(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 652 594**

(51) Int. Cl.:

A61L 27/04 (2006.01)
A61L 27/56 (2006.01)
B22F 3/11 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.09.2010** **PCT/CN2010/076706**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **06.10.2011** **WO11120280**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.09.2010** **E 10848739 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2017** **EP 2554187**

(54) Título: **Tantalio poroso metálico usado como material para implante médico y método de preparación del mismo**

(30) Prioridad:

31.03.2010 CN 201010136854

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.02.2018

(73) Titular/es:

CHONGQING RUZER PHARMACEUTICAL CO., LTD. (100.0%)
No.9 Qinye Road, Yubei District
Chongqing 401120, CN

(72) Inventor/es:

RUAN, JIANMING;
XIE, JIANQUAN;
JIE, YUNFENG;
WANG, ZHIQIANG;
FENG, HUA;
YOU, CHAO;
PANG, QI;
ZHOU, JIAN;
YE, LEI;
LIU, BIN y
ZHANG, YAZHUO

(74) Agente/Representante:

TOMAS GIL, Tesifonte Enrique

ES 2 652 594 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

Descripción

Tantalio poroso metálico usado como material para implante médico y método de preparación del mismo.

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

[0001] La presente invención se refiere a un tantalio poroso usado para implantación médica y a un método para la preparación del mismo.

2. Descripción de la técnica relacionada

[0002] Un material metálico poroso usado para implantación médica es importante para la aplicación específica del tratamiento de tejidos óseos traumáticos, tejidos femorales necróticos o similares. Tales materiales metálicos son normalmente acero inoxidable poroso, titanio poroso, y demás. Como material de implante poroso para el tratamiento de tejidos óseos traumáticos y tejidos femorales necróticos, su porosidad debería alcanzar el 30-80 %, y los poros deberían estar todos interconectados y bien distribuidos o parcialmente interconectados dependiendo del requisito. Así, el material de implante poroso puede hacer que la fase de crecimiento del tejido óseo sea uniforme y tener menor peso para adaptarse al uso de implantación médica.

[0003] Debido a la buena biocompatibilidad y a las propiedades mecánicas del tantalio insoluble, la forma porosa del mismo tiene potencial en lugar de los biomateriales metálicos tradicionales anteriormente mencionados para usarse como material de implante médico para la aplicación de tratamiento de tejidos femorales necróticos. También, debido a la inocuidad, la no toxicidad, los pocos efectos secundarios, el rápido desarrollo de la medicina y el conocimiento adicional del tantalio como material de implante, la necesidad de tantalio poroso para implantación médica se está volviendo más urgente que antes, y el criterio de la calidad del tantalio poroso se está volviendo mucho más alto. Como un tantalio poroso para implantación médica, el tener una cantidad de poros bien distribuidos e interconectados y propiedades mecánicas adaptables al cuerpo humano son de gran importancia para ser un componente de conexión para que los tejidos recién nacidos sigan creciendo bien en las posiciones de los tejidos óseos traumáticos o defectos de osamenta.

[0004] Los materiales metálicos porosos para implantación médica se fabrican principalmente mediante sinterización de polvo, como la preparación de materiales metálicos porosos generales, especialmente mediante impregnación de un cuerpo de espuma orgánica con polvo metálico y luego sinterización para obtener un metal poroso con una estructura de espuma con poros interconectados bien distribuidos (llamado también "impregnación de espuma"). Sin embargo, los materiales metálicos porosos con poros interconectados bien distribuidos normalmente no tienen propiedades mecánicas suficientes debido a los problemas de la propia estructura, además del colapso del polvo metálico durante el proceso de sinterización. Por ahora, tales problemas no han sido resueltos según ningún informe de investigación conocido.

[0005] No hay muchos temas de investigación acerca del proceso de sinterización de polvo para hacer tantalio poroso, especialmente pocos informes han mencionado la preparación de tantalio poroso para implantación médica. La publicación de patente nº CN 200510032174 divulga "Three-dimensional through-hole or part-hole interconnecting porous metal foam and its preparing method (Espuma metálica con poros interconectados de agujero pasante tridimensional o agujero parcial y su método de preparación)", y la publicación de patente nº CN 200710152394 divulga "Porous foam tungsten and preparation method thereof (Tungsteno espumoso poroso y método de preparación del mismo)". Sin embargo, el metal poroso se prepara para las aplicaciones de materiales filtrantes, o para aplicaciones aeroespaciales y otras aplicaciones en ambientes de alta temperatura. Además, el metal poroso procesado en tal aplicación no es tantalio poroso.

[0006] Con relación al tantalio poroso, la patente de EE.UU. Nº US 5282861 divulga "Open cell tantalum structures for cancellous bone implants and cell and tissue receptors (Estructuras de tantalio de célula abierta para implantes óseos esponjosos y receptores de tejidos y células)". El tantalio poroso se fabrica mediante tantalio comercial y un soporte tal como un esqueleto de carbono obtenido a partir de degradación de calor de precursores de poliuretano. El esqueleto de carbono tiene múltiples dodecaedros con estructuras de malla en el interior y poros completamente distribuidos, y su porosidad alcanza el 98 %. A continuación, el tantalio comercial se liga al esqueleto de carbono para formar una microestructura metálica porosa a través de deposición con vapor química (CVD) (también llamada "deposición química"). El material de tantalio poroso obtenido por tales procesos tiene una capa de tantalio con 40-60 mm de grosor, y tiene aproximadamente 99 % en peso de tantalio y aproximadamente 1 % en peso basado en el peso de todos los materiales de tantalio poroso. La patente divulga además que el tantalio poroso tiene 50-70 MPa de resistencia de compresión, 2,5-3,5 GPa de módulo elástico, 63 MPa de resistencia a la tracción y 15 % de la cantidad de deformación plástica. Sin embargo, la ductilidad del tantalio poroso anteriormente descrito es obviamente insuficiente y provoca el posterior procesamiento del tantalio poroso, tal como el corte del material formado. De forma similar, el tantalio poroso preparado por tales métodos mencionados anteriormente como impregnación de espuma tiene los mismos

problemas. Debido a la limitación de los métodos de fabricación, los productos obtenidos normalmente no son lo suficientemente puros y tienen residuos restantes del esqueleto de carbono de manera que se reduce mucho la bioseguridad."

[0007] WO 02/066693 A1 divulga un método para la preparación de un material de implementación metálico poroso (en particular titanio poroso). El método comprende las etapas de proporcionar una espuma polimérica (PU), impregnar la espuma con una lechada de partículas de metal e hidruro de metal (hidruro Ti o hidruro Ta), secar el cuerpo de espuma impregnada, pirogenizar el cuerpo de espuma y sinterizar el material poroso bajo la existencia de hidruro de metal, donde el metal es preferiblemente titanio al igual que tantalio.

Resumen de la invención

[0008] El objetivo primario de la presente invención es proporcionar un tantalio poroso usado para implantación médica con buena biocompatibilidad y bioseguridad.

[0009] El objetivo secundario de la presente invención es proporcionar un método para la preparación del tantalio poroso usado para implantación médica. El tantalio poroso hecho por tal método tiene buena biocompatibilidad y bioseguridad, y de manera más importante tiene buenas propiedades mecánicas.

[0010] Para conseguir el objetivo primario, un tantalio poroso usado para implantación médica conforme a la presente invención se produce por impregnación de espuma y con una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales, donde la estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma y partículas de tantalio sinterizado situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio.

[0011] El tantalio poroso usado para implantación médica con tales características estructurales puede cumplir completamente el requisito de biocompatibilidad y bioseguridad, especialmente el esqueleto de espuma se acumula mediante polvo de tantalio sinterizado, y la estructura de cuello sinterizada formada entre las partículas de tantalio mejora inmensamente las propiedades de tal material como la ductilidad y la resistencia de flexión. Adicionalmente, el tantalio poroso tiene menos de 0,5 % de impurezas a través de análisis. El tantalio poroso tiene poros interconectados bien distribuidos y tiene 2,0-11 g/cm^3 de densidad, 40-80 % de porosidad, 150-500 µm de diámetro de poro, 2,0-4,6 GPa de módulo elástico, 35-120 MPa de límite elástico, 40-170 MPa de resistencia de compresión, 150-300 MPa de dureza, 9,4%-17,3% de la cantidad de deformación plástica, 65-72 MPa de resistencia a la tracción, 9,3-14,7 % de alargamiento porcentual. Por consiguiente, las propiedades mecánicas del tantalio poroso, como el módulo elástico y el límite elástico también se mejoran. Según la prueba de resistencia de flexión, el índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada formada entre partículas de tantalio es inferior al 45 %, el índice de fractura del interior de las partículas de tantalio es mayor del 55 %, lo que indica que la fiabilidad estructural del tantalio poroso de la invención es buena.

[0012] La estructura de espuma tiene sustancialmente poros interconectados tridimensionales, en otras palabras, se permite que exista en la misma una cantidad limitada de poros de desconexión tridimensionales, por ejemplo, aproximadamente se permite que exista un 1 % de los poros de desconexión tridimensionales en las mismas y pueden ser ignorados.

[0013] Como se utiliza en este caso, el término de "estructura de cuello sinterizada" significa la estructura formada por el polvo calentado y la unión posterior bajo alta temperatura, llamado también normalmente "fenómeno de sinterización".

[0014] Como se utiliza en este caso, el término "sinterización" significa el proceso de unión metalúrgica de polvo o partículas bajo alta temperatura, normalmente realizado en el punto de fusión del ingrediente principal a través de la movilización atómica.

[0015] A través de observación microscópica, se ha descubierto que la estructura de cuello sinterizada (o llamada "cuello acoplable") crece durante la sinterización, lo que causa cambios de sus propiedades. Con el aumento de temperatura de sinterización, tiempo de sinterización más largo o control apropiado de la temperatura y tiempo durante la sinterización, la estructura de cuello sinterizada puede crecer gradualmente, la proporción de la estructura de cuello sinterizada y la fuerza del cuerpo sinterizado también aumentan ambas. Es decir, la estructura de cuello sinterizada formada por partículas de tantalio parciales también pueden conseguir el objetivo de la presente invención. El tantalio poroso de la presente invención se produce por la sinterización del polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro de promedio y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno en el mismo, donde tiene 40-80 % de porosidad y 150-500 µm de diámetro de poro, y las estructuras de cuello sinterizadas formadas entre al menos el 50 % de las partículas de tantalio. Las estructuras de cuello sinterizadas están formadas entre al menos el 80 % de las partículas de tantalio. En un aspecto, además del polvo de tantalio apropiado, la impregnación de espuma usa espuma de poliuretano con 0,48-0,89 mm (preferiblemente 0,56-0,72 mm) de diámetro de poro, 0,015-0,035 g/cm^3 (preferiblemente 0,025 g/cm^3) de densidad y más de 50° (preferiblemente 50°-80°) de dureza como un cuerpo de espuma orgánica. Por consiguiente, usar tales

materiales anteriormente descritos es beneficioso para la formación y procesamiento de la estructura del tantalio poroso de la presente invención, y también hace que el proceso sea eficaz y mantiene suficientes propiedades mecánicas.

[0016] Para conseguir el objetivo secundario, un método para la preparación del tantalio poroso usado para implantación médica conforme a la presente invención comprende los pasos de:

(a) proporcionar un aglomerante orgánico, agente de dispersión y polvo de tantalio;
(b) mezclar el aglomerante orgánico y el agente de dispersión para formar una solución y luego mezclar la solución y el polvo de tantalio para formar una lechada de tantalio;
(c) proporcionar un cuerpo de espuma orgánica, donde el cuerpo de espuma orgánica tiene múltiples poros;
(d) arrojar la lechada de tantalio en el cuerpo de espuma orgánica e impregnar el cuerpo de espuma orgánica al que se ha arrojado la lechada de tantalio hasta que los poros del cuerpo de espuma orgánica se llenen con la lechada de tantalio;
(e) secar el cuerpo de espuma orgánica impregnada con la lechada de tantalio para eliminar el agente de dispersión;
(f) desengrasar el cuerpo de espuma orgánica seca para separar la lechada de tantalio seca del aglomerante orgánico y del cuerpo de espuma orgánica en un ambiente protector de gas inerte;
(g) sinterizar al vacío la lechada de tantalio seca para obtener un cuerpo sinterizado poroso, donde el cuerpo sinterizado poroso tiene un esqueleto de espuma, partículas de tantalio sinterizado situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio; y
(h) recocer al vacío y tratar el cuerpo sinterizado poroso con postratamientos normales para obtener el tantalio poroso.

[0017] El método para la preparación del tantalio poroso de presente invención es practicable, supera la tendencia técnica acerca de proceso de sinterización de polvo de metal poroso (sinterización de metalurgia), y mantiene las propiedades mecánicas del tantalio poroso con tal estructura de cuello sinterizada, al igual que la ductilidad mejorada de la misma. También, el tantalio poroso preparado por tal método puede ser convenientemente y eficazmente usado para la aplicación de implantación quirúrgica de material metálico médico, especialmente como un componente para la conexión del tejido en posiciones de tejidos óseos traumáticos o defectos de osamenta. Además, el aglomerante orgánico, el agente de dispersión y el cuerpo de espuma orgánica son resolubles de manera que el tantalio poroso tiene gran biocompatibilidad y bioseguridad cuando se usa para implantación médica.

[0018] El aglomerante orgánico puede ser, pero no se limita a, alcohol polivinílico (PVA), almidón, etilcelulosa, u otras sustancias alternativas, y es preferiblemente alcohol polivinílico. El agente de dispersión puede ser, pero no se limita a, agua, etanol o similar, y es preferiblemente agua. El cuerpo de espuma orgánica puede ser, pero no se limita a, cuerpo de espuma de poliuretano, cuerpo de espuma de éster de poliéter, u otras sustancias alternativas. El polvo de tantalio tiene menos de 43 µm de diámetro de promedio y de 0,1 % de contenido de oxígeno, el aglomerante orgánico es alcohol polivinílico, el agente de dispersión es agua, el cuerpo de espuma orgánica es un cuerpo de espuma de poliuretano, y el cuerpo de espuma orgánica impregnada con la lechada de tantalio se seca mediante secado al vacío para eliminar el agua, y el tantalio poroso obtenido tiene un 40-80 % de porosidad y 150-500 µm de diámetro de poros y las estructuras de cuello sinterizadas formadas entre al menos el 50 % de las partículas de tantalio.

[0019] En un aspecto, la solución es un 2-8 % en peso (preferiblemente 4-5 % en peso) de solución de alcohol polivinílico hecha por disolución de alcohol polivinílico en agua destilada bajo calor. En un aspecto, 6-9 partes de peso (preferiblemente 7 partes de peso) de polvo de tantalio y 1 parte de peso del 2-8 % en peso de solución de alcohol polivinílico se mezclan homogéneamente y se agitan para formar una sustancia pastosa (es decir lechada de tantalio), la sustancia pastosa se arroja en el cuerpo de espuma de poliuretano con 0,48-0,89 mm (preferiblemente 0,56-0,72 mm) de diámetro de poro, 0,015-0,035 g/cm^3 (preferiblemente 0,025 g/cm^3) de densidad y más de 50° (preferiblemente 50°-80°) de dureza.

[0020] Resulta beneficioso disminuir las impurezas y mantener las buenas propiedades mecánicas del tantalio poroso de la presente invención usando el polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro de promedio y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno. También, resulta beneficioso mantener la porosidad y el diámetro de los poros requeridos del tantalio poroso de la presente invención usando el cuerpo de espuma de poliuretano con 0,48-0,89 mm de diámetro de poros, 0,015-0,035 g/cm^3 de densidad y más de 50° de dureza. Las características técnicas de la presente invención optimizan las condiciones durante el tratamiento, hacen que el tantalio poroso obtenido tenga biocompatibilidad y bioseguridad, y benefician la formación de las estructuras de cuello sinterizadas.

[0021] En un aspecto, el cuerpo de espuma orgánica impregnado con lechada de tantalio se seca mediante el secado al vacío bajo 10^{-2}-1 Pa de vacuidad, y el cuerpo de espuma orgánica seco con lechada de tantalio se

desengrasa a 400-800°C en un ambiente protector (tal como bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad) y el cuerpo de espuma orgánica seco y el aglomerante orgánico se separan de la lechada de tantalio seca, y la lechada de tantalio seca se sinteriza por sinterización al vacío a 2000-2200°C bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad y manteniendo la temperatura durante 1-5 horas para obtener el cuerpo sinterizado poroso. Alternativamente, el ambiente protector se puede suministrar mediante la utilización de gas inerte en lugar del ambiente de vacío. Luego, el cuerpo sinterizado poroso se recuece mediante recocido al vacío manteniendo la temperatura a 1000-1250°C durante 1-4 horas bajo menos de 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad.

[0022] En un aspecto, el cuerpo de espuma orgánica seco con lechada de tantalio se desengrasa para separar el cuerpo de espuma orgánica seco y el aglomerante orgánico de la lechada de tantalio seca mediante el aumento de la temperatura a 400-800°C a razón de 0,5-5°C/min en un ambiente protector de argón y manteniendo la temperatura durante 30-120 min de tiempo, y luego la lechada de tantalio seca se sinteriza para formar un cuerpo sinterizado poroso bajo menos de 10-3 Pa de vacuidad mediante el aumento de la temperatura de la temperatura ambiente a 1200-1500°C a razón de 10-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 1-2 horas, y luego aumentando la temperatura a 2000-2200°C a razón de menos de 20°C/min y manteniendo la temperatura durante al menos 2-4 horas; después de la sinterización, el cuerpo sinterizado poroso se enfría disminuyendo la temperatura a 800°C a razón de 10-25°C/min por etapas de 30-90 minutos por etapa, y luego se enfría naturalmente; el cuerpo sinterizado poroso se recuece bajo menos de 10-4 Pa de vacuidad aumentando la temperatura a 1000-1250°C a un rimo menor que 30°C/min y manteniendo la temperatura durante 4-6 horas, luego disminuyendo la temperatura lentamente y luego rápidamente a temperatura ambiente a razón de 5-30°C/min por etapa de menos de 1,5-3 horas por etapa.

[0023] Además, en otro aspecto, el cuerpo de espuma orgánica impregnado con lechada de tantalio se seca mediante secado al vacío a 60-100°C durante 4-8 horas. El cuerpo de espuma orgánica seco con la lechada de tantalio se desengrasa mediante el aumento de la temperatura a 600-800°C por etapas en un ambiente protector de argón (pureza: 99,9999 %), la temperatura durante el desengrasado se aumenta de temperatura ambiente a 400°C a razón de 1-5°C/min y se mantiene durante 30-60 minutos, y luego se aumenta de 400°C a 600-800°C a razón de 0.5-1.5°C/min y se mantiene durante 60-120 minutos. La lechada de tantalio seca se sinteriza para formar un cuerpo sinterizado poroso por sinterización al vacío. La temperatura durante la sinterización al vacío se aumenta a 1200-1250°C a razón de 10-15°C/min y se mantiene durante 30-60 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y se aumenta a 1500°C a razón de 10-20°C/min y se mantiene durante 30-60 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego se aumenta a 2000-2200°C a razón de 6-20°C/min y se mantiene durante 120-240 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad. Después de la sinterización, bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, la temperatura se disminuye a 1500-1600°C a razón de 10-20°C/min y se mantiene durante 30-60 minutos, y luego se disminuye a 1200-1250°C a razón de 12-20°C/min y se mantiene durante 60-90 minutos, y se disminuye a 800°C a razón de 10-20°C/min. Luego, el cuerpo sinterizado poroso se enfría naturalmente. Después de enfriarse, el cuerpo sinterizado poroso se recuece por recocido al vacío. La temperatura durante el recocido al vacío se aumenta a 1000-1250°C a razón de 15-30°C/min y se mantiene durante 240-480 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego se disminuye a 1000°C a razón de 5-10°C/min y se mantiene durante 90-180 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y se disminuye a 800°C a razón de 10-20°C/min y se mantiene durante 60-120 minutos bajo menos de 10^{-4} Pa de vacuidad, y se disminuye a temperatura ambiente a razón de 20-30°C/min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad.

[0024] Como tales, los tratamientos, como secado y desengrasado al vacío, son beneficiosos para disminuir las impurezas y mejorar la biocompatibilidad, la bioseguridad y las propiedades mecánicas del tantalio poroso de la presente invención. La optimización del cuerpo de espuma orgánica supera la dificultad de colapso del esqueleto de espuma durante la sinterización. La optimización de las condiciones de la sinterización y los procesos de recocido es favorable para hacer más estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio situadas en el esqueleto acumuladas mediante polvo de tantalio sinterizado, y además mejora las propiedades mecánicas del tantalio poroso tales como la ductilidad, y reduce el índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada.

Breve descripción de los dibujos

[0025]

La fig. 1 es un modelo de difracción de rayos X de polvo (XRD) de un tantalio poroso usado para implantación médica conforme a la presente invención.
La fig. 2 es un macrográfico microscópico electrónico de escaneo (SEM) de un tantalio poroso usado para implantación médica conforme a la presente invención.
La fig. 3 es un micrográfico microscópico electrónico de escaneo (SEM) de un tantalio poroso usado para implantación médica conforme a la presente invención.

[0026] Se ha ilustrado que:

1. El tantalio poroso de la presente invención tiene alta porosidad y los poros están bien distribuidos e interconectados. Tales poros interconectados tridimensionales son ventajosos para la adhesión, la diferenciación y el crecimiento de osteocitos al igual que crecimientos en el interior de los huesos, y también refuerzan las conexiones entre implantes y huesos para ejecutar bien la biocompatibilidad.
2. El tantalio poroso de la presente invención tiene propiedades mecánicas excelentes y microestructuras con partículas constantes y obvias estructuras de cuello sinterizadas. El tantalio poroso con tales características mantiene buenas propiedades mecánicas y ductilidad.

Descripción detallada de la invención

[0027] La presente invención se describe más específicamente en los párrafos siguientes mediante referencia a los dibujos anexos solo a modo de ejemplos.

[0028] La presente invención proporciona un tantalio poroso usado para implantación médica que se produce por impregnación de espuma. Como se muestra en las figuras, el tantalio poroso tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio. La presente invención proporciona un tantalio poroso usado para implantación médica que se produce por la sinterización del polvo de tantalio con menos de 43 μm de diámetro de promedio y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno, donde tiene un 40-80 % de porosidad y 150-500 μm de diámetro de poro, y las estructuras de cuello sinterizadas formadas entre al menos 50 % de las partículas de tantalio.

[0029] En una forma de realización preferida, el tantalio poroso se produce por disolución de alcohol polivinílico en agua destilada bajo calor para formar una solución de alcohol polivinílico con porcentajes de peso apropiados de alcohol polivinílico, mezclando 1 parte de peso de la solución de alcohol polivinílico y las adecuadas partes de peso de polvo de tantalio para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio se arroja bajo presión a un cuerpo de espuma de poliuretano con múltiples poros con diámetro de poro, densidad y dureza adecuados, y luego se impregna el cuerpo de espuma de poliuretano al que se ha arrojado la lechada de tantalio reiteradamente hasta que los poros de la espuma de poliuretano se llenen con la lechada de tantalio. El cuerpo de espuma orgánica impregnado con la lechada de tantalio se seca a temperatura adecuada durante un tiempo adecuado bajo vacuidad adecuada para eliminar el agua. El cuerpo de espuma orgánica seco se pone en un dispositivo de tungsteno en un horno de atmósfera con temperatura en aumento hasta la adecuada. El cuerpo de espuma orgánica seco se desengrasa bajo temperatura constante para separar el aglomerante orgánico y el cuerpo de espuma orgánica de la lechada de tantalio seco en un ambiente protector de gas inerte y se forma una muestra desengrasada (preferiblemente de argón con al menos un 99,999 % de pureza). El gas inerte se emplea antes de aumentar la temperatura para excluir el aire en el horno de atmósfera antes de aumentar la temperatura. Luego, la muestra desengrasada se enfría naturalmente. La muestra desengrasada en el dispositivo de tungsteno se calienta en un horno de sinterización y se sinteriza bajo vacuidad apropiada para formar una muestra sinterizada mediante el aumento de la temperatura a 2000-2200°C por etapas y manteniendo la temperatura durante 1-5 horas. La vacuidad alcanza un nivel adecuado antes de aumentar la temperatura en el horno de sinterización. Luego, la muestra sinterizada se enfría naturalmente. La muestra sinterizada se enfría abajo vacuidad constante, o por etapas a un ritmo adecuado de disminución de temperatura para mantener las temperaturas durante periodos apropiados de tiempo. El gas inerte se puede emplear como atmósfera protectora durante el mantenimiento de la temperatura. Después de enfriarse, la muestra sinterizada se pone en un contenedor de corindón en un horno de recocido con vacuidad apropiada. La muestra sinterizada se recuece mediante aumento de la temperatura por etapas y manteniendo las temperaturas durante periodos apropiados de tiempo. La vacuidad alcanza un nivel adecuado antes de aumentar la temperatura en el horno de recocido. Luego, la muestra recocida se enfría naturalmente. La muestra recocida se enfría bajo vacuidad constante, o por etapas a un ritmo adecuado de disminución de temperatura para mantener las temperaturas durante periodos apropiados de tiempo. El gas inerte se puede emplear como atmósfera protectora durante el mantenimiento de las temperaturas. La muestra recocida se trata con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0030] El cuerpo de espuma de poliuretano seco se pone en un dispositivo de tungsteno en un horno de atmósfera y se desengrasa mediante aumento a la temperatura adecuada a un ritmo apropiado. El gas inerte se emplea antes de aumentar la temperatura para excluir el aire en el horno de atmósfera antes de aumentar la temperatura. El proceso de control de temperatura es aumentar la temperatura de temperatura ambiente a temperatura adecuada, manteniendo la temperatura durante un periodo de tiempo apropiado, aumentando la temperatura nuevamente, y manteniendo la temperatura durante un periodo de tiempo apropiado nuevamente. La muestra desengrasada en el dispositivo de tungsteno se calienta en un horno de sinterización y se sinteriza mediante aumento a la temperatura de sinterización máxima de tantalio a un ritmo apropiado en el horno de sinterización bajo la vacuidad apropiada. La vacuidad alcanza un nivel adecuado antes de aumentar la temperatura en el horno de sinterización. La temperatura en el horno de sinterización se aumenta a temperatura adecuada (tal como 1200-1250°C) a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo adecuado bajo vacuidad constante, y luego se aumenta a la temperatura adecuada (tal como 1250-1500°C) a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo adecuado bajo vacuidad constante, y luego se aumenta a

la temperatura de sinterización máxima de tantalio a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo apropiado bajo una vacuidad constante. Después de la sinterización, la temperatura se disminuye a temperatura adecuada (tal como 1500-1600°C) a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo adecuado bajo una vacuidad constante, y luego se disminuye a 800°C a un ritmo apropiado. Luego, la muestra sinterizada se enfría naturalmente. Después de enfriarse, la muestra sinterizada se pone en un contenedor de corindón en un horno de recocido bajo vacuidad apropiada y se recuece mediante aumento a temperatura adecuada (tal como 1000-1250°C) a un ritmo apropiado. La vacuidad alcanza un nivel adecuado antes aumentar la temperatura en el horno de recocido. La temperatura en el horno de sinterización se aumenta de temperatura ambiente a la temperatura adecuada (tal como 1000-1250°C) a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo apropiado bajo una vacuidad constante, y luego se disminuye a 1000°C a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo apropiado, y luego se disminuye a 800°C a un ritmo apropiado y se mantiene durante un periodo de tiempo apropiado, y luego se disminuye a temperatura ambiente. La muestra recocida se trata con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0031] El proceso de sinterización usado en la presente invención es principalmente la impregnación de espuma. Se analiza y verifica en base a muchas teorías y experimentos que el tantalio poroso obtenido mediante el proceso de sinterización tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales (como se muestra en las figuras). La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulado por el polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio.

Ejemplo 1:

[0032] Se pusieron 12,5 g de alcohol polivinílico en un contenedor lleno con 240 ml de agua, y luego el contenedor se puso en una placa térmica. El alcohol polivinílico y el agua se calientan y agitan para formar una solución de alcohol polivinílico. 60 g de polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno fueron estandarizados por 200 g de balance y un añadido de 50 ml de la solución de alcohol polivinílico (la solución de alcohol polivinílico se enfrió). El polvo de tantalio y la solución de alcohol polivinílico se mezclaron y agitaron homogéneamente para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio fue arrojada en un cuerpo de espuma de poliuretano poroso de 10x10x30 mm (0,48 mm de diámetro de poro, 0,025 g/cm^3 de densidad y 50° de dureza) hasta que los poros del cuerpo de espuma de poliuretano se llenaron con la lechada de tantalio. Luego, el cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se puso en un plato de porcelana colocado en un secador al vacío. El cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se secó en el secador al vacío a 60°C durante 8 horas bajo 1 Pa de vacuidad. El cuerpo de espuma de poliuretano seco lleno con la lechada de tantalio se desengrasó a 600°C durante 120 minutos bajo menos de 10^{-4} Pa de vacuidad. La espuma de poliuretano seca y la lechada de tantalio seca se separaron después del proceso de desengrasado. Luego, la lechada de tantalio seca se sinteriza en un horno de sinterización al vacío a 2000°C durante 2 horas bajo 10^{-4} Pa de vacuidad para formar un cuerpo sinterizado poroso. El argón se emplea como un gas protector durante la sinterización. El cuerpo sinterizado poroso se limpió de polvo y suciedad y luego se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0033] Con referencia a las figuras, se muestra que el tantalio poroso hecho en el ejemplo 1 tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulado por el polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre más del 50 % de las partículas de tantalio.

[0034] La densidad, la porosidad, el diámetro de los poros y otras propiedades mecánicas del tantalio poroso obtenido fueron evaluados por métodos de prueba estándar tales como GB/T5163-2006, GB/T5249-1985, GB/T6886-2001 y similares. El tantalio poroso tiene poros interconectados tridimensionales y menos del 0,5 % de impurezas. Los poros interconectados están bien distribuidos. El tantalio poroso evaluado tiene 3,5 g/cm^3 de densidad, más de 40 % de porosidad, 100 µm de diámetro medio de los poros, 2,0 GPa de módulo elástico, 35 MPa de límite elástico, 40 MPa de resistencia de compresión, 150 MPa de dureza, 17,3 % de la cantidad de deformación plástica, 65 MPa de resistencia a la tracción y 14,7 % de alargamiento porcentual. Según la prueba de resistencia a antiflexión en base a la resistencia a la flexión del metal, la microestructura del tantalio poroso tiene menos del 45 % de índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada, y más del 55 % de índice de fractura del interior de las partículas de tantalio.

Ejemplo 2:

[0035] Se pusieron 10 g de alcohol polivinílico en un contenedor lleno con 200 ml de agua, y luego el contenedor se puso en una placa térmica. El alcohol polivinílico y agua se calientan y se agitan para formar una solución de alcohol polivinílico. 40 g de polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno fueron estandarizados por 200 g de balance añadidos a 32 ml de la solución de alcohol polivinílico (la solución de alcohol polivinílico se enfrió). El polvo de tantalio y la solución de alcohol polivinílico se mezclaron y agitaron homogéneamente para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio fue arrojada en un cuerpo de espuma de poliuretano poroso de 10x10x25 mm (0,56 mm de diámetro de poro, 0,030 g/cm^3 de densidad y

60° de dureza) hasta que los poros del cuerpo de espuma de poliuretano se llenaron con la lechada de tantalio. Luego, el cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se puso en un plato de porcelana colocado en un secador al vacío. El cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se secó en el secador al vacío a 100°C durante 4 horas bajo 10^{-2} Pa de vacuidad. El cuerpo de espuma de poliuretano seco lleno con la lechada de tantalio se desengrasó a 800°C durante 120 minutos bajo 10^{-4} Pa de vacuidad. El cuerpo de espuma de poliuretano seco y la lechada de tantalio seca se separaron después del proceso de desengrasado. Luego, la lechada de tantalio seca se sinteriza en un horno de sinterización al vacío a 2100°C durante 4 horas bajo 10^{-4} Pa de vacuidad y se forma un cuerpo sinterizado poroso. El argón se emplea como un gas protector durante la sinterización. El cuerpo sinterizado poroso se limpió de polvo y suciedad y luego se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0036] Con referencia a las figuras, se muestra que el tantalio poroso hecho en el ejemplo 2 tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulada por el polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre más del 50% de las partículas de tantalio.

[0037] La densidad, la porosidad, el diámetro de los poros y otras propiedades mecánicas del tantalio poroso obtenido fueron evaluados por métodos de prueba estándar tales como GB/T5163-2006, GB/T5249-1985, GB/T6886-2001 y similares. El tantalio poroso tiene poros interconectados tridimensionales y menos del 0,5 % de impurezas. Los poros interconectados están bien distribuidos. El tantalio poroso evaluado tiene 5 g/cm^3 de densidad, más del 70 % de porosidad, 200 µm de diámetro medio de los poros, 3,0 GPa de módulo elástico, 70 MPa de límite elástico, 80 MPa de resistencia de compresión, 200 MPa de dureza, 17 % de la cantidad de deformación plástica, 70 MPa de resistencia a la tracción y 14 % de alargamiento porcentual. Según la prueba de resistencia a antiflexión en base a la resistencia a la flexión del metal, la microestructura del tantalio poroso tiene menos del 40 % de índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada, y más del 60 % de índice de fractura del interior de las partículas de tantalio.

Ejemplo 3:

[0038] Se pusieron 11 g de alcohol polivinílico en un contenedor lleno con 220 ml de agua, y luego el contenedor se puso en la placa térmica. El alcohol polivinílico y el agua se calientan y agitan para formar una solución de alcohol polivinílico. 45 g de polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno fueron estandarizados por 200 g de balance añadidos a 36 ml de la solución de alcohol polivinílico (la solución de alcohol polivinílico se enfrió). El polvo de tantalio y la solución de alcohol polivinílico se mezclaron y agitaron homogéneamente para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio fue arrojada en un cuerpo de espuma de poliuretano poroso de 8x8x25 mm (0,70 mm de diámetro de poro, 0,035 g/cm^3 de densidad y 70° de dureza) hasta que los poros del cuerpo de espuma de poliuretano se llenaron con la lechada de tantalio. Luego, el cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se puso en un plato de porcelana colocado en un secador al vacío. El cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se secó en el secador al vacío a 80°C durante 6 horas bajo 10^{-1} Pa de vacuidad. La espuma de poliuretano seca llena con la lechada de tantalio se desengrasó a 700°C durante 90 minutos bajo 10^{-3} Pa de vacuidad. El cuerpo de espuma de poliuretano seco y la lechada de tantalio seca se separaron después del proceso de desengrasado. Luego, la lechada de tantalio seca se sinteriza en un horno de sinterización al vacío a 2200°C durante 2,5 horas bajo 10^{-3} Pa de vacuidad y se forma un cuerpo sinterizado poroso. El argón se emplea como un gas protector durante la sinterización. El cuerpo sinterizado poroso se limpió de polvo y suciedad y luego se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0039] Con referencia a las figuras, se muestra que el tantalio poroso hecho en el ejemplo 3 tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulada por el polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre más del 50 % de las partículas de tantalio.

[0040] La densidad, la porosidad, el diámetro de los poros y otras propiedades mecánicas del tantalio poroso obtenido fueron evaluados por métodos de prueba estándar tal como GB/T5163-2006, GB/T5249-1985, GB/T6886-2001 y similares. El tantalio poroso tiene poros interconectados tridimensionales y menos del 0,5 % de impurezas. Los poros interconectados están bien distribuidos. El tantalio poroso evaluado tiene 8 g/cm^3 de densidad, más del 60 % de porosidad, 300 µm de diámetro medio de los poros, 4,0 GPa de módulo elástico, 90 MPa de límite elástico, 100 MPa de resistencia de compresión, 250 MPa de dureza, 17,2 % de la cantidad de deformación plástica, 71 MPa de resistencia a la tracción y 14,5 % de alargamiento porcentual. Según la prueba de resistencia a antiflexión en base a la resistencia a la flexión del metal, la microestructura del tantalio poroso tiene menos del 35 % de índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada, y más del 65 % de índice de fractura del interior de las partículas de tantalio.

Ejemplo 4:

[0041] Se pusieron 12 g de alcohol polivinílico en un contenedor lleno con 230 ml de agua, y luego el contenedor se puso en una placa térmica. El alcohol polivinílico y agua se calientan y se agitan para formar una solución de alcohol polivinílico. 50 g de polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro y menos del 0,1 % de contenido de oxígeno fueron estandarizados por 200 g de balance añadidos a 40 ml de la solución de alcohol polivinílico (la solución de alcohol polivinílico se enfrió). El polvo de tantalio y la solución de alcohol polivinílico se mezclaron y agitaron homogéneamente para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio fue arrojada en un cuerpo de espuma de poliuretano poroso de 12x12x30 mm (0,60 mm de diámetro de poro, 0,027 g/cm^3 de densidad y 80° de dureza) hasta que los poros del cuerpo de espuma de poliuretano se llenen con la lechada de tantalio. Luego, el cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se puso en un plato de porcelana colocado en un secador al vacío. El cuerpo de espuma de poliuretano lleno con la lechada de tantalio se secó en el secador al vacío a 90°C durante 5 horas bajo 1 Pa de vacuidad. El cuerpo de espuma de poliuretano seco lleno con la lechada de tantalio se desengrasó a 500°C durante 120 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad. El cuerpo de espuma de poliuretano seco y la lechada de tantalio seca se separaron después del proceso de desengrasado. Luego, la lechada de tantalio seca se sinteriza en un horno de sinterización al vacío a 2150°C durante 2 horas bajo 10^{-4} Pa de vacuidad y forma un cuerpo sinterizado poroso. El argón se emplea como un gas protector durante la sinterización. El cuerpo sinterizado poroso se limpió de polvo y suciedad y luego se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0042] Con referencia a las figuras, se muestra que el tantalio poroso hecho en el ejemplo 4 tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulada por el polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre más del 50 % de las partículas de tantalio.

[0043] La densidad, la porosidad, el diámetro de los poros y otras propiedades mecánicas del tantalio poroso obtenido fueron evaluados por métodos de prueba estándar tal como GB/T5163-2006, GB/T5249-1985, GB/T6886-2001 y similares. El tantalio poroso tiene poros interconectados tridimensionales y menos del 0,5 % de impurezas. Los poros interconectados están bien distribuidos. El tantalio poroso evaluado tiene 2,1-5,1 g/cm^3 de densidad, más de 50 % de porosidad, 400 µm de diámetro medio de poros, 3,5 GPa de módulo elástico, 120 MPa de límite elástico, 170 MPa de resistencia de compresión, 300 MPa de dureza, 17,3 % de la cantidad de deformación plástica, 72 MPa de resistencia a la tracción y 14,6 % de alargamiento porcentual. Según la prueba de resistencia a antiflexión en base a la resistencia a la flexión del metal, la microestructura del tantalio poroso tiene menos del 43 % de índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada, y más del 57 % de índice de fractura del interior de las partículas de tantalio.

Ejemplo 5:

[0044] Polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro y menos del 0,1 % del contenido de oxígeno como materia prima fue mezclado con una solución de alcohol polivinílico como solución aglutinante para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio fue arrojada en un cuerpo de espuma de poliuretano. El cuerpo de espuma de poliuretano con la lechada de tantalio se secó, se desengrasó, se sinterizó al vacío, se recoció al vacío y se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0045] En la forma de realización ejemplar, el cuerpo de espuma de poliuretano tiene 0,56-0,72 mm de diámetro de poro, 0,025 g/cm^3 de densidad y 50°-80° de dureza. El cuerpo de espuma de poliuretano con la lechada de tantalio se secó bajo 10^{-2}-1 Pa de vacuidad para eliminar el agua. El cuerpo de espuma de poliuretano seco y el alcohol polivinílico se separaron de la lechada de tantalio seca a 400-800°C de la temperatura bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad o en un ambiente protector de gas inerte mantenimiento la temperatura durante 30-120 minutos. La lechada de tantalio seca fue sinterizada a 2000-2200°C bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad y manteniendo la temperatura durante 1-5 horas. El argón u otro gas inerte alternativo se empleó como un gas protector al mantener la temperatura durante el proceso de sinterización, para obtener un cuerpo sinterizado poroso. Después de la sinterización, el cuerpo sinterizado poroso se recoció manteniendo la temperatura a 1000-1250°C durante 1-4 horas bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0046] Con referencia a las figuras, se muestra que el tantalio poroso hecho en el ejemplo 5 tiene la estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulada por polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre más del 50 % de las partículas de tantalio.

[0047] La densidad, la porosidad, el diámetro de los poros y otras propiedades mecánicas del tantalio poroso obtenido fueron evaluados por métodos de prueba estándar tales como GB/T5163-2006, GB/T5249-1985, GB/T6886-2001 y similares. El tantalio poroso tiene poros interconectados tridimensionales y menos del 0,5 % de impurezas. Los poros interconectados están bien distribuidos. El tantalio poroso evaluado tiene 2,1-11 g/cm^3 de densidad, 40-80 % de porosidad, 150-500 µm de diámetro medio de poros, 2,0-4,6 GPa de módulo elástico, 35-

120 MPa de límite elástico, 40-170 MPa de resistencia de compresión, 150-300 MPa de dureza, 9,4-17,3 % de la cantidad de deformación plástica, 65-72 MPa de resistencia a la tracción y 14,7 % de alargamiento porcentual. Según la prueba de resistencia a antiflexión en base a la resistencia a la flexión del metal, la microestructura del tantalio poroso tiene menos del 43 % de índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada, y más del 57 % de índice de fractura del interior de las partículas de tantalio.

Ejemplo 6:

[0048] Polvo de tantalio con menos de 43 µm de diámetro y menos del 0,1 % del contenido de oxígeno como materia prima se mezcló con una solución de alcohol polivinílico como solución aglutinante para formar una lechada de tantalio. La lechada de tantalio se arrojó en un cuerpo de espuma de poliuretano con 0,48-0,89 mm de diámetro de poro, 0,015-0,035 g/cm^3 y 50°-80° de dureza. El cuerpo de espuma de poliuretano con la lechada de tantalio se secó, se desengrasó, se sinterizó al vacío, se recoció al vacío y se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0049] En la forma de realización ejemplar, se disolvió alcohol polivinílico en agua destilada bajo calor para formar un 5 % en peso de solución de alcohol polivinílico. 7 partes de peso de polvo de tantalio y 1 parte de peso del 5 % en peso de solución de alcohol polivinílico se mezclaron homogéneamente y se agitaron para formar una lechada de tantalio pastosa. El cuerpo de espuma de poliuretano se impregnó reiteradamente hasta que los poros del cuerpo de espuma de poliuretano se llenaron con la lechada de tantalio. El cuerpo de espuma de poliuretano con la lechada de tantalio se secó a 60-100°C durante 4-8 horas bajo 1 Pa de vacuidad para eliminar el agua.

[0050] El cuerpo de espuma de poliuretano seco se puso en un dispositivo de tungsteno en un horno de atmósfera sin oxidación con un aumento a 800°C a un ritmo apropiado. El cuerpo de espuma orgánica seco se desengrasó bajo argón con al menos un 99,999 % de pureza como un gas protector. El argón puro se empleó como un gas protector durante 30 minutos antes de aumentar la temperatura para excluir el aire en el horno de atmósfera. La temperatura se aumentó de temperatura ambiente a 400°C a razón de 1°C/min con argón fluyendo a razón de 0,5 L/min y se mantuvo durante 30 minutos, y luego se aumentó a 400-800°C a razón de 0,5°C/min con argón fluyendo a razón de 1 L/min y se mantuvo durante 120 minutos. Luego, se apagó la energía y la muestra desengrasada se enfrió con la temperatura en el horno mientras el argón fluía a razón de 1 L/min. El proveedor de argón se cerró hasta que la temperatura de la muestra desengrasada disminuyó a la temperatura ambiente.

[0051] La muestra desengrasada en el dispositivo de tungsteno se calentó en un horno de sinterización y se sinterizó mediante aumento a 2200°C a un ritmo apropiado. La vacuidad alcanzó 10^{-4} Pa antes de aumentar la temperatura en el horno de sinterización. La temperatura en el horno de sinterización se aumentó de temperatura ambiente a 1200°C a razón de 10-15°C/min y se mantuvo durante 30 minutos bajo 10^{-4} Pa de vacuidad, y luego se aumentó a 1500°C a razón de 10°C/min y se mantuvo durante 30 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego se aumentó a 2200°C a razón de 6°C/min y se mantuvo durante 120 minutos bajo 10^{-3} Pa de vacuidad. Después de la sinterización, bajo 10^{-3} Pa de vacuidad, la temperatura se disminuyó a 1600°C a razón de 10-15°C/min y se mantuvo durante 30 minutos, y luego se disminuyó a 1200°C a razón de 12°C/min y se mantuvo durante 60 min, y luego se disminuyó a 800°C a razón de 10°C/min. Luego, la muestra sinterizada se enfrió naturalmente.

[0052] Después de enfriarse, la muestra sinterizada se puso en el contenedor de corindón en un horno de recocido bajo vacuidad apropiada y se recoció mediante el aumento a 1250°C a un ritmo apropiado. La vacuidad alcanzó 10^{-4} Pa antes de aumentar la temperatura en el horno de recocido. La temperatura en el horno de sinterización se aumentó de temperatura ambiente a 1250°C a razón de 15°C/min y se mantuvo durante 240 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego se disminuyó a 1000°C a razón de 5°C/min y se mantuvo durante 180 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego se disminuyó a 800°C a razón de 10°C/min y se mantuvo durante 120 minutos bajo 10^{-4} Pa de vacuidad, y luego se disminuyó a temperatura ambiente a razón de 20°C/min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad. Luego, la muestra recocida se trató con postratamientos normales para obtener un tantalio poroso.

[0053] Con referencia a las figuras, se muestra que el tantalio poroso hecho en el ejemplo 6 tiene una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales. La estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma acumulada por el polvo de tantalio, y partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre más del 80 % de las partículas de tantalio.

[0054] La densidad, la porosidad, el diámetro de los poros y otras propiedades mecánicas del tantalio poroso obtenido fueron evaluados por métodos de prueba estándar tales como GB/T5163-2006, GB/T5249-1985, GB/T6886-2001 y similares. El tantalio poroso tiene poros interconectados tridimensionales y menos del 0,5 % de impurezas. Los poros interconectados están bien distribuidos. El tantalio poroso evaluado tiene 4,52 g/cm^3 de densidad, 72,8 % de porosidad, 300 µm de diámetro medio de poros, 3,5 GPa de módulo elástico, 108 MPa de límite elástico, 69 MPa de resistencia de compresión, 230 MPa de dureza, 11,4 % de la cantidad de deformación plástica, 67 MPa de resistencia a la tracción y 14,7 % de alargamiento porcentual. Según la prueba de

resistencia a antiflexión en base a la resistencia a la flexión del metal, la microestructura del tantalio poroso tiene menos del 40 % de índice de fractura de la estructura de cuello sinterizada, y más del 60 % de índice de fractura del interior de las partículas de tantalio.

[0055] Además de los ejemplos ilustrados anteriormente, el aglomerante orgánico también puede ser almidón, etilcelulosa u otras sustancias alternativas, el agente de dispersión también puede ser etanol puro u otra sustancia alternativa, y el cuerpo de espuma orgánica también puede ser un cuerpo de espuma de éster de poliéter. Sin embargo, no importa qué sustancias se usan como el aglomerante orgánico, el agente de dispersión y el cuerpo de espuma orgánica, los fines de su uso miran hacia que el agente de dispersión se pueda quitar fácilmente y que el polvo metálico durante el proceso de sinterización no pueda colapsar pero sí eliminarse fácilmente para formar el tantalio poroso con una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales.

[0056] Además de los procesos mencionados anteriormente en el ejemplo 6, gente experta en la técnica puede hacer cambios y modificaciones en las condiciones para obtener el tantalio poroso de la presente invención.

Tabla 1

Ejemplo	Diámetro de polvo de tantalio (□m) /Contenido de oxígeno (%)	PVA(g) /Agua (ml)	Polvo de tantalio (parte de peso) /PVA solución (parte de peso)	Diámetro de poros de cuerpo de espuma de poliuretano (mm)	Densidad de cuerpo de espuma de poliuretano (g/cm^3)	Dureza de cuerpo de espuma de poliuretano (°)
7	<3/<0,1	2/100	1/7,5	0,50	0,025	50
8	<40/<0,1	3/100	1/8,5	0,88	0,035	55
9	<42/<0,1	4/100	1/7,7	0,70	0,030	77
10	<41/<0,1	5/100	1/8,3	0,60	0,027	66
11	<39/<0,1	6/100	1/6,0	0,55	0,033	73
12	<8/<0,1	7/100	1/7,3	0,56	0,016	63
13	<35/<0,1	8/100	1/8,1	0,72	0,018	53

Tabla 2

Ejemplo	Vacuidad de secado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (h)	La atmósfera de desengrasado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de sinterización (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de recocido (Pa) /El ritmo de aumento o disminución (°C/min) /Temperatura (°C) /Tiempo de mantenimiento de temperatura (min)
7	1/65/6,5	aumento de temperatura ambiente a 400°C a razón de 1°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min; aumento de 400°C a 600°C a razón de 0,5°C/min y manteniendo la temperatura durante 120 min.	aumento de temperatura ambiente a 1200°C a razón de 10°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; aumento a 1250°C a razón de 11°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min; aumento a 2030°C a razón de 6°C/min y manteniendo la temperatura durante 240 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad;	10^{-4} Pa /aumento a 1030°C a razón de 15°C/min y manteniendo la temperatura durante 480 min /disminución a 1000°C a razón de 5°C/min y manteniendo la temperatura durante 180 min; /disminución a 800°C a razón de 11 °C/min y manteniendo la temperatura durante 108 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de 21°C/min
			aumento de temperatura ambiente a 1200°C a razón de 10°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; disminución a 1520°C a razón de 11°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1200°C a razón de 13°C/min y manteniendo la temperatura durante 90 min; disminución a 800°C a razón de 13°C/min, y enfriamiento natural	

(continuación)

Ejemplo	Vacuidad de secado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (h)	La atmósfera de desengrasado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de sinterización (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de recocido (Pa) /El ritmo de aumento o disminución de la temperatura (°C/min) /Temperatura (°C) /Tiempo de mantenimiento de la temperatura (min)
8	1/75/5,5	aumento de temperatura ambiente a 400°C a razón de 1,5°C/min y manteniendo la temperatura durante 58 min; aumento de 400°C a 600°C a razón de 0,6°C/min y manteniendo la temperatura durante 110min	aumento a 1210°C a razón de 11°C/min y manteniendo la temperatura durante 58 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; aumento a 1270°C a razón de 12°C/min y manteniendo la temperatura durante 55 min; aumento a 2050°C a razón de 8°C/min y manteniendo la temperatura durante 220 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1530°C a razón de 12°C/min y manteniendo la temperatura durante 55 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; decreciente a 1210°C a razón de 14°C/min y manteniendo la temperatura	10^{-4} Pa /aumento a 1050°C a razón de 17°C/min y manteniendo la temperatura durante 450 min /disminución a 1000°C a razón de 6°C/min y manteniendo la temperatura durante 150 min; /disminución a 800°C a razón de 12°C/min y manteniendo la temperatura durante 102 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de 22°C/min
			durante 85 min; disminución a 800°C a razón de 14°C/min y enfriamiento natural.	
9	1/55/7	aumento de temperatura ambiente a 400°C a razón de 2°C/min y manteniendo la temperatura durante 56 min; aumento de 400°C a 680°C a razón de 0,7°C/min y manteniendo la temperatura durante 100 min;	aumento a 1220°C a razón de 12°C/min y manteniendo la temperatura durante 55 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; aumento a 1300°C a razón de 13°C/min y manteniendo la temperatura durante 50 min; aumento a 2100°C a razón de 10°C/min y manteniendo la temperatura durante 200 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1540°C a razón de 13°C/min y manteniendo la temperatura	10^{-4} Pa /aumento a 1100°C a razón de 20°C/min y manteniendo la temperatura durante 420 min /disminución a 1000°C a razón de 7°C/min y manteniendo la temperatura durante 130 min; /disminución a 800°C a un ritmo de 13°C/min y manteniendo la temperatura durante 96 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de 23°C/min

(continuación)

Ejemplo	Vacuidad de secado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (h)	La atmósfera de desengrasado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de sinterización (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de recocido (Pa) /El ritmo de aumento o disminución de la temperatura (°C/min) /Temperatura (°C) /Tiempo de mantenimiento de la temperatura (min)
			durante 50min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1220°C a un ritmo de 15°C/min y manteniendo la temperatura durante 80 min; disminución a 800°C a razón de 15°C/min y enfriamiento natural	
10	1/45/7,5	aumento de temperatura ambiente a 400°C a razón de 2,5°C/min y manteniendo la temperatura durante 55 min; aumento de 400°C a 700°C a razón de 0,8°C/min y manteniendo la temperatura	aumento a 1230°C a razón de 13°C/min y manteniendo la temperatura durante 50 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; aumento a 1350°C a razón de 14°C/min y manteniendo la temperatura durante 45 min; aumento a 2150°C a razón de 12°C/min y manteniendo la temperatura	10^{-4} Pa /aumento a 1150°C a razón de 22°C/min y manteniendo la temperatura durante 360 min /disminución a 1000°C a razón de 8°C/min y manteniendo la temperatura durante 120 min; /disminución a 800°C a un ritmo de 14°C/min y manteniendo la temperatura durante 90 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de
		durante 90 min;	durante 180 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1550°C a razón de 14°C/min y manteniendo la temperatura durante 45 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1230°C a razón de 16°C/min y manteniendo la temperatura durante 75 min; disminución a 800°C a razón de 16°C/min y enfriamiento natural	24°C/min
11	1/85/6,0	aumento de temperatura ambiente a 400°C a razón de 3°C/min y manteniendo la temperatura durante 50 min; aumento de 400°C a	aumento a 1240°C a razón de 14°C/min y manteniendo la temperatura durante 40 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; aumento a 1400°C a razón de 15°C/min y manteniendo la temperatura	10^{-3} Pa /aumento a 1200°C a razón de 25°C/min y manteniendo la temperatura durante 300 min /disminución a 1000°C a razón de 9°C/min y manteniendo la temperatura durante 100 min;

(continuación)

Ejemplo	Vacuidad de secado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (h)	La atmósfera de desengrasado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de sinterización (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de recocido (Pa) /El ritmo de aumento o disminución de la temperatura (°C/min) /Temperatura (°C) /Tiempo de mantenimiento de la temperatura (min)
		730°C a razón de 0,9°C/min y manteniendo la temperatura durante 80 min;	durante 40 min; aumento a 2160°C a razón de 14°C/min y manteniendo la temperatura durante 160 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1560°C a razón de 15°C/min y manteniendo la temperatura durante 40 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1240°C a razón de 17°C/min y manteniendo la temperatura durante 70 min; disminución a 800°C a razón de 17°C/min y enfriamiento natural	/disminución a 800°C a razón de 15°C/min y manteniendo la temperatura durante 84 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de 26°C/min
12	1/95/5,5	aumento de temperatura ambiente a 400°C a un	aumento a 1250°C a razón de 15°C/min y manteniendo la temperatura	10^{-4} Pa /aumento a 1230°C a razón de 27°C/min
		ritmo de 4°C/min y manteniendo la temperatura durante 40 min; aumento de 400°C a 750°C a razón de 1,0°C/min y manteniendo la temperatura durante 70 min;	durante 30 min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad; aumento a 1450°C a razón de 16°C/min y manteniendo la temperatura durante 35 min; aumento a 2170°C a razón de 16°C/min y manteniendo la temperatura durante 140 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1570°C a razón de 16°C/min y manteniendo la temperatura durante 35 min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1245°C a razón de 18°C/min y manteniendo la temperatura durante 65 min; disminución a 800°C a razón de	y manteniendo la temperatura durante 270 min /disminución a 1000°C a razón de 10°C/min y manteniendo la temperatura durante 90 min; /disminución a 800°C a razón de 16°C/min y manteniendo la temperatura durante 78 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de 27°C/min
			18°C/min y enfriamiento natural	

(continuación)

Ejemplo	Vacuidad de secado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (h)	La atmósfera de desengrasado (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de sinterización (Pa) /Temperatura (°C) /Tiempo (min)	La atmósfera de recocido (Pa) /El ritmo de aumento o disminución de la temperatura (°C/min) /Temperatura (°C) /Tiempo de mantenimiento de la temperatura (min)
13	1/100/4,5	aumento de temperatura ambiente a 400°C a razón de 2°C/min y manteniendo la temperatura durante 30 min; aumento de 400°C a 800°C a razón de 1,3°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min;	aumento a 1225°C a razón de 13°C/min y manteniendo la temperatura durante 45 min bajo 10-4 Pa de vacuidad; aumento a 1500°C a razón de 17°C/min y manteniendo la temperatura durante 30 min; aumento a 2180°C a razón de 18°C/min y manteniendo la temperatura durante 120 min bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1580°C a razón de 18°C/min y manteniendo la temperatura durante 30min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; disminución a 1250°C a razón de	10^{-4} Pa /aumento a 1250°C a razón de 30°C/min y manteniendo la temperatura durante 240 min /disminución a 1000°C a razón de 5,5°C/min y manteniendo la temperatura durante 170 min; /disminución a 800°C a un ritmo de 17°C/min y manteniendo la temperatura durante 72 min; /disminución a temperatura ambiente a razón de 29°C/min
			19°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 min; disminución a 800°C a razón de 19°C/min y	

Tabla 3 las propiedades mecánicas del tantalio poroso preparado en el ejemplo 7-13

Ejemplo	7	8	9	10	11	12	13
Densidad (g/cm^3)	9,9	7,5	5,8	4,2	9,1	3,5	8,3
Porosidad (%)	40	55	65	75	45	80	50
Diámetro de los poros (µm)	170	290	480	380	330	210	430
Módulo elástico (GPa)	2,1	2,5	3,3	3,9	3,6	4,3	4,5
Límite elástico (MPa)	110	100	90	80	70	65	40
Resistencia de compresión (MPa)	50	160	150	130	100	140	110
Dureza (MPa)	60	170	210	230	280	290	270
La cantidad de deformación plástica (%)	17,30	17,20	17,25	7,22	17,28	17,29	17,30
Resistencia a la tracción (MPa)	65	66	67	68	69	70	71
Alargamiento porcentual (%)	14,70	14,60	14,50	14,65	14,55	14,75	14,80
Índice de fractura de las estructuras de cuello sinterizadas (%)	45	40	35	30	43	37	32
Índice de fractura del interior de partículas de tantalio (%)	55	60	65	70	57	63	68

REIVINDICACIONES

1. Tantalio poroso usado para implantación médica, producido por impregnación de espuma y con una estructura de espuma con poros interconectados tridimensionales, donde la estructura de espuma tiene un esqueleto de espuma, partículas de tantalio situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio, donde dicho tantalio poroso se produce por la sinterización de polvo de tantalio que tiene un diámetro medio inferior a 43 µm y contenido de oxígeno en una cantidad inferior a 0,1 %, donde tiene 40-80 % de porosidad y 150-500 µm de diámetro de poro, y las estructuras de cuello sinterizadas se forman entre al menos un 50 % de las partículas de tantalio.

2. Tantalio poroso usado para implantación médica según la reivindicación 1, donde un cuerpo de espuma de poliuretano con 0,48-0,89 mm de diámetro de poro, 0,015-0,035 g/cm^3 de densidad y más de 50° de dureza se usa como un cuerpo de espuma orgánica en la impregnación de espuma.

3. Tantalio poroso usado para implantación médica según la reivindicación 2, donde un cuerpo de espuma de poliuretano con 0,56-0,72 mm de diámetro de poro, 0,025 g/cm^3 de densidad y 50°-80° de dureza se usa como un cuerpo de espuma orgánica en la impregnación de espuma.

4. Método para la preparación del tantalio poroso usado para implantación médica según la reivindicación 1, que se hace por impregnación de espuma, y que comprende las etapas de:

(a) proporcionar un aglomerante orgánico, un agente de dispersión y polvo de tantalio;
(b) mezclar el aglomerante orgánico y el agente de dispersión para formar una solución y luego mezclar la solución y el polvo de tantalio para formar una lechada de tantalio;
(c) proporcionar un cuerpo de espuma orgánica, donde el cuerpo de espuma orgánica tiene múltiples poros;
(d) arrojar la lechada de tantalio en el cuerpo de espuma orgánica e impregnar el cuerpo de espuma orgánica al que se ha arrojado la lechada de tantalio hasta que los poros del cuerpo de espuma orgánica se llenen con la lechada de tantalio;
(e) secar el cuerpo de espuma orgánica impregnada con la lechada de tantalio para eliminar el agente de dispersión;
(f) desengrasar el cuerpo de espuma orgánica seco para separar la lechada de tantalio seca del aglomerante orgánico y el cuerpo de espuma orgánica en un ambiente protector de gas inerte;
(g) sinterizar al vacío la lechada de tantalio seca para obtener un cuerpo sinterizado poroso, donde el cuerpo sinterizado poroso tiene un esqueleto de espuma, partículas de tantalio sinterizado situadas en el esqueleto de espuma, y múltiples estructuras de cuello sinterizadas formadas entre las partículas de tantalio; y
(h) recocer al vacío y tratar el cuerpo sinterizado poroso con postratamientos normales para obtener el tantalio poroso.

5. Método según la reivindicación 4, donde el aglomerante orgánico es alcohol polivinílico, el agente de dispersión es agua, el cuerpo de espuma orgánica es un cuerpo de espuma de poliuretano, y el cuerpo de espuma orgánica impregnado con la lechada de tantalio se seca mediante secado al vacío para eliminar el agua.

6. Método según la reivindicación 5, donde la solución es un 2-8 % en peso de solución de alcohol polivinílico hecha disolviendo alcohol polivinílico en agua destilada bajo calor; 6-9 partes de peso de polvo de tantalio y 1 parte de peso del 2-8 % en peso de solución de alcohol polivinílico se mezclan homogéneamente y se agitan para formar la lechada de tantalio, y la lechada de tantalio se arroja en el cuerpo de espuma de poliuretano con 0,48-0,89 mm de diámetro de poro, 0,015-0,035 g/cm^3 de densidad y más de 50° de dureza.

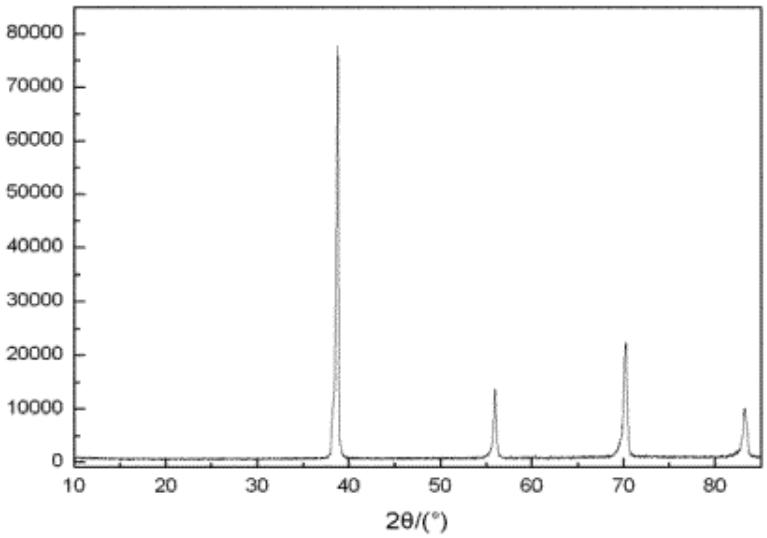
7. Método según la reivindicación 6, donde la solución de alcohol polivinílico es 4-5 % en peso de solución de alcohol polivinílico; 7 partes de peso de polvo de tantalio y 1 parte de peso del 4-5 % en peso de solución de alcohol polivinílico se mezclan homogéneamente y se agitan para formar la lechada de tantalio, la lechada de tantalio se arroja en el cuerpo de espuma de poliuretano con 0,56-0,72 mm de diámetro de poro, 0,025 g/cm^3 de densidad y 50°-80° de dureza bajo presión hasta que los poros de la espuma de poliuretano se llenan.

8. Método como se reivindica en cualquier reivindicación de la reivindicación 4 a 7, donde el cuerpo de espuma orgánica impregnado se seca mediante secado al vacío bajo 10^{-2}-1 Pa de vacuidad, y el cuerpo de espuma orgánica seca con la lechada de tantalio se desengrasa a 400-800°C de temperatura en un ambiente protector de gas inerte o bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y la lechada de tantalio seca se sinteriza mediante sinterización al vacío bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad a 2000-2200°C y manteniendo la temperatura durante 1-5 horas en un ambiente de gas inerte, y el cuerpo sinterizado poroso se recuece por recocido al vacío manteniendo la temperatura a 1000-1250°C bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad y manteniendo la temperatura durante 1-4 horas.

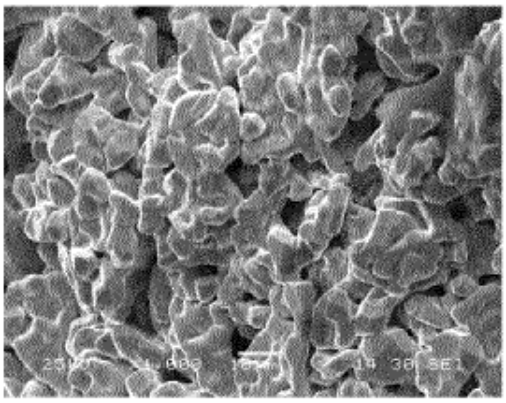
9. Método según la reivindicación 8, donde el cuerpo de espuma orgánica seco con lechada de tantalio se desengrasó mediante el aumento de la temperatura a 400-800°C a razón de 0,5-5°C/min en un ambiente protector de argón y manteniendo la temperatura durante 30-120 minutos, y la lechada de tantalio seco se sinteriza para formar un cuerpo sinterizado poroso bajo menos de 10^{-3} Pa de vacuidad mediante el aumento de la temperatura de temperatura ambiente a 1200-1500°C a razón de 10-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 1-2 horas, y luego aumentando la temperatura de temperatura ambiente a 2000-2200°C a razón de menos de 20°C/min y manteniendo la temperatura durante al menos 2-4 horas; después de la sinterización, disminución de la temperatura a 800°C a razón de entre 10-25°C/min por etapas de 30-90 minutos por etapa y luego a temperatura ambiente con la temperatura en el horno de sinterización, y el cuerpo sinterizado poroso se enfría; luego después de enfriarse, el cuerpo sinterizado poroso se recuece bajo menos de 10^{-4} Pa de vacuidad mediante el aumento de la temperatura a 1000-1250°C a razón de menos de 30°C/min y manteniendo la temperatura durante 4-6 horas, y luego se disminuye la temperatura lentamente y luego rápidamente a temperatura ambiente a razón de 5-30°C/min por etapas de menos de 1,5 -3 horas por etapa.

10. Método según la reivindicación 8, donde el cuerpo de espuma orgánica impregnado con la lechada de tantalio se secó bajo una vacuidad adecuada a 60-100°C de temperatura durante 4-8 horas, y el cuerpo de espuma orgánica seco con la lechada de tantalio se desengrasó mediante el aumento de la temperatura a 400-800°C por etapas en un ambiente protector de argón; donde el cuerpo de espuma orgánica seco con la lechada de tantalio se desengrasó mediante el aumento de la temperatura de temperatura ambiente a 400°C a razón de 1-5°C/min y manteniendo la temperatura durante 30-60 minutos, y luego aumentando la temperatura de 400°C a 600-800°C a razón de 0,5-1,5°C/min y manteniendo la temperatura durante 60-120 minutos; la lechada de tantalio seca se sinterizó para formar un cuerpo sinterizado poroso mediante el aumento de la temperatura a un rango de 1200-1250°C a razón de 10-15°C/min y manteniendo la temperatura durante 30-60 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego aumentando la temperatura a 1500°C a razón de 10-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 30-60 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego aumentando la temperatura a un rango de 2000-2200°C a razón de 6-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 120-240 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad; luego después de la sinterización, bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, el cuerpo sinterizado poroso se enfrió disminuyendo la temperatura a 1500-1600°C a razón de 10-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 30-60 minutos, y luego disminuyendo la temperatura a 1200-1250°C a razón de 12-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 60-90 minutos, y luego disminuyendo la temperatura a 800°C a razón de 10-20°C/min, y el cuerpo sinterizado poroso se enfría con la temperatura en el horno; luego después de enfriarse, el cuerpo sinterizado poroso se recuece mediante el aumento de la temperatura a 1000-1250°C a razón de 15-30°C/min y manteniendo la temperatura durante 240-480 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego disminuyendo la temperatura a 1000°C a razón de 5-10°C/min y manteniendo la temperatura durante 90-180 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y disminuyendo la temperatura a 800°C a razón de 10-20°C/min y manteniendo la temperatura durante 60-120 minutos bajo menos de 10^{-4} Pa de vacuidad, y disminuyendo a temperatura ambiente a razón de 20-30°C/min bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad.

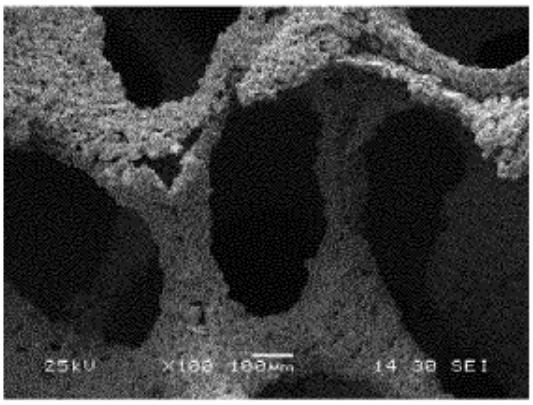
11. Método según la reivindicación 10, donde el cuerpo de espuma orgánica seco con lechada de tantalio se desengrasa mediante el aumento de la temperatura a 400°C con argón fluyendo a razón de 0,5 L/min y manteniendo la temperatura durante 30 minutos, y luego se aumenta la temperatura a 400-600°C con argón fluyendo a razón de 1 L/min y manteniendo la temperatura durante 120 minutos, donde la pureza de argón es 99,9999 %; la lechada de tantalio seca se sinteriza aumentando la temperatura de temperatura ambiente a 1200°C a razón de 10-15°C/min y manteniendo la temperatura durante 30 minutos bajo 10^{-4} Pa de vacuidad, y luego se aumenta la temperatura a 1500°C a razón de 10°C/min y se mantiene la temperatura durante 30 minutos, y se aumenta la temperatura a 2200°C a razón de 6°C/min y se mantiene la temperatura durante 120 minutos bajo 10^{-3} Pa de vacuidad; luego después de la sinterización, bajo 10^{-3} Pa de vacuidad, el cuerpo sinterizado poroso se enfría bajo 10^{-3} Pa de vacuidad disminuyendo la temperatura a 1600°C y manteniendo la temperatura durante 30 minutos, y disminuyendo la temperatura a 1200°C a razón de 12°C/min y manteniendo la temperatura durante 60 minutos, y disminuyendo la temperatura a 800°C a razón de 10°C/min, y el cuerpo sinterizado poroso se enfría con la temperatura en el horno; después de enfriarse, el cuerpo sinterizado poroso se recuece mediante recocido al vacío mediante el aumento de la temperatura a 1250°C a razón de 15°C/min y manteniendo la temperatura durante 240 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego disminuyendo la temperatura a 1000°C a razón de 5°C/min y manteniendo la temperatura durante 180 minutos bajo 10^{-4}-10^{-3} Pa de vacuidad, y luego disminuyendo la temperatura a 800°C a razón de 10°C/min y manteniendo la temperatura durante 120 minutos bajo 10^{-4} Pa de vacuidad, y disminuyendo la temperatura a temperatura ambiente a razón de 20°C/min bajo 10^{-4} Pa de vacuidad.



F I G. 1



F I G. 2



F I G. 3