

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET  
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT



(11) 159199 B

(21) Patentansøgning nr.: 0055/82

(22) Indleveringsdag: 08 jan 1982

(41) Alm. tilgængelig: 09 jul 1983

(44) Fremlagt: 17 sep 1990

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: -

(71) Ansøger: \*American National Can Company; 8101 West Higgins Road; Chicago; Illinois, US

(72) Opfinder: Christopher John \*Farrell; US, Boh Chang \*Tsai; US

(51) Int.Cl.<sup>5</sup> B 65 B 55/19  
B 32 B 27/18  
B 65 D 81/26

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Lehmann & Ree

(54) **Oxygen-absorberende plaststrukturer til forbedring af dens modstandsdygtighed over for oxygen-  
ransmission, beholder indbefattende sådanne strukturer samt fremgangsmåde til beskyttelse af oxygen-  
følsomme produkter mod oxidation**

(56) Fremdragne publikationer

WO off. g. skrift nr. 81/00230  
GB off. g. skrift nr. 2000431  
US pat. nr. 2825657, 3712848, 4048361, 4113652

(57) Sammendrag: 55-82

En fødevarer beholder har en væg eller et hylster fremstillet ud fra en flerlaget plaststruktur, i hvilken ét lag er en oxygenspærring til at beskytte mod indtrængning af oxygen. Strukturen omfatter også en oxygenfil substans, der kan aktiveres, f.eks. til henflydende sulfid, anbragt mellem spærrelaget og beholderindholdet eller fødevarer, idet denne substans er beskyttet mod fugt, i det mindste mod fugt hidrørende fra indholdet, ved hjælp af et polymerlag, der er impermeabelt for vand ved normale opbevaringstemperaturer, men permeabelt for vand under fyldning af beholderen eller retortbehandling af den til sterilisering af indholdet. Befugtning af substansen ændrer den fra en passiv tilstand til en oxygenfil tilstand, hvorefter den begynder at fixere oxygenen i en kemisk bundet tilstand. En lignende struktur, der kan aktiveres, kan tjene som en oxygenopsamlende indsats i en beholder, og fødevarerne kan beskyttes ved at forsegle dem i beholderne efterfulgt af aktivering af substansen til den oxygenfile tilstand.

DK 159199 B

Opfindelsen angår oxygen-absorberende plaststrukturer til forbedring af dens modstandsdygtighed over for oxygentransmission, beholdere indbefattende sådanne strukturer samt fremgangsmåde til beskyttelse af oxygenfølsomme produkter mod oxidation.

5

Denne beskrivelse angår forbedrede polymere materialer beregnet til indpakning af madvarer og lignende, samt beholdere fremstillet af sådanne polymere materialer. Beholdere, der anvendes til indpakning af levnedsmidler, udsættes ofte for skrappe behandlingsbetingelser, f.eks. under retortbehandling med steriliseringsformål. Beholdere, der kan retortbehandles, samt fremgangsmåder til fremstilling heraf omtales i vore internationale patentsøgninger indleveret under PCT og publiceret under numrene W081/00230 og W081/00231 den 5. feb. 1981. Nærværende opfindelse kan anvendes på emnet omtalt i hver af de tidligere nævnte internationale ansøgninger.

15

Det har allerede været foreslået at anvende blæsestøbte flerlagspolymerbeholdere med spærrelag til nedsættelse af oxygens gennemtrængning gennem beholdervæggen til beskyttelse af de deri indpakke-  
20 kede levnedsmidler eller drikkevarer mod oxidation. Problemet med oxygengennemtrængning er velkendt og formindskes ved hjælp af et egnet spærremateriale. Desuden har sådanne spærrematerialer været anvendt eller foreslået i flerlagsstrukturer i forbindelse med oxygenopfangningssystemer til absorption af al oxygen, der måtte  
25 passere gennem spærrelaget eller forblive i rummet over den indpakke- kede og forarbejdede fødevarer eller drikkevare. Mere specielt omtales i beskrivelsen til US patent nr. 4.048.361 en levnedsmiddel- beholder fremstillet med et spærremateriale, indenfor hvilken der findes et bærelag indeholdende en "getter". "Getteren" kan være et absorptionsmiddel for al gas, der trænger gennem spærrelaget. En  
30 alternativ løsning indbefatter et spærrelag på hver side af bærelaget, hvorved oxygen fra levnedsmidlet eller udefrakommende oxygen langsomt vil blive absorberet af "getteren". I dette patentskrift omtales den specielle "getter" i almindelighed, og patentskriftet angår mere specifikt en beholderform eller -konstruktion.

35

I beskrivelsen til US patent nr. 3.586.514 omtales brugen af anti-oxidationsmidler blandet med et plastspærrelag til nedsættelse af oxygens indtrængning til øl i en beholder.

I beskrivelsen til US patent nr. 3.429.717 beskrives et spærrelag omfattende Saran® i en foliesandwich med et antioxidationsmiddel ensartet fordelt mellem Saran-lagene. Dette patentskrift beskriver, at antioxidationsmidlet skal udvælges alt afhængigt af folien, det produkt, der skal indpakkes, samt de lys- og varmebetingelser, som pakken vil blive udsat for.

Fra beskrivelsen til US patent nr. 4.113.652 er det kendt, at tilstedeværelsen af ammoniumsalte eller vand i et oxygenopfangningsmiddel kan forlænge perioden før oxygenopfangningsmidlet bliver effektivt. Forøgelse af mængden af vand eller ammoniumsalte i oxygenopfangningsmidlet vil forlænge dens latensperiode. I dette patentskrift omtales kun en latensperiode på op til 50 timer. Som det vil forstås på baggrund af den foreliggende beskrivelse, er en sådan latensperiode upraktisk for mange levnedsmiddelbeholdere ud fra et kommercielt synspunkt.

Der kendes forskellige oxygenopfangningsmidler. I beskrivelsen til US patent nr. 2.825.651 omtales et oxygenfjernelsessystem, som indbefatter hydrater, f.eks. et vandfrit natriumsulfit katalyseret af kobbersulfatpentahydrat. Et sådant oxygenfjernelsesmiddel inkluderes som en pellet inden i en beskyttelsesemballage til anbringelse i beholderens frirum. Problemet med at anvende opfindelsen ifølge dette patentskrift i praksis påpeges i beskrivelsen til US patent nr. 4.113.652.

Mere relevant for flerlagsbeholdere er US patent nr. 4.041.209. I dette patentskrift omtales en vandig opløsning af et reducerende sulfitsalt anbragt mellem et meget spærrende ydre lag og et mindre spærrende indre lag, en opbygning, der tillader udtrængning af oxygen fra frirummet, således at opløsningen kan reagere med den udsivende oxygen, og derved forsinke indadgående oxygenstrøm fra ydersiden. Der bliver hverken omtalt eller foreslået regulering eller aktivering af opløsningen i dette patentskrift. Aktivering er et vigtigt aspekt ved den foreliggende opfindelse.

Af ovenstående fremgår det, at en plaststruktur (f.eks. en beholder) indeholdende et opfangningsmiddel eller en "getter" til forbedring af dens modstandsdygtighed over for passage af luftarter, såsom

oxygen, er kendt fra US patent nr. 4.048.361 eller US patent nr. 3.586.514. Den foreliggende opfindelse tager sit udgangspunkt i en sådan struktur, og har til formål at anvise forbedringer af denne, bl.a. at gøre strukturen aktiverbar, når det ønskes, til en oxygenabsorberende tilstand.

Et vellykket oxygenopfangningssystem skal forblive passivt eller inert for at bevare dets oxygenopsamlende kapacitet, indtil levnedsmidlet forsegles i beholderen. Beholdere opbevares ofte tomme på lagre i adskillige måneder før brug. Der er derfor behov for midler, hvorved opfangningsmidlet i en flerlagsbeholder vil forblive passivt, indtil oxygenopfangningsaktiviteten er mest fordelagtig. Patentlitteraturen imødekommer ikke dette behov, imod hvilket den foreliggende opfindelse er rettet.

Den foreliggende opfindelse tilvejebringer en plaststruktur indbefattende et opfangningsmiddel til forbedring af dens modstandsdygtighed over for oxygentransmission derigennem, hvilken struktur er ejendommelig ved, at den er et laminat omfattende en flerhed af faste polymerlag, hvor mindst ét af disse omfatter en tør oxygenopfangningsmiddelsammensætning, hvorhos opfangningsmiddelsammensætningen er gjort i stand til at udvise en længere passiv tilstand, under hvilken den ikke reagerer væsentligt med oxygen, og hvor sammensætningen kan aktiveres til en aktiv oxygenofil tilstand, under hvilken den er direkte reaktiv med oxygen, når fugt hidrørende fra det omgivende miljø får lov til at nå og befugte sammensætningen, hvorhos sammensætningen er forbundet med et beskyttende polymermateriale enten i laget, som indeholder sammensætningen, eller i et andet lag eller flere lag af strukturen, således at det er selektivt beskyttet deraf mod fugt, hvorhos det beskyttende materiale er modstandsdygtigt over for fugtgennemtrængning ved omgivelsestemperatur, men har øget fugtgennemtrængelighed ved forhøjet temperatur, f.eks. ved over 93,3°C, således at det beskyttende materiale, når strukturen udsættes for forhøjet temperatur og fugt, f.eks. under retortbetingelser, kan gøres fugtgennemtrængelig og tillade at fugt kommer i forbindelse med og befugter sammensætningen og derved aktiverer den fra dens passive til dens aktive tilstand.

Opfindelsen tilvejebringer også en plaststruktur indbefattende et

opfangningsmiddel til forbedring af dens modstandsdygtighed over for  
oxygentransmission derigennem, hvilken struktur er ejendommelig ved,  
at den omfatter et fast polymerlag, som indbefatter en tør oxygenop-  
fangningsmiddelsammensætning, hvorhos opfangningsmiddelsammensætning-  
5 er blevet gjort i stand til at udvise en længere passiv til-  
stand, hvorunder den ikke reagerer væsentligt med oxygen, og at  
sammensætningen kan aktiveres til en aktiv oxygenofil tilstand,  
hvorunder den er direkte reaktiv med oxygen, når fugt hidrørende fra  
det omgivende miljø får lov til at nå og befugte sammensætningen,  
10 hvorhos polymerlaget er modstandsdygtigt over for fugtgennemtræng-  
ning ved omgivelsestemperatur, men har øget fugtgennemtrængelighed  
ved forhøjet temperatur, f.eks. på over 93,3°C, således at det  
beskyttende materiale, ved at udsætte strukturen for forhøjet  
temperatur og fugt, f.eks. under retortbetingelser, kan gøres  
15 fugtgennemtrængeligt for at tillade, at fugt kommer i forbindelse  
med og befugter sammensætningen og derved aktiverer den fra dens  
passive til dens aktive tilstand.

Denne struktur kan anvendes som en indsats eller et stykke, som  
20 simpelthen anbringes i en beholder eller indpakning for at beskytte  
indholdet efter aktivering til den oxygenofile tilstand. Et oxygen-  
spærrelag er ikke essentielt i dette tilfælde.

Strukturen ifølge opfindelsen kan også have udførelsesform som en  
25 beholder, der er coindsprøjtet, coekstruderet, blæsestøbt eller  
termotildannet. En sådan beholder kan være ejendommelig ved en væg  
indbefattende et ydre olefinlag, et oxygenspærrelag, et polymerlag  
omfattende sammensætningen og et inderste olefinlag, idet olefinlag-  
ene eller et yderligere lag eller et lag af væggen omfatter det  
30 materiale, som er i alt væsentligt uigennemtrængeligt for fugt, for  
at beskytte sammensætningen ved omgivelsestemperatur, men som er  
permeabel for fugt ved f.eks. retorttemperaturer, hvorved fugt kan  
nå til og aktivere sammensætningen til en aktiv, oxygenofil til-  
stand.

35 Med den foreliggende opfindelse tilvejebringes ligeledes en frem-  
gangsmåde til beskyttelse af et oxiderbart produkt mod nedbrydning  
ved oxidation under opbevaring, hvilken fremgangsmåde er ejendomme-  
lig ved, at den omfatter trinnene: (a) at en beholder formes ud fra

en plaststruktur med en flerhed af faste polymerlag, hvoraf mindst ét indbefatter en tør oxygenopfangningsmiddelsammensætning, hvorhos opfangningsmiddelsammensætningen er blevet gjort i stand til at udvise en længere passiv tilstand, hvorunder den ikke væsentligt reagerer med oxygen, og at sammensætningen kan aktiveres til en aktiv oxygenofil tilstand, hvorunder den er direkte reaktiv med oxygen, når fugt hidrørende fra omgivelserne uden for strukturen får lov til at nå og befugte sammensætningen, hvorhos sammensætningen er forbundet med et beskyttende polymermateriale i enten selve laget indeholdende sammensætningen eller et andet lag eller flere lag af strukturen, således at den hermed er selektivt beskyttet mod fugt, hvorhos det beskyttende materiale er modstandsdygtigt over for fugtgennemtrængning ved omgivelsestemperatur, men har øget fugtgennemtrængelighed ved forhøjet temperatur, f.eks. ved over 93,3°C, (b) at beholderen fyldes med produktet og forsegles hermetisk omkring produktet, og (c) at den forseglede beholder udsættes for forhøjede niveauer af temperatur og fugt for at gøre det beskyttende materiale fugtgennemtrængeligt med henblik på at tillade, at fugt kommer i forbindelse med og befugter sammensætningen og omdanner den fra dens passive til dens aktive tilstand for at absorbere fugt i beholderen.

Opfindelsen vil nu blive forklaret i detaljer ved hjælp af eksempler.

25 Den foreliggende opfindelse omfatter et oxygenopfangningsmiddel, som på vellykket måde kan aktiveres enkelt og hensigtsmæssigt på det præcise tidspunkt, hvor der opstår størst behov herfor, og tilvejebringer billige, enkle, pålidelige beholderkonstruktioner på flerlagspolymerform.

30

En sammensat vægkonstruktion til en polymerbeholder, der er egnet til madvarer, kan konstrueres ud fra en flerhed af lag, som hver især udvælges til at opfylde specielle funktioner. De ydre og indre lag er sædvanligvis strukturelle og beskyttende lag udvalgt til at holde ydre elementer ude henholdsvis til at rumme madvarerne. Mellem disse lag er materialer, som er beregnet til at regulere den uønskede gennemtrængning af oxygen. Det yderste lag, som er udformet med henblik på at bibringe konstruktionen konstruktuel integritet, kan være et termoplastisk olefinmateriale på grund af dets lave pris,

lette forarbejdning og fysiske egenskaber. Det inderste lag har ligeledes en strukturel funktion, og kan ligeledes formes ud fra materialer, som er forenelige med madvarer, billige og lette at forme.

5

Mellem de to strukturelle lag anbringes et termoplastisk oxygen-spærrelag. Egnede spærrematerialer kan indbefatte ethylenvinylalkoholcopolymerer, såsom EVAL®, der fremstilles af Kuraray fra Osaka, Japan, Saran® og lignende materialer, der har lav permeabilitet med hensyn til transmission af oxygen. Det er fordelagtigt at anbringe oxygenspærrelaget mellem et par ydre og indre beskyttende lag for at tilvejebringe en kombination af emballageegenskaber. Der kan inkluderes et klæbemateriale mellem spærrelaget og de tilstødende lag for at sikre god integritet mellem de ydre og indre lag og spærrelaget.

15

Det er kendt, at madvarer pakket i f.eks. metalbeholdere ved hjælp af traditionelle metoder med hermetiske dobbeltlukkede ender vil indeholde en vis mængde luftarter i frirummet og indesluttet oxygen, og sidstnævnte vil reagere med nogle madvarer. Det er ønskeligt at holde luftarterne i frirummet på et minimum, at tilvejebringe pålidelig endelukning med hermetisk forsegling, og det er også vigtigt at minimere mængden af tilstedeværende oxygen, som kan reagere med beholderens indhold. Oxygenindtrængning i plastbeholdere er et yderligere problem, som ikke er af vigtighed for metaldåsefabrikanten. Et oxygenabsorberende system til beskyttelse af madvarer kan således være påkrævet, navnlig i plastbeholdere.

Begrænsning af oxidationen af madvarerne vil hjælpe med til at forebygge nedbrydning heraf. Ændring i farve, næringsværdi og smag kan være direkte knyttet til nedbrydning på grund af oxygen, der går i forbindelse med madvarerne. I en flerlagsplastbeholder er et system til at absorbere oxygen meget vigtigt, fordi et oxygen-spærrelag, ligegyldigt hvor udmærket det er, kun nedsætter gennemtrængning af oxygen ind i beholderen. Et system, som vil absorbere oxygen, der passerer gennem spærrelaget, og som er anbragt mellem spærrelaget og madvarerne er således ønskeligt. Det er mere specielt ønskeligt at have et oxygenabsorptionssystem, som har en større affinitet overfor oxygen end madvarerne. Ideelt bør et sådant system være i stand til at absorbere oxygen hurtigere end madvarerne såvel

30

35

som det bør have en stærkere affinitet overfor oxygen, end madvarerne har.

Oxygenabsorptionssystemet bør ikke aktiveres, før madvarerne indpakkes. Beholdere, der har et oxygenabsorberende system, skal derfor  
5 være i stand til at fremstilles og opbevares med det oxygenabsorberende system i en passiv tilstand, indtil det præcise tidspunkt, hvor oxygenabsorption kræves, på hvilket tidspunkt systemet vil blive aktiveret. Uden et absorptionssystem, der kan aktiveres, og  
10 som har en passiv og aktiv tilstand, kunne der ske en alvorlig svækkelse af dets brugbarhed under opbevaring i tom tilstand forud for pakning. Udbyttet af et oxygenabsorptionssystem, der ikke kan aktiveres, vil være begrænset og vil nødvendiggøre, at beholderne anvendes umiddelbart efter fremstilling. En sådan begrænsning er  
15 upraktisk i forbindelse med kommerciel brug og fremgangsmåder til hermetisk emballering af madvarer.

Et oxygenabsorptionssystem med en regulerbar kemisk adfærd er ønskelig. Et sådant system indbefatter en palladiumkatalysator til  
20 kombineret af hydrogen og oxygen i beholderen til frembringelse af vand. I beskrivelsen til US patent nr. 3.712.848 og US patent nr. 4.125.632 omtales et system af denne type, hvilket system aktiveres ved at gennemskylle beholderen med en gasblanding omfattende hydrogen. Et system som dette er dyrt på grund af prisen på palladium og  
25 det ekstra procestrin, der er nødvendigt til aktivering.

Ved den foreliggende opfindelse søger man at gøre brug af det almindeligt anvendte fyldnings- og bearbejdningsudstyr og operationer eller fortrinsvis gennem den normale retortbehandlig efter  
30 fyldning til at aktivere et oxygenabsorptionssystem. Ønskværdigt giver fyldning af beholderen ikke alene anledning til aktivering. Dette system kan bibeholde dets passive tilstand, indtil det aktiveres, f.eks. ved de steriliseringsprocedurer, der anvendes efter emballering og under behandling.

35

Systemet kan involvere, at aktiveringen sker ved indtrængning af fugt gennem væggene i flerlagspolymerbeholderen. Denne indtrængning kan ske under emballering, behandling eller sterilisering. Høvet temperatur under emballering eller sterilisering er en anden

variabel faktor, som øger indtrængningen af vand til oxygenabsorptionsmidlet for at aktivere dette. Opvarmning til aktivering er ofte ønskelig, og det kan i nogle tilfælde være et nødvendigt trin. Mere specifikt er oxygenabsorptionsmidlet i tør tilstand passiv, men ved  
5 kontakt med fugt fra den normale forarbejdning bliver det aktiveret og begynder at reagere med oxygen.

Tidligere er antioxidationsmidler blevet sat til polymerharpikser til frembringelse af beholdere og til materialer, der skal fyldes  
10 deri, for at inhibere oxidation. Det er også kendt, at visse antioxidationsmidler har en evne til at reagere med oxygen, men sædvanligvis kun i et meget begrænset omfang. Forskellen mellem direkte oxygenabsorption og virkningen af typiske antioxidationsmidler er relevante for den foreliggende opfindelse, som søger at gøre brug af  
15 et direkte oxygenabsorberende system i modsætning til de fleste af de tidligere arbejder, som anvendte antioxidationsmidler, såsom propylgallat og butyleret hydroxyanisol, di-tertiær-butylparacresol (se US patent nr. 4.048.361). Det er vigtigt at forstå, at typiske antioxidationsmidler virker anderledes end systemer, der direkte  
20 absorberer oxygen. Mere specifikt er antioxidationsmidler sædvanligvis til stede i en lille procentdel for at tilendebringe nedbrydningsprocessen i det materiale, hvori det blandes, f.eks. selve plastbeholderen eller indholdet. Et system, som det her anvendte, der direkte absorberer oxygen, er i stand til at reagere ved en  
25 betragtelig hastighed med en meget større mængde oxygen end antioxidationsmidlerne ville, og det anvendes også i forholdsvis store koncentrationer. Den kemiske forskel er, at det oxygenabsorberende system kun reagerer kemisk med oxygen, og skønt de antioxiderende midler kan reagere med molekylært oxygen, er den primære virkning af  
30 et antioxidationsmiddel at interferere med de frie radikaler, som er involveret i oxidativ nedbrydning.

Aktiveringsbegrebet er kun delvist forstået i beskrivelsen til US patent nr. 2.316.804, hvor materialer, som ikke i starten har  
35 antioxiderende aktivitet, i nærvær af forhøjede temperaturer og organiske emballerings sammensætninger udvikler en tydelig oxygenopfangningsvirkning. Disse materialer er imidlertid uhensigtsmæssige til beholdere frembragt ved smelteekstrudering, eftersom de høje fremstillingstemperaturer ville aktivere oxygenabsorptionen for

tidligt.

En foretrukken udførelsesform for opfindelsen omfatter 5 lag af termoplastmateriale, hvor de ydre og indre lag enten er polyolefinlag eller olefinlag og det inderste lag er et oxygenspærrelag. Mellem spærrelaget og olefinlagene er der klæbelag for at sikre strukturel integritet. Det ene eller det andet eller begge klæbelag kan omfatte et oxygenabsorberende system. Det foretrækkes at anbringe det oxygenabsorberende system mellem oxygenspærrelaget og fødevaren. Der kunne anvendes et antal af sådanne absorberende systemer i klæbelaget. Valget af system afhænger af de specielle forarbejdningsbetingelser for beholderen samt den ønskede oxygenabsorptionsmængde.

En foretrukken flerlagsbeholder har ydre og indre olefinlag, der kan modstå transmission af vanddamp ved stuetemperatur, men ved høvet temperatur, f.eks. under retortbehandling, tillader de, at vanddamp trænger ind i det oxygenabsorberende system. Det er vanddampen, som er det aktiverende middel.

I patentlitteraturen omtales systemer til indeslutning i en pakke i en beholder til reaktion i nærværelse af fugten i levnedsmidlet, se f.eks. tysk offentliggørelsesskrift nr. 28 27 247, publiceret 4. jan. 1979 (svarer til GB nr. 2.000.431). Heri erkendes, at det er muligt at anvende et vådt sulfitsalt til oxygenabsorption. Ifølge tysk offentliggørelsesskrift nr. 28 27 247 befugtes sulfitsaltet af et henflydende salt, med hvilket det blandes. Dette patentskrift omtaler brugen af en opfangningsmiddelsammensætning, der mindst omfatter 3 komponenter. I patentskriftet bliver det hverken erkendt eller foreslået, at kaliumsulfid i sig selv er et henflydende stof. Det nødvendige vand indføres imidlertid ved enten at anvende den hydratiserede form af saltet eller ved kontakt med vand i fødevaren. Der er ingen specifik omtale af aktivering ved hjælp af den regulerede anvendelse af vand til at aktivere det oxygenabsorberende system, ej heller nogen forståelse af den opdagelse, at vanddampermeabiliteten af en beholdervæg, der beskytter sulfitsaltet, kan blive 1000 gange større ved at hæve temperaturen heraf fra 21 til 121°C, hvilket er tilfældet, når polyethylen og polypropylen anvendes som de indre og ydre lag. Der er heller ingen omtale af, at

andre temperaturområder eller bearbejdningsbetingelser vil udvirke aktivering med andre strukturelle harpikslag.

5 Strukturerne ifølge den foreliggende opfindelse indeholder sammensætninger, som bliver oxygenofile og reagerer med oxygen, når de er opløst ved absorption af gennemtrængende vanddamp. Nogle vandopløselige salte kan blive meget oxygenofile i denne henflydende tilstand. Det her anvendte udtryk "henflydende tilstand" anvendes til at betegne tilstanden af kemikalier, som enten er ved at blive opløst eller er blevet opløst ved absorption af fugtig damp. Skønt de fleste uorganiske salte flyder hen, når den relative fugtighed nærmer sig 100%, udføres den foreliggende opfindelse bedst med kemikalier (kaldet henflydende salte), som flyder hen ved lavere fugtigheder, f.eks. under ca. 85%.

15 En henflydende sammensætning omfatter mindst ét henflydende salt og et materiale, som absorberer oxygen, når det befugtes. Henflyden og oxygenabsorption kan begge være egenskaber hos et salt, hvilket er tilfældet med kaliumsulfit; alternativt kan disse egenskaber tilvejebringes ved hjælp af en samvirkende blanding af salte, såsom kaliumacetat og natriumsulfit. En tør sammensætning i beholder-  
20 væggen kan overføres til en henflydende tilstand, når vanddamp trænger gennem under retortbehandlingstrinnet. Derefter fanges fugten af væggene, fordi deres evne til at overføre fugt falder 1000 gange ved afkøling. Aktiveringen eller udløsningen opnås derfor ved  
25 denne kombination.

Kaliumsulfit er et udmærket materiale til anvendelse i forbindelse med den foreliggende opfindelse som oxygenabsorptionsmiddel på grund af sin henflydenhed, og det udviser kun oxygenofil karakter i den  
30 våde tilstand. Kaliumsulfit kan anvendes alene eller sammen med andre henflydende salte, navnlig de salte, som henflyder ved lavere relative fugtigheder til at påvirke aktiveringstiden. Der er ingen problemer med at anvende kaliumsulfit i forbindelse med fødevarer-  
35 beholdere, eftersom kaliumsulfit er et godkendt fødevareradditiv (godkendt af f.eks. FDA).

Opfindelsen kan udøves ved fremstilling af flerlagspolymerbeholdere ved sprøjttestøbning eller ekstruderingsmetoder eller ved

termoformgivning. Sådanne flerlagsplastbeholdere kan derefter sælges til fødevarer- og drikkevareemballeringsfirmaer uden bekymring om, at det oxygenabsorberende system vil blive nedbrudt i tiden mellem fremstilling og anvendelse. Den foretrukne struktur har mere specifikt et olefinlag, der beskytter oxygenabsorptionssystemet mod fugt, således at det ikke bliver stærkt oxygenofilt, før det retortbehandles. Emballering af en våd fødevarer i en beholder af den foretrukne konstruktion og udformning vil resultere i en gradvis aktivering af oxygenabsorptionssystemet. Kaliumsulfid er specielt godt egnet til brug som et oxygenopfangningsmiddel, fordi det let kan aktiveres ved retortbehandlingen og har tilstrækkelig termisk stabilitet til at det kan anvendes i termoplastprocesser, såsom sprøjttestøbning.

For at afprøve aktiveringsmekanismen for oxygenabsorption samledes et antal firkantede plader med 5 lag. En sådan plade fremstilledes som følger. De ydre lag blev skåret fra et 0,38 mm tykt polyolefinark, som var en smelteblanding af 50 dele polyethylen og 50 dele polypropylen. Det centrale lag var et 0,05 mm tykt ark af ethylen-vinylalkoholcopolymer (GLD, som sælges af Nippon Goshei Co., Ltd., Japan). De indskudte klæbelag var en modificeret polyolefin ("Plexar", som sælges af Chemplex Inc., Rolling Meadows, Illinois), hvori der smelteblandedes findelt kaliumsulfid i en mængde på 20 vægt%. Disse klæbelag var ca. 0,05 mm tykke. De separate lag stabledes og smeltepressedes derefter sammen til frembringelse af en integreret plade, i hvilken de ydre olefinlag kun mødes ved kanterne for fuldstændigt at beskytte de inderste lag mod omgivende fugt. Der fremstilledes yderligere sæt af plader, hvori dinatriumphosphat anvendtes i stedet for kaliumsulfid i klæbelaget. Da dinatriumphosphat ikke absorberer oxygen, anvendtes de sidstnævnte plader som en kontrol.

Pladerne autoklaveredes ved 121<sup>0</sup>C i forskellige tidsrum og analyseredes derefter på en MoCon oxygenpermeabilitetstester. I dette instrument kan begge sider af pladerne skylles med nitrogen. Gasstrømmen fra den nedre side føres over en oxygendetektor. Under perfekte betingelser skulle aflæsningen på denne detektor være nul; i praksis bevirker lækage en lille aflæsning, kendt som basislinien. Plader, som indeholder et aktivt oxygenopfangningsmiddel, sænker basislinien, fordi det udsivende oxygen absorberes. Denne metode kan

anvendes til at identificere de plader, som absorberer oxygen. I tabel 1 sammenlignes de værdier, der er opnået under nitrogengas-skylningen af ikke-retortbehandlede og retortbehandlede plader.

5

TABEL 1

Middel i klæbelag	K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>						Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>			
	0	0	30	30	45	45	60	60	120	120
Autoklave- ringstid (min.)	0	0	30	30	45	45	60	60	120	120
Basislinie- aflæsning (mV)	0,03	0,03	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03

Resultaterne indikerer, at 30 minutters autoklavering er minimums-  
kravet for at påbegynde oxygenabsorption med denne sammensætning,  
medens autoklavering i 45 minutter aktiverer den.

Til yderligere afprøvning fremstilledes ved termoformgivning behol-  
dere med cylindriske sider ud fra et coekstruderet flerlagsark.  
Disse beholdere havde en diameter på 10,3 cm og en dybde på 11,3 cm.  
Beholderlegemet bestod af 6 lag. Oxygenopfangningsmidlet K<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>  
blandedes i et bæreremateriale omfattende polyethylen med høj densi-  
tet (HDPE), som anbragtes næst efter det indre polyolefinlag. Sidst-  
nævnte var et strukturelt lag af en smelteblanding af 50 dele  
polyethylen med høj densitet (HDPE) og 50 dele polypropylen (PP).  
Beholderens flerlagsstruktur var fra den indre overflade til den  
ydre overflade som følger: 0,30 mm HDPE-PP/0,10 mm HDPE med 30 vægt%  
K<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> / 0,02 mm "Plexar" / 0,05 mm EVAL® / 0,02 mm "Plexar" / 0,30  
mm HDPE-PP -blanding. EVAL® er en ethylenvinylalkoholcopolymer, der  
fremstilles af Kuraray Chemical Co., Ltd., Japan. Der fremstilledes  
også en gruppe af 5-lags beholdere uden K<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>-laget til kontrol.  
Lagsammensætningen for disse kontrolbeholdere var: 0,38 mm HDPE-PP /  
0,02 "Plexar" / 0,05 mm EVAL® / 0,02 mm "Plexar" / 0,38 mm HDPE-PP.  
Beholderne fyldtes med varmt vand (71°C) og dobbeltsømmedes med  
metallåg indeholdende to små gummityller. Frirummet mellem vandet i  
beholderen og låget var ca. 4,76 mm højt.

På fastlagte opbevaringstider efter retortbehandling (ved 121°C)  
eller varmfyldning (71°C) udtoges en prøve fra gassen i frirummet

gennem en tykke og analyseredes for oxygen og nitrogen under anvendelse af gaskromatografi. Oxygenkoncentrationerne i frirummet (bestemt som et forhold mellem oxygen og oxygen + nitrogen) er anført i tabel 2. Koncentrationen i den varmfyldte, men ikke autoklaverede beholder er mindre end den af luft (0,21), fordi eftersom det varme vand afkøler, vil dets øgede affinitet for oxygen sænke  $O_2$ -koncentrationen i frirummet.

Det er således klart, at de autoklaverede beholdere aktiveres til at absorbere oxygen, eftersom oxygenniveauet i frirummet falder som funktion af tiden, medens oxygenniveauet i den ikke-autoklaverede beholder er konstant som funktion af tiden. Dette giver en yderligere demonstration af systemets virkningsfuldhed til aktivering af oxygenabsorption.

15

20

25

30

35

TABEL 2\*

Metode	Oxygenab- sorberende middel	<u>Lagringstid, dage</u>														
		0,02	0,04	0,75	1	3	5	6	10	14	18	20	28			
Varm- fyldning	Intet			0,19			0,18			0,18						0,18
Varm- fyldning	K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>			0,2			0,19			0,19						0,18
Auto- klavering 30 min.	K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>		0,18		0,15		0,13			0,08			0,06			0,05
Auto- klavering 2 timer	K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	0,165				0,11	0,08			0,045			0,022			

\* Tallene i tabellen er oxygenkoncentrationer i frirummene i beholderne.

TABEL 2A

		O <sub>2</sub> -Indhold (cm <sup>3</sup> )	
		Oprindelig	3 måneder
5			
	Ingen additiver	10	34
10	K <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	11	8

Tabel 2A viser resultater akkumuleret over en 3-måneders periode for beholdere, der er retortbehandlet ved 121°C i 2 timer med de i tabel 15 2 angivne resultater for beholderne med K<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>. Disse beholdere var blevet pakket og retortbehandlet med vand og derefter opbevaret i 18 dage. Derefter blev de tømt og fyldt med 10 cm<sup>3</sup> vand til opretholdelse af 100% relativ fugtighed inden i beholderne. Rummet over vandet blev fyldt med ca. 99% nitrogen og 1% oxygen. Således fyldt 20 og forsejlet opbevarede beholderne i 3 måneder i omgivelser omfattende 100% oxygen ved atmosfærisk tryk og en relativ fugtighed på 75%. Til kontrol behandledes en beholder uden additiver på samme måde og opbevarede på samme måde. Det fremgår klart af tabel 2A, at den K<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>-holdige beholder ikke alene forhindrede gennemtrængning, 25 men også absorberede 3 cm<sup>3</sup> oxygen fra frirummet. Beholderen uden opfangningsmiddel tillod 24 cm<sup>3</sup> oxygen at trænge ind i beholderen. Formindskelsen af oxygenkoncentrationen i frirummet i løbet af 3-måneders perioden viser klart K<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>'s opfangende virkning.

30 Skønt de ovenfor beskrevne beholdere ifølge opfindelsen har en 6-lags struktur, kan det være foretrukket at anvende færre lag. Man kan f.eks. vælge at bruge en 5-lags struktur, hvor kaliumsulfitten er blevet blandet i et klæbelag. Det system, der er omtalt i detaljer ovenfor, udviser en udbredt passiv tilstand, som takket være 35 systemets henflydende opførelse ændres brat til dets aktive oxygenofile tilstand. Andre systemer kan have en mindre udbredt passiv tilstand og kan også udnyttes, forudsat at der kan foretages behandling, der udløser en stor ændring i aktiviteten af den oxygenofile tilstand.

Et system, som efter aktivering med vand er et effektivt oxygenopfangningssystem, er en blanding af en varmebehandlet gelatine og en stærk base. Gelatine vil almindeligvis ikke opfange oxygen, men den vil gøre det efter en varmebehandling, enten alene eller i nærvær af base, ved 149<sup>0</sup>C i mere end 5 minutter.

De efterfølgende eksempler illustrerer virkningsfuldheden af dette system. Den sammensætning, der anvendes til eksemplerne, er 10 vægt% type A gelatine og 20 vægt% NaOH i et 70 vægt% bærer materiale bestående af "Plexar". Denne sammensætning sammenblandedes i et Brabender-blandingshoved ved 204<sup>0</sup>C i 20 minutter og pressedes derefter til ca. 0,05 mm tykke folier.

Folien er i stand til hurtigt at opsamle 170 cm<sup>3</sup> oxygen pr. gram gelatine, når folien mættes med fugt. En af de betingelser, som er hensigtsmæssig til mætning af sammensætningen, er at retortbehandle den blotlagte folie ved 121<sup>0</sup>C i 2 timer.

Oxygenopfangningshastigheden er yderst langsom, hvis folien af denne gelatinesammensætning beskyttes med et fugtspærrelag for at nedsætte fugtgennemtrængningen til sammensætningen. Den efterfølgende tabel illustrerer oxygenopfangningshastigheden for en folie af gelatinesammensætningen som ikke er retortbehandlet, og som på begge sider er beskyttet af et 0,38 mm tykt HDPE-lag (fugtspærrelag).

TABEL 3

cm<sup>3</sup> "opfanget" pr. gram gelatine  
(22,8<sup>0</sup>C)

<u>Opbevaringstid</u>	<u>37 dage</u>	<u>58 dage</u>	<u>108 dage</u>
30 Relativ fugtighed under opbevaring			
44%	0	6	8
75%	0	10	41
100%	9	24	61

35

Det er klart, at sammensætningens O<sub>2</sub>-opfangningshastighed kan reguleres ved hjælp af fugtbeskyttelseslaget og opbevaringsbetingelserne. Absorption vil finde sted efter, at materialerne er udsat for fugtig luft i forlængede tidsrum. Dette viser, at medens

retortbehandling giver en umiddelbar aktivering, er det også muligt at opnå aktivering uden retortbehandling.

5 Det gelatineholdige system er effektivt som et oxygenopfangnings-system, men frembringer ubehagelige lugte, når det udsættes for hævede temperaturer i længere tidsrum. Hvor beholdere skal fremstilles ved smelteforarbejdning af plast (indeholdende de foreliggende oxygenopfangningssystemer), foretrækkes det at anvende et termisk stabilt system, såsom kaliumsulfid, som det oxygenopfangende system.

10

De ovenfor beskrevne konstruktioner havde oxygenspærrelaget ved eller nær midten af laminatet, flankeret på begge sider med et strukturelt lag (polyolefin). Der findes alternative konstruktioner, som vil fungere tilfredsstillende, og som ligger inden for rækkevidden af opfindelsen. Et eksempel er en flerlagsstruktur med tynde lag 15 af en oxygenspærring på ydersiden. Massen af sidevæggen ville være et strukturelt plastlag, hvori der er indlejret et oxygenopfangningssystem. Det strukturelle lag tjener som et middel til at beskytte oxygenopfangningssystemet inden i det strukturelle lag mod 20 for tidlig aktivering, skønt en ubetydelig mængde af oxygenopfangningssystemet nær overfladen af det strukturelle lag kan aktiveres, før produktet emballeres. En sådan dåse eller emballage kunne fremstilles med en polyolefinvæg indeholdende en kaliumsulfiddispersion og en Saran®- eller epoxybelægning på ydersiden. Skønt ydre 25 oxygenspærrelag foretrækkes, kan de udelades eller erstattes med ren polyolefin. I dette tilfælde er det nødvendigt at indlejre mere oxygenopfangningsmiddel i dets værtslag eller strukturelle lag. Endelig kan der anvendes et stykke (chip) i stedet for en pellet eller pakke af pulver ved at anbringe stykket inden i en forseglede 30 beholder. En fordel ved integrerede konstruktioner er, at man herved undgår problemet med tørt pulver i pakker, der går i stykker og kontaminerer det indpakkede produkt. Stykket kunne være en hvilken som helst af de anførte konstruktioner, idet valget afhænger af, hvordan det anvendes.

35

Skønt der er blevet vist og beskrevet et foretrukket system, skal det forstås, at der er mange andre henflydende sammensætninger og polymere materialer, som, når de anvendes i kombination, vil udvise den nødvendige aktiveringsevne til en oxygenofil tilstand, og derfor

muliggør en succesfuld anvendelse af blandingen til emballering ved den kommercielle bearbejdning af fødevarer.

5 Flerlagsstrukturer omfattende et oxygenspærrelag, der på mindst én side heraf er forbundet med et strukturelt lag omfattende et oxygenopfangningssystem, der kan aktiveres, kan være af bøjelig eller stiv natur. Bøjelige strukturer kan anvendes til at frembringe fødevareemballager af pose- eller sæktypen, medens stive strukturer kan anvendes til at fremstille plastbeholdere, der f.eks. har den kendte  
10 form, der almindeligvis er forbundet med fødevare- eller drikkevarer.

15

20

25

30

35

P a t e n t k r a v

1. Plaststruktur omfattende et opfangningsmiddel til forbedring af dens modstandsdygtighed over for oxygentransmission derigennem, k e n d e t e g n e t ved, at den er et laminat omfattende en flerhed af faste polymerlag, hvor mindst ét af disse omfatter en tør oxygenopfangningsmiddelsammensætning, hvorhos opfangningsmiddelsammensætningen er gjort i stand til at udvise en længere passiv tilstand, under hvilken den ikke reagerer væsentligt med oxygen, og hvor sammensætningen kan aktiveres til en aktiv oxygenofil tilstand, under hvilken den er direkte reaktiv med oxygen, når fugt hidrørende fra det omgivende miljø får lov til at nå og befugte sammensætningen, hvorhos sammensætningen er forbundet med et beskyttende polymermateriale enten i laget, som indeholder sammensætningen, eller i et andet lag eller flere lag af strukturen, således at det er selektivt beskyttet deraf mod fugt, hvorhos det beskyttende materiale er modstandsdygtigt over for fugtgennemtrængning ved omgivelsestemperatur, men har øget fugtgennemtrængelighed ved forhøjet temperatur, f.eks. ved over 93,3°C, således at det beskyttende materiale, når strukturen udsættes for forhøjet temperatur og fugt, f.eks. under retortbetingelser, kan gøres fugtgennemtrængelig og tillade at fugt kommer i forbindelse med og befugter sammensætningen og derved aktiverer den fra dens passive til dens aktive tilstand.
2. Plaststruktur ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at det beskyttende materiale er i alt væsentligt uigennemtrængeligt for fugt ved temperaturer på under 37,8°C.
3. Plaststruktur ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at det opfangningsmiddelholdige lag er anbragt mellem to lag af det beskyttende materiale.
4. Plaststruktur ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter mindst ét spærrelag, som er en oxygenspærrepolymer, såsom ethylenvinylalkoholcopolymer.
5. Plaststruktur ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at det beskyttende materiale udgør det lag, som indbefatter

opfangningsmiddelsammensætningen, og at ét oxygenspærrelag er anbragt på hver side deraf.

- 5 6. Plaststruktur ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at det opfangningsmiddelholdige lag er anbragt på den ene side af oxygenspærrelaget, og at et andet polymerlag, f.eks. af det beskyttende materiale, er anbragt på den anden side af spærrelaget.
- 10 7. Plaststruktur ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter et oxygenspærrelag, der er lamineret til et lag af det beskyttende materiale med det opfangningsmiddelholdige lag derimellem, hvorhos sidstnævnte lag f.eks. omfatter en klæbende polymer.
- 15 8. Plaststruktur ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved, at et andet lag af beskyttende materiale er anbragt på den modsatte side af oxygenspærrelaget i forhold til det opfangningsmiddelholdige lag.
- 20 9. Plaststruktur ifølge krav 8, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter et yderligere lag anbragt mellem oxygenspærrelaget og det andet beskyttende materialelag, hvilket yderligere lag f.eks. omfatter en klæbende polymer og eventuelt indbefatter en oxygenopfangningsmiddelsammensætning.
- 25 10. Plaststruktur ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at et oxygenspærrelag på sandwichlignende måde er anbragt mellem to lag af det beskyttende materiale, som f.eks. er et polyolefin- eller olefinmateriale, og at der mellem spærrelaget og hvert af de beskyttende materialelag er et polymerklæbelag, hvor enten det ene eller begge klæbelag omfatter oxygenopfangningsmiddelsammensætningen.
- 30 11. Plaststruktur ifølge krav 4, k e n d e t e g n e t ved, at oxygenspærrelaget på sandwichlignende måde er anbragt mellem et første og et andet lag af det beskyttende materiale, idet et lag af polymerklæbemiddel er adhæreret til hver side af spærrelaget og klæber dette lag (a) til det første beskyttende materialelag og (b) 35 til det opfangningsmiddelholdige lag, som er anbragt mellem spærrelaget og det andet beskyttende materialelag.
12. Plaststruktur ifølge et hvilket som helst af kravene 1-11,

k e n d e t e g n e t ved, at det beskyttende materiale er en olefinpolymer eller -copolymer, f.eks. en smelteblanding af polyethylen og polypropylen i alt væsentligt i samme vægtandele.

5 13. Plaststruktur ifølge et hvilket som helst af kravene 1-12, k e n d e t e g n e t ved, at sammensætningen indeholder en henflydende forbindelse, som bliver oxygenofil i henflydende tilstand.

10 14. Plaststruktur ifølge krav 13, k e n d e t e g n e t ved, at sammensætningen indeholder et sulfitsalt, såsom kaliumsulfit.

15 15. Plaststruktur ifølge et hvilket som helst af kravene 1-12, k e n d e t e g n e t ved, at sammensætningen er en blanding af en base, f.eks. natriumhydroxid, og gelatine, idet gelatinen er blevet varmebehandlet i nærværelse eller uden tilstedeværelse af basen.

20 16. Plaststruktur ifølge krav 15, k e n d e t e g n e t ved, at varmebehandlingen omfatter øgning af temperaturen af gelatinen alene eller af blandingen med basen til over 149°C i mere end 5 minutter.

25 17. Plaststruktur omfattende et opfangningsmiddel til forbedring af dens modstandsdygtighed over for oxygentransmission derigennem, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter et fast polymerlag, som indbefatter en tør oxygenopfangningsmiddelsammensætning, hvorhos  
30 opfangningsmiddelsammensætningen er blevet gjort i stand til at udvise en længere passiv tilstand, hvorunder den ikke reagerer væsentligt med oxygen, og at sammensætningen kan aktiveres til en aktiv oxygenofil tilstand, hvorunder den er direkte reaktiv med oxygen, når fugt hidrørende fra det omgivende miljø får lov til at  
35 nå og befugte sammensætningen, hvorhos polymerlaget er modstandsdygtigt over for fugtgennemtrængning ved omgivelsestemperatur, men har øget fugtgennemtrængelighed ved forhøjet temperatur, f.eks. på over 93,3°C, således at det beskyttende materiale, ved at udsætte strukturen for forhøjet temperatur og fugt, f.eks. under retortbetingelser, kan gøres fugtgennemtrængeligt for at tillade, at fugt kommer i forbindelse med og befugter sammensætningen og derved aktiverer den fra dens passive til dens aktive tilstand.

18. Plaststruktur ifølge et hvilket som helst af de foregående

krav, k e n d e t e g n e t ved, at den har form af et polymert stykke ("chip") til indbefatning i en forseglet emballage med henblik på absorption af oxygen deri.

5 19. Beholder med en væg omfattende strukturen ifølge et hvilket som helst af kravene 1-17, hvilken beholder f.eks. er fremstillet ved en coekstruderings-, coindsprøjtnings- eller termotildannelsesproces.

10 20. Fremgangsmåde til beskyttelse af et oxiderbart produkt mod nedbrydning ved oxidation under opbevaring, k e n d e t e g n e t ved, at den omfatter trinnene: (a) at en beholder formes ud fra en plaststruktur med en flerhed af faste polymerlag, hvoraf mindst ét indbefatter en tør oxygenopfangningsmiddelsammensætning, hvorhos opfangningsmiddelsammensætningen er blevet gjort i stand til at  
15 udvise en længere passiv tilstand, hvorunder den ikke væsentligt reagerer med oxygen, og at sammensætningen kan aktiveres til en aktiv oxygenofil tilstand, hvorunder den er direkte reaktiv med oxygen, når fugt hidrørende fra omgivelserne uden for strukturen får lov til at nå og befugte sammensætningen, hvorhos sammensætningen er  
20 forbundet med et beskyttende polymermateriale i enten selve laget indeholdende sammensætningen eller et andet lag eller flere lag af strukturen, således at den hermed er selektivt beskyttet mod fugt, hvorhos det beskyttende materiale er modstandsdygtigt over for fugtgennemtrængning ved omgivelsestemperatur, men har øget fugtgen-  
25 nemtrængelighed ved forhøjet temperatur, f.eks. ved over 93,3°C, (b) at beholderen fyldes med produktet og forsegles hermetisk omkring produktet, og (c) at den forseglede beholder udsættes for forhøjede niveauer af temperatur og fugt for at gøre det beskyttende materiale fugtgennemtrængeligt med henblik på at tillade, at fugt kommer i  
30 forbindelse med og befugter sammensætningen og omdanner den fra dens passive til dens aktive tilstand for at absorbere fugt i beholderen.

21. Fremgangsmåde ifølge krav 20, k e n d e t e g n e t ved, at det sidste trin udføres ved en højtemperatursteriliseringsmetode,  
35 når produktet er en fødevare.