



(12) **PATENT**

(19) **NO**

(11) **331993**

(13) **B1**

NORGE

(51) Int Cl.

G01K 3/04 (2006.01)

G01N 31/22 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	20110589	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr
(22)	Inng.dag	2011.04.15	(85)	Videreføringsdag
(24)	Løpedag	2011.04.15	(30)	Prioritet
(41)	Alm.tilgj	2012.05.21		
(45)	Meddelt	2012.05.21		
(73)	Innehaver	Keep-it Technologies AS, Strømsveien 323 A, 1081 OSLO, Norge		
(72)	Oppfinner	Åsmund K Røhr, Schultz' gate 10C, 0365 OSLO, Norge		
		Peder Oscar Andersen, Brannfjellveien 96A, 1181 OSLO, Norge		
		Brit Salbu, Katy Dues Vei 4A, 0375 OSLO, Norge		
		Eggert F Gudjonsson, Conradsgate 3C, 0559 OSLO, Norge		
		Marit Nandrup Pettersen, Wergelandsveien 21, 1813 ASKIM, Norge		
		Christian Salbu Aasland, Ostadalsveien 36B, 0753 OSLO, Norge		
(74)	Fullmektig	Zacco Norway AS, Postboks 2003 Vika, 0125 OSLO, Norge		
(54)	Benevnelse	Tid-temperatur indikatorsystem		
(56)	Anførte publikasjoner	WO 0127608 A2, US 4045383 A, US 4452995 A, US 2008/023362 A1		
(57)	Sammendrag			

Foreliggende oppfinnelse vedrører et tid-temperatur indikatorsystem som er anvendelig for å overvåke tid- og temperatureksponeering til matvarer, nutraceuticals, farmasøytika, kosmetikk og andre produkter. Systemet tilveiebringer forbedret tid-temperatur sensitivitet, tid-temperatursensitivitetskontroll og en respons som bedre reflekterer den til reaksjonene som fører til kvalitetstap av det overvåkede produktet. Videre vedrører oppfinnelsen også en kombinasjon som omfatter et tid-temperatur indikatorsystem og en produktlagringsbeholder eller en poselukkings anordning. En fremgangsmåte for å fremstille nevnte tid-temperatur indikatorsystem er også del av foreliggende oppfinnelse.

Tid-temperatur indikatorsystemet omfatter minst ett reaktivt middel (13) og minst ett mobilt middel (14); nevnte reaktive middel er inneholdt i en matriks i et første rom (11) tilstøtende et separat andre rom (12) som inneholder det mobile midlet; nevnte første og andre rom er til å begynne med separert av egnede midler (17) for å unngå kontakt mellom det minst ene mobile midlet og det minst ene reaktive midlet; systemet blir aktivert ved å bringe de to nevnte rom i kontakt og derved tillate at det minst ene mobile midlet migrerer gjennom matriksen inneholdt i det første rommet.



TID-TEMPERATUR INDIKATORSYSTEM

Foreliggende oppfinnelse vedrører et tid-temperatur indikatorsystem som er anvendelig for å overvåke tid- og temperatureksponering av næringsmidler, nutraceuticals, farmasøytika, kosmetikk, kjemikalier og andre produkter. Systemet tilveiebringer forbedret tid-temperatursensitivitet, tid-temperatursensitivitetskontroll og en respons som bedre reflekterer den til reaksjonene som fører til kvalitetstap av det overvåkede produktet.

Kvaliteten på matvarer og andre lett bederfelige produkter er sterkt avhengig av lagringsbetingelser slik som temperaturen og lagringstiden fra produksjon eller pakking inntil de endelig når sluttforbrukeren. Forringelsesprosessene er raskere når temperaturen er hevet på grunn av økende biokjemiske eller fysiske reaksjonshastigheter, og derfor avtar kvaliteten på lett bederfelige produkter raskere ved høye temperaturer enn ved lave temperaturer.

Eksempler på lett bederfelige varer som må lagres under slike forhold at en bestemt temperatureksponeringsgrense ikke overskrides eller i det minste ikke overskrides for lengre enn en forhåndsbestemt tidsperiode, omfatter ferske matprodukter, kjølte matprodukter og matprodukter som har vært forhåndstilberedt eller prosessert ved frysing, stråling, delvis tilberedning, frysetørking eller dampkoking, inkludert produkter som blir pakket i vakuumballasje, MAP-pakket emballasje eller andre industrielle emballeringsmåter. Ytterligere eksempler på produkter som kan behøve lagring under passende temperaturforhold er visse farmasøytika, for eksempel insulin, vaksiner og konsentrerte omega-3 produkter; visse nutraceuticals, for eksempel supplementoljer, for eksempel fiskeolje og vitaminer, kjemikalier; veterinærprodukter og visse kosmetikkprodukter, som ellers ville bli forringet.

I dag er datomerking standardmåten som anvendes for å sikre lagringskvalitet. Ved kun datomerking blir det ikke gitt noen informasjon til forbrukeren eller andre om lagringsforholdene som produktene har blitt eksponert for, og dermed er kjøperne av følsomme produkter ikke i stand til å bestemme om produktet har blitt lagret under tilfredsstillende temperaturforhold gjennom lagringstiden. Å stole på datomerking som eneste kvalitetskriterium forutsetter at det lett bederfelige produktet har blitt lagret under tilfredsstillende forhold gjennom hele lagringsperioden. For å være på den sikre siden bruker ofte produsenter av lett bederfelige matvarer datomerking med en stor

sikkerhetsmargin, og dermed blir produkter som faktisk fortsatt er egnet for konsumpsjon eller bruk ofte kastet.

Derfor er det en kontinuerlig interesse for overvåkning av den tid og temperatur som lagringsfølsomme produkter har blitt eksponert for i for eksempel matvare-,
5 farmasøytiske og kjemiske distribusjonsskjeder fra fabrikk til forbruker.

Ved å forsyne et lett bedervelig produkt med en tid-temperaturindikator som følger det individuelle produktet fra pakking til salg, vil produsenten, grossisten, detaljisten og
10 forbrukeren ha en bedre produktkontroll enn de har i dag. Ved anvendelse av en tid-temperaturindikator som matcher karakteristikkene til de undersøkte produktene, kan den sanne hyllelevetiden til produktene overvåkes, noe som betyr at kasting kan utsettes til den anvendte tid-temperaturindikatoren har detektert at lagringsforholdene basert på tid og temperatur ikke har vært tilfredsstillende og/eller overskredet.

15 I teorien kan tid-temperaturindikatorer klassifiseres som enten delhistoriske eller fullhistoriske indikatorer avhengig av deres responsmekanisme. Delhistoriske indikatorer vil typisk ikke respondere med mindre en terskeltemperatur har blitt overskredet, mens en fullhistorisk indikator typisk responderer uavhengig av en
20 temperaturterskel og gir en kumulativ respons til tiden og temperaturen til hvilke tid-temperaturindikatoren (og dermed produktet) har blitt eksponert for.

EP 505 449 (Tepnel Medical) viser et eksempel på en delhistorisk tid-temperaturindikator som omfatter et smeltbart materiale slik som polykaprolaktontriol, polyetylenglykol C₁₋₄ alkyleter og polyvinylalkohol, som flyter når en gitt
25 terskeltemperatur blir overskredet og igjen blir fast når eksponert for temperaturer under den samme temperaturen. Det smeltbare materialet flyter i et substrat og et indikatorsystem produserer en fysisk detekterbar endring i substratet når det smeltbare materialet flyter inn i det.

30 US 7,290,925 (TimeTemp) viser et eksempel på en fullhistorisk tid-temperaturindikator hvor responsen gitt av tid-temperaturindikatoren lett avleses av det menneskelige øyet, og i forbindelse med et produkt gir den et mål på hvilke lagringsforhold produktet har blitt eksponert for ved å gi en kumulativ respons på tid-temperatureksponering.

US 4,045,383 (Hoffmann-La Roche Inc.) beskriver stabile emulsjoner for fremstilling av filmer til temperaturovervåkning. Det er nevnt at forskjellige filmdannende komponenter kan blandes for å oppnå ønskede karakteristika.

- 5 US 4,452,995 (Allied Corporation) omtaler bruk av geler for overvåkning av temperatur. I enkelte utførelsesformer er gelene fremstilt av to forskjellige gel-dannende væsker.

- US 2008/023362 (Amir Genosar) beskriver en pose med en indikator som viser hvor
10 lang levetid innholdet i posen har etter at posen er åpnet. Indikatoren kan være en tid-temperaturindikator, og er integrert i lukkemekanismen til posen.

- Påliteligheten til en tid-temperaturindikator avhenger i stor grad av korrelasjonen av tid-temperaturindikator-responsen med den til reaksjoner som fører til kvalitetstap. Hvis
15 ikke hastighetsendringen med temperatur av tid-temperatur-indikatorsystemet kommer tett opp mot temperaturavhengigheten til kvalitetsforringelseshastigheten til det overvåkede produktet, vil ikke systemet være i stand til nøyaktig å prediktere hyllelevetiden som gjenstår for en variabel temperaturdistribusjon. Også, siden temperaturavhengigheten på kvalitetsforringelse kan være forskjellig i forskjellige
20 temperaturintervaller, kan temperaturavhengigheten av tid-temperaturindikatoren i disse tilfellene fordelaktig være av en ikke-lineær respons.

- Ytterligere bør responsen til tid og temperatur være hovedsakelig irreversibel for å forhindre at tid-temperaturindikatoren tilbakestilles. Det er også foretrukket at tid-temperaturindikatoren er i stand til å indikere tid-temperaturhistorien innenfor et bredt temperaturområde. Indikatoren bør også være passende aktivert slik at lagring av
25 indikatoren før bruk ikke er et problem, og responsen til tid og temperatur bør bli gitt på en visuell og lett tolkbar måte. Til slutt, og viktig, den bør være ikke-giftig og ikke utgjøre noen trussel mot menneskers helse.

30

- Ifølge foreliggende oppfinnelse er det nå tilveiebrakt et tid-temperatur indikatorsystem som er nyttig for å overvåke tid-temperatursponeringen til matvarer og andre produkter. Systemet tilveiebringer forbedret tid-temperatursensitivitet innen et bredt temperaturområde og en respons som bedre reflekterer den til reaksjonene som fører til
35 kvalitetstap.

Et **første aspekt** av foreliggende oppfinnelse vedrører et tid-temperatur indikatorsystem, omfattende minst ett reaktivt middel (13) og minst ett mobilt middel (14); nevnte reaktive middel (midler) er inneholdt i en matriks inneholdt i et første rom (11) tilstøtende et separat andre rom (12) inneholdende det mobile midlet; nevnte første
5 og andre rom er til å begynne med separert av egnede midler (17) for å unngå kontakt mellom det minst ene mobile midlet og det minst ene reaktive midlet; systemet blir aktivert ved å bringe nevnte to rom i kontakt og derved tillate at det minst ene mobile midlet migrerer gjennom matriksen inneholdt i det første rommet; nevnte matriks inneholdt i de første rommet omfatter en blanding av minst en første og en andre
10 matrikskomponent; nevnte første matrikskomponent en geldannende polymer som har et smeltepunkt under 90 °C; og nevnte andre matrikskomponent er enten i) en reversibel geldannende polymer som har et smeltepunkt som er minst 5 °C høyere enn smeltepunktet til den første matrikskomponenten eller ii) en irreversibel geldannende polymer.

15

Foretrukne utførelsesformer ifølge foreliggende oppfinnelse fremsettes nedenfor og i de uselvstendige kravene.

Foretrukne utførelsesformer ifølge foreliggende oppfinnelse vil nå bli illustrert mer
20 detaljert med referanse til de ledsagende figurer.

Figur 1a illustrerer en konseptuell utførelse av oppfinnelsen hvori det mobile midlet og det reaktive midlet (3 og 4) er inneholdt i et sylinderelement inkluderende to rom (1 og 2), og en forsegling (5) mellom de to rommene (1 og 2) som er tilveiebrakt ved å bøye
25 sylinderelementet.

Figur 1b illustrerer utførelsen vist i figur 1a, hvori forseglingen har blitt fjernet ved å rette ut sylinderelementet.

30 **Figur 2** illustrerer en konseptuell utførelse av oppfinnelsen hvori det mobile midlet og det reaktive midlet (13 og 14) er inneholdt i et sylinderelement inkluderende to rom (11 og 12) og forseglingen mellom de to rommene (11 og 12) er tilveiebrakt av en barriere (17).

35

Figur 3 illustrerer tid-temperatursensitiviteten til systemet ved spesifikke temperaturer og hvordan tid-temperatursensitiviteten endes med temperatur.

Y-akse: Antall dager inntil indikatoren når en fast verdi;

X-akse: Temperatur (°C)

5

Figur 4 illustrerer tid-temperatursensitiviteten til systemet ved spesifikke temperaturer og hvordan tid-temperatursensitiviteten endes med tid.

Y-akse: Mobilt middel diffusjonsavstand (mm)

X-akse: Antall dager

10

Figur 5 illustrerer viktigheten av å ha en temperatursensitiv komponent i matriksen inneholdt i det første rommet.

Y-akse: Antall dager inntil indikatoren når en fast verdi;

X-akse: Temperatur (°C)

15

Figur 6 illustrerer en utførelse av tid-temperatur indikatorsystemet ifølge foreliggende oppfinnelse: (a) før aktivering; (b) rett etter aktivering; (c-f) fargeutviklingsreaksjon.

Figur 7 illustrerer en utførelse av tid-temperatur indikatorsystemet ifølge foreliggende oppfinnelse: (a) før aktivering; (b) rett etter aktivering; (c-f) fargesvekkingsreaksjon.

20

Figur 8 illustrerer en utførelse av kombinasjonen ifølge foreliggende oppfinnelse omfattende tid-temperatur indikatorsystemet og en poselukkingsanordning.

Figur 9 illustrerer en utførelse av kombinasjonen ifølge foreliggende oppfinnelse omfattende tid-temperatur indikatorsystemet og en poselukkingsanordning.

25

Foreliggende oppfinnelse vedrører et tid-temperatur indikatorsystem, som omfatter minst ett reaktivt middel som er inneholdt i en matriks inneholdt i et første rom tilstøtende et separat andre rom som inneholder det mobile midlet. Nevnte reaktive middel er foretrukket immobilisert eller hovedsakelig immobilisert i matriksen inneholdt i det første rommet.

30

Som anvendt heri, er "et reaktivt middel" tilsiktet å inkludere et middel som interagerer eller reagerer med det mobile midlet når de to midlene bringes i kontakt, foretrukket nærkontakt, med hverandre.

35

Som anvendt heri, er "et hovedsakelig immobilisert middel" tilsiktet å inkludere et middel som er signifikant mindre mobilt (reduisert migrering) enn nevnte mobile middel. I en utførelse, har det hovedsakelig immobiliserte midlet minst 50 % redusert migrering, foretrukket minst 60 % redusert migrering, mer foretrukket minst 70 %
 5 redusert migrering, enda mer foretrukket minst 80 % redusert migrering, mest foretrukket minst 90 % redusert migrering, for eksempel 95 %, 96 %, 97 %, 98 % eller 99 % (for eksempel 99,2 %, 99,6 %, 99,8 % eller 100 % redusert migrering) når sammenlignet med det mobile midlet under lignende forhold.

10 I en utførelse ifølge foreliggende oppfinnelse er det reaktive midlet immobilisert i en matriks inneholdt i nevnte første rom. Selv om midlet kan ha noen grad av mobilitet (migrering) innen det immobiliserte materialet, er migreringen meget begrenset. I en foretrukket utførelse er det reaktive midlet immobilisert innen det immobiliserte materialet.

15 Nevnte første og andre rom er til å begynne med separert av egnede midler, for eksempel en forsegling slik som en barriere, for å unngå kontakt mellom det minst ene mobile midlet og det minst ene reaktive midlet. I en foretrukket utførelse er nevnte forseglig et fjernbart lag mellom to plastlag.

20 Systemet kan aktiveres ved å bringe de to rom i kontakt, for eksempel ved å fjerne eller bryte forseglingen mellom de to rommene, hvorved det mobile midlet på en tid-temperatur avhengig måte bringes i kontakt med det reaktive midlet, som foretrukket resulterer i et visuelt detekterbart signal som indikerer tid-temperaturhistorien.

25 Matriksen inneholdt i det første rommet omfatter en blanding av minst en første og en andre matrikskomponent. Hensikten med den andre matrikskomponenten er å fungere som støttemateriale for den første matrikskomponenten mens den første matrikskomponenten tilveiebringer tid-temperatursensitivitet innen et bredere
 30 temperaturområde og en respons som bedre reflekterer den til reaksjonene som fører til kvalitetstap.

Matriksen inneholdt i det første rommet kan også inneholdes i det andre rommet.

35 I en nyttig utførelsesform ifølge oppfinnelsen, er nevnte andre matrikskomponent en geldannende polymer, slik som en irreversibel eller mer foretrukket en reversibel geldannende polymer.

I tilfelle den andre matrikskomponenten er en irreversibel geldannende polymer, kan den irreversibelt stivne før aktivering ved prosesser slik som ioniske interaksjoner, eller den kan irreversibelt stivne etter aktivering ved ioniske interaksjoner som oppstår på grunn av ioner som diffunderer fra det første rommet til det andre rommet. Eksempler
 5 på irreversibelt stivnede geler er polymerer slik som i) anioniske polymerer, for eksempel alginater eller pektiner kombinert med polyvalente metallioner slik som Ca^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} , Ba^{2+} ; eller ii) kationiske polymerer slik som kitosaner kombinert med ioner slik som SO_4^{2-} eller polyfosfater.

10 I tilfelle den andre matrikskomponenten er en reversibel geldannende polymer, er det foretrukket at den ikke entrer sol-tilstand under aktiveringen av systemet, mer foretrukket heller ikke entrer sol-tilstand etter at systemet har blitt aktivert.

En reversibel geldannende polymer er en polymer som eksisterer som en løsning (sol-tilstand) eller som et fast gelélignende materiale (gel-tilstand) avhengig av de pålagte betingelser. Følgelig er det foretrukket at smeltepunktet til den andre
 15 matrikskomponenten er så høyt som mulig, eller i det minste så høyt at det er utenfor det antatte driftsområdet til tid-temperatur indikatorsystemet. Hvis smeltepunktet til den andre matrikskomponenten er innenfor driftsområdet, kan integriteten til indikatoren
 20 påvirkes og således resultere i endringer i funksjonalitet, for eksempel fremskynding av indikatoren, utvidelse av reaksjonsfronten eller andre artefakter.

I en utførelse er smeltepunktet til den andre matrikskomponenten minst 5 °C, foretrukket minst 10 °C, mer foretrukket minst 15 °C, mest foretrukket minst 20 °C høyere enn
 25 smeltepunktet til nevnte første matrikskomponent. I en annen utførelse er smeltepunktet til den andre matrikskomponenten 30 °C, foretrukket minst 40 °C, mer foretrukket minst 50 °C eller minst 60 °C og mest foretrukket minst 70 °C høyere enn smeltepunktet til nevnte første matrikskomponent.

30 I en annen utførelse, er smeltepunktet til den andre matrikskomponenten i området 0-100 °C, mer foretrukket i området 10-100 °C, enda mer foretrukket i området 20-100 °C og mest foretrukket i området 30-100 °C for eksempel i området 40-100 °C, i området 50-100 °C, i området 60-100 °C, i området 70-100 °C, i området 80-100 °C eller i området 90-100 °C.

35

Eventuelt er nevnte andre matrikskomponent en reversibel geldannende polymer som har et smeltepunkt over -30 °C, over -20 °C eller over -10 °C, foretrukket over 0 °C, mer

foretrukket over 10 °C, enda mer foretrukket over 20 °C og mest foretrukket over 30 °C slik som for eksempel over 40 °C, over 50 °C, over 60 °C, over 70 °C, over 80 °C eller over 90 °C.

- 5 Smeltepunktet til en gel er temperaturen ved hvilken den endrer tilstand fra gel til væske, entrer sol-gel overgang. Smeltepunktet til et stoff avhenger (vanligvis litt) av trykk, men er heri tilsiktet å være definert ved standard atomsfæretrykk hvis ikke noe annet er spesifisert. De fleste av de kommersielt tilgjengelige geldannende polymerer har et veldefinert smeltepunkt. Det eksisterer imidlertid også en del forskjellige
- 10 teknikker for å måle smeltepunktet til en gel, inkludert differensial skanning kalorimetri (DSC). Hvis ikke annet er spesifisert heri, er smeltepunktene det henvises til målt ved å anvende differensial skanning kalorimetri (Polymer 50 (2009) 4859-4867).

- For å være i stand til å fungere som støttemateriale for den første matrikskomponenten
- 15 uten negativt å påvirke den samlede tid-temperatursensitiviteten til systemet, bør konsentrasjonen av den andre matrikskomponenten være i området 0,01-30 vekt %, mer foretrukket i området 0,1-20 vekt %, enda mer foretrukket i området 0,1-15 vekt % og mest foretrukket i området 0,1-10 vekt %, for eksempel i området 0,1-5 vekt % eller i området 0,1-2 vekt %. Nevnte konsentrasjon blir beregnet som mengden av fast
- 20 geldannende polymer sammenlignet med den totale vekten av systemet.

- Videre kan den geldannende polymeren til den andre matrikskomponenten være i form av en syntetisk eller naturlig kolloid geldannende polymer, eller en kombinasjon derav; eller mer foretrukket i form av en syntetisk eller naturlig hydrokolloid geldannende
- 25 polymer, eller en kombinasjon derav. I tilfelle av en hydrokolloid geldannende polymer, er hydrokolloidet foretrukket valgt fra gruppen bestående av et alginat, slik som Na-alginat, alginsyre eller propylenglykolalginat; et karragenan (for eksempel Kappa, Iota, eller Lambda karragenan, foredlet eller halvforedlet); en agar eller agarose, en gummi, en cellulose (slik som CMC, HPMC, MC) og et protein (slik som gelatin fra pattedyr
- 30 eller fisk, for eksempel gelatin fra kaldtvann eller tropisk vann fisk), eller salter og derivater derav.

- I en nåværende foretrukket utførelse av oppfinnelsen som beskrevet heri, er nevnte første matrikskomponent en geldannende polymer, foretrukket en reversibel
- 35 geldannende polymer, som tilveiebringer forbedret tid-temperatursensitivitet til systemet innen et bredt temperaturområde og en respons som bedre reflekterer den til reaksjonene som fører til kvalitetstap for det overvåkede produktet.

Som demonstrert i eksempel 2a og 2b er mobiliteten til det mobile midlet i stor grad avhengig av hvorvidt nevnte første matrikskomponent er i sin sol- eller gel-tilstand og tid-temperatursensitiviteten til systemet ser ut til å være signifikant forbedret ved

5 temperaturer nær smeltepunktet til den første matrikskomponenten. Følgelig er det foretrukket at nevnte første matrikskomponent er en geldannende polymer som har et smeltepunkt nært opptil temperaturområdet hvor økt temperatursensitivitet er nødvendig, slik som for anvendelsen med et temperatursensitivt produkt i de relevante lagringstemperaturene. For kjølte produkter kan dette være i området 0-20 °C,

10 foretrukket 0-16 °C, mer foretrukket 0-12 °C og mest foretrukket 0-8 °C.

Videre, ved å velge den geldannende polymeren til den første matrikskomponenten i henhold til dens smeltepunkt, kan den tid-temperaturavhengige mobiliteten til det mobile midlet bli justert for å reflektere hastigheten på kvalitetsforringelsen av det

15 overvåkede produktet. Siden mobilitetshastigheten til det mobile midlet og den samlede tid-temperatursensitiviteten til systemet kan variere mellom forskjellige geldannende polymere, selv når nevnte geldannende polymere har lignende eller identiske smeltepunkt, kan seleksjon blant forskjellige geldannende polymere som har lignende eller identiske smeltepunkt anvendes for å fininnstille tid-temperatur indikatorsystemet

20 for å bedre reflektere hastigheten på kvalitetsforringelsen til den overvåkede produktet.

Således vedrører et første aspekt av den foreliggende oppfinnelse et tid-temperatur indikatorsystem, som omfatter minst ett reaktivt middel og minst ett mobilt middel; nevnte reaktive middel (midler) er inneholdt i en matriks inneholdt i et

25 første rom tilstøtende et separat andre rom som inneholder det mobile midlet: nevnte første og andre rom er til å begynne med separert av egnede midler for å unngå kontakt mellom det minst ene mobile midlet og det minst ene reaktive midlet; systemet blir aktivert ved å bringe de to nevnte rom i kontakt og derved tillate at det minst ene mobile midlet migrerer gjennom matriksen inneholdt i det første rommet; nevnte matriks

30 inneholdt i det første rommet omfatter en blanding av minst en første og en andre matrikskomponent; nevnte første matrikskomponent er en geldannende polymer som har et smeltepunkt under 90 °C; og nevnte andre matrikskomponent er enten i) en reversibel geldannende polymer som har et smeltepunkt som er minst 5 °C høyere enn smeltepunktet til nevnte første matrikskomponent eller ii) en irreversibel geldannende

35 polymer.

Tid-temperatur indikatorsystemet ifølge foreliggende oppfinnelse kan være et fullhistorisk tid-temperatur indikatorsystem, et delhistorisk tid-temperatur indikatorsystem eller en kombinasjon derav.

- 5 Som anvendt heri, er “et tid-temperatur indikatorsystem som er både et full- og delhistorisk tid-temperatur indikatorsystem” ment å inkludere et system som er klassifisert som et fullhistorisk tid-temperatur indikatorsystem innen spesifikke temperaturområde(r) mens det er klassifisert som et delhistorisk tid-temperatur indikatorsystem utenfor disse temperaturområde(r). Dette er typisk tilfelle for tid-temperatur indikatorsystem som omfatter ingredienser (for eksempel vann) som entrer væske til fastfase overganger (for eksempel væske til is) ved en viss temperatur (for eksempel ved 0 °C). En slik faseovergang resulterer ofte i drastiske endringer i egenskapene til systemet inkludert dets responsmekanismer.
- 10
- 15 Som vist i eksempel 2a og 2b, har tid-temperatur indikatorsystemet ifølge foreliggende oppfinnelse en signifikant høyere temperatursensitivitet sammenlignet med tid-temperatur indikatorsystem ifølge kjent teknikk. Denne økningen i temperatursensitiviteten har blitt oppnådd ved å inkludere et temperatursensitivt materiale i matriksen inneholdt i nevnte første rom. Mens nevnte andre matrikskomponent hovedsakelig fungerer som et støttemateriale, tilveiebringer nevnte første matrikskomponent den forbedrede tid-temperatursensitiviteten innen et bredt temperaturområde.
- 20

- Følgelig er det foretrukket at nevnte første matrikskomponent er en geldannende polymer som har et smeltepunkt nær temperaturområdet hvor økt temperatursensitivitet er påkrevd, for eksempel nær den anbefalte lagringstemperaturen til produktet som skal overvåkes.
- 25

- Følgelig kan den geldannende polymeren til den matrikskomponenten ha et smeltepunkt under 90 °C, under 80 °C, under 70 °C, under 60 °C, under 50 °C, under 40 °C, under 30 °C, under 20 °C, under 10 °C, under 5 °C, under -5 °C, under -10 °C eller under -15 °C.
- 30

- Eventuelt kan den geldannende polymeren til den første matrikskomponenten ha et smeltepunkt i området i) 0-90 °C, 0-80 °C, 0-70 °C, 0-60 °C, 0-50 °C, 0-40 °C, 0-30 °C, 0-20 °C, 0-10 °C, 0-4 °C eller 0-2 °C; ii) i området -20 til 90 °C, -20 til 80 °C, -20 til 70 °C, -20 til 60 °C, -20 til 50 °C, -20 til 40 °C, -20 til 30 °C, -20 til 20 °C, -20 til 10 °C, -20 til 6 °C eller -20 til 4 °C; iii) i området -10 til 90 °C, -10 til 80 °C, -10 til 70 °C, -10 til 60 °C, -
- 35

10 til 50 °C, -10 til 40 °C, -10 til 30 °C, -10 til 20 °C, -10 til 10 °C, -10 til 4 °C eller -10 til 2 °C; eller iv) i området -5 til 90 °C, -5 til 80 °C, -5 til 70 °C, -5 til 60 °C, -5 til 50 °C, -5 til 40 °C, -5 til 30 °C, -5 til 20 °C, -5 til 10 °C, -5 til 4 °C eller -5 til 2 °C.

- 5 For å være i stand til å tilveiebringe forbedret tid-temperatursensitivitet innen et bredt temperaturområde og en respons som bedre reflekterer den til reaksjonene som fører til kvalitetstap uten negativt å påvirke den samlede temperatursensitiviteten til systemet, bør konsentrasjonen av den første matrikskomponenten være i området 1-80 vekt %, mer foretrukket i området 5-70 vekt %, enda mer foretrukket i området 10-60 vekt % og
10 mest foretrukket i området 15-60 vekt %, for eksempel i området 20-60 vekt %. Nevnte konsentrasjon blir beregnet som mengden av fast geldannende polymer sammenlignet med den totale vekten av systemet.

Videre kan den geldannende polymeren til den første matrikskomponenten være i form
15 av en syntetisk eller naturlig kolloid geldannende polymer, eller en kombinasjon derav; eller mer foretrukket i form av en syntetisk eller naturlig hydrokolloid geldannende polymer, eller en kombinasjon derav. I tilfelle av en hydrokolloid geldannende polymer, er hydrokolloidet foretrukket valgt fra gruppen bestående av et karragenan (for eksempel Kappa, Iota, eller Lambda), en agar, en gummi, en cellulose (slik som HPMC,
20 MC) og et protein slik som gelatin fra pattedyr eller fisk (slik som gelatin fra pattedyr eller fisk, for eksempel gelatin fra kaldtvannsfisk eller tropisk vann fisk), eller salter og derivater derav.

I en spesielt foretrukket utførelse ifølge det første aspektet av den foreliggende
25 oppfinnelse, er

- i. nevnte første matrikskomponent en blanding omfattende vann og gelatin utvunnet fra kaldtvannsfisk og nevnte andre matrikskomponent en blanding omfattende vann og pattedyrutvunnet gelatin;
- ii. nevnte første matrikskomponent en blanding omfattende vann og gelatin
30 utvunnet fra kaldtvannsfisk og nevnte andre matrikskomponent en blanding omfattende vann og agar;
- iii. nevnte første matrikskomponent en blanding som omfatter vann og gelatin utvunnet fra tropisk vann fisk og nevnte andre matrikskomponent en blanding omfattende vann og pattedyrutvunnet gelatin; eller
- 35 iv. nevnte første matrikskomponent en blanding omfattende vann og pattedyrutvunnet gelatin og nevnte andre matrikskomponent en blanding omfattende vann og agar.

Matriksen inneholdt i det første rommet omfatter en blanding av minst en første og en andre matrikskomponent, nevnte andre matrikskomponent fungerer hovedsakelig som støttemateriale for den første matrikskomponenten. Følgelig er det foretrukket at nevnte matriks er dannet ved å blande matrikskomponentene når de er i sin sol-tilstand, mer
 5 foretrukket ved å blande matrikskomponentene når de er i sin sol-tilstand og så tillate minst én av nevnte matrikskomponenter å gjennomgå en sol-gelovergang.

Rommene i systemet kan være av variable dimensjoner, det vil si hvert rom kan være triangulært, bølgeformet, krummet, sinusformet, bladlignende, sirkulært, ovalt,
 10 ellipseformet, sylindrisk (figur 1 og 2); rektangulært (figur 6 og 7), pentagonalt, rombeformet, dråpeformet, trapesformet, symmetrisk eller ikke-symmetrisk; eller enhver kombinasjon derav.

Størrelsen på rommene kan være variable, det vil si hvert rom kan ha en lengde på opp
 15 til 4 mm; 8 mm; 20 mm; 30 mm; 40 mm eller over; med bredde på opp til 1 mm; 2 mm; 4 mm; 6 mm; 8 mm; 10 mm; eller over; med høyde på opp til 0,1 mm; 0,5 mm; 1 mm; 2 mm; 4 mm; eller over.

Matriksvekten til hvert rom kan være av variabel vekt, det vil si opp til 10 mg, opp til
 20 20 mg; opp til 40 mg; opp til 80 mg; opp til 160 mg; opp til 320 mg; eller høyere.

Videre kan rommene i systemet være laget av forskjellige materialer slik som glass og polymermaterialer. Et slikt polymermateriale kan for eksempel være polyetylen.

25 De egnede midlene for å forhindre kontakt mellom det minste ene mobile midlet og det minst ene hovedsakelig immobiliserte midlet kan tilveiebringes ved å bøye tid-temperatur indikatorsystemet for å stenge for overgangen mellom rommene (figur 1a og b) eller det kan også tilveiebringes ved en barriere slik som en tynn polymerfilm (figur 2). Barrieren kan også være tilveiebrakt ved hjelp av et materiale slik som for eksempel
 30 voks, som er fast innen et visst temperaturområde, men flyter når en gitt terskeltemperatur overskrides.

Systemet aktiveres typisk ved å bryte eller fjerne forseglingen mellom de to rommene som inneholder midlene. Bryting kan for eksempel utføres ved å utsette forseglingen for
 35 mekanisk stress, stråling eller varme. I tilfellet der de egnede midler for å forhindre kontakt mellom det minste ene mobile midlet og det minst ene reaktive midlet er

tilveiebrakt ved å bøye tid-temperatur indikatorsystemet, er systemet typisk aktivert ved å rette ut tid-temperatur indikatorsystemet.

Når systemet har blitt aktivert migrerer det minst ene mobile midlet gjennom matriksen
 5 inneholdt i det første rommet på en tid-temperaturavhengig måte, og ved å gjøre det bringes det i kontakt med det minst ene reaktive midlet. Reaksjonen eller interaksjonen mellom nevnte mobile middel og nevnte reaktive middel er foretrukket en kjemisk reaksjon. Mer foretrukket velges nevnte reaksjon eller interaksjon fra gruppen bestående av redoksreaksjon, kompleksdannelse, chelatdannelse og utfelling.

10

Videre er det foretrukket at nevnte reaksjon eller interaksjon er hovedsakelig irreversibel, mer foretrukket irreversibel, for å forhindre at tid-temperaturindikatoren blir nullstilt. Foretrukket er reaksjonen eller interaksjonen visuelt detekterbar, foretrukket ved en endring i farge slik som for eksempel fargeutviklingsreaksjon (figur
 15 6) eller en fargesvekkingsreaksjon (figur 7).

Reaksjonsfronten i systemet er foretrukket visuelt klar og distinkt, slik at det er en lav sjanse for feiltolking av reaksjonsfronten. En visuelt definert front kan være definert slik at den fullstendige fargeendringen til den visuelle kontaktflaten (fronten) inntreffer
 20 innen mindre enn 4 mm, mindre enn 2 mm; mindre enn 1mm, mindre enn 0,5 mm; mindre enn 0,25 mm; eller mindre enn 0,1 mm.

I en utførelse ifølge foreliggende oppfinnelse, er

- i. minst ett av nevnte reaktive midler et reduksjonsmiddel og minst ett av nevnte
 25 mobile midler et middel som blir redusert av nevnte reduksjonsmiddel når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- ii. minst ett av nevnte mobile midler et reduksjonsmiddel og minst ett av nevnte reaktive midler et middel som blir redusert av nevnte reduksjonsmiddel når de to midlene blir brakt i kontakt med hverandre;
- 30 iii. minst ett av nevnte reaktive midler et oksidasjonsmiddel og minst ett av nevnte mobile midler et middel som blir oksidert av nevnte oksidasjonsmiddel når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- iv. minst ett av nevnte mobile midler et oksidasjonsmiddel og minst ett av nevnte reaktive midler et middel som blir oksidert av nevnte oksidasjonsmiddel når de
 35 to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- v. minst ett av nevnte reaktive midler et middel som danner et kompleks med minst ett av nevnte mobile midler når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;

- vi. minst ett av nevnte reaktive midler et middel som danner et presipitat med minst ett av nevnte mobile midler når de to midlene bringes i kontakt med hverandre; eller
- vii. minst ett av nevnte reaktive midler et middel som danner et chelat med minst ett av nevnte mobile midler når de to midlene bringes i kontakt med hverandre.

For at reaksjonen eller interaksjonen skal være visuelt detekterbar, foretrukket ved en endring i farge, er det minst ene mobile midlet før aktivering av systemet til stede i en konsentrasjon som er i området 0,001-1 M, slik som for eksempel 0,01-1 M eller 0,1-1 M. Videre er det foretrukket at det minst ene reaktive midlet før aktivering av systemet er til stede i en konsentrasjon som er i området 0,001-1 M, slik som for eksempel 0,01-1 M eller 0,1-1 M.

I en utførelse ifølge foreliggende oppfinnelse, er det minst ene mobile midlet før aktivering av systemet til stede i en konsentrasjon som er høyere enn konsentrasjonen til det reaktive midlet. Foretrukket er det minst ene mobile midlet før aktivering av systemet til stede i en konsentrasjon som er 2x, 4x, 6x, 8x, 10x, 15x, 20x, 25x, 30x eller 50x høyere enn konsentrasjonen av det reaktive midlet.

Det er foretrukket at det mobile midlet (midlene), det reaktive midlet (midlene) og det dannede produktet (produktene) ikke er giftige for den menneskelige helse og derfor ikke representerer en risiko for forbrukerne. Nevnte dannede produkt(er) er produkt(er) som er dannet når det mobile midlet (midlene) interagerer eller reagerer med det reaktive midlet (midlene).

25

I en nyttig utførelse av systemet ifølge oppfinnelsen er det mobile middel – reaktive middel paret valgt fra parene listet opp i tabellen nedenfor.

Mobilt middel — Reaktivt middel par	
Mobilt middel	Reaktivt middel
Metylenblått	Karragenan
Fe^{3+} eller Cu^{2+} salt	FeCN_6^{4-} salt
FeCN_6^{4-} salt	Fe^{3+} eller Cu^{2+} salt
Jodid	Cu^{2+} salt
Sulfat, Karbonat eller Fosfat	Ca^{2+} salt
Glukose, Fruktose eller Tiosulfat	Stivelse – jod kompleks
Fe^{2+} salt	FeCN_6^{3-} salt
FeCN_6^{3-} salt	Fe^{2+} salt

I en utførelse ifølge den foreliggende oppfinnelse er det mobile midlet et reduksjonsmiddel og det reaktive midlet er et middel som endrer farge etter reduksjon. I en annen utførelse ifølge foreliggende oppfinnelse er det reaktive midlet et reduksjonsmiddel og det mobile midlet er et middel som endrer farge etter reduksjon.

5

Ferroin er et eksempel på et pH-uavhengig middel som etter reduksjon endrer farge fra svakt blått til rødt og metylenblått er et eksempel på et pH-avhengig middel som endrer farge fra blått til fargeløst etter reduksjon. Andre egnede midler som endrer farge etter reduksjon er 2,2'-bipyridin(Ru- eller Fe-komplekser); nitroferroin; 5,6 dimetylferroin; fenylantranilsyre; etoksykrysoidin; o-dianisidin; natriumdifenylaminsulfonat; viologen; difenylbenzidin; difenylamin; natrium 2,6-dibromfenol-indofenol; natrium 2,6-diklorfenol-indofenol; natrium o-kresol indofenol; tionin; indigotetrasulfonsyre; indigotrisulfonsyre; indigokarmin; indigomonosulfonsyre; fenosafranin; safranin; nøytral rød; variamin blå; kaliumpermanganat; xylenol oransje; og xylen cyanol.

15

Systemet ifølge foreliggende oppfinnelse er i stand til å indikere tid-temperaturhistorien innen et temperaturområde som har en forskjell mellom den øvre og nedre grense som foretrukket ikke er høyere enn 50 °C, foretrukket i temperaturområdet fra -20 °C til 30°C, slik som i området -20 °C til 12 °C. Imidlertid er systemet ifølge oppfinnelsen også i stand til å indikere tid-temperaturhistorien i temperaturområdet fra 30 °C til 90 °C, for eksempel 30 °C til 50 °C.

20

I en nåværende foretrukket utførelse av oppfinnelsen som beskrevet heri, gir tid-temperatursystemet en temperatursensitivitet beregnet til å være i området 12-50 kcal/mol (slik som for eksempel i området 12-40 kcal/mol eller 12-30 kcal/mol), mer foretrukket i området 14-50 kcal/mol (slik som for eksempel i området 14-40 kcal/mol eller 14-30 kcal/mol), enda mer foretrukket i området 16-50 kcal/mol (slik som for eksempel i området 16-40 kcal/mol eller 16-30 kcal/mol) og mest foretrukket i området 20-50 kcal/mol (slik som for eksempel i området 20-40 kcal/mol eller 20-30 kcal/mol).

30

I en utførelse blir nevnte temperatursensitivitet foretrukket basert på data oppnådd ved i) 2, 4 og 8 °C; ii) 6, 12 og 16 °C; iii) 12, 24 og 48 °C; eller iv) 24, 48 og 96 °C.

35

Det er flere måter å beregne temperatursensitiviteten til tid-temperatursystemet ifølge foreliggende oppfinnelse. Hvis ikke annet er spesifisert er de ovennevnte temperatursensitivitetsdataene beregnet ifølge fremgangsmåtene beskrevet av T.P. Labuza (Journal of Chemical Education, Volume 61, Number 4, April 1984).

Det ovennevnte systemet kan være forbundet med, integrert med eller inkorporert i en produktlagringsbeholder.

Produkter som kan inneholdes i nevnte produktlagringsbeholder inkluderer for eksempel matvareprodukter, kjemiske produkter, farmasøytiske produkter, veterinærprodukter, kosmetikk eller biologiske materialer. Slike matvareprodukter er typisk produkter som er ferske, frosne, konserverte eller tørket, og typiske biologiske materialer er produkter som for eksempel diagnostiske reagenser, blod og blodkomponenter, planter, frø og sæd.

10

Systemet er foretrukket festet til en indre eller ytre overflate av produktlagringsbeholderen, eventuelt integrert i materialet til produktlagringsbeholderen. Typiske beholdere er for eksempel bokser, esker, flasker, brett, poser og krukker, nevnte beholdere er for eksempel MAP-pakket eller vakuumpakket.

15

Forbindelsen av systemet til slike beholdere kan tilveiebringes ved hjelp av et klebende lag på systemet med hvilket systemet vil bli hovedsakelig ikke-fjernbart når forbundet med beholderen. Forbindelsen av systemet til beholderen kan konstrueres slik at hvis systemet forsøkes fjernet fra beholderen som det er forbundet til, vil det brette eller bli ødelagt. Ved dette kan det forhindres at systemet blir klusset med.

20

Det ovennevnte systemet kan forbindes med, integreres med eller inkorporeres i en poselukkingsanordning (figur 8 og 9).

25

Poselukkings tid-temperaturindikatoren kan være til særlig nytte for produkter hvori det er teknisk vanskelig, eller kostnadsrelatert vanskelig, å feste indikatoren til produktposen som en separat anordning. Poselukkings tid-temperaturindikatoren har flere tekniske fordeler, og kan gi fordeler slik som å være i stand til både å lukke en produktpose og tilveiebringe et middel for å måle tid-temperatursponeringen for produktet i en ettrinns fremgangsmåte som er både kostnadseffektiv og tidseffektiv. Den eliminerer også behovet for først å tilveiebringe en poselukking og deretter en separat tid-temperaturindikator til produktet.

30

Poselukkings tid-temperaturindikatoren kan tilveiebringes som en enkelt enhet før festing til produktemballasjen, og kan være

35

- a) fremstilt ved en kombinert fremgangsmåte hvori lukningsanordningen er del av den samme strukturen som indikatoren for å måle tid- og temperatureksponeringen, slik at den støttende strukturplaten for indikatoren også tilveiebringer strukturen som anvendes i lukningsanordningen, det vil si er en polymerbasert struktur, slik som et plastmateriale omfattende en PP, PE, PET eller laminatplast, i stand til å tilveiebringe struktur til hele anordningen;
- b) fremstilt separat, slik at lukningsanordningen og indikatoren for å måle tid- og temperatureksponeringen er kombinert i et separat trinn før festing, fremgangsmåten for kombineringsanordning omfatter lim, sveising, søm, eller andre konvensjonelle midler for å kombinere materialer;
- c) fremstilt ved en fremgangsmåte som omfatter trinnene å
- i) danne minst to separate hulrom i et plastarklag;
 - ii) forme plastarklaget til en poselukningsanordning egnet til lukking av en produktpose;
 - iii) fylle nevnte hulrom med flytende homogene matrikser omfattende en vandig hydrokolloid geldannende polymer og reaktive materialer,
 - iv) forsegle nevnte hulrom ved å innkapsle hulrommene med et andre lag
 - v) eventuelt, tillate minst en av matriksene å gjennomgå en sol-gelovergang
 - vi) eventuelt, aktivere nevnte anordning ved selektivt å komprimere minst ett hulrom dannet av de to lagene således bringe matriksene omfattende reaktive materialer i kontakt slik at reaksjonen igangsettes; i ett foretrukket utførelsestrinn er v) obligatorisk; i et annet foretrukket utførelsestrinn er vi) obligatorisk; eller
- d) fremstilt ved en fremgangsmåte omfattende trinnene å
- i) danne minst et første og et andre separate rom i et plastarklag,
 - ii) forme plastarklaget inn i en poselukningsanordning egnet for å lukke en produktpose;
 - iii) fylle nevnte første rom med en sammensetning omfattende matriksen_(sol-tilstand) og det (de) reaktive midlet (midlene) definert i krav 1;
 - iv) fylle nevnte andre rom med en sammensetning omfattende matriksen_(sol-tilstand) og det (de) mobile midlet (midlene) definert i krav 1;
 - v) forsegle nevnte rom med et andre lag;
 - vi) eventuelt, tillate minst én av matrikskomponentene definert i krav 1 å gjennomgå en sol-gelovergang;
 - vii) eventuelt, aktivere nevnte anordning ved selektivt å komprimere minst ett rom dannet av de to lagene og således bringe de to rommene i

kontakt; i ett foretrukket utførelsestrinn er vi) obligatorisk; i et annet foretrukket utførelsestrinn er vii) obligatorisk.

Poselukkings tid-temperaturindikatorene kan bli festet til hverandre ende-mot-ende (figur 9) eller festet til hverandre side-ved-side (figur 8) før aktivering og festing til posen. Kjeden av poselukkings tid-temperaturindikatorer kan foretrukket bestå av den samme basisstrukturen, hvori strukturen er kuttet slik at det er tynne restfestepunkter eller strenger mellom hver anordning. Kjeden av indikatorer blir foretrukket brutt under festeprosessen, det vil si av mekanisk, oppvarming eller strålingsstress mot kjeden.

Poselukkings tid-temperaturindikatoren kan være kvadratisk, rektangulær, rektangulær med avrundede hjørner: med en lengde på opp til 4 mm; 8 mm; 20 mm; 30 mm; 40 mm; 80 mm; 160 mm eller over; med bredde på opp til 1 mm; 2 mm; 4 mm; 6 mm; 8 mm; 10 mm; 20 mm; 30 mm; 40 mm; 80 mm; eller over med høyde på opp til 0,1 mm; 0,5 mm; 1 mm; 2 mm; 4 mm; 6 mm; 10 mm eller over; og kan være triangulær, bølgeformet, krummet, sinusformet, bladlignende, sirkulær, oval, ellipseformet, sylindrisk; pentagonalt, rombeformet, dråpeformet, trapesformet, symmetrisk eller ikke-symmetrisk; eller kombinasjoner derav; og kan videre omfatte et område som er skåret ut for å tilveiebringe tilstrekkelige egenskaper for lukking av en produktpose.

Tid-temperaturindikatorområdet til poselukkings tid-temperaturindikatoren kan være triangulært, bølgeformet, krummet, sinusformet, bladlignende, sirkulært, ovalt, ellipseformet, sylindrisk; pentagonalt, rombeformet, dråpeformet, trapesformet, symmetrisk eller ikke-symmetrisk; eller kombinasjoner derav; og kan omfatte ett eller flere indikasjonsområder.

Anordningen kan omfatte en polymerstruktur nevnte struktur omfatter polystyren (PS), polypropylen (PP) og/eller polyestermaterialer slik som polyetylenteraftalat (det vil si krystallinsk; orientert eller amorf); PVC = polyvinylklorid; ekspandert polystyren; SBS = fast bleket sulfat (Solid Bleached Sulfate) kartong; kartong; HDPE = høy- eller lavtetthets polyetylen (HDPE /LDPE), en foretrukket struktur kan imidlertid omfatte en PET laminatstruktur eller PVC.

Indikatoren kan festes til produktet ved å klemme produktmaterialet, slik som en plastpose, inn i indikatoren, hvis indikatoren er ubøyelig og omfatter en festemekanisme, slik som vist i figur 8 og 9, eller ved å bøye indikatoren rundt

plastposen, hvis indikatoren er et fleksibelt element som kan bøyes. Poselukkings tid-temperaturindikatoren kan fordelaktig aktiveres og festes til emballasjen ved å anvende en regulær eller modifisert poselukkingsmaskin. Anordningen kan fordelaktig bli aktivert i fremgangsmåten for festing til produktemballasjematerialet for å tilveiebringe den beste indikasjonen på tid- og temperatureksponering for produktet.

Anordningen kan tilveiebringe en visuell respons med tid- og temperatureksponering, slik visuell respons er foretrukket en fargeendring. Videre kan anordningen tilveiebringe en irreversibel eller hovedsakelig irreversibel respons av nevnte tid- og temperatureksponering.

Anordningen kan også være egnet for alle produkter som for tiden blir lukket med vanlige poselukkingsanordninger eller poseforseglinger, det vil si bakervarer, slik som brød eller pølsebrød, frukt og et mangfold av andre produkter som kan lukkes med poselukkingsanordninger.

En utførelse er en kombinasjon, omfattende en poselukkingsanordning og et tid-temperatur indikatorsystem (figur 8, figur 9), der nevnte tid-temperatur indikatorsystem omfatter minst ett reaktivt middel og minst ett mobilt middel; nevnte reaktive middel (midler) er inneholdt i et første rom tilstøtende et separat andre rom som inneholder det mobile midlet: nevnte første og andre rom er til å begynne med separert av egnede midler for å unngå kontakt mellom det minst ene mobile midlet og det minst ene reaktive midlet; systemet blir aktivert ved å bringe de to nevnte rom i kontakt og derved tillate at det minst ene mobile midlet entrer det første rommet.

Oppfinnelsen vil nå bli beskrevet ved illustrasjon i de følgende eksemplene. De følgende eksempler er ment å illustrere hvordan man skal fremstille og anvende oppfinnelsen.

Eksempel 1

Tid-temperatur indikatorsystem A "Fiskeutvunnet gelatin"

Fremstilling av innholdet som skal inkluderes i det første rommet (gel-strip)

54 g 22 % HiPure fiskeutvunnet gelatin (Norland Products Inc., USA) løses opp i 46 g vann som har blitt forvarmet til en temperatur på omtrent 65 °C. Natriumhydroksid tilsettes så inntil en pH på omtrent 8 har blitt nådd. 2 g type B-gelatin (Sigma), 5 g

trehalose (Sigma) og 2 g 1 vekt % i-karragenan (Sigma) tilsettes så og blandingen røres i ca 10 minutter.

Første matrikskomponent: HiPure fiskeutvunnet gelatin.

5 Andre matrikskomponent: type-B gelatin.

Immobilisert middel = i-karragenan.

Fremstilling av innholdet som skal inkluderes i det andre rommet (reservoar)

2,5 g metylenblått (Sigma) oppløses i 73 g vann som har blitt forvarmet til en
10 temperatur på omtrent 90 °C. Blandingens røres så i omtrent 10 minutter. 5 g type B-gelatin (Sigma), 25 g 45 % HiPure fiskeutvunnet gelatin (Norland Products Inc., USA) og 2 g trehalose (Sigma) tilsettes så og blandingen røres inntil en temperatur på omtrent 65 °C har blitt nådd.

15 Første matrikskomponent: HiPure fiskeutvunnet gelatin.

Andre matrikskomponent: type-B gelatin.

Mobilt middel = metylenblått.

Fremstilling av inaktivert tid-temperatur indikatorsystem

20 Innholdet som skal inkluderes i det første og andre rommet ble holdt ved 50 °C som lot sammensetningene forbli flytende. De to sammensetningene ble så fordelt ved anvendelse av små dyser i hvert av to separate plastpolyesterhulrom fremstilt ved termoforming av et laminatplastflak (Wipak) ved anvendelse av en blisterpakkemaskin. De fylte hulrommene ble forseglede ved anvendelse av en polyester topplaminatfilm
25 (Wipak), som resulterte i et blisterpakket flytende materiale i to separate rom. De inaktiverte tid-temperatur indikatorsystemene var så i romtemperatur og fikk avkjøle seg og bli til gelé.

Aktivering av det ovennevnte tid-temperatur indikatorsystemet

30 Tid-temperatur indikatorsystemet ble aktivert ved å bryte forseglingen mellom de to rommene.

Syv aktiverte tid-temperatur indikatorsystem ble så holdt ved en konstant temperatur på henholdsvis 2 °C, 4 °C, 6 °C, 8 °C, 10 °C, 12 °C eller 20 °C. Tiden inntil utløp
35 (forhåndsatt verdi) ble plottet som en funksjon av temperatur som vist i figur 3 og avstanden det mobile midlet migrerte ble plottet som en funksjon av tiden som vist i figur 4.

Eksempel 2a**Tid-temperatur indikatorsystem B****“ Fiskeutvunnet gelatin”**5 Fremstilling av innholdet som skal inkluderes i det første rommet (gel-strip)

20 ml varmt vann ble tilsatt 2,5 g gelatin, type A (Sigma) og 11,06 g fiskegelatin (Hi Pure fiskegelatin, Norland Products) og tillatt å løses opp. 5,0 g trehalose, Sigma og tillatt å oppløses. Forbindelsen som skulle immobiliseres ble tilsatt ved å pipettere 1,75 ml av en 1,0 M CuSO_4 løsning. Volum ble justert til 50 ml ved bruk av varmt vann.

10 Første matrikskomponent: HiPure fiskeutvunnet gelatin.

Andre matrikskomponent: type-A gelatin.

Immobilisert middel = CuSO_4 .

Fremstilling av innholdet som skal inkluderes i det andre rommet (reservoar)

15 20 ml varmt vann ble tilsatt 11,06 g fiskegelatin (HiPure fiskegelatin, Norland Products) og 5,0 g trehalose (Sigma). 8,45 g K_4 heksacyanoferrat (Merck) som den mobile forbindelsen ble tilsatt løsningen, fulgt av fortykning med varmt vann til 50 ml løsning.

Første matrikskomponent: HiPure fiskeutvunnet gelatin.

20 Mobilt middel = K_4 heksacyanoferrat.

Fremstilling av inaktivert tid-temperatur indikatorsystem

Innholdet som skal inkluderes i det første og andre rommet ble holdt ved 50 °C som lot komponentene forbli flytende. De to sammensetningene ble så fordelt ved anvendelse av små dyser i hvert av to separate plastpolyesterhulrom fremstilt ved termoforming av et laminatplastflak (APET, Wipak) ved anvendelse av en blisterpakkemaskin. De matriksfylte hulrommene ble forseglest ved anvendelse av en polyester topplaminatfilm (OPET, Wipak), som resulterte i et blisterpakket flytende materiale i to separate rom. De inaktiverte tid-temperatur indikatorsystemene var så i romtemperatur og fikk avkjøle seg og bli til gelé.

30

Aktivering av det ovennevnte tid-temperatur indikatorsystemet

Tid-temperatur indikatorsystemet ble aktivert ved å bryte forseglingen mellom de to rommene.

Resultater

Tre aktiverte tid-temperatur indikatorsystem ble holdt ved en konstant temperatur på henholdsvis 2, 4 and 8 °C. tiden inntil utløp (forhåndssatt verdi) ble plottet som en funksjon av temperatur som vist i figur 5.

5

Det fremstilte tid-temperatur indikatorsystemet ga en temperatursensitivitet (beregnet fra temperaturene 2,4 and 8 °C) beregnet til å være 14,3 kcal/mol.

Eksempel 2b

10 **Tid-temperatur indikatorsystem B** **“ Ikke fiskeutvunnet gelatin”**

Fremstilling av innholdet som skal inkluderes i det første rommet (gel-strip)

20 ml varmt vann ble tilsatt 2,5 g gelatin, type A (Sigma) og 5,0 g trehalose, Sigma og
15 tillatt å oppløses. Forbindelsen som skulle immobiliseres ble tilsatt ved å pipettere 1,75 ml av en 1,0 M CuSO₄ løsning. Volum ble justert til 50 ml ved bruk av varmt vann.

Første matrikskomponent: type-A gelatin.

Immobilisert middel = CuSO₄.

20

Fremstilling av innholdet som skal inkluderes i det andre rommet (reservoar)

20 ml varmt vann ble tilsatt 11,06 g fiskegelatin (HiPure fiskegelatin, Norland Products) og 5,0 g trehalose (Sigma). 8,45 g K₄heksacyanoferrat (Merck) som den mobile forbindelsen ble tilsatt løsningen, fulgt av fortynning med varmt vann til 50 ml løsning.

25

Første matrikskomponent: HiPure fiskeutvunnet gelatin.

Mobilt middel = K₄heksacyanoferrat.

Fremstilling av inaktivert tid-temperatur indikatorsystem

30 Innholdet som skal inkluderes i det første og andre rommet ble holdt ved 50 °C som lot komponentene forbli flytende. Matriksene ble fordelt ved anvendelse av små dyser i hvert av to separate plastpolyesterhulrom fremstilt ved termoforming av et laminatplastflak (APET, Wipak) ved anvendelse av en blisterpakkemaskin. De matriksfylte hulrommene ble forseglet ved anvendelse av en polyester topplaminatfilm
35 (OPET, Wipak), som resulterte i et blisterpakket flytende materiale i to separate rom. De inaktiverte tid-temperatur indikatorsystemene var så i romtemperatur og fikk avkjøle seg og bli til gelé.

Aktivering av det ovennevnte tid-temperatur indikatorsystemet

Tid-temperatur indikatorsystemet ble aktivert ved å bryte forseglingen mellom de to rommene.

5 Resultater

Tre aktiverte tid-temperatur indikatorsystem ble holdt ved en konstant temperatur på henholdsvis 2, 4 and 8 °C. Tiden inntil utløp (forhåndssatt verdi) ble plottet som en funksjon av temperatur som vist i figur 5.

- 10 Det fremstilte tid-temperatur indikatorsystemet ga en temperatursensitivitet (beregnet fra temperaturene 2, 4 and 8 °C) beregnet til å være 9,7 kcal/mol, således en signifikant 32 % reduksjon i temperatursensitivitet sammenlignet med tid-temperatur indikatorsystemet presentert i eksempel 2a.

Patentkrav

1.

Tid-temperatur indikatorsystem, som omfatter minst ett reaktivt middel (13) og minst
5 ett mobilt middel (14); nevnte reaktive middel (midler) er inneholdt i en matriks
inneholdt i et første rom (11) tilstøtende et separat andre rom (12) som inneholder det
mobile midlet: nevnte første og andre rom er til å begynne med separert av egnede
midler (17) for å unngå kontakt mellom det minst ene mobile midlet og det minst ene
10 reaktive midlet; systemet blir aktivert ved å bringe de to nevnte rom i kontakt og derved
tillate at det minst ene mobile midlet migrerer gjennom matriksen inneholdt i det første
rommet; nevnte matriks inneholdt i det første rommet omfatter en blanding av minst en
første og en andre matrikskomponent; nevnte første matrikskomponent er en
geldannende polymer som har et smeltepunkt under 90 °C; og nevnte andre
15 matrikskomponent er enten i) en reversibel geldannende polymer som har et
smeltepunkt som er minst 5 °C høyere enn smeltepunktet til nevnte første
matrikskomponent eller ii) en irreversibel geldannende polymer.

2.

Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 1, hvori nevnte første matrikskomponent har
20 et smeltepunkt som er i området -10 til 50 °C, mer foretrukket i området 0 til 40°C og
mest foretrukket i området 0-30 °C.

3.

Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 1, hvori smeltepunktet til den andre
25 matrikskomponenten er minst 10 °C, foretrukket minst 20 °C, mer foretrukket minst 30
°C og mest foretrukket minst 40 °C høyere enn smeltepunktet til nevnte første
matrikskomponent.

4.

30 Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 1, hvori minst ett av de mobile midlene
interagerer eller reagerer med minst ett av de reaktive midlene når de bringes i kontakt
med hverandre.

5.

35 Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 4, hvori reaksjonen eller interaksjonen
mellom minst ett av de mobile midlene og minst ett av de reaktive midlene er
irreversibel eller hovedsakelig irreversibel.

6.

Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 4, hvori reaksjonen eller interaksjonen er visuelt påviselig, foretrukket ved en endring i farge.

5 7.

Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 1, hvori

- i. minst ett av nevnte reaktive midler er et reduksjonsmiddel og minst ett av nevnte mobile midler er et middel som blir redusert av nevnte reduksjonsmiddel når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- 10 ii. minst ett av nevnte mobile midler er et reduksjonsmiddel og minst ett av nevnte reaktive midler er et middel som blir redusert av nevnte reduksjonsmiddel når de to midlene blir brakt i kontakt med hverandre;
- iii. minst ett av nevnte reaktive midler er et oksidasjonsmiddel og minst ett av nevnte mobile midler er et middel som blir oksidert av nevnte
- 15 oksidasjonsmiddel når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- iv. minst ett av nevnte mobile midler er et oksidasjonsmiddel og minst ett av nevnte reaktive midler er et middel som blir oksidert av nevnte oksidasjonsmiddel når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- v. minst ett av nevnte reaktive midler er et middel som danner et kompleks med
- 20 minst ett av nevnte mobile midler når de to midlene bringes i kontakt med hverandre;
- vi. minst ett av nevnte reaktive midler er et middel som danner et presipitat med minst ett av nevnte mobile midler når de to midlene bringes i kontakt med hverandre; eller
- 25 vii. minst ett av nevnte reaktive midler er et middel som danner et chelat med minst ett av nevnte mobile midler når de to midlene bringes i kontakt med hverandre.

8.

Tid-temperatur indikatorsystem ifølge krav 1, hvori det mobile middel – reaktive middel paret velges fra parene listet i tabellen nedenfor.

5

Mobilt middel — Reaktivt middel par	
Mobilt middel	Reaktivt middel
Metylenblått	Karragenan
Fe^{3+} eller Cu^{2+} salt	FeCN_6^{4-} salt
FeCN_6^{4-} salt	Fe^{3+} eller Cu^{2+} salt
Jodid	Cu^{2+} salt
Sulfat, Karbonat eller Fosfat	Ca^{2+} salt
Glukose, Fruktose eller Tiosulfat	Stivelse – jod kompleks
Fe^{2+} salt	FeCN_6^{3-} salt
FeCN_6^{3-} salt	Fe^{2+} salt

1/4

Fig. 1a

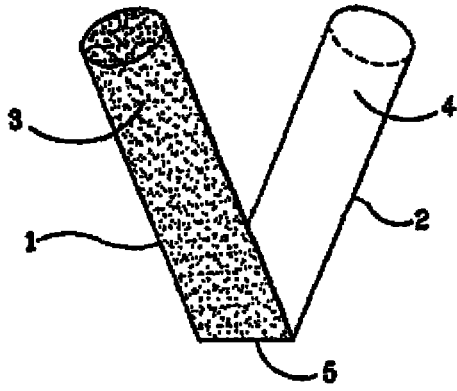


Fig. 1b

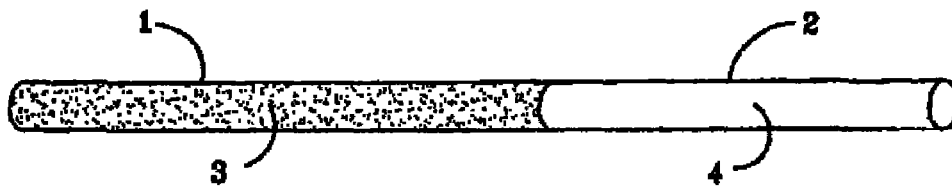
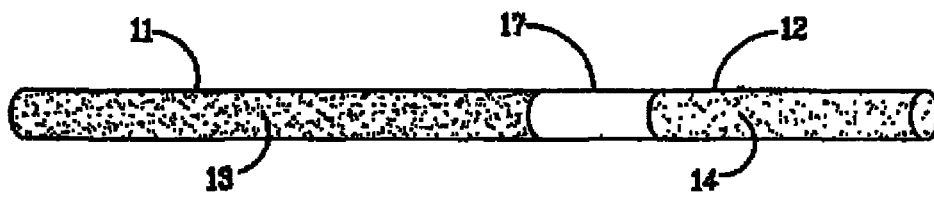


Fig. 2



2/4

Fig. 3

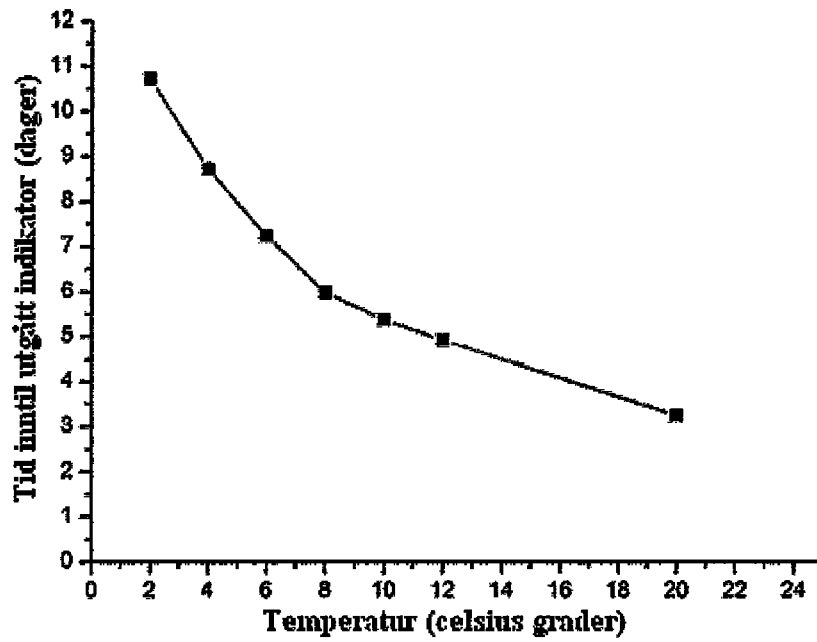
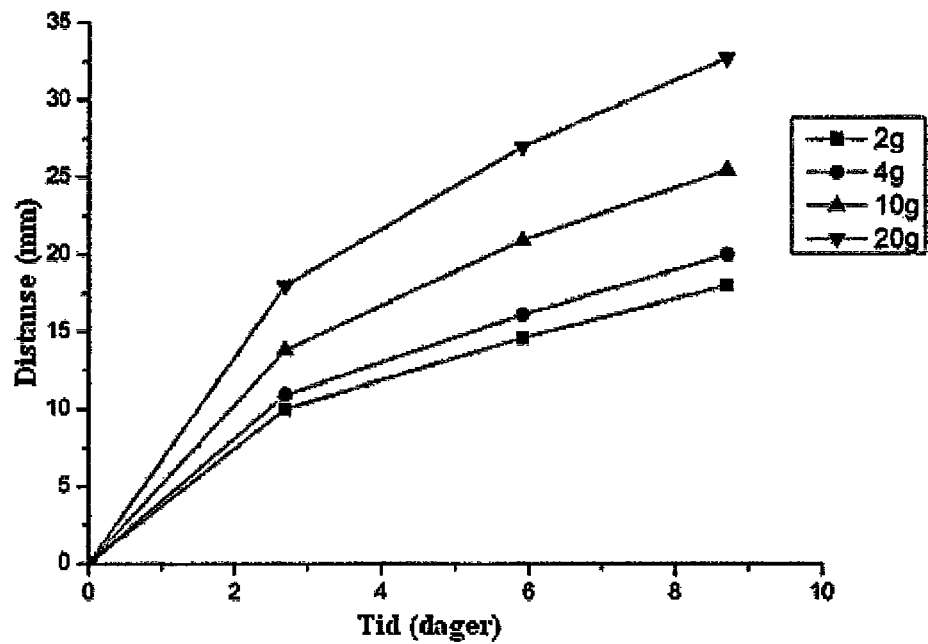


Fig. 4



3/4

Fig. 5

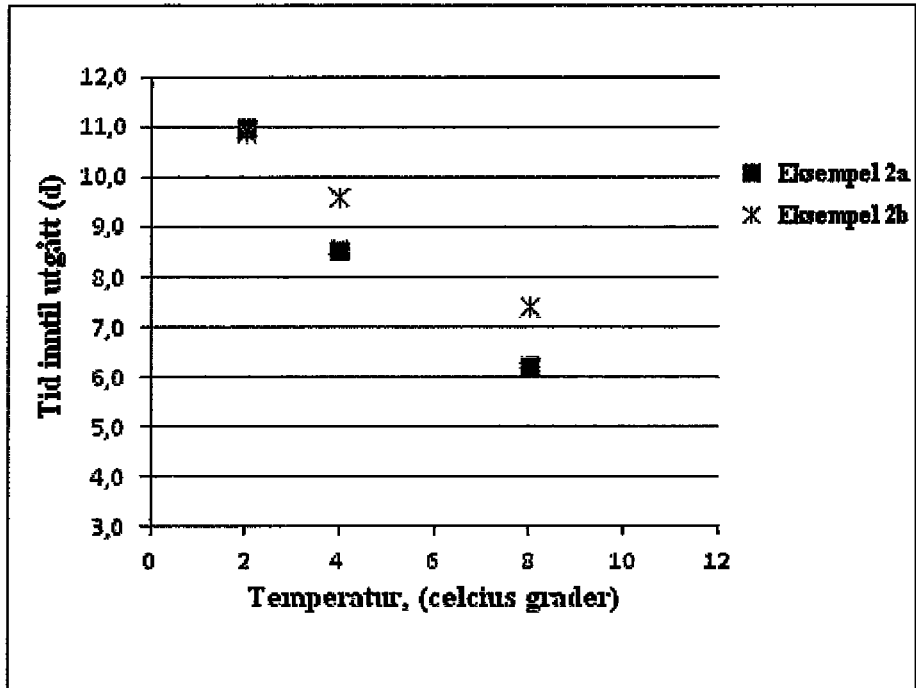


Fig. 6

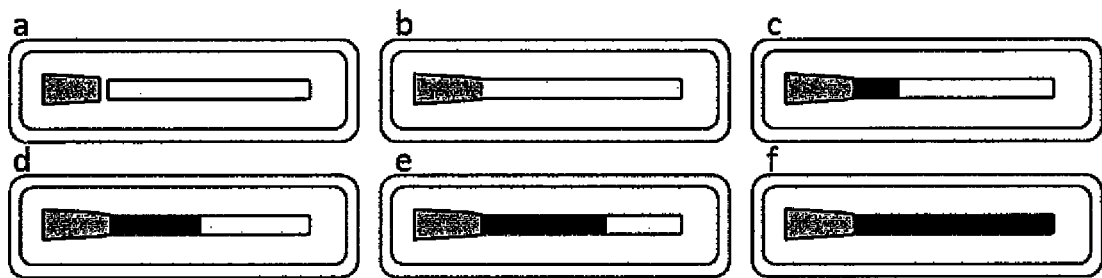
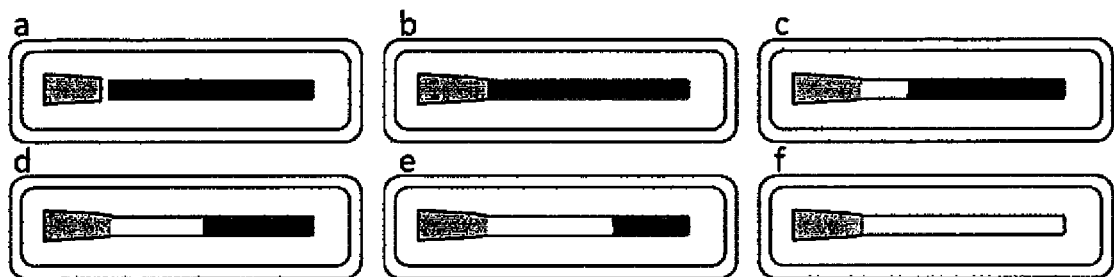


Fig. 7



4/4

Fig. 8

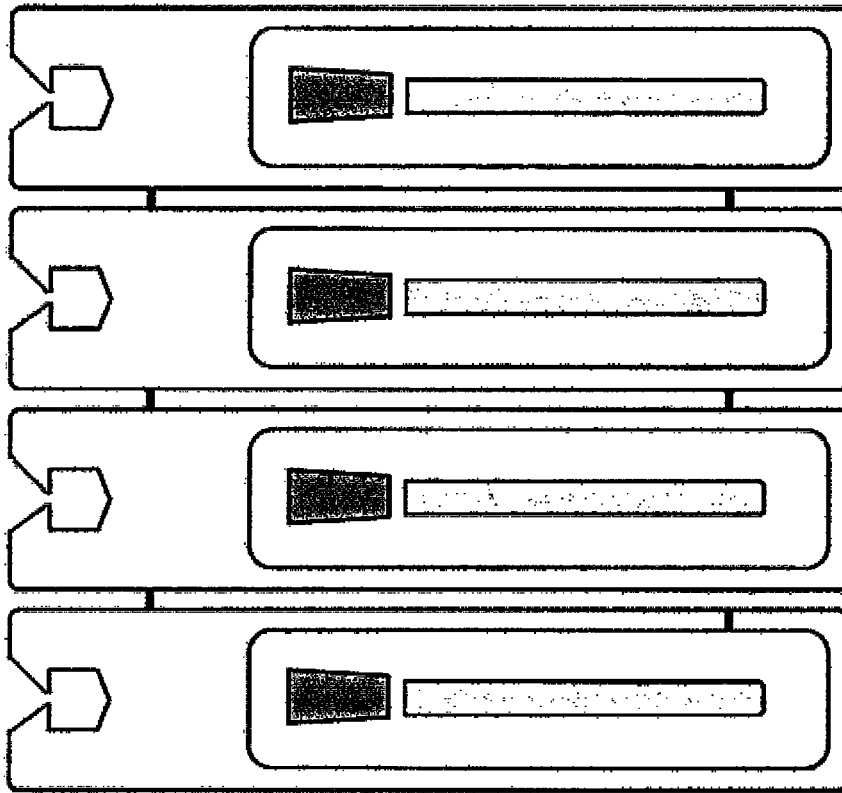


Fig. 9

