkuchen wird mit vollentsalztem-Wasser gewaschen, bis durch Ausflockung mit Silbernitrat in bekannter Weise keine Chloridionen im Filtrat mehr beobachtet werden. Der feuchte Filterkuchen wird im Umlufttrockenschrank bei 100°C bis zur Massenkonstanz getrocknet. Anschließend wird der trockene Filterkuchen mit einer Stiftmühle (UPZ der Fa. ALPINE bei 220 V) gemahlen.

Analysendaten des Pulvers			
Pulver	spez. Oberfläche	Feuchte	
Pulver	[m <sup>2</sup> /g]	[%]	
Verbundpigment	16	3,6	

Beispiel 6

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

**[0153]** Durchführung wie in Beispiel 5, wobei jedoch statt 0,964 kg Aluminiumsulfat-Lösung 0,767 kg Aluminiumnit-ratsulfat-Lösung (5,4 % Al; Handelsware Nicasal von Sachtleben) eingesetzt wurden.

Analysendaten des Pulvers			
Pulver	spez. Oberfläche	Feuchte	
	[m²/g]	[%]	
Verbundpigment	11	4,2	

Beispiel 7

**[0154]** Durchführung wie in Beispiel 5, wobei jedoch statt 0,964 kg Aluminiumsulfat-Lösung 0,796 kg Aluminiumchlorid-Lösung (5,2 % Al; Handelsware Sachtoklar P von Sachtleben) eingesetzt wurden.

Analysendaten des Pulvers			
Dulyon	spez. Oberfläche	Feuchte	
Pulver	[m <sup>2</sup> /g]	[%]	
Verbundpigment	27	2,9	

Beispiele 8 und 9 und Vergleichsbeispiel 3

Auf einer Langsiebmaschine wurden verschiedene

[0155] Rauchwarenumhüllungspapiere aus einem Langfaserzellstoff (2/3 Aspa - 1/3 Stendal, Mahlgrad 75 Grad Schopper-Riegler) hergestellt. Die Kompositteilchen wurden dem Stoffauflauf in einer solchen Menge zugegeben, dass das Rauchwarenumhüllungspapier die Kompositteilchen in einer Menge von 25 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umhüllungspapiers, enthielt. Ferner wurde in die Rauchwarenumhüllungspapiere eine Menge von 1,1 Gew.-% Glimmsalz (Natrium-/Kaliumcitrat = 1:1), bezogen auf das Gesamtgewicht des Rauchwarenumhüllungsmaterials, eingearbeitet. In das Vergleichsrauchwarenumhüllungspapier von Vergleichsbeispiel 3 wurde die in Vergleichsbeispiel 2 hergestellte Calciumcarbonat-Suspension in einer derartigen Menge eingearbeitet, dass der Anteil an Calciumcarbonat, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umhüllungsmaterials, 25 Gew.-% betrug. Das Flächengewicht der hergestellten Rauchwarenumhüllungspapiere betrug 30 g/m². Die Glimmsalzmenge in den Papieren, die Glimmzeit und die Ergebnisse des Brandlochtests werden in der folgenden Übersicht zusammengefasst.

	Pigment	Glimmsalz [Gew%]	Glimmzeit [s]	Brandloch [mm]
VB 3	Vergleichsbeispiel 2	1,17	63	7-∞
B 8	Beispiel 2	1,09	72,5	4
B 9	Beispiel 1	1,15	76	2

[0156] Die Probe des Vergleichsbeispiels 3 erzielt einen Brandlochzuwachs von größer 5 mm, in einigen Proben glimmte das komplette Papier ab (unendlich großer Brandlochzuwachs). Durch Zusatz der erfindungsgemäß verwendeten Kompositteilchen in Beispiel 8 und 9 wird der Brandlochzuwachs zunehmend verkleinert und kleiner 5 mm gehalten (Mittelwert aus 5 Tests). Diese 5 mm gelten als auf dem einschlägigen Fachgebiet anerkannte Grenze, um ein Rauch-

warenumhüllungspapier als glimmreduziert (kleiner oder gleich 5 mm) bezeichnen zu können. Bei einem Brandlochzuwachs größer 5 mm wird das Rauchwarenumhüllungspapier als nicht glimmreduziert bezeichnet.

Beispiele 10 und 11 und Vergleichsbeispiele 4 und 5

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

[0157] Analog zu Beispiel 8 wurden Rauchwarenumhüllungspapiere mit dem Kompositteilchen von Beispiel 2 hergestellt.

Es wurden Rauchwarenumhüllungspapiere mit 25 % Füllstoffgehalt, einer Flächenmasse von 30 g/m² und einer Luftdurchlässigkeit von 15 bis 150 CU hergestellt. Die Faserstoffkomponente, die 75 Gew.-% des Rauchwarenumhüllungspapiers ausmachte, bestand aus gemahlenem Langfaserzellstoff mit einem Mahlgrad von 65 bis 84 Grad Schopper Riegler zur Darstellung des o.g. Luftdurchlässigkeitsbereiches. Die Glimmsalzmenge in den Papieren, die Glimmzeit und die Ergebnisse des Brandlochtests werden in der folgenden Übersicht zusammengefasst.

1: nicht meßbar, geht aus

	Pigment	Glimmsalz [%]	Glimmzeit [s]	Brandloch [mm]
VB 4	Vergleichsbeispiel 2	0	01	$\infty$
VB 5	Vergleichsbeispiel 2	1	60	$\infty$
B 10	Beispiel 1	0	01	<5
B 11	Beispiel 1	1	70	<5

Beispiele 12 bis 14 und Vergleichsbeispiel 6

[0158] Die in Vergleichsbeispiel 5 und Beispiel 10 beschriebenen Umhüllungspapiere werden mit speziellen Banden (LIP-Banden) für den Selbsterlöschungstest an Zigaretten versehen, die Diffusionskapazität der Banden beträgt 0,16 cm/s. Dies ist erfahrungsgemäß ein Bereich, in dem die Wirkung von den unterschiedlichen Füllstoffen auf die Selbsterlöschung der Zigarette auf einem 10 Lagen umfassenden Filterpapier (siehe ASTM-Werte) und die Neigung der Zigarette zum Selbsterlöschen bei freiem Glimmen (nur von freier Luft umgeben und nicht auf einer Unterlage liegend) der Zigarette (siehe FASE-Werte) herausgearbeitet werden kann und eine Unterscheidung bei FASE-Werten zu erwarten ist. Die Vorgaben 100 % ASTM mit Banden-Diffusion von jeweils 0,16 cm/s wird von allen untersuchten Proben erfüllt. Die Zusammensetzung der untersuchten Materialien sowie die beobachteten FASE-Werte werden in der folgenden Übersicht zusammengefasst:

	Pigment im Zigarettenpapier	Pigment im LIP-Auftrag	FASE [%]
VB 6	Vergleichsbeispiel 2	-	60
B 12	Vergleichsbeispiel 2	Beispiel 1 (8 Gew%)	40
B 13	Beispiel 1	-	100
B 14	Beispiel 1	Beispiel 1 (8 Gew%)	20

**[0159]** Je niedriger ein FASE-Wert ist (20 % FASE bedeuten, dass 80 % aller Zigaretten in freier Umgebung weiterglimmen) bei einem gleichzeitigen ASTM-Wert von größer 75 %, desto vorteilhafter werden solche Zigaretten vom Zigarettenhersteller und dem Raucher bewertet.

**[0160]** Die Papierprobe des Beispiels 14 mit Kompositteilchen im Zigarettenpapier und als Bestandteil des LIP-Bandenmaterials erreicht hier das beste Ergebnis im Vergleich zu Standard-PCC, gefolgt von der Papierprobe des Beispiels 12 (Kompositteilchen im LIP-Auftrag).

Beispiel 15 und Vergleichsbeispiele 8 und 9

[0161] Auf einer Langsiebmaschine wurden verschiedene Rauchwarenumhüllungspapiere aus einem Langfaserzellstoff (2/3 Aspa - 1/3 Stendal, Mahlgrad 75 Grad Schopper-Riegler) hergestellt. Die Kompositteilchen wurden dem Stoffauflauf in einer solchen Menge zugegeben, dass das Rauchwarenumhüllungspapier die Kompositteilchen in einer Menge von 25 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umhüllungspapiers, enthielt. In das Vergleichsrauchwarenumhüllungspapier von Vergleichsbeispiel 8 wurde die in Vergleichsbeispiel 2 hergestellte Calciumcarbonat-Suspension in einer derartigen Menge eingearbeitet, dass der Anteil an Calciumcarbonat, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umhüllungsmaterials, 25 Gew.-% betrug. In das Vergleichsrauchwarenumhüllungspapier von Vergleichsbeispiel 9 wurde ein Gemisch aus der in Vergleichsbeispiel 2 hergestellten Calciumcarbonat-Suspension und Aluminiumhydroxid in einem

Verhältnis von 90:10 (bezogen auf das Gewicht) in einer derartigen Menge eingearbeitet, dass der Anteil an dem Gemisch aus Calciumcarbonat und Aluminiumhydroxid, bezogen auf das Gesamtgewicht des Umhüllungsmaterials, 25 Gew.-% betrug. Ferner wurde in die Rauchwarenumhüllungspapiere eine Menge von 1,2 Gew.-% Glimmsalz (Natrium-/Kalium-citrat = 1:1), bezogen auf das Gesamtgewicht des Rauchwarenumhüllungsmaterials, eingearbeitet. Das Flächengewicht des hergestellten Rauchwarenumhüllungspapiers betrug 30 g/m². Die Glimmzeit und die Ergebnisse des Brandlochtests werden in der folgenden Übersicht zusammengefasst:

		Pigment	Glimmsalz [Gew%]	Glimmzeit [s]	Brandloch [mm]
)	VB 8	Vergleichsbeispiel 2	1,17	63	7-∞
	VB 9	90 % VB 2 + 10 % Aluminiumhydroxid (Afrimal, Fa. Alpha)	1,20	69	6
	B 15	Beispiel 1	1,15	76	2

**[0162]** Die Mischung von 90 % Calciumcarbonat und 10 % Aluminiumhydroxid in Rauchwarenumhüllungspapieren (VB 9) ist effizient im Vergleich zu VB 8 mit ausschließlich Calciumcarbonat als Pigment in der Erhöhung der Glimmzeit (Reduzierung der Glimmgeschwindigkeit) und der Reduzierung des Brandloches, jedoch deutlich weniger effizient im Vergleich zu Beispiel 15 (Kompositteilchen). Die Luftdurchlässigkeit liegt bei 100 CU.

### Patentansprüche

5

10

15

20

25

35

45

55

- Rauchwarenumhüllungsmaterial, das Kompositteilchen umfasst, die nach einem Verfahren erhältlich sind, bei welchem man
  - a) eine wässrige Suspension vorlegt, die Calciumcarbonatpartikel enthält,
  - b) ein Metallsalz, umfassend ein Aluminiumkation, zugibt,
- 30 wobei das Metallsalz
  - (i) in der Lage ist, in der Suspension eine basische Metallkomponente zu bilden,
  - (ii) in Wasser, gemessen bei dem pH-Wert der vorgelegten Suspension und einer Temperatur von  $20^{\circ}$ C, eine Löslichkeit größer 9.0 mg/l aufweist.
  - 2. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 1, wobei die Kompositteilchen unter Verwendung von Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, , Polyaluminiumchlorid, Aluminiumsulfat und/oder Aluminiumnitratsulfat erhältlich sind.
- 3. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** in einer Röntgenbeugungsaufnahme der Kompositteilchen die Signalintensität bei 2θ=18,3±1,0 kleiner 100,0 % ist, wobei die Intensität des Signals bei 2θ=29,5±1,0 als 100,0% definiert wird.
  - **4.** Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** in einer Röntgenbeugungsaufnahme der Kompositteilchen die Signalintensität bei 2θ=18,3±1,0 kleiner 100,0 % ist, wobei die Intensität des Signals bei 2θ=26,2±1,0 als 100,0% definiert wird.
  - 5. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach mindestens einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Kompositteilchen eine BET-Oberfläche im Bereich von 0,1 m²/g bis kleiner als 25 m²/g aufweisen.
- 6. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Kompositteilchen in Anteilen von 1 50 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Rauchwarenumhüllungsmaterials, vorhanden sind.
  - 7. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Rauchwarenumhüllungsmaterial ein Belagpapier ist.
    - 8. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Rauchwarenumhül-

lungsmaterial ein Filterumhüllungspapier ist.

- 9. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Rauchwarenumhüllungsmaterial ein Zigarettenpapier ist.
- **10.** Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** das Zigarettenpapier diskrete Zonen verringerter Luftdurchlässigkeit enthält.
- **11.** Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, das sich die diskreten Zonen des Zigarettenpapiers
  - im Glimmsalzgehalt oder
  - im Gehalt des Verbundstoffes oder
  - im Glimmsalzgehalt und im Gehalt des Verbundstoffes oder
  - im Glimmsalzgehalt und im Gehalt des Verbundpigmentes in Mischung mit Calciumcarbonat gegenüber dem Papier außerhalb der diskreten Zonen unterscheiden.
  - 12. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass die diskreten Zonen des Zigarettenpapiers ein mechanisch fragmentiertes, chemisch vernetztes Polysaccharid mit einer Teilchengröße, definiert als gewichtetes Mittel des Trockenproduktes im Bereich von 1 bis 1000 μm, enthalten.
  - **13.** Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 12, wobei es sich bei dem mechanisch fragmentierten und chemisch vernetzten Polysaccharid um mechanisch fragmentierte und chemisch vernetzte Stärke handelt.
- 14. Rauchwarenumhüllungsmaterial nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass die diskreten Zonen des Zigarettenpapiers neben dem mechanisch fragmentierten, chemisch vernetzten Polysaccharid mit einer Teilchengröße, definiert als gewichtetes Mittel des Trockenproduktes im Bereich von 1 bis 1000 μm, zusätzlich Kompositteilchen gemäß Definition gemäß Anspruch 1 und gegebenenfalls weitere Füllstoffe enthalten.
- 30 15. Verfahren zur Herstellung eines Rauchwarenumhüllungsmaterials, wobei das Verfahren ein Herstellen eines Rauchwarenumhüllungsmaterials auf einer Papiermaschine umfasst, wobei der Zellstoffpulpe nach der Entwässerung über eine Leimpresse oder durch einen anderen Applikationsapparat Kompositteilchen gemäß Definition in Anspruch 1 zugegeben wird.
- 35 16. Verwendung eines Rauchwarenumhüllungsmaterials nach einem der Ansprüche 1 bis 14 zur Herstellung von Rauchwaren.
  - **17.** Verwendung nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** es sich bei dem Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Belagpapier handelt.
  - **18.** Verwendung nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei dem Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Filterumhüllungspapier handelt.
- **19.** Verwendung nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet, dass** es sich bei dem Rauchwarenumhüllungsmaterial um ein Zigarettenpapier handelt.
  - **20.** Rauchware, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie ein Rauchwarenumhüllungsmaterial nach einem der Ansprüche 1 bis 14 umfasst.

55

50

40

5

15

20

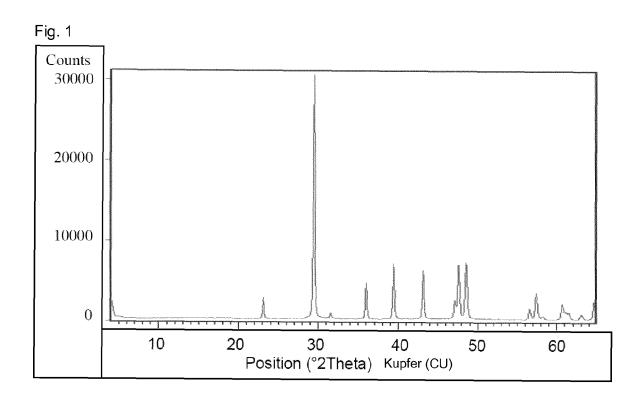


Fig. 2

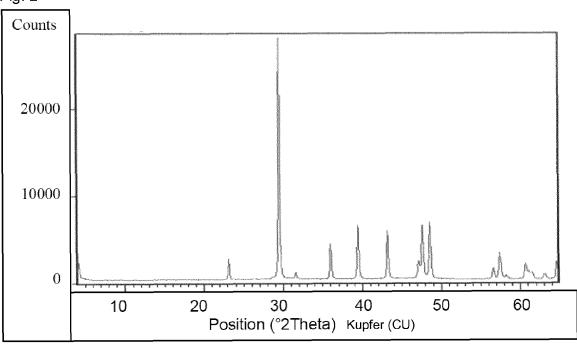


Fig. 3

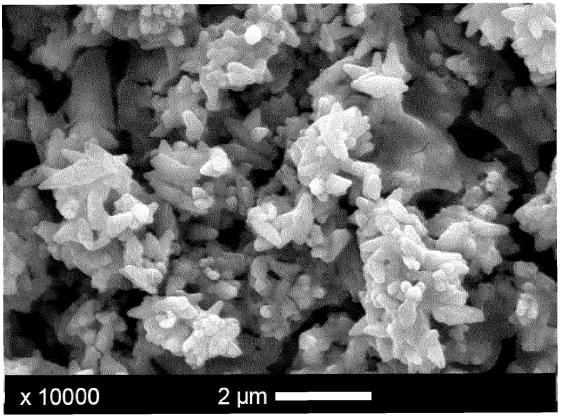


Fig. 4

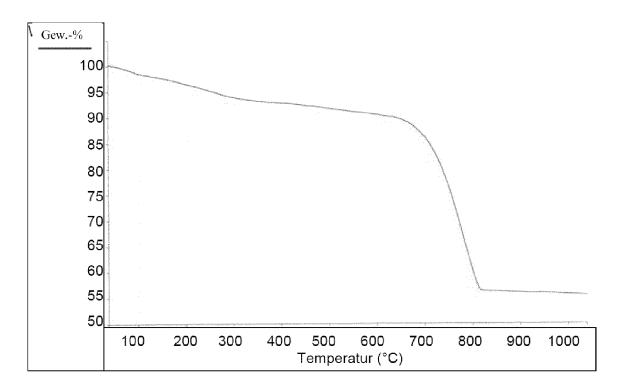
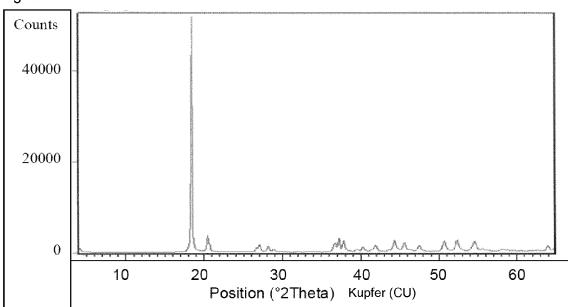
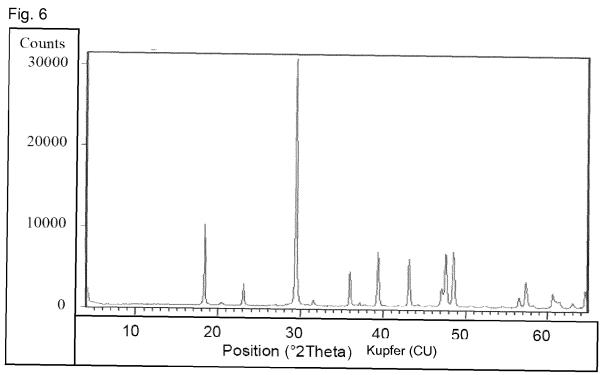
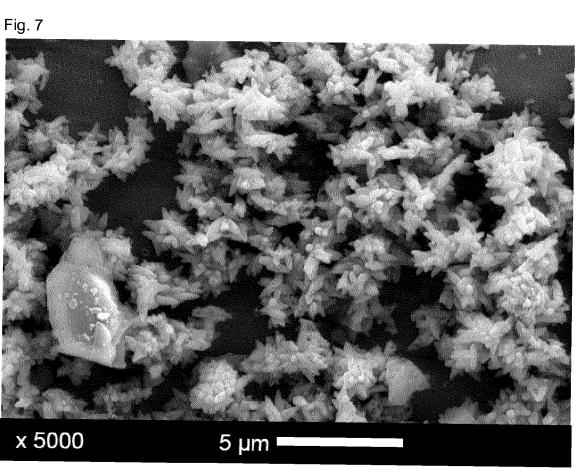
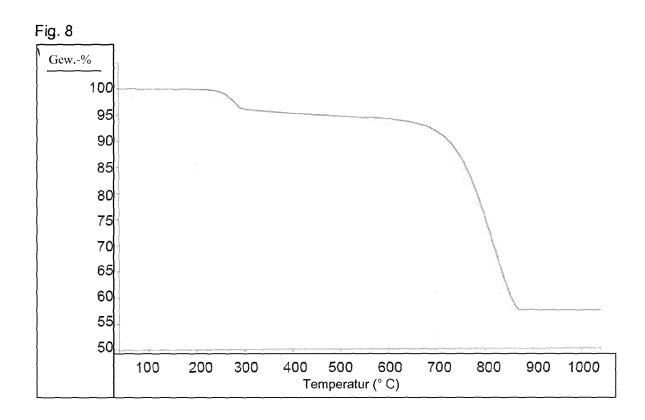


Fig. 5











## **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung

EP 14 19 1057

	EINSCHLÄGIGE						
Kategorie	Kennzeichnung des Dokun der maßgebliche		soweit erforderlich,	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)		
A,D	EP 1 933 651 A1 (GL GLATZ [DE]) 25. Jur * Absatz [0030] - A * Ansprüche *	ni 2008 (200	98-06-25)	1-20	INV. A24D1/02 D21H17/66 D21H17/67		
A,D	US 2006/162884 A1 (AL) 27. Juli 2006 (* Absatz [0034] - A* Absatz [0136] - A* Anspruch 1 *	2006-07-27 bsatz [005	)	1-20	D21H17/69		
					RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) D21H A24D		
Der vo	rliegende Recherchenbericht wu	Denter					
Recherchenort  München			Abschlußdatum der Recherche  13. Februar 2015 Nae		eslund, Per		
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätz E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder				
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			alertes Patentokurment, das jedoon erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus anderen Gründen angeführtes Dokument  aus anderen Gründen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument				

## ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 14 19 1057

5

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten

Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

13-02-2015

10				
	Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
15	EP 1933651 A1	25-06-2008	AT 451028 T BR PI0520618 A2 EP 1933651 A1 ES 2335355 T3 JP 4940243 B2 JP 2009511760 A US 2009266371 A1 US 2011180086 A1 WO 2007042077 A1	15-12-2009 19-05-2009 25-06-2008 25-03-2010 30-05-2012 19-03-2009 29-10-2009 28-07-2011 19-04-2007
25	US 2006162884 A1	27-07-2006	AU 2004222029 A1 BR PI0408413 A CA 2516808 A1 CL 2004000546 A1 CN 1761723 A EP 1603977 A1	30-09-2004 21-03-2006 30-09-2004 22-04-2005 19-04-2006 14-12-2005
30			FR 2852600 A1 IL 170504 A JP 5192149 B2 JP 2006523251 A KR 20050118194 A MY 136019 A	24-09-2004 31-01-2011 08-05-2013 12-10-2006 15-12-2005 31-07-2008
35			PL 215406 B1 TW 1382064 B US 2006162884 A1 UY 28237 A1 WO 2004083316 A1	31-12-2013 11-01-2013 27-07-2006 08-11-2004 30-09-2004
40				

55

**EPO FORM P0461** 

50

45

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

### 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

- JP 11151082 A [0008] [0026]
- EP 1321048 A1 [0009] [0026]
- CN 101747909 B [0010]

- US 20060162884 A1 **[0013]**
- WO 03034845 A **[0020]**
- EP 1933651 A1 [0021]