



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101356056 B

(45) 授权公告日 2012. 12. 26

(21) 申请号 200680049940. 3

C08K 5/00 (2006. 01)

(22) 申请日 2006. 12. 29

C09B 67/00 (2006. 01)

(30) 优先权数据

C09D 5/00 (2006. 01)

60/755, 378 2005. 12. 30 US

C09D 17/00 (2006. 01)

60/755, 402 2005. 12. 30 US

B41M 5/382 (2006. 01)

60/755, 636 2005. 12. 30 US

(56) 对比文件

(85) PCT申请进入国家阶段日

CN 1324387 A, 2001. 11. 28, 摘要.

2008. 06. 30

US 6051060 A, 2000. 04. 18, 说明书第 1 栏第 1 段至第 2 栏第 6 段和表.

(86) PCT申请的申请数据

JP 特开 2001-11256 A, 2001. 01. 16, 说明书

PCT/US2006/049631 2006. 12. 29

第 0026, 0027 和 0030 段.

(87) PCT申请的公布数据

US 6540624 B1, 2003. 04. 01, 实施例 1.

W02007/079249 EN 2007. 07. 12

审查员 吴莹莹

(73) 专利权人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

(72) 发明人 R·A·海斯 R·A·富吉尔

W·马勒 T·R·菲利普斯

L·A·西尔弗曼

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 吕彩霞 韦欣华

(51) Int. Cl.

B32B 17/10 (2006. 01)

C03C 27/12 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 35 页

(54) 发明名称

阳光控制层压材料

(57) 摘要

提供了一种阳光控制组合物,其包含红外吸收酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物。进一步提供了包含本发明的阳光控制组合物的阳光控制层压材料。

1. 一种阳光控制层压材料,其包含阳光控制层,所述阳光控制层包含乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物和一定浓度的红外吸收萘酞菁或萘嵌苯化合物,其中所述阳光控制层压材料具有这样的层厚度,阳光透射水平和可见光透射水平,使得当使用模拟法 A 模拟层压材料时,可见光的透射率模拟水平, $T_{vis-sim}$, 和阳光的透射率模拟水平, $T_{sol-sim}$, 是这样的,使得对于萘酞菁化合物来说,为 $0.65 < T_{vis-sim} < 0.75$ 和 $T_{sol-sim} < (0.472(T_{vis-sim}) - 0.150)$, 和对于萘嵌苯化合物来说,为 $0.65 < T_{vis-sim} < 0.75$ 和 $T_{sol-sim} < (1.719(T_{vis-sim}) - 0.801)$ 。

2. 权利要求 1 的阳光控制层压材料,其中所述萘酞菁化合物是烷氧基 - 取代的萘酞菁化合物或者丁氧基 - 取代的萘酞菁化合物。

3. 权利要求 1 的阳光控制层压材料,其中所述萘嵌苯化合物是四萘嵌苯化合物或取代的四萘嵌苯化合物。

4. 权利要求 1 的阳光控制层压材料,其具有选自聚合物薄板 / 阳光控制层、刚性薄板 / 阳光控制层、刚性薄板 / 聚合物薄板 / 阳光控制层、第一刚性薄板 / 聚合物薄板 / 阳光控制层 / 附加聚合物薄板 / 第二刚性薄板、刚性薄板 / 聚合物薄板 / 第一阳光控制层 / 附加聚合物薄板 / 附加薄膜、刚性薄板 / 附加聚合物薄板 / 附加薄膜 / 聚合物薄板 / 阳光控制层、和第一刚性薄板 / 聚合物薄板 / 阳光控制层 / 附加聚合物薄板 / 第二刚性薄板 / 第二附加聚合物薄板 / 附加薄膜 / 第三附加聚合物薄板 / 第三刚性薄板的结构,其中“/”表示相邻层,其中阳光控制层可以是薄膜或薄板,其中任何薄膜或者薄板的“第二”层可以与该薄膜或者薄板的第一层相同或不同,并且其中“第三”层可以与该薄膜或者薄板的第一和第二层相同或不同。

5. 一种降低红外辐射透射到具有外窗的结构内部的方法,所述方法包括以下步骤:

- a. 构造根据权利要求 4 的阳光控制层压材料;和
- b. 将阳光控制层压材料插入所述结构的外窗中。

6. 权利要求 5 的方法,其中所述结构是建筑物或交通工具并且其中所述萘酞菁化合物是烷氧基 - 取代的萘酞菁化合物或者丁氧基 - 取代的萘酞菁化合物。

7. 权利要求 5 的方法,其中所述萘嵌苯化合物是四萘嵌苯化合物或取代的四萘嵌苯化合物。

阳光控制层压材料

背景技术

技术领域

[0001] 本发明涉及降低辐射透射设备的领域,尤其涉及降低红外光透射的设备。

[0002] 相关技术的描述

[0003] 玻璃层压产品或“安全玻璃”已经贡献于社会几乎百年。安全玻璃特征为高的抗冲击和穿透性以及当粉碎时玻璃碎片和碎屑的最小的散射。层压材料一般地由以下组成:置于两个玻璃薄板或板之间的聚合物薄膜或薄板夹层的夹层结构。玻璃薄板中之一或两者可以用光学透明的刚性或非刚性聚合物薄板,例如聚碳酸酯材料或聚酯薄膜的薄板来替代。安全玻璃进一步演变而包括与多于一层夹层结合在一起的多于两层的玻璃和/或聚合物薄板。

[0004] 除了众所周知的通常用于汽车风挡的安全玻璃外,玻璃层压材料还作为窗户引入火车、飞机、轮船、和几乎任何其它的运输形式。由于设计者将更多的玻璃表面引入建筑中,安全玻璃在建筑方面的应用也在近年来得到迅速发展。

[0005] 社会上不断的要求层压玻璃产品除具有光学和装饰性能以及上述的安全特性外的更多的功能。一个令人期望的目标是通过研发阳光控制玻璃窗减少例如汽车或建筑物的结构内的能量消耗。由于人眼感觉不到近红外光谱,常用的手段是研发玻璃层压材料,其阻挡近红外光谱中的一部分太阳能进入结构内。例如,在装有阻挡一部分近红外光谱的阳光控制窗户的结构内,可以降低空调耗费的能量而不会造成透射的可见光谱的减少或扭曲。

[0006] 通过改变玻璃或聚合物夹层,通过添加进一步的阳光控制层,或者这些方法的组合,可以获得玻璃层压材料中的阳光控制。一种类型的阳光控制层压玻璃包含金属化的底材薄膜,例如聚酯薄膜,在其上已经沉积导电的铝或银金属层。金属化的薄膜通常反射合适波长的光,从而提供了足够的阳光控制性能。金属化薄膜一般通过真空沉积或者溅射工艺来制造的,其需要高真空设备和精密的气氛控制系统。除红外光外,金属化薄膜还反射特定的无线电波长,由此损害广播,电视,全球定位系统(GPS),自动计费系统(automated toll collection),无匙门禁,通讯系统,自动车库开启机构,自动出纳机,无线电频率识别系统(RFID),和类似的通常用于可被阳光控制层压玻璃保护的汽车或其它结构的系统。这种损害是连续和因而导电的金属层的直接后果。

[0007] 最近的发展趋势是使用吸收而不是反射红外光的含金属的纳米颗粒。为保持底材的透明度和透明性,这些材料在理想程度上具有低于约 200 纳米(nm)的标称颗粒尺寸。由于这些材料没有形成导电薄膜,因此不会妨碍被这种类型的阳光控制玻璃窗保护的结构内的辐射透射和接收设备的运行。然而,将纳米颗粒添加到聚合物夹层必然使生产这些层压材料的方法复杂化。

[0008] 红外吸收酞菁和酞菁型材料众所周知用于光学信息记录介质,有时和粘合剂树脂(其可以包含聚乙烯醇缩丁醛)一起。这一领域的专利的新近的实例包括美国专利 6,057,075 ;6,197,472 ;6,576,396 ;6,197,464 ;6,207,334 ;6,238,833 ;6,376,143 ;

6, 465, 142 ;和 6, 489, 072。

[0009] 烷氧基-取代的酞菁化合物还被用作光学信息记录介质中的红外吸收材料,有时和粘合剂树脂一起。参见例如,美国专利 4,769,307 ;5,296,162 ;5,409,634 ;5,358,833 ;5,446,142 ;5,646,273 ;5,750,229 ;5,594,128 ;5,663,326 ;和 6,726,755 ;和欧洲专利 0373643。

[0010] 还已知的是各种阳光控制设备,其包含有机红外吸收材料如酞菁化合物。例如,Avecia Corp.,Wilmington,DE 销售数种酞菁化合物作为红外吸收剂,用于结合到玻璃窗材料如玻璃、塑料和薄膜涂层中。对于含酞菁的玻璃层压材料夹层组合物的实例来说,参见美国专利 5,830,568 ;6,315,848 ;6,329,061 ;和 6,579,608 ;美国专利申请 2004/0241458 (公开号);和国际专利申请 2002/070254 (公开号)。

[0011] 红外吸收萘酞菁(naphthalocyanine)材料通常也被公开用于光学信息记录介质,其可以包括粘合剂树脂。例如,参见美国专利 4,492,750 ;4,529,688 ;4,769,307 ;4,886,721 ;5,021,563 ;4,927,735 ;4,960,538 ;5,282,894 ;5,446,142 ;5,484,685 ;6,197,851 ;6,210,848 ;6,641,965 ;5,039,600 和 5,229,859。分散在粘合剂树脂(其可包含聚乙烯醇缩丁醛)中的某些萘酞菁材料也是本领域已知的。例如,美国专利 4,766,054 描述了一种包含某些萘酞菁染料的光记录介质。

[0012] 萘嵌苯(rylene)颜料和染料,如四萘嵌苯(quaterrylene)颜料和染料,也是本领域已知的。参见例如,美国专利 5,405,962 ;5,986,099 ;6,124,458 ;6,486,319 ;6,890,377 ;和 6,878,825 ;和美国专利申请公开号 2004/0049030 和 2004/0068114。另外,四萘嵌苯染料已经被引入到增塑的聚(乙烯醇缩丁醛)玻璃层压材料中。参见例如,美国专利 6,737,159。

[0013] 然而,酞菁型、萘酞菁型和萘嵌苯型红外吸收剂常常是相对效率低的阳光控制剂,因为它们被高度地着色。换言之,许多酞菁和萘酞菁具有显著水平的可见光波长的吸收。

[0014] 因此,仍然希望提供新的阳光控制层压材料,其降低了红外能量的透射并且提供了可见光和射频频的更有效的透射。

发明内容

[0015] 本发明提供了一种阳光控制组合物,其包含红外吸收酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和乙烯酸共聚物(ethylene acid copolymer)或乙烯酸共聚物的离聚物。

[0016] 本发明进一步提供了一种阳光控制层压材料,其包含红外吸收酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物。

[0017] 本发明进一步提供一种阳光控制层压材料,其包含阳光控制层,所述阳光控制层包含乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物和一定浓度的红外吸收酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物,其中所述阳光控制层压材料具有这样的层厚度,阳光透射水平和可见光透射水平,使得当使用模拟法 A 模拟层压材料时,可见光的透射率模拟水平, $T_{vis-sim}$, 和阳光的透射率模拟水平, $T_{sol-sim}$, 是这样的,使得对于酞菁化合物来说,为 $0.45 < T_{vis-sim} < 0.80$ 和 $T_{sol-sim} < (0.450(T_{vis-sim}) + 0.22)$, 对于萘酞菁化合物来说,为 $0.65 < T_{vis-sim} < 0.75$ 和 $T_{sol-sim} < (0.472(T_{vis-sim}) - 0.150)$, 以及对于萘嵌苯化合物来说,为 $0.65 < T_{vis-sim} < 0.75$ 和 $T_{sol-sim} < (1.719(T_{vis-sim}) - 0.801)$ 。

[0018] 进一步地,提供了一种降低红外辐射透射至具有外窗结构的内部的方法。该方法

包括构造本发明的阳光控制层压材料和将这种阳光控制层压材料插入所述结构的外窗。

具体实施方式

[0019] 此处的定义适用于整个本说明书中使用的术语,除非受特殊情况下的其它限制。

[0020] 本文中使用的术语“阳光控制”,是指减少由太阳发出的任何波长的辐射的强度。优选地,在本发明中,减少了红外或近红外波长的强度,并且,可见光波长的强度基本上没有改变。在这些条件下,热量传递被减少,而视觉透明度被保持并且彩色物体的外观基本上没有扭曲。

[0021] 本文中使用的术语“(甲基)丙烯酸”,是指丙烯酸或甲基丙烯酸,或丙烯酸和甲基丙烯酸的混合物。本文中使用的术语“(甲基)丙烯酸盐/酯”,是指丙烯酸、甲基丙烯酸或丙烯酸和甲基丙烯酸的混合物的盐或酯。

[0022] 本文中使用的术语“有限量”和“有限值”,是指大于零的量或值。

[0023] 如本文中使用的,术语“约”,按照需要,是指数量,尺寸,配方,参数,及其它数量和特征不是或不必是确切的,而可以是近似的和/或更大或更小的,反映对于本领域技术人员显而易见的公差,换算系数,四舍五入,测量误差和类似物以及其它因素。总的来说,数量,尺寸,配方,参数或其它数量或特征是“大约的”或“近似的”,无论其是否显式地这样表述。

[0024] 当在本文中单独使用时,术语“或”是包含性的;更具体地说,短语“A或B”是指“A、B或A和B两者”。排它性的“或”在本文中由术语例如“或A或B”和“A或B之一”来表述。

[0025] 当材料、方法或机械与术语“本领域技术人员已知的”或者同义词或短语一起在本文中进行描述时,所述术语表达了本说明书包含了在提交本申请时是常规的材料、方法和机械。此外还包含的是目前不是常规的材料、方法和机械,但是它们将在本领域中被认为适合用于相似的目的。

[0026] 所有在本文中提出的百分比,份数,比值和类似表述都是基于重量,除非在特定情况下进行其它限制。

[0027] 最后,在本文中提出的范围包括其端点,除非另有指定。更进一步地,当数量,浓度,或其它数值或参数被以某个范围,以一个或多个优选范围,或者以上限优选值和下限优选值列表的形式给出时,应当被理解为已明确公开了由任一对任意的范围上限值或优选值和任意的范围下限值或优选值形成的全部范围,无论这样的一对数值是否已被分别公开。

[0028] 在一个方面中,本发明提供了一种阳光控制组合物,其包含红外吸收酞菁、酞菁或酞菁苯化合物和乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物。

[0029] 术语“酞菁化合物”,如本文中使用的,是指酞菁和其离子,金属酞菁,酞菁衍生物和其离子,和金属酞菁衍生物。术语“酞菁衍生物”,如本文中使用的,是指任何具有酞菁核的化合物。或换言之,酞菁衍生物包括任何这样的分子,其包含四苯并[b,g,l,q]-5,10,15,20-四氮杂卟啉部分并且具有任意数目的周围取代基,其代替键合到酞菁部分的1、2、3、4、8、9、10、11、15、16、17、18、22、23、24或25位置的碳原子的任意周围氢原子。当存在多于一个的周围取代基时,所述周围取代基可以是相同的或不同的。

[0030] 术语“酞菁化合物”,如本文中使用的,是指酞菁和其离子、金属酞菁、酞菁

萘衍生物和其离子,和金属化萘酞萘衍生物。术语“萘酞萘衍生物”,如本文中使用的,是指任何具有萘酞萘核的化合物。或者换言之,萘酞萘衍生物包括任何这样的分子,其包含四萘并 [b, g, l, q]-5,10,15,20- 四氮杂卟啉部分并且具有任意数目的周围取代基,其代替键合到萘酞萘部分的碳原子的任何周围氢原子。当存在多于一个的周围取代基时,所述周围取代基可以是相同的或不同的。

[0031] 术语“萘嵌苯化合物”,如本文中使用的,是指萘嵌苯和其盐与衍生物。术语“萘嵌苯衍生物”,如本文中使用的,是指任何具有萘嵌苯核的化合物。或者换言之,萘嵌苯衍生物包括任何这样的分子,其包含多环芳烃 (PAH) 部分并且具有任意数目的周围取代基,其代替萘嵌苯的任何周围氢原子。当存在多于一个的周围取代基时,它们可以是相同的或不同的。

[0032] 适用于本发明的酞萘、萘酞萘和萘嵌苯化合物包括任何红外吸收酞萘、萘酞萘或萘嵌苯化合物。一些合适的酞萘、萘酞萘和萘嵌苯化合物可以用作染料,即,它们可以是可溶于阳光控制组合物中的。或者,其它的可以用作颜料,即,它们可以是不溶于阳光控制组合物中的。

[0033] 合适的酞萘和萘酞萘化合物可以被金属化,例如借助于单价金属,其包括钠、钾和锂;借助于二价金属,其包括铜、锌、铁、钴、镍、钆、铈、钪、钼、锰、锡、钒和钙;或者借助于三价金属、四价金属或者甚至更高价的金属。

[0034] 通常,任何金属化酞萘或萘酞萘化合物的电荷,除含二价金属的那些以外,将通过合适电荷的阳离子或阴离子来平衡,其常常相对于金属离子轴向配位。合适的离子的实例包括,非限制性地,卤素阴离子、金属离子、氢氧化物阴离子、氧化物阴离子 (O^{2-}) 和醇盐阴离子。优选的金属酞萘和金属萘酞萘化合物包括,例如, $DAI^{3+}Cl^{-}$ 、 $DAI^{3+}Br^{-}$ 、 $DIn^{3+}Cl^{-}$ 、 $DIn^{3+}Br^{-}$ 、 $DIn^{3+}I^{-}$ 、 $DSi^{4+}(Cl^{-})_2$ 、 $DSi^{4+}(Br^{-})_2$ 、 $DSi^{4+}(F^{-})_2$ 、 $DSn^{4+}(Cl^{-})_2$ 、 $DSn^{4+}(Br^{-})_2$ 、 $DSn^{4+}(F^{-})_2$ 、 $DGe^{4+}(Cl^{-})_2$ 、 $DGe^{4+}(Br^{-})_2$ 、 $DGe^{4+}(F^{-})_2$ 、 $DSi^{4+}(OH^{-})_2$ 、 $DSn^{4+}(OH^{-})_2$ 、 $DGe^{4+}(OH^{-})_2$ 、 $DV^{4+}O^{2-}$, 和 $DTi^{4+}O^{2-}$, 其中“D”是指酞萘或萘酞萘或者周围被取代的酞萘或萘酞萘的双阴离子。优选地,对于酞萘化合物来说,金属包括铜 (II)、镍 (II) 或者铜 (II) 和镍 (II) 的混合物。优选地,对于萘酞萘化合物来说,金属包括铜 (II)、镍 (II)、硅 (IV), 或者铜 (II)、镍 (II) 和硅 (IV) 中的两种或更多种的混合物。

[0035] 最优选地,酞萘和萘酞萘化合物是未金属化的。

[0036] 酞萘和萘酞萘衍生物是优选的。优选地,对于酞萘衍生物来说,四个周围的苯并环中的每一个中的一个氢原子被取代,对称地或者不对称地。此外优选地,酞萘衍生物可以在 1、4、8、11、15、18、22 和 25 位置或者在全部的 16 个周围碳位置被取代。优选地,对于萘酞萘衍生物来说,四个周围的萘并环中的每一个中的一或二个氢原子被取代,对称地或者不对称地。此外优选地,萘酞萘衍生物可以在全部二十四周围的碳位置被取代。

[0037] 酞萘或萘酞萘衍生物的合适的取代基包括卤素、烷基、烷氧基烷基、烷氧基、芳氧基和部分卤代或全卤代的烷基。烷基取代基可以是直链或支化的。优选的烷基取代基的特定的实例包括甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、异丁基、仲丁基、叔丁基、新戊基、异戊基、新戊基、1,2- 二甲丙基、正己基、环己基、1,3- 二甲基丁基、1- 异丙基丙基、1,2- 二甲基丁基、正庚基、1,4- 二甲基戊基、2- 甲基 -1- 异丙基丙基、1- 乙基 -3- 甲基丁基、正辛基、2- 乙基己基、3- 甲基 -1- 异丙基丁基、2- 甲基 -1- 异丙基丁基、1- 叔丁基 -2- 甲基丙基、正

壬基和其混合物。烷氧基烷基取代基的具体的实例包括甲氧基甲基、甲氧基乙基、乙氧基乙基、丙氧基乙基、丁氧基乙基、甲氧基乙氧基乙基、乙氧基乙氧基乙基、二甲氧基甲基、二乙氧基甲基、二甲氧基乙基、二乙氧基乙基和其混合物。部分卤代或全卤代烷基取代基的具体的实例包括氯甲基、2,2,2-三氯甲基、三氟甲基、1,1,1,3,3,3-六氟-2-丙基和其混合物。芳氧基取代基的具体的实例包括苯氧基、4-叔丁基苯基氧基、4-枯基苯氧基、萘基氧基和其混合物。

[0038] 更优选地,酞菁或萘酞菁化合物包括烷氧基-取代的酞菁或萘酞菁。四取代的和八取代的烷氧基酞菁或萘酞菁化合物是优选的。优选的烷氧基的实例包括甲氧基、乙氧基、正丙氧基、异丙氧基、正丁氧基、异丁氧基、仲丁氧基、叔丁氧基、正戊氧基、异戊氧基、新戊氧基、1,2-二甲基丙氧基、正己氧基、异己氧基、新己氧基、环己氧基、庚氧基、1,3-二甲基丁氧基、1-异丙基丙氧基、1,2-二甲基丁氧基、1,4-二甲基戊氧基、2-甲基-1-异丙基丙氧基、1-乙基-3-甲基丁氧基、2-乙基己氧基、3-甲基-1-异丙基丁氧基、2-甲基-1-异丙基丁氧基、1-叔丁基-2-甲基丙氧基、正辛氧基、正壬氧基、正癸氧基和其混合物。丁氧基是优选的。

[0039] 优选的酞菁化合物的具体的实例包括 1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁三乙基硅氧化(siloxide)铝;1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁铜(II);1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁镍(II);1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁;1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁锌;2,3,9,10,16,17,23,24-八(辛氧基)-29H,31H-酞菁铜(II);2,3,9,10,16,17,23,24-八(辛氧基)-29H,31H-酞菁;2,3,9,10,16,17,23,24-八(辛氧基)-29H,31H-酞菁二氢氧化硅;2,3,9,10,16,17,23,24-八(辛氧基)-29H,31H-酞菁锌;和其混合物。

[0040] 仍更优选地,酞菁化合物包括正丁氧基取代的酞菁化合物。此外,四取代的和八取代的烷氧基酞菁化合物是优选的。优选的丁氧基酞菁化合物的具体的实例包括 1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁三乙基硅氧化(siloxide)铝;1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁铜(II);1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁镍(II);1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁;1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁锌;和其混合物。

[0041] 优选的萘酞菁化合物的具体的实例包括,例如,5,9,14,18,23,27,32,36-八丁氧基-2,3-萘酞菁三乙基硅氧化(siloxide)铝,5,9,14,18,23,27,32,36-八丁氧基-2,3-萘酞菁铜(II),5,9,14,18,23,27,32,36-八丁氧基-2,3-萘酞菁镍(II),5,9,14,18,23,27,32,36-八丁氧基-2,3-萘酞菁,5,9,14,18,23,27,32,36-八丁氧基-2,3-萘酞菁锌和其混合物。

[0042] 合适的萘嵌苯化合物描述于下述文献中:美国专利 5,405,962;5,986,099;6,124,458;6,486,319;6,737,159;6,878,825;和 6,890,377;和美国专利申请公开号 2004/0049030 和 2004/0068114。

[0043] 优选的萘嵌苯化合物是未被取代的或具有至多 16 个取代基。优选的取代基包括卤素、烷基、烷氧基烷基、醇盐/酚盐基团、芳氧基、芳硫基、杂芳氧基、杂芳硫基等。烷基可以是支链的或者无支链的。取代基团可以是未被取代的,或者取代基团的许多氢原子可以例如被卤素取代。合适的在本发明中可用的周围取代基的具体的实例在以上参考文献中进

行了描述。

[0044] 更优选地,萘嵌苯化合物包括四萘嵌苯部分。仍更优选地,萘嵌苯化合物是周围被取代的四萘嵌苯化合物。萘嵌苯化合物, Lumogen™ IR765 和 Lumogen™ IR 788,可用于本发明并且自 BASF Corporation, Florham Park, NJ 是市售可得。

[0045] 或者,优选的酞菁、萘酞菁和萘嵌苯化合物可用通过显示出光学性质的有利的平衡而凭经验识别。对于含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的薄膜或包含这种薄膜的层压材料得到透射谱。给定薄膜的所处理的透射谱或者给定层压材料的所测量的透射谱在模拟程序中如下所述进行使用以便计算阳光透射率 ($T_{\text{sol-sim}}$)、全部光在阳光光谱中的透射率、和可见光透射率 ($T_{\text{vis-sim}}$),借助于所处理的透射谱,通过人眼对于模拟玻璃/ 乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物/ 玻璃层压材料(含夹层)的敏感性来权衡可见光谱中的光的透射率。玻璃和乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物的 $T_{\text{vis-sim}}$ 和参数用于计算乙烯酸共聚物或乙烯酸共聚物的离聚物中的优选的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的浓度,使得对于优选的酞菁化合物, $0.45 < T_{\text{vis-sim}} < 0.80$ 和 $T_{\text{sol-sim}} < (0.450(T_{\text{vis-sim}})+0.22)$, 对于优选的萘酞菁化合物, $0.65 < T_{\text{vis-sim}} < 0.75$ 和 $T_{\text{sol-sim}} < (0.472(T_{\text{vis-sim}})-0.150)$, 和对于优选的萘嵌苯化合物, $0.65 < T_{\text{vis-sim}} < 0.75$ 和 $T_{\text{sol-sim}} < (1.719(T_{\text{vis-sim}})-0.801)$ 。在相同条件下,更优选的酞菁化合物提供了 $T_{\text{sol-sim}} < (0.708(T_{\text{vis-sim}})+0.003)$, 以及还更优选的酞菁化合物提供了 $T_{\text{sol-sim}} < (0.941(T_{\text{vis-sim}})-0.193)$ 。更优选的萘嵌苯化合物提供了 $T_{\text{sol-sim}} < (1.952(T_{\text{vis-sim}})-1.008)$, 和仍更优选的萘嵌苯化合物提供了 $T_{\text{sol-sim}} < (2.083(T_{\text{vis-sim}})-1.125)$ 。

[0046] 其它分析还可限定优选的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物。例如,酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和其计算浓度可被调节以便提供任何期望的可见光透射。更具体地说,汽车挡风玻璃用途通常需要 0.75 或更大的可见光透射。然而,建筑层压材料可用具有明显较低水平的可见光透射,如 0.50 和更少。

[0047] 当阳光控制组合物意图用作红外截止滤光片时,酞菁化合物的量可以为约 0.01-约 80wt%, 优选地约 0.01-约 10wt%, 和更优选地约 0.01-约 5wt%, 萘酞菁化合物的量可以为约 0.01-约 50wt%; 优选地,约 0.01-约 10wt%; 和更优选地约 0.01-约 5wt%, 和萘嵌苯化合物的量可以为约 0.01-约 80wt%; 优选地,约 0.01-约 10wt%; 和更优选地约 0.01-约 5wt%, 基于阳光控制组合物的总重量。当阳光控制组合物意图用作浓缩物时,酞菁化合物的量可以为约 30-约 80wt%, 优选地约 30-约 50wt%, 和更优选地约 35-约 45wt%, 萘酞菁化合物的量可以为约 30-约 50wt%; 和更优选地约 35-约 45wt%, 和萘嵌苯化合物的量可以为约 30-约 80wt%; 优选地约 30-约 50wt%; 和更优选地约 35-约 45wt%, 基于阳光控制组合物的总重量。

[0048] 本发明的阳光控制组合物和阳光控制层压材料包含乙烯酸共聚物。合适的乙烯酸共聚物的模量为约 20,000psi (138MPa)-约 100,000psi (690MPa)。优选地,所述模量为约 25,000psi (173MPa)-约 90,000psi (621MPa), 更优选地,为约 30,000psi (207MPa)-约 80,000psi (207MPa)。

[0049] 合适的乙烯酸共聚物包含约 0.1wt% - 约 30wt% 的一种或多种共聚合酸共聚单体, 优选地约 10wt% - 约 25wt% 的共聚合酸共聚单体, 和更优选地约 15wt% - 约 25wt% 的共聚合酸共聚单体, 基于聚合物的总重量。乙烯酸共聚物中共聚合的酸共聚单体的数量影

响共聚物对玻璃的粘合力。

[0050] 优选的酸共聚单体包括(甲基)丙烯酸,衣康酸,马来酸,马来酐,富马酸,和一甲基马来酸。更优选地,酸共聚单体是(甲基)丙烯酸。

[0051] 共聚合的乙烯酸共聚物的酸基团优选至少部分用一种或多种金属阳离子中和而形成离聚物。如本文中使用的,除非另外在上下文中进行其它限制,术语“乙烯酸共聚物”是指以其游离酸形式、以其完全中和形式或者部分中和形式的乙烯酸共聚物。

[0052] 金属阳离子可以是一价、二价、三价或更高化合价的。优选的一价离子包括钠、钾、锂、银、汞和铜的离子。优选的二价离子包括铍、镁、钙、锶、钡、铜、镉、汞、锡、铅、铁、钴、镍和锌的离子。优选的三价的离子包括铝、铈、铁和钇的离子。优选的更高化合价的离子包括钛、锆、钪、钒、钽、钨、铬、铈和铁的离子。优选地,当金属阳离子是四价或更高化合价的,络合剂,如硬脂酸盐、油酸盐、水杨酸盐和酚盐根,被包括在内,如美国专利 3,404,134 所描述的。钠、锂、镁、锌、铝的离子和其两种或更多种的结合是更优选的。钠离子、锌离子和钠和锌离子的混合物是更加优选的。通常,钠离子与高光学透明度有关,而锌离子与高耐湿性有关。优选地,约 0- 约 100%,更优选地约 10- 约 100%,和更加优选地约 20- 约 80% 的乙烯酸共聚物中的酸基被中和。

[0053] 乙烯酸共聚物可以任选地包含其它共聚合的共聚单体。优选的共聚合的共聚单体包括(甲基)丙烯酸烷基酯,其中烷基是包含最多约 20 个碳的支链的或者无支链的部分。烷基可以是未被取代的,或者被一个或多个羟基取代。优选的烷基包括甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、丙烯酸叔丁基酯、叔丁基、辛基、十一烷基、十八烷基、十二烷基、2- 乙基己基、异冰片基、月桂基、丙烯酸 2- 羟乙基酯,和 2- 羟乙基。其它优选的共聚合的共聚单体包括(甲基)丙烯酸缩水甘油基酯、聚(乙二醇)(甲基)丙烯酸酯、聚(乙二醇)甲基醚(甲基)丙烯酸酯、聚(乙二醇)二十二烷基醚(甲基)丙烯酸酯、聚(乙二醇)4- 壬基苯基醚(甲基)丙烯酸酯、聚(乙二醇)二苯醚(甲基)丙烯酸酯、马来酸二烷基酯(C_1-C_4 烷基)、富马酸二烷基酯(C_1-C_4 烷基)、富马酸 苄基酯、乙酸乙烯酯、丙酸乙烯基酯和其混合物。更优选的共聚合的共聚单体包括但不限于(甲基)丙烯酸甲基酯、(甲基)丙烯酸丁基酯、(甲基)丙烯酸缩水甘油基酯、乙酸乙烯酯和其两种或更多种的混合物。

[0054] 条件是乙烯酸共聚物保持大于 20,000psi (138MPa) 的模量,其它的共聚合的共聚单体可以以有限量存在,最多约 50wt%,更优选地最多约 25wt%,更加优选地最多约 10wt%,基于乙烯酸共聚物的总重量。

[0055] 适用于本发明的乙烯酸共聚物可以被聚合和中和,例如,如美国专利 3,404,134 ; 5,028,674 ;6,500,888 ;和 6,518,365 中所述的。还可以使用重复利用的乙烯酸共聚物,与未用过的材料一起或者代替未用过的材料。

[0056] 阳光控制组合物还可包含一种或多种增塑剂、分散剂、表面活性剂、螯合剂、偶联剂、UV 吸收剂、受阻胺光稳定剂 (HALS)、加工助剂、流动改善添加剂、润滑剂、颜料、染料、阻燃剂、抗冲改性剂、用于增加结晶度的成核剂、防粘连剂如二氧化硅、热稳定剂、紫外稳定剂、粘合剂、底漆、交联剂、硬化剂、pH 调节剂、消泡剂、无机红外吸收剂、有机红外吸收剂和湿润剂。这些添加剂的合适的数量和将添加剂引入聚合物组合物中的方法将是本领域技术人员可得的。参见例如, " ModernPlastics Encyclopedia(现代塑料百科全书) ", McGraw-Hill, NewYork, NY1995。

[0057] 用于制备阳光控制组合物的方法包括以下步骤：将乙烯酸共聚物与酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和任选地其它成分相结合，和将所结合的成分混合。

[0058] 优选地，酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物分散在乙烯酸共聚物中。分散，将如所提供的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物解聚集为初始颗粒的方法，可以通过任何合适的方式来完成。含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的制品的透明度，如通过浊度测量证明的，例如，将受损害，如果酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物未充分地解聚集的话。

[0059] 优选地，分散过程是高剪切熔体混合过程，其中熔融的乙烯酸共聚物与酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和可以存在的任何任选的组合物的组分结合。合适的高剪切混合设备是静态混合器，橡胶研磨机，Brabender 混炼机，Buss 捏和机，单螺杆挤出机，双螺杆挤出机，加热或未加热的两辊研磨机。

[0060] 确切的加工条件将取决于乙烯酸共聚物的物理性能，然而，还取决于待结合到乙烯酸共聚物的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和任选的其它成分的数量和类型。本领域技术人员将能确定合适的加工条件和设备。例如，国际申请公开号 WO 01/00404 描述了使用加热的两辊研磨机将纳米颗粒分散在聚合材料中的方法。当乙烯酸共聚物或阳光控制组合物的熔体粘度对于在其它设备如静态混合器、橡胶研磨机、Brabender 混炼机、Buss 捏和机、单螺杆挤出机和双螺杆挤出机上有效加工而言过高时，这种方法是更优选的。

[0061] 阳光控制组合物中的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的量影响解聚集过程的效率。为最优化透明度，颗粒优选是大约纳米颗粒。熔体粘度通常随着酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的量而增加。在乙烯酸共聚物中引入的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的量的上限将部分由最高的熔体粘度来确定，所述最高的熔体粘度可以被所选的分散方法和设备所容许。

[0062] 反之，不适当低数量的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物将没有提供足够高的熔体粘度。结果，剪切应力也将是不适当低的，并且如所提供的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物将没有有效地被解聚集至其初始颗粒尺寸。为此，可期望的是制备酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物在乙烯酸共聚物或离聚物中的良好分散的浓缩物，然后添加其它的纯的乙烯酸共聚物或离聚物至所述浓缩物中。这样，酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的浓度可以被调节到太阳辐射透射的期望降低所需的水平。

[0063] 在任何混合步骤前，乙烯酸共聚物可以被干燥和粉末化或粒化。乙烯酸共聚物还可与酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和干燥共混物中的任选组分混合，后者一般被称为“粒料共混物”或“粉末共混物”，用于进料到混合设备中。或者，乙烯酸共聚物，酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和任选组分可以分别通过两个或更多个不同的进料器来进料。

[0064] 在典型的挤出过程中，乙烯酸共聚物，酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和任选组分被进料到挤出机的背部或“进料”部分中。然而，可能有利的是，将乙烯酸共聚物，酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和任选组分进料到挤出机的两个或更多个不同的位置中。例如，乙烯酸共聚物可以进料到挤出机的背部部分中，而酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物进料到靠近模头盘的挤出机的前部。挤出机温度曲线图优选地容许乙烯酸共聚物在加工条件下熔融。螺杆设计还优选地赋予剪切应力，以及由此的热量，当其混合熔融的乙烯酸共聚物与酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物和其它任选组分时。优选地，乙烯酸共聚物或者酞菁、萘酞菁或萘嵌苯组合物的熔体加工温度为约 50℃ - 约 300℃。

[0065] 在本发明的优选方法中，大量的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物与较小量的基质

材料共混而形成具有较大量的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的浓缩物。浓缩物与乙烯酸共聚物共混,其可以与基质材料相同或不同,从而产生具有较低量的酞菁化合物的阳光控制组合物,这是有效吸收期望数量的红外辐射所需要的。用于形成浓缩物的合适的和优选的加工方法和条件是如上文对于用于混配阳光控制组合物的方法所阐述的。在一些优选方法中,阳光控制组合物在制造工艺中原位产生。例如,酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物可以直接地作为添加剂被添加到如下所述的用于成形制品如薄膜和薄板的生产过程中。

[0066] 引入到酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的基质材料优选是聚合物。基本上任何聚合物可以用作基质材料。优选地,基质材料对可见光是透明的。优选的聚合物基质材料包括聚(对苯二甲酸乙二酯),聚碳酸酯,聚丙烯,聚乙烯,环状聚烯烃,降冰片烯聚合物,聚苯乙烯,间同立构的聚苯乙烯,苯乙烯-丙烯酸酯共聚物,丙烯腈-苯乙烯共聚物,聚(萘二甲酸乙二酯),聚醚砜,聚砜,聚酰胺(包括尼龙),聚(氨基甲酸酯),丙烯酸类树脂,乙酸纤维素,三乙酸纤维素,氯乙烯聚合物,聚氟乙烯,聚偏1,1-二氟乙烯,聚(乙烯-共聚-乙酸乙烯酯);乙基丙烯酸乙酸酯(EM);甲基丙烯酸乙酯(EMAC);茂金属-催化的聚乙烯;增塑的聚(氯乙烯);ISD树脂;聚氨酯;声学上改性的聚(氯乙烯),其实例是从Sekisui公司市售可得的;增塑的聚乙烯醇缩丁醛;声学上改性的聚乙烯醇缩丁醛;乙烯酸共聚物;和其共聚物和其组合。除未用过的材料以外或者代替未用过的材料,基质材料可以包含重复利用的材料。

[0067] 优选地,对于最佳的透明度而言,基质材料等价于乙烯酸共聚物或者至少与乙烯酸共聚物可混溶。然而,预期的是可能有利的是使用较低熔点的基质材料,特别地连同较高熔点的乙烯酸共聚物。最终的薄膜的透明度,例如,将不会过度地受损害,由于薄膜的相对薄度以及由于最终薄膜组成中低数量的基质材料。

[0068] 浓缩物可以包含一种或多种任选的添加剂,如以上对于适用于阳光控制组合物所阐述的那些。

[0069] 阳光控制组合物可以包含约0.0001wt%-约75wt%的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物和约99.9999wt%-约25wt%的乙烯酸共聚物;优选地,约0.0001wt%-约40wt%的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物和约99.9999wt%-约60wt%的乙烯酸共聚物;更优选地,约0.0001wt%-约20wt%的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物和约99.9999wt%-约80wt%的乙烯酸共聚物;和更加优选地,约0.0001wt%-约10wt%的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物和约99.9999wt%-约90wt%的乙烯酸共聚物。

[0070] 用于由酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物生产阳光控制组合物的方法优选是高剪切熔体混合过程。优选地,所述方法包括高剪切混合熔融乙烯酸共聚物树脂和浓缩物与任选组分,如果存在的话。在任何混合步骤前,浓缩物可以任选地被干燥和粉末化或粒化。在混合步骤中,浓缩物可以以任何同样适用于乙烯酸共聚物的方式处理。

[0071] 优选地,基质材料中的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯浓缩物与乙烯酸共聚物共混,作为薄膜或者薄板形成过程之一的一部分,如下所述。

[0072] 或者,酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物可以以数量为约0.01-约80wt%被添加到增塑剂,或者,溶剂。优选地,酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物通过使用设备如研磨磨机、砂磨机、球磨机、振动式磨机、喷射磨机、喷雾解聚集器、三辊式磨机等的过程来解聚集。所得的悬浮液或分散体然后可以被添加到乙烯酸共聚物,如上所述,优选地在高剪切熔体混合过程中。

[0073] 本发明进一步提供了包含本发明的阳光控制组合物的成形制品。该成形制品优选是涂层、薄膜、多层薄膜、薄板或多层薄板。

[0074] 优选地,成形制品是阳光控制层。阳光控制层可以是涂层、薄膜、薄板、多层薄膜或多层薄板。薄膜和薄板之间的差异是厚度;然而,没有行业标准来限定薄膜变为薄板的工业标准。对本发明来说,薄膜的厚度为约 10mil (0.25 毫米 (mm)),或更少。优选地,薄膜的厚度为约 0.5mil (0.012 毫米)–约 10mil (0.25 毫米)。更优选地,薄膜的厚度为约 1 密耳 (0.025 毫米)–约 5mil (0.13 毫米)。对于汽车应用来说,薄膜厚度可以优选地为约 1 密耳 (0.025 毫米)–约 4mil (0.1 毫米)。对本发明来说,聚合物薄板的厚度为约 10mil (0.25 毫米),或更大。优选地,聚合物薄板的厚度为约 15mil (0.38 毫米),或更大。更优选地,聚合物薄板的厚度为约 30mil (0.75 毫米),或更大,基于由其生产的层压材料的提高的抗穿透强度。更加优选地,聚合物薄板的厚度为约 50mil (1.25 毫米),或更大,基于由其生产的层压材料的进一步提高的抗穿透强度。当前环境中许多终端用途需要聚合物薄板夹层达更厚。厚于 60mil (1.50 毫米)、90mil (2.25 毫米)、甚至厚于 120mil (3.00 毫米)的夹层在市场中正变得平常。这种厚度或者更厚的薄板可用于本发明中。

[0075] 通常,相比于薄板,薄膜将包含较高浓度的酞菁、酞菁或酞菁苯颗粒,因为在大多数应用中期望几乎相同水平的能量吸收,并且薄膜比薄板要薄。参见 Baer 定律。通常,然而,在薄膜中的酞菁、酞菁或酞菁苯化合物的量可以为约 0.001–约 80wt%,优选地约 0.01–约 10wt%,和更优选地约 0.01–约 5wt%,基于薄膜的总重量。

[0076] 本发明的薄膜和薄板可以通过任何合适的方法制造。某些优选的方式的说明在下文中详细地阐述。本发明的组合物可用作制造阳光控制层中的中间体。例如,阳光控制组合物可以以浓缩物的形式添加到与树脂的粒料共混物中而形成阳光控制薄板。用于形成本发明的阳光控制层的本发明的组合物的其它用途对于本领域技术人员来说将是显而易见的。

[0077] 薄膜,例如,可以通过以下方式形式,如美国专利 4,372,311 所述的浸涂,如美国专利 4,427,614 所述的压模,如美国专利 4,880,592 所述的熔体挤出,如美国专利 5,525,281 所述的熔吹,或其它适合的方法。聚合物薄板例如可以通过挤出、压延、溶液浇铸或注射成型来形成。本领域普通技术人员将能够识别合适的工艺参数,基于聚合物组成和用于薄板或薄膜形成的方法。

[0078] 然而,优选地,本发明的薄膜通过溶液浇铸或挤出来形成,并且本发明的薄板通过挤出来形成。挤出是成形连续产品如薄膜和薄板特别优选的方法。

[0079] 当使用熔体加工方法,如挤出或注射成型时,阳光控制组合物的熔体加工温度优选为约 50°C–约 300°C,更优选地约 100°C–约 250°C。本发明的阳光控制组合物通常特征为极好的热稳定性,这容许它们在高温下进行加工,降低实际的熔体粘度。

[0080] 本发明的薄板和薄膜包括多层层压材料,其具有两个或更多个层,其中的至少一层包含酞菁、酞菁或酞菁苯化合物。多层薄膜和薄板结构可以通过任何合适的方法来形成,例如共挤出,吹膜,浸涂,浸液涂漆,铲刮,捣拌,气刀,印刷, Dahlgren,照相凹版印刷,胶版印刷 (flex),粉末涂敷,喷涂,或其它技术工艺。例如,通过加热、粘合和/或连接层,单独的层可以连接在一起。优选地,通过挤出浇铸工艺来生产多层薄膜。

[0081] 许多薄膜和薄板形成方法,和特别地挤出方法,可以与各种后挤出操作相结合以便扩大通用性。这种后成形操作包括改变圆形成椭圆形形状,将薄膜吹塑成不同的尺寸,机

器加工, 冲压, 拉伸或取向, 辊轧, 压延, 涂布, 压纹, 印刷和辐照如电子束处理以增加维卡软化点。后挤出操作, 与聚合物组合物、形成聚合物的方法、和形成薄膜或者薄板的方法一起, 影响着性能, 如透明度、收缩性、拉伸强度、断裂伸长率、冲击强度、介电强度和常数、拉伸模量、耐化学性、熔点、热挠曲温度和粘合力。

[0082] 例如, 通过任何方法形成的薄膜和薄板, 在根据任何合适的方法形成后, 可以通过在轴向和横向之一或两者中拉伸, 而单轴或双轴取向。

[0083] 优选地, 阳光控制层的一个或两个表面经处理来提高粘合力。基本上任何粘合剂或底漆适用于本发明中。当使用粘合剂或底漆时, 本领域普通技术人员将能识别合适的涂层厚度和工艺参数, 基于阳光控制层、粘合剂或底漆的组成, 和涂布方法。

[0084] 阳光控制层还可可在一个或两个表面上具有由紫外 (UV) 固化树脂形成的硬涂层以便保护外聚合物层受到刮伤、磨损和相似的损害。可以使用任何合适的硬涂层配方。一种优选的硬涂层描述于美国专利 4, 027, 073 中。

[0085] 本发明的薄板和薄膜可以具有平滑表面。然而, 优选地, 待用作层压材料中的夹层的薄板具有至少一个粗糙表面以便有效地使得大部分空气在层压过程期间从层压材料表面之间被除去。

[0086] 阳光控制层可以包括薄膜或者薄板, 其用包含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的涂料涂布在一个或两个表面上。涂层可以源于涂渍溶液的施用。术语“涂渍溶液”包含溶解、分散或悬浮在一种或多种聚合物溶液、一种或多种聚合物前体溶液、一种或多种乳液聚合物或一种或多种聚合物溶液、聚合物前体溶液或乳液聚合物的混合物中的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物。

[0087] 涂渍溶液可以包含一种或多种溶剂, 其溶解、部分溶解、分散或悬浮粘合剂。选择溶剂或溶剂共混物, 通过考虑这样的性能, 如聚合物的溶解度, 所得的涂渍溶液的表面张力和涂渍溶液的蒸发速率, 待用的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的极性和表面特性和任何分散剂和其它添加剂的化学性质, 涂料的粘度, 和涂层的表面张力与薄膜材料的表面能的相容性。溶剂或溶剂共混物还应当对聚合物粘合剂材料为化学惰性。

[0088] 或者, 溶剂可以部分或全部替换为增塑剂。增塑剂型涂渍溶液、悬浮液或分散体然后可以类似于溶剂型涂渍溶液进行处理。

[0089] 涂层的厚度部分取决于涂渍溶液中溶剂的量并且涂渍溶液中的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的量很大程度上由涂渍溶液中的粘合剂和溶剂的量和涂料中期望的酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物的量来确定。

[0090] 为制备涂渍溶液, 酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物、粘合剂聚合物、任选的添加剂和溶剂被混合而均匀使酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物分布于聚合物溶液中。或者, 聚合物和酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物可以被捏合一起而形成浓缩物, 其又可以被添加到溶剂, 例如, 如国际申请公开号 WO 01/00404 和美国专利 5, 487, 939 所描述的。不管如何形成涂渍溶液, 其可以被研磨, 如通过球磨、辊轧研磨、砂碾研磨、油漆搅拌器、捏和机、溶解器、超声分散机等, 从而使酞菁、萘酞菁或萘嵌苯化合物解聚集。

[0091] 或者, 含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯的涂层可以是包含一种或多种自由基 (radically) 可聚合的单体和 / 或低聚物的光化辐射 - 可固化的涂层。合适的可辐射固化的基质材料例如描述于美国专利 5, 504, 133 中。

[0092] 或者,含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯的涂料可以包含光阳离子型可固化的基质材料,如美国专利 6,191,884 中所述的。通常,光阳离子型可固化的基质材料是环氧化物和 / 或乙烯基醚材料。

[0093] 或者,含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯的涂料组合物可以通过加热方法来固化。当期望加热方法型固化时,优选地,在涂料组合物中,引入合适的自由基聚合引发剂如偶氮二异丁腈来代替光引发剂。优选的热固化的粘合剂包括例如热固性树脂如三聚氰胺树脂、聚氨酯树脂、有机硅树脂、有机硅改性树脂和其混合物。

[0094] 优选地,含酞菁、萘酞菁或萘嵌苯的涂料的粘合剂或成膜材料是有机物,如聚合物。然而,它还可是无机材料,如硅氧烷。

[0095] 优选地,干燥或固化的涂层的厚度将是小于或等于 10mil (0.25 毫米),更优选地约 0.1mil (0.0025 毫米)–约 5mil (0.13 毫米)。还可以形成厚度约 20mil (0.50 毫米)或更大的较厚的涂层。

[0096] 聚合物薄膜或者薄板可以通过任何合适的涂布方法来涂布。挤出是特别优选的涂布聚合物薄膜和薄板的方法。将涂料熔体挤出到底材上例如描述在美国专利 5,294,483 ; 5,475,080 ; 5,611,859 ; 5,795,320 ; 6,183,814 和 6,197,380 中。或者,涂渍溶液可以被浇铸到聚合物薄膜或薄板上,并且被干燥而形成阳光控制薄膜。溶液浇铸通常生产比熔体挤出更一致的涂层厚度。

[0097] 或者,涂渍溶液可以被浇铸到聚合物薄膜或薄板上,并且被干燥而形成阳光控制薄膜。溶液浇铸通常生产比熔体挤出更一致的涂层厚度。在典型的方法中,过滤涂渍溶液而除去污垢或大颗粒并且从狭缝模头浇铸到运动的预成形的聚合物底材上,干燥,并且冷却,如果必要的话。涂渍溶液的厚度,在浇铸后即刻,一般地是最终涂层厚度的 5–10 倍,这取决于涂渍溶液中的溶剂的量。涂层然后可以以类似于挤出涂层的方式进行抛光 (finished)。

[0098] 一种优选的形成阳光控制层的方法是转印。合适的转印方法通常包括将阳光控制组合物涂布到可释放的底材上,如涂料纸或聚酯薄膜。当干燥或固化时,涂层,即,阳光控制层,与聚合物底材或刚性薄板的表面接触,随后从可释放的底材转移到该底材上。如果必要的话,可释放的底材的未涂布侧可以被加热,从而促进涂层到底材的释放和粘合。关于转印的一般信息描述于欧洲专利 0576419 中。

[0099] 本发明还提供了一种阳光控制层压材料,其包含本发明的阳光控制层。另外,阳光控制层压材料可以包含至少一个附加层,其可以是薄膜,薄板,或者薄膜或薄板上的涂层。附加层可以是阳光控制层或阳光控制薄膜。当所述附加层是薄板时,其可以是刚性或柔性薄板。在某些优选实施方案中,阳光控制层压材料包含一个或多个刚性薄板,阳光控制层,和至少一个附加层。不同的物理性能常常期望于薄膜和薄板。例如,可要求薄板是自支撑的,或者薄膜可能需要更大的耐刺穿或撕裂性。因此,在附加层中,如在阳光控制层中,对于以不同厚度使用来说,不同的聚合树脂是优选的。

[0100] 用作附加薄膜层的优选的薄膜包括取向和非取向的聚酯薄膜,聚碳酸酯薄膜,聚氨酯薄膜和聚氯乙烯薄膜。优选地,附加薄膜层是双轴取向的聚(对苯二甲酸乙二酯)。用作附加薄板层的优选的薄板包括这样的薄板,其包含聚乙烯醇缩丁醛组合物,声学聚乙烯醇缩醛类组合物,声学聚乙烯醇缩丁醛组合物,乙烯-乙酸乙烯酯组合物,热塑性聚氨酯组合物,聚氯乙烯共聚物组合物和乙烯酸共聚物组合物和源于其的离聚物。

[0101] 玻璃是优选的刚性薄板。如本文中使用的,术语“玻璃”包括窗玻璃、平板玻璃、硅酸盐玻璃、薄板玻璃、浮法玻璃、有色玻璃、特种玻璃(其可以例如包含用于控制太阳能加热的成分)、涂布有溅射金属如银的玻璃(例如,涂布有氧化铟锡(ATO)和/或氧化铟锡(ITO)的玻璃)、E-型玻璃、Solex™玻璃(PPG Industries of Pittsburgh, PA)和Toroglass™。典型的玻璃类型是90mil厚的退火平面玻璃,优选玻璃的锡侧取向于夹层以便获得最佳的粘合力。或者,刚性薄板可以是刚性聚合物薄板,其包含聚碳酸酯、丙烯酸类树脂、聚丙烯酸酯、环状聚烯烃、茂金属-催化的聚苯乙烯和其混合物或其组合。优选地,刚性薄板对于可见光辐射是透明的。然而,如果在阳光控制层压材料中不需要透明性或透明度,金属或陶瓷板可以用作刚性薄板。

[0102] 附加层可以提供附加的品质,如声屏障性能,或者可以具有含有机红外吸收剂的功能性涂层。在其中电导率不是不利的应用中,功能性涂层可以是溅射的金属层。

[0103] 优选的阳光控制层压材料可以包含阳光控制层和聚合物薄膜;阳光控制层和聚合物薄板;阳光控制层和两个聚合物薄板;阳光控制层、聚合物薄膜和一个或两个聚合物薄板。

[0104] 优选的本发明的阳光控制层压材料包含这样的结构,其包含如下的相邻层:聚合物薄膜/阳光控制层;聚合物薄板/阳光控制层;刚性薄板/阳光控制层;刚性薄板/聚合物薄板/阳光控制层;第一刚性薄板/聚合物薄板/阳光控制层/附加聚合物薄板/第二刚性薄板;刚性薄板/聚合物薄板/阳光控制层/附加聚合物薄板/附加薄膜;刚性薄板/附加聚合物薄板/附加薄膜/聚合物薄板/阳光控制层;刚性薄板/聚合物薄板/阳光控制层/第二聚合物薄板/附加薄膜/第三聚合物薄板/第二刚性薄板;和第一刚性薄板/聚合物薄板/阳光控制层/附加聚合物薄板/第二刚性薄板/第二附加聚合物薄板/附加薄膜/第三附加聚合物薄板/第三刚性薄板。在每一上面的实施方案中,“/”表示相邻层。此外,任何薄膜或者薄板的第二层可以与该薄膜或者薄板的第一层相同或不同。同样,第三层可以和该薄膜或者薄板的第一和第二层相同或不同,等等。此外,在本发明的一些优选的实施方案中,相邻层直接彼此层压,以便它们是毗连的(adjoining),或者,更优选地,是邻接的(contiguous)。

[0105] 任何合适的方法可以用于生产本发明的阳光控制层压材料。本领域技术人员知道不同的方法和条件可以是令人期望的,这取决于阳光控制层压材料中各层的组成和是否刚性或柔性的层压材料是期望的。

[0106] 例如,在压料辊方法中,聚合物薄板和阳光控制薄膜可以彼此结合和/或结合到一个或多个附加层。该附加层与本发明薄膜或者薄板一起通过一个或多个压延辊夹进料,其中两层受到中等压力,结果,形成弱结合的层压材料。通常,结合压力将为约10psi(0.7kg/cm²)-约75psi(5.3kg/cm²)范围内,优选地为约25psi(1.8kg/cm²)-约30psi(2.1kg/cm²)范围内。典型的线速度为约5英尺(1.5m)-约30英尺(9.2m)/分钟范围内。压料辊方法可以在有或者没有适度加热的情况下进行,例如,所述热量可以通过烘箱或者通过加热辊来提供。当加热时,聚合物表面应当获得足以促使短暂熔融结合(即引起聚合物薄板或薄膜的表面变粘)的温度。本发明的优选的聚合物薄膜和薄板的合适的表面温度为约50℃-约120℃的范围内,优选地表面温度为约65℃。在熔融结合后,层压材料可以在一个或多个冷却辊上通过以便,当取用于存储时,确保层压材料足够结实并且不发粘。

工艺水冷却通常足以获得这一目的。

[0107] 在用于制造阳光控制层压材料的另一典型的程序中,包含本发明的阳光控制层压材料的夹层,如具有聚合物薄板/阳光控制薄膜/聚合物薄板结构的夹层被置于两玻璃板之间而形成玻璃/夹层/玻璃预压组件。优选地,玻璃板已洗涤并干燥。使用如下装置从预压组件的层之间抽出空气:真空袋(参见例如美国专利 3,311,517)、真空环,或另一能够保持大约 27-28 英寸 Hg(689-711mmHg) 的真空的装置。在真空条件下密封预压组件,然后置于高压釜中用于在压力下加热。以优选递增顺序,高压釜中的温度为约 130℃-约 180℃,约 120℃-约 160℃,约 135℃-约 160℃,或为约 145℃-约 155℃。高压釜中的压力优选为约 200psi(15 巴)。以给定的优选递增顺序,在高压釜中加热预压组件约 10-约 50 分钟,约 20-约 45 分钟,约 20-约 40 分钟,或约 25-约 35 分钟。在加热和压力循环后,高压釜中的空气被冷却,而没有添加附加气体,以便保持高压釜中的压力。在约 20 分钟的冷却后,排出过量的空气压力,从高压釜中取出层压材料。

[0108] 或者,与高压釜一起可以使用压料辊方法以生产阳光控制层压材料。在一种这样的方法中,在烘箱中加热玻璃/夹层/玻璃组件,在约 80℃-约 120℃或者到约 80℃-约 120℃,优选地温度范围为约 90℃-约 100℃,时间达约 30 分钟。其后,加热的玻璃/夹层/玻璃组件通过一组压料辊,以便玻璃和夹层之间的空隙空间中的空气被排出。在这一点上密封结构的边缘以生产预压组件,其可以在高压釜中在真空条件下进行加工,如上所述,以生产阳光控制层压材料。

[0109] 阳光控制层压材料还可通过任何非高压釜方法来生产。一些合适的非高压釜方法描述于美国专利 3,234,062 ;3,852,136 ;4,341,576 ;4,385,951 ;4,398,979 ;5,536,347 ;5,853,516 ;6,342,116 ;5,415,909 ;美国专利申请公开号 2004/0182493 ;欧洲专利 1235683B 1 ;和国际专利申请公开号 WO 91/01880 和 WO 03/057478A1 中。通常,非高压釜方法包括加热预压组件和施加真空、压力或两者。例如,预压组件可以通过加热烘箱和压料辊。

[0110] 对于建筑应用和运输车辆中的应用,优选的玻璃层压材料具有两层玻璃和单一夹层,所述夹层包含本发明的阳光控制层压材料,其直接层压至两玻璃层。优选地,该夹层还包含第二聚合物薄板,并且各个聚合物薄板与玻璃层之一接触。在这些应用中,玻璃层压材料优选地具有约 3mm-约 30mm 的总厚度。夹层一般地的厚度为约 0.38mm-约 4.6mm,和各个玻璃层通常为至少 1mm 厚。还优选的是多层的阳光控制层压材料如玻璃/夹层/玻璃/夹层/玻璃的五层层压材料,玻璃/夹层/玻璃/夹层/玻璃/夹层/玻璃的七层层压材料,和具有附加夹层/玻璃单元的层压材料。

[0111] 实施例和对比实验

[0112] 提供实施例以仅仅用于解释说明的目的,而不意图以任何方式限制本发明的范围。

[0113] 模量(moduli)

[0114] 根据 ASTM D 638-03(2003) 确定全部模量。

[0115] 室温

[0116] 如本文中使用的,术语“室温”是指温度 21℃ +/-5℃。

[0117] 酞菁化合物的标准溶液

[0118] 酞菁化合物（大约 2.0mg，除非另作说明）被添加到 N,N-二甲基甲酰胺（12.00g+/-0.02g）和甲醇（4.00g+/-0.05g）的混合物。要注意的是，该溶液除甲醇之外或者代替甲醇，还包含二氯甲烷。在室温下搅拌该混合物直到酞菁化合物停止溶解。剩余的固体，如果有的话，通过离心除去。将聚乙烯醇缩丁醛添加到所得的溶液（Mowital™ B30T，4.00g+/-0.02g，Kuraray Co., Ltd., Osaka, Japan）并且在室温搅拌该溶液直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0119] 标准稳定溶液

[0120] 标准稳定溶液通过在室温下混合以下物质来制备：Tinuvin™571（0.40g，CAS 23328-53-2，Ciba Specialty Chemicals，Basel，瑞士），双（1-辛氧基-2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基）癸二酸酯（0.40g，CAS129757-67-1，获自 Ciba Specialty Chemicals 的 Tinuvin™ 123），4-（1,1,3,3-四甲基丁基）苯酚（0.08g，CAS 140-66-9），N,N-二甲基甲酰胺，（120.00g），和甲醇（40.00g）。

[0121] 制备在聚酯薄膜上的含酞花青、酞菁或酞嵌苯层的标准程序

[0122] 酞菁化合物的标准溶液或酞菁或酞嵌苯化合物的溶液被平衡至室温并且浇铸到未经处理的双轴定向的聚酯薄膜上。两薄膜用 6 英寸 Gardiner 刮刀浇铸，一个具有 10mil 刮刀缝隙，第二个具有 20mil 刮刀缝隙。两所得薄膜的刮涂厚度分别称为“10mil”和“20mil”，两薄膜分别称为“10mil 薄膜”和“20mil 薄膜”。在室温和环境湿度将两浇铸薄膜干燥过夜，然后在烘箱中在 75℃ 加热 30min，然后进行阳光控制性能的测试。要注意的是，在烘箱中加热前后，一些薄膜还在电热板上在 70℃ -90℃ 加热 5 或 10min。

[0123] 标准转印程序

[0124] 根据上述标准程序制备的涂布的聚酯薄膜的涂布表面与 SentryGlas® Plus 乙烯/甲基丙烯酸共聚物薄板（2 英寸 × 2 英寸（5.1 厘米 × 5.1 厘米）× 30mil（0.76 毫米）厚，（E. I. du Pont de Nemours & Co. of Wilmington, DE，下文中称为“DuPont”）的表面接触。预热至 100℃ 的铁置于聚酯薄膜的未涂布的表面上并且手工施加压力。1 分钟后，取出铁并且剥离掉聚酯释放薄膜以提供 SentryGlas® Plus 薄板，其涂布有含酞菁、酞菁或酞嵌苯化合物的层。

[0125] 层压的标准程序

[0126] 预压组件，其中层压材料中的全部的层切成相同的尺寸和以期望的顺序堆积，置于真空袋中，并且在 90℃ -100℃ 加热 30 分钟而除去预压组件层之间所含的任何空气。在空气高压釜中在 200psig（14.3 巴）的压力下在 135℃ 加热预压组件 30 分钟。然后，在不添加附加气体的情况下，冷却空气，以便使得高压釜中的压力降低。在 20 分钟冷却后，当空气温度小于约 50℃ 时，排出过量的压力，从高压釜中取出层压材料。

[0127] 薄膜的阳光控制性能

[0128] 使用以下方法对模拟层压材料计算阳光和可见光透射率的值。使用 Varian Cary 5000uv/vis/nir 光谱仪，对于负载在聚对苯二甲酸乙二酯薄膜上的含酞菁、酞菁或酞嵌苯的层，获得了透射光谱。处理所得的光谱以便补偿由于与空气不相配的折射率造成的前后表面的反射，由此模拟薄膜的透射光谱，因为如果所述薄膜包埋在两层具有与样品相配的折射率的材料之间，其将会出现。然后将补偿光谱作为夹层材料输入劳伦斯伯克利国家实验室光学系统（Lawrence Berkeley National Laboratory's Optics）软件包 5.1 版

(维护补丁 2),其配备有国际玻璃窗数据库 No. 14.0(International Glazing Database No. 14.0)。

[0129] 模拟方法 A

[0130] 在方法 A 中,使用(从外侧 lite 到内侧 lite)普通 6mm 厚透明玻璃(透明_6.dat)、上面产生的补偿夹层数据、15mil 厚的 Butacite(R)NC010 层(15PVB6.dup)和普通 3mm 厚的透明玻璃(透明_3.dat)的 3mm 内侧 lite,模拟层压材料。在随后的实施例中,当声称光谱数据“乘以”给定因数时,这表明使用多于一个串联的含酞菁或酞菁菁的层来制备所模拟的层压材料。然后软件模拟所模拟的层压材料的透射和反射光谱,使用方法 W5_NFRC_2003,并且计算可见光($T_{vis-sim}$)和阳光($T_{sol-sim}$)透射率。保存所模拟的层压材料的光谱数据,随后导入劳伦斯伯克利国家实验室的视窗 5.2(Lawrence Berkeley National Laboratory's Window 5.2),软件版本 5.2.12。薄膜的计算 $T_{vis-sim}$ 和 $T_{sol-sim}$ 列于表 1 中。

[0131] 模拟方法 B

[0132] 方法 B 与方法 A 相同,区别在于所模拟的层压材料不包含普通 6mm 厚透明玻璃(透明_6.dat)。薄膜的计算 $T_{vis-sim}$ 和 $T_{sol-sim}$ 列于表 1 中。

[0133] 层压材料的阳光控制性能

[0134] 使用 Perkin Elmer Lambda 19 分光光度计(Perkin Elmer, Inc., Wellesley, MA),根据 ASTM 测试方法 E424 和 E308,以及 ISO 测试方法 9050:2003 和 13837 的程序,获得光谱。直接使用这些测量结果,如紧接以上所讨论的,以便计算所模拟的透射率。对层压材料所计算的 $T_{vis-sim}$ 和 $T_{sol-sim}$ 列于表 2 中。使用这种层压材料程序,计算饰板(plaque)的 $T_{vis-sim}$ 和 $T_{sol-sim}$ 并且列于表 1 中。

[0135] 实施例 E1

[0136] 使用酞菁氢氧化铝(aluminum phthalocyanine hydroxide)(0.0020g,羟基(29H, 31H-酞菁根合)铝,CAS 18155-23-2,染料含量约 85%)的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0137] 对比试验 CE1

[0138] 使用酞菁四磺酸镍(II),四钠盐,(0.0021g, CAS 27835-99-0)的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0139] 实施例 E2

[0140] 使用酞菁氢氧化镓(III)(0.0021g, CAS 63371-84-6,染料含量约 75%)的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0141] 实施例 E3

[0142] 使用酞菁氢氧化镓(III)(0.0080g, CAS 63371-84-6,染料含量约 75%)的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷(4.00g)代替甲醇并且与聚乙烯醇缩丁醛一起添加附加量的二氯甲烷(10.83g)。

[0143] 实施例 E4

[0144] 使用酞菁锌(0.0020g, CAS 14320-04-8,染料含量约 97%)的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。10mil 薄膜,在室温下干燥过夜,在 90°C 在电热板加热 5min,然后在烘箱中加热到 75°C 达 0.50 小时。20mil 薄膜在烘箱中加热到 75°C 过夜,然后在电热板上在 80°C 加热 10min。

[0145] 对比试验 CE2

[0146] 使用绿颜料 7/Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的解聚集浓缩物 (0.0050g, 40wt% 绿颜料 7, 基于浓缩物的总重量) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。使 20mil 薄膜在室温下干燥过夜, 将其在烘箱中加热到 75℃ 过夜, 然后加热到 80℃ 达 10min。

[0147] 对比试验 CE3

[0148] 使用绿颜料 7/Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的解聚集浓缩物 (0.06g, 40wt% 绿颜料 7, 基于浓缩物的总重量) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。然而, 所用的 N,N-二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.00g, 6.00g 和 5.9460g。火焰处理聚酯薄膜, 然后用酞菁溶液涂布。

[0149] 对比试验 CE4

[0150] 两个 SentryGlas® Plus 乙烯 / 甲基丙烯酸共聚物薄板和实施例 3 的 20mil 涂布的聚酯薄膜, 在 72° F 温度和 23% 相对湿度, 调湿过夜。玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布薄膜 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件, 按次序由透明的退火浮法玻璃板层、第一调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层、实施例 3 的调湿的涂布薄膜、第二调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成 (各个层尺寸为 4 英寸 × 4 英寸 (10.2 厘米 × 10.2 厘米); 玻璃层 2.5mm 厚; SentryGlas® Plus 薄板 15mil (0.38 毫米) 厚), 根据标准层压程序进行层压。

[0151] 对比试验 CE5

[0152] 使用蓝色颜料 15:4/Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的解聚集浓缩物 (0.0050g, 40wt% 蓝色颜料 15:4, 基于浓缩物的总重量) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。在烘箱中加热后, 20mil 薄膜还在电热板上在 80℃ 加热 10min。

[0153] 对比试验 CE6

[0154] 使用蓝色颜料 15:4/Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的解聚集浓缩物 (0.061g, 40wt% 蓝色颜料 15:4, 基于浓缩物的总重量) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。然而, 所用的 N,N-二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.01g, 6.00g 和 5.9457g。火焰处理聚酯薄膜, 然后用酞菁溶液涂布。

[0155] 实施例 E5

[0156] 使用四 (4- 枯基苯氧基) 酞菁 (0.0080g, CAS 83484-76-8) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷 (4.02g) 代替甲醇。火焰处理聚酯薄膜, 然后用酞菁溶液涂布。

[0157] 实施例 E6

[0158] 使用酞菁锰 (II) (0.0202g, CAS 14325-24-7) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷 (4.02g) 代替甲醇。火焰处理聚酯薄膜, 然后用酞菁溶液涂布。

[0159] 实施例 E7

[0160] 使用酞菁锰 (II) (0.0081g, CAS 14325-24-7) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷 (4.04g) 代替甲醇。

[0161] 实施例 E8

[0162] 使用酞菁氯化锰 (III) (0.0080g, CAS 53432-32-9) 的标准溶液, 根据标准程序,

制备涂布的聚酯薄膜。

[0163] 实施例 E9

[0164] 使用酞菁氯化铝 (0.0161g, CAS 14154-42-8) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0165] 实施例 E10

[0166] 使用酞菁氯化铝 (0.0081g, CAS 14154-42-8) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷 (4.03g) 代替甲醇。

[0167] 实施例 E11

[0168] 使用 Pro-jet™ 800W, (0.0081g, Avecia) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0169] 实施例 E12

[0170] 使用 Pro-jet™ 800NP (0.0081g, Avecia) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0171] 实施例 E13

[0172] 使用 Excolor™ IR-10A (0.0080g, Nippon Shokubai Company, Osaka, Japan) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0173] 实施例 E14

[0174] 使用 Excolor™ IR-12 (0.0081g, Nippon Shokubai Company) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0175] 实施例 E15

[0176] 使用 Excolor™ IR-14, (0.0081g, Nippon Shokubai Company) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0177] 实施例 E16

[0178] 使用 Excolor™ TX-EX-906B, (0.0082g, Nippon Shokubai Company) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0179] 实施例 E17

[0180] 使用 Excolor™ TX-EX-910B, (0.0080g, Nippon Shokubai Company) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0181] 实施例 E18

[0182] 使用 OPM-868 (0.0081g, Toyo Ink Manufacturing Company, Tokyo, Japan) 的标准溶液, 根据标准程序, 制备涂布的聚酯薄膜。

[0183] 实施例 E19

[0184] 通过将 OPM-868 添加到等分的标准稳定溶液 (16.0893g) 来制备 OPM-868 (0.0160g, Toyo Ink Manufacturing Company) 溶液。OPM-868 溶解后, 添加聚乙烯醇缩丁醛 (3.9823g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0185] 使用 OPM-868 溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。

[0186] 实施例 E20

[0187] 使用描述于实施例 E19 中的程序, 制备涂布的聚酯薄膜, 区别在于聚酯薄膜经火

焰处理,然后涂布以酞菁溶液。

[0188] 实施例 E21

[0189] 使用 OPM-249 (0.0080g, Toyo Ink Manufacturing Company) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0190] 实施例 E22

[0191] 通过将 OPM-868 添加到等分标准稳定溶液 (16.0900g) 来制备 OPM-249 (0.0161g, Toyo Ink Manufacturing Company) 溶液。OPM-249 溶解后,添加聚乙烯醇缩丁醛 (3.9823g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0192] 使用 OPM-249 溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。

[0193] 实施例 E23

[0194] 使用描述于实施例 E22 中的程序,制备涂布的聚酯薄膜,区别在于聚酯薄膜经火焰处理,然后涂布以酞菁溶液。

[0195] 实施例 E24

[0196] SentryGlas® Plus 乙烯/甲基丙烯酸共聚物薄板和实施例 23 的 10mil 涂布的聚酯薄膜,在 72° F 温度和 23% 相对湿度,调湿过夜。玻璃/调湿的 SentryGlas® Plus 薄板/调湿的涂布薄膜/Tetlon® 薄膜 (DuPont)/玻璃预压组件,按次序由透明的退火浮法玻璃板层,调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层,实施例 23 的调湿的涂布薄膜 (其涂布表面与 SentryGlas® Plus 薄板接触),Teflon® 薄膜和第二透明的退火浮法玻璃板层组成 (各个层尺寸为 3 英寸 × 3 英寸 (7.6 厘米 × 7.6 厘米);玻璃层 3mm 厚;SentryGlas® Plus 薄板 30mil (75 毫米) 厚),根据标准层压程序进行层压。Teflon® 薄膜和第二玻璃层的除去提供了玻璃/调湿的 SentryGlas® Plus/调湿的涂布的聚酯薄膜层压材料。

[0197] 实施例 E25

[0198] SentryGlas® Plus 薄板和实施例 23 的 10mil 涂布的聚酯薄膜如实施例 E24 所述进行调湿并且使用描述于实施例 E24 中所述的程序用于制备绿玻璃/调湿的 SentryGlas® Plus/调湿的涂布的聚酯薄膜层压材料。唯一的区别在于使用 Solex™ 绿玻璃板代替第一透明的退火浮法玻璃板。

[0199] 实施例 E26

[0200] 使用 YKR-3080 (0.0081g, Yamamoto Chemicals, Inc., Osaka, Japan) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0201] 实施例 E27

[0202] 使用 YKR-3080 (0.0081g, Yamamoto Chemicals) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷 (4.03g) 代替甲醇。

[0203] 实施例 E28

[0204] 使用 YKR-3020 (0.0079g, Yamamoto Chemicals) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0205] 实施例 E29

[0206] 使用 YKR-3020 (0.0081g, Yamamoto Chemicals) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。使用二氯甲烷 (4.03g) 代替甲醇。

[0207] 实施例 E30

[0208] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁 (0.0060 克, CAS116453-73-7) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0209] 实施例 E31

[0210] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁 (0.0060 克, CAS116453-73-7) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。然而,所用的 N,N- 二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.01g、6.00g 和 5.9786g。火焰处理聚酯薄膜,然后用酞菁溶液涂布。

[0211] 实施例 E32

[0212] 通过将酞菁化合物添加到等分的标准稳定溶液 (16.0888g) 来制备 1,4,8,11,15, 18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁 (0.0060 克, CAS116453-73-7) 溶液。酞菁化合物溶解后,添加聚乙烯醇缩丁醛 (3.9036g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0213] 使用酞菁溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。

[0214] 实施例 E33

[0215] 通过将酞菁化合物添加到等分的标准稳定溶液 (24.1328g) 来制备 1,4,8,11,15, 18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁 (0.0090 克, CAS116453-73-7) 溶液。酞菁化合物溶解后,添加聚乙烯醇缩丁醛 (5.8557g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0216] 使用酞菁溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。火焰处理聚酯薄膜,然后用酞菁溶液涂布。

[0217] 实施例 E34

[0218] SentryGlas® Plus 薄板, Butacite® 聚乙烯醇缩丁醛薄板 (DuPont) 和实施例 E33 的涂布的 20mil 聚酯薄膜,在 72° F 温度和 23% 相对湿度,调湿过夜。玻璃 / 调湿的 Butacite® 薄板 / 调湿的涂布的聚酯薄膜 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件,按次序由透明的退火浮法玻璃板层、调湿的 Butacite® 薄板层、实施例 E33 的调湿的涂布的聚酯薄膜、调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成 (各个层尺寸为 2 英寸 × 4 英寸 (5.6 厘米 × 10.2 厘米);玻璃层 2.5mm 厚;Butacite® 薄板和 SentryGlas® Plus 薄板 15mil (0.38 毫米) 厚),根据标准层压程序进行层压。

[0219] 实施例 E35

[0220] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁铜 (II) (0.0080 克, CAS 107227-88-3) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0221] 实施例 E36

[0222] 通过将酞菁化合物添加到等分的标准稳定溶液 (16.0878g) 来制备 1,4,8,11,15, 18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁铜 (II) (0.0080 克, CAS107227-88-3) 溶液。酞菁化合物溶解后,添加聚乙烯醇缩丁醛 (3.9877g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0223] 使用酞菁溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。

[0224] 实施例 E37

[0225] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁铜 (II) (0.0020g, CAS 107227-88-3) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0226] 实施例 E38

[0227] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁铜 (II) (0.0020g, CAS 107227-88-3) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。然而,所用的 N,N- 二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.01g、6.00g 和 5.9780g。火焰处理聚酯薄膜,然后用酞菁溶液涂布。

[0228] 实施例 E39

[0229] 两个 SentryGlas® Plus 薄板和实施例 E38 的涂布的 20mil 薄膜,在 72° F 温度和 23% 相对湿度,调湿过夜。玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布的聚酯薄膜 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件,按次序由透明的退火浮法玻璃板层、第一调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层、实施例 E38 的调湿的涂布的聚酯薄膜、第二调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成 (各个层尺寸为 4 英寸 × 4 英寸 (10.2 厘米 × 10.2 厘米));玻璃层 2.5mm 厚;SentryGlas® Plus 薄板 15mil (0.38 毫米) 厚),根据标准层压程序进行层压。

[0230] 实施例 E40

[0231] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁镍 (II) (0.0020 克, CAS 155773-71-0) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。所得的薄膜,在室温下干燥过夜,在电热板上加热到 90°C 达 10min,然后在烘箱中在 75°C 加热 0.50 小时。

[0232] 实施例 E41

[0233] 通过将酞菁化合物添加到等分的标准稳定溶液 (16.0090g) 来制备 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁镍 (II) (0.0080 克, CAS 155773-71-0) 溶液。酞菁化合物溶解后,添加聚乙烯醇缩丁醛 (3.9025g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0234] 使用酞菁溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。

[0235] 实施例 E42

[0236] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁镍 (II) (0.0020 克, CAS 155773-71-0) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。

[0237] 然而,所用的 N,N- 二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.00g、6.00g 和 5.9785g。火焰处理聚酯薄膜,然后用酞菁溶液涂布。所得的薄膜,在室温下干燥过夜,在电热板上加热到 90°C 达 10min,然后在烘箱中在 75°C 加热 0.50 小时。

[0238] 对比试验 CE8

[0239] SentryGlas® Plus 薄板和未涂布的聚 (对苯二甲酸乙二酯) 薄膜,如实施例 E24 所述进行调湿,并且用于使用描述于实施例 E24 中的程序来制备玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的未涂布的聚酯薄膜层压材料。

[0240] 实施例 E43

[0241] SentryGlas® Plus 薄板和实施例 E42 的涂布的聚酯 20mil 薄膜,如实施例 E24 所述进行调湿并且用于使用描述于实施例 E24 中的程序来制备玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布的聚酯薄膜层压材料。

[0242] 实施例 E44

[0243] 三个 SentryGlas® Plus 薄板和实施例 E33 和 E42 的涂布的 10mil 聚酯薄膜, 在 72° F 温度和 23 % 相对湿度, 调湿过夜。玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布的聚酯薄膜 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布的聚酯薄膜 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件, 按次序由透明的退火浮法玻璃板层、第一调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层、实施例 E33 的调湿的涂布的聚酯薄膜、第二调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层、实施例 E42 的调湿的涂布的聚酯薄膜、第三调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成 (各个层尺寸为 4 英寸 × 4 英寸 (10.2 厘米 × 10.2 厘米); 玻璃层 2.5mm 厚; SentryGlas® Plus 薄板 15mil (0.38 毫米) 厚), 根据标准层压程序进行层压。

[0244] 对比试验 CE9

[0245] 在 Brabender Plasti-Corder™ PL2000 (C. W. Brabender Instruments, Inc., South Hackensack, NJ) 中混合聚 (乙烯 - 共聚 - 甲基丙烯酸) (50g, 19wt % 甲基丙烯酸、熔体指数 2.6g/10min) 和酞菁铜 (II) (0.01g)。Brabender Plasti-Corder™ PL2000 被预热到 150°C, 以 40rpm 的螺杆速度熔融聚合物。在 150°C 混配混合物 0.5 小时, 所得产品被收集、冷却和压成饰板, 尺寸为 2.5 英寸 × 6 英寸 (64mm × 152mm), 厚度为 1.65mm 和 1.68mm。压机设置在 150°C 的温度和 1000psi 的压力。

[0246] 对比试验 CE10

[0247] 玻璃 / 饰板 / 玻璃预压组件, 按次序由透明的退火浮法玻璃板层、对比试验 CE9 的 1.65mm 厚饰板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成 (各个层尺寸为 2.5 英寸 × 6 英寸 (6.4 厘米 × 15.2 厘米); 玻璃层 2.5mm 厚), 根据标准层压程序进行层压。

[0248] 对比试验 CE11

[0249] 使用对比试验 CE10 中所述的程序, 使用对比试验 CE9A 的 1.68mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0250] 实施例 E45

[0251] 使用聚 (乙烯 - 共聚 - 甲基丙烯酸) (100g, 19wt % 甲基丙烯酸、熔体指数 2.6g/10min) 和 1,4,8,11,15,18,22,25- 八 丁 氧 基 -29H,31H- 酞 菁 (0.01g、CAS 116453-73-7) 的混合物, 根据对比试验 CE9 的程序, 制备饰板。饰板的厚度为 1.65mm-0.84mm。

[0252] 实施例 E46

[0253] 使用对比试验 CE10 中所述的程序, 使用实施例 E45 的 1.65mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0254] 实施例 E47

[0255] 使用对比试验 CE10 中所述的程序, 使用实施例 E45 的 1.63mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0256] 实施例 E48

[0257] 使用对比试验 CE10 中所述的程序, 使用实施例 E45 的 0.94mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0258] 实施例 E49

[0259] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 E45 的 0.89mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0260] 实施例 E50

[0261] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 E45 的 0.84mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0262] 实施例 E51

[0263] 复制实施例 E50 的层压材料。

[0264] 实施例 E52

[0265] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 E45 的 0.84mm 厚饰板来制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0266] 实施例 E53

[0267] 绿玻璃 / 饰板 / 聚酯薄膜 / Teflon® 薄膜 / 玻璃预压组件,按次序由 Solex™ 绿玻璃板层、实施例 E45 的 0.86mm 厚饰板层、双轴取向的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜、Teflon® 薄膜和透明的退火浮法玻璃板层组成(各个层尺寸为 2.5 英寸 × 6 英寸 (6.4 厘米 × 15.2 厘米);绿玻璃层 3.1mm 厚度;透明玻璃层 2.5mm 厚度),根据标准层压程序进行层压。Teflon® 薄膜和第二玻璃层的除去提供了玻璃 / 饰板 / 聚酯薄膜层压材料。

[0268] 实施例 E54

[0269] 使用聚(乙烯-共聚-甲基丙烯酸)(100g,19wt% 甲基丙烯酸,熔体指数 2.6g/10min)、Tinuvin® 328(0.08g,Ciba Specialty Chemicals)和 1,4,8,11,15,18,22,25-八丁氧基-29H,31H-酞菁(0.01g,CAS 116453-73-7)的混合物,根据对比试验 CE9 的程序,制备饰板。唯一的区别在于 Carver 熔融压机设置在 130℃ 的温度下。饰板的厚度为 1.63mm-0.89mm。

[0270] 实施例 E55

[0271] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 54 的 0.89mm 厚饰板来准备制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0272] 实施例 E56

[0273] 复制实施例 E55 的层压材料。

[0274] 实施例 E57

[0275] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 54 的 1.68mm 厚饰板来准备制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0276] 实施例 E58

[0277] 复制实施例 E55 的层压材料。

[0278] 实施例 E59

[0279] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 54 的 1.55mm 厚饰板来准备制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0280] 实施例 E60

[0281] 使用对比试验 CE10 中所述的程序,使用实施例 54 的 1.63mm 厚饰板来准备制备玻璃 / 饰板 / 玻璃层压材料。

[0282] 实施例 E61

[0283] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁镍 (II) (0.0120g, CAS 155773-71-0) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。然而,所用的 N, N- 二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.00g、6.01g 和 5.9841g。涂布两个 20mil 聚酯薄膜。一个薄膜是未经处理的,另一个经火焰处理,然后涂布以酞菁溶液。

[0284] 实施例 E62

[0285] 通过将金属酞菁添加到等分的标准稳定溶液 (16.0887g) 来制备 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁铜 (II) (0.0122g, CAS107227-88-3) 溶液。在金属酞菁溶解后,添加聚乙烯醇缩丁醛 (3.9009g, Mowital™ B30T) 并且在室温下搅拌该混合物直到聚乙烯醇缩丁醛被溶解。

[0286] 使用金属酞菁溶液根据标准程序制备涂布的聚酯薄膜。在用金属酞菁溶液涂布前,聚酯薄膜以聚(烯丙胺)底漆打底。

[0287] 实施例 E63

[0288] 使用 1,4,8,11,15,18,22,25- 八丁氧基 -29H,31H- 酞菁镍 (II) (0.0123g, CAS 155773-71-0) 的标准溶液,根据标准程序,制备涂布的聚酯薄膜。然而,所用的 N, N- 二甲基甲酰胺、甲醇和 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛的量分别是 18.01g、6.01g 和 5.9905g。涂布两个 20mil 聚酯薄膜。一个薄膜是未经处理的,另一个经火焰处理,然后涂布以酞菁溶液。在用金属酞菁溶液涂布前,聚酯薄膜以聚(烯丙胺)底漆打底。

[0289] 实施例 E64

[0290] 通过向二氯甲烷 (4.00 克) 中添加酞菁化合物和在室温下混合,制备 2,3- 萘酞菁 (0.0081 克, CAS 23627-89-6,染料含量大约 95%) 的混合物。向该混合物中添加 N, N- 二甲基甲酰胺 (12.00 克)。除去少量的不溶残渣。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛 (3.9982 克),混合所得的混合物,直到在室温下形成溶液。

[0291] 使用酞菁化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0292] 实施例 E65

[0293] 根据标准转印程序,将实施例 E64 的涂布的 10mil 薄膜转印到 SentryGlas® Plus 薄板上。

[0294] 转印的 SentryGlas® Plus 薄板和 SentryGlas® Plus 薄板,在 72° F 温度和 23% 相对湿度,调湿过夜。玻璃 / 调湿的转印的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件,按次序由透明的退火浮法玻璃板层、调湿的转印的 SentryGlas® Plus 薄板层、调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层(其中转印的 SentryGlas® Plus 薄板的涂布表面与 SentryGlas® Plus 薄板的表面接触)和第二透明的退火浮法玻璃板层组成(各个层尺寸为 2 英寸 × 2 英寸 (5.1 厘米 × 5.1 厘米);玻璃层 2.3mm 厚;SentryGlas® Plus 薄板 30mil (0.76 毫米) 厚),根据标准层压程序进行层压。

[0295] 实施例 E66

[0296] 两个 SentryGlas® Plus 薄板和实施例 E64 中制备的涂布的 20mil 聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜,在 72° F 温度和 23% 相对湿度,调湿过夜。玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件,按次序由透明的退火浮法玻璃板层、第一调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层、实施例

E64 的调湿的涂布的聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜、第二调湿的 SentryGlas® Plus 薄板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成（各个层尺寸为 2 英寸 × 2 英寸（5.1 厘米 × 5.1 厘米）；玻璃层 2.3mm 厚；SentryGlas® Plus 薄板 60mil（1.52mm）厚），根据标准层压程序进行层压。

[0297] 实施例 E67

[0298] 通过向二氯甲烷（4.02 克）中添加萘酞菁化合物和在室温下混合，制备 2,3-萘酞菁（0.0080 克，CAS 23627-89-6，染料含量大约 95%）的混合物。等分（16.0955 克）的标准稳定溶液被添加到混合物。除去少量的不溶残渣。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛（3.9287 克），混合所得的混合物，直到在室温下形成溶液。

[0299] 使用萘酞菁化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜。

[0300] 实施例 E68

[0301] 根据标准转印程序，将实施例 E67 的涂布的 10mil 薄膜转印到 SentryGlas® Plus 聚乙烯醇缩丁醛薄板上。转印的 SentryGlas® Plus 薄板，在 72° F 温度和 23% 相对湿度，调湿过夜。玻璃 / 调湿的转印的 SentryGlas® Plus 薄板 / 玻璃预压组件，按次序由透明的退火浮法玻璃板层、调湿的转印的 SentryGlas® Plus 薄板层和第二透明的退火浮法玻璃板层组成（各个层尺寸为 2 英寸 × 2 英寸（5.1 厘米 × 5.1 厘米）；玻璃层 2.3mm 厚；SentryGlas® Plus 薄板 60mil（1.52mm）厚），根据标准层压程序进行层压。

[0302] 实施例 E69

[0303] SentryGlas® Plus 薄板和实施例 E67 的涂布的 20mil 聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜如实施例 E24 所述进行调湿并且使用描述于实施例 E24 中的程序用来制备玻璃 / 调湿的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的涂布的聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜层压材料。唯一的区别在于各个层尺寸为 2 英寸 × 2 英寸（5.1 厘米 × 5.1 厘米），玻璃层是 2.3mm 厚和 SentryGlas® Plus 薄板是 60mil（1.52mm）厚。

[0304] 实施例 E70

[0305] 通过向二氯甲烷（16.00 克）中添加萘酞菁化合物并且在室温下混合，制备 5,9,14,18,23,27,32,36-八丁氧基-2,3-萘酞菁镍（II）（0.0080 克，CAS155773-70-9，染料含量大约 98%）溶液。向所得的溶液中，添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛（3.9929 克）和二氯甲烷（5.17 克）。在薄膜浇铸前 0.50 小时，附加量的二氯甲烷（4.15 克），被添加到溶液中，并且在室温下混合所得的溶液直到浇铸。

[0306] 使用萘酞菁化合物溶液，根据标准程序，制备 10mil 涂布的聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜。

[0307] 实施例 E71

[0308] 根据标准转印程序，将实施例 E70 的涂布的 10mil 薄膜转印到 SentryGlas® Plus 聚乙烯醇缩丁醛薄板上。转印的 SentryGlas® Plus 薄板和未涂布的聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜如实施例 E24 所述进行调湿并且使用描述于实施例 E24 中的程序来制备玻璃 / 调湿的转印的 SentryGlas® Plus 薄板 / 调湿的聚（对苯二甲酸乙二酯）薄膜层压材料。唯一的区别在于各个层尺寸为 2 英寸 × 2 英寸（5.1 厘米 × 5.1 厘米），玻璃层是 2.3mm 厚和 SentryGlas® Plus 薄板是 60mil（1.52mm）厚。

[0309] 实施例 E72

[0310] SentryGlas® Plus 薄板和实施例 E70 中制备的 10mil 涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜如实施例 E24 所述进行调湿并且使用描述于实施例 E24 中的程序用来制备绿玻璃/调湿的 Butacite®/双轴取向的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜层压材料。唯一的区别在于使用 Sollex™ 绿玻璃板代替第一透明的退火浮法玻璃板,各个层尺寸为 2 英寸×2 英寸(5.1 厘米×5.1 厘米),退火浮法玻璃层是 2.3mm 厚并且 SentryGlas® Plus 薄板是 60mil(1.52mm)厚。

[0311] 实施例 E73

[0312] 通过向 N,N-二甲基甲酰胺(12.00 克)和甲醇(4.00 克)的混合物添加萘酞菁化合物并且在室温下混合直到溶解,制备硅 2,3-萘酞菁双(三己基甲硅烷基氧化物)(0.0081 克, CAS 92396-88-8)的溶液。除去少量的不溶残渣。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛(3.9904 克),混合所得的混合物,直到在室温下形成溶液。

[0313] 使用萘酞菁化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0314] 实施例 E74

[0315] 通过向二氯甲烷(4.00 克)添加萘酞菁化合物并且在室温下混合,制备硅 2,3-萘酞菁双(三己基甲硅烷基氧化物)(0.0080 克, CAS 92396-88-8)的溶液。向该溶液中添加 N,N-二甲基甲酰胺(12.01 克)并且在室温下混合。除去少量的不溶残渣。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛(3.9904 克),混合所得的混合物,直到在室温下形成溶液。

[0316] 使用萘酞菁化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0317] 实施例 E75

[0318] 通过向 N,N-二甲基甲酰胺(12.01 克)和甲醇(4.01 克)的混合物添加萘酞菁化合物并且在室温下混合直到溶解,制备硅 2,3-萘酞菁二辛基氧化物(0.0081 克, CAS 92941-50-9)的溶液。除去少量的不溶残渣。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛(3.9940 克),混合所得的混合物,直到在室温下形成溶液。

[0319] 使用萘酞菁化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0320] 实施例 E76

[0321] 通过向二氯甲烷(4.13 克)中添加萘酞菁化合物并且在室温下混合,制备硅 2,3-萘酞菁二辛基氧化物(0.0080 克, CAS 92941-50-9)的混合物。向该混合物中添加 N,N-二甲基甲酰胺(12.02 克)并且在室温下混合。除去少量的不溶残渣。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛(3.9976 克),混合所得的混合物,直到在室温下形成溶液。

[0322] 使用萘酞菁化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0323] 实施例 E77

[0324] 通过向 N,N-二甲基甲酰胺(12.0162 克)和甲醇(4.0230 克)的溶液中添加 Lumogen® IR 788(0.0022 克, BASF Corporation)并且在室温下混合直到 Lumogen® IR 788 溶解,制备萘嵌苯化合物溶液。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛(3.9934 克),混合所得的混合物,直到在室温下形成溶液。

[0325] 使用萘嵌苯化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0326] 实施例 E78

[0327] 通过向 16.0898 克的标准稳定溶液中添加 Lumogen® IR 765 (0.0021 克, BASF Corporation) 并且在室温下混合直到 Lumogen® IR 788 溶解, 制备蒽嵌苯化合物溶液。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛 (3.9991 克), 混合所得的混合物, 直到在室温下形成溶液。

[0328] 使用蒽嵌苯化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0329] 实施例 E79

[0330] 通过向 N, N-二甲基甲酰胺 (12.0042 克) 和甲醇 (4.0266 克) 的溶液中添加 Lumogen® IR 765 (0.0011 克) 和 Lumogen® IR 788 (0.0010 克) 并且在室温下混合直到 Lumogen® IR 765 和 Lumogen® IR 788 溶解, 制备蒽嵌苯化合物溶液。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛 (3.9942 克), 混合所得的混合物, 直到在室温下形成溶液。

[0331] 使用蒽嵌苯化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0332] 实施例 E80

[0333] 通过向 16.0886 克的标准稳定溶液中添加 Lumogen® IR 765 (0.0021 克, BASF Corporation) 并且在室温下混合直到 Lumogen® IR 788 溶解, 制备蒽嵌苯化合物溶液。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛 (3.9939 克), 混合所得的混合物, 直到在室温下形成溶液。

[0334] 使用蒽嵌苯化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0335] 实施例 E81

[0336] 通过向 N, N-二甲基甲酰胺 (12.0112 克) 和甲醇 (4.0131 克) 的溶液中添加 Lumogen® IR 765 (0.0011 克) 和 Lumogen® IR 788 (0.0012 克) 并且在室温下混合直到 Lumogen® IR 765 和 Lumogen® IR 788 溶解, 制备蒽嵌苯化合物溶液。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛 (3.9988 克), 混合所得的混合物, 直到在室温下形成溶液。

[0337] 使用蒽嵌苯化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0338] 实施例 E82

[0339] 通过向 N, N-二甲基甲酰胺 (12.0101 克) 和甲醇 (4.0013 克) 的溶液中添加 Lumogen® IR 765 (0.0015 克) 和 Lumogen® IR 788 (0.0013 克) 并且在室温下混合直到 Lumogen® IR 765 和 Lumogen® IR 788 溶解, 制备蒽嵌苯化合物溶液。向所得溶液中添加 Mowital™ B30T 聚乙烯醇缩丁醛 (3.9927 克), 混合所得的混合物, 直到在室温下形成溶液。

[0340] 使用蒽嵌苯化合物溶液根据标准程序制备涂布的聚(对苯二甲酸乙二酯)薄膜。

[0341] 表 1

[0342] 薄膜数据

[0343]

因子	刮涂厚度, mil	因子	T _{vis}	T _{sol}
E1	10	1	0.741	0.550
CE1	20	1	0.753	0.630
E2	10	4	0.751	0.557

E3	20	1	0.752	0.564
E4	10	2	0.763	0.565
CE2	20	1	0.770	0.584
CE3	10	1	0.643	0.630
CE3	20	1	0.643	0.619
CE5	10	1	0.746	0.584
CE6	10	1	0.475	0.574
CE6	20	1	0.318	0.461
E5	20	1	0.597	0.501
E6	20	1	0.739	0.564
E7	20	2	0.768	0.566
E8	20	2	0.753	0.547
E9	10	1	0.465	0.430
E10	10	1	0.611	0.491
E11	10	1	0.763	0.562
E12	10	1	0.753	0.535
E13	20	1	0.695	0.485
E14	20	1	0.637	0.455
E15	10	1	0.733	0.526
E16	10	1	0.710	0.517
E17	10	1	0.711	0.525
E18	10	3	0.678	0.438
E18(B)	10	3	0.718	0.530
E19	10	2	0.664	0.438

E19(B)	10	2	0.704	0.530
--------	----	---	-------	-------

[0344]

因子	刮涂厚度, mil	因子	T_{vis}	T_{sol}
E21	20	1	0.719	0.467
E21(B)	20	1	0.762	0.565
E22	10	1	0.703	0.458
E22(B)	10	1	0.744	0.554
E26	20	2	0.683	0.479
E27	10	1	0.709	0.496
E28	10	2	0.737	0.510
E28(B)	10	2	0.782	0.614
E29	20	1	0.688	0.450
E29(B)	20	1	0.729	0.544
E30	20	1	0.744	0.454
E30(B)	20	1	0.789	0.549
E31	10	1	0.837	0.727
E31(B)	10	1	0.888	0.880
E31	20	1	0.794	0.644
E31(B)	20	1	0.860	0.780
E32	20	1	0.753	0.477
E32(B)	20	1	0.798	0.577
E33	10	1	0.846	0.737
E33(B)	10	1	0.897	0.892
E33	20	1	0.774	0.612

E33 (B)	20	1	0.821	0.741
E35	10	2	0.708	0.451
E35 (B)	10	2	0.751	0.546
E36	10	1	0.732	0.486
E36 (B)	10	1	0.776	0.588
E37	10	4	0.739	0.494
E37 (B)	10	4	0.784	0.598
E38	10	1	0.811	0.685
E38 (B)	10	1	0.860	0.829

[0345]

因子	刮涂厚度, mil	因子	T _{vis}	T _{sol}
E38	20	1	0.727	0.590
E38 (B)	20	1	0.771	0.714
E40	20	2	0.754	0.484
E40 (B)	20	2	0.799	0.586
E41	10	2	0.765	0.519
E41 (B)	10	2	0.811	0.628
E42	10	1	0.874	0.788
E42	20	1	0.860	0.771
CE9	1.65mm 饰板	1	0.600	0.560
CE9	1.68mm 饰板	1	0.682	0.542
E45	1.65mm 饰板	1	0.800	0.685
E45	0.94mm 饰板	1	0.865	0.779
E45	0.84mm 饰板	1	0.873	0.790

E45	0.86mm 饰板	1	0.871	0.793
E54	0.89mm 饰板	1	0.839	0.736
E54	1.68mm 饰板	1	0.764	0.616
E54	1.55mm 饰板	1	0.783	0.651
E61	20	1	0.800	0.545
E61 (B)	20	1	0.848	0.659
E61	20	1	0.804	0.559
E61 (B)	20	1	0.852	0.676
E62	20	1	0.723	0.463
E62 (B)	20	1	0.767	0.560
E63	10	1	0.816	0.575
E63 (B)	10	1	0.865	0.696
E63	20	1	0.817	0.577
E63 (B)	20	1	0.866	0.698
E64	10	1	0.699	0.480
E64 (B)	10	1	0.740	0.581
E67	10	1	0.719	0.486

[0346]

因子	刮涂厚度, mil	因子	T_{vis}	T_{sol}
E67 (B)	10	1	0.763	0.588
E70	10	1	0.733	0.487
E70 (B)	10	1	0.777	0.589
E73	20	5	0.741	0.487
E73 (B)	20	5	0.786	0.589

E74	20	3	0.759	0.497
E74(B)	20	3	0.805	0.602
E75	20	3	0.725	0.526
E75(B)	20	3	0.769	0.637
E76	20	3	0.752	0.505
E76(B)	20	3	0.797	0.610
E77	10	1	0.811	0.593
E77(B)	10	1	0.860	0.718
E77	20	1	0.809	0.566
E77(B)	20	1	0.858	0.685
E78	10	1	0.798	0.568
E78(B)	10	1	0.846	0.687
E78	20	1	0.791	0.575
E78(B)	20	1	0.839	0.696
E79	10	1	0.818	0.532
E79(B)	10	1	0.867	0.644
E79	20	1	0.802	0.546
E79(B)	20	1	0.850	0.661
E80	10	1	0.814	0.571
E80(B)	10	1	0.863	0.691
E80	20	1	0.808	0.586
E80(B)	20	1	0.857	0.709
E81	10	1	0.823	0.598
E81(B)	10	1	0.873	0.724

E81	20	1	0.778	0.524
-----	----	---	-------	-------

[0347]

因子	刮涂厚度, mil	因子	T _{vis}	T _{sol}
E81 (B)	20	1	0.825	0.634
E82	10	1	0.779	0.538
E82 (B)	10	1	0.826	0.651
E82	20	1	0.761	0.477
E82 (B)	20	1	0.807	0.577

[0348] *注:没有任何注释的样品号指明了其阳光控制性能是根据模拟方法 A 计算的薄膜。包含注释“(B)”的样品号是指其阳光控制性能是根据模拟方法 B 计算的薄膜。

[0349] 表 2

[0350] 层压材料数据

[0351]

层压材料样品编号	薄膜样品编号*	T _{vis}	T _{sol}
CE4	CE3b	0.501	0.452
E24	E23a	0.747	0.619
E25	E23a	0.692	0.435
E34	E33b	0.755	0.535
CE7		0.750	0.864
E39	E38b	0.696	0.506
CE8		0.888	0.834
E43	E42b	0.824	0.692
E44	E33a/E42a	0.787	0.598
CE10	CE9 (1.65mm)	0.596	0.496
CE11	CE9 (1.68mm)	0.587	0.484

E46	E45(1.65mm)	0.795	0.596
E47	E45(1.63mm)	0.787	0.591
E48	E45(0.94mm)	0.817	0.662
E49	E45(0.89mm)	0.837	0.681
E50	E45(0.84mm)	0.826	0.657
E51	E45(0.84mm)	0.833	0.680

[0352]

层压材料样品编号	薄膜样品编号 [*]	T _{vis}	T _{sol}
E52	E45(0.86mm)	0.832	0.710
E53	E45(0.86mm)	0.779	0.528
E55	E54(0.89mm)	0.804	0.635
E56	E54(0.89mm)	0.796	0.623
E57	E54(1.68mm)	0.721	0.514
E58	E54(1.68mm)	0.735	0.534
E59	E54(1.55mm)	0.749	0.556
E60	E54(1.63mm)	0.755	0.573
E65	E64a	0.760	0.595
E66	E64b	0.643	0.447
E68	E67a	0.794	0.629
E69	E67b	0.694	0.547
E71	E70a	0.806	0.653
E72	E70a	0.742	0.517

[0353] *注：“a”是指 10mil 的刮涂厚度；“b”是指 20mil 的刮涂厚度；在相关情况中，在圆括号中给出了饰板厚度。

[0354] 虽然在上文中已经描述了并且具体地举例说明本发明的某些优选的实施方案，但

是不意图将本发明局限于这些实施方案。在不背离如以下权利要求中所阐述的本发明的范围和精神的情况下可以进行各种改变。