



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105122333 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 02

(21) 申请号 201380067900. 1

(22) 申请日 2013. 11. 21

(30) 优先权数据

13/685, 149 2012. 11. 26 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 06. 24

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2013/071119 2013. 11. 21

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/081904 EN 2014. 05. 30

(71) 申请人 康宁股份有限公司

地址 美国纽约州

(72) 发明人 W·P·安迪葛 M·J·贝内特

M·P·卡森 J·S·戴维斯

M·H·戈勒尔 B·Z·汉森

T·L·蒂蒙斯

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100

代理人 陈哲锋 项丹

(51) Int. Cl.

G09F 9/00(2006. 01)

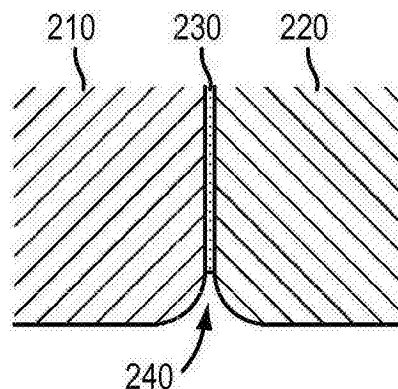
权利要求书3页 说明书11页 附图8页

(54) 发明名称

用于接合锆石基片的方法

(57) 摘要

本文披露了用于在不使用粘结剂的情况下接合耐火基片例如锆石基片的方法。示例方法包括 (a) 提供多个耐火组件, 各组件具有至少一个待接合的表面, (b) 抛光各待接合的表面到 200nm 或更细的表面粗糙度 ( $R_a$ ), (c) 使待接合的表面接触以形成未接合的耐火基片, (d) 烧制未接合的耐火基片, 和 (e) 在烧制的过程中使待接合的表面经受压缩力。本文还披露了用于制备耐火成形体的方法。



1. 一种用于把多个耐火组件接合在一起的方法，所述多个耐火组件各自具有至少一个待接合的表面，所述方法包括：

- (a) 把各待接合的表面抛光到 200nm 或更细的表面粗糙度  $R_a$ ；
- (b) 使待接合的表面直接接触以形成未接合的耐火基片；
- (c) 烧制所述未接合的耐火基片；
- (d) 在烧制的过程中使待接合的表面经受压缩力；和

其中把未接合的耐火基片在一温度下进行一段时间的烧制，所述温度和时间足以烧结耐火组件和在表面处实现接合。

2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述耐火组件选自下组：锆石组件、氧化铝组件和熔凝浇铸氧化锆组件。

3. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，把待接合的表面抛光到 100nm 或更细的表面粗糙度  $R_a$ 。

4. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，磨制、研磨和 / 或抛光所述待接合的表面，从而待接合的表面基本上相互互补。

5. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述耐火组件具有待接合的互锁表面。

6. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，沿着垂直于待接合的表面的方向施加压缩力。

7. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，把至少第一耐火组件和第二耐火组件接合在一起，第一和第二耐火组件分别具有含待接合的表面的近端以及与该近端相反的远端；

把第一耐火组件的近端置于第二耐火组件近端的垂直上方从而使待接合的表面进行直接接触；

任选地，一个或多个第三耐火组件，该第三耐火组件分别具有含待接合的表面的两个近端，其置于第一和第二耐火组件之间从而使待接合的表面进行直接接触；和

把压缩力至少施加到第一耐火组件的远端。

8. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，把至少第一耐火组件和第二耐火组件接合在一起，第一和第二耐火组件分别具有含待接合的表面的近端以及与该近端相反的远端；

第一耐火组件的近端和第二耐火组件的近端以端部 - 对 - 端部的方式水平地设置从而使待接合的表面进行直接接触；

任选地，一个或多个分别具有两个含待接合的表面的近端的第三耐火组件，其置于第一和第二耐火组件之间从而使待接合的表面进行直接接触；和

其中把压缩力至少施加到第一和第二耐火组件的远端。

9. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述未接合的耐火基片在至少 1200℃ 的温度下进行烧制。

10. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，把所述未接合的耐火基片烧制至少 12 小时的时间。

11. 一种用于把多个锆石组件接合在一起的方法，所述多个锆石组件各自分别具有至少一个待接合的表面，所述方法包括：

- (a) 把各待接合的表面抛光到 200nm 或更细的表面粗糙度  $R_a$ ；
- (b) 使待接合的表面直接接触以形成未接合的锆石基片；

(c) 烧制所述未接合的锆石基片；

(d) 在烧制过程中使待接合的表面经受压缩力；和

其中把未接合的锆石基片在一温度下烧制一段时间，所述温度和时间足以烧结锆石组件和在表面处实现接合。

12. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，把待接合的表面抛光到 100nm 或更细的表面粗糙度  $R_a$ 。

13. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，磨制、研磨和 / 或抛光所述待接合的表面，从而待接合的表面基本上相互互补。

14. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，所述锆石组件具有待接合的互锁表面。

15. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，沿着垂直于待接合的表面的方向施加压缩力。

16. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，至少把第一锆石组件和第二锆石组件接合在一起，第一和第二锆石组件分别具有含待接合的表面的近端以及与该近端相反的远端；

把第一锆石组件的近端置于第二锆石组件近端的垂直上方从而使待接合的表面进行直接接触；

任选地，一个或多个分别具有含待接合的表面的两个近端的第三锆石组件，其置于第一和第二锆石组件之间从而使待接合的表面进行直接接触；和

把压缩力至少施加到第一锆石组件的远端。

17. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，把至少第一锆石组件和第二锆石组件接合在一起，第一和第二锆石组件分别具有含待接合的表面的近端以及与该近端相反的远端；

第一锆石组件的近端和第二锆石组件的近端以端部 - 对 - 端部的方式水平地设置从而使待接合的表面进行直接接触；

任选地，一个或多个分别具有含待接合的表面的两个近端的第三锆石组件，其置于第一和第二锆石组件之间从而使待接合的表面进行直接接触；和

把压缩力至少施加到第一和第二锆石组件的远端。

18. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，所述未接合的锆石基片在至少 1500°C 的温度下进行烧制。

19. 如权利要求 11 所述的方法，其特征在于，把所述未接合的锆石基片烧制至少 12 小时的时间。

20. 一种制备耐火成形体的方法，所述方法包括：

(a) 通过把多个耐火组件接合在一起制备耐火基片，所述多个耐火组件分别具有至少一个待接合的表面，其中所述接合包括：

(i) 把各待接合的表面抛光到 200nm 或更细的表面粗糙度  $R_a$ ；

(ii) 使待接合的表面直接接触以形成未接合的耐火基片；

(iii) 烧制所述未接合的耐火基片；和

(iv) 在烧制的过程中使待接合的表面经受压缩力；

其中把未接合的耐火基片在一温度下烧制一段时间，所述温度和时间足以烧结耐火组

件和在表面处实现接合；

(b) 把耐火基片加工成所需的形状和尺寸以形成耐火成形体；和其中所述耐火组件选自锆石组件和氧化铝组件。

## 用于接合锆石基片的方法

### [0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求 2012 年 11 月 26 日提交的美国专利申请号 13/685,149 的优先权,其全文通过引用结合入本文。

### 发明领域

[0003] 本发明总体涉及用于在不使用粘结剂的情况下把耐火组件接合在一起以形成较大耐火基片的方法。耐火基片可用于制备制造高精密玻璃基片例如液晶显示器 (LCD) 和等离子体显示器时的熔合下拉法中的耐火成形体。

### [0004] 背景

[0005] 目前市售的高性能显示器设备,例如液晶和等离子体显示器,通常使用两块精密玻璃板,一块用作电子电路组件的基片,另一片用作滤色器 (color filter) 的基片。用于制备这种高质量玻璃基片的领先技术是溢流熔合下拉法,其由康宁有限公司 (Corning Incorporated) 开发,并如例如美国专利号 3,338,696 和 3,682,609 所述。

[0006] 熔合下拉法通常利用成形体,该成形体包括含两个上部凹槽壁和凹槽底部的上部凹槽部分以及具有楔状横截面且两个主侧面向下倾斜并在根部连接的下部部分。上部凹槽壁和下部部分的主侧面形成在根部连接的两个连续的成形表面。操作时,在上部凹槽中填充熔融的玻璃,并允许熔融的玻璃从凹槽的顶部表面 (或堰) 沿着两个成形表面向下溢流,最后在根部汇聚以形成统一玻璃带,该玻璃带具有没有接触成形体表面的两个原始的外部表面。向下拉制玻璃带并冷却,以形成具有所需厚度和原始表面质量的弹性玻璃板。

[0007] 消费者对尺寸和图像质量要求不断提高的高性能显示器的要求就用于生产大的原始玻璃板所用的制造工艺提出了挑战。玻璃基片越大,成形体必须更大以制造基片。通常,成形体通过冷等静压制单一、一体型块体耐火材料例如锆石来形成。能理解,需要较大的等静压压力来从一体型耐火材料制备较大成形体。但是,当考虑生坯耐火材料在烧制时的收缩导致的尺寸减小和后续的用于制备成形体而对耐火基片进行的机械加工时,随着所需的成形体的尺寸增加,所要求的等静压制机的尺寸可变得显著更大。在这么大的等静压制机上的高的资金投入可能是成本上不划算的,特别是对于较大玻璃基片例如 Gen-10 (2850x3050mm) 和更大尺寸的玻璃基片而言。

[0008] 因此,工业上需要用于制备较大耐火基片的有效和成本有效的方法,可从该耐火基片加工较大成形体。美国专利号 7,988,804 提出用于制造较大锆石块的方法,包括使用粘结剂把几块较小锆石组件接合在一起。但是,虽然这些方法在工业上取得了显著的进步,但这种方法仍然有一些不足例如降低的强度、不兼容、腐蚀和形成斑纹 (streaking) 问题。本文所述的方法可提供较大耐火基片且没有上述不足。

### [0009] 概述

[0010] 在各种实施方式中,本发明涉及通过在不使用粘结剂的情况下把几个耐火组件接合在一起用于制备大耐火基片例如锆石基片的方法。根据一种实施方式,通过把多个锆石组件接合在一起形成锆石基片,各组件具有至少一个待接合的表面,所述方法包括 (a)

抛光各待接合的表面到 200nm 或更细的表面粗糙度 ( $R_a$ ), (b) 使待接合的表面直接接触以形成未接合的锆石基片, (c) 烧制该未接合的锆石基片, 和 (d) 在烧制的过程中使待接合的表面经受压缩力。在一些实施方式中, 把未接合的锆石基片在一温度下烧制一段时间, 所述温度和时间足以烧结锆石组件和在表面处实现接合。

[0011] 本发明的另一个实施方式涉及通过把多个耐火组件接合在一起来形成耐火基片的方法, 各组件具有至少一个待接合的表面, 所述方法包括 (a) 抛光各待接合的表面到 200nm 或更细的表面粗糙度 ( $R_a$ ), (b) 使待接合的表面相接触以形成未接合的耐火基片, (c) 烧制该未接合的耐火基片, 和 (d) 在烧制的过程中使待接合的表面经受压缩力, 其中把未接合的耐火基片在一温度下烧制一段时间, 所述温度和时间足以烧结耐火组件和在表面处实现接合。在各种实施方式中, 耐火材料可选自例如锆石或氧化铝。

[0012] 本发明的其它实施方式涉及一种制备耐火成形体例如锆石成形体的方法, 所述方法包括: (a) 通过把多个耐火组件接合在一起制备耐火基片, 所述多个耐火组件各自具有至少一个待接合的表面, 其中所述接合包括 (i) 把各待接合的表面抛光到 200nm 或更细的表面粗糙度 ( $R_a$ ); (ii) 使待接合的表面直接接触以形成未接合的耐火基片; (iii) 烧制所述未接合的耐火基片; 和 (iv) 在烧制的过程中使待接合的表面经受压缩力; 以及 (b) 把耐火基片加工成所需的形状和尺寸以形成耐火成形体。在一些实施方式中, 把未接合的耐火基片在一温度下烧制一段时间, 所述温度和时间足以烧结耐火组件和在表面处实现接合。在各种实施方式中, 耐火组件可为锆石组件或氧化铝组件。

[0013] 在以下的详细描述中提出了本发明的附加特征和优点, 其中的部分特征和优点对本领域的技术人员而言由所述内容而容易理解, 或按文字描述和其权利要求书以及附图中所述实施本发明而被认识。应理解, 前面的一般性描述和以下的详细描述都仅仅是示例性的, 用来提供理解本发明的性质和特性的总体评述或框架。

#### [0014] 附图简要说明

[0015] 所含附图用于进一步理解本发明, 附图被结合在本说明书中并构成说明书的一部分。附图说明了一个或多个示例实施方式, 并与说明书一起用来解释各个实施方式的原理和操作。

[0016] 图 1 是使用现有技术方法接合在一起的两个锆石组件的背散射电子图像。

[0017] 图 2A 图形化显示使用现有技术方法接合在一起的两个耐火组件。

[0018] 图 2B 图形化显示使用现有技术方法接合在一起的两个耐火组件。

[0019] 图 2C 图形化显示使用根据本发明的方法接合在一起的两个耐火组件。

[0020] 图 3A 图形化显示待使用根据本发明的方法接合在一起的两个或更多个耐火组件。

[0021] 图 3B 图形化显示待使用根据本发明的方法接合在一起的两个或多个耐火组件。

[0022] 图 4A 是使用根据本发明的方法制造的成形体的侧视图。

[0023] 图 4B 是使用根据本发明的方法制造的成形体的俯视图。

[0024] 图 4C 是使用根据本发明的方法制造的成形体的端部视图。

[0025] 图 5A 是使用根据本发明的方法制造的成形体的侧视图。

[0026] 图 5B 是使用根据本发明的方法制造的成形体的俯视图。

[0027] 图 5C 是使用根据本发明的方法制造的成形体的端部视图。

[0028] 图 6A 是使用根据本发明的方法制造的成形体的侧视图。

[0029] 图 6B 是使用根据本发明的方法制造的成形体的俯视图。

[0030] 图 6C 是使用根据本发明的方法制造的成形体的端部视图。

[0031] 图 7 是使用根据本发明的方法制造的成形体的端部视图。

[0032] 图 8A 是使用根据本发明的方法接合在一起的两个锆石组件的背散射电子图像。

[0033] 图 8B 是使用根据本发明的方法接合在一起的两个锆石组件的背散射电子图像。

[0034] 图 9A 是使用根据本发明的方法接合在一起的两个锆石组件的背散射电子图像。

[0035] 图 9B 是使用根据本发明的方法接合在一起的两个锆石组件的背散射电子图像。

[0036] 详细描述

[0037] 根据本发明的各种实施方式，可通过在不使用粘结剂的情况下把至少两个较小耐火组件接合在一起来制备较大耐火基片。例如，两个或更多个耐火组件可进行抛光和 / 或以其它方式制备，进行接触，然后在施加负荷的情况下烧制，从而制备单一耐火基片。因此，本发明的方法可允许制备大规模的成形体，例如用于成形玻璃基片，却不增加与更新所需的静态压制设备相关的成本。虽然本发明的设想了制造用于制备较大玻璃基片例如 Gen-10 和更大的成形体，应指出本文所述的方法还可用于制造较小玻璃基片，例如 Gen-8 (2200x2500mm) 和更小，这些较小的玻璃基片本来可使用统一的等静压方法来制造。

[0038] 本文所述的方法可提供相对于现有技术方法的改进，至少因为本发明的方法无需粘结剂。粘结剂通常要求在它们的成分和耐火组件之间发生化学反应，以形成有效的粘结。如果反应成功地进行到所有粘结剂都反应的程度，将在耐火组件之间形成包括反应物薄层的接合或连接件。但是，如果施涂的粘结剂层过厚，则它们不能完全与耐火材料反应，由此得到可能损坏粘结强度的一个或多个中间相。此外，未反应的材料或预期的反应产物可能在操作过程中被熔融玻璃侵蚀的程度增强或减弱，这是因为耐火材料或反应物在玻璃中的溶解度有差异。

[0039] 图 1 显示使用扫描电子显微镜 (SEM) 拍摄的使用根据现有技术方法的粘结剂的两个锆石组件之间失效的接合的背散射电子图像。例如，接合失效可为反常的厚粘结剂层的结果。待接合的锆石耐火材料 110 见图像右边。粘结剂不完全地与锆石耐火材料 110 反应，形成富氧化锆的二氧化钛 120 和钛酸锆 130 的混合物。存在多个粘结相可导致弱粘结、不相容和 / 或腐蚀问题。完全的反应和因此更成功的接合通过富钛氧化锆薄层 140 表示，其不存在中间相 120 和 130。

[0040] 虽然无意受限于理论，但据信本发明的方法可减少或甚至消除相容性和 / 或腐蚀问题，因为熔融的玻璃将只接触耐火材料，不存在不同的粘结剂相。此外，因为部存在粘结剂连接件，根据本发明的方法制造的耐火基片或成形体可呈现改善的强度，例如 MOR 强度。在一些实施方式中，因为不存在粘结剂，耐火基片或成形体还可具有改善的热震性质，因此例如在烧制或操作时粘结剂和耐火材料的热性质和 / 或性能不存在差异。

[0041] 与使用粘结剂相关的另一潜在问题是改变玻璃腐蚀性能。例如，如果操作时连接件或多或少比材料耐火材料更易于被腐蚀，所得玻璃板可具有斑纹 (streak lines) 或厚度带变化。图 2A 和 2B 显示与使用粘结剂相关的两个潜在的问题磨损图案。

[0042] 在图 2A 中，两个耐火组件 210 和 220 通过粘结剂 230 连接。在这种情况下，粘结剂 230 在玻璃中的溶解度高于耐火组件 210 和 220，即腐蚀比耐火组件 210 和 220 更高。

因此,在一定时间和使用之后,图 2A 中的接合的基片将最终形成凹陷 (dip) 240, 这导致最终玻璃制品中形成斑纹。在图 2B 中, 两个耐火组件 210 和 220 通过粘结剂 230 连接。在这种情况下, 粘结剂 230 在玻璃中的溶解度低于耐火组件 210 和 220, 即在玻璃中的腐蚀比耐火组件 210 和 220 更低。因此,在一定时间和使用之后,图 2B 中的接合的基片将最终形成脊 250, 这导致最终玻璃制品中形成斑纹。

[0043] 相反,图 2C 显示根据本发明制造的耐火基片, 即, 制造时不使用粘结剂。耐火组件 210 和 220 在不使用粘结剂的情况下连接, 且不展现不利的磨损图案例如凹陷或脊。在两个组件之间存在连接件 260, 但不会被观察到或不能以其它方式检测到。应指出理论上只有当粘结剂和耐火组件呈现在玻璃中的溶解度相等时, 现有技术方法才可取得本发明的腐蚀分布。因此,通过消除存在粘结剂导致的连接件, 根据本发明的方法制造的玻璃成形体可制备包括减少的形成斑纹或在一些实施方式中不包括形成斑纹的玻璃板。

[0044] 本文所述的方法可用于接合包括任意耐火材料的两个或更多个组件。例如, 耐火组件可选自锆石、氧化铝、熔凝浇铸氧化锆或任何能通过原子晶格或晶粒边界扩散烧结的其它耐火氧化物。根据一种实施方式, 待接合在一起的耐火组件是锆石组件。在其它非限制性实施方式中, 耐火组件可为相同耐火材料的不同种类, 例如耐火材料可包括相同的主要成分例如锆石或氧化铝, 但可具有不同的晶粒尺寸或微量成分。作为非限制性例子, 耐火材料可为锆石耐火材料的不同种类, 具有各种浓度的可改善某些耐火性能例如耐蠕变性和强度的其它物质。当使用一体等静压方法时, 不同耐火材料或不同种类耐火材料的组合是不可能的。

[0045] 根据各种实施方式, 待接合的耐火组件可为烧制的耐火体, 其通过冷等静压无机耐火粉末和各种其它成分以及随后烧制所得产品来制备。耐火组合物可包括陶瓷中常规应用的其它起始材料, 例如烧结助剂和粘结剂。在一些实施方式中, 耐火组件可为烧制的锆石体。除了主要组分以外, 耐火组合物可包含各种微量组分例如  $TiO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Y_2O_3$ ,  $B_2O_3$ ,  $La_2O_3$ ,  $BaO$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$ ,  $Li_2O$ ,  $CaO$ , 和原材料中所固有的各种其它痕量和微量组分。

[0046] 如本文所使用, 术语“烧制的,” “烧制的体,” “烧制的组件,” 及其其它变体互换使用, 用于指进行等静压压制和经历足以烧结耐火组合物的温度的耐火组合物。例如, 在根据本发明接合在一起之前, 耐火组件可在高于约  $1000^{\circ}C$ , 例如高于约  $1200^{\circ}C$ , 高于约  $1400^{\circ}C$ , 或高于约  $1500^{\circ}C$  的温度下进行烧制。

[0047] 根据各种实施方式, 各耐火组件包括至少一个待接合的表面, 在本文中也称为接合表面。例如, 在接合两个耐火组件的情况下, 各组件具有接合表面和远表面。接合表面连接在一起, 且远表面变成刚刚形成的耐火基片的远端。当把多于两个的耐火组件 (例如三个组件) 接合在一起时, 两个端部组件具有接合表面和远表面且中间组件具有两个接合表面。中间组件位于两个端部组件之间, 把接合表面连接在一起, 且远表面变成刚刚形成的耐火基片的远端。类似地, 通过在端部组件之间另外添加一个或多个具有两个接合表面的中间组件, 可以相同的方式把多于 3 个组件接合在一起。

[0048] 待接合的表面分别进行研磨和 / 或抛光, 然后相互接触。在一些实施方式中, 使用磨料 (abrasive) 研磨和 / 或抛光表面, 该磨料的粒度至少与待接合的组件中存在的最大颗粒一样细。例如, 如果待接合的组件中存在的最大颗粒是约 75 微米, 那么待接合的表面可使用约 75 微米或更细的粒度进行抛光。某些较粗的表面精整度可通过研磨接合表面

来获得,无需使用更细的抛光。

[0049] 根据各种实施方式,接合表面可使用粒度为约 35 微米或更细的磨料进行抛光。例如,接合表面可使用约 25 微米或更细,约 15 微米或更细,或约 10 微米或更细的粒料进行抛光。接合表面可使用本技术领域所公知的任意技术进行抛光,例如使用金刚石盘(diamond rouge)或砂轮抛光或者使用 SiC 砂纸手动抛光。例如可用按照具有不同粒度的磨料(粒度逐渐减小)研磨和/或抛光表面,从而取得所需的表面粗糙度。作为非限制性例子,表面可使用约 50 微米的粒度进行研磨和/或碾磨,然后使用粒度为约 35 微米的金刚石盘进行抛光,然后使用粒度为 20 微米或更细的 SiC 砂纸进行手动抛光。

[0050] 待接合的表面的表面粗糙度可取决于与抛光方法相关的各种因素。例如,磨料的粒度、磨料的硬度、耐火组件的硬度和/或抛光时所用负荷会影响所得最终表面粗糙度。如本文所使用,术语“表面粗糙度”用于指  $R_a$  值,即,平均表面粗糙度。在一些实施方式中,抛光待接合的表面以获得小于约 200nm 表面粗糙度  $R_a$ 。例如,表面粗糙度可小于约 150nm,小于约 100nm,小于约 50nm,或小于约 10nm。可使用本技术领域所公知的方法例如原子力显微镜(AFM)对表面粗糙度  $R_a$  进行成像和计算。虽然无意受限于理论,但据信待接合的表面之间的接触程度随着表面研磨和/或抛光到更细的精整度(finish)而增加,由此导致组件之间更强的接合。

[0051] 在一些实施方式中,可对待接合的表面进行加工、研磨和/或抛光,从而使得它们是基本上相互互补的。换句话说,在该实施方式中,各接合表面是相对的表面的镜像图像。例如,两个平坦的待接合的表面相互平行。但是应理解,待接合在一起的的表面无需是平坦的。如本文所使用,术语“接合表面对”及其变体指发生相互接触的两个接合表面。在其中两个耐火组件待接合在一起的情况下,两个接合表面可进行抛光从而使得它们相互平行。在其中 3 个耐火组件待接合在一起的情况下,中间组件可具有两个不同接合表面,其中一个平行于第一端部组件的接合表面,一个平行于第二端部组件的接合表面。在该实施方式中,存在两个接合表面对,其可具有相同或不同的构造。类似地,当把多于 3 个组件接合在一起时,各种接合表面对构造都是可能的且在本发明的范围之内。

[0052] 在另一种实施方式中,待接合的表面可具有形成互锁连接件的表面。作为非限制性例子,一组件的接合表面可具有凸起的部分,其基本上配合另一接合表面的凹陷部分之内,例如榫和榫眼连接件。在该实施方式中,接合表面进行抛光和/或加工从而连接件的相应的表面是基本上平行的,以提供连接组件时基本上不含空穴的配合。如上所述,当接合 3 个或更多个组件,各种接合表面对构造都是可能的,包括相同或不同的互锁连接件。本领域普通技术人员能根据特定应用选择合适的接合表面构造。

[0053] 如本文所使用,术语“连接件”及其变体指两个接合表面接触和最终通过在施加压缩力的情况下烧制连接的界面。使用粘结剂的现有技术方法导致可见的或以其它方式可检测的包括粘结剂反应物的连接件。但是,在一些实施方式中,本申请的“连接件”是不可见的或不以其它方式检测的,因为在两个组件之间不存在粘结剂。如本文所使用,术语“连接件”可指理论上其中两个组件连接的线,但其既不可见也不可检测。在一些实施方式中,连接件可为可见的或可检测的。

[0054] 可通过适于在待接合的表面之间实现合适的接触的任何方式来设置耐火组件。如本文所使用,术语“直接接触,”“直接接触的,”及其变体可互换使用来指待接合的表面相

互接触但不含中间组件，即，不存在粘结材料或糊料。

[0055] 可以端部-对-端部的方式水平地设置耐火组件，从而使得待接合的表面直接接触。这种实施方式如图 3A 所示，其提供非限制性和示例水平构造。在两个组件待接合的情况下，提供两个端部组件 310，各自包括含待接合的表面的近端 320 和与近端 320 相反的远端 330。端部组件 310 以端部-对-端部的方式水平地设置，使得近端 320 在一起，从而待接合的表面进行直接接触。任选地，在包括 3 个或更多个待接合的组件的情况下，提供一个或多个中间组件 340，其各自包括两个含待接合的表面的近端 350。把中间组件 340 置于端部组件 310 之间，使得近端 320 和 350 在一起，从而待接合的表面进行直接接触。

[0056] 在另一种实施方式中，耐火组件可垂直地设置或堆叠从而使得待接合的表面直接接触，见图 3B。在有两个组件待接合的情况下，提供两个端部组件 310，其各自包括含待接合的表面的近端 320 和与近端 320 相反的远端 330。通过把一个端部组件 310 的近端 320 置于另一个端部组件 310 的近端 320 之上垂直地设置两个端部组件 310，从而待接合的表面进行直接接触。在使用 3 个或更多个待接合的组件的情况下，提供一个或多个中间组件 340，其各自包括两个含待接合的表面的近端 350。把中间组件 340 置于端部组件 310 之间，使得近端 320 和 350 在一起，从而待接合的表面进行直接接触。

[0057] 耐火组件可水平地、垂直地或任何其它方式接触，形成可随后在负荷力下烧制的未接合的耐火基片。根据各种实施方式，未接合的耐火基片在烧制过程中经受压缩力。虽然无意受限于理论，但据信压缩力可确保接合表面之间的良好接触，从而促进穿过连接件的耐火晶体生长，这将在耐火组件之间产生高强接合。所述压缩力可以以各种方式施加。在一些实施方式中，可沿着垂直于待接合的表面的方向施加压缩力。

[0058] 作为非限制性例子，当耐火组件垂直地堆叠以形成未接合的耐火基片时，压缩力可仅通过重力来提供，即通过一个或多个顶部组件的重量来提供。在另一种实施方式中，可任选地把一个或多个砝码 (weight) 施加在未接合的基片的远端。在该实施方式中，重力提供至少部分的施加在待接合的表面上方的压缩力。例如，可将砝码置于远端，从而在待接合的表面上施加约 10kPa 的额外的压力。或者，可通过机械方式例如通过外部水力压力来施加压缩力。根据各种实施方式，考虑顶部组件的重量和任何额外施加的重量和 / 或力的总压缩力足以在待接合的表面上施加下述范围的总压力：约 650kPa- 约 3,500kPa，例如，约 1,000kPa- 约 2,000kPa。

[0059] 在另一种实施方式中，当耐火组件以端部-对-端部水平方式设置以形成未接合的耐火基片时，可将压缩力施加到基片的至少一个远端。例如，可使用夹具、螺栓或其它合适的设备来把压缩力施加到基片的至少一个远端。压缩力可为足以在表面界面处促进足够接合的任意力。在一些实施方式中，压缩力足以在待接合的表面上施加下述压力：约 650kPa- 约 3,500kPa，或约 1,000kPa- 约 2,000kPa。

[0060] 在一些实施方式中，当把砝码或其它机械设备例如夹具施加到未接合的耐火基片的一个或两个远端时，优选地在基片和砝码和 / 或设备之间设置化学惰性的或非反应性材料。作为非限制性例子，可将一片薄的 Pt 箔置于基片和砝码和 / 或设备之间。

[0061] 可在把未接合的耐火基片置于炉子中进行烧制之前，或者在已经置于炉子中但在烧制之前，使其经受压缩力。然后，在一个温度下进行一段时间的烧制，所述温度和时间足以烧结未接合的基片和单独的耐火组件之间于粘结表面处实现接合。根据各种实施方

式，未接合的耐火基片在至少约 1200°C 的温度下烧制至少约 12 小时的时间。根据各种实施方式，烧制温度根据耐火材料和 / 或所需的烧制循环长度变化。

[0062] 例如，在锆石组件的情况下，未接合的基片可在至少约 1500°C，至少约 1580°C，或至少约 1600°C 的温度下烧制。在其他实施方式中，例如在氧化铝组件的情况下，未接合的耐火基片可在至少约 1200°C，至少约 1300°C，或至少约 1400°C 的温度下烧制。本领域普通技术人员能根据耐火材料、烧制时间和 / 或所需的应用，来选择合适的烧制温度。未接合的耐火基片可烧制至少约 12 小时的时间，例如，至少约 20 小时，至少约 48 小时，至少约 60 小时，或至少约 120 小时的时间。

[0063] 烧制完成之后，耐火组件应接合在一起以形成一体型耐火基片。在一些实施方式中，接合的耐火基片的 MOR 强度可约等于相同耐火材料的未接合的工件的 MOR。在其它实施方式中，接合的耐火基片的 MOR 强度可高于相同耐火材料的未接合的工件的 MOR。例如，可通过使用四点弯曲测试测量耐火基片来测定 MOR 强度，如 ASTM C1674-11 所述。

[0064] 本发明还涉及通过把多个锆石组件接合在一起来制备锆石基片的方法，各组件具有至少一个待接合的表面，所述方法包括 (a) 抛光各待接合的表面到 200nm 或更细的表面粗糙度 ( $R_a$ )，(b) 使待接合的表面直接接触以形成未接合的锆石基片，(c) 烧制该未接合的锆石基片，和 (d) 在烧制过程中使待接合的表面经受压缩力。应理解本文所述的用于制备耐火基片的方法和与其相关的所有各种实施方式等同地适用于制备锆石基片方法。本领域普通技术人员能替换和 / 或修改本文所述的各种实施方式来制备锆石基片。类似地，本领域普通技术人员还能修改本文所述的各种实施方式来从具体的耐火材料例如氧化铝制备任何基片。

[0065] 在一些实施方式中，可对接合的耐火基片进行接合后精磨以制备终端产品例如成形体、凹槽或任意其它所需的陶瓷制品。这种接合后精磨可包括例如机械加工、表面研磨和 / 或抛光。耐火基片可机械加工成任意所需的形状或尺寸。终端产品的表面可任选地进行进一步研磨和 / 或抛光，从而确保光滑的表面且玻璃可在其上均匀的流动。本发明设想了其它接合后精磨方法，且它们也在本发明的范围之内。

[0066] 例如，可根据本发明使用各种构造的耐火组件制造用于制造玻璃基片的成形体。例如，在图 4A-C 所示的实施方式中，耐火组件 405 以端部 - 对 - 端部的方式水平地接触以形成垂直连接件 415，然后把这样形成的耐火基片加工成成形体 400 的形状。加工成形体 400 包括上部凹槽 410、上部凹槽壁 420、凹槽底部 430，具有楔状横截面的底部部分 440 和向下倾斜并在根部 460 处连接的两个主侧面 450。玻璃 470 在凹槽壁 420 上流动，从侧面 450 向下流动，并在根部 460 处汇合。

[0067] 在该实施方式中，耐火组件 405 并排设置，直到取得具有所需尺寸的耐火基片。当成形体由这样形成的耐火基片加工而成时，理论上从侧视图（图 4A）和俯视图（图 4B）看连接件是“可见的”，但从端部视图（图 4C）上是不可见的。垂直连接件构造的益处之一是能使用较小的单独组件。应指出虽然图 4A-C 显示成形体 400 包括 5 个耐火组件 405，具有较均匀隔开和平行的垂直连接件 415，该构造只是示例。具有不同尺寸和不同接合表面构造的任意数目的耐火组件可用于制造根据本发明的成形体。

[0068] 在另一种实施方式中，如图 5A-C 所示，成形体 500 可包括多个耐火组件 505，其垂直地接触以形成水平连接件 515。在该实施方式中，一耐火组件的近端置于另一耐火组

件的近端之上,且额外的组件类似地垂直地接触直到获得具有所需尺寸的耐火基片。当成形体由这样形成的耐火基片加工而成时,理论上从侧视图(图 5A)和端部视图(图 5C)看连接件是“可见的”,但从俯视图(图 5B)上是不可见的。

[0069] 与垂直连接件构造相比,水平连接件构造可能需要较大的耐火组件,因为耐火组件的长度必须至少等于所需成形体的长度。但是,在使用一定时间后连接件磨损和/或腐蚀的情况下,当采用水平连接件构造时这种效应可能显著程度较低,至少因为这种效应将在上面有玻璃 570 流动的表面的整体长度上铺展开。因此,在所得玻璃板上的任何磨损效应可能是更不可检测的。应指出,虽然图 5A-C 显示成形体 500 包括 3 个耐火组件 505,具有较均匀隔开和平行的且在凹槽底部 530 和底部部分 540 处交叉成形体 500 的水平连接件 515,该构造只是示例。具有不同尺寸和不同接合表面构造的任意数目的耐火组件可用于制造根据本发明的成形体,并且水平连接件可在任何位置交叉成形体。

[0070] 图 6A-C 显示本发明的其它实施方式,其中成形体 600 包括多个耐火组件 605,所述多个耐火组件 605 水平地接触以形成倾斜的连接件 615。在该实施方式中,耐火组件 605 并排设置,使平行倾斜的接合表面接触直到获得具有所需尺寸的耐火基片。当成形体由这样形成的耐火基片加工而成时,理论上从侧视图(图 6A)和俯视图(图 6B)看连接件是“可见的”,但从端部视图(图 6C)上是不可见的。

[0071] 类似于水平连接件构造,任何潜在的连接件磨损和/或腐蚀都将产生更不容易察觉的效应,因为该效应将在成形体和由此得到的玻璃板的较大区域上铺开。倾斜连接件构造可允许使用较小的耐火组件。应指出虽然图 6A-C 显示成形体 600 包括 5 个耐火组件 605,具有较均匀隔开且分别相互平行的倾斜连接件 615,该构造只是示例。具有不同尺寸和不同接合表面构造的任意数目的耐火组件可用于制造根据本发明的成形体。

[0072] 虽然图 4-6 显示成形体具有常规形状,应理解可从本发明的接合的耐火基片制备具有任何不同形状或尺寸的任何成形体。此外,可从本发明的接合的耐火基片把任何陶瓷制品例如凹槽加工成任何所需的形状或尺寸。

[0073] 例如,图 7 显示前炉 (forehearth) 凹槽 700,其可由几个耐火组件制造,通过把两个凹槽壁 710 接合到凹槽底部 720 来制造。在凹槽壁 710 接触凹槽底部 720 处形成连接件 730。应理解,虽然图 7 显示把两个凹槽壁 710 垂直地设置在凹槽底部 720 的顶部,还可水平地把凹槽底部 720 设置在凹槽壁 710 之间。还设想其他设置,且这些其他的设置也构成本发明的一部分。前炉凹槽构造提供下述益处:降低连接件的数目同时还提供节省与加工相关的时间和成本,还降低潜在的制造缺陷例如接合的耐火组件之间的不利的空穴。

[0074] 上文所述的各种连接件构造的组合也在本发明的范围之内。本领域普通技术人员能选择适于所需应用的连接件的任意组合,不管是制备具有不同尺寸的成形体或陶瓷制品。类似地,玻璃成形体的构造、尺寸或取向的其它变化对于本领域普通技术人员也是显而易见的,且在本发明的范围和精神之内。

## 实施例

[0075] 通过以下非限制性实施例进一步阐述本发明的各种实施方式。

[0076] 使用两种不同类锆石(锆石 A 和锆石 B)的各种组合来制备几种接合的锆石基片。在各情况下,从尺寸约为 11.43cmx5.08cmx3.81cm 的两个烧制的锆石组件制备锆石基片。

使用金刚石砂轮对各块料体的接合表面 (11.43cmx3.81cm 边长) 进行抛光, 然后使用逐渐更细粒度的 SiC 砂纸手动抛光, 从 P360 粒度 (40.5 微米) 开始, 然后使用 P800 (25.8 微米) 和 P1200 (15.3 微米)。抛光之后, 将组件超声清洁约 15 分钟并在约 120°C 下操作的干燥烘箱中过夜干燥。垂直地堆叠锆石组件, 将一片薄的 Pt 箔和约 20g 的砒玛置于堆叠组件的顶部 (在远端上), 以及将这样形成的未接合的基片在约 1580°C 下烧制。在两个锆石组件之间不使用粘结材料。

[0077] 对测试样品采用不同的烧制时间。锆石 A-A 基片烧制约 12 小时, 锆石 A-B 基片烧制约 48 小时, 锆石 B-B 基片烧制约 120 小时。然后, 对所得接合的锆石基片进行加工来制备具有基本上相同尺寸 (约 1.27cmx0.63cmx11.43cm) 的约 10 个较小基片, 每个基片分别近似在基片的长度 (11.43cm) 的中点处具有接合的连接件。然后, 在室温下对加工基片进行四点弯曲测试。把接合的锆石基片的 MOR 强度以及由锆石 A 和锆石 B 制成且具有约与接合的锆石基片相同尺寸的未接合的锆石基片的 MOR 进行对比。

[0078] 下文的表 1 提供 MOR 四点弯曲测试的结果。烧制约 120 小时之后的接合的锆石 B-B 基片显示的 MOR 强度高于未接合的锆石 A 或锆石 B 基片的 MOR 强度。类似地, 烧制约 48 小时的接合的锆石 A-B 基片显示的 MOR 强度约等于未接合的锆石 A 或锆石 B 基片的 MOR 强度。烧制约 12 小时的接合的锆石 A-A 基片显示可接受的 MOR 强度; 但是, 测量的 MOR 强度小于未接合的锆石 A 和锆石 B 基片的 MOR 强度。因此, 虽然无意受限于理论, 但可能烧制时间会影响所得接合的基片的 MOR 强度。在一些实施方式中, 较长的烧制时间可导致较强的接合。

[0079] 表 1 : 平均 MOR 强度

[0080]

	锆石 A	锆石 B	锆石 B-B 1580°C 120 小时	锆石 A-B 1580°C 48 小时	锆石 A-A 1580°C 12 小时
平均 MOR 强度 (MPa)	132.0	130.8	135.6	126.7	89.3

[0081] 表 II 总结了被测的各接合的锆石基片的失效位置 (破碎点)。锆石 A-A 样品不仅显示最低的 MOR 强度, 而且锆石 A-A 中的全部失效发生在接合处而不是在基片中。

[0082] 表 II 接合的基片的失效位置

[0083]

	锆石 B-B 1580°C 120 小时	锆石 A-B 1580°C 48 小时	锆石 A-A 1580°C 12 小时
接合处的失效数目	2	7	9
基片处的失效数目	7	5 (在基片 A 中的失效)	0
样品总数目	9	12	9

[0084] 图 8A 显示接合的锆石组件对 810 和 820 (锆石 A-A) 的 SEM 图像 (放大倍数 200 倍), 其使用金刚石砂轮进行抛光, 然后使用粒度号为约 35 微米的金刚石膜抛光, 在约 1580°C 下烧制约 48 小时, 未使用粘结剂。两个组件之间的连接件用点线 830 显示。不在 SEM 图像上添加该点线时, 非常难以看见两片独立的锆石之间的连接件, 甚至在放大的情况下也很难看到。锆石晶粒跨越界面生长, 得到跨越边界基本上均匀的微观结构。

[0085] 图 8B 显示相同样品的更高放大倍数的 SEM 图像 (放大倍数 x750)。同样地, 两个组件 810 和 820 之间的连接件通过点线 830 表示。较大的单一晶粒位于线的两侧, 表明在两个基片的界面处发生了晶粒生长, 形成牢固的接合。

[0086] 图 9A 显示接合的锆石组件对 910 和 920 (锆石 A-A) 的 SEM 图像 (放大倍数 x200), 其使用金刚石砂轮进行抛光, 然后使用粒度逐渐变细的 (为约 35、9、6、和 3 微米) 的金刚石膜抛光, 在约 1580°C 下烧制约 48 小时, 未使用粘结剂。两个组件之间的连接件用点线 930 显示。不在 SEM 图像上添加该点线时, 非常难以看见两片独立的锆石之间的连接件, 甚至在放大的情况下也很难看见。锆石晶粒跨越界面生长, 得到跨越边界基本上均匀的微观结构。

[0087] 图 9B 显示相同样品的更高放大倍数的 SEM 图像 (放大倍数 x750)。同样地, 两个组件 910 和 920 之间的连接件通过点线 930 表示。跨越两个基片界面发生了晶粒生长, 且可容易地看出, 因为在线的两侧上存在较大的单一晶粒。界面处的晶粒生长表明形成牢固的接合。应指出图 9B 中的跨越界面的晶粒生长 (3 微米粒度) 看起来比图 8B (35 微米粒度) 中的更明显。虽然无意受限于理论, 但据信使用更细粒度抛光降低表面粗糙度, 这增加待接合的表面之间的接触程度, 这进而增加跨越界面的晶粒生长程度。

[0088] 除非另有表述, 否则都不旨在将本文所述的任意方法理解为需要使其步骤以具体顺序进行。因此, 当方法权利要求实际上没有陈述为其步骤遵循一定的顺序或者其没有在权利要求书或说明书中以任意其他方式具体表示步骤限于具体的顺序, 都不旨在暗示该任意特定顺序。

[0089] 应理解, 上文的描述只是示例性和说明性的, 不构成对要求保护的本发明的限制。此外, 还应理解的是, 本文的不同实施方式的各个特征和 / 或特性可相互结合。因此, 在不背离本发明的精神和范围的前提下, 可以对列举的实施方式进行各种修改和改变, 并且可

以作出其它设置。因为本领域技术人员可以结合本发明的精神和实质,对所述的实施方式进行各种改良、组合、子项组合和变化,应认为本发明包括所附权利要求书范围内的全部内容及其等同内容。

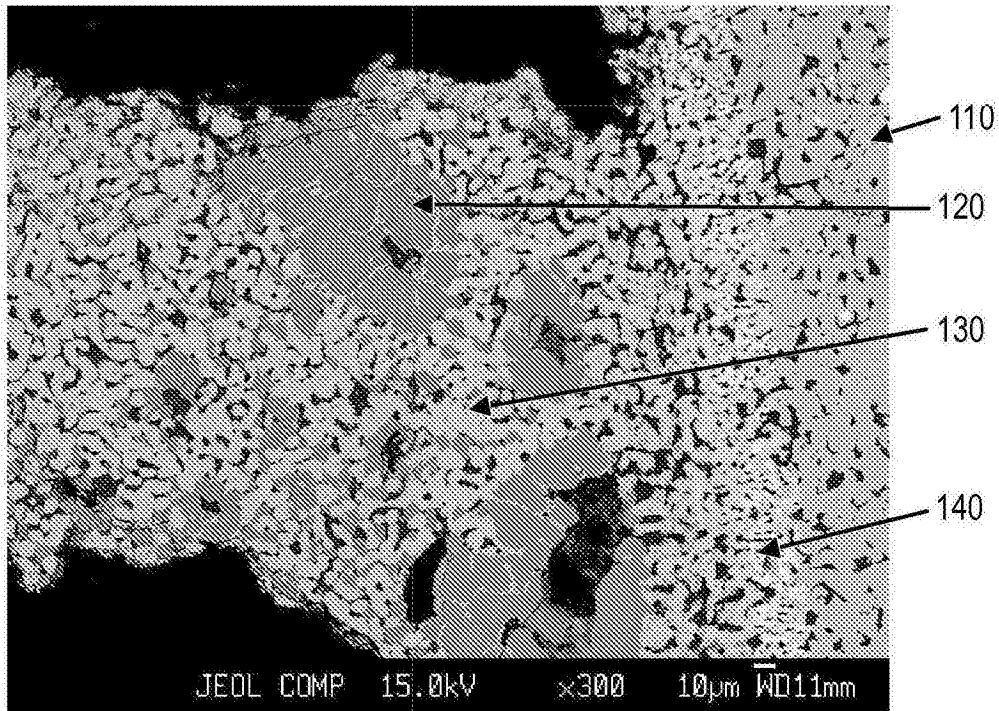


图 1

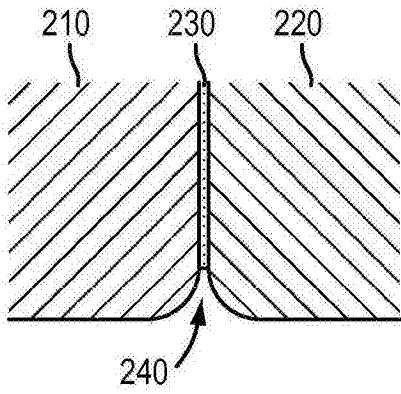


图 2A

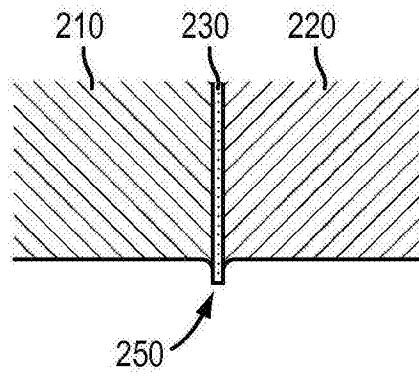


图 2B

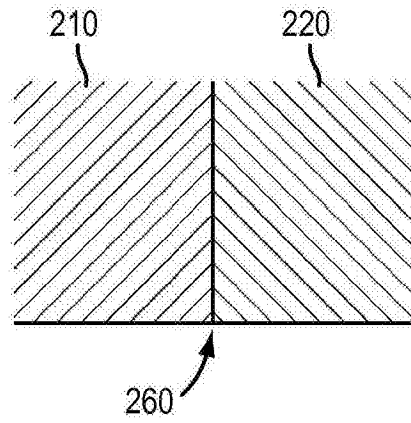


图 2C

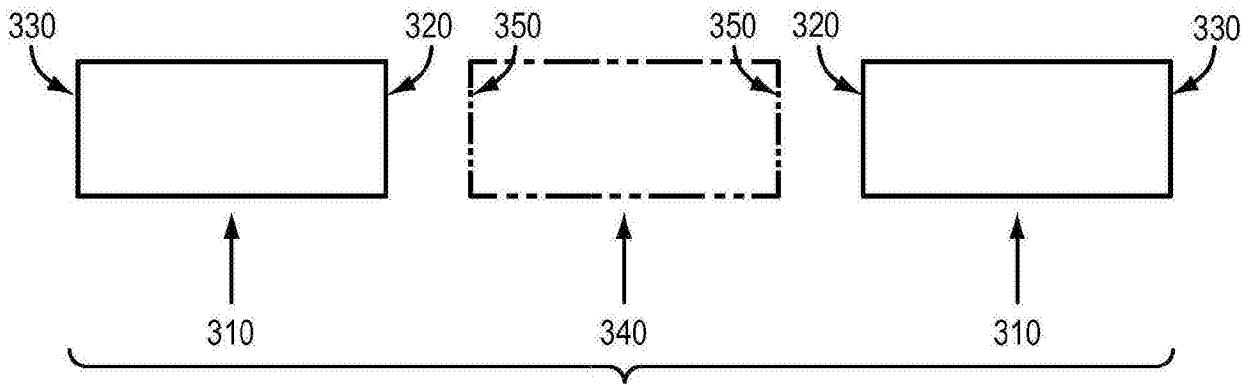


图 3A

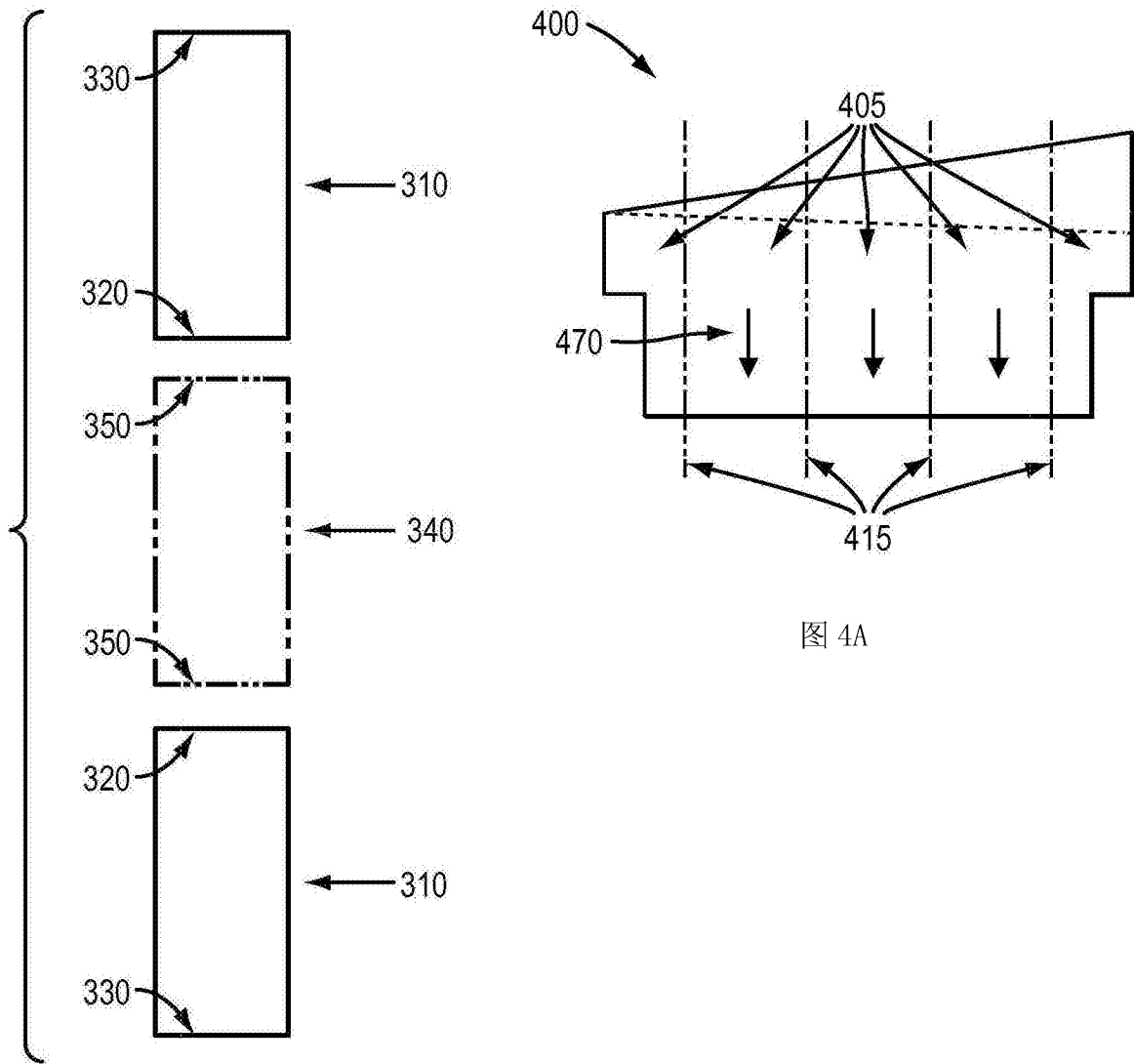


图 4A

图 3B

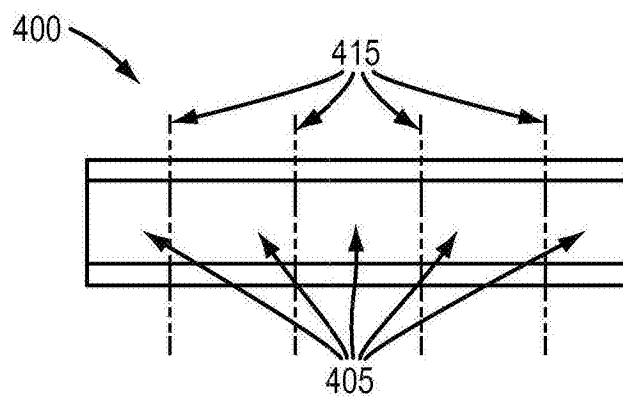


图 4B

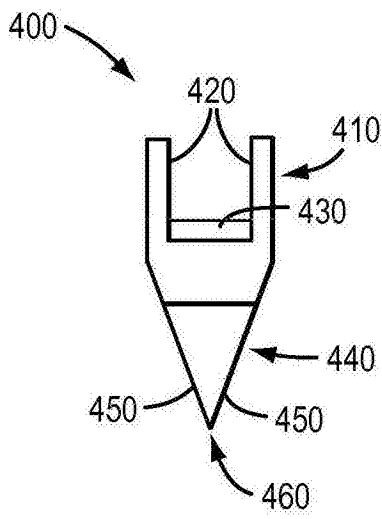


图 4C

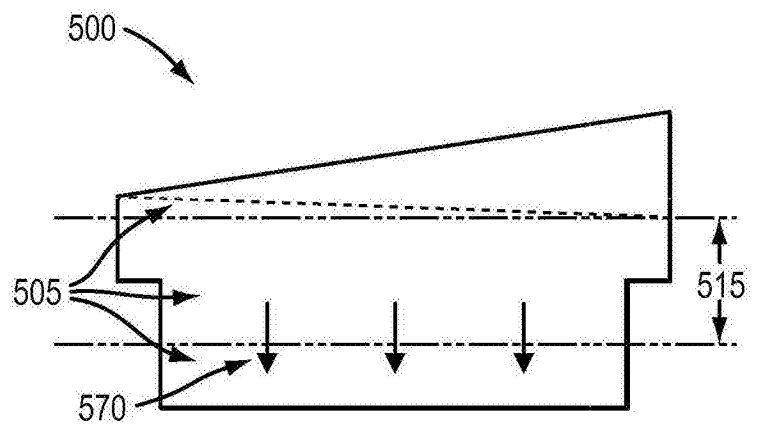


图 5A

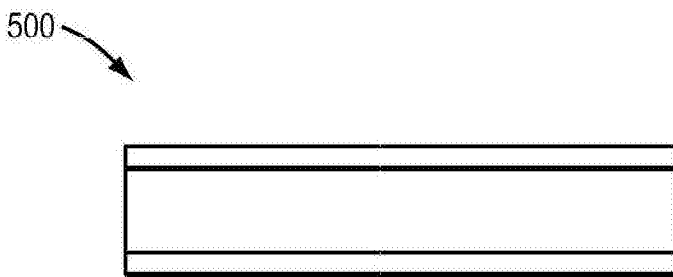


图 5B

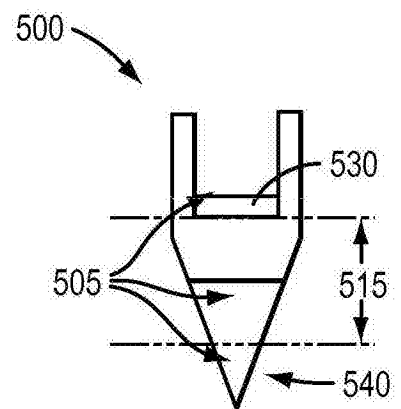


图 5C

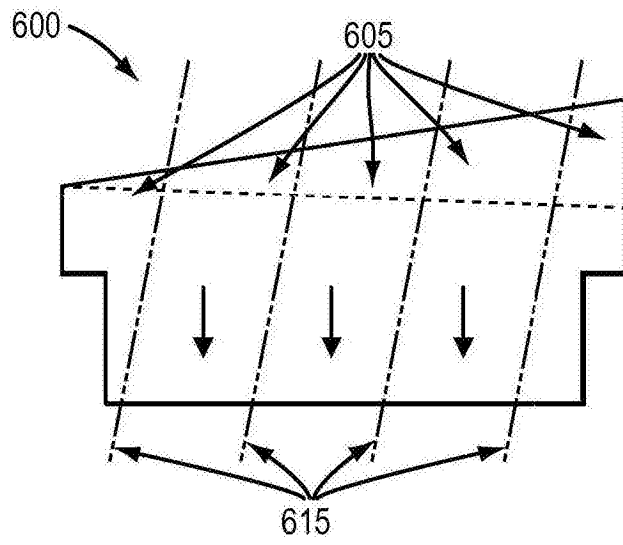


图 6A

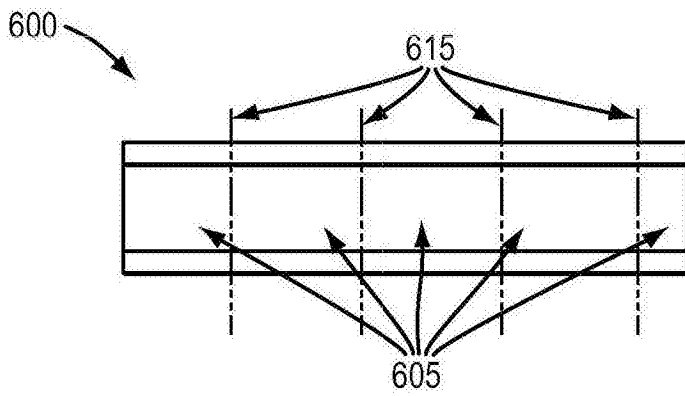


图 6B

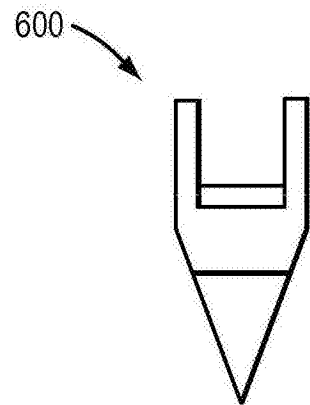


图 6C

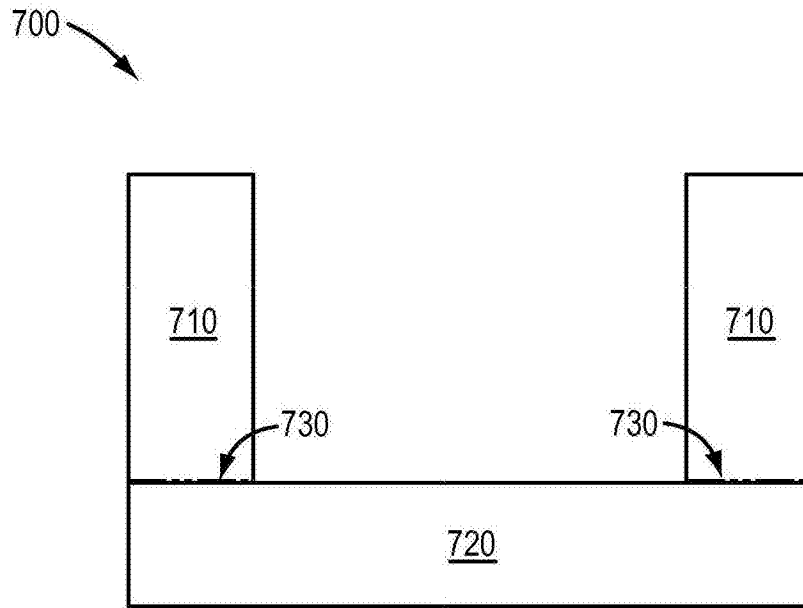


图 7

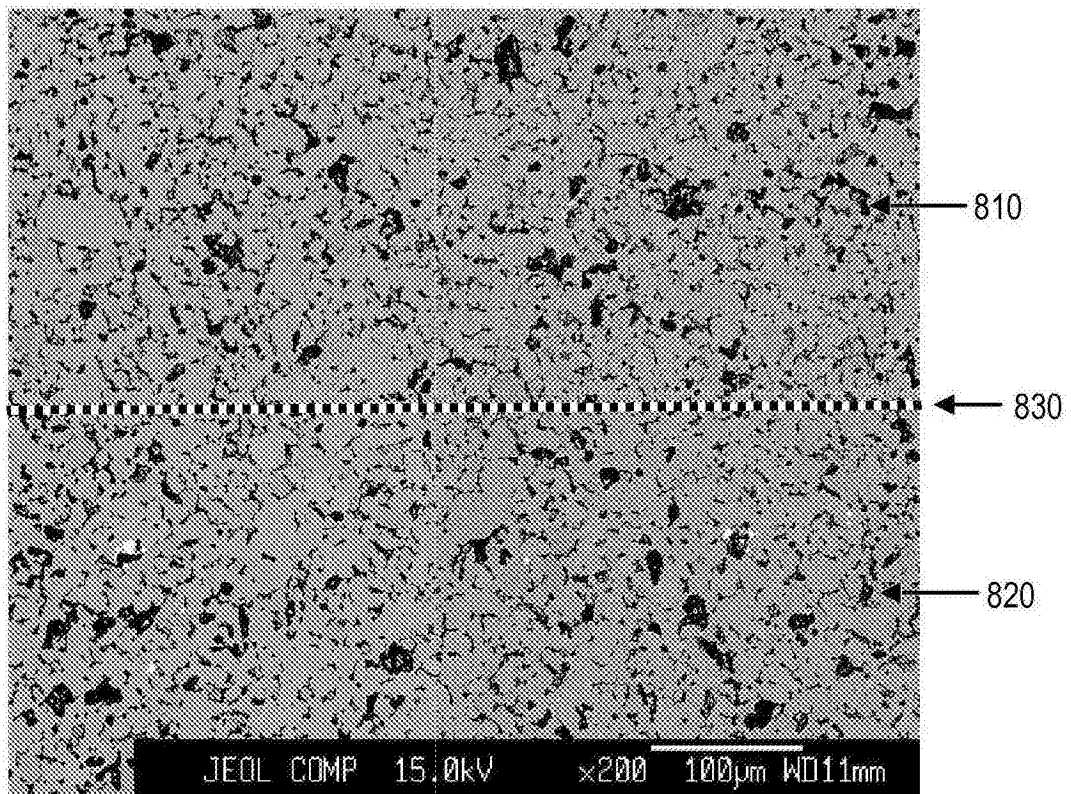


图 8A

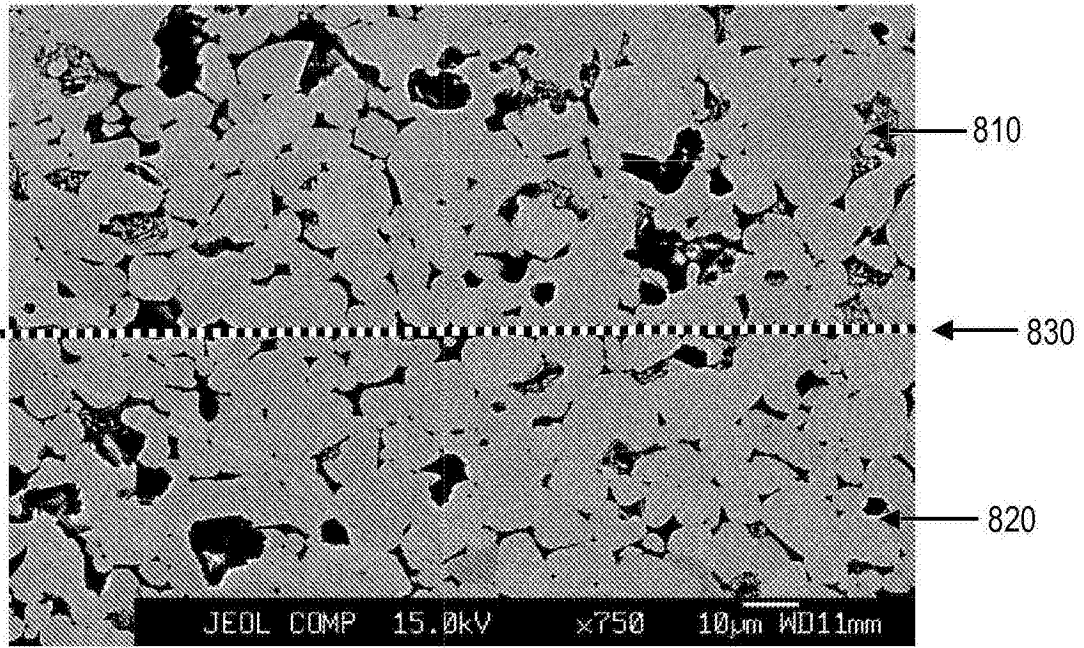


图 8B

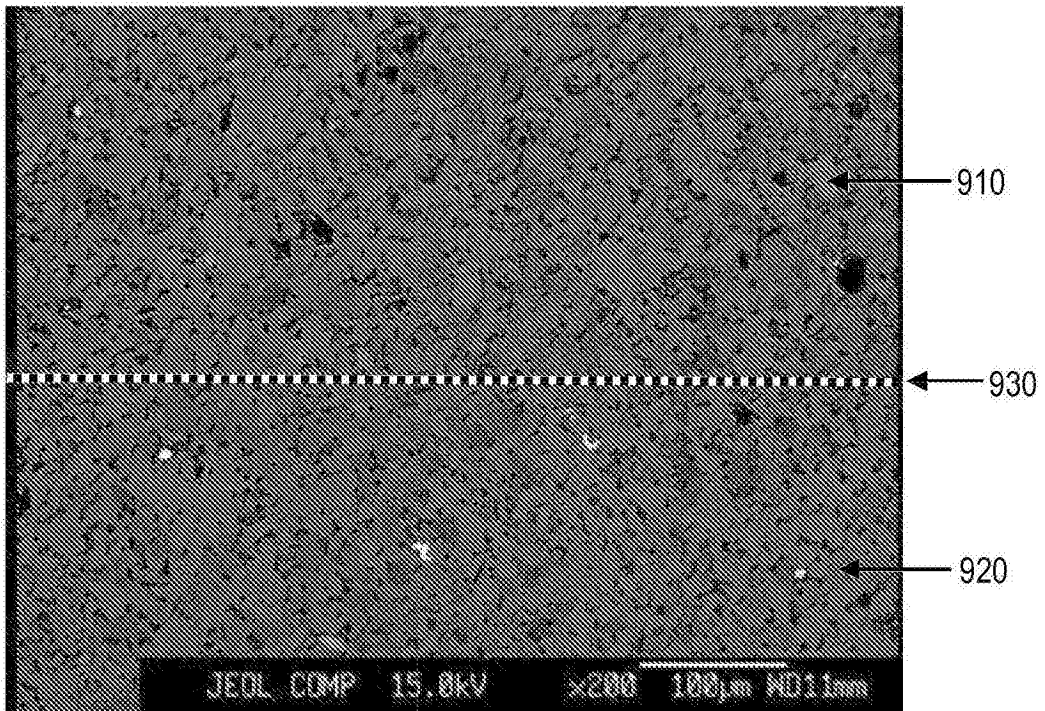


图 9A

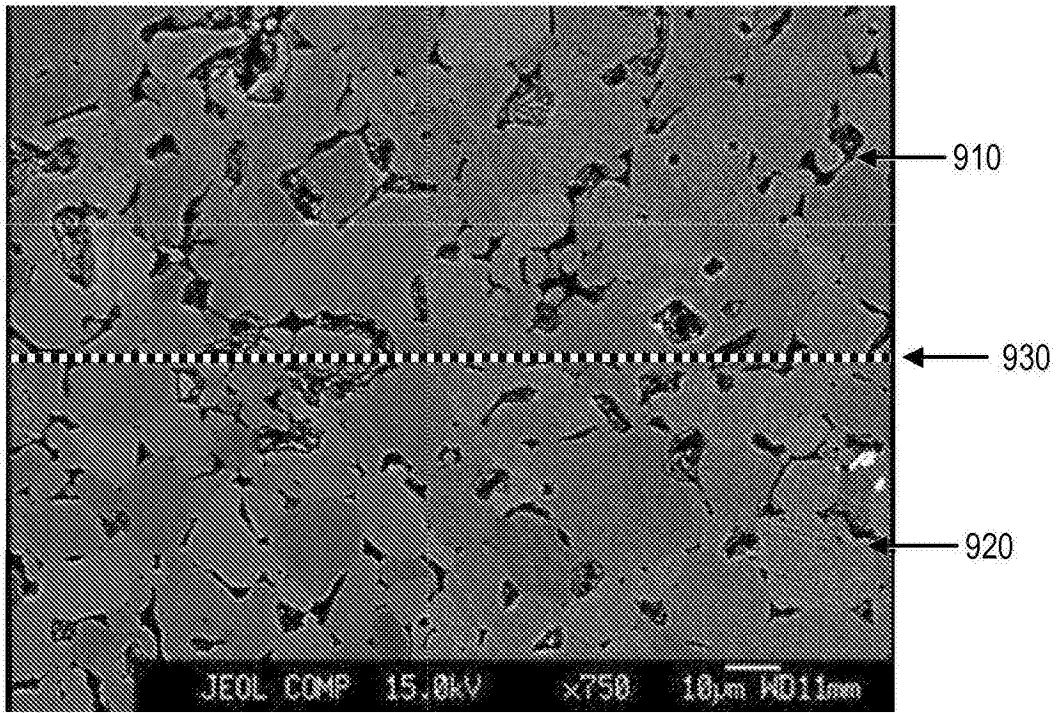


图 9B