



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114573935 A

(43) 申请公布日 2022.06.03

(21) 申请号 202210084809.1	C09J 7/10 (2018.01)
(22) 申请日 2022.01.25	C09J 7/30 (2018.01)
(71) 申请人 青岛至慧新材料科技有限公司	C09J 129/14 (2006.01)
地址 266000 山东省青岛市即墨区大信镇	C09J 11/04 (2006.01)
天山三路23号	C09J 11/06 (2006.01)
(72) 发明人 梁国庆	C09J 11/08 (2006.01)
(51) Int. Cl.	C03C 27/12 (2006.01)
C08L 29/14 (2006.01)	B32B 17/10 (2006.01)
C08L 67/04 (2006.01)	B32B 27/30 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)	B32B 27/40 (2006.01)
C08K 5/053 (2006.01)	B32B 27/18 (2006.01)
C08K 3/32 (2006.01)	B32B 27/20 (2006.01)
C08K 5/134 (2006.01)	B32B 27/22 (2006.01)
C08K 5/526 (2006.01)	
C08K 5/103 (2006.01)	
C08J 5/18 (2006.01)	

权利要求书1页 说明书14页 附图1页

(54) 发明名称

一种温致变色片材及其制备工艺、用途

(57) 摘要

本发明提供一种温致变色片材及其制备工艺、用途,涉及夹胶玻璃技术领域,包括以下按照重量份数配比的组分:树脂粉47-81.45份,变色助剂10-25份,低极性增塑剂8-25份,纳米分散液0.2-1.0份,抗氧剂0.1-1.0份,光稳定剂0.25-1.0份,组分共混挤出得到温致变色片材,可应用于制造夹胶玻璃。本发明的温致变色片材,变色过程中保持通透,可改善温致变色玻璃的可见光透过率,具有良好的视觉效果。

1. 一种温致变色片材,其特征在于,包括以下按照重量份数配比的组分:
树脂粉47-81.45份,变色助剂10-25份,低极性增塑剂8-25份,纳米分散液0.2-1.0份,抗氧化剂0.1-1.0份,光稳定剂0.25-1.0份。
2. 根据权利要求1所述的一种温致变色片材,其特征在于,所述变色助剂包括过渡金属配合物和多元醇,重量份配比范围为1:10-1:24。
3. 根据权利要求2所述的一种温致变色片材,其特征在于,所述过渡金属配合物为无机过渡金属盐。
4. 根据权利要求2所述的一种温致变色片材,其特征在于,所述过渡金属配合物中的过渡金属离子为第I、第II主族元素,IVB、VB、VIB、VIIB、IB、IIB副族元素,VIII族元素中的一种或两种。
5. 根据权利要求1所述的一种温致变色片材,其特征在于,所述光稳定剂为紫外线吸收剂。
6. 根据权利要求1所述的一种温致变色片材,其特征在于,所述纳米分散液中的纳米金属粉末粒径 ≤ 50 纳米,所述纳米分散液的固含量 $\leq 30\%$ 。
7. 根据权利要求1所述的一种温致变色片材,其特征在于,所述树脂粉羟基含量为18.5%-21%。
8. 如权利要求1所述的一种温致变色片材的制备工艺,其特征在于,包括如下步骤:
 - (1) 固体物料按比例计量混合;
 - (2) 纳米分散液超声震荡后与低极性增塑剂按比例在液体储罐中进行混合,搅拌;
 - (3) 步骤(1)所得的固体物料与步骤(2)所得的液体物料分别通过不同通道打入挤出机,混合、塑化均匀,通过流延冷却辊冷却定型,烘干,分切收卷。
9. 如权利要求8所述的制备工艺,其特征在于,步骤(2)中,纳米分散液超声震荡的时间 ≥ 1 h。
10. 如权利要求1所述的一种温致变色片材的应用,其特征在于,该温致变色片材作为玻璃中间片材,使用干法夹胶玻璃生产方法制备夹胶玻璃。

一种温致变色片材及其制备工艺、用途

技术领域

[0001] 本发明提供一种温致变色片材及其制备工艺、用途,涉及温致变色玻璃技术领域。

背景技术

[0002] 变色玻璃可在光照、温度、电等一定条件下改变颜色,随着条件变化而发生相应的变化,外在施压条件消失后可恢复至初始状态。在建筑行业中,变色玻璃得到普遍应用。常使用的变色玻璃有液晶调光玻璃、全固态电致变色玻璃和光致变色玻璃。液晶调光玻璃,需借助控制电路实现通透与雾化两种状态的切换。此种玻璃只具备两种状态:通透和雾化,适用于室内作为隔断,不适合幕墙及室外门窗用。而且控制电路易损,一旦电路损坏,玻璃则会失去状态切换功能,保持在通透或者雾化状态。目前的全固态电致变色玻璃,也需借助控制电路实现颜色转化,颜色变深或变浅过程极其缓慢,转化过程颜色变化不均匀。液晶调光玻璃与全固态电致玻璃均存在控制电路易损的问题,一旦电路损坏,前者会处于通透或雾化状态,无法进行切换,后者则会丧失变色功能。常见的光致变色玻璃主要包括变色眼镜和贴膜变色玻璃两种。变色眼镜,在太阳照射下,颜色变深,无阳光照射,颜色逐渐变浅,变色眼镜通过在玻璃本体中加入变色物质实现颜色变化,但是该变色物质会影响玻璃强度,不适合制作大面积玻璃;贴膜变色玻璃,则是玻璃本身不变色,贴上一层变色膜,贴膜容易起泡,容易老化,变色膜含有有机变色物质,长时间太阳光照射,变色能力衰减。

发明内容

[0003] 本发明提供一种温致变色片材及其制备工艺、用途,解决了现有技术中变色玻璃需要借助控制电路,控制电路易出现损坏,颜色转化不均匀,透光率差,玻璃变色性能易受阳光影响出现衰减的技术问题。

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明是这样实现的:

[0005] 温致变色片材包括以下按照重量份数配比的组分:树脂粉47-81.45份,变色助剂10-25份,低极性增塑剂8-25份,纳米分散液0.2-1.0份,抗氧化剂0.1-1.0份,光稳定剂0.25-1.0份。

[0006] 低极性增塑剂选自三甘醇酯类、磷酸酯类、己二酸酯类、癸二酸酯类、邻苯二甲酸酯类中的一种或几种混合物;优选三甘醇二异辛酸酯,即3G0;当为混合物时,选用己二酸酯类或癸二酸酯类与邻苯二甲酸酯类时,按照重量份混合比例为65:35-10:90,选用磷酸酯类与邻苯二甲酸酯类时,按照重量份混合比例为60:40-90:10。

[0007] 温致变色片材在加工过程中因热和机械剪切的作用,会发生不可逆的氧化降解,需借助抗氧化剂来延缓和抑制氧化降解过程。本发明的抗氧化剂可选用酚类、胺类、含硫化合物、含磷化合物及有机金属盐类、亚磷酸酯类等,优选酚类或亚磷酸酯类。当选用酚类时,可选用 β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸十八碳醇酯(1076)、四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)中的一种。当选用亚磷酸酯类时,可选用三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)、双(2,4-二叔丁基苯基)季戊四醇二亚磷酸酯(626)中的一种,优选168。

本发明的抗氧化剂也可以是组合物,可以选用酚类与亚磷酸脂类混合,可以选用1010或1076与168按照重量份1:1~1:3配比。

[0008] 片材添加有纳米分散液,可将通过中间层片材的太阳辐射能量转化为热能,为体系变色时提供能量,同时阻隔红外波段太阳辐射大部分的能量直接透过玻璃。当片材颜色加深时,可见光透过率降低,进一步阻隔可见光波段部分太阳辐射能量透过玻璃,从而达到遮阳、隔热、节能的目的。

[0009] 进一步地,所述变色助剂包括过渡金属配合物和多元醇,重量份配比范围为1:10-1:24。优选配比范围是1:12-1:20。

[0010] 进一步地,所述过渡金属配合物为无机过渡金属盐。

[0011] 进一步地,所述过渡金属配合物中的过渡金属离子为第I、第II主族元素,IVB、VB、VIB、VIIB、IB、IIB副族元素,VIII族元素中的一种或两种。

[0012] 在本发明中,具体可采用Ti(II)、V(III)、Cr(II)、Mn(II)、Fe(II)、Co(II)、Ni(II)、Cu(II)的硼酸盐、硝酸盐、硫酸盐、卤素盐、碳酸盐、醋酸盐、磷酸盐、高氯酸盐等形式。优选Fe(II)、Co(II)、Ni(II)、Cu(II)、Mn(II)的硼酸盐、醋酸盐、卤素盐。过渡金属配合物用量为0.6-2.0份,;当选用混合过渡金属配合物时,优选两种过渡金属配合物组合,同种过渡金属离子不同盐按照重量份混合比例为1:1。

[0013] 进一步地,所述光稳定剂为紫外线吸收剂。

[0014] 光稳定剂包括紫外线吸收剂、光屏蔽剂、猝灭剂、自由基捕获剂,本发明优选选用紫外线吸收剂作为片材的光稳定剂,可以为防止变色中间层片材在使用后发生光老化,延长使用寿命,同时保护室内侧的家具不褪色,可选用受阻胺类有机化合物、镍的有机配位化合物、二苯甲酮类有机化合物、苯并三唑类有机化合物、三嗪类有机化合物、苯丙恶嗪酮类有机化合物等。优选苯并三唑类,可选UV-P或UV-326。

[0015] 选用二元醇时,具体可为聚己内酯二元醇,丁二醇、乙二醇等;选用三元及以上多元醇时,具体可为甘油、季戊四醇、丁四醇、山梨醇、木糖醇、聚乙烯醇、蔗糖、聚己内酯三元醇等。多元醇优选聚己内酯二元醇、丁二醇、丁四醇、山梨醇、聚己内酯三元醇;多元醇用量8-25份,本段涉及醇类用量是相对于无机过渡金属盐而言。

[0016] 进一步地,所述纳米分散液中的纳米金属粉末粒径 ≤ 50 纳米,所述纳米分散液的固含量 $\leq 30\%$ 。

[0017] 纳米分散液为含有纳米金属粉末的液体浆料,纳米金属粉末可为铟锡氧化物(ITO)、氧化锑锡(ATO)、掺铯钨青铜(Cs_xWO_3)、六硼化镧(LaB_6)、钨钒锡锑氧化物(GTO)、钨钛锡的氯化物(BTO)、钨金铂钒(STO)中的一种或两种,优选ITO、GTO、ATO。

[0018] 进一步地,所述树脂粉羟基含量为18.5%-21%。

[0019] 所述树脂粉选用PVB树脂、TPU树脂、PVC树脂、EVA树脂,优选PVB树脂、TPU树脂。

[0020] 温致变色片材的制备工艺,包括如下步骤:

[0021] (1) 固体物料按比例计量混合;

[0022] (2) 将纳米分散液进行超声震荡后,与低极性增塑剂按比例在液体储罐中进行混合,搅拌;

[0023] (3) 步骤(1)所得的固体物料与步骤(2)所得的液体物料分别通过不同通道打入挤出机,混合、塑化均匀后挤出,通过流延冷却辊冷却定型,烘干,分切收卷。

[0024] 使用前需将纳米分散液装入密封塑料容器中进行超声震荡,目的是打散团聚的粒子。震荡时间不低于1小时,可防止纳米粒子大规模团聚,从而降低片材对红外的阻隔能力且增加雾度。使用时与低极性增塑剂混合在一起,储液罐开启三维循环搅拌,防止纳米分散液与增塑剂分层。本发明的片材厚度范围控制在0.38mm-2.28mm,优选0.76-1.52mm,一般是在定型后,烘干前测量片材厚度。烘干令片材的含水率 $\leq 0.6\%$ 。

[0025] 本发明提供的片材可根据需要进行上下表面压花,当进行压花时,塑化后混合物经流延冷却辊冷却定型后,需要进行上下表面压花和再次冷却定型。

[0026] 进一步地,步骤(2)中,纳米分散液超声震荡的时间 $\geq 1h$ 。

[0027] 温致变色片材的应用,其特征在于,该温致变色片材作为玻璃中间片材,使用干法夹胶玻璃生产方法制备夹胶玻璃。

[0028] 本发明的有益效果:温致变色片材通过变色助剂改性,该变色助剂包含过渡金属配合物和多元醇,具有耐老化,温度敏感性的有益效果。本发明的温致变色片材能够自动感知室外光热而动态均匀变化颜色,没有固定的相变温度,即不存在某个固定的变色温度点,具有变色温度范围宽的优点。其作为中间层与浮法玻璃在高温高压条件下进行合片,得到温致变色玻璃,片材由半透明状态转变成透明状态。该温致变色玻璃可屏蔽99%及以上的紫外线,屏蔽70%及以上的红外线。可见光透过率调节幅度达7%-15.5%。当玻璃将太阳光中的红外线转变为热能时,可促使玻璃升温,温度升高,片材颜色变深,可见光透过率降低。当温度降低时,片材颜色变浅可见光透过率逐渐升高,恢复常温数值。整个颜色变化的过程中,保持通透,不影响玻璃颜色的均匀性和通透性,具有较好的观景视觉效果,能够为室内持续提供柔和的光线,优化室内采光质量。颜色变化不需要人为二次能源输入。因无需借助控制电路,从而避免电路障碍。

附图说明

[0029] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0030] 图1是本申请的温致变色片材制备流程示意图;

[0031] 图2是实施例九所得夹胶玻璃的光谱曲线图。

具体实施方式

[0032] 下面将结合具体实施例与附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。实施例中涉及的配比单位均为重量份。

[0033] 实施例一

[0034] 一种温致变色片材,PVB树脂粉68.2份,变色助剂10份,三甘醇二异辛酸酯20份,含有铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液0.2份,抗氧剂0.6份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Fe(II)的磷酸盐和丁二醇,两者配比重重量份分别是0.77份和9.23份。抗氧剂是四[β -(3,5-二叔丁

基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,在不同温度下,对夹胶玻璃的紫外线透过率、红外线透过率和可见光透过率进行测试,结果见表1。

[0035] 表1实施例一超白夹胶玻璃性能测试结果

	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
[0036]	20°C	0.1%	27.3%	70.8%
	40°C	0.1%	27.6%	68.8%
[0037]	60°C	0.1%	28.1%	65.2%
	80°C	0.1%	28.5%	61.4%

[0038] 实施例二

[0039] 一种温致变色片材,PVB树脂粉60.2份,变色助剂18份,三甘醇二异辛酸酯20份,含有铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液0.2份,抗氧化剂0.6份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Fe(II)的磷酸盐和丁二醇,两者配比重量份分别是1.38份和16.62份。抗氧化剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,在不同温度下,对夹胶玻璃的紫外线透过率、红外线透过率和可见光透过率进行测试,结果见表2。

[0040] 表2实施例二超白夹胶玻璃性能测试结果

	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
[0041]	20°C	0.1%	26.8%	69.4%
	40°C	0.1%	27.1%	67.0%
	60°C	0.1%	27.3%	62.4%
	80°C	0.1%	27.7%	59.1%

[0042] 实施例三

[0043] 一种温致变色片材,PVB树脂粉53.2份,变色助剂25份,三甘醇二异辛酸酯20份,含有铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液0.2份,抗氧化剂0.6份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Fe(II)的磷酸盐和丁二醇,两者配比重量份分别是1.92份和23.08份。抗氧化剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表3。

[0044] 表3实施例三超白夹胶玻璃性能测试结果

[0045]	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
	20℃	0.1%	26.2%	68.3%
	40℃	0.1%	26.5%	66.5%
	60℃	0.1%	26.9%	62.2%
	80℃	0.1%	27.4%	59.5%

[0046] 实施例四

[0047] 一种温致变色片材, PVB树脂粉66.5份, 变色助剂12份, 三甘醇二异辛酸酯20份, 含有铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液0.2份, 抗氧化剂0.6份, UV-P 0.7份, 变色助剂包括Mn(II)的磷酸盐和聚己内酯二元醇, 两者配比重量份分别是0.80份和11.20份。抗氧化剂是四[β-(3, 5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表4。

[0048] 表4实施例四超白夹胶玻璃性能测试结果

[0049]	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
	20℃	0.5%	28.9%	67.4%
	40℃	0.5%	29.0%	65.8%
	60℃	0.5%	29.3%	61.7%
	80℃	0.5%	29.8%	57.6%

[0050] 实施例五

[0051] 一种温致变色片材, PVB树脂粉60.5份, 变色助剂18份, 三甘醇二异辛酸酯20份, 含有铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液0.2份, 抗氧化剂0.6份, UV-P 0.7份, 变色助剂包括Mn(II)的磷酸盐和聚己内酯二元醇, 两者配比重量份分别是1.20份和16.8份。抗氧化剂是四[β-(3, 5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表5。

[0052] 表5实施例五超白夹胶玻璃性能测试结果

[0053]	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
	20℃	0.4%	27.6%	67.4%
	40℃	0.4%	27.9%	65.8%
	60℃	0.4%	28.4%	61.7%
	80℃	0.4%	28.8%	57.6%

[0054] 实施例六

[0055] 一种温致变色片材, PVB树脂粉54.5份, 变色助剂24份, 三甘醇二异辛酸酯20份, 含有铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液0.2份, 抗氧化剂0.6份, UV-P 0.7份, 变色助剂包括Mn(II)的磷酸盐和聚己内酯二元醇, 两者配比重量份分别是1.60份和22.4份。抗氧化剂是四[β-(3, 5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯

(168) 按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表6。

[0056] 表6实施例六超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.4%	26.9%	67.4%
40℃	0.4%	27.0%	65.8%
60℃	0.4%	27.3%	61.7%
80℃	0.4%	27.8%	57.6%

[0058] 实施例七

[0059] 一种温致变色片材,PVB树脂粉68.9份,变色助剂14份,三甘醇二异辛酸酯15份,钨钒锡铈氧化物(GTO)的纳米分散液0.6份,抗氧化剂0.5份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇,两者配比重量份分别是0.67份和13.33份。抗氧化剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表7。

[0060] 表7实施例七超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.1%	25.4%	76.9%
40℃	0.1%	25.7%	74.9%
60℃	0.1%	26.1	69.6%
80℃	0.1%	26.5%	64.4%

[0062] 实施例八

[0063] 一种温致变色片材,PVB树脂粉65.9份,变色助剂17份,三甘醇二异辛酸酯15份,钨钒锡铈氧化物(GTO)的纳米分散液0.6份,抗氧化剂0.5份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇,两者配比重量份分别是0.81份和16.19份。抗氧化剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表8。

[0064] 表8实施例八超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.1%	24.6%	76.3%
40℃	0.1%	24.8%	73.8%
60℃	0.1%	25.2	66.2%
80℃	0.1%	25.5%	62.9%

[0066] 实施例九

[0067] 一种温致变色片材,PVB树脂粉62.9份,变色助剂20份,三甘醇二异辛酸酯15份,钨钒锡氧化物(GTO)的纳米分散液0.6份,抗氧化剂0.5份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇,两者配比重量份分别是0.95份和19.05份。抗氧化剂是四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表9。

[0068] 表9实施例九超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
10°C	0.1%	24%	75.4%
20°C	0.1%	24%	75.2%
40°C	0.1%	24.2%	72.1%
60°C	0.1%	24.6	63.9%
80°C	0.1%	25.3%	59.9%

[0070] 实施例十

[0071] 一种温致变色片材,PVB树脂粉80.25份,变色助剂10份,三甘醇二异辛酸酯8份,氧化锡钨(ATO)的纳米分散液1.0份,抗氧化剂0.5份,UV-3260.25份,变色助剂包括Ni(II)的醋酸盐和山梨醇,两者配比重量份分别是0.71份和9.29份。抗氧化剂是四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:3比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表10。

[0072] 表10实施例十超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20°C	0.9%	10.7%	70.3%
40°C	0.9%	10.8%	67.0%
60°C	0.9%	11.3%	63.1%
80°C	0.9%	11.9%	60.7%

[0075] 实施例十一

[0076] 一种温致变色片材,PVB树脂粉72.25份,变色助剂18份,三甘醇二异辛酸酯8份,氧化锡钨(ATO)的纳米分散液1.0份,抗氧化剂0.5份,UV-3260.25份,变色助剂包括Ni(II)的醋酸盐和山梨醇,两者配比重量份分别是1.13份和16.87份。抗氧化剂是四[β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1010)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:3比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,

实验结果见表11。

[0077] 表11实施例十一超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.8%	10.1%	69.9%
40℃	0.8%	10.3%	67.1%
60℃	0.8%	10.8%	63.7%
80℃	0.8%	11.0%	59.6%

[0079] 实施例十二

[0080] 一种温致变色片材,PVB树脂粉65.25份,变色助剂25份,三甘醇二异辛酸酯8份,氧化铈锡(ATO)的纳米分散液1.0份,抗氧化剂0.5份,UV-3260.25份,变色助剂包括Ni(II)的醋酸盐和山梨醇,两者配比重量份分别是1.39份和23.61份。抗氧化剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:3比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表12。

[0081] 表12实施例十二超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.7%	8.8%	69.3%
40℃	0.7%	9.0%	67.0%
60℃	0.7%	9.6%	63.1%
80℃	0.7%	10.0%	60.2%

[0083] 实施例十三

[0084] 一种温致变色片材,PVB树脂粉58.75份,变色助剂14份,三甘醇二异辛酸酯25份,钨钒锡氧化物(GTO)的纳米分散液1.0份,抗氧化剂1.0份,UV-3260.25份,变色助剂包括Cu(II)的醋酸盐和丁四醇,两者配比重量份分别是0.88份和13.12份。抗氧化剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表13。

[0085] 表13实施例十三超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.8%	8.8%	69.3%
40℃	0.8%	9.0%	67.0%
60℃	0.8%	9.6%	63.1%
80℃	0.8%	10.0%	60.2%

[0087] 实施例十四

[0088] 一种温致变色片材,PVB树脂粉56.4份,变色助剂17份,三甘醇二异辛酸酯25份,钨钒锡氧化物(GTO)的纳米分散液0.6份,抗氧化剂0.5份,UV-3260.5份,变色助剂包括Cu(II)

的醋酸盐和丁四醇,两者配比重量份分别是0.94份和16.06份。抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表14。

[0089] 表14实施例十四超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.6%	23.7%	70.1%
40℃	0.6%	23.7%	68.0%
60℃	0.6%	24.0%	64.7%
80℃	0.6%	24.3%	59.3%

[0091] 实施例十五

[0092] 一种温致变色片材,PVB树脂粉53.7份,变色助剂20份,三甘醇二异辛酸酯25份,钨钒锡氧化物(GTO)的纳米分散液0.2份,抗氧剂0.1份,UV-3261.0份,变色助剂包括Cu(II)的醋酸盐和丁四醇,两者配比重量份分别是1份和19份。抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:3比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表15。

[0093] 表15实施例十五超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.0%	28.6%	69.4%
40℃	0.0%	28.7%	67.6%
60℃	0.0%	29.0%	65.0%
80℃	0.0%	29.9%	61.3%

[0095] 实施例十六

[0096] 一种温致变色片材,PVB树脂粉47份,变色助剂25份,三甘醇二异辛酸酯25份,铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液1.0份,抗氧剂1.0份,UV-3261.0份,变色助剂包括Fe(II)的醋酸盐和丁四醇,两者配比重量份分别是2份和23份。抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表16。

[0097] 表16实施例十六超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.0%	7.4%	65.3%
40℃	0.0%	7.5%	63.1%
60℃	0.0%	7.9%	60.4%

80℃	0.0%	8.5%	57.6%
-----	------	------	-------

[0099] 实施例十七

[0100] 一种温致变色片材, PVB树脂粉47份, 变色助剂25份, 三甘醇二异辛酸酯25份, 氧化铈锡(ATO)的纳米分散液1.0份, 抗氧化剂1.0份, UV-3261.0份, 变色助剂包括Mn(II)的醋酸盐和丁四醇, 两者配比重量份分别是2份和23份。抗氧化剂是四[β - (3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表17。

[0101] 表17实施例十七超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.0%	6.9%	63.9%
40℃	0.0%	7.2%	62.1%
60℃	0.0%	7.4%	60.3%
80℃	0.0%	7.8%	56.8%

[0103] 实施例十八

[0104] 一种温致变色片材, PVB树脂粉47份, 变色助剂25份, 三甘醇二异辛酸酯25份, 钨钒锡氧化物(GTO)的纳米分散液1.0份, 抗氧化剂1.0份, UV-3261.0份, 变色助剂包括Co(II)的醋酸盐和丁四醇, 两者配比重量份分别是2份和23份。抗氧化剂是四[β - (3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表18。

[0105] 表18实施例十八超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.0%	7.4%	65.1%
40℃	0.0%	7.5%	63.6%
60℃	0.0%	7.9%	60.9%
80℃	0.0%	8.5%	57.5%

[0107] 实施例十九

[0108] 一种温致变色片材, PVB树脂粉47份, 变色助剂25份, 三甘醇二异辛酸酯25份, 铟锡氧化物(ITO)的纳米分散液1.0份, 抗氧化剂1.0份, UV-3261.0份, 变色助剂包括Ni(II)的醋酸盐和丁四醇, 两者配比重量份分别是2份和23份。抗氧化剂是四[β - (3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表19。

[0109] 表19实施例十九超白夹胶玻璃性能测试结果

[0110]	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
	20°C	0.0%	8.5%	64.7%
[0111]	40°C	0.0%	8.7%	62.4%
	60°C	0.0%	8.9%	59.9%
	80°C	0.0%	9.6%	57.7%

[0112] 实施例二十

[0113] 一种温致变色片材, PVB树脂粉47份, 变色助剂25份, 三甘醇二异辛酸酯25份, 氧化铋锡(ATO)的纳米分散液1.0份, 抗氧剂1.0份, UV-3261.0份, 变色助剂包括Cu(II)的醋酸盐和丁四醇, 两者配比重量份分别是2份和23份。抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:1比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表20。

[0114] 表20实施例二十超白夹胶玻璃性能测试结果

[0115]	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
	20°C	0.0%	8%	65.3%
	40°C	0.0%	8.2%	63.9%
	60°C	0.0%	8.5%	60.2%
	80°C	0.0%	8.9%	58.0%

[0116] 实施例二十一

[0117] 一种温致变色片材, PVB树脂粉59.9份, 变色助剂20份, 混合增塑剂18份, 钨钒锡氧化物(GTO)的纳米分散液0.6份, 抗氧剂0.5份, UV-P 1.0份, 变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇, 两者配比重量份分别是0.95份和19.05份。混合增塑剂为己二酸二辛酯和邻苯二甲酸二辛酯, 两者配比重量份分别是9.75份和5.25份, 抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2,4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材, 而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃, 对制得的玻璃在多个温度下, 进行光透过率实验, 实验结果见表21。

[0118] 表21实施例二十一超白夹胶玻璃性能测试结果

[0119]	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
	20°C	0.1%	24.1%	75.0%
	40°C	0.1%	24.1%	72.6%
	60°C	0.1%	24.3	64.3%
	80°C	0.1%	24.7%	60.4%

[0120] 实施例二十二

[0121] 一种温致变色片材,PVB树脂粉55.9份,变色助剂20份,混合增塑剂22份,钨钒锡铈氧化物(GT0)的纳米分散液0.6份,抗氧剂0.5份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇,两者配比重量份分别是0.95份和19.05份。混合增塑剂为癸二酸二辛酯和邻苯二甲酸二辛酯,两者配比重量份分别是7.5份和7.5份,抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表22。

[0122] 表22实施例二十二超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.1%	23.8%	76%
40℃	0.1%	23.9%	73.3%
60℃	0.1%	24.1	67.7%
80℃	0.1%	24.4%	62.5%

[0124] 实施例二十三

[0125] 一种温致变色片材,PVB树脂粉67.9份,变色助剂20份,混合增塑剂10份,钨钒锡铈氧化物(GT0)的纳米分散液0.6份,抗氧剂0.5份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇,两者配比重量份分别是0.95份和19.05份。混合增塑剂为磷酸二苯基异辛酯和邻苯二甲酸二辛酯,两者配比重量份分别是9份和6份,抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表23。

[0126] 表23实施例二十三超白夹胶玻璃性能测试结果

温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
20℃	0.1%	25.5%	74.1%
40℃	0.1%	25.8%	72.2%
60℃	0.1%	26.1%	66.5%
80℃	0.1%	26.6%	62.3%

[0128] 实施例二十四

[0129] 一种温致变色片材,PVB树脂粉57.9份,变色助剂20份,混合增塑剂20份,钨钒锡铈氧化物(GT0)的纳米分散液0.6份,抗氧剂0.5份,UV-P 1.0份,变色助剂包括Co(II)的溴化盐和聚己内酯三元醇,两者配比重量份分别是0.95份和19.05份。混合增塑剂为磷酸二苯基异辛酯和邻苯二甲酸二辛酯,两者配比重量份分别是13.5份和1.5份,抗氧剂是四[β-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(1076)和三[2.4-二叔丁基苯基]亚磷酸酯(168)按照1:2比例混合所得。所有组分共混挤出制备得到片材,而后通过夹胶玻璃生产法制成5mm超白+0.76mm温致变色片材+5mm超白夹胶玻璃,对制得的玻璃在多个温度下,进行光透过率实验,实验结果见表24。

[0130] 表24实施例二十四超白夹胶玻璃性能测试结果

	温度	紫外线透过率	红外线透过率	可见光透过率
[0131]	20°C	0.1%	24.4%	75.0%
	40°C	0.1%	24.5%	73.1%
	60°C	0.1%	24.9%	69.7%
[0132]	80°C	0.1%	25.5%	64.3%

[0133] 由表1-表24可见,本发明提供的温致变色片材制得的夹胶玻璃可屏蔽99%及以上的紫外线,屏蔽70%及以上的红外线。可见光透过率调节幅度达7%-15.5%。

[0134] 上述所有实施例的纳米分散液中的纳米金属粉末的粒径 ≤ 50 纳米,所述纳米分散液的固含量 $\leq 30\%$ 。

[0135] 前述所有实施例温致变色片材为共混挤出,参阅附图1,具体制备方法包括如下步骤:

[0136] (1) 固体物料,即树脂粉、变色助剂、抗氧剂和紫外线吸收剂,按比例计量,经V型混合机混合;

[0137] (2) 将纳米分散液进行超声震荡,震荡时间不低于1h,之后与低极性增塑剂按比例在液体储罐中进行混合,全程三维搅拌;

[0138] (3) 步骤(1)所得的固体物料与步骤(2)所得的液体物料分别通过不同通道打入挤出机混合、塑化均匀后挤出,通过流延冷却辊初次冷却定型、上下表面压花和再次冷却定型,而后进行厚度测量,对厚度进行控制,可以控制在0.38mm-2.28mm,优选0.76-1.52mm,烘干,令片材的含水率 $\leq 0.6\%$,烘干后分切收卷,得到卷材片。挤出机选用卷双螺杆挤出机,该卷双螺杆挤出机长径比为40:1,挤出温度:60-165°C,模头温度:150-165°C。如果不需要压花,可取消压花以及再次冷却定型的步骤。

[0139] 使用前需要将纳米分散液装入密封塑料容器中,进行超声震荡,目的是为了将团聚的粒子打散,时间不低于1小时,使用时与低极性增塑剂混合在一起,储液罐开启三维循环搅拌,防止纳米分散液与增塑剂分层。

[0140] 以上实施例制备得到的温致变色片材,与普通浮法玻璃,通过干法夹胶玻璃生产法制备得到具有玻璃+片材+玻璃“三明治”结构的夹胶玻璃。实施例用到的干法夹胶玻璃生产法一般包括如下步骤:(1)清洗玻璃;(2)将两层玻璃与玻璃中间片材在合片室合片,组成玻璃+片材+玻璃的“三明治”结构;(3)步骤(2)得到的三层结构玻璃经平压机加热、辊压排气,初步预合成一体;(4)预压好的玻璃置于铁架上,相邻玻璃用垫块间隔,推进高压釜,进行高温高压,然后降温排气,高压釜运行结束后,取出玻璃。干法夹胶玻璃生产法为较成熟技术,本申请的温致变色片材应用夹胶玻璃时,可采用常规的玻璃制备方法。

[0141] 参阅附图2,夹胶玻璃具有良好的紫外线、红外线屏蔽能力。可有效阻隔380nm以下紫外线波段;随着温度升高,颜色逐渐加深,在600nm-750nm波段吸收越来越强,玻璃颜色发生变化,可见光透过率降低,达到变色的效果;在1000nm以上近红外波段,保持25%以下的直接透过,达到遮阳隔热的效果。对实施例九所得的温致变色片材以及夹胶玻璃进行耐老化性能测试。具体如下:

[0142] 取300mm×300mm×10.76mm温致变色片材作为样品,试验条件:环境温度22℃,环境相对湿度48%RH,仪器设备:C-01 CMT5105微机控制电子万能试验机,S-45Lambda950紫外可见分光光度计,J-35-2 FZ-U ISO标准建筑夹层玻璃耐辐照试验机,标准要求:JC/T2166-2013,2000h光谱辐照后,断裂伸长率变化率、拉伸强度变化量分别为14.3%、13.0%,黄色指数变化量为1.1。取三块300mm×76mm×10.76mm夹胶玻璃作为样品,仪器设备:Q-13-1 ZZ-1耐辐照试验机,Q-01SGT-A玻璃透射比智能测定仪,试验条件:温度45℃±5℃,辐照时间100h,试验标准:GB 15763.3-2009,三块样品透射比变化率低于3%,均没有产生显著变色、气泡及浑浊现象。可见本发明提供的温致变色片材以及由温致变色片材制备的夹胶玻璃均具有耐老化、使用周期长的有益效果。

[0143] 本发明的有益效果:温致变色片材通过变色助剂改性,该变色助剂包含过渡金属配合物和多元醇,具有耐老化,温度敏感性的有益效果。本发明的温致变色片材能够自动感知室外光热而动态均匀变化颜色,没有固定的相变温度,即不存在某个固定的变色温度点,具有变色温度范围宽的优点。其作为中间层与浮法玻璃在高温高压条件下进行合片,得到温致变色玻璃,片材由半透明状态转变成透明状态。该温致变色玻璃可屏蔽99%及以上的紫外线,屏蔽70%及以上的红外线。可见光透过率调节幅度达7%-15.5%。当玻璃将太阳光中的红外线转变为热能时,可促使玻璃升温,温度升高,片材颜色变深,可见光透过率降低。当温度降低时,片材颜色变浅可见光透过率逐渐升高,恢复常温数值。整个颜色变化的过程中,保持通透,不影响玻璃颜色的均匀性和通透性,具有较好的观景视觉效果,能够为室内持续提供柔和的光线,优化室内采光质量。颜色变化不需要人为二次能源输入。因无需借助控制电路,从而避免电路障碍。

[0144] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

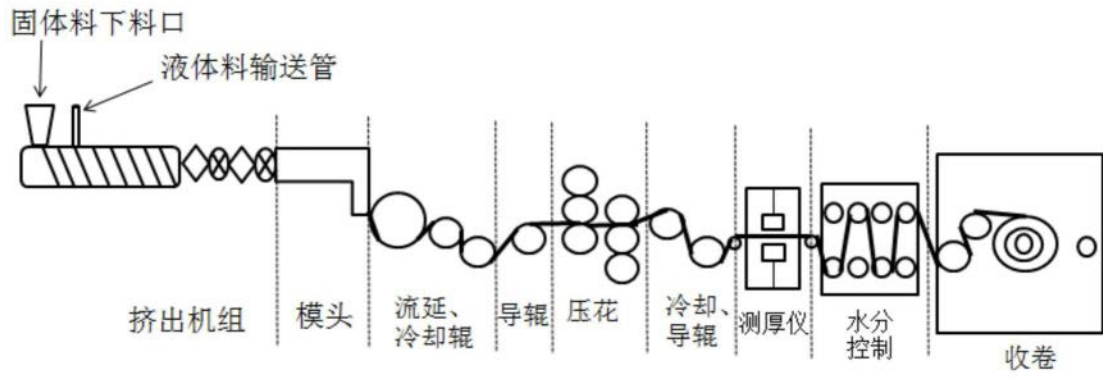


图1

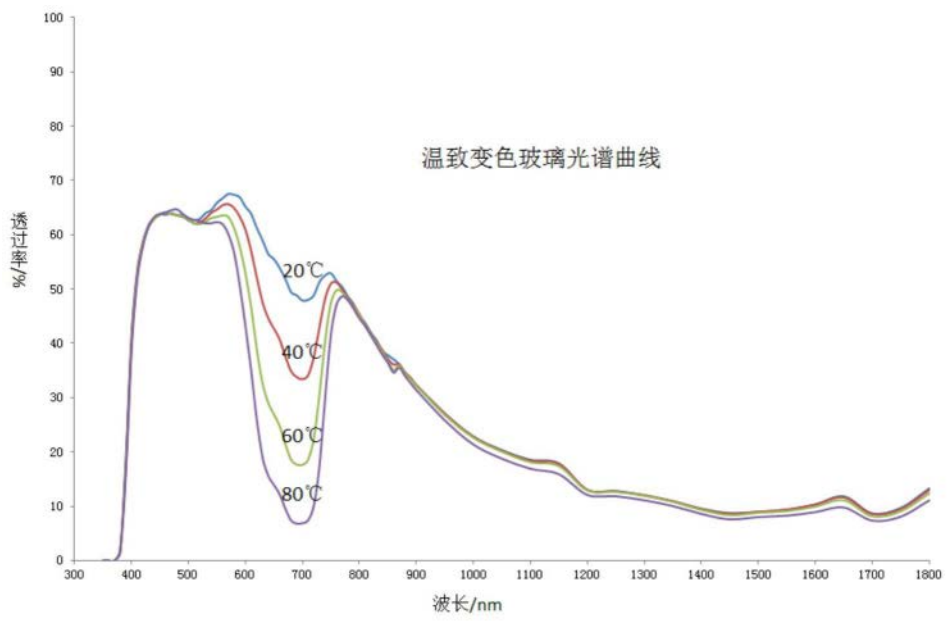


图2