

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 387 987**

51 Int. Cl.:
C09D 183/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05792283 .3**
- 96 Fecha de presentación: **25.10.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1828330**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.09.2007**

54 Título: **Recubrimiento a base de polisilazano y su uso para el recubrimiento de películas, especialmente películas poliméricas**

30 Prioridad:
23.11.2004 DE 102004056394

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
05.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
05.10.2012

73 Titular/es:
**AZ Electronic Materials (Luxembourg) S.à.r.l.
2, Avenue Charles de Gaulle
1653 Luxembourg, LU**

72 Inventor/es:
**BRAND, Stefan;
DIERDORF, Andreas;
LIEBE, Hubert y
WACKER, Andreas**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 387 987 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recubrimiento a base de polisilazano y su uso para el recubrimiento de películas, especialmente películas poliméricas

La presente invención se refiere a un procedimiento para el recubrimiento de películas a base de polisilazano.

- 5 Las películas de plásticos desempeñan un papel importante en muchos campos de la industria, y para objetos de uso diario.

A este respecto, según su uso, cada vez se presentan más demandas sobre las propiedades de las películas. En el campo de materiales de envasado, éstas son, por ejemplo, una acción de barrera contra el oxígeno, dióxido de carbono o agua. En películas industriales, por ejemplo, se requieren una mayor resistencia al rayado, resistencia a

- 10 productos químicos o una acción protectora contra rayos UV.

Las demandas para una acción de barrera se plantean sobre todo en el campo de materiales de envasado. El estado de la técnica está representado por diversos procedimientos para mejorar la acción de barrera insuficiente de

polímeros puros.

En la producción de los que se conoce como materiales compuestos de película, una pluralidad de películas de las que al menos una está constituida por un material con una acción de barrera incrementada se combinan mediante

- 15 coextrusión, laminado o forrado.

Un material de película con una acción de barrera incrementada contra el oxígeno es, por ejemplo, EVOH. Sin embargo, este polímero tiene la desventaja de que la acción de barrera de la película polimérica es dependiente de la humedad y disminuye en gran medida a contenidos elevados de humedad atmosférica.

- 20 Mediante aplicación por vaporización al vacío es posible aplicar capas de barrera a películas poliméricas. A este respecto, éstas pueden ser capas metálicas tales como, por ejemplo, capas de aluminio u oxídicas tales como Al_2O_3 o SiO_x . Las películas recubiertas con aluminio mediante aplicación por vaporización tienen la desventaja de que no son transparentes. La fabricación de recubrimientos transparentes tales como SiO_x por medio del procedimiento de deposición de vapores químicos (CVD) es muy cara y por lo tanto, está asociada con un gasto enorme en aparatos y
- 25 financiero. Además, las capas de SiO_x no estequiométricas pueden presentar una coloración amarilla, que no es deseable.

Por la bibliografía se sabe que los polisilazanos pueden incrementar la acción de barrera en plásticos, pero hasta la fecha sólo se conocen procedimientos de recubrimiento y curado en los que los plásticos recubiertos con polisilazano deben tratarse durante un período prolongado a una temperatura elevada, humedad o con

- 30 determinados productos químicos, de tal modo que no son adecuados para un procedimiento en continuo económico para el recubrimiento de películas poliméricas.

El documento US 5.747.623 describe la fabricación de capas cerámicas de polisilazanos. Los ejemplos 20 y 21 también mencionan el recubrimiento de películas de PET con perhidropolisilazano. El curado del recubrimiento se realiza mediante calentamiento a 150 °C durante una hora, seguido de tratamiento de tres horas en ácido clorhídrico

- 35 diluido o a 95 °C y el 80 % de humedad relativa del aire. Ambos procedimientos no son adecuados para un procedimiento industrial para recubrir películas poliméricas.

El documento JP-81 74 763 describe un material de envasado que está provisto de una capa protectora de perhidropolisilazano. A este respecto, no se ha especificado con precisión de que solución de polisilazano se trata y si ésta contiene un catalizador. El curado del recubrimiento se realiza mediante secado y calcinación posterior en una atmósfera oxidante. No existen datos en los ejemplos de las condiciones precisas que se requieren para el

- 40 curado.

El documento JP-100 16 150 describe el uso de un polisilazano para producir una capa de barrera en una película polimérica. En el ejemplo descrito, el acondicionamiento del polisilazano se realiza dentro de un período de 150 horas a una temperatura de 60-70 °C. Este procedimiento es por lo tanto inadecuado para usarlo a escala industrial

- 45 para recubrimientos de películas.

El documento JP-93 00 522 describe el uso de un polisilazano para fabricar una capa de barrera sobre un polímero biodegradable. En el ejemplo 20 se describe la aplicación del polisilazano. El curado se realiza en un procedimiento de dos etapas, primero a 120 °C en un periodo de hora, seguido de una etapa de acondicionamiento a 80 °C y el 90 % de humedad relativa del aire en 2 horas. Este procedimiento tampoco representa un procedimiento de

- 50 recubrimiento económico para un recubrimiento de películas industrial.

El documento EP-781 815 A1 describe procedimientos para fabricar un recubrimiento cerámico a partir de polisilazanos. En los ejemplos 27 a 59 se describe también el recubrimiento en continuo de películas poliméricas. A este respecto, se describen diversos procedimientos para acondicionar el recubrimiento que constan de una combinación de dos de un total de cuatro etapas posibles.

Una etapa de acondicionamiento es el paso a través de una zona de secado a temperatura elevada, que adicionalmente contiene vapor de agua. De forma alternativa, la zona de secado, en lugar de vapor de agua, también puede contener diversos productos químicos gaseosos (peróxido de hidrógeno, cloruro de hidrógeno, ácido acético o aminas). Una tercera etapa posible es el paso a través de un baño de inmersión (lleno de agua, ácidos inorgánicos u orgánicos, solución de hidróxido de sodio, aminas o peróxido de hidrógeno). Finalmente, el almacenamiento de la película recubierta en condiciones climáticas definidas durante un período prolongado es una etapa para el acondicionamiento.

Los procedimientos descritos para acondicionar el recubrimiento de polisilazano, por una parte, consumen mucho tiempo, debido a que las etapas individuales requieren de unos cuantos minutos a varias horas y por lo tanto, no son rentables para un procedimiento de recubrimiento en continuo industrial. Además, el tratamiento de la película con productos químicos no inocuos que deben aplicarse en un procedimiento caro, es problemático. Dichos procedimientos implican un gasto elevado en aparatos, apareciendo adicionalmente la problemática del reciclado o la eliminación de los productos químicos usados; además, los productos químicos en exceso deben eliminarse mediante lavado de la película polimérica, lo que precisa una etapa de trabajo adicional. Todos estos procedimientos tienen en común que pueden aplicarse, ciertamente, capas de barrera a materiales poliméricos con polisilazanos, pero el curado del recubrimiento implica tiempos de procedimiento tan prolongados o es técnicamente tan caro que no son adecuados para un procedimiento técnico que requiera un alto rendimiento con el fin de ser económicamente viable.

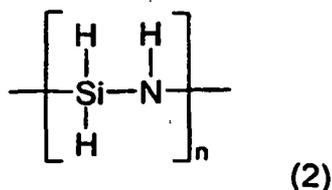
Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención desarrollar un procedimiento para el recubrimiento en continuo de películas, en particular para películas poliméricas a base de polisilazano, con el que se puedan mejorar determinadas propiedades técnicas de aplicación relevantes de las películas y que además sea económico y garantice un recubrimiento rápido de la película.

De manera sorprendente, ahora se ha descubierto que los recubrimientos a base de polisilazanos se pueden aplicar a películas y acondicionarse en un procedimiento de recubrimiento en continuo que incluye solamente una etapa corta de secado dentro de tiempos de procedimiento cortos, y simultáneamente mejora determinadas propiedades técnicas de aplicación en películas, especialmente películas poliméricas, tales como acción de barrera, resistencia a productos químicos, absorción de rayos UV o resistencia al rayado. Por lo tanto, un objeto de la invención es un procedimiento para el recubrimiento en continuo de películas en el que se aplica una solución de un polisilazano o una mezcla de polisilazanos de la fórmula 1

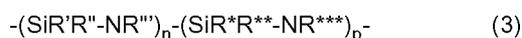


en la que R', R'', R''' son iguales o diferentes y representan independientemente unos de otros hidrógeno o un resto alquilo, arilo o (trialcoxisilil)alquilo dado el caso sustituido, siendo n un número entero que está dimensionado de modo que el polisilazano presente un peso molecular numérico promedio de 150 a 150 000 g/mol, en un disolvente y al menos un catalizador sobre una película y a continuación se deja pasar por un tramo de secado y el secado se realiza por tratamiento de temperatura, radiación IR o NIR en un intervalo de longitudes de onda de 12 a 1,2 micrómetros o de 1,2 a 0,8 micrómetros, a una intensidad de radiación de 5 – 100 kW/m². Son particularmente adecuados a este respecto, aquellos polisilazanos en los que R', R'', R''' son independientemente unos de otros un resto del grupo de hidrógeno, metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, tert-butilo, fenilo, vinilo o 3-(trietoxisilil)propilo, 3-(trimetoxisilil)propilo.

En una forma de realización preferente, se usan perhidropolisilazanos de la fórmula 2 para el recubrimiento según la invención.



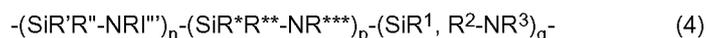
En otra forma de realización, el recubrimiento de la invención comprende polisilazanos de la fórmula (3)



representando R', R'', R''', R*, R** y R*** independientemente unos de otros hidrógeno o un resto alquilo, arilo, vinilo o (trialcoxisilil)alquilo dado el caso sustituido, siendo n y p un número entero y n se dimensiona de modo que el

polisilazano tenga un peso molecular numérico promedio de 150 a 150 000 g/mol. Especialmente preferentes son compuestos en los que:

- R', R'' y R''' representan hidrógeno, y R'', R* y R*** representan metilo;
 - R', R'' y R* representan hidrógeno, y R'', R* representan metilo, y R** representa vinilo;
- 5 - R', R'', R* y R*** representan hidrógeno, y R'' y R** representan metilo. También se usan preferentemente polisilazanos de la fórmula (4)



10 en la que R', R'', R''', R*, R**, R***, R¹, R² y R³ representan independientemente unos de otros hidrógeno o un resto alquilo, arilo, vinilo o (trialcoxisilil)alquilo dado el caso sustituido, en donde n, p, y q representan un número entero y n está dimensionado de tal modo que el polisilazano tenga un peso molecular numérico promedio de 150 a 150 000 g/mol.

Son particularmente preferentes compuestos en los que

- R', R'' y R''' representan hidrógeno y R'', R*, R** y R² representan metilo, R³ representa (trietoxisilil)propilo y R¹ representa alquilo o hidrógeno.
- 15 En el recubrimiento en continuo de películas con la solución de polisilazano se puede aplicar a la película polimérica la solución de polisilazano, por ejemplo, mediante aplicación con rodillo, inmersión o pulverización.

Finalmente, las películas poliméricas recubiertas según la invención son un objeto de la invención.

20 El curado de los polisilazanos en el procedimiento de recubrimiento de película en continuo se realiza bien mediante el paso a través de un horno o el paso a través de un tramo de secado que está equipado con emisores de radiación IR o NIR. Estos emisores de radiación operan en una escala de longitud de onda de 12 a 1,2 micrómetros y de 1,2 a 0,8 micrómetros respectivamente. Las intensidades de radiación se encuentran preferentemente en una escala de 5 a 1000 kW/m². La temperatura, tiempo de residencia en el horno y la intensidad de radiación de los emisores de radiación IR o NIR se ajustan de tal manera que no se cause un calentamiento excesivo y por lo tanto, un daño al material polimérico sensible a la temperatura.

25 Los polisilazanos presentan una muy buena adherencia a una amplia variedad de sustratos, incluso a materiales orgánicos poliméricos. Las películas poliméricas adecuadas, por ejemplo, pueden estar constituidas por poliolefinas tales como polietileno, polipropileno, poliésteres tales como poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(naftalato de etileno) (PEN), poliamidas, PVC, policarbonato, PMMA o copolímeros de los materiales poliméricos mencionados.

30 También es posible que la película polimérica tenga ya una capa de SiO_x delgada que se ha aplicado por medio de un procedimiento anterior, sin deteriorar la adherencia.

La solución del polisilazano se aplica mediante un procedimiento en continuo, es decir, la aplicación a la película se realiza, por ejemplo, por medio de aplicación con rodillo, inmersión o mediante pulverización. La aplicación se puede llevar a cabo ya sea en un lado de la película o simultáneamente en el lado anterior y posterior.

35 Un procedimiento particularmente simple para el recubrimiento de un solo lado de una película polimérica lo representa el paso a través de un baño de inmersión por medio de una polea de inversión. En este procedimiento, un lado de la película se recubre con el rodillo y solamente el otro lado es humedecido con la solución de polisilazano.

40 Otro procedimiento común para el recubrimiento de películas es la aplicación por medio de uno o más rodillos. A este respecto, el polisilazano se aplica a un rodillo el cual transfiere la solución directa o indirectamente a la película polimérica.

45 El acondicionamiento del recubrimiento de polisilazano en un procedimiento de secado en continuo se realiza bien en un horno o mediante radiación IR o NIR. Además, es posible someter la película, antes, durante o después del secado, a una atmósfera con un contenido de humedad del aire incrementado. El contenido de humedad del aire durante esta etapa se encuentra entre el 50 y el 100 % de humedad relativa del aire, preferentemente entre el 60 y el 80 % de humedad relativa del aire.

El procedimiento de secado se lleva a cabo en el transcurso de un tiempo muy corto, es decir, menos de un minuto, preferentemente inferior a 30 segundos.

La selección adecuada de las temperaturas del secador o las temperaturas del secador IR y las velocidades de la cinta permiten que las películas poliméricas a base de poliolefina tales como polietileno, polipropileno, poliésteres

tales como poli(tereftalato de etileno) (PET), poli(naftalato de etileno) (PEN), poliamidas, PVC, policarbonato, PMMA o compuestas de copolímeros de los materiales poliméricos mencionados se sequen de una manera simple, y que la película resultante obtenga buenos valores de barrera.

- 5 En particular, en el caso de una película de PET, las velocidades de película adecuadas y la potencia del emisor de radiación correspondiente permiten el curado de la capa de polisilazano a temperaturas entre 50-100 °C, en particular 80-90 °C, en 10-120 segundos, en particular 20-30 segundos.

- 10 Mediante estos tiempos cortos de procedimiento se posibilita obtener un alto rendimiento por medio del dimensionamiento del tramo de secado. En el caso de un tramo de secado de 10 metros de longitud y un tiempo de residencia de 60 segundos es posible, por ejemplo, recubrir a una velocidad de 10 m/min. En el caso de duplicar la longitud de la zona a 20 metros y un tiempo de residencia más corto de solamente 15 segundos es posible, por ejemplo, obtener 80 m/min. En el caso de reducir a la mitad adicionalmente el tiempo de residencia, la velocidad se incrementa a 160 m/min.

El procedimiento de recubrimiento de película se puede repetir con el fin de aplicar una pluralidad de capas funcionales a la película polimérica una encima de la otra.

- 15 Con el recubrimiento de polisilazano usado es posible mejorar diversas propiedades técnicas de aplicación de una película polimérica relevantes. Las capas obtenidas después del curado, con grosores de capa muy delgados, presentan una acción protectora muy buena contra la penetración de oxígeno, dióxido de carbono o vapor de agua.

- 20 Además, las capas más gruesas pueden mejorar la resistencia al rayado de películas poliméricas sensibles, por ejemplo en policarbonato o PMMA. Además, la resistencia a productos químicos de las películas se mejora significativamente, por ejemplo de películas de policarbonato, que son muy sensibles frente a disolventes orgánicos.

Finalmente, la adición de aditivos, por ejemplo nanopartículas, permite que se obtengan propiedades técnicas de aplicación adicionales interesantes, por ejemplo, una función de absorción de rayos UV mediante la adición de óxido de zinc o dióxido de titanio finamente dividido.

- 25 El recubrimiento de polisilazano curado típicamente tiene un grosor de capa de 0,02 a 10 micrómetros, preferentemente de 0,1 a 5 micrómetros, particularmente de 0,2 a 3 micrómetros.

- 30 Los disolventes adecuados para el recubrimiento a base polisilazano son particularmente disolventes orgánicos que no contienen agua o grupos reactivos (tales como grupos hidroxilo o amina). A este respecto se trata, por ejemplo, de hidrocarburos alifáticos o aromáticos, halohidrocarburos, ésteres tales como acetato de etilo o acetato de butilo, cetonas tales como acetona o metiletilcetona, éteres tales como tetrahidrofurano o dibutiléter, y también mono y polialquilenglicol dialquíleteres (glimas) o mezclas de estos solventes.

Un constituyente adicional del recubrimiento de polisilazano pueden ser aditivos que influyen, por ejemplo, en la viscosidad de la formulación, humectación del sustrato, formación de película o comportamiento de ventilación, o nanopartículas inorgánicas, por ejemplo SiO₂, TiO₂, ZnO, ZrO₂, óxido de indio estaño (ITO) o Al₂O₃.

- 35 Los catalizadores usados pueden ser, por ejemplo, aminas orgánicas, ácidos o metales o sales metálicas o mezclas de estos compuestos. El catalizador se usa preferentemente en cantidades del 0.01 al 10 %, en particular del 0.1 al 6 % sobre la base del peso de polisilazano

- 40 Ejemplos de catalizadores de aminas son amoniaco, metilamina, dimetilamina, trimetilamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, isopropilamina, di-n-propilamina, di-isopropilamina, tri-n-propilamina, n-butilamina, isobutilamina, di-n-butilamina di-isobutilamina, tri-n-butilamina, n-pentilamina, di-n-pentilamina, tri-n-pentilamina, dicitlohexilamina, anilina, 2,4-dimetilpiridina, 4,4-trimetilenbis(1-metilpiperidina), 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano, N,N-dimetilpiperizina, cis-2,6-dimetilpiperazinina, trans-2,5-dimetilpiperazina, 4,4-metilenbis(ciclohexilamina), estearilamina, 1,3-di-(4-piperidil)propano, N,N-dimetilpropanolamina, N,N-dimetilhexanolamina, N,N-dimetiloctanolamina, N,N-dietiletanolamina, 1-piperidinetanol, 4-piperidinol.

Ejemplos de ácidos orgánicos son ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico.

- 45 Ejemplos de metales y compuestos metálicos son paladio, acetato de paladio, acetil acetato de paladio, propionato de paladio, níquel, acetilacetato de níquel, polvo de plata, acetilacetato de plata, platino, acetilacetato de platino, rutenio, acetilacetato de rutenio, carbonílos de rutenio, oro, cobre, acetilacetato de cobre, acetilacetato de aluminio, tris (etilacetato) de aluminio.

- 50 Dependiendo del sistema catalizador usado, la presencia de humedad o de oxígeno desempeña un papel en el curado del recubrimiento. De esta forma, la selección de un sistema catalizador adecuado permite que se obtenga un curado rápido a un contenido de humedad del aire elevado o bajo y a un contenido de oxígeno elevado o bajo.

Antes de la aplicación del recubrimiento es posible primeramente aplicar una capa de imprimación que puede contribuir a mejorar la adherencia de la capa de polisilazano a la película polimérica. Las imprimaciones típicas son aquellas a base de silano tales como, por ejemplo, 3-aminopropil-trietoxisilano, 3-glicidiloxipropil-trietoxisilano, 3-

mercaptopropiltrimetoxisilano, viniltrietoxisilano, 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, bis(3-trietoxisililpropil)amina, N-(n-butyl)-3-amino-propiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildimetoxisilano.

5 También es posible realizar un pretratamiento de la película de otra forma antes del recubrimiento, por ejemplo mediante aplicación de llama, tratamiento de corona o pretratamiento con plasma.

De la misma forma, es posible usar películas preparadas imprimadas previamente que ya se han provisto, en el transcurso de la fabricación o posteriormente, de un recubrimiento que mejora la adherencia o la humectación de la solución de polisilazano.

10 Las películas poliméricas recubiertas con polisilazano según la invención también son adecuadas para fabricar materiales compuestos de película. A ese respecto, se combinan dos o más películas dando un material compuesto que presenta propiedades técnicas de aplicación particulares; esto es de relevancia sobre todo para películas de envasado.

Ejemplos

15 Los perhidropolisilazanos usados son productos de Clariant Japan K.K. A este respecto se trata de soluciones en xileno (designadas como NP) o di-n-butiléter (designadas como NL). Las soluciones contienen aminas, metales o sales metálicas como catalizadores.

En los ejemplos siguientes, las partes y porcentajes son con respecto al peso.

Ejemplo 1 (Recubrimiento en continuo de una película de PET)

20 Una película de PET con un grosor de 23 micrómetros se lleva a una velocidad de 3 m/min en continuo por medio de una polea de inversión a través de un baño de inmersión que está lleno de una mezcla de una solución de perhidropolisilazano al 20 % NP110-20 (Clariant Japan) que se ha diluido con acetato de butilo a una concentración del 5 %. En este procedimiento, solamente el lado anterior de la película se pone en contacto con la solución de perhidropolisilazano; el lado posterior es cubierto por la polea de inversión. A continuación, la película se lleva a través de un canal de secado por infrarrojos con una longitud de 60 cm. El tiempo de residencia en el canal de secado es por lo tanto de aproximadamente 12 segundos; a este respecto la película se calienta a una temperatura de 60 °C. El resultado es una película clara y transparente recubierta por un lado. El grosor del recubrimiento es de aproximadamente 500 nm. La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con un aparato MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es 14 ml/(d m² bar). En comparación con la misma, una película no recubierta tiene una permeabilidad de oxígeno de 85 m/(d m² bar).

30 Ejemplo 2

Una película de PET con un grosor de 23 micrómetros se lleva a una velocidad de 3 m/min en continuo por medio de una polea de inversión a través de un baño de inmersión en el cual existe una solución de perhidropolisilazano al 5 % [preparada a partir de una solución de perhidropolisilazano al 20 % NL120 A-20 (Clariant Japan) y dibutiléter]. En este procedimiento, solamente el lado anterior de la película se pone en contacto con la solución de perhidropolisilazano; el lado posterior es cubierto por la polea de inversión. A continuación, la película se lleva a través de un canal de secado por Infrarrojos con una longitud de 60 cm. El tiempo de residencia en el canal de secado es por lo tanto de aproximadamente 12 segundos; a este respecto, la película se calienta a una temperatura de 60 °C. El resultado es una película clara y transparente recubierta por un lado. El grosor de la película es de aproximadamente 500 nm.

40 La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con un aparato MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es de 12 ml/(d m² bar).

Ejemplo 3 (Recubrimiento en continuo de una película de PET)

45 Una película de PET con un grosor de 23 micrómetros, a la que se ha aplicado de antemano una capa de SiO_x a alto vacío, se lleva a una velocidad de 3 m/min en continuo por medio de una polea de inversión a través de un baño de inmersión en el que hay una solución de perhidropolisilazano al 5 % [preparada a partir de una solución de perhidropolisilazano al 20 % NL120 A-20 (Clariant Japan) y dibutiléter]. En este procedimiento, solamente el lado anterior de la película se pone en contacto con la solución de perhidropolisilazano; el lado posterior es cubierto por la polea de inversión. A continuación, la película se lleva a través de un canal de secado por infrarrojos con una longitud de 60 cm. El tiempo de residencia en el canal de secado es por lo tanto de aproximadamente 12 segundos; a este respecto, la película se calienta a una temperatura de 60 °C. El resultado es una película clara y transparente y recubierta por un lado. El grosor del recubrimiento es de aproximadamente 500 nm.

50 La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con un aparato MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es 1,0 ml/(d m² bar).

En comparación con la misma, una película que solamente tiene una capa de SiO_x aplicada a alto vacío presenta

una permeabilidad de oxígeno de 2,5 ml/(d m² bar).

Ejemplo 4

5 Análogo al ejemplo 2, excepto con una velocidad de película reducida, de tal modo que dé como resultado un tiempo de residencia de 20 segundos en el canal de secado por IR. A este respecto, la película se calienta a una temperatura de 80 °C. El resultado es una película clara y transparente recubierta por un lado. El grosor del recubrimiento es de aproximadamente 500 nm. La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con una unidad MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es de 9 ml/(d m² bar).

Ejemplo 5

10 Análogo al ejemplo 2, excepto con una velocidad de película reducida, de tal modo que dé como resultado un tiempo de residencia de 28 segundos en el canal de secado por IR. A este respecto, la película se calienta a una temperatura de 86 °C. El resultado es una película clara y transparente recubierta por un lado. El grosor del recubrimiento es de aproximadamente 500 nm. La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con una unidad MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es de 7 ml/(d m² bar).

Ejemplo 6

20 Análogo al ejemplo 2, excepto con una velocidad de película aumentada, de tal modo que dé como resultado un tiempo de residencia de 10 segundos en el canal de secado por IR. A este respecto, la película se calienta a una temperatura de 55 °C. El resultado es una película clara y transparente recubierta por un lado. El grosor del recubrimiento es de aproximadamente 500 nm. La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con una unidad MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es de 20 ml/(d m² bar).

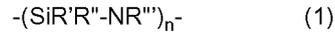
Ejemplo 7

25 Análogo al ejemplo 3, excepto con una velocidad de película reducida, de tal modo que dé como resultado un tiempo de residencia de 22 segundos en el canal de secado por IR. A este respecto, la película se calienta a una temperatura de 82 °C. El resultado es una película clara y transparente recubierta por un lado. El grosor del recubrimiento es de aproximadamente 500 nm. La permeabilidad de oxígeno de una película recubierta de este modo se determina con una unidad MOCON Oxtrans al 0 % de humedad relativa del aire. El valor medido es de 0,8 ml/(d m² bar).

30

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para recubrir películas en continuo, caracterizado porque se aplica una solución que contiene un polisilazano o una mezcla de polisilazanos de la fórmula (1)



5 en la que R', R'', R''' son iguales o diferentes y representan bien hidrógeno o bien un resto alquilo, arilo o (trialcoxisilil)alquilo dado el caso sustituido, siendo n un número entero que está dimensionado de modo que el polisilazano tenga un peso molecular numérico promedio de 150 a 150 000 g/mol, en un disolvente y al menos un catalizador, a una película y a continuación ésta se deja pasar por un tramo de secado y el secado se realiza por
10 tratamiento de temperatura, radiación IR o NIR en un intervalo de longitudes de onda de 12 a 1,2 micrómetros o de 1,2 a 0,8 micrómetros, a una intensidad de radiación de 5 – 100 kW/m².

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el procedimiento de secado se realiza en un periodo inferior a 60 segundos, preferentemente inferior a 30 segundos.

3. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque las películas que se van a recubrir son películas poliméricas.

15 4. Película polimérica fabricada según un procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3.

5. Película polimérica según la reivindicación 4, caracterizada porque el polímero es una poliolefina, poliéster, poliamida, policarbonato, PMMA o PVC,

6. Película polimérica según la reivindicación 4 y/o 5, caracterizada porque el recubrimiento tiene un grosor de capa en el intervalo de 0.02 a 10 micrómetros.

20 7. Material compuesto de película, caracterizado porque una o varias películas poliméricas según al menos una de las reivindicaciones 4 a 6 se combinan con una o varias películas poliméricas adicionales dando un material compuesto de película.