



Biologisch abbaubares Filtermaterial und Verfahren zu seiner Herstellung

Die Erfindung betrifft ein biologisch abbaubares Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen zur Verwendung als Tabakrauchfilterelement von Zigaretten, Zigarren oder Pfeifen sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung.

Raucherartikel wie z.B. Zigaretten haben eine zylindrische Form, in der das rauchbare Tabakmaterial in geschreddeter Form von einer Hülle aus Papier umgeben ist. Überwiegend besitzen diese Zigaretten an einem Ende ein Filter, das mit der Zigarette durch eine Banderole verbunden ist. Filterelemente und Zigarettenfilter sind in der Literatur umfangreich als Filtertow beschrieben. Für die Herstellung von Zigarettenfilter wird üblicherweise ein Fasermaterial aus den Werkstoffen Cellulose-2,5-acetat oder Polypropylen verwendet. Bekannt ist ferner die Verwendung von Papier oder Watte. Gemäß bekannten Verfahren wird Celluloseacetatfasermaterial im wesentlichen nach dem Düsenspinnverfahren hergestellt. Aus den Celluloseacetatfilamenten und/oder aus Celluloseacetatspinnfasern, die gekräuselt bzw. stauchkammergekräuselt sind, werden die Filtertows zunächst als Filterstäbe hergestellt, indem das gekräuselte Band gestreckt, im Volumen vergrößert und in einer Formatiereinrichtung auf die gewünschte Dimension gebracht und mit Papier umwickelt wird. Die Cellulose-2,5-acetatrohstoffe werden üblicherweise mit Glycerinacetat als Weichmacher compoundiert, welches nicht unproblematisch im Tabakrauch enthalten ist. Zur Definition und Beschreibung eines Filtertows und Tabakrauchfilterelementes wird auf die DE-A-41 09 603 und die DE-A-1 079 521 verwiesen. Verfahren zur Herstellung von Filtertows und Fil-

terzigaretten werden u.a. in den Druckschriften US-A-5 402 802, DE-A-41 09 603, JP-A-5-377 812, EP-A-0 285 811, WO 93/02070, JP-A-5-392 586, WO 92/15209, und EP-A-0 641 525 beschrieben. Ebenso wurden zahlreiche Vorschläge zur Herstellung und Verwendung von biologisch abbaubaren Zigarettensfiltern veröffentlicht, die auf Basis von Celluloseester und/oder Polyhydroxybuttersäure (PHB) bzw. einem Copolymer aus Polyhydroxybuttersäure/Polyhydroxyvaleriansäure (PHB/PHV) hergestellt werden, z.B. DE-A-43 22 965, DE-A-43 22 966, DE-A-43 22 967. Um eine beschleunigte biologische Abbaubarkeit von Cellulosediacetaten zu erreichen, die unter normalen Klimabedingungen erst in ein bis zwei Jahren biologisch abgebaut sind (M. Korn, Nachwachsende und bioabbaubare Materialien im Verpackungsbereich, 1. Auflage, 1993 Verlag Roman Kovar, München, Seite 122); sind vielschichtige Problemlösungen bekannt. In der EP-A-0 632 968 wird die Verwendung von cellulosekettenspaltenden Enzymen und in der DE-A-43 22 966 die Verwendung der abbaufördernden Zusatzstoffe Harnstoff und Harnstoffderivate vorgeschlagen. Auch der EP-A-0 632 970 liegt das Problem der Beschleunigung der Abbaugeschwindigkeit von Celluloseacetatfiltern zugrunde, das durch eine Additivierung mit Stickstoffverbindungen gelöst werden soll. In der DE-A-43 25 352 wird vorgeschlagen ein mit ϵ -Caprolacton modifiziertes Celluloseacetat zur Herstellung von Filamenten zu verwenden. Die EP-A-0 632 969 zeigt ein abbaubares Celluloseacetat mit niedrigem Substitutionsgrad (Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad von > 2 gilt als schwer abbaubar). Die EP-A-0 597 478 offenbart ein Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad $< 2,15$ und abbaubeschleunigenden Additiven wie Polycaprolacton. Die EP-A-0 634 113 beschreibt ein Tabakfilter und ein Verfahren zu seiner Herstellung auf Basis von Celluloseestermonofilamenten unter Verwendung von bis zu 30 % wasserlöslichen Polymeren, z.B. Stärken, um die Abbaubarkeit des Filtertows zu verbessern. Die EP-A-0 641 525 schlägt zur Verbesserung der Abbaubarkeit von Zigarettensfiltern auf Basis von Celluloseacetat(-fasern) die Mitverwendung von wood pulp vor. Auch



die US-A-5 396 909 beschreibt ein Zigarettenfilter mit einem Filtertrow aus Celluloseacetat. Die WO 93/07771 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Zigarettenfilters aus Cellulose-2,5-acetat, für welches durch die Mitverwendung von Stärke die Abbaugeschwindigkeit beschleunigt werden soll. Die EP-A-0 597 478 betrifft ein biologisch abbaubares Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad von 1,0 bis 2,15 zur Verwendung als Rohstoff für die Herstellung von u.a. Zigarettenfiltern. Die EP-A-0 539 191 zeigt ein leichtgewichtiges Zigarettenfilter, in dem das Filtermaterial teilweise aus einem geschlossenporigen Schaum besteht. Dadurch wird eine Gewichtsreduktion des Filters erreicht. Eine verbesserte biologische Abbaubarkeit offenbaren die DE-A-40 13 293 und die DE-A-40 13 304 durch Verwendung des Biopolymers Polyhydroxybuttersäure und/oder des Copolymers Polyhydroxybuttersäure/Polyhydroxyvaleriansäure (PHB/PHV) als Faserrohstoff zur Herstellung eines Filtertows.

Wie diese Vielzahl von Lösungsmöglichkeiten zeigen, besteht aufgrund des gestiegenen Umweltbewußtseins das Bedürfnis nach einem verbesserten Filtermaterial, z.B. für Zigarettenfilter, mit insbesondere guten biologischen Abbaueigenschaften.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Filtertrow bzw. ein Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen zur Herstellung von Zigarettenfiltern bzw. Filtern für Raucherwaren bereitzustellen, das gute Filtereigenschaften aufweist, keine Beeinflussung des Rauchgenusses bzw. Aromaverlust verursacht und dessen biologische Abbaubarkeit verbessert wird.

Bei der Lösung dieser Aufgabe geht die Erfindung von dem Grundgedanken aus, ein Filtertrow bzw. Filtermaterial aus Fasern und Filamenten aus Biopolymeren auf Basis von thermoplastischer Stärke und deren Polymermischungen herzustellen.

Biopolymere Werkstoffe aus nachwachsenden Agrarrohstoffen sind in den letzten Jahren aus mehreren Gründen in den Mittelpunkt des öffentlichen Interesses gerückt. Die Gründe hierfür sind beispielsweise die Innovation in der Entwicklung von Werkstoffen aus Biopolymeren, die Schonung fossiler Rohstoffe, die Reduktion des Müllaufkommens durch schnelle, vollständige biologische Abbaubarkeit im natürlichen Kreislauf, der Klimaschutz durch Verringerung der CO₂-Freisetzung, sowie Verwendungsmöglichkeiten für die Landwirtschaft. Mit dem erfindungsgemäßen Filtertrow aus Biopolymeren versehene Zigarettenfilter werden nach dem Gebrauch durch natürliche Zersetzungsprozesse schnell biologisch abgebaut und stellen eine Problemlösung dar, beispielsweise hinsichtlich der Vermeidung von Verstopfungen und Funktionsstörungen in Kläranlagen, die durch abgerauchte Zigarettenreste verursacht werden, die hauptsächlich über das öffentliche Kanalnetz eingeschwemmt werden. Die verwendeten Biopolymere, im wesentlichen bestehend aus Stärkewerkstoffen mit thermoplastischen Eigenschaften, zerfallen in kurzer Zeit in die Ausgangsprodukte Kohlendioxid und Wasser, wenn sie der Witterung unter weiterer Einwirkung von Mikroorganismen ausgesetzt werden oder ins Abwasser gelangen. Besonders vorteilhaft ist ferner, daß ein derartiges Tabakrauchfilter die Teer- und Kondensatgehalte im Tabakrauch reduziert, ohne den Rauchgenuß geschmacklich zu beeinflussen.

Nachfolgend soll die Erfindung anhand von Beispielen und dazugehörigen Zeichnungen erläutert werden. Es zeigen:

- Fig. 1 ein Verfahrensschema der Filterherstellung aus Stärkepolymerfasern,
- Fig. 1a einen Querschnitt eines nach Fig. 1 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 1b einen Längsschnitt eines nach Fig. 1 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 1c einen Längsschnitt einer Zigarette mit einem nach Fig. 1 hergestellten Filter,

- Fig. 2 ein Verfahrensschema der Filterherstellung aus biopolymeren Folien.
- Fig. 2a einen Querschnitt eines nach Fig. 2 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 2b einen Längsschnitt eines nach Fig. 2 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 2c einen Längsschnitt einer Zigarette mit einem nach Fig. 2 hergestellten Filter,
- Fig. 3 ein Verfahrensschema der Filterherstellung aus Stärkeschaum,
- Fig. 3a einen Querschnitt eines nach Fig. 3 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 3b einen Längsschnitt eines nach Fig. 3 hergestellten Filterelementes,
- Fig. 3c einen Längsschnitt einer Zigarette mit einem nach Fig. 3 hergestellten Filter,
- Fig. 4 eine graphische Darstellung der biologischen Abbaubarkeit verschiedener Filtermaterialien.

Die zur Herstellung von Filterelementen aus dem erfindungsgemäßen Filtertow bzw. Filtermaterial verwendeten Stärkewerkstoffe haben thermoplastische Eigenschaften, die eine Verarbeitung nach Adaption der Betriebsbedingungen ähnlich der synthetischen Polymeren und/oder Celluloseacetaten im "Melt Blown"-Verfahren oder im Spinnvliesverfahren ermöglichen. Das "Melt Blown"-Verfahren zur Herstellung von biopolymeren Fasern aus einer Schmelzespinnmasse benutzt eine Extrusionsanlage, vorzugsweise mit einer Schmelzepumpe und speziellen "Melt Blown"-Düsen, die reihenförmig auf einer Düsenleiste mit ca. 1000 Düsen angeordnet sind. Die extrudierten Fasern auf Basis der Stärkepolymerwerkstoffe BIOPLAST® GF 102 und/oder GF 105 werden als endlose Fäden mit einem Faserdurchmesser von 1 bis 35 µm durch Luft verwirbelt, abgekühlt und bei Bedarf geschlichtet. Unter in Axialrichtung blasenden Luftströmen, die anfangs auf 40 bis 120°C erwärmt sind und durch Variation mit kalter Luft die Faserform beeinflussen, werden die Fasern in den folgenden

Verfahrensschritten zum Faserbündel bzw. Faserstrang zusammengefaßt, auf ein umlaufendes Band abgelegt und in einem Kalandrier mit teils heizbaren, teils kühlbaren Walzen zu einem Endlosfilter bzw. Filtertowntab verpreßt und kalibriert. Diese Fasern werden nicht besonders verstreckt und haben daher eine weiche flauschige Struktur mit einer für ein Filtertowntab notwendigen großen Filteroberfläche.

Im Spinnvliesverfahren werden Stärkewerkstoff-Thermoplaste auf Basis der Stärkepolymerwerkstoffe BIOPLAST® GF 102 und/oder GF 105 mit MFI (Schmelzindex nach DIN 53 735) 18-200 im Extruder mit Spinnpumpe sowie Spinn Düse mit Düsenplatte und mehr als 1000 Düsenöffnungen zu hochfeinen Fasern und einem Spinnvlies verarbeitet. Dabei wird aus den einzelnen Filamenten ein Fadenvorhang hergestellt, in dem die an der Düse seitlich zugeführte Kühlluft so beschleunigt wird, daß die Filamente verstreckt werden. Die extrudierten Fäden fallen 3 - 10 m tief in einen Fallschacht, dabei wird durch die Falltiefe bei der niedrigen Schmelzviskosität und durch die axiale Luftströmung eine Verstreckung (1:5 bis 1:100) der Fasern erreicht, die dadurch eine beträchtlich erhöhte Festigkeit und einen Fadendurchmesser von 1 bis 30 µm erhalten. Am unteren Ende des Schachtes werden Luft und Fäden gleichmäßig verwirbelt, so daß die gebildeten Filamente aus dem Stärkewerkstoff zu einem unverfestigten Band zusammengefaßt werden, in einer Stauchkammerkräuselmaschine gekräuselt und auf einer Filterstabsmaschine zu Filterstäben verarbeitet werden.

Gemäß einem in Figur 1 dargestellten bevorzugten Verfahren zur Herstellung der Filterelemente 1 nach der Erfindung wird ein Stärkepolymer-Granulat 2, das als Ausgangsstoff dient, unter Beimischung ausgewählter Additive in einer Extruderanlage 3 zu einer Schmelze verarbeitet und als Folie in Form von einzelnen Fasern 4 durch eine Düsenplatte mit einer entsprechenden Anzahl von Öffnungen extrudiert. Die Fasern 4 durchlaufen eine drehende Verspinnungsplatte 5, werden zu

einem Faserbündel zusammengefaßt, anschließend durch eine Führung 6, beispielsweise Kompressionswalzen, gezogen und zu einem Endlosfilter 7 ausgeformt. In einer Konfigurationsanlage 8 erfolgt die abschließende Formgebung, wobei der Endlosfilter 7 gegebenenfalls nochmals einer Stauchkammerkräuselmaschine zugeführt und in einer Filterstabmaschine zu einzelnen Filterelementen 1 verarbeitet wird.

Die Figuren 1a und 1b zeigen jeweils einen Querschnitt sowie einen Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus Fasern 4 eines Stärkepolymers.

Die Figur 1c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit dem nach der Erfindung hergestellten Filterelement 12, wobei ein Tabak 11 enthaltender Abschnitt und ein das Filterelement 1 enthaltender Abschnitt mit Zigarettentpapier 12 umwickelt und verbunden sind, sowie das Filterelement 1 und der Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer weiteren Banderole 13 zur Verstärkung umhüllt sind.

Nachfolgend werden die nach der Erfindung zu verwendenden Biopolymere auf Basis nachwachsender Rohstoffe beschrieben. Sie sind für die Herstellung von Fasern, Filamenten, Faserfiltern und Watten geeignet, basieren im wesentlichen auf Stärke und umfassen insbesondere thermoplastische Stärke und die Gruppe der Polymermischungen aus thermoplastischer Stärke und weiteren abbaubaren Polymerkomponenten, wie Polymilchsäure, Polyvinylalkohol, Polycaprolacton, aliphatische und aromatische Polyester und deren Copolymere. Weitere verwendete Additive sind Plastifizierungsmittel, wie Glycerin und deren Derivate, sechswertige Zuckeralkohole, wie Sorbit und deren Derivate. Die Herstellung der thermoplastischen Stärke erfolgt in einer ersten Verfahrensstufe unter Zuhilfenahme eines Quell- oder Plastifizierungsmittels ohne Zugabe von Wasser und unter Verwendung von trockener bzw. getrockneter Stärke und/oder Stärke, die durch Entgasung bei der Verarbeitung getrocknet wird.

Stärken enthalten als native Stärken handelsüblich 14 % Wasser, Kartoffelstärke sogar 18 % natürliche Feuchtigkeit als Ausgangsfeuchte. Wenn eine Stärke mit mehr als 5 % Feuchtigkeit unter Druck und/oder Temperatur plastifiziert bzw. verkleistert wird, entsteht eine destrukturierte Stärke, deren Herstellungsverfahren endotherm abläuft. Das Herstellungsverfahren der thermoplastischen Stärke ist demgegenüber ein exothermer Vorgang. Zudem betragen die kristallinen Anteile bei der thermoplastischen Stärke weniger als 5 % und bleiben unverändert. Bei destrukturierter Stärke sind die kristallinen Anteile unmittelbar nach der Herstellung ebenfalls gering, jedoch nehmen diese bei Lagerung von destrukturierter Stärke wieder zu. Veränderungen unterworfen ist auch der Glasumwandlungspunkt, welcher bei thermoplastischer Stärke bei -40°C verbleibt, während er vergleichsweise bei destrukturierter Stärke wieder auf über 0°C ansteigt (vgl. auch EP-A-0 397 819). Aus diesen Gründen werden destrukturierte Stärke und Werkstoffe auf Basis destrukturierter Stärke bei Lagerung allmählich relativ spröde. Bei der Herstellung der Polymermischungen werden Phasenvermittler für die Homogenisierung der hydrophilen und polaren Stärkepolymerphase und der hydrophoben und unpolaren Polymerphase verwendet, die entweder zugefügt werden oder vorzugsweise bei der Herstellung der Polymermischung in situ entstehen. Als Phasenvermittler werden Blockcopolymere verwendet, die u.a. in der WO 91/16375, EP-A-0 539 544, US-A-5 280 055 und EP-A-0 596 437 beschrieben sind. Die intermolekulare Compoundierung dieser unterschiedlichen Polymeren erfolgt unter differenzierten Temperatur- und Scherbedingungen zu verarbeitungsfähigen Granulaten. Diese thermoplastischen Blends werden durch Ankopplung der Phasengrenzflächen zwischen den wenig verträglichen Polymeren technologisch so hergestellt, daß die Verteilungsstruktur der dispersen Phase bei der Verarbeitung durch das optimale Verarbeitungsfenster (Temperatur- und Scherbedingungen) erreicht wird. Die Materialeigenschaften von Celluloseacetatfaser-Filter und anderen Filtern aus nie-

dermolekularen Biopolymeren wie Polyhydroxybuttersäure (PHB) und Polymilchsäure (PLA) sowie Filtern mit dem erfindungsgemäßen Filtermaterial aus Stärkepolymerfasern unterscheiden sich aufgrund der unterschiedlichen chemischen Struktur der Polymeroberflächen voneinander. Die verwendeten Stärken als Makromolekül haben ein Molekulargewicht > 1 Million durch die mit mehr als 75 % dominierende Amylopektinfraktion. Dies führt zusammen mit der hydrophilen Polymeroberfläche zu verbesserten Adhäsionseigenschaften der zu filternden Schadstoffteilchen im Tabakrauch. Insbesondere wird die Kondensatkonzentration im inhalierbaren Tabakrauch im Vergleich zu Celluloseacetat-Filter reduziert. Dieser Effekt wird von dem Anteil an Stärkepolymer-Feinfasern und der Hydrophilie der Faser beeinflusst.

Geeignete Polymermischungen auf Basis thermoplastischer Stärke und Verfahren zu deren Herstellung sind beispielsweise aus der DE-A-43 17 696, WO 90/05161, DE-A-41 16 404, EP-A-0 542 155, DE-A-42 37 535 und der DE-A-195 13 235 bekannt und wurden ferner in der PCT/EP 94/01946, der DE-A-196 24 641, der DE-A-195 13 237, der DE-A-195 15 013, der CH 1996-1965/96 und der DE-A-44 46 054 vorgeschlagen.

Wie die Fig. 2 zeigt, wird nach einem weiteren Verfahren das erfindungsgemäße Filtertow bzw. Filtermaterial für Zigaretten und Rauchwaren aus einer Folie 16 aus einem Stärkewerkstoff hergestellt, indem die Folie 16 gekräuselt, gefaltet und in Längsrichtung orientiert als Rundfilterstab hergestellt und mit einer äußeren Umhüllung aus Papier und/oder Folienmaterial versehen wird. Die nach der Erfindung zu verwendenden Ausgangsstoffe entsprechen den bereits beschriebenen Polymerwerkstoffen, die im wesentlichen auf Stärke basieren. Ein Filtertow aus gekräuselter und perforierter Folie aus Celluloseacetat wird in der US-A-5 396 909 bekannt gemacht. Gemäß dem in Figur 2 schematisch dargestellten Verfahren wird ein Stärkepolymer-Granulat 2 (Stärkewerkstoff BIOPLAST® GF 102) in einer Extruderanlage 3 und daran ange-

schlossener Folienblasanlage 15 zu einer Folie 16 (BIOFLEX® BF 102) verarbeitet. Die Folie 16 hat folgende Eigenschaften:

Sie besteht zu 100 % aus kompostierbarer Monofolie, entspricht den Qualitätsanforderungen der DIN 54 900 Prüfnormen für biologisch abbaubare Werkstoffe und besitzt die "ok Compost" Zertifizierung. Die Foliendicke beträgt 15-40 μm , die Dichte 1,2 g/cm^3 , die Zugfestigkeit längs 20 N/mm^2 , die Zugfestigkeit quer 15 N/mm^2 und die Wasserdampfdurchlässigkeit 600 g/24 Std./m^2 (bei 23°C, und 85 % relativer Luftfeuchte). Eine Folie mit einem "harten Griff" und einer Foliestärke von 30 μm wird in Streifen geschnitten, gereckt, in einer Kräuselanlage 17 gekräuselt, gefalten, gegebenenfalls perforiert und in einer Konfigurationsanlage 8 abschließend zu einzelnen Filterelementen 1 verarbeitet. Vorteilhaft ist hierbei, daß die Stärkefolie 16 eine viel höhere Wasseraufnahme hat als synthetische Polymerfolien wie Polyethylen-, Polypropylen- und Celluloseacetat-Folien. Dadurch wird die Kondensataufnahme steuerbar und die Flexibilität des Filters nimmt zu. Erfindungsgemäße Filtertows bzw. Filtermaterialien können auch aus biopolymeren Folien hergestellt werden, die wenigstens teilweise thermoplastische Stärken enthalten. Dazu wird beispielsweise auf die DE-A-43 17 696, DE-A-42 28 016, WO 90/05161, DE-A-41 16 404, EP-A-0 542 155, DE-A-42 37 535, PCT/EP 94/01946, DE-A-44 46 054, DE-A-195 13 235, sowie auf die DE-A-195 13 237, DE-A-196 24 641, CH 1996-1965/96 und die DE-A-195 15 013 verwiesen.

Die Figur 2a zeigt einen vergrößerten Querschnitt und die Figur 2b einen vergrößerten Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus einer gekräuselten biopolymeren Folie 16.

Die Figur 2c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit einem gemäß in Figur 2 dargestellten Verfahren hergestellten Filterelement 1. Ein den Tabak 11 enthaltender Abschnitt und ein das Filterelement 1 enthaltender Abschnitt der Zigarette

10 sind mit Zigarettenpapier 12 umwickelt. Zusätzlich ist das Filterelement 1 bis in den Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer verstärkenden Bande-
role 13 umhüllt.

Fig. 3 zeigt ein Verfahrensschema für die Herstellung eines erfindungsgemäßen Filtertows bzw. Filtermaterials zur Verwendung als Zigarettenfilter und Filter für Rauchwaren aus einem extrudierten Schaum aus nachwachsenden Rohstoffen wie Stärke.

Die Herstellung von Stärkeschaum durch Extrusion ist prinzipiell z.B. aus der DE-A-32 06 751 und der DE-A-43 17 697 bekannt. Bereits seit etwa 1930 ist die sogenannte Kochextrusion von Stärke bekannt. Dabei wird vorzugsweise in einem Zweiwellenextruder die Stärke unter Druck und Temperatur gelatinisiert, destrukturiert und als Schaumstrang ausextrudiert. Vorrangige Anwendung findet diese Verfahrenstechnik bei der Herstellung von geschäumten Snackprodukten. Auch sind extrudierte Stärkeschäume als Verpackungschips bekannt. Die EP-A-0 447 792 offenbart ein Verfahren zum Herstellen von Papierschaum aus Papierfasern, Stärke und vollverseiftem Polyvinylalkohol durch Extrusion zur Verwendung als Dämmaterial.

Nach der Erfindung (Fig. 3) wird in einer Extrusionsanlage 3 Stärkeschaum 20 aus einem Ausgangsgemisch 21 von Stärke, vorzugsweise nativer Kartoffelstärke, und plastifizierenden und filmbildenden Additiven durch thermische und mechanische Energieeinleitung verdichtet, gegebenenfalls modifiziert, plastifiziert und durch Temperatur- und Druckabfall expandiert, als aufgeschäumtes Rundprofil in einem Durchmesser von 10 mm hergestellt und im Formatierungsprozeß auf einen Durchmesser von 7,8 mm rundgewalzt und zu Filterstäben mit einer Länge von 12,6 mm verarbeitet. Das spezifische Raumgewicht der Schaumfilterelemente beträgt 12 kg/m^3 . Besonders vorteilhaft ist hierbei, daß der extrudierte Stärkeschaum 29



im wesentlichen offenporig ist, so daß das aufgeschäumte Filtermaterial aus destrukturierter Stärke mit einem kristallinen Anteil von weniger als 5 % in der Lage ist, die im Tabakrauch enthaltenen Flüssigkeiten und flüssigen Schadstoffe, wie Kondensat und Teerprodukte, zu adsorbieren, wobei der Stärkeschaumstoff selbst keine inhalierbaren, flüchtigen Produkte in den Tabakrauch emittiert.

Die Figur 3a zeigt einen vergrößerten Querschnitt und die Figur 3b einen vergrößerten Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus einem Stärkeschaum 20.

Die Figur 3c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit einem Filterelement 1 wie es gemäß in Figur 3 dargestelltem Verfahren hergestellt wird. Dem Tabak 11 und das Filterelement 1 enthaltende Abschnitte der Zigarette 10 sind gemeinsam mit Zigarettentpapier 12 umwickelt. Ferner ist das Filterelement 1 bis in den Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer äußeren, verstärkenden Bänderole 13 umwickelt.

In einem einstufigen Verfahren, wie in Fig. 3 dargestellt, wird der Stärkeschaum 20 durch Extrusion mittels eines Zweiwellenextruders Continua 37 hergestellt und in einem Kompressionsschritt verdichtet, wobei er in einer Kalandieranlage 22 zu einem Endlosfilter 7 verarbeitet wird. Die abschließende Formgebung und Vereinzelung zu Filterelementen 1 erfolgt in einer Konfigurationsanlage 8. Die Verfahrensbedingungen und Rezepturen zur einstufigen Verfahrensgestaltung der Herstellung des Filtertows bzw. Filtermaterials aus Stärkeschaum sind in Tabelle I und IA anhand von je 4 Beispielen gezeigt. Dabei stellt ein im wesentlichen elastischer und komprimierbarer Filtertow mit einer offenporigen Schaumstruktur ein befriedigendes Verfahrensergebnis dar (Beispiele 1 bis 3 und 5 bis 8). Bei den Verfahren gemäß Beispiel 1 bis 8 (Tabelle I und Ia) und Fig. 3 wird ein Zweiwellenextruder vom Typ Continua C 37 der Firma Werner &

Pfleiderer zur Extrusion des Stärkeschaum-Materials verwendet. Er weist eine Düsenplatte auf, die mit 1 bis 4 Düsenöffnungen mit jeweils Durchmesser von 1,5 bis 4 mm ausgestattet sein kann. Die Temperatureinstellung der Extruderanlage erfolgt durch externe Kühl-Heizgeräte. Die Extruderanlage hat sechs Temperaturzonen, wobei die ersten vier Zonen auf Temperaturen von 25 bis 140°C gehalten werden. Die Temperaturzonen 5 und 6 können mit Temperatureinstellungen von 140 bis 165°C gefahren werden. Die bevorzugten Temperatureinstellungen sind der Tabelle I und Ia entnehmbar:

Tabelle I

Beispiel

Zweiwellenextruder

Nr. 1 Nr. 2 Nr. 3 Nr. 4

Extruderdaten	Typ	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1		40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2		70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3		150°C	150°C	150°C	150°C
Temp. Zone 4		170°C	170°C	170°C	165°C
Temp. Zone 5		185°C	185°C	185°C	180°C
Temp. Zone 6		200°C	200°C	200°C	195°C
Upm		350	350	350	350
Drehmoment	†	70	70	63	63
Temp. Schmelze		195°C	180°C	190°C	190°C
Druck Schmelze		50 bar	40 bar	30 bar	30 bar
Düsendurchmesser		2,5 mm	4,0 mm	4,0 mm	4,0 mm
Düsenanzahl		1	1	1	1
Düsenplatzierung		Zentral	Zentral	Zentral	Zentral
Dosierung	Flüssigdosierung Wasser	5/55	5/35	5/10	5/10
	Feststoffdosierung	16,0 kg/h	20,0 kg/h	23,0 kg/h	16,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 †	74,906 †	74,906 †	96,618 †
	Treibmittel	2,247 †	2,247 †	2,247 †	2,877 †
	PVOH	22,472 †	22,472 †	22,472 †	0,000 †
	Fließhilfsmittel	0,375 †	0,375 †	0,375 †	0,483 †

Tabelle I - Fortsetzung

Beispiel	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Kalander	Druck Kalandervälzenpaar 1	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
	Druck Kalandervälzenpaar 2	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
	Druck Kalandervälzenpaar 3	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
	Druck Kalandervälzenpaar 4	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
Eckdaten	Durchmesser Endlofilter	0,95 cm	0,85 cm	0,83 cm
	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	nicht
				meßbar
	Dichte Endlofilter	10,0 kg/m ³	12,6 kg/m ³	11,4 kg/m ³
	Dichte Filter komprimiert	13,3 kg/m ³	14,9 kg/m ³	11,9 kg/m ³
				nicht
				meßbar
Bemerkungen	elastisch	elastisch	elastisch	sehr fest
	flexibel	flexibel	flexibel	brüchig
	komprimierbar	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar
	offenporig	offenporig	offenporig	grobe Struktur
	ger Schaum	ger Schaum	ger Schaum	

Tabelle Ia

Beispiel Nr. 5 Nr. 6 Nr. 7 Nr. 8

Zweiwellenextruder

Extruderdaten Typ	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3	150°C	150°C	150°C	150°C
Temp. Zone 4	170°C	170°C	170°C	165°C
Temp. Zone 5	185°C	185°C	185°C	180°C
Temp. Zone 6	200°C	200°C	200°C	195°C
Upm	350	350	350	350
Drehmoment %	85	90	70	70
Temp. Schmelze	195°C	180°C	190°C	190°C
Druck Schmelze	50 bar	40 bar	30 bar	15 bar
Düsendurchmesser	2,5 mm	4,0 mm	4,0 mm	4,0 mm
Düsenzahl	1	1	1	1
Düsenplatzierung	Zentral	Zentral	Zentral	Zentral
Dosierung	Flüssigdosierung, Wasser	5/55	5/35	5/10
Feststoffdosierung	16,0 kg/h	20,0 kg/h	23,0 kg/h	16,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 %	74,906 %	74,906 %
	Treibmittel	2,247 %	2,247 %	2,247 %
	Polyesteramid*	22,472 %	22,472 %	0,000 %
	Polyesterurethan**	0,000 %	0,000 %	22,472 %
	Fließhilfsmittel	0,375 %	0,375 %	0,375 %

Tabelle Ia Fortsetzung

Beispiel	Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Kalander	Druck Kalandermalzenpaar 1	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
	Druck Kalandermalzenpaar 2	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
	Druck Kalandermalzenpaar 3	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
	Druck Kalandermalzenpaar 4	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
Eckdaten	Durchmesser Endlosfilter	0,95 cm	0,78 cm	0,78 cm
	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	0,78
	Dichte Endlosfilter	12,0 kg/m ³	14,0 kg/m ³	11,0 kg/m ³
	Dichte Filter komprimiert	15,0 kg/m ³	16,0 kg/m ³	16,0 kg/m ³
Bemerkungen	elastisch	elastisch	elastisch	sehr elastisch
	flexibel	flexibel	sehr flexibel	sehr flexibel
	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar	nicht komprimierbar
	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum

* Polyesteramid Bayer AG BAK 1095, EP-A-0 641 817

** Polyesterurethan Bayer AG Degranil DIN, DE-A-196 51 151

Die Drehzahlen des Zweiwellenextruders bewegen sich vorzugsweise zwischen 200 und 300 UpM. Die Drehzahl bestimmt gemeinsam mit der Dosiermenge der Ausgangsstoffe auch das Drehmoment der Extruderanlage wesentlich. Für die Versuche wurde eine Drehzahl von 350 UpM gewählt. Eine optimale Expansion des Stärkeschaumes 20 wird bei Massetemperaturen der Schmelze von 160 bis 195°C erzielt. Diese Massetemperaturen wurden bei den Versuchen realisiert. In der Extruderanlage entstehen Betriebsdrücke von 25 bis 55 bar, wobei die besten Ergebnisse bei hohen Massendrücken erzielt werden. Bezüglich der Düsenkonfiguration wurden Variationen des Durchmessers, der Anzahl der Düsen und der Anordnung der Düsenöffnungen in der Düsenplatte untersucht. Die Düsenöffnungen wurden mit 1,5 bis 3 mm Durchmesser getestet, wobei die Anzahl der Düsen von 1 bis 3 Düsen variiert wurde. Die Anordnung der Düsenöffnung wurde vom Zentrum der Düsenplatte über einen mittleren Durchmesser bis zum größten Durchmesser getestet. Von den durchgeführten Versuchen des einstufigen Verfahrens wurde je eine Düse mit einem Öffnungsdurchmesser von 2,5 mm (Beispiel 1) bzw. 4 mm (Beispiele 2 bis 4), welche zentral platziert wurde, getestet.

Die Ausgangsstoffe für das Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Filtertows bzw. Filtermaterials sind:
Native Kartoffelstärke der Fa. Emsland, Typ Superior
Treibmittel (NaHCO_3 - CaCO_3 -Citronensäure-Mischung)
Polyvinylalkohol der Fa. Hoechst vom Typ Mowiol 17-88 und
Fließhilfsmittel (Tricalciumphosphat), sowie gegebenenfalls Polyesteramid (beziehbar von der Firma Bayer AG unter der Bezeichnung VP BAK 1095), wie aus EP-A-0 641 817 bekannt und Polyesterurethan (beziehbar von der Firma Bayer AG unter der Bezeichnung Degranil DLN), wie in DE-A- 196 15 151 vorgeschlagen.

Zur Dosierung der Stärke-Additiv-Mischung (Feststoffdosierung) dient ein einwelliges, volumetrisches Dosiergerät, wobei die Dosiermengen von den Betriebsparametern der Extruder-

deranlage direkt abhängig sind. Das Gerät arbeitet mit einer Hohlwelle und hat einen Einsatzbereich von 1,5 kg/Std. bis 35 kg/Std. Die bevorzugten Dosiermengen sind aus der Fig. 4 ersichtlich.

Zur Flüssigdosierung dient ein Membrandosiergerät vom Typ Gamma/5 der Firma ProMint. In den Beispielen 1 bis 8 wurde die Flüssigkeitsmenge von 0 bis 5 Liter/Std. variiert. In Tabelle I sind die dosierten Volumen der Flüssigkeit als Hubmengeneinstellung (in 0,1 ml/Hub) pro Hubfrequenzeinstellung (in Hüben pro Minute) der Dosierpumpe angegeben. Bei der Einstellung des Dosiergerätes von 5 : 55 werden 0,5 ml pro Hub mit 55 Hüben pro Minute zudosiert. Dies ergibt eine Dosiermenge von 27,5 ml pro Minute.

Die Kalandieranlage 22 besteht aus vier hintereinanderlaufenden gefrästen Riemenscheiben. Der Durchmesser der Riemenscheiben und die Nutentiefe/Nutenbreite wurden bei den durchgeführten Versuchen variiert. Es wurde weiterhin der Einsatz von Zugfedern mit verschiedenen Zugstärken getestet, die einen Anpreßdruck der Riemenscheiben von 5 bis 100 N erzeugen können. Die bevorzugten Anpreßdrücke der Kalandieranlage sind aus Tabelle I ersichtlich. Der Endlosfilter 7 des Stärkeschaumes 20 wurde dabei unterschiedlich stark verkleinert und schließlich auf einen standardisierten Enddurchmesser gebracht.

Bei einer anschließenden Konditionierung wird der Stärkeschaum 20 gegebenenfalls auf eine bestimmte Restfeuchte eingestellt.

Als Konfigurationsanlage 8 wird ein Stranggranulator mit eingebauter Einzugswalze verwendet. Durch Einstellung der Messerdrehzahl und der Anzahl der Messer kann bei konstanter Einzugsgeschwindigkeit die Länge der Filterelemente 1 bzw. Zigarettensfilter eingestellt werden.

Anhand der durchgeführten Beispiele wurden folgende Erkenntnisse gewonnen:

Bei Erhöhung der Schneckendrehzahl der Extruderanlage steigen der Massedruck und die Schmelztemperatur an und die Expansion des Stärkeschaumes verbessert sich. Gleichzeitig muß die Dosiermenge erhöht werden, um diesen Effekt beibehalten zu können. Eine große zudosierte Flüssigkeitsmenge hat die Auswirkung, daß der Stärkeschaum direkt hinter der Düse stark expandiert, aber dann in sich zusammenfällt. Deshalb muß das Dosiermengenverhältnis der Feststoffe und der Flüssigkeit genau abgestimmt werden. Die einstellbaren Betriebsparameter werden durch das maximale Drehmoment der Extruderanlage 3 begrenzt, so daß die Durchsatzmenge und die Temperaturführung während dem Bearbeiten der Ausgangsstoffe im Extruder im mittleren Bereich liegen. Je nach den eingestellten Betriebsparametern der Extruder- und Dosieranlagen hat der Endlosfilter 7 aus Stärkeschaum 20 vor dem Durchlaufen der Kalandieranlage 22 eine Dichte von 6 kg/m^3 bis 10 kg/m^3 . Nach der Kompression in der Kalandieranlage 22 steigt die Dichte des Endlosfilters 7 durch Volumenverkleinerung bei konstanter Masse an. Dieser Dichteanstieg ist wesentlich von dem Durchmesser des Endlosfilters 7 vor der Kalandieranlage 22, der Anzahl der Riemenscheiben und den Anpreßdrücken abhängig.

Bei einer zweistufigen Verfahrensgestaltung wird zunächst ein Stärkegranulat nach einem bekannten Verfahren (z.B. DE-A-43 17 696 oder WO 90/05161) hergestellt. Anschließend erfolgt die Verarbeitung der Stärkegranulate durch erneute Extrusion in einem Einwellenextruder zu einem Stärkeschaumstrang und die Konfektionierung zum Filtertow bzw. Filterelement 1 unter Bedingungen, ähnlich denen des einstufigen Verfahrens. Auf eine ausführliche Verfahrensbeschreibung wird daher verzichtet. Die Tabellen II und IIa zeigen anhand von je vier Beispielen Verfahrensbedingungen und Rezepturen zur Herstellung von thermoplastischem Stärke-Polymer-Granulat (1. Verfahrensstufe):

Tabelle II

Beispiel

Zweiwellenextruder

Nr. 1 Nr. 2 Nr. 3 Nr. 4

Extruderdaten Typ	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3	120°C	120°C	120°C	120°C
Temp. Zone 4	120°C	120°C	120°C	120°C
Temp. Zone 5	120°C	120°C	120°C	120°C
Temp. Zone 6	120°C	120°C	120°C	120°C
Upm	350	350	350	350
Drehmoment %	70	70	70	70
Temp. Schmelze	125°C	125°C	125°C	125°C
Druck Schmelze	50 bar	40 bar	30 bar	30 bar
Düsendurchmesser	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
Düsenanzahl	2	2	2	2
Düsenplatzierung	parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Flüssigdosierung, Wasser	25/55	25/55	25/55
	Feststoffdosierung	23,0 kg/h	23,0 kg/h	23,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 %	74,906 %	96,618 %
	Treibmittel	2,247 %	2,247 %	2,877 %
	PVOH	22,472 %	22,472 %	0,000 %
	Fließhilfsmittel	0,375 %	0,375 %	0,483 %
Eckdaten	Durchmesser Granulat	0,20 cm	0,20 cm	0,20 cm
Bemerkungen	Das thermoplastische Stärke-Polymer-Granulat wird auf einem Einwellenextruder zu dem erfindungsgemäßen Filtertow aus BIOPUR-Stärke-Schaum weiterverarbeitet / Tabelle III			

Tabelle IIA

Beispiel

Nr. 5 Nr. 6 Nr. 7 Nr. 8

Zweiwellenextruder

Extruderdaten Typ	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
Temp. Zone 3	150°C	150°C	150°C	150°C
Temp. Zone 4	170°C	170°C	170°C	170°C
Temp. Zone 5	185°C	185°C	185°C	185°C
Temp. Zone 6	200°C	200°C	200°C	200°C
Upm	350	350	350	350
Drehmoment %	86	70	78	70
Temp. Schmelze	205°C	205°C	205°C	205°C
Druck Schmelze	50 bar	40 bar	40 bar	30 bar
Düsendurchmesser	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
Düsenanzahl	2	2	2	2
Düsenplatzierung	parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Flüssigdosierung, Wasser	25/55	15/55	25/55
Feststoffdosierung	23,0 kg/h	18,0 kg/h	23,0 kg/h	18,0 kg/h
Rezepturen	Kartoffelstärke	74,906 %	74,906 %	96,618 %
	Polyesteramid*	22,472 %	22,472 %	0,000 %
	Polyesterurethan**	0,000 %	0,000 %	22,472 %
	Fließhilfsmittel	0,375 %	0,375 %	0,375 %
Eckdaten	Durchmesser Granulat	0,20 cm	0,20 cm	0,20 cm
Bemerkungen	Das thermoplastische Stärke-Polymer-Granulat wird auf einem Einwellenextruder zu dem erfindungsgemäßen Filtertow aus BIOPUR-Stärke-Schaum weiterverarbeitet / Tabelle III			

* Polyesteramid Bayer AG BAK1095, EP-A-0641 817

** Polyesterurethan Bayer AG Degranil DLN, DE-A-196 51 151

Die Tabellen III und IIIa zeigen die Verfahrensbedingungen zur Herstellung von Filtertows bzw. Filtermaterial aus zu Stärkeschaum verarbeiteten thermoplastischem Stärke-Polymer-Granulat (2. Verfahrensstufe):

Tabelle III

Beispiel		Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Einwellenextruder					
Extruderdaten	Schneckendurchmesser	50 mm	50 mm	50 mm	50 mm
	Schneckenlänge	135 cm	135 cm	135 cm	135 cm
	Verweilzeit	45 s	45 s	45 s	45 s
	Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
	Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
	Temp. Zone 3	190°C	190°C	190°C	190°C
	Temp. Zone 4	190°C	190°C	190°C	190°C
	Temp. Zone 5	190°C	190°C	190°C	190°C
	Temp. Zone 6	195°C	190°C	185°C	190°C
	Upm	350	350	350	350
	Stromaufnahme	25 Ampere	26 Ampere	27 Ampere	26 Ampere
	Temp. Schmelze	197°C	192°C	187°C	190°C
	Druck Schmelze	50 bar	50 bar	50 bar	30 bar
	Düsensdurchmesser	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
	Düsenzahl	2	2	2	2
	Düsenplatzierung	parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Feststoffdosierung	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h
Rezepturen s. Tabelle II					
		Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4

Tabelle III Fortsetzung

Beispiel	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3	Nr. 4
Kalander	Druck Kalandervwalzenpaar 1	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
	Druck Kalandervwalzenpaar 2	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
	Druck Kalandervwalzenpaar 3	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
	Druck Kalandervwalzenpaar 4	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
Eckdaten	Durchmesser Endlosfilter	0,97 cm	0,85 cm	0,85 cm
	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	nicht meßbar
	Dichte Endlosfilter	10,2 kg/m ³	10,1 kg/m ³	9,5 kg/m ³
	Dichte Filter komprimiert	15,7 kg/m ³	13,1 kg/m ³	10,7 kg/m ³
Bemerkungen	elastisch	elastisch	elastisch	sehr fest
	flexibel	flexibel	flexibel	brüchig
	komprimierbar	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar
	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	grobe Struktur

Tabelle IIIa

Beispiel		Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Einwellenextruder					
Extruderdaten	Schnecken Durchmesser	50 mm	50 mm	50 mm	50 mm
	Schneckenlänge	135 cm	135 cm	135 cm	135 cm
	Verweilzeit	45 s	45 s	45 s	45 s
	Temp. Zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
	Temp. Zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
	Temp. Zone 3	190°C	190°C	190°C	190°C
	Temp. Zone 4	190°C	190°C	190°C	190°C
	Temp. Zone 5	190°C	190°C	190°C	190°C
	Temp. Zone 6	195°C	190°C	185°C	190°C
	Upm	350	350	350	350
	Stromaufnahme	25 Ampere	26 Ampere	27 Ampere	26 Ampere
	Temp. Schmelze	208°C	208°C	205°C	208°C
	Druck Schmelze	280 bar	280 bar	260 bar	260 bar
	Düsendurchmesser	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm	1,5 mm
	Düsenzahl	2	2	2	2
	Düsenplatzierung	parallel	parallel	parallel	parallel
Dosierung	Feststoffdosierung	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h	48,0 kg/h
Rezepturen	s. Tabelle IIa	Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8

Tabelle IIIa Fortsetzung

Beispiel	Nr. 5	Nr. 6	Nr. 7	Nr. 8
Kalender	Druck Kalandерwalzenpaar 1	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
	Druck Kalandерwalzenpaar 2	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
	Druck Kalandерwalzenpaar 3	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
	Druck Kalandерwalzenpaar 4	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
Eckdaten	Durchmesser Endlosfilter	0,97 cm	0,90 cm	0,78 cm
	Durchmesser Filter komprimiert	0,78 cm	0,78 cm	0,78 cm
	Dichte Endlosfilter	9,5 kg/m ³	9,5 kg/m ³	9,0 kg/m ³
	Dichte Filter komprimiert	12,0 kg/m ³	11,0 kg/m ³	9,0 kg/m ³
Bemerkungen	elastisch	elastisch	elastisch	sehr elastisch
	flexibel	flexibel	flexibel	sehr flexibel
	komprimierbar	komprimierbar	nicht komprimierbar	nicht komprimierbar
	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum	offenporiger Schaum

Fig. 4 zeigt graphisch dargestellt Ergebnisse biologischer Abbaubarkeitstests für das erfindungsgemäße Filtermaterial, wobei Linie a) Stärkeschaum, Linie b) Fasern und Folien (Stärkewerkstoff BIOFLEX® BF 102), Linie c) Cellulosepulver und Linie d) Cellulose-2,5-acetat darstellt. Die wesentliche Eigenschaft des erfindungsgemäßen Filtermaterials ist der schnelle biologische Abbau. Diese Eigenschaft wurde an dem Stärkopolymerwerkstoff BIOLFELEX® BF 102 nach folgender Methode (beim Institut O.W.S. in Gent, Belgien) getestet: CEN Draft "Evaluation of the Ultimate Aerobic Biodegradability and Disintegration of Packing Materials under Controlled Composting Conditions - Method by Analysis of Released Carbon Dioxide" entsprechend modifizierter ASTM D 5338-92. Der Stärkewerkstoff BIOFLEX® BF 102, aus dem die Fasern und Folien zur Herstellung des erfindungsgemäßen Filtertows bzw. Filtermaterials bestehen, war nach 45 Tagen zu 96,6 % unter den Testbedingungen mineralisiert. Die Referenzsubstanz, reines Cellulosepulver (Linie c)), das als vollständig biologisch abbaubar gilt, war in der gleichen Zeit unter den gleichen Bedingungen nur zu 79,6 % abgebaut. Daher kann BIOFLEX® BF 102 laut Gutachten des Institutes O.W.S. als vollständig biologisch abbaubar gelten. Das Filtermaterial aus Stärkeschaum (Linie d)) ist aufgrund seiner porösen Oberfläche und Polymerzusammensetzung noch schneller vollständig abbaubar. Die sehr gute biochemische Abbaubarkeit wurde ermittelt durch den CSB (chemischer Sauerstoffbedarf in mg/l) und den BSB₅ (Biologischer Sauerstoffbedarf in mg/l), wobei ein CSB von 1050 mg/l und ein BSB₅ von 700 mg/l gemessen wurden. Der Quotient aus $BSB_5/CSB \times 100$ ergibt die sehr hohe biochemische Abbaubarkeit von 66 %, wobei Werte von mehr als 50 % als sehr gut abbaubar gelten. Bereits nach 10 Tagen war das Filtermaterial aus Stärkeschaum unter aeroben Kompostbedingungen zu mehr als 90 % biologisch abgebaut.

Alle erfindungsgemäßen Filtermaterialien entsprechen den Qualitätsanforderungen des LAGA-Merkblatt M 10: Qualitätskriterien und Anwendungsempfehlungen für Kompost sowie der DIN 54 900: "Prüfung der Kompostierbarkeit von polymeren Werkstoffen" und dem "ok Compost" Zertifikat.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Biologisch abbaubares Filterelement (1) bzw. Filtertow für Tabakrauchfilterelemente mit einem Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß der nachwachsende Rohstoff eine Stärke und/oder eine Polymermischung auf Stärkebasis ist.
2. Filterelement nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymermischung auf Stärkebasis in Form von Fasern vorliegt.
3. Filterelement nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymermischung auf Stärkebasis in Form einer Folie vorliegt.
4. Filterelement nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke und/oder die Polymermischung in Form eines Schaums vorliegt.
5. Filterelement nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Filtermaterial strangförmig, queraxial verdichtet und umhüllt ist.
6. Verfahren zur Herstellung von Filterelementen nach einem der Ansprüche 1 bis 5, gekennzeichnet durch die Schritte:
 - a) kontinuierliches Zuführen einer dosierten Mischung aus nachwachsenden Rohstoffen und/oder einer Polymermischung auf Stärkebasis sowie weiteren Additiven in eine Extruderanlage,
 - b) Erhitzen und Kneten der Mischung unter einem definierten Temperatur-Druckregime zur Ausbildung einer Schmelze,
 - c) Extrudieren der Schmelze durch eine Düse,
 - d) Ausbilden eines Extrudates mit luftdurchlässiger Konfiguration,





- e) Komprimieren des Extrudates und Ausbilden eines endlosen Rundfilterstabes und
 - f) Umhüllen des Rundfilterstabes und Ausbilden einzelner Filterelemente.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Schritte c) und d) kontinuierlich aufeinanderfolgen.
 8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß in einer ersten Verfahrensstufe mit den Schritten a) bis c) ein thermoplastisches Stärke-Polymer-Granulat hergestellt wird, das in einer zweiten Verfahrensstufe in einem Einwellenextruder nach den Schritten a) bis f) zu Filterelementen verarbeitet wird.
 9. Verfahren nach Anspruch 6 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß der in den Verfahrensschritten a) bis c) eingesetzte Extruder ein Zweiwellenextruder Continua C37 ist.
 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der nachwachsende Rohstoff eine native oder modifizierte Stärke, vorzugsweise eine native Kartoffelstärke ist.
 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die weiteren Additive ein Treibmittel, Polyvinylalkohol, und ein Fließhilfsmittel sind.
 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die weiteren Additive Polyesteramid, Polyesterurethan, ein Fließhilfsmittel sowie gegebenenfalls ein Treibmittel sind.
 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Extrudat als Spinnfäden, Folie oder Schaum ausgetragen wird.





14. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen mehr als 1000 Düsenöffnungen für die Extrusion von Spinnfäden, 1 bis 2 Düsenöffnungen für die Extrusion von Folien bzw. 1 bis 40 Düsenöffnungen für die Extrusion von Schaum aufweisen.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse für die Extrusion von Folien eine Breitschlitzdüse oder eine Ringdüse bzw. Doppelringdüse ist und eine Flachfolie oder eine geblasene Folie geformt wird.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Extruderanlagen mehrere Temperaturzonen, vorzugsweise sechs Temperaturzonen aufweisen.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Verfahrensschritt a) in einer 1. und 2. Temperaturzone und der Verfahrensschritt b) in einer 3. bis 6. Temperaturzone abläuft.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 6, 7 oder 9 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:
- | | |
|---------|-------------|
| Zone 1: | 25 - 45°C |
| Zone 2: | 70 - 110°C |
| Zone 3: | 110 - 160°C |
| Zone 4: | 150 - 220°C |
| Zone 5: | 180 - 220°C |
| Zone 6: | 180 - 220°C |
- und die Schmelze als Schaum bei 180 - 220°C extrudiert wird.





19. Verfahren nach Anspruch 8 oder Anspruch 8 in Kombination mit einem der Ansprüche 9 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 100°C
Zone 3:	90 - 120°C
Zone 4:	90 - 120°C
Zone 5:	90 - 120°C
Zone 6:	90 - 125°C

und die Schmelze als Granulat bei 80 - 180°C extrudiert wird.

20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 120°C
Zone 3:	100 - 190°C
Zone 4:	140 - 190°C
Zone 5:	140 - 190°C
Zone 6:	140 - 200°C

und die Schmelze als Schaum bei 150 - 200°C extrudiert wird.

21. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze vor dem Extrudieren plastifiziert wird.



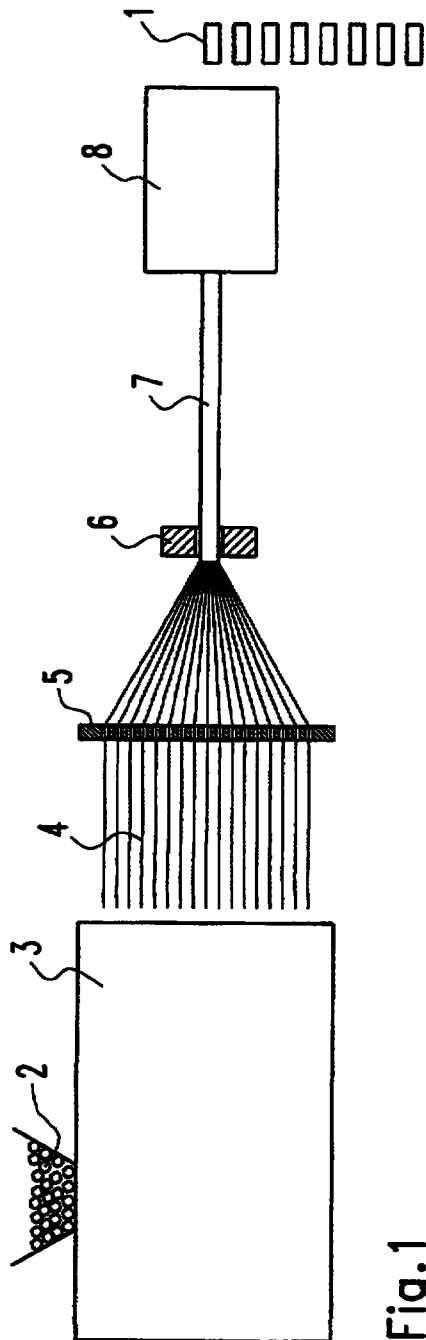


Fig. 1



Fig. 1a



Fig. 1b

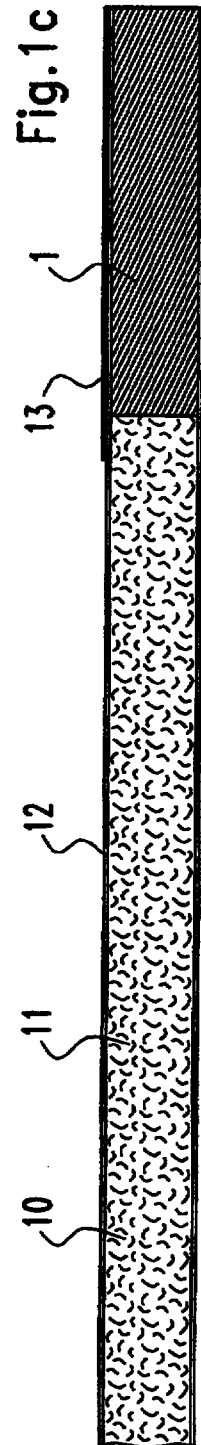
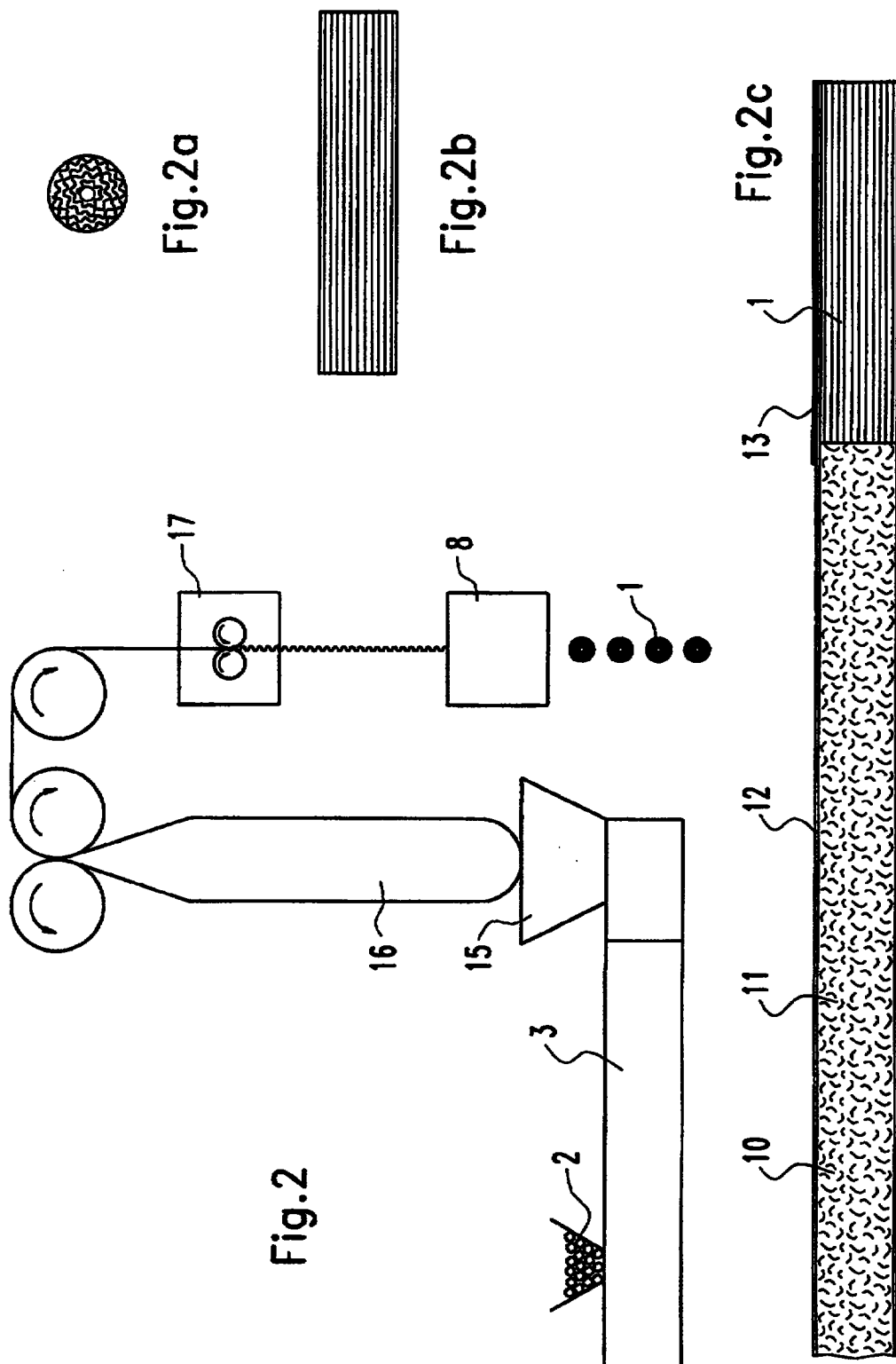


Fig. 1c



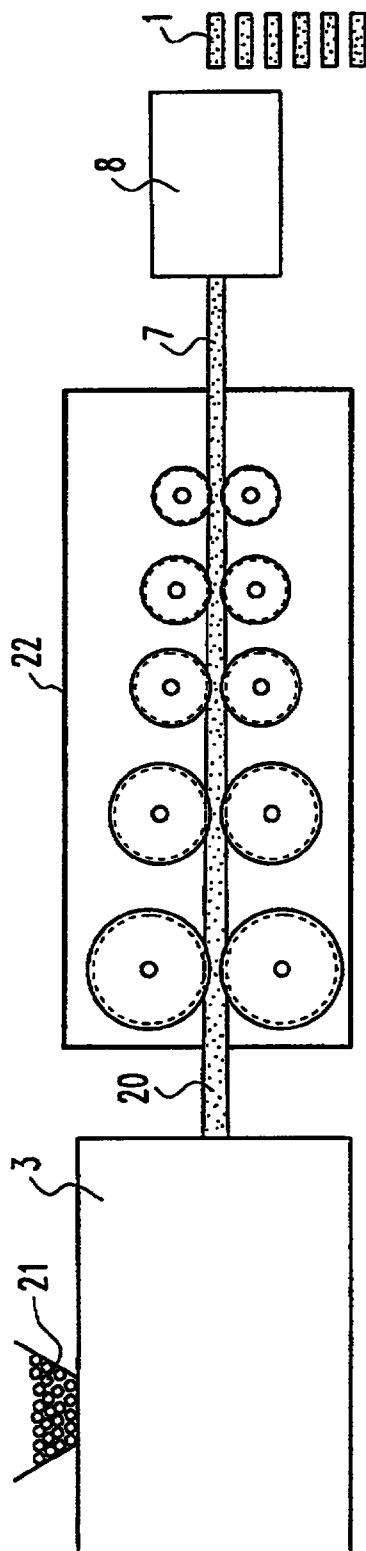
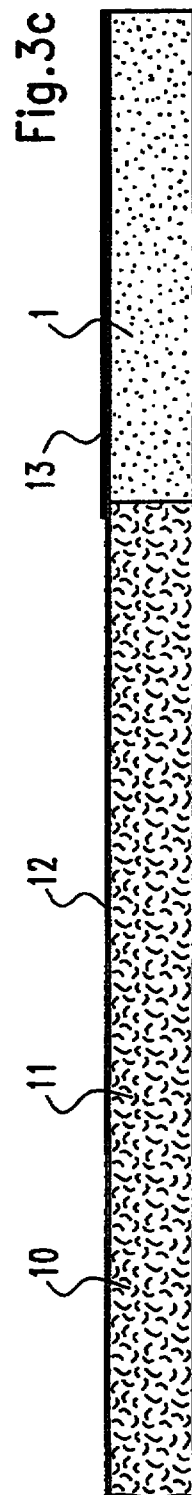


Fig. 3



Fig. 3a

Fig. 3b



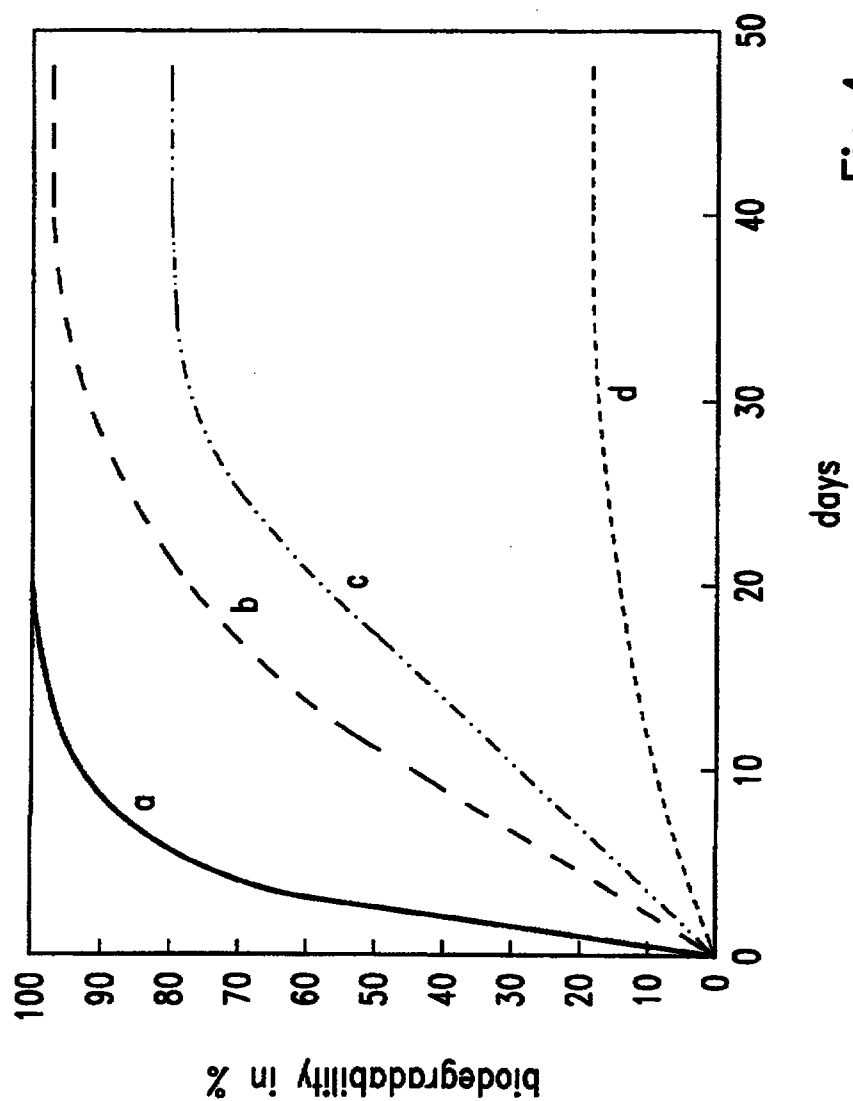


Fig.4

THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

Biodegradable Filter Material and Method for Preparing it

The invention relates to a biodegradable filter material from renewable raw materials for the use as tobacco smoke filter elements of cigarettes, cigars or pipes and a method for preparing it.

Smoker articles such as for example cigarettes have a cylindrical shape in which the shredded smokable tobacco material is surrounded by a paper wrap. The majority of said cigarettes have at the one end a filter which is connected to the cigarette by means of a band. Filter elements and cigarette filters are extensively described in the literature as filter tows. For the preparation of cigarette filters usually a fiber material made of the materials cellulose-2,5-acetate or polypropylene is used. The use of paper or cotton wool is known either. According to a known method a cellulose acetate fiber material is prepared in most cases by the nozzle (spinneret) spinning process. From the cellulose acetate filaments and/or cellulose acetate spun fibers which are curled or crushed in a compression chamber, the filter tows are at first prepared as filter rods by stretching the curled ribbon, increasing it in volume and bringing it in the desired dimension in a formatting device and wrapping it with paper. The cellulose-

This Sheet Has Been Replaced



2,5-acetate raw materials are normally compounded with the softener glycerin acetate which is contained in the tobacco smoke and may cause problems. With respect to the definition and description of a filter tow and tobacco filter element it is referred to DE-A-41 09 603 and DE-A-10 79 521. Methods for the preparation of filter tows and filter cigarettes are explained i.a. in the documents US-A-5 402 802, DE-A-41 09 603, JP-A-5-377 812, EP-A-0 285 811, WO 93/02070, JP-A-5-392 586, WO 92/15209 and EP-A-0 641 525. Moreover, a plurality of suggestions for the preparation and use of biodegradable cigarette filters, which are prepared on the basis of cellulose ester and/or polyhydroxy butyric acid (PHB) or a copolymer of polyhydroxy butyric acid/polyhydroxy valeric acid (PHB/PHV), have been published, e.g. DE-A-43 22 965, DE-A-43 22 966, DE-A-43 22 967. Complex solutions are known for the problem of achieving an accelerated biodegradability of cellulose diacetates, which under normal climate conditions degrade in one to two years only (M. Korn: "Nachwachsende und bioabbaubare Materialien im Verpackungsbereich" [Renewable and Biodegradable Materials in the Packaging Sector], first edition, 1993, publishing house Roman Kovar, Munich, page 122). EP-A-0 632 968 suggests the use of enzymes which split cellulose chains, and DE-A-43 22 966 suggests the use of the degradation-increasing additives urea and urea derivatives. Also EP-A-0 632 970 is based on the problem of accelerating the degradation rate of cellulose acetate filters, which is to be solved by adding nitrogen compounds. DE-A-43 25 352 suggests to use a cellulose acetate which is modified with ϵ -caprolactone for the preparation of filaments. EP-A-0 632 969 shows a degradable cellulose acetate with a low substitution coefficient (a cellulose acetate with a substitution coefficient of > 2 is regarded as hardly degradable). EP-A-0 597 478 discloses a cellulose acetate with a substitution coefficient of < 2.15 and degradation-accelerating additives such as polycaprolactone. EP-A-0 634 113 describes a tobacco filter and a method for its

THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

preparation on the basis of cellulose ester monofilaments by the use of up to 30% water-soluble polymers, e.g. starches, in order to improve the degradability of the filter tow. In order to improve the degradability of cigarette filters on the basis of cellulose acetate (fibers), EP-A-0 641 525 suggests the co-application of wood pulp. Also US-A-5 396 909 describes a cigarette filter with a filter tow from cellulose acetate. WO 93/07771 describes a method for the preparation of a cigarette filter from cellulose-2,5-acetate, the degradation rate of which should be accelerated by the co-application of starch. EP-A-0 597 478 relates to a biodegradable cellulose acetate with a substitution coefficient of 1.0 to 2.15 for the use as a raw material for the preparation of i.a. cigarette filters. EP-A-0 539 191 shows a low-weight cigarette filter in which the filter material partly consists of a closed-pore foam. Thus, a reduction of the filter weight is achieved. An improved biodegradability is disclosed in DE-A-40 13 293 and DE-A-40 13 304 which is achieved by using the biopolymer polyhydroxy butyric acid and/or the copolymer polyhydroxy butyric acid/polyhydroxy valeric acid (PHB/PHV) as the fiber raw material for the preparation of a filter tow.

As can be seen by this variety of solutions, based on the increased environmental consciousness there is the need for an improved filter material, e.g. for cigarette filters, having good biodegradability properties.

It is the object of this invention to provide a filter tow or filter material from renewable raw materials for the preparation of cigarette filters or filters for smoker articles which has good filtering properties, does not influence the taste of the smoke or does not lead to a flavour loss and the biodegradability of which is improved.

In achieving this object, the invention is based on the concept to provide a filter tow or filter material from

fibers and filaments from biopolymers on the basis of thermoplastic starch and its polymer compositions.

In recent years, biopolymers from renewable agricultural raw materials have for many reasons been put in the center of public interest. Reasons therefor are for example the innovation in the development of materials from biopolymers, the preservation of fossil raw materials, the reduction of waste by a rapid complete biodegradability in the natural cycle, the climate protection by a reduction of the CO₂ emission, as well as the usability in agriculture. After being used, cigarette filters provided with the filter tow from biopolymers according to the present invention biodegrade rapidly due to natural degradation processes and provide an achievement, for example with respect to the prevention of cloggings and malfunctions in sewage treatment plants caused by smoked cigarette rests which are mainly flushed in via the public canal system. The used biopolymers which mainly consist of starch materials with thermoplastic properties, decompose in a short period of time into the basic products carbon dioxide and water when being exposed to the weather and the further influence of micro-organisms or reaching the sewage. Moreover, a great advantage is that such a tobacco smoke filter reduces the tar and condensate contents in the tobacco smoke without influencing the taste of the smoke.

In the following, the invention will be described in connection with Examples and the respective drawings in which:

Fig. 1 is a method diagram of the preparation of filters from starch polymer fibers,

Fig. 1a is a cross-sectional view of a filter element prepared according to Fig. 1,

Fig. 1b is a longitudinal view of a filter element prepared according to Fig. 1,

- Fig. 1c is a longitudinal view of a cigarette with a filter prepared according to Fig. 1,
- Fig. 2 is a method diagram of the preparation of filters from biopolymer films,
- Fig. 2a is a cross-sectional view of a filter element prepared according to Fig. 2,
- Fig. 2b is a longitudinal view of a filter element prepared according to Fig. 2,
- Fig. 2c is a longitudinal view of a cigarette with a filter prepared according to Fig. 2,
- Fig. 3 is a method diagram of the preparation of filters from starch foam,
- Fig. 3a is a cross-sectional view of a filter element prepared according to Fig. 3,
- Fig. 3b is a longitudinal view of a filter element prepared according to Fig. 3,
- Fig. 3c is a longitudinal view of a cigarette with a filter prepared according to Fig. 3,
- Fig. 4 is a graphical view of the biodegradability of different filter materials.

The starch materials used for the preparation of filter elements from the filter tow or filter material according to the present invention have thermoplastic properties which, after adaption of the operating conditions, allow a processing similar to that of synthetic polymers and/or cellulose acetates in the melt blown process or in the spinbonding process. In the melt blown process for the preparation of biopolymeric fibers from a melt spinning mass an extrusion arrangement is used, preferably with a melt pump and special melt blown dies (spinnerets) which are arranged in a row on a die rail with about 1000 dies. The extruded fibers on the basis of the starch polymer materials BIOPLAST® GF 102 and/or GF 105 are swirled by the air as endless fibers having a fiber diameter of 1 to 35 μm , cooled down and, if required, smoothed. Under air streams blowing in the axial direction which are heated in the beginning to

40 to 120°C and influencing the fiber shape by variation with cold air, the fibers are combined in the following method steps to a fiber bundle or fiber strand, put on a rotating belt and pressed in a calender with partly heatable and partly coolable rolls to an endless filter or filter tow rod and are calibrated. Said fibers are not elongated very much and, therefore, have a soft and hairy structure and the great filter surface necessary for a filter tow.

In the spinbonding process the starch thermoplastic materials on the basis of the starch polymer materials BIOPLAST® GF 102 and/or GF 105 with a MFI (melting index according to DIN 53 735) value of 18-200 are processed to extremely fine fibers and a spin web in the extruder with a spin pump and a spinneret with a die plate and more than 1000 die orifices. From the single filaments a fiber curtain is prepared in which the cooling air supplied laterally at the die is accelerated such that the filaments are drawn. The extruded fibers fall 3 to 10 m into a fall stack and due to the falling depth at the low melting viscosity and due to the axial air stream the fibers are drawn (1:5 to 1:100); therefore, the strength of the fibers is increased considerably and the fiber diameter becomes 1 to 30 μm . At the bottom end of the stack air and fibers are swirled uniformly so that the formed filaments from the starch material are combined to an unsolidified band, crushed in a compression chamber crushing apparatus and processed to filter rods in a filter rod machine.

According to a preferred method shown in Fig. 1 for the preparation of the filter elements 1 according to the present invention, a starch polymer granulate 2 which is the basic material is processed to a melt in an extruder arrangement 3 by the addition of selected additives and, through a die plate with a respective number of orifices, extruded as a film in the form of single fibers 4. The fibers 4 pass through a rotating spin plate 5, are combined

to a fiber bundle, then drawn through a guide 6, for example compression rolls, and formed to an endless filter 7. In a configuration arrangement 8 the final shaping takes place, wherein the endless filter 7 is optionally again supplied to a compression chamber crushing apparatus and processed to single filter elements 1 in a filter rod machine.

Figs. 1a and 1b show a cross-sectional view and longitudinal view, respectively, of a filter element 1 from the fibers 4 of a starch polymer.

Fig. 1c shows a longitudinal view of a cigarette 10 with a filter element 12 prepared according to the present invention, wherein a portion containing tobacco 11 and a portion containing the filter element 1 are wrapped with cigarette paper 12 and connected with each other, and wherein the filter element 1 and the transition area to the portion containing tobacco 11 are wrapped with a further band 13 for strengthening purposes.

In the following, the biopolymers on the basis of renewable raw materials to be used according to the invention are described. They are suitable for the preparation of fibers, filaments, fiber filters and cotton wools, are mainly based on starch and comprise especially thermoplastic starch and the group of polymer compositions from thermoplastic starch and further degradable polymer components such as polylactic acid, polyvinyl alcohol, polycaprolactone, aliphatic and aromatic polyesters and its copolymers. Further used additives are plasticizers such as glycerin and its derivatives, hexavalent sugar alcohols such as sorbit and its derivatives. The preparation of thermoplastic starch takes place in a first method step with the aid of a swelling agent or plasticizer without addition of water and by the use of dry or dried starch and/or starch which is dried by degasification during processing.

Standard starches contain as native starches 14% water, and as potato starches even 18% natural water content as the starting moisture. If a starch with more than 5% water content is plasticized or bonded under pressure and/or temperature, a destructed starch is formed which is prepared endothermally. The preparation method of the thermoplastic starch, however, is an exothermal process. Moreover, the thermoplastic starch contains less than 5% crystalline parts which remain unchanged. In the case of destructed starch the amount of crystalline parts is also small immediately after the preparation, it increases, however, upon storage of destructed starch. Subject to changes is also the glass transition point which remains at -40°C for thermoplastic starch while, in comparison, it increases again to more than 0°C for destructed starch (cf. also EP-A-0 397 819). For these reasons destructed starch and materials on the basis of destructed starch become relatively brittle when they are stored. For the preparation of the polymer compounds phase agents for the homogenization of the hydrophilic and polar starch polymer phase and the hydrophobic and unpolar polymer phase are used which are either supplied or preferably result in situ during the preparation of the polymer compound. Block copolymers are used as phase agents, which are described i.a. in WO 91/16375, EP-A-0 539 544, US-A-5 280 055 and EP-A-0 596 437. The intermolecular compounding of said different polymers to processible granulates takes place under differentiated temperature and shearing conditions. Said thermoplastic blends are prepared technologically by coupling the phase interfaces between the rather intolerant polymers such that the distribution structure of the dispersed phase is achieved during processing through the optimum processing window (temperature and shearing conditions). The material properties of cellulose acetate fiber filters and other filters from low-molecular biopolymers such as polyhydroxy butyric acid (PHB) and polylactic acid (PLA) as well as filters with the filter material from starch polymer fibers

according to the present invention differ from each other due to the different chemical structure of the polymer surfaces. The starches used as a macro molecule have a molecular weight of > 1 million due to the amylopectin fraction dominating with more than 75%. Together with the hydrophilic polymer surface, this leads to improved adhesion properties of the harmful particles in the tobacco smoke to be filtered. Compared to the cellulose acetate filter, especially the condensate concentration in the inhalable tobacco smoke is reduced. Said effect is influenced by the amount of starch polymer fibrillars and the hydrophilicity of the fiber.

Suitable thermoplastic-starch-based polymer compounds and methods for their preparation are known e.g. from DE-A-43 17 696, WO 90/05161, DE-A-41 16 404, EP-A-0 542 155, DE-A-42 37 535 and DE-A-195 13 235 and were also suggested in PCT/EP 94/01946, DE-A-196 24 641, DE-A-195 13 237, DE-A-195 15 013, CH 1996-1965/96 and DE-A-44 46 054.

As shown in Fig. 2, according to a further method the filter tow or filter material for cigarettes and smoker articles according to the present invention is prepared from a film 16 from a starch material, by curling the film 16, folding it and, oriented in the longitudinal direction, preparing it as a round filter rod, and providing it with an external wrap consisting of paper and/or film material. The basic materials to be used according to the present invention correspond to the polymer materials described so far which are mainly based on starch. A filter tow from a curled and perforated film from cellulose acetate is disclosed in US-A-5 396 909. According to the method schematically shown in Fig. 2, a starch polymer granulate 2 (starch material BIOPLAST® GF 102) is processed to a film 16 (BIOFLEX® BF 102) in an extruder arrangement 3 and a film blowing arrangement 15 connected thereto. The film 16 has the following properties:

It consists of 100% compostible mono film, corresponds to the quality requirements of DIN 54 900 of the test standard for biodegradable materials and has the "ok Compost" certification. The thickness of the film is 15-40 μm , the density 1.2 g/cm^3 , the tensile strength in the longitudinal direction 20 N/mm^2 , the tensile strength in the transverse direction 15 N/mm^2 and the water vapour permeability 600 $\text{g}/24 \text{ h}/\text{m}^2$ (at 23°C and 85% relative atmospheric moisture). A film having a "hard grip" and a film thickness of 30 μm is cut in strips, stretched, curled in a curling arrangement 17, folded, possibly perforated and finally processed to single filter elements 1 in a configuration apparatus 8. It is advantageous that the starch film 16 can take up much more water than synthetic polymer films such as polyethylene, polypropylene and cellulose acetate films. Thus, the condensate absorption can be controlled and the flexibility of the filter is increased. Filter tows or filter materials according to the present invention can also be prepared from biopolymer films, at least some of which contain thermoplastic starches. In this connection it is e.g. referred to DE-A-43 17 696, DE-A-42 28 016, WO 90/05161, DE-A-41 16 404, EP-A-0 542 155, DE-A-42 37 535, PCT/EP 94/01946, DE-A-44 46 054, DE-A-195 13 235, as well as to DE-A-195 13 237, DE-A-196 24 641, CH 1996-1965/96 and DE-A-195 15 013.

Fig. 2a shows an enlarged cross-sectional view and Fig. 2b an enlarged longitudinal view of a filter element 1 from a curled biopolymer film 16.

Fig. 2c shows a longitudinal view of a cigarette 10 with a filter element 1 prepared according to the method shown in Fig. 2. A portion containing tobacco 11 and a portion containing the filter element 1 of the cigarette 10 are wrapped with cigarette paper 12. Moreover, the filter element 1 is wrapped with a strengthening band 13 up to the transition area to the portion containing tobacco 11.

Fig. 3 shows a method diagram for the preparation of a filter tow or filter material according to the present invention for the use as a cigarette filter and filter for smoker articles from an extruded foam from renewable raw materials such as starch.

The preparation of starch foam by means of extrusion is basically known from e.g. DE-A-32 06 751 and DE-A-43 17 697. Since about 1930 the so-called boiling extrusion of starch has been known. In said method the starch is gelatinized under pressure and temperature preferably in a double shaft extruder, destructured and extruded as a foam strand. Said technique is basically applied in the preparation of foamed snack products. Extruded starch foams are also known as packing chips. EP-A-0 447 792 discloses a method for the preparation by extrusion of paper foam from paper fibers, starch and completely saponified polyvinyl alcohol for the use as an insulating material.

According to the invention (Fig. 3) starch foam 20 from a basic mixture 21 of starch, preferably native potato starch, and plasticizing and film forming additives is compressed in an extrusion apparatus 3 by supplying thermal and mechanical energy, optionally modified, plasticized and expanded by a temperature and pressure drop, prepared as a foamed round profile having a diameter of 10 mm and rolled to a circle having a diameter of 7.8 mm and processed in a formatting process to filter rods having a length of 12.6 mm. The specific gravity of the foam filter elements is 12 kg/m³. Extremely advantageous is that the extruded starch foam 29 is basically open-pored so that the foamed filter material from destructed starch having a crystalline content of less than 5% is able to absorb the liquids and liquid harmful particles such as condensate and tar products contained in the tobacco smoke, wherein the starch foam itself does not emit inhalable, volatile matters into the tobacco smoke.

THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

Fig. 3a shows an enlarged cross-sectional view and Fig. 3b an enlarged longitudinal view of a filter element 1 from starch foam 20.

Fig. 3c shows a longitudinal view of a cigarette 10 with a filter element 1 prepared according to the method shown in Fig. 3. The portions containing the tobacco 11 and the filter element 1 of the cigarette 10 are wrapped with cigarette paper 12. Moreover, the filter element 1 is wrapped with an outer, strengthening band 13 up to the transition area to the portion containing tobacco 11.

In a single step method, as shown in Fig. 3, the starch foam 20 is prepared by extrusion with a double shaft extruder Continua 37 and compressed in a compression step, wherein it is processed in a calender apparatus 22 to an endless filter 7. The final shaping and separation to filter elements 1 takes place in a configuration apparatus 8. The method conditions and recipes for the single step method organization of the preparation of the filter tow or filter material from starch foam are shown in Tables I and Ia by means of 4 examples each. In this connection, a mainly elastic and compressible filter tow with an open-pore foam structure leads to a satisfying method result (Examples 1 to 3 and 5 to 8). In the method according to Examples 1 to 8 (Tables I and Ia) and Fig. 3 a double shaft extruder model Continua C 37 of the company Werner & Pfleiderer is used for the extrusion of the starch foam material. Said extruder has a die plate which can be provided with 1 to 4 die orifices having a diameter of 1.5 to 4 mm each. External cooling-heating devices control the temperature of the extruder arrangement. The extruder arrangement has six temperature zones, wherein the first four zones are kept at temperatures between 25 and 140°C. The temperature zones 5 and 6 can have temperatures between 140 and 165°C. The preferred temperature adjustments can be taken from Tables I and Ia:

Table I

Example		No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
Double shaft extruder					
Extruder data	Model	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
temp. zone 1		40°C	40°C	40°C	40°C
temp. zone 2		70°C	70°C	70°C	70°C
temp. zone 3		150°C	150°C	150°C	150°C
temp. zone 4		170°C	170°C	170°C	165°C
temp. zone 5		185°C	185°C	185°C	180°C
temp. zone 6		200°C	200°C	200°C	195°C
rpm		350	350	350	350
torque %		70	70	63	63
temp. of melt		195°C	180°C	190°C	190°C
pressure of melt		50 bars	40 bars	30 bars	30 bars
die diameter		2.5 mm	4.0 mm	4.0 mm	4.0 mm
number of dies		1	1	1	1
arrangement of dies		centrally	centrally	centrally	centrally
Dosage					
liquid dosage, water		5/55	5/35	5/10	5/10
solid matter dosage		16.0 kg/h	20.0 kg/h	23.0 kg/h	16.0 kg/h
Recipes					
potato starch		74.906 %	74.906 %	74.906 %	96.618 %
blowing agent		2.247 %	2.247 %	2.247 %	2.877 %
PVOH		22.472 %	22.472 %	22.472 %	0.000 %
flow auxiliary		0.375 %	0.375 %	0.375 %	0.483 %

Table I continued

Example	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
Calender				
pressure pair 1 of calender rolls	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
pressure pair 2 of calender rolls	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
pressure pair 3 of calender rolls	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
pressure pair 4 of calender rolls	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
System data				
diameter endless filter	0.95 cm	0.85 cm	0.80 cm	0.83 cm
diameter filter compressed	0.78 cm	0.78 cm	0.78 cm	not measurable
density endless filter	10.0 kg/m ³	12.6 kg/m ³	11.4 kg/m ³	16.0 kg/m ³
density filter compressed	13.3 kg/m ³	14.9 kg/m ³	11.9 kg/m ³	not measurable
Remarks				
	elastic	elastic	elastic	very strong
	flexible	flexible	flexible	brittle
	compressible	compressible	compressible	not compressible
	open-pore foam	open-pore foam	open-pore foam	coarse structure

Table Ia

Example	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
Double shaft extruder				
Extruder data	Model	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
temp. zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
temp. zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
temp. zone 3	150°C	150°C	150°C	150°C
temp. zone 4	170°C	170°C	170°C	165°C
temp. zone 5	185°C	185°C	185°C	180°C
temp. zone 6	200°C	200°C	200°C	195°C
rpm	350	350	350	350
torque %	85	90	70	70
temp. of melt	195°C	180°C	190°C	190°C
pressure of melt	50 bars	40 bars	30 bars	15 bars
die diameter	2.5 mm	4.0 mm	4.0 mm	4.0 mm
number of dies	1	1	1	1
arrangement of dies	centrally	centrally	centrally	centrally
Dosage	liquid dosage, water	5/55	5/35	5/10
	solid matter dosage	16.0 kg/h	20.0 kg/h	23.0 kg/h
				16.0 kg/h
Recipes	potato starch	74.906 %	74.906 %	74.906 %
	blowing agent	2.247 %	2.247 %	2.247 %
	polyester amide*	22.472 %	22.472 %	0.000 %
	polyester urethane **	0.000 %	0.000 %	22.472 %
	flow auxiliary	0.375 %	0.375 %	0.375 %

Table Ia continued

Example	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
Calender	pressure pair 1 of calender rolls	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
	pressure pair 2 of calender rolls	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
	pressure pair 3 of calender rolls	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
	pressure pair 4 of calender rolls	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
System data	diameter endless filter	0.95 cm	0.85 cm	0.78 cm
	diameter filter compressed	0.78 cm	0.78 cm	0.78
	density endless filter	12.0 kg/m ³	14.0 kg/m ³	11.0 kg/m ³
	density filter compressed	15.0 kg/m ³	16.0 kg/m ³	16.0 kg/m ³
Remarks	elastic	elastic	very elastic	very elastic
	flexible	flexible	very flexible	very flexible
	compressible	compressible	not	not
	open-pore	open-pore	compressible	compressible
	foam	foam	open-pore	open-pore
			foam	foam

* Polyester amide Bayer AG BAK 1095, EP-A-0 641 817

** Polyester urethane Bayer AG Degranil DLN, DE-A-196 51 151

The speeds of the double shaft extruder are preferably between 200 and 300 rpm. Together with the dosage amount of the basic material, the speed essentially determines the torque of the extruder arrangement. For the tests a speed of 350 rpm was selected. An optimum expansion of the starch foam 20 is achieved at mass temperatures of the melt between 160 to 195°C. Said mass temperatures were realized during the tests. In the extruder arrangement operating pressures between 25 to 55 bars arise, wherein the best results are achieved with high mass pressures. With respect to the die configuration, variations of the diameter, the number of dies and the arrangement of the die orifices in the die plate were tested. The die orifices were tested with a diameter of 1.5 to 3 mm, wherein the number of dies varied between 1 and 3 dies. The arrangement of the die orifices was tested from the center of the die plate to a medium diameter and to the greatest diameter. From the tests of the single step method one die having an opening diameter of 2.5 mm (Example 1) and one die having an opening diameter of 4 mm (Examples 2 to 4), which were placed centrally, were tested.

The basic materials for the preparation method of the filter tow or filter material according to the present invention are: native potato starch of the company Emsland, type Superior blowing agent (NaHCO_3 - CaCO_3 citric acid compound), polyvinyl alcohol of the company Hoechst, type Mowiol 17-88 and flow auxiliary (tricalciumphosphate), as well as possibly polyester amide (obtainable from the company Bayer AG under the name VP BAK 1095) as known from EP-A-0 641 817 and polyester urethane (obtainable from the company Bayer AG under the name Degranil DLN) as suggested in DE-A-196 15 151.

A single-shaft volumetric dosing apparatus is used for dosing the starch additive mixture (solid matter dosage), wherein the dosage amounts directly depend on the operating

parameters of the extruder arrangement. The apparatus uses a hollow shaft and has an operative range of 1.5 kg/h to 35 kg/h. The preferred dosage amounts can be taken from Fig. 4.

A membrane dosing apparatus model Gamma/5 of the company ProMint is used for liquid dosage. In Examples 1 to 8 the liquid dosage amount was varied from 0 to 5 liters/hour. In Table I the dosed volumes of the liquid are indicated as the stroke amount adjustment (in 0.1 ml/stroke) per stroke frequency adjustment (in strokes per minute) of the dosage pump. When the dosing apparatus is adjusted at 5:55, 0.5 ml per stroke are added in 55 strokes per minute. This results in a dosage amount of 27.5 ml per minute.

The calender arrangement 22 consists of four milled pulleys arranged in tandem. The diameter of the pulleys and the groove depth/groove width were varied in the tests. Furthermore, the application of tension springs with different tension strengths were tested, which can create a pressure acting against the pulleys of 5 to 100 N. The preferred pressures of the calender arrangement can be taken from Table I. The endless filter 7 from the starch foam 20 was thus decreased to varying sizes and then brought to a standardized final diameter.

During a subsequent conditioning the starch foam 20 is optionally adjusted to a particular residual water content.

A pelletizer with an incorporated draw-in roller is used as the configuration arrangement 8. At a constant draw-in rate the length of the filter elements 1 or the cigarette filter can be adjusted by the adjustment of the cutter speed and the number of cutters.

Based on the Examples carried out, the following findings were made:

When the screw speed of the extruder arrangement is increased, the mass pressure and the melting temperature increase and the expansion of the starch foam improves. At the same time the dosage amount has to be increased in order to maintain this effect. If a great amount of liquid is added, the starch foam expands very much directly behind the die and then collapses. Therefore, the dosage amount ratio of the solid matters and the liquid must be exactly adjusted. The adjustable operating parameters are limited by the maximum torque of the extruder arrangement 3 so that the transferred amount and the temperature control during the processing of the basic materials in the extruder are in the medium range. Depending on the adjusted operating parameters of the extruder and dosage arrangements, before passing through the calender arrangement 22 the endless filter 7 from starch foam 20 has a density between 6 kg/m^3 to 10 kg/m^3 . After compression in the calender arrangement 22, the density of the endless filter 7 increases since the volume is decreased at a constant mass. Said density increase essentially depends on the diameter of the endless filter 7 upstream of the calender arrangement 22, the number of pulleys and the pressures.

In a two-step method, first the starch granulate is prepared according to a known method (e.g. DE-A-43 17 696 or WO 90/05161). Then the starch granulate is processed in a further extrusion process in a single shaft extruder to a starch foam strand and fabricated to a filter tow or filter element 1 under conditions similar to those of the single step process. A detailed description of this method is therefore not necessary. Based on four examples each, Tables II and IIa show method conditions and recipes for the preparation of a thermoplastic starch polymer granulate (first method step).

Tables III and IIIa show the method conditions for the preparation of filter tows or filter material from a thermoplastic starch polymer granulate which is processed to starch foam (second method step).

Table II

Example

Double shaft extruder

		No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
Extruder data		Model	Continua C 37	Continua C 37	Continua C 37
	temp. zone 1	40°C	40°C	40°C	40°C
	temp. zone 2	70°C	70°C	70°C	70°C
	temp. zone 3	120°C	120°C	120°C	120°C
	temp. zone 4	120°C	120°C	120°C	120°C
	temp. zone 5	120°C	120°C	120°C	120°C
	temp. zone 6	120°C	120°C	120°C	120°C
	rpm	350	350	350	350
	torque %	70	70	70	70
	temp. of melt	125°C	125°C	125°C	125°C
	pressure of melt	50 bars	40 bars	30 bars	30 bars
	die diameter	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm
	number of dies	2	2	2	2
	arrangement of dies	parallel	parallel	parallel	parallel
Dosage	liquid dosage, water	25/55	25/55	25/55	25/55
	solid matter dosage	23.0 kg/h	23.0 kg/h	23.0 kg/h	23.0 kg/h
Recipes	potato starch	74.906 %	74.906 %	74.906 %	96.618 %
	sponging agent	2.247 %	2.247 %	2.247 %	2.877 %
	PVOH	22.472 %	22.472 %	22.472 %	0.000 %
	flow auxiliary	0.375 %	0.375 %	0.375 %	0.483 %
System data		granulate diameter	0.20 cm	0.20 cm	0.20 cm
Remarks		On a single shaft extruder the thermoplastic starch polymer granulates are processed to the filter tow from BIOPUR starch foam according to the present invention / Table III			

Table IIA

Example

Double shaft extruder

Extruder data Model	Continua C 37		Continua C 37		Continua C 37		No. 8
	40°C	70°C	40°C	70°C	40°C	70°C	
temp. zone 1	40°C	70°C	40°C	70°C	40°C	70°C	
temp. zone 2							
temp. zone 3	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	
temp. zone 4	170°C	170°C	170°C	170°C	170°C	170°C	
temp. zone 5	185°C	185°C	185°C	185°C	185°C	185°C	
temp. zone 6	200°C	200°C	200°C	200°C	200°C	200°C	
rpm	350	350	350	350	350	350	
torque %	86	70	70	78	78	70	
temp. of melt	205°C	205°C	205°C	205°C	205°C	205°C	
pressure of melt	50 bars	40 bars	40 bars	40 bars	40 bars	30 bars	
die diameter	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	
number of dies	2	2	2	2	2	2	
arrangement of dies	parallel	parallel	parallel	parallel	parallel	parallel	
Dosage	liquid dosage, water	25/55	15/55	25/55	15/55	15/55	
	solid matter dosage	23.0 kg/h	18.0 kg/h	23.0 kg/h	18.0 kg/h	18.0 kg/h	
Recipes	potato starch	74.906 %	74.906 %	74.906 %	74.906 %	96.618 %	
	polyester amide*	22.472 %	22.472 %	22.472 %	0.000 %	0.000 %	
	polyester urethane**	0.000 %	0.000 %	22.472 %	22.472 %	22.472 %	
	flow auxiliary	0.375 %	0.375 %	0.375 %	0.375 %	0.375 %	
System data	granulate diameter	0.20 cm	0.20 cm	0.20 cm	0.20 cm	0.20 cm	
Remarks	On a single shaft extruder the thermoplastic starch polymer granulates are processed to the filter tow from BIOPUR starch foam according to the present invention /Table III						

* Polyester amide Bayer AG BAK1095, EP-A-0641 817

** Polyester urethane Bayer AG Degranil DLN, DE-A-196 51 151

Table III

Example	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
Single shaft extruder				
Extruder data	50 mm	50 mm	50 mm	50 mm
screw diameter	135 cm	135 cm	135 cm	135 cm
screw length	45 sec	45 sec	45 sec	45 sec
residence time	40°C	40°C	40°C	40°C
temp. zone 1	70°C	70°C	70°C	70°C
temp. zone 2	190°C	190°C	190°C	190°C
temp. zone 3	190°C	190°C	190°C	190°C
temp. zone 4	190°C	190°C	190°C	190°C
temp. zone 5	195°C	190°C	185°C	190°C
temp. zone 6	350	350	350	350
rpm	25 Ampere	26 Ampere	27 Ampere	26 Ampere
current consumption	197°C	192°C	187°C	190°C
temp. of melt	50 bars	50 bars	50 bars	30 bars
pressure of melt	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm
die diameter	2	2	2	2
number of dies	parallel	parallel	parallel	parallel
arrangement of dies				
Dosage	48.0 kg/h	48.0 kg/h	48.0 kg/h	48.0 kg/h
solid matter dosage				
Recipes	cf. Table II	No. 1	No. 2	No. 4

Table III continued

Example	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
Calender				
pressure pair 1 of calender rolls	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
pressure pair 2 of calender rolls	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
pressure pair 3 of calender rolls	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
pressure pair 4 of calender rolls	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
System data				
diameter endless filter	0.97 cm	0.85 cm	0.83 cm	0.85 cm
diameter filter compressed	0.78 cm	0.78 cm	0.78 cm	not measurable
density endless filter	10.2 kg/m ³	10.1 kg/m ³	9.5 kg/m ³	16.0 kg/m ³
density filter compressed	15.7 kg/m ³	13.1 kg/m ³	10.7 kg/m ³	
Remarks				
	elastic	elastic	elastic	very strong
	flexible	flexible	flexible	brittle
	compressible	compressible	compressible	not compressible
	open-pore foam	open-pore foam	open-pore foam	coarse structure

Table IIIa

Example	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
Single shaft extruder				
Extruder data	50 mm	50 mm	50 mm	50 mm
screw diameter	135 cm	135 cm	135 cm	135 cm
screw length	45 sec	45 sec	45 sec	45 sec
residence time	40°C	40°C	40°C	40°C
temp. zone 1	70°C	70°C	70°C	70°C
temp. zone 2	190°C	190°C	190°C	190°C
temp. zone 3	190°C	190°C	190°C	190°C
temp. zone 4	190°C	190°C	190°C	190°C
temp. zone 5	195°C	190°C	185°C	190°C
temp. zone 6	350	350	350	350
rpm	25 Ampere	26 Ampere	27 Ampere	26 Ampere
current consumption	208°C	208°C	205°C	208°C
temp. of melt	280 bars	280 bars	260 bars	260 bars
pressure of melt	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm	1.5 mm
die diameter	2	2	2	2
number of dies	parallel	parallel	parallel	parallel
arrangement of dies				
Dosage	48.0 kg/h	48.0 kg/h	48.0 kg/h	48.0 kg/h
solid matter dosage				
Recipes	cf. Table IIa	No. 5	No. 6	No. 7
				No. 8

Table IIIa continued

Example		No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
Calender	pressure pair 1 of calender rolls	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²	10 N/cm ²
	pressure pair 2 of calender rolls	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²	30 N/cm ²
	pressure pair 3 of calender rolls	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²	50 N/cm ²
	pressure pair 4 of calender rolls	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²	70 N/cm ²
System data	diameter endless filter	0.97 cm	0.90 cm	0.78 cm	0.78 cm
	diameter filter compressed	0.78 cm	0.78 cm	0.78 cm	0.78 cm
	density endless filter	9.5 kg/m ³	9.5 kg/m ³	9.5 kg/m ³	9.0 kg/m ³
	density filter compressed	12.0 kg/m ³	11.0 kg/m ³	9.5 kg/m ³	9.0 kg/m ³
Remarks		elastic	elastic	very elastic	very elastic
		flexible	flexible	very flexible	very flexible
		compressible	compressible	not	not
				compressible	compressible
		open-pore foam	open-pore foam	open-pore foam	open-pore foam

Fig. 4 graphically shows results of biodegradation tests for the filter material according to the present invention, wherein line a) represents starch foam, line b) fibers and films (starch material BIOFLEX® BF 102), line c) cellulose powder and line d) cellulose-2,5-acetate. The essential property of the filter material according to the present invention is the rapid biodegradation. Said property was tested (at the institute O.W.S. in Gent, Belgium) with the starch polymer material BIOFLEX® BF 102 according to the following method: CEN Draft "Evaluation of the Ultimate Aerobic Biodegradability and Disintegration of Packing Materials under Controlled Composting Conditions - Method by Analysis of Released Carbon Dioxide" according to modified ASTM D 5338-92. Under the test conditions, 96.6% of the starch material BIOFLEX® BF 102 of which the fibers and films for the preparation of the filter tow or filter material according to the present invention consist, were mineralized after 45 days. Only 79.6% of the reference substance, pure cellulose powder (line c)) which is regarded as completely biodegradable, degraded in the same time under the same conditions. According to an opinion of the institute O.W.S., BIOFLEX® BF 102 can therefore be regarded as completely biodegradable. Due to its porous surface and polymer composition, the filter material from starch foam (line d)) completely biodegrades more rapidly. The excellent biodegradability was determined by the CSB (chemical oxygen requirement in mg/l) and the BSB₅ (biological oxygen requirement in mg/l), wherein a CSB of 1050 mg/l and a BSB₅ of 700 mg/l were measured. The quotient from $BSB_5/CSB \times 100$ gives the very high biodegradability of 66%, wherein values of more than 50% are regarded as a very good biodegradability. After 10 days only, more than 90% of the filter material from starch foam biodegraded under aerobic composting conditions. All filter materials according to the present invention correspond to the quality requirements of the LAGA Information Sheet M 10: Quality criteria and application recommendations for compost and DIN 54 900: "Testing the compostibility of polymer materials" and the "ok Compost" certification.

C l a i m s

THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

1. Biodegradable filter element (1) or filter tow for tobacco smoke filter elements including a filter material from renewable raw materials, characterized in that the renewable raw material is a starch and/or a starch-based polymer composition.
2. The filter element according to claim 1, characterized in that the starch-based polymer composition is provided as a fiber.
3. The filter element according to claim 1, characterized in that the starch-based polymer composition is provided as a film.
4. The filter element according to claim 1, characterized in that the starch and/or the polymer composition is provided as a foam.
5. The filter element according to any one of claims 1 to 4, characterized in that the filter material is compressed to a strand transversely to its axis and wrapped.
6. Method for preparing filter elements according to any one of claims 1 to 5, characterized by the steps:
 - a) continuously supplying a dosed mixture of renewable raw materials and/or a starch-based polymer composition as well as further additives in an extruder,
 - b) heating and kneading the mixture under a defined temperature-pressure characteristic for the development of a melt,
 - c) extruding the melt through a die,
 - d) developing an extrudate with porous configuration,

This Sheet Has Been Replaced





THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

- e) compressing the extrudate and developing of an endless round filter rod, and
 - f) wrapping the round filter rod and developing single filter elements.
7. The method according to claim 6, characterized in that steps c) and d) continuously follow each other.
 8. The method according to claim 6, characterized in that in a first method step comprising steps a) to c) a thermoplastic starch polymer granulate is prepared which is processed in a single-shaft extruder to filter elements in a second method step according to steps a) to f).
 9. The method according to claim 6 or 8, characterized in that the extruder used in method steps a) to c) is a double shaft extruder Continua C37.
 10. The method according to any one of claims 6 to 9, characterized in that the renewable raw material is a native or modified starch, preferably a native potato starch.
 11. The method according to any one of claims 6 to 10, characterized in that the further additives are a blowing agent, polyvinyl alcohol and a flow auxiliary.
 12. The method according to any one of claims 6 to 10, characterized in that the further additives are polyester amide, polyester urethane, a flow auxiliary and optionally a blowing agent.
 13. The method according to any one of claims 6 to 12, characterized in that the extrudate is extruded as filaments, a film or foam.

This Sheet Has Been Replaced





THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

14. The method according to any one of claims 6 to 13, characterized in that the dies have more than 1000 die orifices for the extrusion of filaments, 1 to 2 die orifices for the extrusion of films and 1 to 40 die orifices for the extrusion of foam, respectively.
15. The method according to any one of claims 6 to 14, characterized in that the die for the extrusion of films is a film die or a tubular die or double tubular die and that a flat film or a blown film is formed.
16. The method according to any one of claims 6 to 15, characterized in that the extruder arrangements have a plurality of temperature zones, preferably six temperature zones.
17. The method according to any one of claims 6 to 16, characterized in that method step a) takes place in a first and second temperature zone and method step b) takes place in a third to sixth temperature zone.
18. The method according to any one of claims 6, 7 or 9 to 17, characterized in that the following temperature profile is used:
- | | |
|---------|-------------|
| Zone 1: | 25 - 45°C |
| Zone 2: | 70 - 110°C |
| Zone 3: | 110 - 160°C |
| Zone 4: | 150 - 220°C |
| Zone 5: | 180 - 220°C |
| Zone 6: | 180 - 220°C |
- and the melt is extruded at 180 - 220°C as a foam.
19. The method according to claim 8 or claim 8 in combination with any one of claims 9 to 17, characterized in that the following temperature profile is used:

This Sheet Has Been Replaced





Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 100°C
Zone 3:	90 - 120°C
Zone 4:	90 - 120°C
Zone 5:	90 - 120°C
Zone 6:	90 - 125°C

and the melt is extruded at 80 - 180°C as a granulate.

20. The method according to claim 19, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 120°C
Zone 3:	100 - 190°C
Zone 4:	140 - 190°C
Zone 5:	140 - 190°C
Zone 6:	140 - 200°C

and the melt is extruded at 150 - 200°C as a foam.

21. The method according to claim 6, characterized in that the melt is plasticized before extrusion.

This Sheet Has Been Replaced



THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

A b s t r a c t**Biodegradable Filter Material and Method for Preparing it**

There is provided a biodegradable filter tow or filter material from renewable raw materials for the use as a tobacco smoke filter element of cigarettes, cigars or pipes as well as a method for preparing it, wherein fibers, films or foams prepared in an extrusion method from biopolymers based on thermoplastic starch or its polymer compositions are processed to the filter tow or filter material according to the present invention.

The advantages of this invention reside in the use of mainly renewable raw materials, a fast and complete biodegradability of the natural biopolymer filter material, a pollutant-reducing flavour-increasing filtering effect and an economically favourable preparation method.

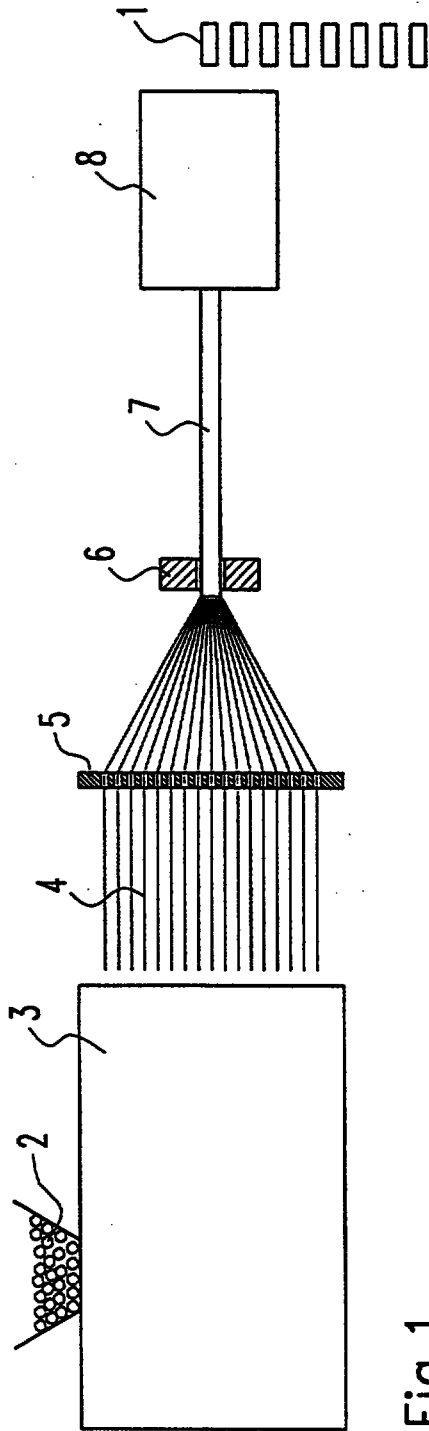


Fig. 1



Fig. 1a

Fig. 1b

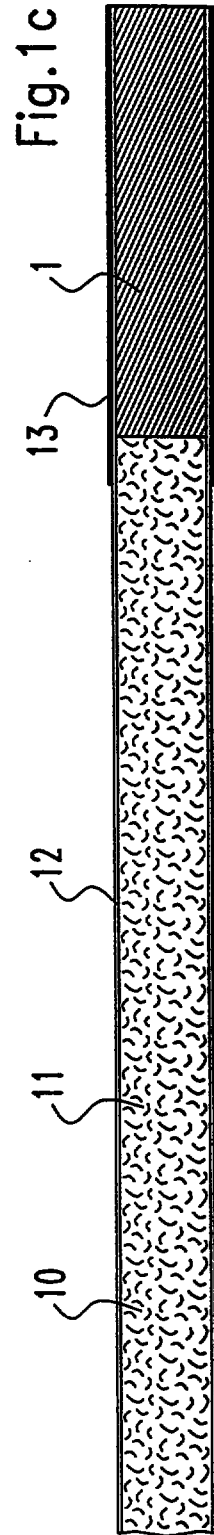
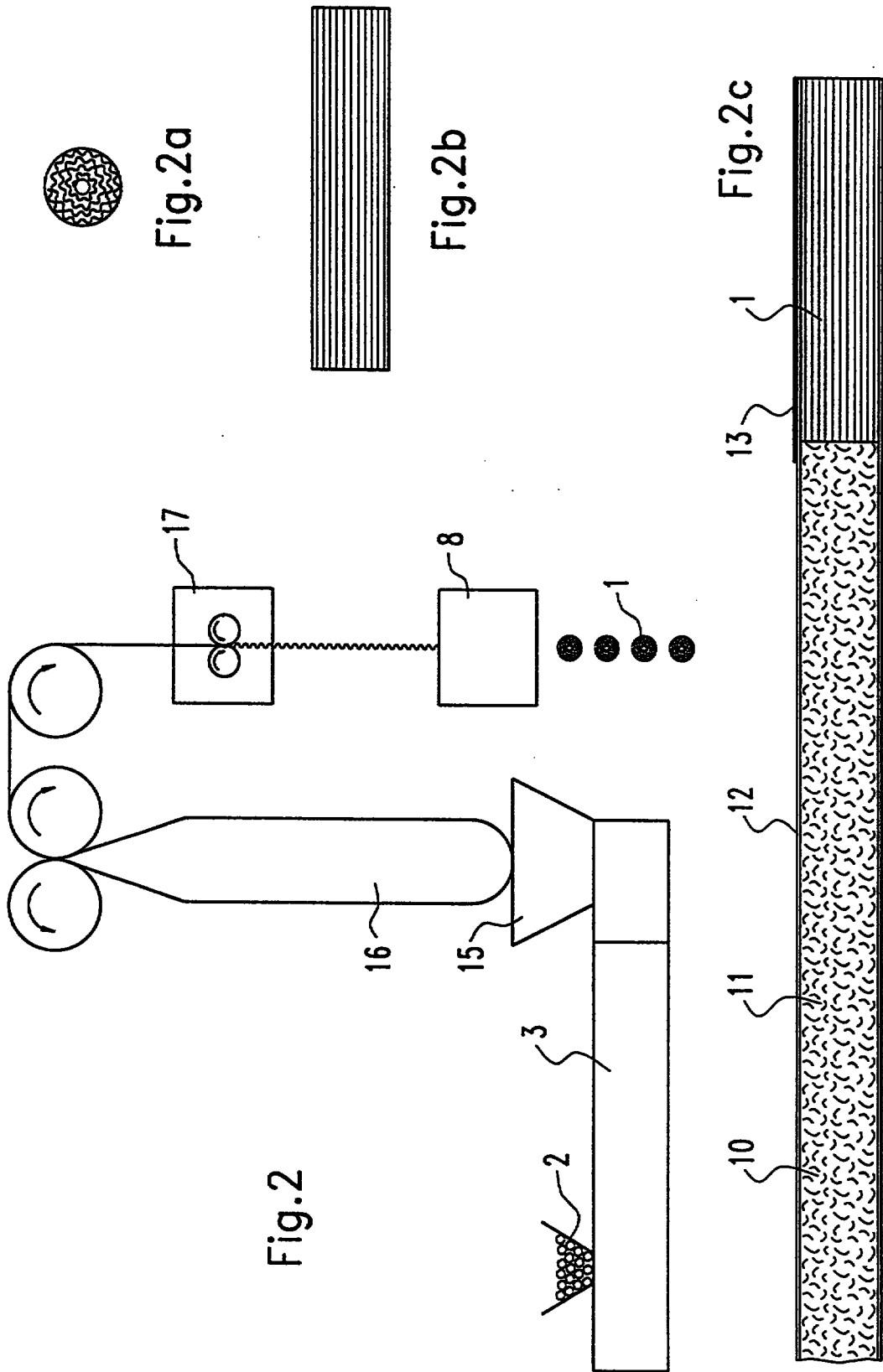


Fig. 1c



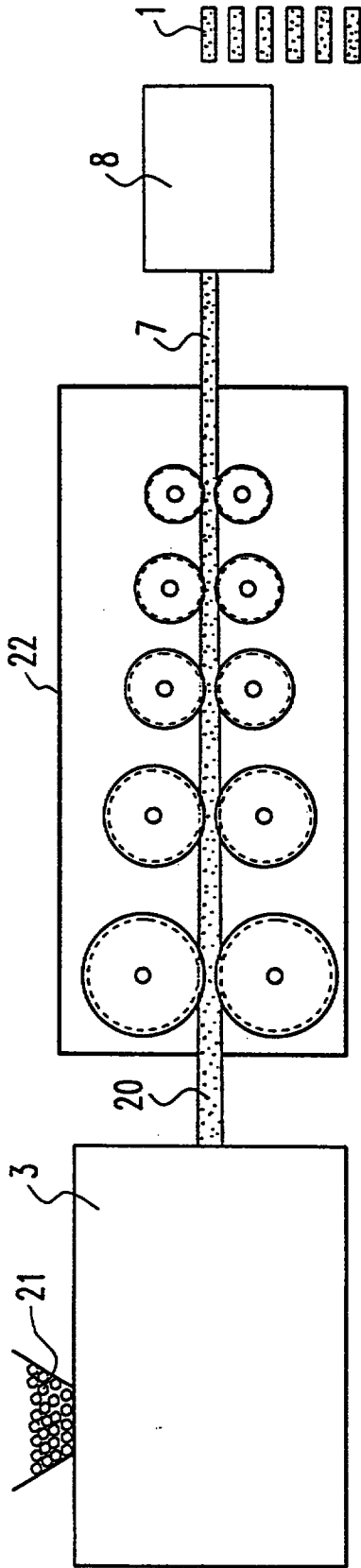


Fig. 3



Fig. 3a

Fig. 3b

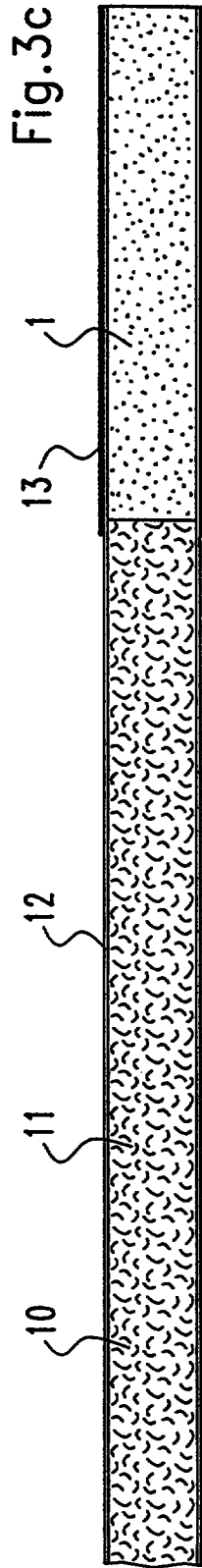


Fig. 3c

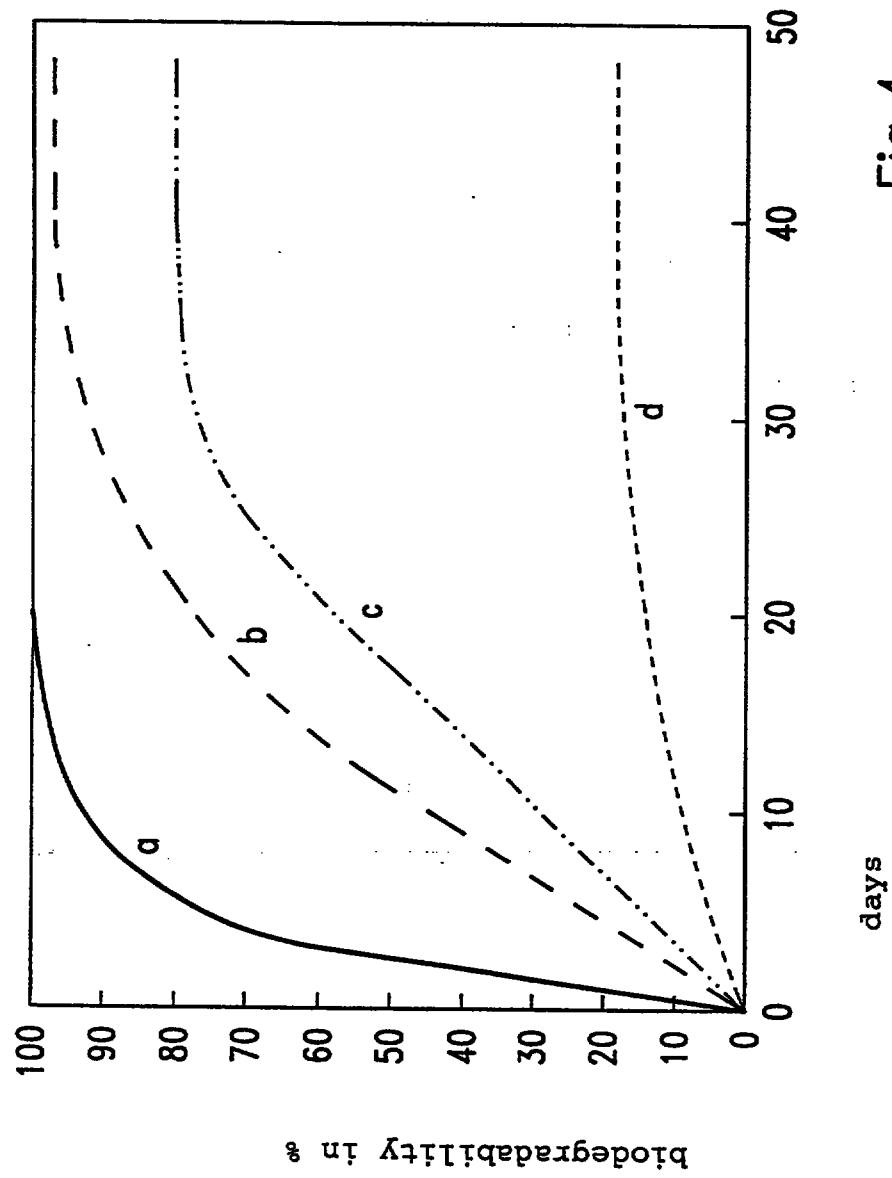


Fig.4

10.08.1997

Vollständiger Text
Europ. Pat. Anm.
Sachverh. 4 - 21075 München

Verfahren zur Herstellung von biologisch abbaubarem Filtermaterial

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von biologisch abbaubarem Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen zur Verwendung als Tabakrauchfilterelement von Zigaretten, Zigarren oder Pfeifen.

Raucherartikel wie z.B. Zigaretten haben eine zylindrische Form, in der das rauchbare Tabakmaterial in geschreddeter Form von einer Hülle aus Papier umgeben ist. Überwiegend besitzen diese Zigaretten an einem Ende ein Filter, das mit der Zigarette durch eine Banderole verbunden ist. Filterelemente und Zigarettenfilter sind in der Literatur umfangreich als Filtertow beschrieben. Für die Herstellung von Zigarettenfilter wird üblicherweise ein Fasermaterial aus den Werkstoffen Cellulose-2,5-acetat oder Polypropylen verwendet. Bekannt ist ferner die Verwendung von Papier oder Watte. Gemäß bekannten Verfahren wird Celluloseacetatfasermaterial im wesentlichen nach dem Düsenspinnverfahren hergestellt. Aus den Celluloseacetatfilamenten und/oder aus Celluloseacetatspinnfasern, die gekräuselt bzw. stauchkammergekräuselt sind, werden die Filtertows zunächst als Filterstäbe hergestellt, indem das gekräuselte Band gestreckt, im Volumen vergrößert und in einer Formatiereinrichtung auf die gewünschte Dimension gebracht und mit Papier umwickelt wird. Die Cellulose-2,5-acetatrohstoffe werden üblicherweise mit Glycerinacetat als Weichmacher compoundingiert, welches nicht unproblematisch im Tabakrauch enthalten ist. Zur Definition und Beschreibung eines Filtertows und Tabakrauchfilterelementes wird auf die DE-A-41 09 603 und die DE-A-1 079 521 verwiesen. Verfahren zur Herstellung von Filtertows und Fil-

die US-A-5 396 909 beschreibt ein Zigarettenfilter mit einem Filtertow aus Celluloseacetat. Die WO 93/07771 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Zigarettenfilters aus Cellulose-2,5-acetat, für welches durch die Mitverwendung von Stärke die Abbaugeschwindigkeit beschleunigt werden soll. Die EP-A-0 597 478 betrifft ein biologisch abbaubares Celluloseacetat mit einem Substitutionsgrad von 1,0 bis 2,15 zur Verwendung als Rohstoff für die Herstellung von u.a. Zigarettenfiltern. Die EP-A-0 539 191 zeigt ein leichtgewichtiges Zigarettenfilter, in dem das Filtermaterial teilweise aus einem geschlossenporigen Schaum besteht. Dadurch wird eine Gewichtsreduktion des Filters erreicht. Eine verbesserte biologische Abbaubarkeit offenbaren die DE-A-40 13 293 und die DE-A-40 13 304 durch Verwendung des Biopolymers Polyhydroxybuttersäure und/oder des Copolymers Polyhydroxybuttersäure/Polyhydroxyvaleriansäure (PHB/PHV) als Faserrohstoff zur Herstellung eines Filtertows.

EP-A-0 614 620 beschreibt ein biologisch abbaubares Filterelement in Form eines Schaums oder einer Folie auf Basis von Stärke. Das Filtermaterial wird durch Extrusion hergestellt. Die Extruderanlage weist mehrere Temperaturzonen auf.

GB-A-2 205 102 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Zigarettenfiltern aus extrudiertem Polysaccharidmaterial wie z.B. Stärke, in Form von Folie, Schaum oder Strang. Biologisch abbaubare Stärkefasern und ihre Verwendung in Zigarettenfiltern sind aus EP-A-0 541 050 bekannt.

Wie diese Vielzahl von Lösungsmöglichkeiten zeigen, besteht aufgrund des gestiegenen Umweltbewußtseins das Bedürfnis nach einem verbesserten Filtermaterial, z.B. für Zigarettenfilter, mit insbesondere guten biologischen Abbaueigenschaften.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Filtertow bzw. ein Filtermaterial aus nachwachsenden Rohstoffen zur Herstellung von Zigarettenfiltern bzw. Filtern für Raucherwaren bereitzustellen, das gute Filtereigenschaften aufweist, keine Beeinflussung des Rauchgenusses bzw. Aromaverlust verursacht und dessen biologische Abbaubarkeit verbessert wird.

Diese Aufgabe wird mit den Merkmalen der Ansprüche gelöst.

Bei der Lösung dieser Aufgabe geht die Erfindung von dem Grundgedanken aus, ein Filtertow bzw. Filtermaterial aus Fasern und Filamenten aus Biopolymeren auf Basis von thermoplastischer Stärke und deren Polymermischungen herzustellen.

im wesentlichen offenporig ist, so daß das aufgeschäumte Filtermaterial aus destrukturierter Stärke mit einem kristallinen Anteil von weniger als 5 % in der Lage ist, die im Tabakrauch enthaltenen Flüssigkeiten und flüssigen Schadstoffe, wie Kondensat und Teerprodukte, zu adsorbieren, wobei der Stärkeschaumstoff selbst keine inhalierbaren, flüchtigen Produkte in den Tabakrauch emittiert.

Die Figur 3a zeigt einen vergrößerten Querschnitt und die Figur 3b einen vergrößerten Längsschnitt eines Filterelementes 1 aus einem Stärkeschaum 20.

Die Figur 3c zeigt einen Längsschnitt einer Zigarette 10 mit einem Filterelement 1 wie es gemäß in Figur 3 dargestelltem Verfahren hergestellt wird. Dem Tabak 11 und das Filterelement 1 enthaltende Abschnitte der Zigarette 10 sind gemeinsam mit Zigarettenspapier 12 umwickelt. Ferner ist das Filterelement 1 bis in den Übergangsbereich zum den Tabak 11 enthaltenden Abschnitt mit einer äußeren, verstärkenden Bänderole 13 umwickelt.

In einem einstufigen Verfahren, wie in Fig. 3 dargestellt, wird der Stärkeschaum 20 durch Extrusion mittels eines Zweiwellenextruders Continua 37[®] hergestellt und in einem Kompressionsschritt verdichtet, wobei er in einer Kalandieranlage 22 zu einem Endlosfilter 7 verarbeitet wird. Die abschließende Formgebung und Vereinzelung zu Filterelementen 1 erfolgt in einer Konfigurationsanlage 8. Die Verfahrensbedingungen und Rezepturen zur einstufigen Verfahrensgestaltung der Herstellung des Filtertows bzw. Filtermaterials aus Stärkeschaum sind in Tabelle I und IA anhand von je 4 Beispielen gezeigt. Dabei stellt ein im wesentlichen elastischer und komprimierbarer Filtertow mit einer offenporigen Schaumstruktur ein befriedigendes Verfahrensergebnis dar (Beispiele 1 bis 3 und 5 bis 8). Bei den Verfahren gemäß Beispiel 1 bis 8 (Tabelle I und Ia) und Fig. 3 wird ein Zweiwellenextruder vom Typ Continua C 37 der Firma Werner &



P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung von biologisch abbaubaren Filterelementen (1) bzw. Filtertows für Tabakrauchfilterelemente mit einem Filtermaterial aus einer Stärke und/oder einer Polymermischung auf Stärkebasis mit den folgenden Verfahrensschritten:
 - a) kontinuierliches Zuführen einer dosierten Mischung aus nachwachsenden Rohstoffen und/oder einer Polymermischung auf Stärkebasis sowie weiteren Additiven in eine Extruderanlage, wobei die weiteren Additive Polyvinylalkohol, Polyesteramid und/oder Polyesterurethan, ein Fließhilfsmittel sowie gegebenenfalls ein Treibmittel sind,
 - b) Erhitzen und Kneten der Mischung unter einem definierten Temperatur-Druckregime zur Ausbildung einer Schmelze,
 - c) Extrudieren der Schmelze durch eine Düse,
 - d) Ausbilden eines Extrudates mit luftdurchlässiger Konfiguration,
 - e) Komprimieren des Extrudates und Ausbilden eines endlosen Rundfilterstabes und
 - f) Umhüllen des Rundfilterstabes und Ausbilden einzelner Filterelemente.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schritte c) und d) kontinuierlich aufeinanderfolgen.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in einer ersten Verfahrensstufe mit den Schritten a) bis c) ein thermoplastisches Stärke-Polymer-Granulat hergestellt wird, das in einer zweiten Verfahrensstufe in einem Einwellenextruder nach den Schritten a) bis f) zu Filterelementen verarbeitet wird.



4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß der in den Verfahrensschritten a) bis c) eingesetzte Extruder ein Zweiwellenextruder ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der nachwachsende Rohstoff eine native oder modifizierte Stärke, vorzugsweise eine native Kartoffelstärke ist.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Extrudat als Spinnfäden, Folie oder Schaum ausgetragen wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen mehr als 1000 Düsenöffnungen für die Extrusion von Spinnfäden, 1 bis 2 Düsenöffnungen für die Extrusion von Folien bzw. 1 bis 40 Düsenöffnungen für die Extrusion von Schaum aufweisen.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse für die Extrusion von Folien eine Breitschlitzdüse oder eine Ringdüse bzw. Doppelringdüse ist und eine Flachfolie oder eine geblasene Folie geformt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Extruderanlagen mehrere Temperaturzonen, vorzugsweise sechs Temperaturzonen aufweisen.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Verfahrensschritt a) in einer 1. und 2. Temperaturzone und der Verfahrensschritt b) in einer 3. bis 6. Temperaturzone abläuft.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 4 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

GEFÄHRDUTES BLATT
FOLIE



Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	70 - 110°C
Zone 3:	110 - 160°C
Zone 4:	150 - 220°C
Zone 5:	180 - 220°C
Zone 6:	180 - 220°C

und die Schmelze als Schaum bei 180 - 220°C extrudiert wird.

12. Verfahren nach Anspruch 3 oder Anspruch 3 in Kombination mit einem der Ansprüche 4 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 100°C
Zone 3:	90 - 120°C
Zone 4:	90 - 120°C
Zone 5:	90 - 120°C
Zone 6:	90 - 125°C

und die Schmelze als Granulat bei 80 - 180°C extrudiert wird.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das folgende Temperaturregime gefahren wird:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	60 - 120°C
Zone 3:	100 - 190°C
Zone 4:	140 - 190°C
Zone 5:	140 - 190°C
Zone 6:	140 - 200°C

und die Schmelze als Schaum bei 150 - 200°C extrudiert wird.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmelze vor dem Extrudieren plastifiziert wird.



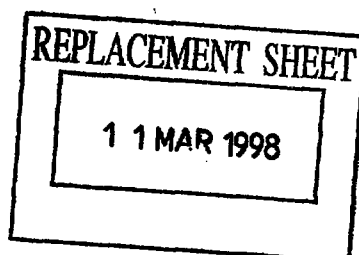
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß das Filtermaterial strangförmig, quersaxial verdichtet und umhüllt ist.

ANNEX TO THE INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Method for Preparing a Biodegradable Filter Material

The invention relates to a method for preparing a biodegradable filter material from renewable raw materials for the use as tobacco smoke filter elements of cigarettes, cigars or pipes.

Smoker articles such as for example cigarettes have a cylindrical shape in which the shredded smokable tobacco material is surrounded by a paper wrap. The majority of said cigarettes have at the one end a filter which is connected to the cigarette by means of a band. Filter elements and cigarette filters are extensively described in the literature as filter tows. For the preparation of cigarette filters usually a fiber material made of the materials cellulose-2,5-acetate or polypropylene is used. The use of paper or cotton wool is known either. According to a known method a cellulose acetate fiber material is prepared in most cases by the nozzle (spinneret) spinning process. From the cellulose acetate filaments and/or cellulose acetate spun fibers which are curled or crushed in a compression chamber, the filter tows are at first prepared as filter rods by stretching the curled ribbon, increasing it in volume and bringing it in the desired dimension in a formatting device and wrapping it with paper. The cellulose-



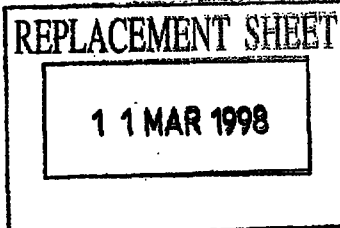
11 MAR 1998

preparation on the basis of cellulose ester monofilaments by the use of up to 30% water-soluble polymers, e.g. starches, in order to improve the degradability of the filter tow. In order to improve the degradability of cigarette filters on the basis of cellulose acetate (fibers), EP-A-0 641 525 suggests the co-application of wood pulp. Also US-A-5 396 909 describes a cigarette filter with a filter tow from cellulose acetate. WO 93/07771 describes a method for the preparation of a cigarette filter from cellulose-2,5-acetate, the degradation rate of which should be accelerated by the co-application of starch. EP-A-0 597 478 relates to a biodegradable cellulose acetate with a substitution coefficient of 1.0 to 2.15 for the use as a raw material for the preparation of i.a. cigarette filters. EP-A-0 539 191 shows a low-weight cigarette filter in which the filter material partly consists of a closed-pore foam. Thus, a reduction of the filter weight is achieved. An improved biodegradability is disclosed in DE-A-40 13 293 and DE-A-40 13 304 which is achieved by using the biopolymer polyhydroxy butyric acid and/or the copolymer polyhydroxy butyric acid/polyhydroxy valeric acid (PHB/PHV) as the fiber raw material for the preparation of a filter tow.

EP-A-0 614 620 describes a biodegradable filter element in the form of a foam or a film on the basis of starch. The filter material is prepared by extrusion. The extruder arrangement comprises a plurality of temperature zones.

GB-A-2 205 102 describes a method for preparing cigarette filters from an extruded polysaccharide material such as, e.g., starch, in the form of a film, foam or strand. Biodegradable starch fibers and their use in cigarette filters are also known from EP-A-0 541 050.

As can be seen by this variety of solutions, based on the increased environmental consciousness there is the need for an improved filter material, e.g. for cigarette filters, having good biodegradability properties.



It is the object of this invention to provide a filter tow or filter material from renewable raw materials for the preparation of cigarette filters or filters for smoker articles which has good filtering properties, does not influence the taste of the smoke or does not lead to a flavour loss and the biodegradability of which is improved.

This object is achieved with the features of the claims.

In achieving this object, the invention is based on the concept to provide a filter tow or filter material from

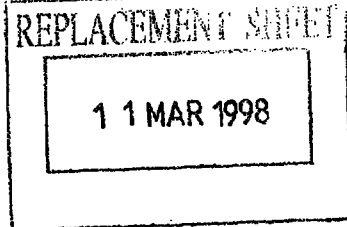


Fig. 3a shows an enlarged cross-sectional view and Fig. 3b an enlarged longitudinal view of a filter element 1 from starch foam 20.

Fig. 3c shows a longitudinal view of a cigarette 10 with a filter element 1 prepared according to the method shown in Fig. 3. The portions containing the tobacco 11 and the filter element 1 of the cigarette 10 are wrapped with cigarette paper 12. Moreover, the filter element 1 is wrapped with an outer, strengthening band 13 up to the transition area to the portion containing tobacco 11.

In a single step method, as shown in Fig. 3, the starch foam 20 is prepared by extrusion with a double shaft extruder Continua 37® and compressed in a compression step, wherein it is processed in a calender apparatus 22 to an endless filter 7. The final shaping and separation to filter elements 1 takes place in a configuration apparatus 8. The method conditions and recipes for the single step method organization of the preparation of the filter tow or filter material from starch foam are shown in Tables I and Ia by means of 4 examples each. In this connection, a mainly elastic and compressible filter tow with an open-pore foam structure leads to a satisfying method result (Examples 1 to 3 and 5 to 8). In the method according to Examples 1 to 8 (Tables I and Ia) and Fig. 3 a double shaft extruder model Continua C 37 of the company Werner & Pfleiderer is used for the extrusion of the starch foam material. Said extruder has a die plate which can be provided with 1 to 4 die orifices having a diameter of 1.5 to 4 mm each. External cooling-heating devices control the temperature of the extruder arrangement. The extruder arrangement has six temperature zones, wherein the first four zones are kept at temperatures between 25 and 140°C. The temperature zones 5 and 6 can have temperatures between 140 and 165°C. The preferred temperature adjustments can be taken from Tables I and Ia:



11 MAR 1998

C l a i m s

1. Method for preparing biodegradable filter elements (1) or filter tows for tobacco smoke filter elements including a filter material from starch and/or a starch-based polymer composition, comprising the following method steps:
 - a) continuously supplying a dosed mixture of renewable raw materials and/or a starch-based polymer composition as well as further additives in an extruder arrangement, wherein the further additives are polyvinyl alcohol, polyester amide and/or polyester urethane, a flow auxiliary and optionally a blowing agent,
 - b) heating and kneading the mixture under a defined temperature-pressure characteristic for the development of a melt,
 - c) extruding the melt through a die,
 - d) developing an extrudate with porous configuration,
 - e) compressing the extrudate and developing of an endless round filter rod, and
 - f) wrapping the round filter rod and developing single filter elements.
2. The method according to claim 1, characterized in that steps c) and d) continuously follow each other.
3. The method according to claim 1, characterized in that in a first method step comprising steps a) to c) a thermoplastic starch polymer granulate is prepared which is processed in a single-shaft extruder to filter elements in a second method step according to steps a) to f).
4. The method according to claim 1 or 3, characterized in that the extruder used in method steps a) to c) is a double shaft extruder.



THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

REPLACEMENT SHEET

11 MAR 1998

28

5. The method according to any one of claims 1 to 4, characterized in that the renewable raw material is a native or modified starch, preferably a native potato starch.
6. The method according to any one of claims 1 to 5, characterized in that the extrudate is extruded as filaments, a film or foam.
7. The method according to any one of claims 1 to 6, characterized in that the dies have more than 1000 die orifices for the extrusion of filaments, 1 to 2 die orifices for the extrusion of films and 1 to 40 die orifices for the extrusion of foam, respectively.
8. The method according to any one of claims 1 to 7, characterized in that the die for the extrusion of films is a film die or a tubular die or double tubular die and that a flat film or a blown film is formed.
9. The method according to any one of claims 1 to 8, characterized in that the extruder arrangements have a plurality of temperature zones, preferably six temperature zones.
10. The method according to any one of claims 1 to 9, characterized in that method step a) takes place in a first and second temperature zone and method step b) takes place in a third to sixth temperature zone.
11. The method according to any one of claims 1, 2 or 4 to 107, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	70 - 110°C
Zone 3:	110 - 160°C
Zone 4:	150 - 220°C

This Sheet Has Been Replaced



11 MAR 1998



29

THIS SHEET HAS BEEN
REPLACED

Zone 5: 180 - 220°C

Zone 6: 180 - 220°C

and the melt is extruded at 180 - 220°C as a foam.

12. The method according to claim 3 or claim 3 in combination with any one of claims 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1: 25 - 45°C

Zone 2: 60 - 100°C

Zone 3: 90 - 120°C

Zone 4: 90 - 120°C

Zone 5: 90 - 120°C

Zone 6: 90 - 125°C

and the melt is extruded at 80 - 180°C as a granulate.

13. The method according to claim 12, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1: 25 - 45°C

Zone 2: 60 - 120°C

Zone 3: 100 - 190°C

Zone 4: 140 - 190°C

Zone 5: 140 - 190°C

Zone 6: 140 - 200°C

and the melt is extruded at 150 - 200°C as a foam.

14. The method according to any one of claims 1 to 13, characterized in that the melt is plasticized before extrusion.

15. The method according to any one of claims 1 to 14, characterized in that the filter material is compressed to a strand transversely to its axis and wrapped.

This Sheet Has Been Replaced



11 MAR 1998



5. The method according to any one of claims 1 to 4, characterized in that the renewable raw material is a native or modified starch, preferably a native potato starch.
6. The method according to any one of claims 1 to 5, characterized in that the extrudate is extruded as filaments, a film or foam.
7. The method according to any one of claims 1 to 6, characterized in that the dies have more than 1000 die orifices for the extrusion of filaments, 1 to 2 die orifices for the extrusion of films and 1 to 40 die orifices for the extrusion of foam, respectively.
8. The method according to any one of claims 1 to 7, characterized in that the die for the extrusion of films is a film die or a tubular die or double tubular die and that a flat film or a blown film is formed.
9. The method according to any one of claims 1 to 8, characterized in that the extruder arrangements have a plurality of temperature zones, preferably six temperature zones.
10. The method according to any one of claims 1 to 9, characterized in that method step a) takes place in a first and second temperature zone and method step b) takes place in a third to sixth temperature zone.
11. The method according to any one of claims 1, 2 or 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1:	25 - 45°C
Zone 2:	70 - 110°C
Zone 3:	110 - 160°C
Zone 4:	150 - 220°C



16 MAR 1999

9802189-2

Zone 5: 180 - 220°C

Zone 6: 180 - 220°C

and the melt is extruded at 180 - 220°C as a foam.

12. The method according to claim 3 or claim 3 in combination with any one of claims 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used:

Zone 1: 25 - 45°C

Zone 2: 60 - 100°C

Zone 3: 90 - 120°C

Zone 4: 90 - 120°C

Zone 5: 90 - 120°C

Zone 6: 90 - 125°C

and the melt is extruded at 80 - 180°C as a granulate.

13. The method according to claim 3 or claim 3 in combination with any one of claims 4 to 10, characterized in that the following temperature profile is used :

Zone 1: 25 - 45°C

Zone 2: 60 - 120°C

Zone 3: 100 - 190°C

Zone 4: 140 - 190°C

Zone 5: 140 - 190°C

Zone 6: 140 - 200°C

and the melt is extruded at 150 - 200°C as a foam.

14. The method according to any one of claims 1 to 13, characterized in that the melt is plasticized before extrusion.

15. The method according to any one of claims 1 to 14, characterized in that the filter material is compressed to a strand transversely to its axis and wrapped.



PCT
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁶: A24D 3/08	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 97/12528 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 10. April 1997 (10.04.97)
(21) Internationales Aktenzeichen: ✓ PCT/EP96/04234 (22) Internationales Anmeldedatum: ✓ 27. September 1996 (27.09.96) (30) Prioritätsdaten: ✓ 195 36 505.4 29. September 1995 (29.09.95) DE ✓ (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BIOTEC BIOLOGISCHE NATURVERPACKUNGEN GMBH [DE/DE]; Blinder Weg 30, D-46446 Emmerich (DE). ✓ (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): LÖRCKS, Jürgen [DE/DE]; ✓ Heckenweg 4, D-46459 Rees (DE). SCHMIDT, Harald [DE/DE]; Spillingscher Weg 51, D-46446 Emmerich (DE). ✓ (74) Anwalt: VOSSIUS & PARTNER; Siebertstrasse 4, D-81675 München (DE).	(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, ARIPO Patent (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.	
(54) Title: BIODEGRADABLE FILTER MATERIAL AND METHOD FOR ITS MANUFACTURE (see Annexes to IPR)		
(54) Bezeichnung: BIOLOGISCH ABBAUBARES FILTERMATERIAL UND VERFAHREN ZU SEINER HERSTELLUNG		
(57) Abstract The invention concerns a biodegradable filter tow or filter material (1) of renewable raw materials for use as tobacco filter elements for cigarettes, cigars or pipes, as well as a process for its manufacture. Fibres, foils or foams produced in an extrusion process and consisting of biopolymers based on thermoplastic starch and their polymer mixture are processed to form the filter tow or filter material according to the invention. The advantages of the invention reside in the use of biodegradability of the natural biopolymer filter material, a pollutant-reducing aroma-enhancing filter effect and an economical manufacturing method.		

9802189-2

transl. 2

(57) Zusammenfassung

Es wird ein biologisch abbaubares Filtertow bzw. Filtermaterial (1) aus nachwachsenden Rohstoffen zur Verwendung als Tabakrauchfilterelement von Zigaretten, Zigarren oder Pfeifen sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung bereitgestellt, wobei in einem Extrusionsverfahren hergestellte Fasern, Folien oder Schäume aus Biopolymeren auf Basis von thermoplastischer Stärke und deren Polymermischungen zum erfindungsgemäßen Filtertow bzw. Filtermaterial verarbeitet werden. Die Vorteile der Erfindung liegen in der Verwendung überwiegend nachwachsender Rohstoffe, einer schnellen und vollständigen biologischen Abbaubarkeit des natürlichen Biopolymer-Filtermaterials, einem schadstoffreduzierenden aromafördernden Filtereffekt und in einem ökonomisch günstigen Herstellungsverfahren.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AM	Armenien	GB	Vereinigtes Königreich	MX	Mexiko
AT	Österreich	GE	Georgien	NE	Niger
AU	Australien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BB	Barbados	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BE	Belgien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BF	Burkina Faso	IE	Irland	PL	Polen
BG	Bulgarien	IT	Italien	PT	Portugal
BJ	Benin	JP	Japan	RO	Rumänien
BR	Brasilien	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
BY	Belarus	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CA	Kanada	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SG	Singapur
CG	Kongo	KZ	Kasachstan	SI	Slowenien
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SK	Slowakei
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CM	Kamerun	LR	Liberia	SZ	Swasiland
CN	China	LK	Litauen	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
EE	Estland	MG	Madagaskar	UG	Uganda
ES	Spanien	ML	Mali	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	MN	Mongolei	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MR	Mauretanien	VN	Vietnam
GA	Gabon	MW	Malawi		