(12) **PATENT**

(19) NO (11) **319190** (13) **B1**

NORGE (51) Int Cl[7] B 32 B 27/10, B 65 D 65/40

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	20022338	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	
(22)	Inng.dag	2002.05.15	(85)	Videreføringsdag	
(24)	Løpedag	2002.05.15	(30)	Prioritet	Ingen
(41)	Alm.tilgj	2003.11.17			
(45)	Meddelt	2005.06.27			

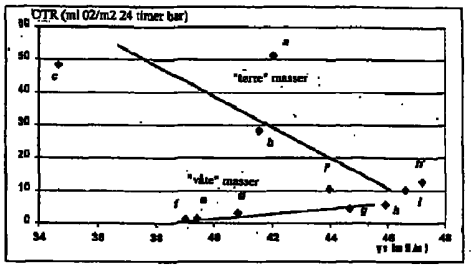
(73) Innehaver Knut Magne Furuheim, Joruns vei 29, 1613 FREDRIKSTAD, NO
(72) Oppfinner Knut Magne Furuheim, Joruns vei 29, 1613 FREDRIKSTAD, NO
(74) Fullmektig Onsagers AS , Postboks 6963 St Olavs Plass, 0130 OSLO, NO

(54) Benevnelse **Fremgangsmåte for fremstilling av et barrieremateriale med gode gassbarriereegenskaper, og barrieremateriale oppnådd ved denne.**

(56) Anførte publikasjoner GB 1346960
US 4110155

(57) Sammendrag

Polyetylen belagt på høytetthetspapir hvor papirets overflate er modifisert til å ha en overflateenergi nærmest mulig polyetylen slik at egenskaper som barrieremateriale for emballasje til næringsmidler oppnås. Den gode barriereegenskapen er et resultat av krystallisering av polyetylen på papirets overflate.



Denne oppfinnelsen gjelder et barrieremateriale for bruk som emballasje, særlig for næringsmidler, samt en fremgangsmåte til fremstilling av et slikt barrieremateriale med gode oksygenbarriereegenskaper.

Bakgrunn

Omtrent 4/5 av alle matvarer/næringsmidler er følsomme for tap og/eller opptak av gasser, vanndamp, aromastoffer, lukt osv, og må lagres i et beskyttet miljø.

Spesielt eksponering for oksygengass kan utgjøre et seriøst problem fordi oksygen er kjent å virke skadelig på matvarers/næringsmidlers aroma, tekstur, farge, næringsinnhold osv. I tillegg medvirker oksygengass i en rekke kjente reaksjoner som påvirker lagringsbestandigheten til matvarer/næringsmidler, så som mikrobiell vekst, fargeendringer, oksydering av lipider (harskning) og forråtnelse av frukt osv. Slike matvarer/næringsmidler må derfor beskyttes mot atmosfærens oksygeninnhold under lagring, noe som i praksis ofte betyr at matvarens/næringsmiddelets lagringstid blir bestemt av penetreringshastigheten av oksygengass (ofte benevnt som OTR) gjennom emballasjen.

Matvarer/næringsmidler blir som ofte solgt i små kvanta i individuelt pakkede enheter, slik at kostnaden forbundet med innpakkingen og emballasjematerialene i seg selv blir en meget viktig konkurransefaktor. Betydningen av å finne billige emballasjematerialer med en optimal balanse mellom pris og oksygenbarriere-egenskaper blir derfor en vital konkurransefaktor for næringsmiddelprodusenter. Dette har resultert i en stadig økende etterspørsel etter nye forbedrede emballasjematerialer som både er billige og som har tilfredsstillende gode barriereegenskaper, slik at det er for tiden en rivende utvikling på dette feltet. I dag regnes materialer som har en OTR på 1 ml O_2/m^2 24t bar eller mindre som utmerket for de fleste næringsmidler.

I tillegg til det økonomiske og funksjonelle aspektet ved næringsmiddelemballasjer, vil miljøaspektet bli mer og mer viktig fordi næringsmiddelindustrien har meget store salgsvolum med utstrakte bruk av individuell pakking i små kvanta. Dermed resulterer omsetningen av næringsmidler i en langt fra ubetydelig mengde emballasjeavfall som tradisjonelt har blitt dumpet på søppelfyllinger. Men denne løsning er ikke lengre tilfredsstillende fordi at det er betydelige problemer forbundet med for eksempel avrenning til grunnvann fra søppelfyllinger i tillegg til at den voksende verdensbefolkningen, og dermed tilsvarende søppelmengder gjør at i mange tett befolkede områder i verden er det rett og slett mangel på egnede fyllinger. Dermed stilles det sterkere krav til emballasjeprodusenter om at produktene deres må være lagd av reproduserbare råmaterialer, og være gjenvinnbare eller kan trygt forbrennes og omdannes til varmeenergi.

Kjent teknikk

Et laminat av aluminiumsfolie og for eksempel kartong er et eksempel på et velkjent og lenge brukt emballasjemateriale med helt utmerkede egenskaper (OTR-verdier ned mot 0,003 ml O_2/m^2 24t bar, meget aromatett osv.) som får problemer med de nye kravene til miljøstandard. Dette skyldes blant annet at emballasjematerialet vanskelig lar seg gjenvinne (aluminiumsfolien er for tynn til å smeltes om) og den vil danne giftig aluminiumsoksid ved forbrenning.

Det har lenge vært kjent at et laminat av polyolefiner på enkelte typer papir eller kartong kan gi utmerkede barriereegenskaper. Eksempler på slike løsninger er angitt i NO 166359 og EP 0754719 hvor papir av kvaliteten grease proof bestrykes med polyetylen. Dette er et meget lovende materiale for emballering av matvarer fordi det har den ønskede kombinasjonen av gunstig pris, høy grad av reproduserbare råmaterialer, kan trygt forbrennes med god brennverdi uten dannelse av giftige forbindelser og er lett å gjenvinne.

Oksygenbarrieren for slike materialer vil vanligvis være i underkant av 100 ml O_2/m^2 døgn atm. Og dette er ganske oppsiktsvekkende fordi at ved en ren additiv summering av OTR for papiret og polyetylenet, som normalt er gjeldende regel for laminater, skal man forvente en oksygenbarriere i området 1000-4000 ml O_2/m^2 døgn atm. Det må med andre ord være en eller annen gunstig effekt som oppstår under beleggingen av papiret med polyetylenet.

I norsk patentsøknad nr. 19984666 (videreført som PCT-søknad WO 00/20212) er det antydet en forklaring på denne gunstige barriereeffekten som oppstår når polyetylen bestrykes på papir med et høyt fiberinnhold. Det ble det foreslått at den gunstige barriereegenskapen skyldes dannelsen av et krystallinsk sjikt i polyetylenet. Dette ble antatt å være en morfologisk endring som inntreffer grunnet skjærkrefter under belegging og som ordner polyetylenmolekylene ved papiroverflaten slik at det dannes et krystallinsk sjikt i polyetylenet mot papiroverflaten. Dette sjiktet benevnes også som et transkrystallinsk sjikt. På basis av dette ble det formulert patentkrav på en fremstillingsprosess for slike barrierematerialer hvor beleggingstemperaturer og skjærspenninger ble vektlagt. Det ble demonstrert at man oppnår en OTR rundt 25 ml O_2/m^2 døgn atm ved denne fremgangsmåten, og av og til helt ned til 1 ml O_2/m^2 døgn atm. Noe som er en betydelig forbedring over prosessene angitt i NO 166359 og EP 0754719. Denne forklaringsmodellen ble gitt av samme oppfinner som for denne oppfinnelsen. Ellers i verden er rådende teori for dannelsen av oksygenbarrieren at polyetylenet tetter porene i papiret. Denne forklaringsmodell vil bli nærmere belyst i den kommende beskrivelse av denne oppfinnelse.

Uansett hvorfor denne gunstige barriereegenskap oppstår når man bestryker papir med polyolefiner, er det et faktum at kjente fremgangsmåter for å produsere slike

barrierematerialer er beheftet med en meget stor varians i OTR-verdi når man sikter etter å produsere barrierematerialer med de beste OTR-verdier. Dette indikerer at man fortsatt ikke vet hvordan og hvorfor barrieren oppstår, og at det dermed blir et spillerom for tilfeldigheter under produksjon av barrierematerialer basert på et laminat av polyolefin og papir/kartong. Og når man vet at lagringsbestandigheten for oksygenfølsomme matvarer er direkte proporsjonal med emballasjens OTR-verdi, blir denne usikkerhet i emballasjens OTR-verdi helt uakseptabel for mange næringsmiddelprodusenter.

Oppfinnelsens målsetning

Det er derfor en målsetning med denne oppfinnelsen å fremskaffe en fremgangsmåte for produksjon av emballasjematerialer omfattende et laminat av et polyolefin på papir/kartong hvor man har kontroll med dannelsen av det oksygentette sjikt slik at man får konsistente produktkvaliteter.

Det er også en målsetning med denne oppfinnelse å fremskaffe et emballasje-materiale omfattende et laminat av papir og polyetylen som har meget lav og i tillegg meget liten varians i oksygenpenetreringsraten fra en produksjonsomgang til den andre.

Figurliste

Figur 1 viser eksperimentelt verifiserte sammenhenger mellom gjennomsnittlig overflateenergi til papiret og polyetylenet i et laminat bestående av papir belagt med polyetylen av type HDPE og oppnådd oksygentransmisjonsgrad (OTR) for laminatet. Nederste kurve gjelder en rekke typer papir produsert av våt masse, mens øvre kurve viser det samme for papirtyper produsert av tørr masse.

Figur 2 viser eksperimentelt verifiserte sammenhenger mellom gjennomsnittlig overflateenergi til papiret og polyetylenet i et laminat bestående av papiret belagt med polyetylen av type LDPE og oppnådd oksygentransmisjonsgrad (OTR) for laminatet.

Figur 3 viser SEM-fotografier (200x) av den indre grenseflaten til en polyetylenfilm av typen HDPE etter at papiret er fjernet. Prøve 1 er et laminat som hadde en OTR-verdi på 51,1 ml O_2/m^2 døgn atm, mens prøve 2 hadde en OTR-verdi på 3,1 ml O_2/m^2 døgn atm. Begge prøver viser omtrent samme grad av blæredannelse.

Figur 4 viser sammenhengen mellom størrelsen av den monokline fraksjonen og OTR-verdi hos prøvene med de respektive papirtypene av «våt» sulfittpapir med ulik overflateenergi. Andelen av monoklin krystallinitet er økt ved økte skjærkrefter dvs. økt trykk på pressvalls. Candor: ikke AKD hydrofobiert. FL812/S.B.: hydrofobiert, dampkassebehandlet papir.

Beskrivelse av oppfinnelsen

Oppfinnelsens målsetning kan oppnås ved en fremgangsmåte som definert i patentkravene og i den følgende beskrivelse av oppfinnelsen.

Den oppfinneriske fremgangsmåten baseres på forskningsresultater utført av oppfinneren som påviser at barrieren oppstår på grunn av morfologiendringer i polyetylen når polymeren belegges på papiret. Når polymersmelten heftes til papiroverflaten for så å utsettes for valsing med trykkbelastning oppstår det skjærkrefter som orienterer polymermolekylene ved papiroverflaten. Sammen med kjøling initierer dette dannelsen av et transkrystallinsk sjikt ved papiroverflaten. Dermed kan ikke plasten betraktes som et passivt tettemateriale, slik den rådende forklaring av synergieffekten mellom plasten og papiret er. Dette trekket er kjent fra oppfinnernes tidligere norske patentsøknad nr. 19984666 (videreført som PCT-søknad WO 00/20212).

Men resultatene viser i tillegg to nye trekk hvor det ene er at dannelsen av det transkrystallinske sjiktet fremmes av bruken av papir som er fremstilt av "våt" masse, dvs. masse som ikke fikk anledning til å tørke før papirproduksjonen. I konvensjonell papirproduksjon brukes det nesten utelukket masse med tørkede fibre, bla. for å redusere transportkostnader. Men uttørkingen resulterer i en forhorningsprosess hvor fibrene i massen spriker og blir mer krystallinsk nåleformet i lange tynne fibre. Oppfinnerens undersøkelser viser at denne prosessen er ugunstig mht. dannelse av det gasstette krystallinske sjiktet i polyolefinet, og det bør derfor unngås å bruke tørre fibre i papiret hvis man ønsker en lav OTR. Denne "forhorningsprosess" inntreffer når andelen vann i massen blir mindre enn ca. 30 vekt%. Ferdig tørket masse inneholder ca. 10 vekt% vann. Tilsvarende blir begrepet våt masse brukt om masser som har fra 30 vekt% vann eller mer begrenset oppad av rent vann.

Det andre nye trekket er at det er funnet at også forskjellen mellom papirets og polyolefinets overflateenergi har en sterk innflytelse på dannelsen av det gasstette transkrystallinske sjiktet. Her er det nærmest en lineær sammenheng som sier at jo mindre forskjellen i overflateenergi er, desto tettere blir det krystallinske sjiktet. Denne effekten er illustrert i den nederste kurven på Figur 1 som viser OTR-verdi som funksjon av gjennomsnittet av overflateenergien til papiret og polyolefinfilmen for en rekke typer papir belagt med polyetylen av typen HDPE. I den nederste kurven er det kun plottet papir som har blitt produsert av våt masse. Legg merke til at kurven går mot en OTR-verdi lik 0 for papir som har samme overflateenergi som en HDPE-film, som er målt til 38,4 mN/m. Akkurat samme tendens kan ses fra kurven i Fig. 2 som viser det samme men nå for forskjellige papir belagt med polyetylen av typen LDPE. Også her går OTR-verdien mot 0 for papir med samme overflateenergi som LDPE-filmen (36,2 mN/m). I figurene er kurven gitt som gjennomsnittsverdien av overflatespenningen til både papiret og polyetylenfilmen,

men denne kurve har samme tendens og nullpunkt som en kurve basert på kun papirets overflatespenning fordi polyetylenfilmens overflatespenning forblir den samme uansett hvilket papir den lamineres til. Eneste forskjell blir at kurven får en flatere profil, dvs. får et mindre stigningstall, noe som er irrelevant i denne sammenheng.

Dette er høyst uventete og oppsiktsvekkende resultater som går på tvers av den rådende teori innen fagfeltet. Fagmannen på dette området kjenner ikke til betydningen av papirets fremstillingsmetode, og har tradisjonelt lagt all fokus på betydningen av selve papirtypen (som er av standardtype produsert av tørr masse) og hvordan behandle den før laminering med polyetylenet. Dette kan for eksempel ses fra to nylig publiserte fagartikler [1 og 2], hvor man har benyttet papir av standardtype (tørr masse) og studert effekten av papirets overflateenergi på OTR til det ferdige laminatet. Der omtales viktigheten av å øke papirets overflateenergi fordi resultatene fra [1 og2] viser at man får bedret adhesjon mellom materialene og forbedret barriereegenskaper jo høyere overflateenergien på papiret er under belegging. Det er kjent for en fagmann at papirets overflateenergi kan økes ved forskjellige oksidasjonsprosesser inkludert behandling med ozon. Denne rådende teori kan illustreres ved for eksempel øverste kurve i Figur 1.

I følge denne rådende teori skal barriereegenskapene skyldes at polyolefinet tetter porene i papiret, og jo større overflateenergi på papiroverflaten, jo tettere vil polyetylenet tette igjen porene gjennom bedret adhesjon. Denne teorien forutsetter at det er god kontakt mellom materialene i grensesjiktet for å oppnå et minimalt nettorareal på polyolefinfilmen som utsettes for oksygengjennomgang (en 25 μm polyetylenfilm har en OTR i størrelsesorden 7000 ml O_2/m^2 døgn atm). Denne teori er testet av oppfinneren ved å studere overflaten til belagte polyetylenfilmer og finner et betydelig innslag av gassblærer i polyetylenfasen mot papiret på rundt 6-8% av totalarealet. I tillegg er det funnet prøver med god oksygenbarriere som har minst like stort blæredekket areal som prøver med dårlig oksygenbarriere. Dette er illustrert i Figur 3 hvor prøve 1 har en OTR på 51,1 ml O_2/m^2 døgn atm og prøve 2 en OTR på 3,1 ml O_2/m^2 døgn atm. Fra bildene ser man at begge prøver viser kraftig blæredannelse i noenlunde samme grad tiltross for den store forskjellen i OTR-verdi. Dette er en klar indikasjon på at den rådende teori ikke kan være riktig. Barriereeffekten må enten skyldes helt andre faktorer enn poretetting, eller så må det være flere faktorer med i bildet.

Som nevnt har oppfinnerens undersøkelser av polyolefinfilmen etter belegging vist at barriereegenskapen er direkte knyttet til dannelsen av det krystallinske sjiktet i polyolefinet ved papiroverflaten. Ved en nærmere undersøkelse er det funnet at dette sjiktet har en monoklin krystallstruktur i motsetning til polyolefinets bulk-masse som har ortorombiske enhetsstrukturer. Videre er det funnet at andelen av monoklin krystallstruktur i forhold til andelen med ortorombiske enhetsstrukturer

også spiller inn på barriereegenskapene. Sammenhengen er at jo høyere andel monoklin krystallstruktur, desto lavere blir OTR-verdien for laminatet. Dette er illustrert for en del papirtyper i Figur 4 som viser OTR-verdi for laminatet som en funksjon av andelen av monoklin krystallstruktur i poletylenfilmen. Fra oppfinnerens tidligere patentsøknad nr. NO 19984666 (videreført som PCT-søknad WO 00/20212), er det kjent at store skjærkrefter under belegging fremmer dannelse av monoklin krystallstruktur. En enkel måte for å oppnå store skjærspenninger er å benytte store valsetrykk under påstrykningen av polyolefinfilmen. Det er derfor foretrukket at man benytter et trykk på mer enn 250 kPa, og mest foretrukket at valsetrykket er på 400 kPa eller mer. Men det er også mulig å oppnå et tett og godt krystallinsk sjikt ved å ta tiden til hjelp. Det har også vist seg at lagring kan gi en vesentlig forbedring av OTR-verdien. Dette kan ses fra Tabell 2 og 3 gitt i Eksempel 2 senere i beskrivelsen. Der kan man se at lagring senker OTR-verdien ned til samme verdi som et valsetrykk på 400 kPa gir. Dette kan tyde på at når papiret får samme overflateenergi som polyolefinfilmen, vil de termodynamiske energiforholdene i laminatet være gunstige for dannelse av det krystallinske sjiktet (ΔG for dannelsen er mindre enn 0). Dette er en stor fordel fordi når sjiktet er termodynamisk stabilt, blir også barriereegenskapene stabile over tid. Filmen vil ikke tape sine egenskaper ved lagring, snarere tvert imot kan man forvente at egenskapene bedres.

Som en konklusjon har man at den oppfinneriske fremgangsmåte er basert på erkjennelsen av oppdagelsene at barriereegenskapene til laminater av typen papir belagt med et polyolefin skyldes dannelsen av et transkrystallinske sjikt i polyolefinfilmen ved papirets overflate i stedet for ved poretetting i papiroverflaten som er den rådende teori. Og videre at dette sjiktet fremmes av en kombinasjon av bruk av våt masse ved papirproduksjonen og av å justere papirets overflateenergi under belegging nærmest mulig lik polyolefinets overflateenergi. Noe som vanligvis betyr å senke papirets overflateenergi, hvilket er stikk i strid med alminnelig fagkunnskap innen emnet som sier at jo høyere papirets overflateenergi var ved belegging, jo mer senkes OTR-verdiene til laminatet.

Alle kjente fremgangsmåter for å overflatebehandle papir slik at overflateenergien senkes ned mot polyolefinets overflateenergi kan benyttes. Slike prosesser må anses å ligge innenfor en fagmanns kompetanseområde, og ligger dermed innenfor oppfinnelsens ide såfremt de kombineres med bruk av papir fremstilt med bruk av våt masse. Disse metodene omfatter dampbehandling før glitting (kalandrering), internliming med et nøytralt hydrofobieringsmiddel, høy malingsgrad av fibermassen, overflateliming eller annen kjemisk overflatebehandling av papiret.

De nærmest optimale forhold for lave OTR-verdier til laminat bestående av papir belagt med polyetylen skapes ved bruk av høymalt sulfittcellulosemasse som ikke er tørket på forhånd ved papirproduksjonen, internliming av papiret med et nøytralt

hydrofobieringsmiddel og ved dampbehandling av papiroverflaten før siste kalandrering (valsing).

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

Oppfinnelsen vil nå bli beskrevet i større detalj under henvisning til eksempler på fremgangsmåten.

Alle tallverdier på overflateenergier brukt i denne søknad er beregnet ut fra utviklingen av kontaktvinkler hos vann og tetrabrommetan på overflaten av de respektive materialprøver. Disse ble målt med et Fibro DAT 1100 Mk II instrument i henhold til Tappi T558, ASTM D5725 hos Papirindustriens forskningsinstitutt i Trondheim, Norge. Og alle målinger av oksygentransmisjonsrater (OTR) er utført i henhold til ASTM D3985 (Standard test method for oxygen gas transmission) ved bruk av instrumentet OXTRAN 10/50. Målingene er utført hos Matforsk på Ås, Norge.

Eksempel 1. Oksygen barriere hos laminat med papir av våt sulfittmasse kontra tørr sulfatmasse

Tabell 1 viser at papir av våt sulfittmasse gir en signifikant bedre oksygenbarriere enn papir av "tørr" sulfatmasse ved ellers identiske beleggingsbetingelser.

Tabell 1: Resultater av målinger av OTR av HDPE belagt HD papir av hhv. tørr (sulfat) og "våt" (sulfitt) masse. Overflateenergien for hvert enkelt papir er også gitt. En film av HDPE (CG8410) har overflateenergi på 38,4 mN/m.

Prøve	Papir	OTR*	Overflateenergi(mN/m)
a	Super Perga Parchment, 4440:»dry» sulphate, C	51.1	45,7
b	Super Perga Parchment , 4450:»dry» sulphate, D	28,2	44,7
c	Super Perga Parchment , 4460:»dry» sulphate, Z	48.5	30,9
d	Super Perga Parchment , 4470:»wet» sulphite, Z	3.1	43,2

* Gitt som ml O_2/m^2 døgn atm

Eksempel 2. Oksygen barriere hos laminat med papir av våt sulfittmasse som er dampkassebehandlet kontra laminat av tilsvarende papir som ikke er dampkassebehandlet

Dampkassebehandling senker overflateenergien hos papiret og gir noe bedre barriere for HDPE. Mye tyder på at kontakten mellom materialene blir bedre. Dette fører til at den gjennomsnittlige overflateenergien blir lavere noe som senker ΔG (Gibbs fri energi) for dannelse av nye krystallinske strukturer på overflaten av papiret ved lagring (spesielt for LDPE). Dette fører til lavere OTR. Dette kan ses fra Tabell 2 og 3. Her er CG 8410 polyetylen av typen HDPE og CA7230 av typen LDPE. Det samme gjelder i Tabell 4.

Tabell 2: Resultater av målinger av OTR av PE-belagt HD-papir av "våt" (sulfitt) masse (FL812). CA7230: 36,2 mN/m, FL812: 40,4mN/m

Polymer	Valsetrykk kPa	OTR ml/m² døgn atm	OTR, Lagret ml/m² døgn atm
CG 8410	250	1,32	1,61
CG 8410	400	1,29	1,31
CA 7230	250	3,49	2,02
CA 7230	400	1,59	1,41

Tabell 3: Resultater av målinger av OTR av PE belagt dampkasse behandlet HD papir av «våt» (sulfitt) masse (FL812) 39,6 mN/m

Polymer	Valsetrykk kPa	OTR ml/m² døgn atm	OTR, Lagret ml/m² døgn atm
CG 8410	250	1,55	1,55
CG 8410	400	1,07	0,92
CA 7230	250	8,13	2,36
CA 7230	400	1,75	1,78

Eksempel 3. Oksygenbarriere hos laminat med papir av "våt" sulfittmasse som er internlimet kontra laminat av tilsvarende papir som ikke er internlimet

Tabell 4: Resultater av målinger av OTR av PE belagt HD-papir av "våt" (sulfitt) masse (Candor papir) som ikke er internlimt med AKD-lim. 50,9 mN/m

Polymer	Valsetrykk kPa	OTR ml/m² døgn atm	OTR, Lagret ml/m² døgn atm
CG 8410	250	4,65	5,02
CG 8410	400	4,63	4.53
CA 7230	250	6,68	4.77
CA 7230	400	4,96	3.33

Sammenlignet med papir som er internlimet gir Candor-papiret en dårligere oksygenbarriere. Denne barrieren er likevel bedre enn den som blir oppnådd med internlimet papir av papir av høyere tetthet som inneholder 60, 90 eller 100% på forhånd tørket sulfatmasse.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte til fremstilling av et barrierematerialе med gode gassbarriereegenskaper, særlig for bruk som emballasje i næringsmiddelindustrien, hvor barrierematerialet omfatter et laminat av papir belagt med et polyolefin,
k a r a k t e r i s e r t v e d
- at papiret er fremstilt av masse som ikke er blitt utsatt for en forhorningsprosess før papirdannelsen, og
- at papiret, før belegging av polyolefinet på papiret, bearbeides slik at dets overflateenergi endres mot samme verdi som polyolefinets overflateenergi.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at papiret er fremstilt av cellulosemasse med høy eller middels malegrad.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at papiret er fremstilt av høymalt våt cellulosemasse med høyt innhold av hemicellulose, så som sulfittmasse eller polysulfidmasse.

4. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av krav 1-3,
k a r a k t e r i s e r t v e d at papiret behandles med damp i papirmaskinsystemet før glitting (kalandrering).

5. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av krav 1-4,
k a r a k t e r i s e r t v e d at papiret internlimes med et nøytralt hydrofobieringsmiddel, som for eksempel akyl keton dimer (ADCO).

6. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av krav 1-5,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det benyttes et valsetrykk på minst 250 kPa, fortrinnsvis 400 kPa eller mer ved belegging av polyolefinet på papiret.

7. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av krav 1-5,
k a r a k t e r i s e r t v e d
at det som polyolefin benyttes et polyetylen så som LDPE eller HDPE, eller et polypropylen.

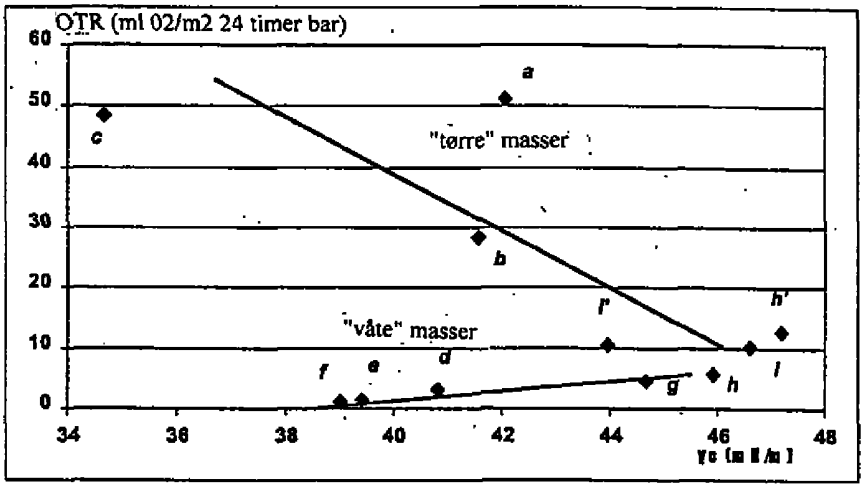
8. Fremgangsmåte ifølge krav 7,
karakterisert ved at
- når det benyttes polyetylen av type HD, blir papirets overflateenergi før belegging bearbeidet så nært som mulig til 38,4 mN/m, og
- når det benyttes polyetylen av type LD, blir papirets overflateenergi før belegging bearbeidet så nært som mulig til 36,2 mN/m.

9. Fremgangsmåte ifølge hvilket som helst av krav 1-8,
karakterisert ved at flere sjikt lamineres til hverandre for dannelsen av et mer formstabilt emballasjeprodukt, idet minst et av lagene i laminatet kan utgjøres av et kartong eller papplag.

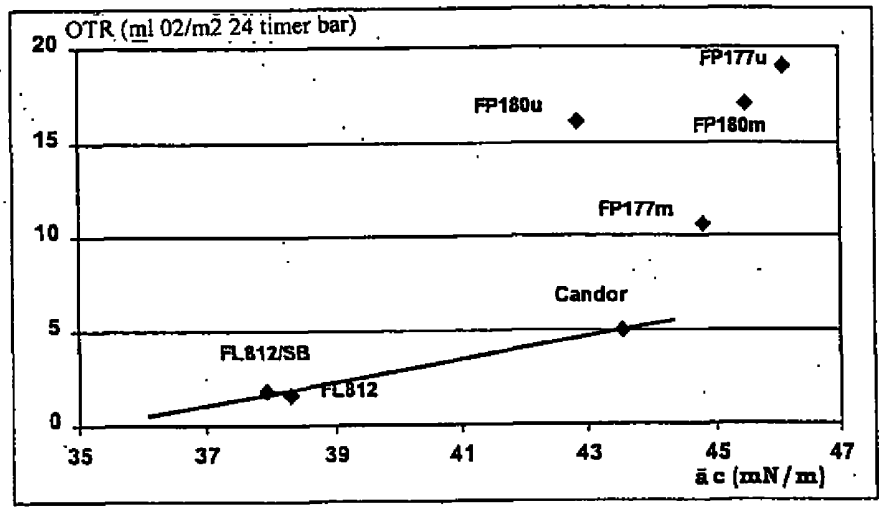
10. Barrierematerialе for bruk som emballasje, særlig for bruk i forbindelse med næringsmidler, omfattende et fiberholdig sjikt, fortrinnsvis av cellulosemateriale belagt med et polyolefin på minst en side,
karakterisert ved at det er fremstilt ved en av fremgangsmåtene som angitt i krav 1-9.

11. Barrierematerialе ifølge krav 10,
karakterisert ved
at fibermaterialet er laminert sammen med ytterligere fibersjikt og/eller et kartongmateriale via det ytre polyolefinsjiktet og at laminatet eventuelt er dekket utvendig med ytterligere dekksjikt, særlig av polyolefin.

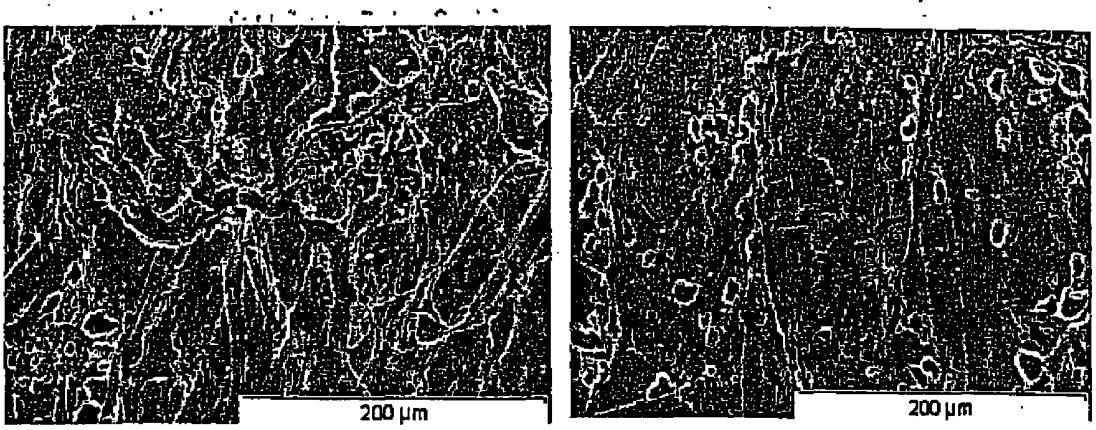
Figur 1



Figur 2



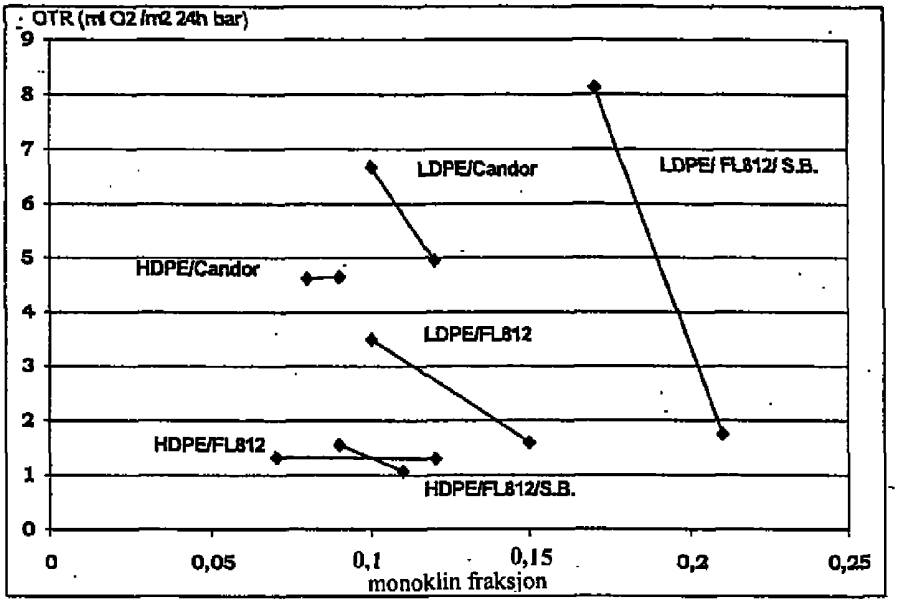
Figur 3



A: Prøve 1

B: Prøve 2

Figur 4



Figur 5

