

ORGANISATION AFRICAINE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE  
(O.A.P.I.)



11 N° 010552

51 Inter. Cl. 6

C08K 5/00

12 BREVET D'INVENTION

21 Numéro de dépôt: 70167

22 Date de dépôt: 19.12.1997

30 Priorité(s): ALLEMAGNE  
19.06.1995 N° 195 22118.4

24 Délivré le: 19.05.1998

45 Publié le: 29 MAI 2002

73 Titulaire(s):  
HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT  
  
65926 FRANKFURT AM MAIN  
(Allemagne)

72 Inventeur(s):  
1- MURSCHALL Ursula  
Im Bacchuswinkel 15  
55283 NIERSTEIN  
(Allemagne)  
2- GAWRISCH Wolfgang (Allemagne)  
3- BRUNOW Rainer (Allemagne)

74 Mandataire: CABINET CAZENAVE  
B.P. 500  
YAOUNDE - Cameroun

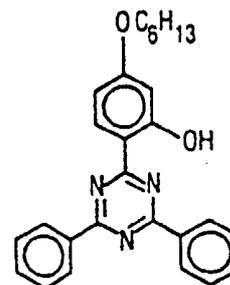
54 Titre: plaque amorphe, transparente, stabilisée contre les UV, en un thermoplastique cristallisable.

57 Abrégé:

Plaque amorphe, transparente, stabilisée contre les UV,  
en un thermoplastique cristallisable

L'invention concerne une plaque amorphe, transparente,  
ayant une épaisseur dans l'intervalle de 1 à 20 mm,  
contenant un thermoplastique cristallisable comme  
constituant principal, caractérisée en ce qu'elle  
contient au moins un stabilisant UV comme  
photoprotecteur, un procédé pour préparer cette plaque  
ainsi que son utilisation.

**Fig. 1a**



2-(4,6-Diphényl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxyphénol

L'invention concerne une plaque amorphe, transparente, stabilisée contre les UV, en un thermoplastique cristallisable, dont l'épaisseur se trouve dans l'intervalle de 1 à 20 mm. La plaque  
5 contient au moins un stabilisant UV comme photoprotecteur et est caractérisée par de très bonnes caractéristiques optiques et mécaniques. L'invention concerne de plus un procédé de préparation de cette plaque et son utilisation.

10 On connaît bien des plaques amorphes, transparentes, ayant une épaisseur comprise entre 1 et 20 mm. Ces produits bidimensionnels sont constitués de thermoplastiques amorphes, non cristallisables. Des exemples typiques de tels thermoplastiques que l'on peut  
15 transformer en plaques, sont par exemple le poly(chlorure de vinyle) (PVC), le polycarbonate (PC) et le poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA). On prépare ces demi-produits sur des installations appelées ensembles d'extrusion (cf. Polymer Werkstoffe, Vol. II,  
20 Technologie 1, page 136, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1984). La fusion de la matière première pulvérulente ou granulée est réalisée dans une extrudeuse. On peut aisément transformer les thermoplastiques amorphes après l'extrusion, à cause de la viscosité qui augmente en  
25 permanence en fonction de la diminution de la température, en utilisant des calandres-finisseyes ou autres outils de parachèvement. Des thermoplastiques amorphes possèdent alors après la transformation une stabilité suffisante, c'est-à-dire, une viscosité  
30 élevée, pour "se tenir debout tout seuls" dans l'outil de calibrage. Mais ils sont assez souples encore pour pouvoir être profilés par l'outil. La viscosité de fusion et la raideur propre des thermoplastiques amorphes sont tellement élevées dans l'outil de  
35 calibrage, que le demi-produit ne s'affaisse pas avant refroidissement dans l'outil de calibrage. Dans le cas de matériaux qui se décomposent facilement, comme par

exemple le PVC, on a besoin dans l'étape d'extrusion d'adjuvants de mise en œuvre particuliers, comme par exemple des stabilisants de mise en œuvre contre la décomposition et des lubrifiants contre frottement  
5 intérieur trop fort et de ce fait, contre un réchauffage incontrôlable. Des lubrifiants externes sont nécessaires pour empêcher l'accrochage aux parois et aux cylindres.

Dans la mise en œuvre du PMMA, on utilise par exemple pour éliminer l'humidité, une extrudeuse de  
10 dégazage.

Dans la préparation de plaques transparentes en thermoplastiques amorphes, transparentes, on a besoin d'additifs dont certains sont coûteux, qui peuvent migrer en partie et provoquer des problèmes de  
15 production à cause de l'évaporation et des dépôts superficiels sur le demi-produit. On ne peut recycler les plaques de PVC qu'avec difficultés ou seulement à l'aide de procédés spéciaux de neutralisation, respectivement d'électrolyse. De même, on ne peut  
20 recycler les plaques de PC et de PMMA qu'avec difficultés et seulement au prix de perte ou de dégradation extrême des caractéristiques mécaniques.

A côté de ces inconvénients, les plaques en PMMA possèdent également une mauvaise ténacité extrême au  
25 choc et elles éclatent lors de la rupture ou sous contraintes mécaniques. En outre, les plaques en PMMA sont facilement inflammables, de sorte que l'on ne peut pas les utiliser par exemple pour le revêtement de parois intérieures et dans la construction de halles  
30 d'exposition.

En outre, on ne peut pas profiler à froid les plaques de PMMA et de PC. Dans le profilage à froid, les plaques de PMMA se cassent en formant des éclats dangereux. Dans le profilage à froid, il se forme dans  
35 les plaques de PC des fissures filiformes et la rupture blanche.

Le fascicule de brevet DE-A-3 531 878 décrit des feuilles synthétiques en polyester thermoplastique, qui contiennent un stabilisant UV et présentent une épaisseur de 0,5 à 0,03 mm.

5 On obtient ces feuilles par extrusion par soufflage et elles sont donc partiellement cristallines. A l'aide du procédé décrit par cette publication, on ne peut donc plus obtenir des feuilles amorphes ayant une épaisseur de 1 mm ou plus.

10 Le fascicule de brevet JP-A-5 320 528 décrit une composition de résines thermoplastiques qui contient un polyester époxydé. Selon un mode de réalisation préféré, cette composition contient du PVC comme constituant principal. Les plaques obtenues à partir de celle-ci par  
15 malaxage sont transparentes et ont une épaisseur de 1 mm.

Le fascicule de brevet EP-A-0 471 528, décrit un procédé pour le profilage d'un objet pour obtenir une plaque de poly(téréphtalate d'éthylène) (PET). On soumet  
20 les deux faces de la plaque de PET à un traitement thermique dans un outil d'emboutage, dans un intervalle de températures compris entre la température de transition vitreuse et la température de fusion. On extrait la plaque de PET profilée de la forme lorsque le  
25 degré de cristallisation de la plaque de PET profilée se trouve dans un domaine de 25 % à 50 %. Les plaques de PET divulguées par le fascicule de brevet EP-A-0 471 528 ont une épaisseur de 1 à 10 mm. Etant donné que le profilé embouti, préparé à partir de cette plaque est  
30 partiellement cristallin, donc il n'est plus transparent et les caractéristiques de surface du profilé sont déterminées par le procédé d'emboutissage, les températures et les formes données dans ce procédé, les propriétés optiques (par exemple la brillance, la  
35 turbidité et la transmission de la lumière) des plaques de PET employées ne sont pas essentielles. En règle

générale, les propriétés optiques de ces plaques sont mauvaises et nécessitent une optimisation.

En outre, ces plaques ne contiennent pas de stabilisant UV en tant qu'agent photoprotecteur, de sorte que ni les plaques ni les profilés préparés à partir de celles-ci ne conviennent pour les applications à l'extérieur. Dans les application extérieures, ces plaques, respectivement les profilés montrent, déjà après une courte durée, un jaunissement et une dégradation des caractéristiques mécaniques suite à la dégradation par photooxydation induite par la lumière de soleil.

Le fascicule de brevet US-A-3,496,143 décrit l'emboutissage profond sous vide d'une plaque de PET d'une épaisseur de 3 mm, dont le domaine de cristallisation doit être de 5 % à 25 %. La cristallinité du profilé embouti est supérieure à 25 %. Ces plaques de PET non plus ne remplissent aucune exigence concernant les propriétés optiques. Etant donné que la cristallinité des plaques employées est déjà comprise entre 5 % et 25 %, ces plaques sont troubles et opaques. Ces plaques non plus ne contiennent pas d'agent photoprotecteur et par conséquent, ne conviennent pas aux applications extérieures.

A l'aide des procédés connues jusqu'à ce jour, on a pu préparer des plaques amorphes contenant un thermoplastique cristallisable comme constituant principal, ayant une épaisseur de 1 mm ou plus, dont la qualité n'est pas satisfaisante.

Le but de la présente invention est de préparer une plaque amorphe transparente, ayant une épaisseur de 1 à 20 mm, qui présente à côté des bonnes propriétés tant mécaniques qu'optiques, avant tout une stabilité aux UV élevée.

Une stabilité aux UV élevée signifie que les plaques ne sont pas ou seulement extrêmement peu endommagées par la lumière de soleil ou autre

rayonnement UV, de sorte que les plaques conviennent aux utilisations extérieures et/ou aux utilisations comme revêtement intérieur critique. En particulier, les plaques ne doivent pas présenter un jaunissement, une fragilisation ou une fissuration de la surface, ni une dégradation des caractéristiques mécaniques.

Parmi les bonnes propriétés optiques, on compte par exemple une transmission de la lumière élevée ainsi qu'une brillance de surface élevée, une turbidité extrêmement faible, ainsi qu'une netteté d'image (clarity) élevée.

Parmi les bonnes propriétés mécaniques, on compte, entre autres, une résilience élevée ainsi qu'une résistance à la rupture élevée.

De surcroît, la plaque conforme à l'invention doit être recyclable, plus particulièrement sans perte des caractéristiques mécaniques, ainsi que difficilement inflammable, afin qu'elle puisse être utilisée par exemple pour le revêtement de parois intérieures et dans la construction de halles d'exposition.

Ce problème est résolu à l'aide d'une plaque amorphe transparente, ayant une épaisseur dans le domaine de 1 à 20 mm, comportant un thermoplastique cristallisable comme composant principal, caractérisée en ce que la plaque contient au moins un stabilisant UV comme agent photoprotecteur.

La plaque amorphe, transparente, contient un thermoplastique cristallisable comme constituant principal. Des thermoplastiques cristallisables, respectivement partiellement cristallins, sont par exemple le poly(téréphtalate d'éthylène), le poly(téréphtalate de butylène), des polymères cyclooléfiniques et des copolymères cyclooléfiniques, en préférant le poly(téréphtalate d'éthylène).

Par thermoplastique cristallisable, on entend conformément à l'invention

- homopolymères cristallisables,

- copolymères cristallisables,
- compounds cristallisables,
- produits recyclés cristallisables et
- autres variantes de thermoplastiques cristallisables.

Par plaque amorphe, on entend dans le sens de la présente invention de telles plaques qui, bien que le thermoplastique cristallisable utilisé présente une cristallinité comprise entre 5 % et 65 %, de manière particulièrement préférée entre 25 % et 65 %, ne sont pas cristallines. Non cristallin, c'est-à-dire amorphe, signifie que le degré de cristallinité est en général inférieur à 5 %, de préférence inférieur à 2 % et il est plus particulièrement de 0 %. La plaque amorphe conforme à l'invention se trouve dans un état essentiellement non orientée.

La plaque amorphe, transparente, contient en plus au moins un stabilisant UV comme agent photoprotecteur, la concentration en stabilisant UV est de préférence comprise entre 0,01 % en poids et 5 % en poids, par rapport au poids du thermoplastique cristallisable.

La lumière, en particulier le composant ultraviolet des rayons de soleil, c'est-à-dire dans le domaine de longueurs d'onde de 280 à 400 nm, induit dans les thermoplastiques des processus de dégradation, qui non seulement provoquent des changements d'aspect visuel suite aux changements de la couleur, respectivement suite au jaunissement, mais également influencent négativement les propriétés physiques et mécaniques.

L'inhibition de ces processus de dégradation par photooxydation a une importance technique et économique considérable, car autrement les possibilités d'applications de nombreux thermoplastiques seraient extrêmement limitées.

Les poly(téréphtalates d'éthylène) commencent à absorber la lumière UV par exemple déjà au-dessous de 360 nm, leur absorption augmente considérablement au-

dessous de 320 nm et elle est déjà très prononcée au-dessous de 300 nm. L'absorption maximale est comprise entre 280 et 300 nm.

En présence de l'oxygène, on observe  
5 principalement des dissociations de chaîne, mais pas de réticulation. Le monoxyde de carbone, le dioxyde de carbone et les acides carboxyliques représentent des produits de photooxydation dont la quantité est prépondérante. Au côté de la photolyse directe des  
10 groupes ester, on doit encore tenir compte des réactions d'oxydation qui provoquent également la formation de dioxyde de carbone par l'intermédiaire des radicaux peroxyde.

La photooxydation des poly(téréphtalates  
15 d'éthylène) peut conduire aux hydroperoxydes et à leurs produits de dégradation également par dissociation d'hydrogène en position  $\alpha$  des groupes ester, ainsi qu'aux dissociations de chaîne associées à ce processus (H. Day, D. M. Wiles : J. Appl. Polym. Sci. 16, 1972,  
20 page 203).

Les stabilisants UV, respectivement les absorbeurs UV en tant que photoprotecteurs, sont des composés chimiques qui peuvent intervenir dans les processus physiques et chimiques de la dégradation induite par la  
25 lumière. Le noir de carbone et autres pigments peuvent agir partiellement comme photoprotecteurs. Toutefois, ces substances ne conviennent pas aux plaques, car elles entraînent une décoloration ou changement de la couleur. Pour des plaques amorphes, transparentes, ne conviennent  
30 que des composés organiques et organométalliques qui ne provoquent pas de changement de la couleur ou seulement dans une mesure extrêmement faible, dans le thermoplastique à stabiliser.

Des stabilisants UV appropriés comme agents  
35 photoprotecteurs sont par exemples les 2-hydroxybenzophénones, les 2-hydrobenzotriazoles, des composés organiques de nickel, des esters d'acide salicylique,

des dérivés de cinnamates, des monobenzoates de résorcinol, des oxanilides, des hydroxybenzoates, des amines à encombrement stérique et des triazines, les 2-hydroxybenzotriazoles et les triazines étant préférées.

5 Dans un mode de réalisation particulièrement préféré, la plaque amorphe, transparente, conforme à l'invention contient un poly(téréphtalate d'éthylène) cristallisable comme composant principal et de 0,01 % en poids à 5,0 % en poids de 2-(4,6-diphényl-1,3,5-triazin-  
10 2-yl)-5-(hexyl)oxyphénol (structure à la Figure 1a) ou de 0,01 % en poids à 5,0 % en poids de 2,2'-méthylène-bis(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tétraméthyl-butyl)phénol (structure à la Figure 1b). Dans un mode de réalisation préféré, on peut aussi utiliser des mélanges  
15 de ces deux stabilisants UV ou des mélanges d'au moins un de ces deux stabilisants UV avec d'autres stabilisants UV, la concentration totale en agent photoprotecteur étant comprise de préférence entre 0,01 % en poids et 5,0 % en poids par rapport au poids  
20 de poly(téréphtalate d'éthylène) cristallisable.

La brillance de surface mesurée selon la norme DIN 67530 (angle d'incidence 20°) est supérieure à 120, de préférence supérieure à 140, la transmission de lumière, mesurée selon ASTM D 1003 est supérieure à 84 %, de  
25 préférence supérieure à 86 % et la turbidité de la plaque, mesurée selon ASTM D 1003, est inférieure à 15 %, de préférence inférieure à 11 %.

La netteté d'image, que l'on appelle également "Clarity" et que l'on détermine sous un angle inférieur  
30 à 2,5° (ASTM D 1003), est de préférence de 96 % et de manière particulièrement préférée, supérieure à 97 %.

Dans le cas du poly(téréphtalate d'éthylène), lorsqu'on mesure la résilience  $a_n$  Charpy (mesurée selon DIN 179/1D), il ne se produit pas de rupture de la  
35 plaque. Par ailleurs, la résilience avec entaille  $a_k$  Izod (mesurée selon ISO 180/1A) est de préférence dans

l'intervalle de 2,0 à 8,0 kJ/m<sup>2</sup>, particulièrement de préférence dans l'intervalle de 4,0 à 6,0 kJ/m<sup>2</sup>.

Des poly(téréphtalates d'éthylène) avec un point de fusion de cristallites  $T_m$ , mesuré par la DSC (Differential Scanning Calorimetry) avec une vitesse de réchauffage de 10 °C/min, de 220 °C à 280 °C, de préférence de 250 °C à 270 °C, avec un domaine de températures de cristallisation  $T_c$  compris entre 75 °C et 280 °C, de préférence entre 75 °C et 260 °C, une température de transition vitreuse  $T_g$  comprise entre 65 °C et 90 °C et une masse volumique mesurée selon la norme DIN 53479 de 1,30 à 1,45 g/cm<sup>3</sup> et une cristallinité comprise entre 5 % et 65 %, de préférence de 25 % à 65 %, représentent des polymères préférés en tant que matières de départ pour la préparation de la plaque.

La viscosité standard VS (ADA) du poly(téréphtalate d'éthylène), mesurée dans l'acide dichloracétique (ADA) selon la norme DIN 53728, est comprise entre 800 et 1800, de préférence entre 950 et 1250 et de manière particulièrement préférée, entre 1000 et 1200.

La viscosité intrinsèque VI (ADA) est calculée à partir de la viscosité standard comme suit :

25

$$VI (ADA) = 6,67 \cdot 10^{-4} VS (ADA) + 0,118$$

La densité en vrac, mesurée selon la norme DIN 53466, est de préférence comprise entre 0,75 kg/dm<sup>3</sup> et 1,0 kg/dm<sup>3</sup> et de manière particulièrement préférée entre 0,80 kg/dm<sup>3</sup> et 0,90 kg/dm<sup>3</sup>.

La polydispersivité  $M_w/M_n$  du poly(téréphtalate d'éthylène) mesurée par chromatographie en phase gazeuse est de préférence comprise entre 1,5 et 6,0 et de manière particulièrement préférée entre 2,0 et 3,5.

35

Les essais aux intempéries ont montré qu'après une utilisation de 5 à 7 ans à l'extérieur, les plaques

stabilisées contre les UV ne présentent pas de jaunissement, de fragilisation, de perte de brillance superficielle, de fissuration superficielle et de dégradation des propriétés mécaniques.

5           Outre l'excellente stabilité aux UV, on a pu constater une bonne aptitude au profilage à froid entièrement inattendue, sans ruptures, sans fissures filiformes et/ou sans rupture blanche, de sorte que l'on peut profiler et plier les plaques conformes à  
10 l'invention sans effet de la chaleur.

          En outre, les mesures ont démontré que la plaque de PET conforme à l'invention ne s'enflamme que difficilement et qu'elle est peu combustible, de sorte qu'elle convient par exemple aux revêtements de parois  
15 intérieures et dans la construction de halles d'exposition.

          En plus, on peut recycler sans problème la plaque conforme à l'invention sans polluer l'environnement et sans perte des propriétés mécaniques, ce qui la rend  
20 particulièrement appropriée aux utilisations de courte durée comme panneaux publicitaires ou autres articles publicitaires.

          On peut préparer la plaque amorphe, transparente, stabilisée contre les UV, conforme à l'invention, par  
25 exemple par un procédé d'extrusion dans un ensemble d'extrusion.

          Un tel ensemble d'extrusion est représenté schématiquement à la Figure 2. Il comprend essentiellement

- 30 - une extrudeuse (1) plastificatrice,  
- une filière plate (2) comme outil de profilage,  
- une finisseuse/calandre (3) comme outil de calibrage,  
- un lit de refroidissement (4) et/ou transporteur à  
35 rouleaux (5) pour refroidissement,  
- un tirage de cylindres (6),  
- une scie à tronçonner (7),

- un dispositif de coupe diagonale (9), et éventuellement
- un dispositif d'empilage (8).

Le procédé de préparation de la plaque conforme à l'invention est décrit en détail sur l'exemple du poly(téréphtalate d'éthylène) en tant que thermoplastique.

Le procédé est caractérisé en ce que l'on sèche éventuellement le thermoplastique cristallisable (par exemple, le poly(téréphtalate d'éthylène), puis on le fond dans l'extrudeuse, de préférence conjointement avec le stabilisant UV, on profile la matière fondue dans une filière et ensuite, on la calibre dans une calandre-finisseuse, on la lisse et refroidit avant de dimensionner la plaque.

Il est essentiel pour le procédé conforme à l'invention que le premier cylindre de la calandre-finisseuse présente une température dans l'intervalle de 50 °C à 80 °C, car autrement il est difficile d'obtenir une plaque amorphe transparente avec une épaisseur de 1 mm ou plus en utilisant un thermoplastique cristallisable.

Conformément à l'invention, on peut doser l'agent photoprotecteur déjà chez le producteur des matières premières thermoplastiques ou au cours de la préparation de la plaque dans l'extrudeuse.

On préfère particulièrement l'addition de l'agent photoprotecteur au moyen de la technologie du mélange-mâtre. L'agent photoprotecteur est entièrement dispersé dans une matière de support solide. Comme matière de support, on envisage certaines résines, le thermoplastique lui-même, par exemple le polymère de poly(téréphtalate d'éthylène) ou aussi autres polymères qui sont suffisamment compatibles avec le thermoplastique.

Il est important que la granulométrie et la densité en vrac de la préparation pigmentaire solide ou

du mélange-maître soient analogues à la granulométrie et à la densité en vrac du thermoplastique, de sorte qu'on puisse obtenir une distribution homogène et de ce fait, une stabilisation homogène contre les UV.

5 Le séchage du poly(téréphtalate d'éthylène) avant l'extrusion est réalisé de préférence pendant 4 à 6 heures à une température de 160 à 180 °C.

10 Ensuite, on fond le poly(téréphtalate d'éthylène) dans l'extrudeuse. De préférence, la température du PET fondu est dans le domaine de 250 à 320 °C, la température de la matière fondue pouvant être établie essentiellement tant au moyen de la température de l'extrudeuse qu'au moyen de la durée de séjour de la matière fondue dans l'extrudeuse.

15 La matière fondue quitte l'extrudeuse par une filière. Cette filière est de préférence une filière plate.

20 Le PET fondu dans l'extrudeuse et profilé dans la filière plate, est calibré par les cylindres de la calandre-finisseeuse, c'est-à-dire, refroidi intensément et lissé. Les cylindres de la calandre peuvent être disposés par exemple en forme de I, de F, de L ou de S (Fig. 3).

25 Ensuite, on peut refroidir la matière, le PET, sur un transporteur à rouleaux, la couper sur les côtés aux dimensions, couper en longueur et finalement empiler.

30 L'épaisseur de la plaque de PET dépend essentiellement du dispositif de tirage installé à l'extrémité de la zone de refroidissement, des cylindres refroidisseurs (lisseurs) couplés à ce dispositif selon la vitesse et de la vitesse de transport de l'extrudeuse d'une part et de l'écart des cylindres d'autre part.

Comme extrudeuse, on peut utiliser des extrudeuses monovis ou double vis.

35 La filière plate est constituée de préférence du corps de l'outil décomposable, des lèvres et du dispositif pour la régulation de l'écoulement sur la

largeur. Pour ce faire, le dispositif pour la régulation de l'écoulement sur la largeur peut être gauchi à l'aide de vis de serrage et de pression. Le réglage de l'épaisseur est effectué par réglage des lèvres. Il est important de veiller à ce que la température du PET et de la lèvre soit uniforme, car autrement la matière fondue de PET s'écoule à l'extérieur avec une épaisseur différente par les différentes voies d'écoulement.

L'outil de calibrage, c'est-à-dire, la calandre-finisseuse, donne la forme et les dimensions au PET fondu. Cela est effectué par congélation au-dessous de la température de transition vitreuse par refroidissement et lissage. On ne devrait plus profiler dans cet état car il se formerait des défauts superficiels dans cet état refroidi. Pour cette raison, de préférence on entraîne les cylindres de la calandre conjointement. La température des cylindres de la calandre doit être inférieure à la température des cristallites afin d'éviter l'adhérence du PET fondu. Le PET fondu quitte la filière plate avec une température de 240 à 300 °C. La température du premier cylindre refroidisseur de la calandre, à chaque fois selon la production et l'épaisseur de la plaque, est comprise entre 50 et 80 °C. Le deuxième cylindre, un peu plus froid, refroidit la deuxième ou une autre surface.

Pendant que l'outil de calibrage congèle le plus directement possible les surfaces de PET et refroidit le profilé dans une mesure telle qu'il devient indéformable, l'installation de refroidissement réduit la température de la plaque de PET pratiquement à la température ambiante. Le refroidissement peut être effectué sur un transporteur à rouleaux. La vitesse de tirage doit être réglée exactement par rapport à la vitesse des cylindres de la calandre, afin d'éviter des défauts et des variations de l'épaisseur.

Comme équipement auxiliaire, l'ensemble d'extrusion peut comprendre une scie à tronçonner pour

préparer les plaques par coupe en longueur, le découpage latéral, l'installation d'empilage et un poste de contrôle. Le découpage latéral ou des bords est avantageux, car l'épaisseur dans la partie des bords  
5 peut être parfois irrégulière. Le poste de contrôle mesure l'épaisseur et l'optique de la plaque.

Grâce au grand nombre surprenant d'excellentes propriétés, la plaque amorphe et transparente, conforme à l'invention, convient parfaitement à un grand nombre  
10 de différentes applications, par exemple pour le revêtement des parois intérieures, dans la construction de halles d'exposition et pour des articles d'exposition, pour des panneaux d'affichage, comme écrans, comme écrans de protection de machines et de  
15 véhicules, dans le secteur d'éclairage, dans l'installation de magasins et de rayonnages, comme articles publicitaires, comme panneaux de paniers de basket-ball, comme cloisons, pour des aquariums, comme panneaux d'affichage et comme supports pour prospectus  
20 et journaux.

Grâce à la bonne stabilité contre les UV, la plaque amorphe, transparente conforme à l'invention, convient également pour des applications extérieures, comme par exemple, des serres, des couvertures de toit,  
25 des vitrages, de verres de sécurité, l'habillage extérieur, des revêtements, des applications dans le secteur du bâtiment, des profils publicitaires lumineux, l'habillage de balcons, des montées de toit et fenêtres de caravanes.

30 L'invention est expliquée ci-après à l'aide d'exemples de réalisation sans qu'elle soit limitée à ces exemples.

La mesure des différentes propriétés est effectuée selon les normes, respectivement procédés suivants.

**Méthodes de mesure****Brillance**

On détermine la brillance de la surface sous un  
5 angle d'incidence de  $20^\circ$  selon la norme DIN 67530.

**Transmission de la lumière :**

Par transmission de la lumière on doit entendre le  
rapport de la totalité de la lumière transmise à la  
10 quantité de la lumière incidente.

On mesure la transmission de la lumière avec un  
appareil de mesure "Hazegrad plus" selon ASTM 1003.

**Turbidité et netteté d'image**

15 La turbidité est le taux en pourcentage de la  
lumière transmise, qui s'écarte de plus de  $2,5^\circ$  au  
milieu du faisceau lumineux incident. On détermine la  
netteté d'image sous un angle plus petit que  $2,5^\circ$ .

On mesure la turbidité et la netteté d'image en  
20 utilisant l'appareil de mesure "Hazegard plus" selon la  
norme ASTM 1003.

**Défauts superficiels :**

On évalue visuellement les défauts superficiels.  
25

**Résilience  $a_n$  Charpy :**

On détermine cette grandeur selon la norme ISO  
179/1 D.

**30 Résilience  $a_k$  Izod :**

On mesure la résilience avec entaille,  
respectivement la résistance avec entaille  $a_k$  Izod selon  
la norme ISO 180/1A.

**35 Masse volumique :**

On détermine la masse volumique selon la norme DIN  
53479.

**VS (ADA), VI (ADA) :**

On mesure la viscosité standard SV (ADA) sur la base de la norme DIN 53728 dans l'acide dichloracétique (ADA).

On calcule la viscosité intrinsèque à partir de la viscosité standard comme suit

$$VI (ADA) = 6,67 \cdot 10^{-4} VS (ADA) + 0,118$$

**Propriétés thermiques :**

On mesure les propriétés thermiques, telles que le point de fusion de cristallites  $T_m$ , le domaine de températures de cristallisation  $T_c$ , la température de post-cristallisation (de cristallisation à froid)  $T_{CN}$  et la température de transition vitreuse  $T_g$  par calorimétrie différentielle à balayage ("Differential Scanning Calorimetry - DSC") avec une vitesse de réchauffage de 10 °C/min.

**Masse molaire, polydispersivité :**

On mesure les masses molaires  $M_w$  et  $M_n$  et la polydispersivité résultante  $M_w/M_n$  par chromatographie par perméation de gel.

**Exposition aux intempéries (les deux faces), stabilité aux UV :**

On contrôle la stabilité aux UV selon la spécification d'essai ISO 4892 comme suit :

- Appareil d'essai : Atlas Ci 65 Weather Ometer
- Conditions d'essai : ISO 4892, c.a.d. intempéries artificielles
- Durée d'irradiation : 1000 heures (par face)
- Irradiation : 0,5 W/m<sup>2</sup>, 340 nm
- Température : 63 °C

- Humidité de l'air relative : 50 %
- Lampe à xénon : filtre intérieur et extérieur en borosilicate
- Cycles d'irradiation : 102 minutes rayons UV, puis 18 minutes rayons UV, échantillons dans un brouillard d'eau puis à nouveau 10 minutes de rayons UV, etc.

#### Changement de couleur :

Le changement de la couleur des échantillons après exposition aux intempéries artificielles est mesuré par  
5 un spectrophotomètre selon DIN 5033.

Il s'applique :

$\Delta L$  : Différence dans la luminosité  
 + $\Delta L$  : l'échantillon est plus clair que l'étalon  
 10 - $\Delta L$  : l'échantillon est plus foncé que l'étalon

$\Delta A$  : Différence dans le domaine du rouge-vert  
 $\Delta A$  : l'échantillon est plus rouge que l'étalon  
 $\Delta A$  : l'échantillon est moins rouge que l'étalon  
 15

$\Delta B$  : Différence dans le domaine du bleu-jaune  
 + $\Delta B$  : l'échantillon est plus jaune que l'étalon  
 - $\Delta B$  : l'échantillon est plus bleu que l'étalon

20  $\Delta E$  : Changement total de couleur :

$$\Delta E = \sqrt{\Delta L^2 + \Delta A^2 + \Delta B^2}$$

Plus l'écart numérique de l'étalon est grand, plus la différence dans la couleur est grande.

25 On peut négliger les valeurs numériques de  $\leq 0,3$ , car elles ne représentent pas des changements de couleur significatifs.

**Indice de jaune :**

L'indice de jaune G est l'écart de l'absence de couleur vers le "jaune" et on le mesure selon la norme DIN 6167. Des valeurs  $\leq 5$  de l'indice de jaune G ne sont pas visibles.

Dans les exemples et les exemples comparatifs ci-après, il s'agit à chaque fois de plaques monocouches, transparentes, d'une épaisseur différente que l'on a préparées dans l'ensemble d'extrusion décrit.

On expose aux intempéries selon les spécifications d'essai ISO 4892 les deux faces de toutes les plaques stabilisées contre les UV à chaque fois 1000 heures par face, dans l'appareil Atlas Ci 65 Weather Ometer de la société Atlas et ensuite, on contrôle les propriétés mécaniques, la décoloration, les défauts superficiels, la turbidité et la brillance.

**Exemple 1 :**

On prépare une plaque amorphe transparente d'une épaisseur de 3 mm, qui contient comme composant principal du poly(téréphtalate d'éthylène) et 1,0 % en poids du stabilisant UV, le 2-(4,6-diphényl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxyphénol (@Tinuvin 1577 de la Société Ciba-Geigy).

Tinuvin 1577 a un point de fusion de 149 °C et il est résistant à la chaleur jusqu'à environ 330 °C.

Pour une répartition homogène, on incorpore 1,0 % en poids du stabilisant UV au poly(téréphtalate d'éthylène) directement chez le producteur des matières premières. Le poly(téréphtalate d'éthylène), dont on prépare la plaque transparente, présente une viscosité standard VS (ADA) de 1010, ce qui correspond à une viscosité intrinsèque VI (ADA) de 0,79 dl/g. La teneur en humidité est  $< 0,2$  % et la masse volumique (DIN 53479) de 1,41 g/cm<sup>3</sup>. La cristallinité est de 59 %, le point de fusion des cristallites étant de 258 °C mesurée par la DSC. Le domaine des températures de cristallisation  $T_c$

est compris entre 83 °C et 258 °C, la température de post-cristallisation (également la température de cristallisation à froid)  $T_{CN}$  est de 144 °C. La polydispersivité  $M_w/M_n$  du polymère de poly(téréphtalate d'éthylène) est de 2,14. La température de transition vitreuse est de 83 °C.

Avant l'extrusion, on sèche le poly(téréphtalate d'éthylène) ayant une cristallinité de 59 % pendant 5 heures à 170 °C dans un sécheur et ensuite on extrude dans une extrudeuse monovis à une température d'extrusion de 286 °C dans une filière plate sur une calandre-finisseuse, dont les cylindres sont disposés en forme de S et on lisse pour obtenir une plaque d'une épaisseur de 3 mm. La température du premier cylindre de la calandre est de 73 °C et celle de chacun des autres cylindres de 67 °C. La vitesse de tirage et des cylindres de la calandre est de 6,5 m/min.

Après le refroidissement, on scie les bords de la plaque de PET transparente d'une épaisseur de 3 mm avec la scie tronçonneuse, on la coupe en longueur et on l'empile.

La plaque de PET amorphe, transparente, préparée présente le profil de caractéristiques suivant :

- Epaisseur	: 3 mm
- Brillance de surface, face 1	: 198
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 196
- Transmission de la lumière	: 91 %
- Netteté d'image (clarity)	: 100 %
- Turbidité	: 1,5 %
- Défauts superficiels par m <sup>2</sup> (mouchetures, peau d'orange, bulles, etc.)	: aucun
- Résilience $a_n$ Charpy	: pas de rupture
- Résilience avec entaille $a_k$ Izod	: 4,2 kJ/m <sup>2</sup>

- Déformabilité à froid : bonne, pas de défauts
- Cristallinité : 0 %
- Masse volumique : 1,33 g/cm<sup>3</sup>

Après à chaque fois 1000 heures d'exposition aux intempéries par face dans un Atlas Ci 65 Weather Ometer, la plaque de PET présente les caractéristiques  
5 suivantes :

- Epaisseur : 3 mm
- Brillance de surface, face 1 : 196
- (angle d'incidence 20°), face 2 : 195
- Transmission de la lumière : 91,1 %
- Netteté d'image (clarity) : 100 %
- Turbidité : 1,6 %
- Changement de couleur total  $\Delta E$  : 0,22
- Changement de couleur foncée  $\Delta L$  : -0,18
- Changement de couleur rouge-vert  $\Delta A$  : -0,08
- Changement de couleur bleu-jaune  $\Delta B$  : 0,10
- Défauts superficiels (fissures, fragilisation) : aucun
- Indice de jaune G : 4
- Résilience  $a_n$  Charpy : pas de rupture
- Résilience avec entaille  $a_k$  Izod : 4,1 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : bonne

### Exemple 2

De façon analogue à l'Exemple 1, on prépare une  
10 plaque amorphe transparente, en ajoutant le stabilisant UV, le 2-(4,6-diphényl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)-oxyphénol (@Tinuvin 1577) sous forme d'un mélange-maître. Le mélange-maître est composé de 5 % en poids de @Tinuvin 1577 comme composant actif et de 95 % en poids

en utilisant du poly(téréphtalate d'éthylène) de l'Exemple 1.

Avant l'extrusion, on sèche 80 % en poids du poly(téréphtalate d'éthylène) de l'Exemple 1 avec 20 % en poids du mélange-maître, pendant 5 heures, à 170 °C. L'extrusion et la préparation des plaques sont réalisées de façon analogue à l'Exemple 1.

La plaque préparée de PET amorphe, transparente, présente le profil de caractéristiques suivant :

10

- Epaisseur	: 3 mm
- Brillance de surface, face 1	: 194
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 193
- Transmission de la lumière	: 91,3 %
- Netteté d'image (clarity)	: 100 %
- Turbidité	: 1,4 %
- Défauts superficiels par m <sup>2</sup> (mouchetures, peau d'orange, bulles, etc.)	: aucun
- Résilience a <sub>n</sub> Charpy	: pas de rupture
- Résilience avec entaille a <sub>k</sub> Izod	: 4,0 kJ/m <sup>2</sup>
- Déformabilité à froid	: bonne
- Cristallinité	: 0 %
- Masse volumique	: 1,33 g/cm <sup>3</sup>

Après à chaque fois 1000 heures d'exposition aux intempéries par face dans un Atlas Ci 65 Weather Ometer, la plaque de PET présente les caractéristiques suivantes :

15

- Epaisseur	: 3 mm
- Brillance de surface, face 1	: 192
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 190
- Transmission de la lumière	: 91,1 %
- Netteté d'image (clarity)	: 100 %
- Turbidité	: 1,5 %

- Changement de couleur total  $\Delta E$  : 0,24
- Changement de couleur foncée  $\Delta L$  : -0,19
- Changement de couleur rouge-vert  $\Delta A$  : -0,08
- Changement de couleur bleu-jaune  $\Delta B$  : 0,12
- Défauts superficiels (fissures, fragilisation) : aucun
- Indice de jaune G : 5
- Résilience  $a_n$  Charpy : pas de rupture
- Résilience avec entaille  $a_k$  Izod : 4,0 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : bonne

**Exemple 3 :**

De façon analogue à l'Exemple 1, on prépare une plaque amorphe, transparente, en utilisant un poly(téréphtalate d'éthylène) qui présente les caractéristiques suivantes :

- VS (ADA) : 1100
- VI (ADA) : 0,85 dl/g
- Masse volumique : 1,38 g/cm<sup>3</sup>
- Cristallinité : 44 %
- Point de fusion des cristallites  $T_m$  : 245 °C
- Domaine de températures de cristallisation  $T_c$  : de 82 °C à 242 °C
- Température de post-cristallisation (cristallisation à froid)  $T_{CN}$  : 152 °C
- Polydispersivité  $M_w/M_n$  : 2,02
- Température de transition vitreuse  $T_g$  : 82 °C

On prépare une plaque amorphe, transparente, d'une épaisseur de 6 mm, contenant comme composant principal le poly(téréphtalate d'éthylène) décrit et 0,6 % en

poids du stabilisant UV, le 2,2'-méthylène-bis-(6-2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)-phénol (®Tinuvin 360 de la Société Ciba-Geigy), par rapport au poids du polymère.

5 Tinuvin 360 a un point de fusion de 195 °C et résiste à la chaleur jusqu'à environ 250 °C.

Comme à l'Exemple 1, on incorpore au poly(téréphtalate d'éthylène) 0,6 % en poids du stabilisant UV directement chez le producteur des  
10 matières premières.

La température d'extrusion est de 280 °C. la température du premier cylindre de la calandre est de 66 °C et celle des autres cylindres de 60 °C. La vitesse de tirage et des cylindres de la calandre est de 2,9  
15 m/min.

- Epaisseur	: 6 mm
- Brillance de surface, face 1	: 175
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 173
- Transmission de la lumière	: 88,6 %
- Netteté d'image (clarity)	: 99,6 %
- Turbidité	: 2,5 %
- Défauts superficiels par m <sup>2</sup> (mouchetures, peau d'orange, bulles, etc.)	: aucun
- Résilience a <sub>n</sub> Charpy	: pas de rupture
- Résilience avec entaille a <sub>k</sub> Izod	: 4,8 kJ/m <sup>2</sup>
- Déformabilité à froid	: bonne, pas de "défauts"
- Cristallinité	: 0 %
- Masse volumique	: 1,33 g/cm <sup>3</sup>

Après à chaque fois 1000 heures d'exposition aux  
intempéries par face dans un Atlas Ci 65 Weather Ometer,  
20 la plaque de PET présente les caractéristiques  
suivantes :

- Epaisseur	: 6 mm
- Brillance de surface, face 1	: 171
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 169
- Transmission de la lumière	: 88,3 %
- Netteté d'image (clarity)	: 99,5 %
- Turbidité	: 2,7
- Changement de couleur total $\Delta E$	: 0,56
- Changement de couleur foncée $\Delta L$	: -0,21
- Changement de couleur rouge-vert $\Delta A$	: -0,11
- Changement de couleur bleu-jaune $\Delta B$	: +0,51
- Défauts superficiels (fissures, fragilisation)	: aucun
- Indice de jaune G	: 6
- Résilience $a_n$ Charpy	: pas de rupture
- Résilience avec entaille $a_k$ Izod	: 4,6 kJ/m <sup>2</sup>
- Déformabilité à froid	: bonne, pas de défauts

#### Exemple 4 :

De façon analogue à l'Exemple 3, on prépare une plaque amorphe, transparente. La température d'extrusion est de 275 °C. La température du premier cylindre de la calandre est de 57 °C et celle des autres cylindres de 50 C. La vitesse de tirage et celle des cylindres de la calandre est de 1,7 m/min. La plaque est stabilisée comme à l'Exemple 3.

La plaque de PET préparée présente le profil des caractéristiques suivant :

- Epaisseur	: 10 mm
- Brillance de surface, face 1	: 163
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 161
- Transmission de la lumière	: 86,5 %
- Netteté d'image (clarity)	: 99,2 %

- Turbidité : 4,95 %
- Défauts superficiels par m<sup>2</sup>  
(mouchetures, peau d'orange,  
bulles, etc.) : aucun
- Résilience a<sub>n</sub> Charpy : pas de rupture
- Résilience avec entaille a<sub>k</sub>  
Izod : 5,1 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : bonne, pas de  
défauts
- Cristallinité : 0,1 %
- Masse volumique : 1,33 g/cm<sup>3</sup>

Après à chaque fois 1000 heures d'exposition aux intempéries par face dans un Atlas Ci 65 Weather Ometer, la plaque de PET présente les caractéristiques

5 suivantes :

- Epaisseur : 10 mm
- Brillance de surface, face 1 : 160
- (angle d'incidence 20°), face 2 : 159
- Transmission de la lumière : 86,2 %
- Netteté d'image (clarity) : 99,1 %
- Turbidité : 5,0
- Changement de couleur total ΔE : 0,47
- Changement de couleur foncée ΔL : -0,18
- Changement de couleur rouge-vert ΔA : -0,09
- Changement de couleur bleu-jaune ΔB : +0,42
- Défauts superficiels (fissures, fragilisation) : aucun
- Indice de jaune G : 5
- Résilience a<sub>n</sub> Charpy : pas de rupture
- Résilience avec entaille a<sub>k</sub>  
Izod : 4,5 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : bonne, pas de  
défauts

**Exemple comparatif 1**

De façon analogue à l'Exemple 1, on prépare une plaque amorphe, transparente. Contrairement à l'Exemple 1, la plaque ne contient pas de stabilisant UV. Le  
 5 poly(téréphtalate d'éthylène) utilisé, les paramètres d'extrusion, les paramètres de procédé et les températures sont choisis comme à l'Exemple 1.

La plaque de PET préparée, transparente, présente le profil de caractéristiques suivant :

10

- Epaisseur	: 3 mm
- Brillance de surface, face 1	: 200
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 198
- Transmission de la lumière	: 91,4 %
- Netteté d'image (clarity)	: 100 %
- Turbidité	: 1,3 %
- Défauts superficiels par m <sup>2</sup> (mouchetures, peau d'orange, bulles, etc.)	: aucun
- Résilience a <sub>n</sub> Charpy	: pas de rupture
- Résilience avec entaille a <sub>k</sub> Izod	: 4,3 kJ/m <sup>2</sup>
- Déformabilité à froid	: bonne, pas de défauts
- Cristallinité	: 0 %
- Masse volumique	: 1,33 g/cm <sup>3</sup>

15

Après à chaque fois 1000 heures d'exposition aux intempéries par face dans un Atlas Ci 65 Weather Ometer, la plaque de PET présente les caractéristiques  
 15 suivantes :

- Epaisseur	: 3 mm
- Brillance de surface, face 1	: 98
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 95
- Transmission de la lumière	: 79,5 %
- Netteté d'image (clarity)	: 81,2 %

- Turbidité : 7,8 %
- Changement de couleur total  $\Delta E$  : 3,41
- Changement de couleur foncée  $\Delta L$  : -0,29
- Changement de couleur rouge-vert  $\Delta A$  : -0,87
- Changement de couleur bleu-jaune  $\Delta B$  : +3,29
- Défauts superficiels par m<sup>2</sup> (fissures, fragilisation) : fragilisation
- Indice de jaune G : 17
- Résilience  $a_n$  Charpy : rupture complète à 34,8 kJ/m<sup>2</sup>
- Résilience avec entaille  $a_k$  Izod : 1,3 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : fissuration

A l'observation visuelle, la plaque présente une décoloration "jaune" nettement visible. Les surfaces sont émoussées et fragilisées.

5

#### **Exemple comparatif 2**

De façon analogue à l'Exemple 3, on prépare une plaque amorphe, transparente. Contrairement à l'Exemple 3, la plaque préparée ne contient pas de stabilisant UV. Le poly(téréphtalate d'éthylène) utilisé, les paramètres d'extrusion, les paramètres de procédé et les températures sont choisis comme à l'Exemple 3.

10

La plaque de PET préparée, transparente, présente le profil de caractéristiques suivant :

15

- Epaisseur : 6 mm
- Brillance de surface, face 1 : 180
- (angle d'incidence 20°), face 2 : 187
- Transmission de la lumière : 88,9 %
- Netteté d'image (clarity) : 99,6 %
- Turbidité : 2,3 %

- Défauts superficiels par m<sup>2</sup> (mouchetures, peau d'orange, bulles, etc.) : aucun
- Résilience a<sub>n</sub> Charpy : pas de rupture
- Résilience avec entaille a<sub>k</sub> Izod : 4,8 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : bonne, pas de défauts
- Cristallinité : 0 %
- Masse volumique : 1,33 g/cm<sup>3</sup>

Après à chaque fois 1000 heures d'exposition aux intempéries par face dans un Atlas Ci 65 Weather Ometer, la plaque de PET présente les caractéristiques  
5 suivantes :

- Epaisseur : 6 mm
- Brillance de surface, face 1 : 91
- (angle d'incidence 20°), face 2 : 87
- Transmission de la lumière : 72,5 %
- Netteté d'image (clarity) : 78,3 %
- Turbidité : 12,9 %
- Changement de couleur total ΔE : 3,61
- Changement de couleur foncée ΔL : -0,26
- Changement de couleur rouge-vert ΔA : -0,91
- Changement de couleur bleu-jaune ΔB : +3,48
- Défauts superficiels (fissures, fragilisation) : fragilisation, fissures
- Indice de jaune G : 18
- Résilience a<sub>n</sub> Charpy : rupture complète à 46,2 kJ/m<sup>2</sup>
- Résilience avec entaille a<sub>k</sub> Izod : 1,6 kJ/m<sup>2</sup>
- Déformabilité à froid : fissuration

A l'observation visuelle, la plaque présente une décoloration "jaune" nettement visible. Les surfaces sont émoussées et fragilisées.

5 **Exemple comparatif 3 :**

De façon analogue à l'Exemple 3, on prépare une plaque translucide, colorée transparent, stabilisée contre les UV, en utilisant le poly(téréphtalate d'éthylène), le stabilisant UV et le mélange-maître de  
10 l'Exemple 3. La température du premier cylindre de la calandre est de 83 °C et celles de chacun des autres cylindres de 77 °C.

La plaque préparée présente une turbidité extrême et elle est pratiquement opaque. La transmission de la  
15 lumière, la netteté d'image et la brillance sont nettement réduites. La plaque présente des défauts et des structures superficiels. L'optique est inacceptable pour une utilisation transparente.

La plaque préparée présente le profil de  
20 caractéristiques suivant :

- Epaisseur	: 6 mm
- Brillance de surface, face 1	: 86
- (angle d'incidence 20°), face 2	: 88
- Transmission de la lumière	: 8 %
- Netteté d'image (clarity)	: non mesurable
- Turbidité	: non mesurable
- Défauts superficiels par m <sup>2</sup> (mouchetures, peau d'orange, bulles, etc.)	: bulles, peau -d'orange
- Résilience a <sub>n</sub> Charpy	: pas de rupture
- Résilience avec entaille a <sub>k</sub> Izod	: 5,0 kJ/m <sup>2</sup>
- Déformabilité à froid	: bonne
- Cristallinité	: environ 8 %
- Masse volumique	: 1,34 g/cm <sup>3</sup>

A cause de l'optique inacceptable, la plaque n'a pas été exposée aux intempéries.

**REVENDEICATIONS**

1. Plaque amorphe, transparente, ayant une épaisseur dans l'intervalle de 1 à 20 mm, contenant comme composant principal un thermoplastique cristallisable, caractérisée en ce qu'elle contient au moins un stabilisant UV comme agent photoprotecteur.  
5
2. Plaque selon la revendication 1, caractérisée en ce que la concentration en stabilisant UV est dans l'intervalle de 0,01 à 5 % en poids par rapport au poids du thermoplastique cristallisable.  
10
3. Plaque selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que l'on choisit le stabilisant UV parmi les 2-hydroxybenzotriazoles et les triazines.  
15
4. Plaque selon la revendication 3, caractérisée en ce que l'on utilise comme stabilisant UV au moins un composé pris parmi le 2-(4,6-diphényl-1,3,5-triazin-2-yl)-4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)-phénol et le 2,2'-méthylène-bis(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)-phénol).  
20
5. Plaque selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la brillance de la surface, mesurée selon la norme DIN 67530 (angle d'incidence 20°) est supérieure à 120.  
25
6. Plaque selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la transmission de la lumière mesurée selon la norme ASTM-D 1003 est supérieure à 84 %.  
30
7. Plaque selon au moins l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la turbidité,

mesurée selon la norme ASTM D 1003, est inférieure à 15 %.

8. Plaque selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le thermoplastique cristallisable présente une cristallinité dans l'intervalle de 5 à 65 %.

9. Plaque selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le thermoplastique cristallisable est pris parmi le poly(téréphtalate d'éthylène) (PET), le poly(téréphtalate de butylène) (PBT), un polymère cyclooléfinique et un copolymère cyclooléfinique.

10. Plaque selon la revendication 9, caractérisée en ce que l'on utilise le poly(téréphtalate d'éthylène) comme thermoplastique cristallisable.

11. Plaque selon la revendication 10, caractérisée en ce que le poly(téréphtalate d'éthylène) contient du poly(téréphtalate d'éthylène) recyclé.

12. Plaque selon la revendication 10 ou 11, caractérisée en ce que dans les mesures de la résilience  $a_n$  Charpy, mesurée selon la norme ISO 179/1D, il ne se produit pas de rupture.

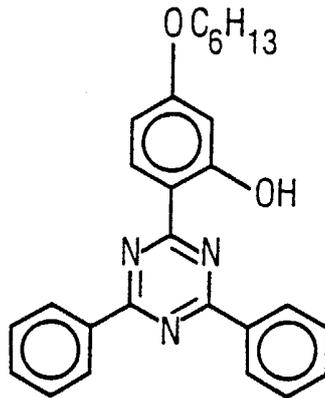
13. Plaque selon l'une des revendications 10 à 12, caractérisée en ce que la résiliencé avec entaille  $a_k$  Izod, mesurée selon la norme ISO 180/1A, est dans l'intervalle de 2,0 à 8,0 kJ/m<sup>2</sup>.

14. Plaque selon l'une des revendications 10 à 13, caractérisée en ce que la netteté d'image, mesurée selon la norme ASTM-D 1003 sous un angle inférieur à 2,5°, est supérieure à 96 %.

21. Procédé selon la revendication 20, caractérisé en ce que l'on sèche le poly(téréphtalate d'éthylène) avant l'extrusion pendant 4 à 6 heures à une température de 160 à 180 °C.
- 5
22. Procédé selon la revendication 20 ou 21, caractérisé en ce que la température du PET fondu est dans l'intervalle de 250 à 320 °C.
- 10 23. Procédé selon l'une des revendications 20 à 22, caractérisé en ce que l'ajout du stabilisant UV est effectué par la technologie de mélange-maître.
- 15 23. Utilisation de la plaque amorphe, transparente, selon au moins l'une des revendications 1 à 17 dans les applications extérieures.

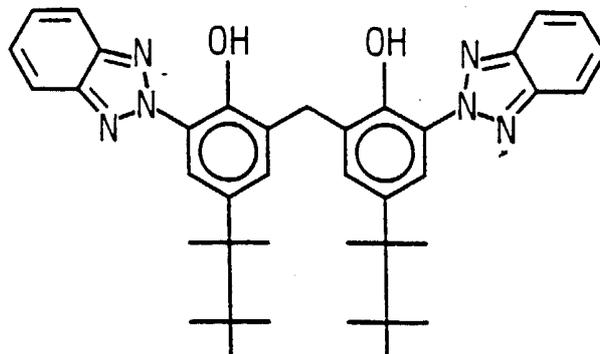
010552

***Fig. 1a***



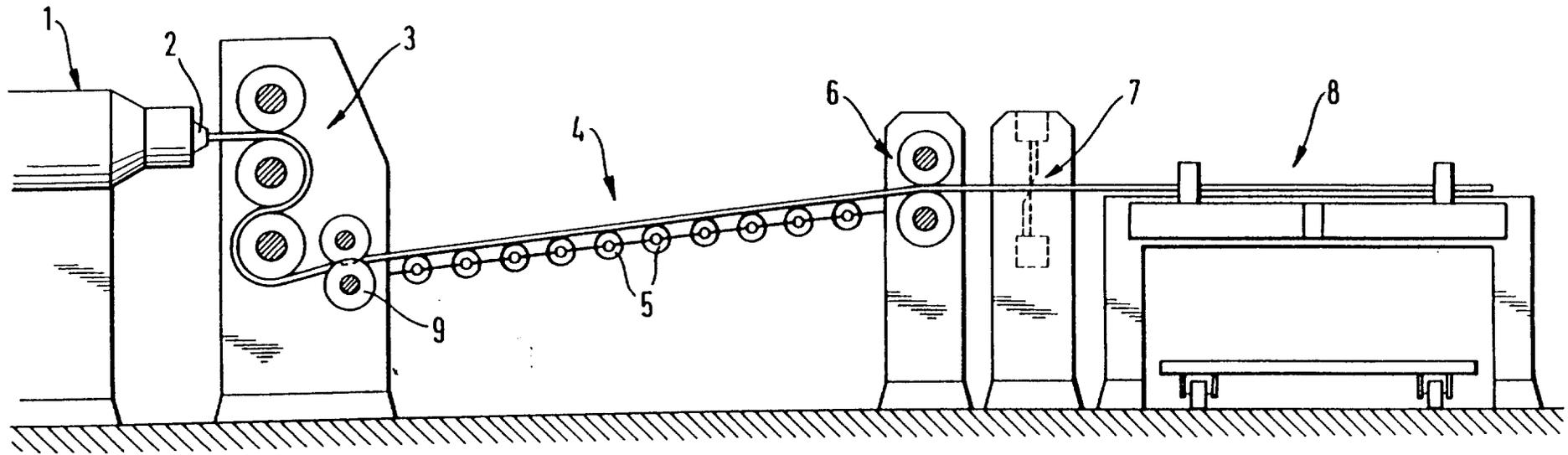
2-(4,6-Diphényl-1,3,5-triazin-2-yl)-5-(hexyl)oxyphénol

***Fig. 1b***

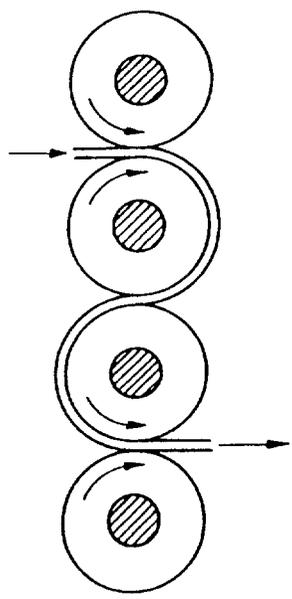


2,2'-Méthylène-bis(6-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)-phénol

**Fig. 2**

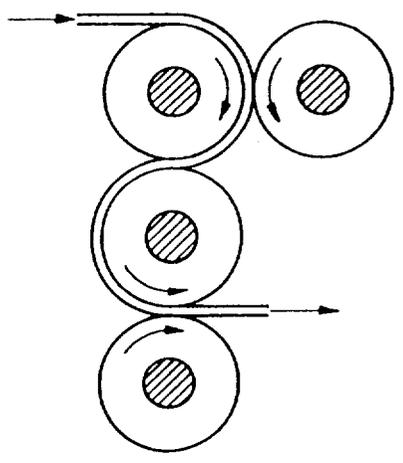


**Fig. 3a**



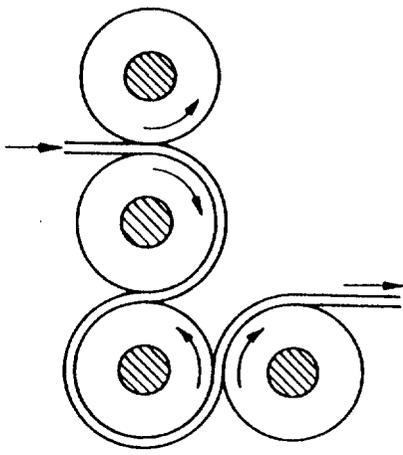
Calandre en I

**Fig. 3b**



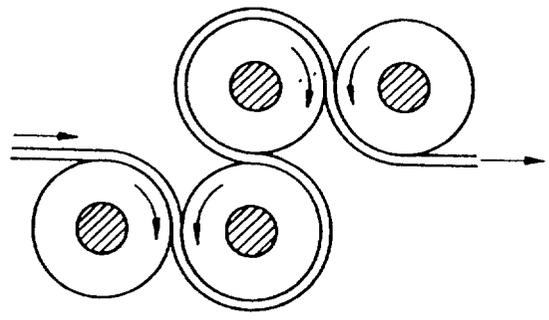
Calandre en F

**Fig. 3c**



Calandre en L

**Fig. 3d**



Calandre en S



**Fig. 3**