



PCT

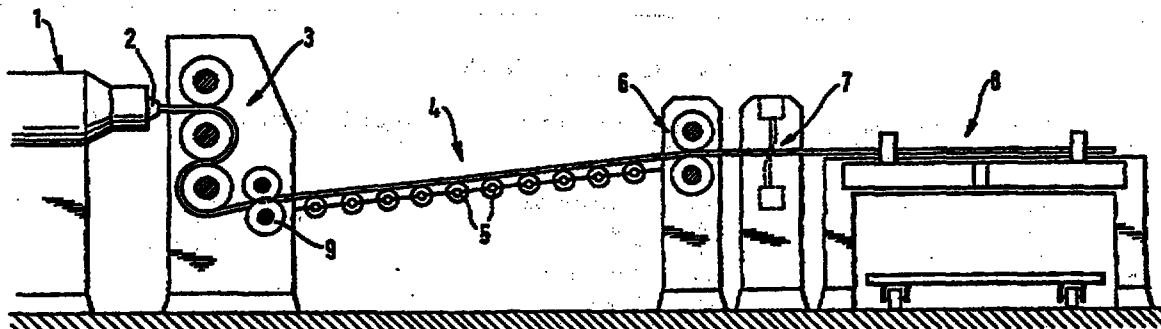
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6 : B29C 43/22, 47/88 // B29K 67:00		A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 96/38282
			(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 5. December 1996 (05.12.96)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP96/02174		(81) Bestimmungsstaaten: AU, BG, BR, BY, CA, CN, CZ, FI, HU, JP, KR, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, <u>SG</u> , SI, UA, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).	
(22) Internationales Anmeldedatum: 21. Mai 1996 (21.05.96)			
(30) Prioritätsdaten: 195 19 579.5 29. Mai 1995 (29.05.95) DE		Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>	
(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Brüningstrasse 50, D-65929 Frankfurt am Main (DE).			
(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): MURCHALL, Ursula [DE/DE]; Im Bacchuswinkel 15, D-55283 Nierstein (DE). GAWRISCH, Wolfgang [DE/DE]; Am Dalberger 10, D-55296 Gau-Bischofsheim (DE). BRUNOW, Rainer [DE/DE]; Weingasse 5, D-65817 Eppstein (DE).			

(54) Title: **AMORPHOUS TRANSPARENT PLATE MADE OF CRYSTALLISABLE THERMOPLASTIC MATERIALS**

(54) Bezeichnung: **AMORPHE, TRANSPARENTE PLATTE AUS EINEM KRISTALLISIERBAREN THERMOPLAST**



(57) Abstract

An amorphous transparent plate with a thickness in a range from 1 to 20 mm contains as main component crystallisable thermoplastic materials. Its lustre, measured according to DIN 67530 (20° measurement angle) is higher than 130, its transparency to light, measured according to ASTM D 1003, is higher than 84 %, and its haze, measured according to ASTM D 1003, is lower than 15 %. Also disclosed are a process for manufacturing this plate and its use.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft eine transparente, amorphe Platte, mit einer Dicke im Bereich von 1 bis 20 mm, die als Hauptbestandteil einen kristallisierbaren Thermoplasten enthält, wobei der Oberflächenglanz, gemessen nach DIN 67530 (Meßwinkel 20°), größer als 130 ist, die Lichttransmission, gemessen nach ASTM D 1003, mehr als 84 % beträgt, und die Trübung der Platte, gemessen nach ASTM D 1003, weniger als 15 % beträgt, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AM	Armenien	GB	Vereinigtes Königreich	MX	Mexiko
AT	Österreich	GE	Georgien	NE	Niger
AU	Australien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BB	Barbados	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BE	Belgien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BF	Burkina Faso	IE	Irland	PL	Polen
BG	Bulgarien	IT	Italien	PT	Portugal
BJ	Benin	JP	Japan	RO	Rumänien
BR	Brasilien	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
BY	Belarus	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CA	Kanada	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SG	Singapur
CG	Kongo	KZ	Kasachstan	SI	Slowenien
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SK	Slowakei
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CM	Kamerun	LR	Liberia	SZ	Swasiland
CN	China	LX	Litauen	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Letland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
EE	Estland	MG	Madagaskar	UG	Uganda
ES	Spanien	ML	Mali	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	MN	Mongolei	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MR	Mauretanien	VN	Vietnam
GA	Gabon	MW	Malawi		

Beschreibung

Amorphe, transparente Platte aus einem kristallisierbaren Thermoplast

Die Erfindung betrifft eine amorphe, transparente Platte aus einem kristallisierbaren Thermoplast, deren Dicke im Bereich von 1 bis 20 mm liegt. Die Platte zeichnet sich durch sehr gute optische und mechanische Eigenschaften aus. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung dieser Platte und ihre Verwendung.

Amorphe, transparente Platten mit einer Dicke zwischen 1 und 20 mm sind hinreichend bekannt. Diese flächigen Gebilde bestehen aus amorphen, nicht kristallisierbaren Thermoplasten. Typische Beispiele für derartige Thermoplaste, die zu Platten verarbeitet werden, sind z.B. Polyvinylchlorid (PVC), Polycarbonat (PC) und Polymethylmethacrylat (PMMA). Diese Halbzeuge werden auf sogenannten Extrusionsstraßen hergestellt (vgl. Polymer Werkstoffe, Band II, Technologie 1, S. 136, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1984). Das Aufschmelzen des pulver- oder granulatförmigen Rohstoffes erfolgt in einem Extruder. Die amorphen Thermoplaste sind nach der Extrusion infolge der mit abnehmender Temperatur stetig steigenden Viskosität leicht über Glättwerke oder andere Ausformwerkzeuge umzuformen. Amorphe Thermoplaste besitzen dann nach der Ausformung eine hinreichende Stabilität, d. h. eine hohe Viskosität, um im Kalibrierwerkzeug "von selbst zu stehen". Sie sind aber noch weich genug um sich vom Werkzeug formen zu lassen. Die Schmelzviskosität und Eigensteife von amorphen Thermoplasten ist im Kalibrierwerkzeug so hoch, daß das Halbzeug nicht vor dem Abkühlen im Kalibrierwerkzeug zusammenfällt. Bei leicht zersetzbaren Werkstoffen wie z. B. PVC sind bei der Extrusion besondere Verarbeitungshilfen, wie z. B. Verarbeitungsstabilisatoren gegen Zersetzung und Gleitmittel gegen zu hohe innere Reibung und damit unkontrollierbare Erwärmung notwendig. Äußere Gleitmittel sind erforderlich um das Hängenbleiben an Wänden und Walzen zu verhindern.

Bei der Verarbeitung von PMMA wird z. B. zwecks Feuchtigkeitsentzug ein Entgasungsextruder eingesetzt.

Bei der Herstellung von transparenten Platten aus amorphen Thermoplasten sind z. T. kostenintensive Additive erforderlich, die teilweise migrieren und zu Produktionsproblemen infolge von Ausdampfungen und zu Oberflächenbelägen auf dem Halbzeug führen können. PVC-Platten sind schwer oder nur mit speziellen Neutralisations- bzw. Elektrolyseverfahren recyklierbar. PC- und PMMA-Platten sind ebenfalls schlecht und nur unter Verlust oder extremer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften recyklierbar.

Neben diesen Nachteilen besitzen PMMA-Platten auch eine extrem schlechte Schlagzähigkeit und zersplintern bei Bruch oder mechanischer Belastung. Daneben sind PMMA-Platten leicht brennbar, so daß sie beispielsweise für Innenanwendungen und im Messebau nicht eingesetzt werden dürfen.

PMMA- und PC-Platten sind außerdem nicht kaltformbar. Beim Kaltformen zerbrechen PMMA-Platten in gefährliche Splitter. Beim Kaltformen von PC-Platten treten Haarrisse und Weißbruch auf.

In der EP-A-0 471 528 wird ein Verfahren zum Formen eines Gegenstandes aus einer Polyethylenterephthalat (PET)-Platte beschrieben. Die PET-Platte wird in einer Tiefziehform beidseitig in einem Temperaturbereich zwischen der Glasübergangstemperatur und der Schmelztemperatur wärmebehandelt. Die geformte PET-Platte wird aus der Form herausgenommen, wenn das Ausmaß der Kristallisation der geformten PET-Platte im Bereich von 25 bis 50 % liegt. Die in der EP-A-0 471 528 offenbarten PET-Platten haben eine Dicke von 1 bis 10 mm. Da der aus dieser PET-Platte hergestellte, tiefgezogene Formkörper teilkristallin und damit nicht mehr transparent ist und die Oberflächeneigenschaften des Formkörpers durch das Tiefziehverfahren, die dabei gegebenen Temperaturen und Formen bestimmt werden, ist es unwesentlich, welche optischen Eigenschaften (z. B. Glanz, Trübung und Lichttransmission) die eingesetzten PET-Platten besitzen. In der Regel sind die optischen Eigenschaften dieser Platten schlecht und optimierungsbedürftig.

In der US-A-3,496,143 wird das Vakuum-Tiefziehen einer 3 mm dicken PET-Platte, deren Kristallisation im Bereich von 5 bis 25 % liegen soll, beschrieben. Die Kristallinität des tiefgezogenen Formkörpers ist jedoch größer als 25 %. Auch an diese PET-Platten werden keine Anforderungen hinsichtlich der optischen Eigenschaften gestellt. Da die Kristallinität der eingesetzten Platten bereits zwischen 5 und 25 % liegt, sind diese Platten trüb und undurchsichtig.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine amorphe, transparente Platte mit einer Dicke von 1 bis 20 mm bereitzustellen, die sowohl gute mechanische als auch optische Eigenschaften aufweist.

Zu den guten optischen Eigenschaften zählt beispielsweise eine hohe Lichttransmission, ein hoher Oberflächenglanz, eine extrem niedrige Trübung sowie eine hohe Bildschärfe (Clarity).

Zu den guten mechanischen Eigenschaften zählt unter anderem eine hohe Schlagzähigkeit sowie eine hohe Bruchfestigkeit.

Darüber hinaus sollte die erfindungsgemäße Platte recyklierbar sein, insbesondere ohne Verlust der mechanischen Eigenschaften, sowie schwer brennbar, damit sie beispielsweise auch für Innenanwendungen und im Messebau eingesetzt werden kann.

Gelöst wird diese Aufgabe durch eine transparente, amorphe Platte mit einer Dicke im Bereich von 1 bis 20 mm, die als Hauptbestandteil einen kristallisierbaren Thermoplasten enthält, wobei der Oberflächenglanz, gemessen nach DIN 67530 (Meßwinkel 20 °), größer als 130, vorzugsweise größer als 140 ist, die Lichttransmission, gemessen nach ASTM D 1003 mehr als 84 %, vorzugsweise mehr als 86 % beträgt, und die Trübung der Platte, gemessen nach ASTM D 1003 weniger als 15 %, vorzugsweise weniger als 11 % beträgt.

Die transparente, amorphe Platte enthält als Hauptbestandteil einen kristallisierbaren Thermoplasten. Geeignete kristallisierbare bzw. teilkristalline

Thermoplaste sind beispielsweise Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, Cycloolefin- und Cycloolefincopolymere, wobei Polyethylenterephthalat besonders bevorzugt ist.

Erfindungsgemäß versteht man unter kristallisierbarem Thermoplast

- kristallisierbare Homopolymere,
- kristallisierbare Copolymere,
- kristallisierbare Compounds,
- kristallisierbares Recyklat und
- andere Variationen von kristallisierbarem Thermoplast.

Unter amorpher Platte werden im Sinne der vorliegenden Erfindung solche Platten verstanden, die, obwohl der eingesetzte kristallisierbare Thermoplast vorzugsweise eine Kristallinität zwischen 25 und 65 % besitzt, nicht kristallin sind. Nicht kristallin, d. h. im wesentlichen amorph bedeutet, daß der Kristallinitätsgrad im allgemeinen unter 5 %, vorzugsweise unter 2 % liegt und besonders bevorzugt 0 % beträgt.

Im Fall von Polyethylenterephthalat tritt bei der Messung der Schlagzähigkeit a_n nach Charpy (gemessen nach ISO 179/1D) an der Platte vorzugsweise kein Bruch auf. Darüber hinaus liegt die Kerbschlagfestigkeit a_k nach Izod (gemessen nach ISO 180/1A) der Platte vorzugsweise im Bereich von 2,0 bis 8,0 kJ/m², besonders bevorzugt im Bereich von 4,0 bis 6,0 kJ/m².

Die Bildschärfe der Platte, die auch Clarity genannt wird, und unter einem Winkel kleiner als 2,5 ° ermittelt wird (ASTM D 1003), liegt vorzugsweise über 96 % und besonders bevorzugt über 97 %.

Polyethylenterephthalat-Polymere mit einem Kristallitschmelzpunkt T_m , gemessen mit DSC (Differential Scanning Calorimetry) mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 °C/min, von 220 °C bis 280 °C, vorzugsweise von 250 °C bis 270 °C, mit einem Kristallisationstemperaturbereich T_c zwischen 75 °C und 280 °C, einer Glasübergangstemperatur T_g zwischen 65 °C und 90 °C und mit einer Dichte, gemessen nach DIN 53479, von 1,30 bis 1,45 und

einer Kristallinität zwischen 5 % und 65 %, vorzugsweise 25 % und 65 %, stellen als Ausgangsmaterialien zur Herstellung der Platte bevorzugte Polymere dar.

Die Standardviskosität SV (DCE) des Polyethylenterephthalats, gemessen in Dichloressigsäure nach DIN 53728, liegt zwischen 800 und weniger als 1800, insbesondere zwischen 800 und 1400, vorzugsweise zwischen 950 und 1250 und besonders bevorzugt zwischen 1000 und 1200.

Die intrinsische Viskosität IV (DCE) berechnet sich wie folgt aus der Standardviskosität SV (DCE):

$$IV (DCE) = 6,67 \cdot 10^{-4} SV (DCE) + 0,118$$

Das Schüttgewicht, gemessen nach DIN 53466, liegt vorzugsweise zwischen 0,75 kg/dm³ und 1,0 kg/dm³, und besonders bevorzugt zwischen 0,80 kg/dm³ und 0,90 kg/dm³.

Die Polydispersität des Polyethylenterephthalats M_w/M_n gemessen mittels GPC liegt vorzugsweise zwischen 1,5 und 6,0 und besonders bevorzugt zwischen 2,0 und 3,5.

Daneben wurde völlig unerwartet eine gute Kaltformbarkeit ohne Bruch, ohne Haarrisse und/oder ohne Weißbruch festgestellt, so daß die erfindungsgemäße Platte ohne Temperatureinwirkung verformt und gebogen werden kann.

Darüber hinaus ergaben Messungen, daß die erfindungsgemäße Platte schwer brennbar und schwer entflammbar ist, so daß sie sich beispielsweise für Innenanwendungen und im Messebau eignet.

Desweiteren ist die erfindungsgemäße Platte ohne Umweltbelastung und ohne Verlust der mechanischen Eigenschaften problemlos recycelbar, wodurch sie sich beispielsweise für die Verwendung als kurzlebige Werbeschilder oder anderer Werbeartikel eignet.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen, transparenten, amorphen Platte kann beispielsweise nach einem Extrusionsverfahren in einer Extrusionsstraße erfolgen.

Eine derartige Extrusionsstraße ist in Fig. 1 schematisch dargestellt. Sie umfaßt im wesentlichen

- einen Extruder als Plastifizierungsanlage,
- eine Breitschlitzdüse als Werkzeug zum Ausformen,
- ein Glättwerk/Kalander als Kalibrierwerkzeug,
- ein Kühlbett und/oder eine Rollenbahn zur Nachkühlung,
- einen Walzenabzug,
- eine Trennsäge,
- eine Seitenschneideinrichtung, und gegebenenfalls
- eine Stapelvorrichtung

Das Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Platte wird im folgenden am Beispiel von Polyethylenterephthalat ausführlich beschrieben.

Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man das Polyethylenterephthalat gegebenenfalls trocknet, dann im Extruder aufschmilzt, die Schmelze durch eine Düse ausformt und anschließend im Glättwerk kalibriert, glättet und kühlt, bevor man die Platte auf Maß bringt.

Die Trocknung des Polyethylenterephthalates vor der Extrusion erfolgt vorzugsweise für 4 bis 6 Stunden bei 160 bis 180 °C.

Das Polyethylenterephthalat wird danach im Extruder aufgeschmolzen.

Vorzugsweise liegt die Temperatur der PET-Schmelze im Bereich von 250 bis 320 °C, wobei die Temperatur der Schmelze im wesentlichen sowohl durch die Temperatur des Extruders, als auch die Verweilzeit der Schmelze im Extruder eingestellt werden kann.

Die Schmelze verläßt den Extruder dann durch eine Düse. Diese Düse ist vorzugsweise eine Breitschlitzdüse.

Das vom Extruder aufgeschmolzene und von einer Breitschlitzdüse ausgeformte PET wird von Glättkalandermalzen kalibriert, d. h. intensiv gekühlt und geglättet. Die Kalandermalzen können beispielsweise in einer I-, F-, L- oder S-Form angeordnet sein (siehe Fig. 2).

Das PET-Material kann dann anschließend auf einer Rollenbahn nachgekühlt, seitlich auf Maß geschnitten, abgelängt und schließlich gestapelt werden.

Die Dicke der PET-Platte wird im wesentlichen vom Abzug, der am Ende der Kühlzone angeordnet ist, den mit ihm geschwindigkeitsmäßig gekoppelten Kühl- (Glätt-)Walzen und der Fördergeschwindigkeit des Extruders einerseits und dem Abstand der Walzen andererseits bestimmt.

Als Extruder können sowohl Einschnecken- als auch Zweischneckenextruder eingesetzt werden.

Die Breitschlitzdüse besteht vorzugsweise aus dem zerlegbaren Werkzeugkörper, den Lippen und dem Staubalken zur Fließregulierung über die Breite. Dazu kann der Staubalken durch Zug- und Druckschrauben verbogen werden. Die Dickeneinstellung erfolgt durch Verstellen der Lippen. Wichtig ist es auf eine gleichmäßige Temperatur des PET und der Lippe zu achten, da sonst die PET-Schmelze durch die unterschiedlichen Fließwege verschieden dick ausfließt.

Das Kalibrierwerkzeug, d. h. der Glättkalander gibt der PET-Schmelze die Form und die Abmessungen. Dies geschieht durch Einfrieren unterhalb der Glasübergangstemperatur mittels Abkühlung und Glätten. Verformt werden sollte in diesem Zustand nicht mehr, da sonst in diesem abgekühlten Zustand Oberflächenfehler entstehen würden. Aus diesem Grund werden die Kalandermalzen vorzugsweise gemeinsam angetrieben. Die Temperatur der Kalandermalzen muß zwecks Vermeidung des Anklebens der PET-Schmelze kleiner als die Kristallitschmelztemperatur sein. Die PET-Schmelze verläßt mit einer Temperatur von 240 bis 300 °C die Breitschlitzdüse. Die erste Glätt-Kühl-Walze

hat je nach Ausstoß und Plattendicke eine Temperatur zwischen 50 °C und 80 °C. Die zweite etwas kühlere Walze kühlt die zweite oder andere Oberfläche ab.

Um eine amorphe Platte mit einer Dicke von 1 mm bis 20 mm zu erhalten, ist es wesentlich, daß die Temperatur der ersten Glätt-Kühl-Walze zwischen 50 °C und 80 °C liegt.

Während die Kalibriereinrichtung die PET-Oberflächen möglichst glatt zum Einfrieren bringt und das Profil so weit abkühlt, daß es formsteif ist, senkt die Nachkühleinrichtung die Temperatur der PET-Platte auf nahezu Raumtemperatur ab. Die Nachkühlung kann auf einem Rollenbrett erfolgen.

Die Geschwindigkeit des Abzugs sollte mit der Geschwindigkeit der Kalandervalzen genau abgestimmt sein, um Defekte und Dickenschwankungen zu vermeiden.

Als Zusatzeinrichtungen kann sich in der Extrusionsstraße zur Herstellung von Platten eine Trennsäge als Ablängeinrichtung, die Seitenbeschneidung, die Stapelanlage und eine Kontrollstelle befinden. Die Seiten- oder Randbeschneidung ist vorteilhaft, da die Dicke im Randbereich unter Umständen ungleichmäßig sein kann. An der Kontrollstelle werden Dicke und Optik der Platte gemessen.

Durch die überraschende Vielzahl ausgezeichneter Eigenschaften eignet sich die erfindungsgemäße, transparente und amorphe Platte hervorragend für eine Vielzahl verschiedener Verwendungen, beispielsweise für Innenraumverkleidung, für Messebau und Messeartikel, als Displays, für Schilder, für Schutzverglasung von Maschinen und Fahrzeugen, im Beleuchtungssektor, im Laden- und Regalbau, als Werbeartikel, als Menükartenständer und als Basketball-Zielbretter.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert, ohne dadurch beschränkt zu werden.

Die Messung der einzelnen Eigenschaften erfolgt dabei gemäß der folgenden Normen bzw. Verfahren.

Meßmethoden

Oberflächenglanz:

Der Oberflächenglanz wird bei einem Meßwinkel von 20 ° nach DIN 67530 gemessen.

Lichttransmission:

Unter der Lichttransmission ist das Verhältnis des insgesamt durchgelassenen Lichtes zur einfallenden Lichtmenge zu verstehen.

Die Lichttransmission wird mit dem Meßgerät "Hazegard plus" nach ASTM 1003 gemessen.

Trübung und Clarity:

Trübung ist der prozentuale Anteil des durchgelassenen Lichtes, der vom eingestrahnten Lichtbündel im Mittel um mehr als 2,5 ° abweicht. Die Bildschärfe wird unter einem Winkel kleiner als 2,5 ° ermittelt.

Die Trübung und die Clarity werden mit dem Meßgerät "Hazegard plus" nach ASTM 1003 gemessen.

Oberflächendefekte:

Die Oberflächendefekte werden visuell bestimmt.

Schlagzähigkeit a_n nach Charpy:

Diese Größe wird nach ISO 179/1D ermittelt.

Kerbschlagzähigkeit a_k nach Izod:

Die Kerschlagzähigkeit bzw. -festigkeit a_k nach Izod wird nach ISO 180/1A gemessen.

Dichte:

Die Dichte wird nach DIN 53479 bestimmt.

SV (DCE), IV (DCE):

Die Standardviskosität SV (DCE) wird angelehnt an DIN 53726 in Dichloressigsäure gemessen.

Die intrinsische Viskosität (IV) berechnet sich wie folgt aus der Standardviskosität (SV)

$$IV (DCE) = 6,67 \cdot 10^{-4} SV (DCE) + 0,118$$

Thermische Eigenschaften:

Die thermischen Eigenschaften wie Kristallitschmelzpunkt T_m ,

Kristallisationstemperaturbereich T_c , Nach-(Kalt-)Kristallisationstemperatur T_{CN} und Glasübergangstemperatur T_g werden mittels Differential Scanning Calorimetrie (DSC) bei einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 °C/min gemessen.

Molekulargewicht, Polydispersität:

Die Molekulargewichte M_w und M_n und die resultierende Polydispersität M_w/M_n werden mittels Gelpermeationschromatographie (GPC) gemessen.

In den nachstehenden Beispielen und Vergleichsbeispielen handelt es sich jeweils um einschichtige, transparente Platten unterschiedlicher Dicke, die auf der beschriebenen Extrusionsstraße hergestellt werden.

Beispiel 1:

Das Polyethylenterephthalat, aus dem die transparente Platte hergestellt wird, hat eine Standardviskosität SV (DCE) von 1010, was einer intrinsischen Viskosität IV (DCE) von 0,79 dl/g entspricht. Der Feuchtigkeitsgehalt liegt bei < 0,2 % und die Dichte (DIN 53479) bei 1,41 g/cm³. Die Kristallinität beträgt 59 %, wobei der Kristallitschmelzpunkt nach DSC-Messungen bei 258 °C liegt. Der Kristallisationstemperaturbereich T_c liegt zwischen 83 °C und 258 °C, wobei die Nachkristallisationstemperatur (auch Kaltkristallisationstemperatur) T_{CN} bei 144 °C liegt. Die Polydispersität M_w/M_n des Polyethylenterephthalat-Polymeren beträgt 2,14.

Die Glasübergangstemperatur liegt bei 83 °C.

Vor der Extrusion wird das Polyethylenterephthalat mit einer Kristallinität von 59 % 5 Stunden bei 170 °C in einem Trockner getrocknet und dann in einem Einschneckenextruder bei einer Extrusionstemperatur von 286 °C durch eine Breitschlitzdüse auf einen Glättkalanders dessen Walzen S-förmig angeordnet sind, extrudiert und zu einer 2 mm dicken Platte geglättet. Die erste Kalanderswalze hat eine Temperatur von 73 °C und die nachfolgenden Walzen haben jeweils eine Temperatur von 67 °C. Die Geschwindigkeit des Abzuges und der Kalanderswalzen liegt bei 6,5 m/min.

Im Anschluß an die Nachkühlung wird die transparente, 2 mm dicke PET-Platte mit Trennsägen an den Rändern gesäumt, abgelängt und gestapelt.

Die hergestellte transparente PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke	:	2 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite	:	200
(Meßwinkel 20 °) 2. Seite	:	198
- Lichttransmission	:	91 %
- Clarity (Klarheit)	:	100 %
- Trübung	:	1,5 %
- Oberflächendefekte pro m ²	:	keine
(Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)		
- Schlagzähigkeit a _n nach Charpy	:	kein Bruch
- Kerbschlagzähigkeit a _k nach Izod	:	4,2 kJ/m ²
- Kaltformbarkeit	:	gut, keine Defekte
- Kristallinität	:	0 %
- Dichte	:	1,33 g/cm ³

Beispiel 2:

Analog Beispiel 1 wird eine transparente Platte hergestellt, wobei ein Polyethylenterephthalat eingesetzt wird, das folgende Eigenschaften aufweist:

SV (DCE)	:	1100
IV (DCE)	:	0,85 dl/g
Dichte	:	1,38 g/cm ³
Kristallinität	:	44 %
Kristallitschmelzpunkt T_m	:	245 °C
Kristallisationstemperaturbereich T_c	:	82 °C bis 245 °C
Nach-(Kalt-)Kristallisationstemperatur T_{CN}	:	152 °C
Polydispersität M_w/M_n	:	2,02
Glasübergangstemperatur	:	82 °C

Die Extrusionstemperatur liegt bei 280 °C. Die erste Kalandervalze hat eine Temperatur von 66 °C und die nachfolgenden Walzen haben eine Temperatur von 60 °C. Die Geschwindigkeit des Abzuges und der Kalandervalze liegt bei 2,9 m/min.

Die hergestellte transparente PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke	:	6 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite	:	172
(Meßwinkel 20 °) 2. Seite	:	170
- Lichttransmission	:	88,1 %
- Clarity (Klarheit)	:	99,6 %
- Trübung	:	2,6 %
- Oberflächendefekte pro m ² (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)	:	keine
- Schlagzähigkeit a_n nach Charpy	:	kein Bruch
- Kerbschlagzähigkeit a_k nach Izod	:	4,8 kJ/m ²
- Kaltformbarkeit	:	gut, keine Defekte
- Kristallinität	:	0 %
- Dichte	:	1,33 g/cm ³

Beispiel 3:

Analog Beispiel 2 wird eine transparente Platte hergestellt. Die Extrusionstemperatur liegt bei 275 °C. Die erste Kalandrierwalze hat eine Temperatur von 57 °C und die nachfolgenden Walzen haben eine Temperatur von 50 °C. Die Geschwindigkeit des Abzuges und der Kalandrierwalze liegt bei 1,7 m/min.

Die hergestellte PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke	:	10 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite	:	163
(Meßwinkel 20 °) 2. Seite	:	161
- Lichttransmission	:	86,5 %
- Clarity (Klarheit)	:	99,2 %
- Trübung	:	4,95 %
- Oberflächendefekte pro m ² (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)	:	keine
- Schlagzähigkeit a _n nach Charpy	:	kein Bruch
- Kerbschlagzähigkeit a _k nach Izod	:	5,1 kJ/m ²
- Kaltformbarkeit	:	gut, keine Defekte
- Kristallinität	:	0,1 %
- Dichte	:	1,33 g/cm ³

Beispiel 4:

Analog Beispiel 3 wird eine transparente Platte hergestellt, wobei ein Polyethylenterephthalat eingesetzt wird, das folgende Eigenschaften aufweist:

SV (DCE)	:	1200
IV (DCE)	:	0,91 dl/g
Dichte	:	1,37 g/cm ³
Kristallinität	:	36 %
Kristallitschmelzpunkt T _m	:	242 °C
Kristallisationstemperaturbereich T _c	:	82 °C bis 242 °C
Nach-(Kalt-)Kristallisationstemperatur T _{CN}	:	157 °C

Polydispersität M_w/M_n	:	2,2
Glasübergangstemperatur	:	82 °C

Die Extrusionstemperatur liegt bei 274 °C. Die erste Kalandrierwalze hat eine Temperatur von 50 °C und die nachfolgenden Walzen haben eine Temperatur von 45 °C. Die Geschwindigkeit des Abzuges und der Kalandrierwalzen liegt bei 1,2 m/min.

Die hergestellte transparente PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke	:	15 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite	:	144
(Meßwinkel 20 °) 2. Seite	:	138
- Lichttransmission	:	86,4 %
- Clarity (Klarheit)	:	97,4 %
- Trübung	:	10,5 %
- Oberflächendefekte pro m ²	:	keine
(Stippen, Orangethaut, Blasen usw.)		
- Schlagzähigkeit a_n nach Charpy	:	kein Bruch
- Kerbschlagzähigkeit a_k nach Izod	:	5,1 kJ/m ²
- Kaltformbarkeit	:	gut, keine Defekte
- Kristallinität	:	0,1 %
- Dichte	:	1,33 g/cm ³

Beispiel 5:

Analog Beispiel 2 wird eine transparente Platte hergestellt. 70 %

Polyethylenterephthalat aus Beispiel 2 werden mit 30 % Recyklat aus diesem Polyethylenterephthalat abgemischt.

Die hergestellte transparente PET-Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke	:	6 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite	:	168

(Meßwinkel 20 °) 2. Seite	:	166
- Lichttransmission	:	88,0 %
- Clarity (Klarheit)	:	99,4 %
- Trübung	:	3,2 %
- Oberflächendefekte pro m ²	:	keine
(Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)		
- Schlagzähigkeit a _n nach Charpy	:	kein Bruch
- Kerbschlagzähigkeit a _k nach Izod	:	4,7 kJ/m ²
- Kaltformbarkeit	:	gut, keine Defekte
- Kristallinität	:	0 %
- Dichte	:	1,33 g/cm ³

Vergleichsbeispiel 1:

Analog Beispiel 1 wird eine transparente Platte hergestellt. Das eingesetzte Polyethylenterephthalat hat eine Standardviskosität SV (DCE) von 760, was einer intrinsischen Viskosität IV (DCE) von 0,62 dl/g entspricht. Die übrigen Eigenschaften sind im Rahmen der Meßgenauigkeit mit den Eigenschaften des Polyethylenterephthalats aus Beispiel 1 identisch. Die Verfahrensparameter und die Temperatur wurden wie in Beispiel 1 gewählt. Infolge der niedrigen Viskosität ist keine Plattenherstellung möglich. Die Schmelzstabilität ist ungenügend, so daß die Schmelze vor dem Abkühlen auf den Kalandерwalzen zusammenfällt.

Vergleichsbeispiel 2:

Analog Beispiel 2 wird eine transparente Platte hergestellt, wobei auch das Polyethylenterephthalat aus Beispiel 2 eingesetzt wird. Die erste Kalandерwalze hat eine Temperatur von 83 °C und die nachfolgenden Walzen haben jeweils eine Temperatur von 77 °C.

Die hergestellte Platte ist extrem trüb. Die Lichttransmission, die Clarity und der Glanz sind deutlich reduziert. Die Platte zeigt Oberflächendefekte und Strukturen. Die Optik ist für eine transparente Anwendung unakzeptabel.

Die hergestellte Platte hat folgendes Eigenschaftsprofil:

- Dicke	:	6 mm
- Oberflächenglanz 1. Seite	:	95
(Meßwinkel 20 °) 2. Seite	:	93
- Lichttransmission	:	74 %
- Clarity (Klarheit)	:	90 %
- Trübung	:	52 %
- Oberflächendefekte pro m ² (Stippen, Orangenhaut, Blasen usw.)	:	Blasen, Orangenhaut
- Schlagzähigkeit a _n nach Charpy	:	kein Bruch
- Kerbschlagzähigkeit a _k nach Izod	:	5,0 kJ/m ²
- Kaltformbarkeit	:	gut
- Kristallinität	:	ca. 8 %
- Dichte	:	1,34 g/cm ³

Patentansprüche:

1. Transparente, amorphe Platte, mit einer Dicke im Bereich von 1 bis 20 mm, die als Hauptbestandteil einen kristallisierbaren Thermoplasten enthält, wobei der Oberflächenglanz, gemessen nach DIN 67530 (Meßwinkel 20 °), größer als 130 ist, die Lichttransmission, gemessen nach ASTM D 1003, mehr als 84 % beträgt, und die Trübung der Platte, gemessen nach ASTM D 1003, weniger als 15 % beträgt.
2. Platte gemäß Anspruch 1, wobei der kristallisierbare Thermoplast ausgewählt ist unter Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat, ein Cycloolefin- und ein Cycloolefincopolymer verwendet wird.
3. Platte gemäß Anspruch 2, wobei als kristallisierbarer Thermoplast Polyethylenterephthalat verwendet wird.
4. Platte gemäß Anspruch 3, wobei das Polyethylenterephthalat, Polyethylenterephthalat-Recyklat enthält.
5. Platte gemäß Anspruch 3 oder 4, wobei bei der Messung der Schlagzähigkeit a_n nach Charpy, gemessen nach ISO 179/1D kein Bruch auftritt.
6. Platte gemäß einem der Ansprüche 3 bis 5, wobei die Kerbschlagfestigkeit a_k nach Izod, gemessen nach ISO 180/1A im Bereich von 2,0 bis 8,0 kJ/m² liegt.
7. Platte gemäß einem der Ansprüche 3 bis 6, wobei die Bildschärfe, gemessen nach ASTM D 1003 unter einem Winkel kleiner als 2,5 °, über 96 % liegt.



8. Platte gemäß einem der Ansprüche 3 bis 7, wobei das Polyethylenterephthalat einen Kristallitschmelzpunkt, gemessen durch DSC mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 °C/min., im Bereich von 220 ° bis 280 °C aufweist.
9. Platte gemäß einem der Ansprüche 3 bis 8, wobei das Polyethylenterephthalat eine Kristallisationstemperatur, gemessen durch DSC mit einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 °C/min., im Bereich von 75 ° bis 280 °C aufweist.
10. Platte gemäß einem der Ansprüche 3 bis 9, wobei das eingesetzte Polyethylenterephthalat eine Kristallinität aufweist, die im Bereich von 5 bis 65 % liegt.
11. Platte gemäß einem der Ansprüche 3 bis 10, wobei das eingesetzte Polyethylenterephthalat eine Standardviskosität SV (DCE), gemessen in Dichloressigsäure nach DIN 53728, aufweist, die im Bereich von 800 bis weniger 1800 liegt.
12. Platte gemäß Anspruch 11, wobei das eingesetzte Polyethylenterephthalat eine Standardviskosität SV (DCE), gemessen in Dichloressigsäure nach DIN 53728, aufweist, die im Bereich von 800 bis 1400 liegt.
13. Platte gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, wobei die Platte einen Kristallinitätsgrad von weniger als 5 % hat.
14. Verfahren zur Herstellung einer transparenten, amorphen Platte gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, das die folgenden Schritte umfaßt:
Aufschmelzen des kristallisierbaren Thermoplasten im Extruder,
Ausformen der Schmelze durch eine Düse, und anschließend im Glättwerk,



- Kalibrieren, Glätten und Kühlen mit mindestens zwei Walzen, bevor die Platte auf Maß gebracht wird, wobei die erste Walze des Glättwerkes eine Temperatur aufweist, die im Bereich von 50 bis 80 °C liegt.
15. Verfahren gemäß Anspruch 14, wobei der kristallisierbare Thermoplast vor dem Aufschmelzen getrocknet wird.
 16. Verfahren gemäß Anspruch 14 oder 15, wobei der kristallisierbare Thermoplast Polyethylenterephthalat ist.
 17. Verfahren gemäß Anspruch 16, wobei das Polyethylenterephthalat vor der Extrusion für 4 bis 6 Stunden bei 160 bis 180 °C getrocknet wird.
 18. Verfahren gemäß Anspruch 16 oder 17, wobei die Temperatur der PET-Schmelze im Bereich von 250 bis 320 °C liegt.
 19. Verwendung einer transparenten, amorphen Platte gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13 für Innenanwendungen und im Messebau.



Fig. 1

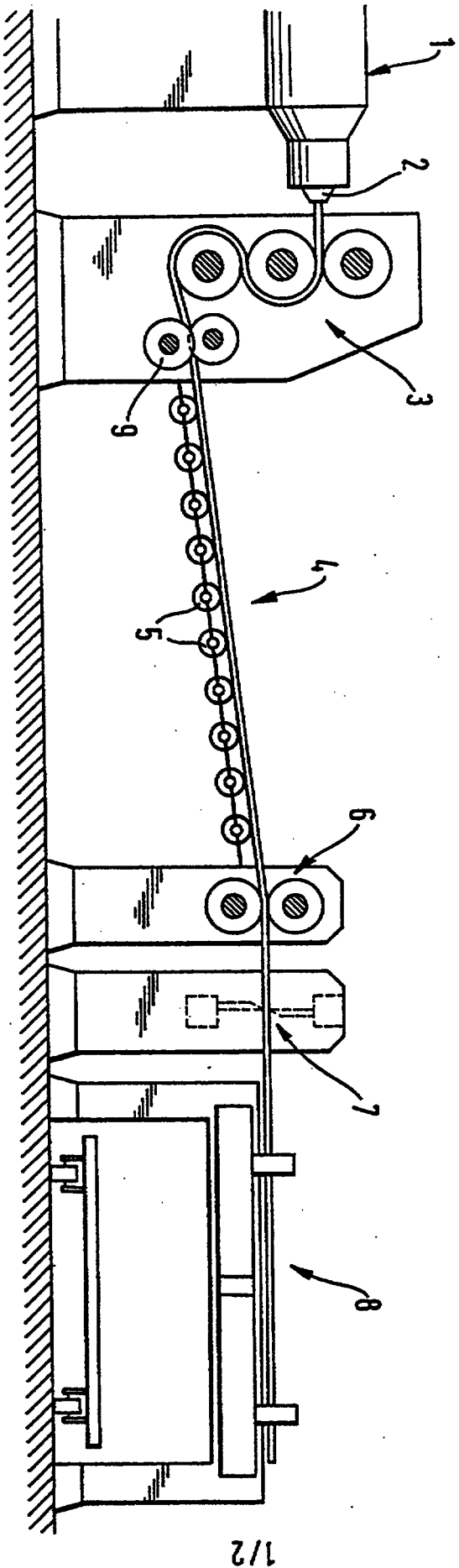
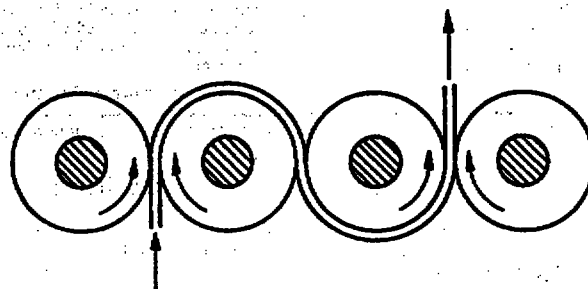
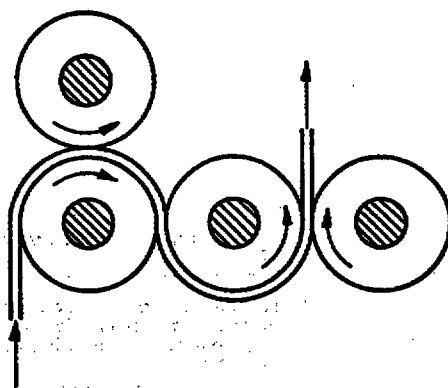


Fig. 2a



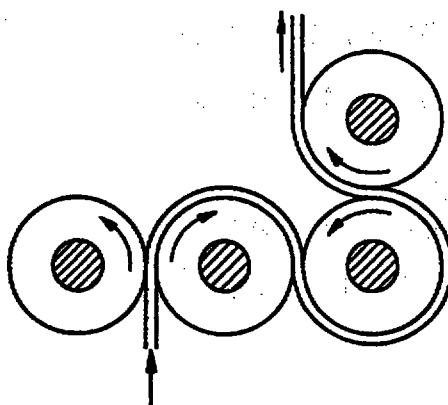
I-KALANDER

Fig. 2b



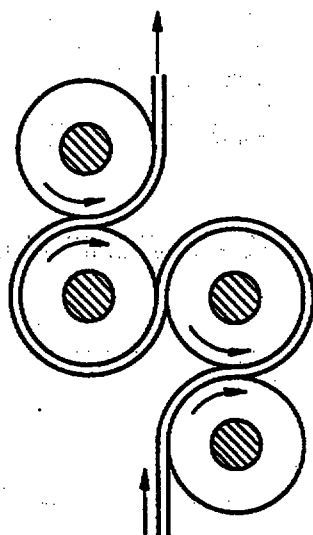
F-KALANDER

Fig. 2c



L-KALANDER

Fig. 2d



S-KALANDER

2/2

Fig. 2

Description

Amorphous, transparent sheet of a crystallizable thermoplastic

5 The invention relates to an amorphous, transparent sheet of a crystallizable thermoplastic whose thickness is in the range from 1 to 20 mm. The sheet is distinguished by very good optical and mechanical properties. The invention furthermore relates to a process for the production of this sheet, and to the use of the sheet.

10 Amorphous, transparent sheets having a thickness of from 1 to 20 mm are well known. These two-dimensional structures comprise amorphous, non-crystallizable thermoplastics. Typical examples of such thermoplastics which can be converted into sheets are, for example,
15 polyvinyl chloride (PVC), polycarbonate (PC) and polymethyl methacrylate (PMMA). These semifinished products are produced on so-called extrusion lines (cf. Polymer Werkstoffe, Volume II, Technologie 1, p. 136, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1984). The pulverulent or
20 granular raw material is melted in an extruder. After extrusion, the amorphous thermoplastics can easily be shaped via polishing stacks or other shaping tools as a consequence of their viscosity, which continuously increases with decreasing temperature. After shaping,
25 amorphous thermoplastics then have adequate stability, i.e. a high viscosity, in order to be self-supporting in the calibration die. However, they are still sufficiently soft to be shaped by the die. The melt viscosity and inherent rigidity of amorphous thermoplastics is so high
30 in the calibration die that the semifinished product does not collapse in the calibration die before cooling. In the case of easily decomposed materials, for example PVC, special processing aids, for example processing stabilizers against decomposition and lubricants against
35 excessive internal friction and thus uncontrollable warming, are necessary during extrusion. External lubri-

cants are necessary to prevent sticking to walls and rolls.

The processing of PMMA is carried out using, for example, a vented extruder to enable removal of moisture.

- 5 The production of transparent sheets from amorphous thermoplastics sometimes requires expensive additives, which in some cases migrate and can cause production problems owing to evaporations and surface coatings on the semifinished product. PVC sheets can be recycled only
10 with difficulty or using special neutralization or electrolysis processes. PC and PMMA sheets can likewise only be recycled with difficulty and only with loss or extreme impairment of the mechanical properties.

- 15 In addition to these disadvantages, PMMA sheets also have extremely poor impact strengths and splinter on fracture or mechanical loading. Furthermore, PMMA sheets are readily combustible, which means that they cannot be employed, for example, for internal applications and in exhibitions.

- 20 PMMA and PC sheets furthermore cannot be shaped when cold; PMMA sheets disintegrate to form dangerous splinters, while PVC sheets undergo hairline cracking and stress whitening.

- 25 EP-A-0 471 528 describes a process for shaping an article from a polyethylene terephthalate (PET) sheet. The PET sheet is heat-treated on both sides in the thermofilming mold in a temperature range between the glass transition temperature and the melting point. The shaped PET sheet is removed from the mold when the degree of crystalliza-
30 tion of the shaped PET sheet is in the region of 25 to 50%. The PET sheets disclosed in EP-A-0 471 528 have a thickness of from 1 to 10 mm. Since the thermoformed molding produced from the PET sheet is partially crystalline and thus no longer transparent and the surface

properties of the molding are determined by the thermoforming process and by the thermoforming temperature and mold, it is unimportant what optical properties (for example gloss, haze and light transmission) the PET sheets employed have. In general, the optical properties of these sheets are poor and in need of optimization.

US-A-3,496,143 describes the vacuum thermoforming of a 3 mm thick PET sheet whose degree of crystallization is said to be in the range from 5 to 25%. However, the crystallinity of the thermoformed molding is greater than 25%. Again, no requirements regarding optical properties are made of these PET sheets. Since the crystallinity of the sheets employed is already between 5 and 25%, these sheets are hazy and non-transparent.

The object of the present invention is to provide an amorphous, transparent sheet having a thickness of from 1 to 20 mm which has both good mechanical properties and good optical properties.

The good optical properties include, for example, high light transmission, high surface gloss, extremely low haze and high clarity.

The good mechanical properties include, inter alia, high impact strength and high breaking strength.

In addition, the novel sheet should be recyclable, in particular without loss of the mechanical properties, and have low combustibility so that it can also be employed, for example, for internal applications and in exhibitions.

This object is achieved by a transparent, amorphous sheet having a thickness in the range from 1 to 20 mm which contains, as principal constituent, a crystallizable thermoplastic, where the surface gloss, measured in accordance with DIN 67530 (measurement angle 20°), is

greater than 130, preferably greater than 140, the light transmission, measured in accordance with ASTM D 1003, is greater than 84%, preferably greater than 86%, and the haze of the sheet, measured in accordance with ASTM D 1003, is less than 15%, preferably less than 11%.

The transparent, amorphous sheet contains, as principal constituent, a crystallizable thermoplastic. Suitable crystallizable or partially crystalline thermoplastics are, for example, polyethylene terephthalate, polybutylene terephthalate, cycloolefin polymers and cycloolefin copolymers, particular preference being given to polyethylene terephthalate.

For the purposes of the invention, the term crystallizable thermoplastic is taken to mean

- crystallizable homopolymers,
- crystallizable copolymers,
- crystallizable compounds,
- crystallizable recycle and
- other variations of crystallizable thermoplastic.

For the purposes of the present invention, the term amorphous sheet is taken to mean a sheet which is non-crystalline, although the crystallizable thermoplastic employed preferably has a crystallinity of from 25 to 65%. Non-crystalline, i.e. essentially amorphous, means that the degree of crystallinity is generally less than 5%, preferably less than 2%, particularly preferably 0%.

In the case of polyethylene terephthalate, measurement of the Charpy impact strength a_n (measured in accordance with ISO 179/1D) of the sheet is preferably not accompanied by a fracture. In addition, the Izod notched impact strength a_k (measured in accordance with ISO 180/1A) is preferably in the range from 2.0 to 8.0 kJ/m², particularly preferably in the range from 4.0 to 6.0 kJ/m².

The clarity of the sheet measured at an angle of less

than 2.5° (ASTM D 1003) is preferably greater than 96%, particularly preferably greater than 97%.

Polyethylene terephthalate polymers having a crystalline melting point T_m , as measured by DSC (differential scanning calorimetry) at a heating rate of 10°C/min, of from 220° to 280°C, preferably from 250°C to 270°C, a crystallization temperature range T_c from 75°C to 280°C, a glass transition temperature T_g of from 65°C to 90°C and a density, measured in accordance with DIN 53479, of from 1.30 to 1.45 and a crystallinity of from 5% to 65%, preferably from 25% to 65%, are preferred polymers as starting materials for production of the sheet.

The standard viscosity SV (DCA) of the polyethylene terephthalate, measured in dichloroacetic acid in accordance with DIN 53728, is from 800 to less than 1800, in particular from 800 to 1400, preferably from 950 to 1250, particularly preferably from 1000 to 1200.

The intrinsic viscosity IV (DCA) is calculated from the standard viscosity SV (DCA) as follows:

$$IV (DCA) = 6.67 \cdot 10^{-4} SV (DCA) + 0.118$$

The bulk density, measured in accordance with DIN 53466, is preferably from 0.75 to 1.0 kg/dm³, particularly preferably from 0.80 to 0.90 kg/dm³.

The polydispersity of the polyethylene terephthalate M_w/M_n , measured by GPC, is preferably from 1.5 to 6.0, particularly preferably from 2.0 to 3.5.

In addition, entirely unexpectedly, good cold formability without fracture, microcracking and/or stress whitening was observed, meaning that the novel sheet can be shaped and bent without the action of heat.

In addition, measurements showed that the novel sheet has

low combustibility and low flammability, so that it is suitable, for example, for internal applications and in exhibitions.

Furthermore, the novel sheet can easily be recycled without environmental pollution and without loss of the mechanical properties, meaning that it is suitable, for example, for use as short-term advertizing hoardings or other advertizing articles.

The novel transparent, amorphous sheet can be produced, for example, by extrusion in an extrusion line.

An extrusion line of this type is shown diagrammatically in Fig. 1. It essentially comprises

- an extruder as plastication unit,
- a sheet die as shaping tool,
- 15 - a polishing stack/calendar as calibration die,
- a cooling bed and/or a roller conveyor for after-cooling,
- a take-off roll,
- a separating saw,
- 20 - an edge trimming device, and, if desired,
- a stacking unit.

The process for the production of the novel sheet is described in detail below using the example of polyethylene terephthalate.

25 The process comprises drying the polyethylene terephthalate if necessary, then melting the dry polymer in the extruder, extruding the melt through a die, calibrating, smoothing and cooling the sheet in the polishing stack and then cutting the sheet to size.

30 The polyethylene terephthalate is preferably dried at from 160 to 180°C for from 4 to 6 hours before extrusion.

The polyethylene terephthalate is then melted in the

extruder. The temperature of the PET melt is preferably in the range from 250 to 320°C, it being possible for the temperature of the melt to be adjusted essentially both through the temperature of the extruder and through the residence time of the melt in the extruder.

The melt then leaves the extruder through a die. This die is preferably a sheet die.

The PET melted by the extruder and shaped by a sheet die is calibrated, i.e. intensively cooled and smoothed, by smoothing calendar rolls. The calendar rolls can be arranged, for example, in an I-, F-, L- or S-shape (see Fig. 2).

The PET material can then be cooled on a roller conveyor, cut to size in width, cut into appropriate lengths and finally stacked.

The thickness of the PET sheet is determined essentially by the take-off unit, which is arranged at the end of the cooling zone, the cooling (smoothing) rolls, which are coupled to the take-off unit with respect to speed, and the conveying rate of the extruder on the one hand and the separation between the rolls on the other hand.

The extruders employed can be either single-screw or twin-screw extruders.

The sheet die preferably comprises a collapsible die body, the lips and the restrictor bar for flow regulation over the width. To this end, the restrictor bar can be bent by means of tension and pressure screws. The thickness is set by adjusting the lips. It is important to ensure a uniform temperature of the PET and of the lip, since otherwise the PET melt flows out through the various flow channels in different thicknesses.

The calibration tool, i.e. the smoothing calendar, gives

the PET melt shape and dimensions. This is achieved by freezing at below the glass transition temperature by cooling and smoothing. Shaping should not be carried out in this state, since otherwise surface defects would form in this cooled state. For this reason, the calendar rolls are preferably driven jointly. The temperature of the calendar rolls must be lower than the crystalline melting point in order to avoid sticking of the PET melt. The PET melt leaves the sheet die at a temperature of from 240 to 300°C. The first smoothing/chill roll is at a temperature of from 50°C to 80°C, depending on the output rate and sheet thickness. The second, somewhat colder roll cools the second or other surface.

To obtain an amorphous sheet having a thickness of from 1 mm to 20 mm, it is essential for the temperature of the first smoothing/chill roll to be from 50°C to 80°C.

While the calibration unit freezes the PET surfaces as smoothly as possible and cools the profile until it is rigid in shape, the aftercooling device lowers the temperature of the PET sheet virtually to room temperature. The aftercooling can be carried out on a roller board. The take-off rate should be matched accurately to the calendar roll speed in order to prevent defects and thickness variations.

As additional equipment, the extrusion line for the production of sheets can also include a separating saw for cutting the sheet to length, a side trimmer, a stacking unit and a monitoring station. The side or edge trimmer is advantageous since the thickness in the edge region may under certain circumstances not be uniform. At the monitoring station, the thickness and optical properties of the sheet are measured.

The surprising multiplicity of excellent properties makes the novel, transparent, amorphous sheet highly suitable for a multiplicity of different uses, for example for

interior room panels, for exhibitions and exhibition articles, as displays, for signs, for protective glazing of machines and vehicles, in the lighting sector, in shop fitting and shelf construction, as advertizing articles, as menu holders and as basketball backboards.

The invention is described in greater detail below with reference to working examples without this representing a limitation.

The individual properties are measured in accordance with the following standards or by the following processes.

Measurement methods

Surface gloss:

The surface gloss is measured at a measurement angle of 20° in accordance with DIN 67530.

15 Light transmission:

The light transmission is taken to mean the ratio between the total amount of transmitted light and the amount of incident light.

The light transmission is measured using a "Hazegard plus" instrument in accordance with ASTM 1003.

Haze and clarity:

Haze is the percentage of transmitted light deflected from the incident ray bundle by an average of more than 2.5°. The clarity is measured at an angle of less than 2.5°.

The haze and clarity are measured using a "Hazegard plus" instrument in accordance with ASTM 1003.

Surface defects:

The surface defects are determined visually.

Charpy impact strength a_n :

This parameter is determined in accordance with ISO 179/1D.

Izod notched impact strength a_k :

- 5 The Izod notched impact strength a_k is measured in accordance with ISO 180/1A.

Density:

The density is determined in accordance with DIN 53479.

SV (DCA) and IV (DCA):

- 10 The standard viscosity SV (DCA) is measured in accordance with DIN 53726 in dichloroacetic acid.

The intrinsic viscosity (IV) is calculated as follows from the standard viscosity (SV):

$$IV (DCA) = 6.67 \times 10^{-4} SV (DCA) + 0.118.$$

- 15 Thermal properties:

The thermal properties, such as crystalline melting point T_m , crystallization temperature range T_c , after- or cold-crystallization temperature T_{CN} and glass transition temperature T_g are measured by differential scanning calorimetry (DSC) at a heating rate of 10°C/min.

20

Molecular weight and polydispersity:

The molecular weights M_w and M_n and the resultant polydispersity M_w/M_n are measured by gel permeation chromatography (GPC).

- 25 The examples and comparative examples below each relate to single-layer transparent sheets of various thicknesses produced on the extrusion line described.

Example 1:

- 30 The polyethylene terephthalate from which the transparent sheet is produced has a standard viscosity SV (DCA) of

1010, which corresponds to an intrinsic viscosity IV (DCA) of 0.79 dl/g. The moisture content is < 0.2% and the density (DIN 53479) is 1.41 g/cm³. The crystallinity is 59%, and the crystalline melting point, according to DSC measurements, is 258°C. The crystallization temperature range T_c is between 83°C and 258°C, and the after-crystallization temperature (also known as cold-crystallization temperature) T_{CN} is 144°C. The polydispersity M_w/M_n of the polyethylene terephthalate is 2.14. The glass transition temperature is 83°C.

Before extrusion, the polyethylene terephthalate with a crystallinity of 59% is dried in a drier for 5 hours at 170°C and then extruded in a single-screw extruder at an extrusion temperature of 286°C through a sheet die onto a smoothing calendar whose rolls are arranged in an S-shape, and smoothed to give a sheet with a thickness of 2 mm. The first calendar roll has a temperature of 73°C and the subsequent rolls each have a temperature of 67°C. The take-off rate and the calendar roll speed are 6.5 m/min.

Following aftercooling, the transparent PET sheet with a thickness of 2 mm is trimmed at the edges using separating saws, cut to length and stacked.

The transparent PET sheet produced has the following property profile:

- thickness	: 2 mm
- surface gloss, 1st side	: 200
(measurement angle 20°) 2nd side	: 198
- light transmission	: 91%
- clarity	: 100%
- haze	: 1.5%
- surface defects per m ²	: none

(fisheyes, orange peel, bubbles,
etc)

- Charpy impact strength a_n : no fracture
- Izod notched impact strength a_k : 4.2 kJ/m²
- 5 - cold formability : good, no defects
- crystallinity : 0%
- density : 1.33 g/cm³

Example 2:

10 A transparent sheet is produced analogously to Example 1 using a polyethylene terephthalate with the following properties:

- SV (DCA) : 1100
- IV (DCA) : 0.85 dl/g
- Density : 1.38 g/cm³
- 15 Crystallinity : 44%
- Crystalline melting point T_m : 245°C
- Crystallization temperature range T_c : 82°C to 245°C
- After- or cold-crystallization temperature T_{CN} : 152°C
- 20 Polydispersity M_w/M_n : 2.02
- Glass transition temperature : 82°C

The extrusion temperature is 280°C. The first calendar roll has a temperature of 66°C and the subsequent rolls have a temperature of 60°C. The take-off rate and the
25 calendar roll speed are 2.9 m/min.

The transparent PET sheet produced has the following property profile:

- thickness : 6 mm
- surface gloss, 1st side : 172

(measurement angle 20°) 2nd side : 170

- light transmission : 88.1%
- clarity : 99.6%
- haze : 2.6%
- 5 - surface defects per m² : none
(fisheyes, orange peel, bubbles,
etc)
- Charpy impact strength a_n : no fracture
- Izod notched impact strength a_k : 4.8 kJ/m²
- 10 - cold formability : good, no defects
- crystallinity : 0%
- density : 1.33 g/cm³

Example 3:

A transparent sheet is produced analogously to Example 2.

- 15 The extrusion temperature is 275°C. The first calendar roll has a temperature of 57°C and the subsequent rolls have a temperature of 50°C. The take-off rate and the calendar roll speed are 1.7 m/min.

- 20 The transparent PET sheet produced has the following property profile:

- thickness : 10 mm
- surface gloss, 1st side : 163
(measurement angle 20°) 2nd side : 161
- light transmission : 86.5%
- 25 - clarity : 99.2%
- haze : 4.95%
- surface defects per m² : none
(fisheyes, orange peel, bubbles,
etc)

- Charpy impact strength a_n : no fracture
- Izod notched impact strength a_k : 5.1 kJ/m²
- cold formability : good, no defects
- crystallinity : 0.1%
- 5 - density : 1.33 g/cm³

Example 4:

A transparent sheet is produced analogously to Example 3 using a polyethylene terephthalate with the following properties:

- 10 SV (DCA) : 1200
- IV (DCA) : 0.91 dl/g
- Density : 1.37 g/cm³
- Crystallinity : 36%
- Crystalline melting point T_m : 242°C
- 15 Crystallization temperature range T_c : 82°C to 242°C
- After- or cold-crystallization temperature T_{CN} : 157°C
- Polydispersity M_w/M_n : 2.2
- Glass transition temperature : 82°C
- 20 The extrusion temperature is 274°C. The first calendar roll has a temperature of 50°C and the subsequent rolls have a temperature of 45°C. The take-off rate and the calendar roll speed are 1.2 m/min.

25 The transparent PET sheet produced has the following property profile:

- thickness : 15 mm
- surface gloss, 1st side : 144
- (measurement angle 20°) 2nd side : 138

- light transmission : 86.4%
 - clarity : 97.4%
 - haze : 10.5%
 - surface defects per m² : none
- 5 (fisheyes, orange peel, bubbles, etc)
- Charpy impact strength a_n : no fracture
 - Izod notched impact strength a_k : 5.1 kJ/m²
 - cold formability : good, no defects
- 10
- crystallinity : 0.1%
 - density : 1.33 g/cm³

Example 5:

A transparent sheet is produced analogously to Example 2. 70% of polyethylene terephthalate from Example 2 are
15 blended with 30% of recyclate made from this polyethylene terephthalate.

The transparent PET sheet produced has the following property profile:

- thickness : 6 mm
- 20
- surface gloss, 1st side : 168
(measurement angle 20°) 2nd side : 166
 - light transmission : 88.0%
 - clarity : 99.4%
 - haze : 3.2%
- 25
- surface defects per m² : none
(fisheyes, orange peel, bubbles, etc)
 - Charpy impact strength a_n : no fracture
 - Izod notched impact strength a_k : 4.7 kJ/m²

- cold formability : good, no defects
- crystallinity : 0%
- density : 1.33 g/cm³

Comparative Example 1

5 A transparent sheet is produced analogously to Example 1. The polyethylene terephthalate employed has a standard viscosity SV (DCA) of 760, which corresponds to an intrinsic viscosity IV (DCA) of 0.62 dl/g. The other properties are identical with the properties of the
10 polyethylene terephthalate from Example 1 within the limits of measurement accuracy. The process parameters and the temperature were chosen as in Example 1. As a consequence of the low viscosity, it was impossible to produce sheets. The melt stability is inadequate, so that
15 the melt collapses on the calendar rolls before cooling.

Comparative Example 2:

A transparent sheet is produced analogously to Example 2, likewise using the polyethylene terephthalate from Example 2. The first calendar roll has a temperature of
20 83°C and the subsequent rolls each have a temperature of 77°C.

The sheet produced is extremely hazy. The light transmission, the clarity and the gloss are significantly reduced. The sheet exhibits surface defects and structures. The optical properties are unacceptable for a
25 transparent application.

The sheet produced has the following property profile:

- thickness : 6 mm
- surface gloss, 1st side : 95
- 30 (measurement angle 20°) 2nd side 93
- light transmission : 74%

- clarity : 90%
- haze : 52%
- surface defects per m² : bubbles, orange peel
(fisheyes, orange peel,
5 bubbles, etc)
- Charpy impact strength a_n : no fracture
- Izod notched impact strength a_k : 5.0 kJ/m²
- cold formability : good
- crystallinity : approx. 8%
- 10 - density : 1.34 g/cm³

Claims

1. A transparent, amorphous sheet having a thickness in the range from 1 to 20 mm which contains, as principal constituent, a crystallizable thermoplastic, where the surface gloss, measured in accordance with DIN 67530 (measurement angle 20°), is greater than 130, the light transmission, measured in accordance with ASTM D 1003, is greater than 84%, and the haze of the sheet, measured in accordance with ASTM D 1003, is less than 15%.
2. A sheet as claimed in claim 1, where the crystallizable thermoplastic used is selected from polyethylene terephthalate, polybutylene terephthalate, a cycloolefin polymer and a cycloolefin copolymer.
3. A sheet as claimed in claim 2, where the crystallizable thermoplastic used is polyethylene terephthalate.
4. A sheet as claimed in claim 3, where the polyethylene terephthalate contains recycled polyethylene terephthalate.
5. A sheet as claimed in claim 3 or 4, where the measurement of the Charpy impact strength a_n , measured in accordance with ISO 179/1D, is not accompanied by a fracture.
6. A sheet as claimed in any one of claims 3 to 5, where the Izod notched impact strength a_k , measured in accordance with ISO 180/1A, is in the range from 2.0 to 8.0 kJ/m².
7. A sheet as claimed in any one of claims 3 to 6, where the clarity, measured in accordance with ASTM D 1003 at an angle of less than 2.5° , is greater than 96%.

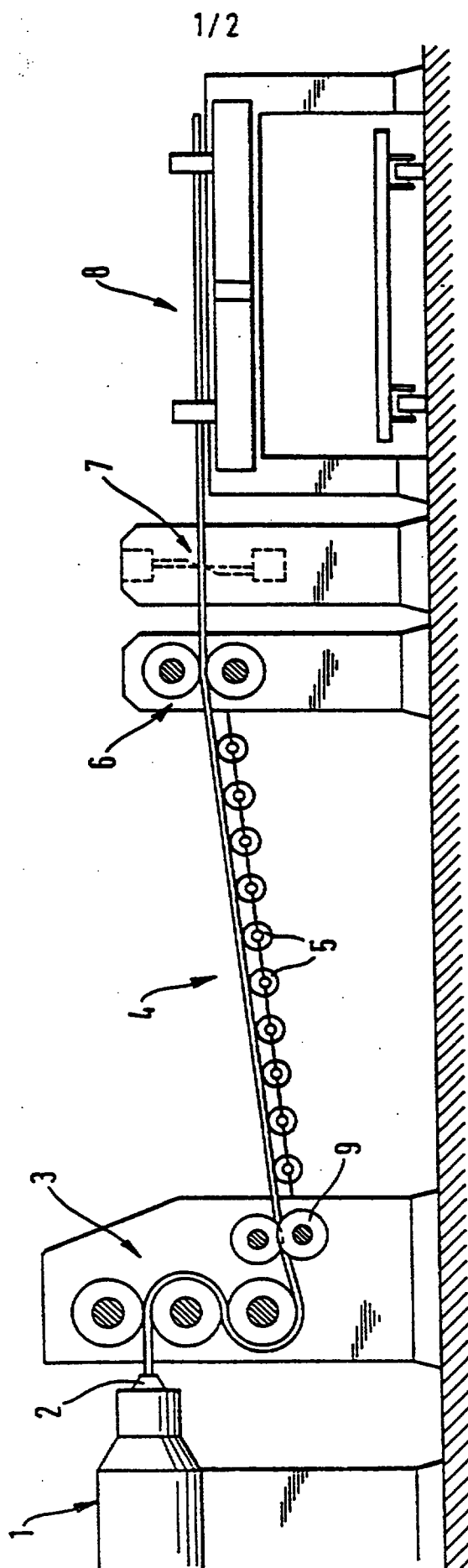


8. A sheet as claimed in any one of claims 3 to 7, where the polyethylene terephthalate has a crystalline melting point, measured by DSC at a heating rate of 10°C/min, in the range from 220° to 280°C.
- 5 9. A sheet as claimed in any one of claims 3 to 8, where the polyethylene terephthalate has a crystallization temperature, measured by DSC at a heating rate of 10°C/min, in the range from 75° to 280°C.
- 10 10. A sheet as claimed in any one of claims 3 to 9, where the polyethylene terephthalate employed has a crystallinity in the range from 5 to 65%.
- 15 11. A sheet as claimed in any one of claims 3 to 10, wherein the polyethylene terephthalate employed has a standard viscosity SV (DCA), measured in dichloroacetic acid in accordance with DIN 53728, in the range from 800 to 1800.
- 20 12. A sheet as claimed in claim 11, where the polyethylene terephthalate employed has a standard viscosity SV (DCA), measured in dichloroacetic acid in accordance with DIN 53728, in the range from 800 to 1400.
13. A sheet as claimed in any one of claims 1 to 12, where the sheet has a degree of crystallinity of less than 5%.
- 25 14. A process for the production of a transparent, amorphous sheet as claimed in any one of claims 1 to 13 which comprises the following steps: melting of the crystallizable thermoplastic in the extruder, extrusion of the melt through a die, calibration, smoothing and cooling of the extrudate with at least
30 two rolls in a polishing stack, and cutting of the sheet to size, where the first roll of the polishing stack has a temperature in the range from 50 to 80°C.



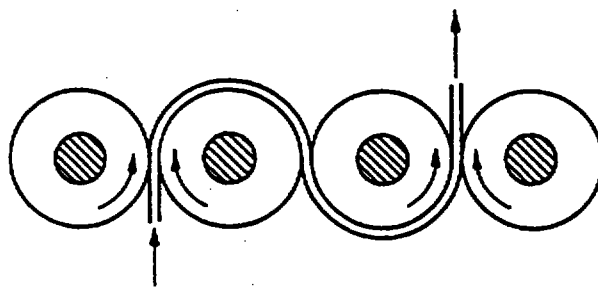
15. The process as claimed in claim 14, where the crystallizable thermoplastic is dried before melting.
- 5 16. The process as claimed in claim 14 or 15, where the crystallizable thermoplastic is polyethylene terephthalate.
17. The process as claimed in claim 16, where the polyethylene terephthalate is dried at from 160 to 180°C for from 4 to 6 hours before extrusion.
- 10 18. The process as claimed in claim 16 or 17, where the temperature of the PET melt is in the range from 250 to 320°C.
- 15 19. The use of a transparent, amorphous sheet as claimed in any one of Claims 1 to 13 for internal applications and in exhibitions.



Fig. 1

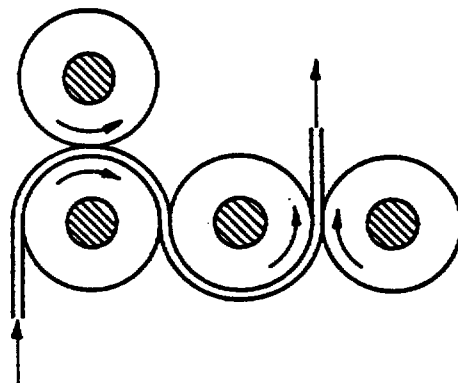
2/2

Fig. 2a



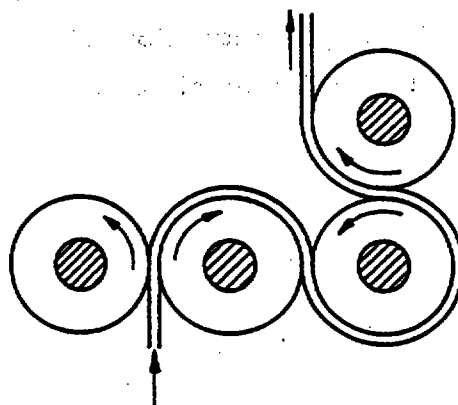
I - CALENDAR

Fig. 2b



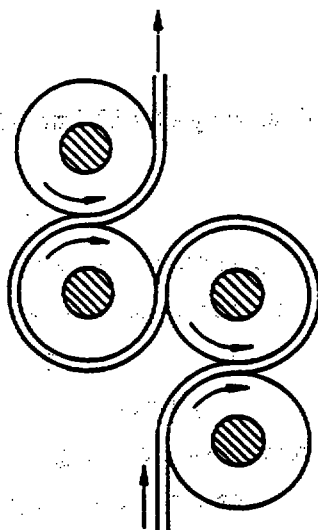
F - CALENDAR

Fig. 2c



L - CALENDAR

Fig. 2d



S - CALENDAR

Fig. 2

Abstract of the disclosure

Amorphous, transparent sheet of a crystallizable thermoplastic

The invention relates to a transparent, amorphous sheet having a thickness in the range from 1 to 20 mm which contains, as principal constituent, a crystallizable thermoplastic, where the surface gloss, measured in accordance with DIN 67530 (measurement angle 20°), is greater than 130, the light transmission, measured in accordance with ASTM D 1003, is greater than 84%, and the haze of the sheet, measured in accordance with ASTM D 1003, is less than 15%, to a process for the production of the sheet, and to the use of the sheet.