

# 多孔钽材料与钽箔无压扩散焊连接的工艺研究

李 晓, 蒋春东, 吴杨同, 韩志青

(重庆介观医用多孔材料研究院, 重庆 401120)

**摘 要:**针对多孔钽植入器件的稳固安装问题,提出了采用钽箔制作产品的连接结构,确立了一种多孔钽材料与钽箔无压扩散焊连接的工艺方法,并成功制备出具有钽箔连接结构的颅骨板和颅骨锁多孔钽样品。经 CT 和 SEM 检测,该方法制备的多孔钽—钽箔连接件的连接区为冶金结合,无裂缝缺陷。

**关键词:**多孔钽;钽箔;无压扩散焊

**中图分类号:**TF125

**文献标识码:**A

**文章编号:**1672-1152(2024)04-0041-03

## 0 引言

借助植入物对受损骨组织进行重建是治疗骨科疾病最常规且有效的手段。经过长期临床疗效观察,多孔钽骨植入器件在体内具有极佳的生物相容性,且与骨组织形成良好的骨整合,不易松动,体现出优异的长期稳定性,患者的临床反馈普遍比较满意<sup>[1-3]</sup>。多孔钽植入器件的稳固安装是保障其良好疗效的重要基础。目前,多孔钽产品的安装方式主要为螺钉紧固(如膝关节假体、髌臼修复假体等)与骨组织过紧配合(如填充钽棒、髌臼垫块等)。采用螺钉安装时,多孔钽产品安装孔区域通常要求较高的强度(承受螺钉压力)、一定的可塑性(贴合骨组织,避免应力集中),有些应用场景(如颅骨修复)还要求厚度薄,多孔钽材料无法完全满足上述需求,而钽箔为致密薄壁的纯钽材料,具备强度高,加工性和可塑性好等优势,可用于制作多孔钽产品的安装连接结构。

采用钽箔作为多孔钽骨修复产品的安装连接结构时,多孔钽材料与钽箔如何连为一体是问题关键。金属材料间常见的连接方式有焊接、铆接、螺纹连接等<sup>[4]</sup>。因多孔钽的多孔特性和钽箔的薄壁特性,两者无法通过铆接或螺纹稳固连接。而钽材焊接方法有电子束焊、激光焊、爆炸焊等<sup>[5]</sup>,多用于钽板间结合,而多孔钽与连接件的接触面积小,常规焊接方法并不适用,目前也未见有关于焊接多孔钽的文献报道。

扩散焊可用于多孔金属材料的焊接方法。孙威等<sup>[6]</sup>对经过高温加压后的钢板表层和泡沫铝夹芯板使用固相扩散焊工艺,一层包含 Al-Si 合金镀层的致密扩散层在面板和泡沫铝芯板连接的区域产生,且泡沫铝三明治结构的焊缝区域品质与温度、压力、保温时间、升温速率有关。Yao 等<sup>[7]</sup>在铝质面板和泡沫铝夹芯板的连接面均匀抹上 Zn-10Al 合金,并在 450 °C 的温度下加压,之后在超声波作用下逐渐升温加热,最终得到了连接紧密的泡沫铝三明治结构。

扩散焊是在一定温度和压力作用下,将待焊的两

个工件表面相互靠近、触碰,通过两个表面的微观塑性变形或产生瞬间液相来扩大接触面积,经过较长时间的原子间相互扩散和渗透,形成冶金结合的连接过程<sup>[8]</sup>。焊接温度较熔焊低(一般为材料熔点的 0.5~0.8 倍),焊接压力较小(一般为 4~9 MPa),工件一般不产生宏观塑性变形。为了加速焊接过程,降低焊接表面粗糙度,防止接头中出现有害组织,常在焊接表面间添加固相中间夹层材料。

采用扩散焊焊接多孔金属材料时,需要注意两个问题:在多孔金属焊接表面间添加的固相中间夹层材料不易填满接触面上的多孔/间隙空间,可能导致焊接接头中出现裂缝缺陷;焊接过程中需要施加压力,可能导致多孔金属材料的结构破坏或几何改变,特别是对于高孔隙率的多孔金属材料。

综合扩散焊的工艺原理、多孔钽及钽箔的材料特性,本文率先提出一种多孔钽材料与钽箔无压扩散焊连接的制备方法,在多孔钽与钽箔的连接处填充由钽粉与粘接剂配制而成的浆料,浆料干燥后将两者黏接固定,再经过脱脂、无压烧结,预期得到连接区为冶金结合、无裂缝缺陷的多孔钽—钽箔连接件。

## 1 实验

### 1.1 主要实验材料

多孔钽材料(重庆润泽医药有限公司),钽箔(长沙南方钽铌有限责任公司),钽粉(重庆格凌科技发展有限公司),聚乙烯醇(上海影佳实业发展有限公司)。

### 1.2 实验方法

1) 机加得到 3 件  $\Phi 15$  mm  $\times$  0.2 mm 的钽箔和 3 件  $\Phi 10$  mm  $\times$  6 mm 的多孔钽材料。

2) 制作 3 组待烧结的多孔钽—钽箔样件:1 号样为多孔钽材料直接放置于钽箔上;2 号样为多孔钽材料底面铺满钽粉后放置于钽箔上按压;3 号样为多孔钽材料底面填满钽浆后放置于钽箔上干燥。2 号样和 3 号样所用钽粉质量相同,3 号样所用钽浆由钽粉和 PVA 溶液配制而成,PVA 质量分数约为 5%,钽粉质

收稿日期:2023-12-14

第一作者简介:李 晓(1991—),男,重庆人,硕士研究生,毕业于四川大学,中级工程师,研究方向为粉末冶金和复合材料加工改性。

量分数约为 87%。

3)CT 和 SEM 检测待烧结样件的多孔钽材料与钽箔连接区的结构。

4)3 组样件用真空脱脂烧结炉经 1 700 ℃真空无压烧结。

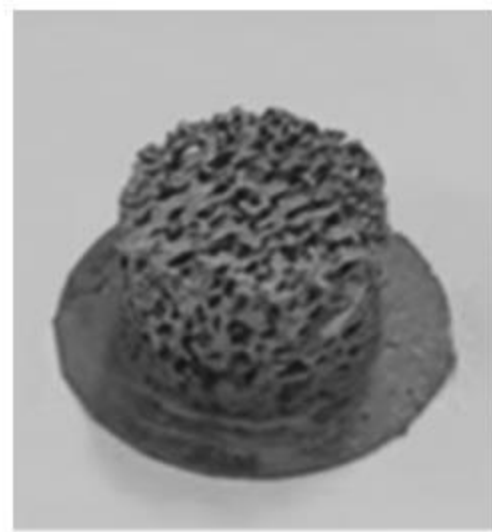
5)CT 和 SEM 检测烧结样件的多孔钽材料与钽箔连接区的结构。

6)用优选方法制备颅骨板、颅骨锁等具有钽箔连接结构的多孔钽样品。

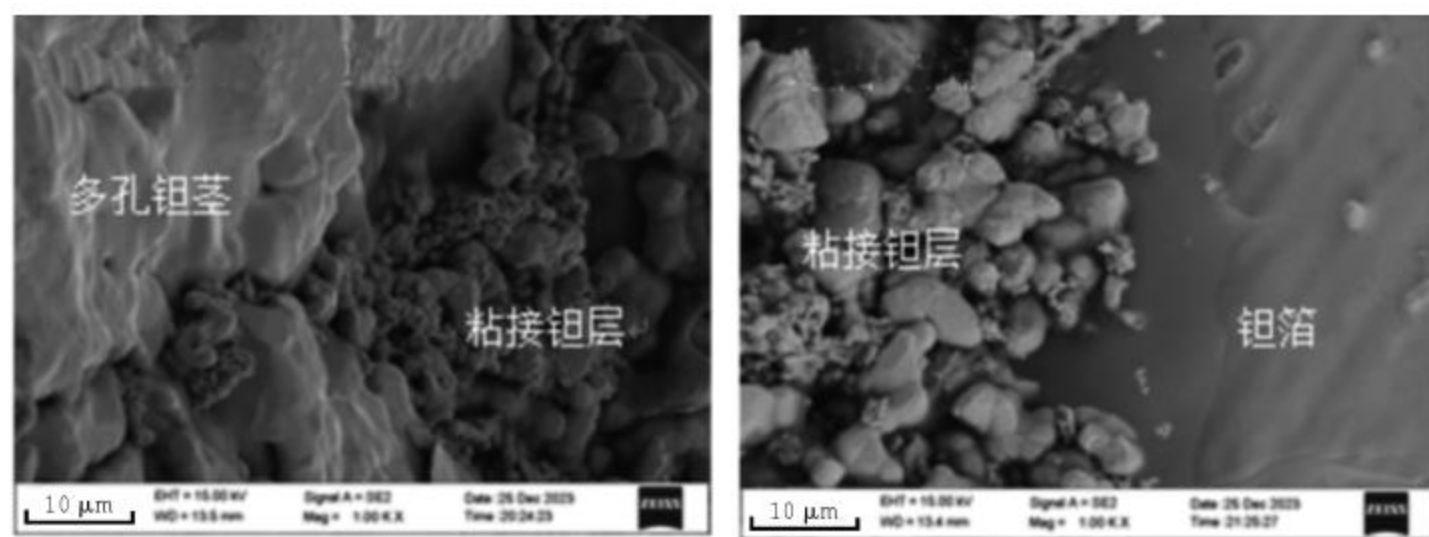
## 2 结果讨论

### 2.1 待烧结的多孔钽—钽箔样件讨论

烧结前,1 号样件和 2 号样件的钽箔与多孔钽材料均为独立部分,两者分离无黏接。3 号样件的钽箔与多孔钽材料已黏接固定,如图 1 所示。3 号样件的多孔钽与钽箔连接区 SEM 照片显示,黏接钽层已分别与多孔钽茎、钽箔黏接在一起,且黏接钽层中的钽粉堆积较紧密。



1-1 待烧结 3 号样件



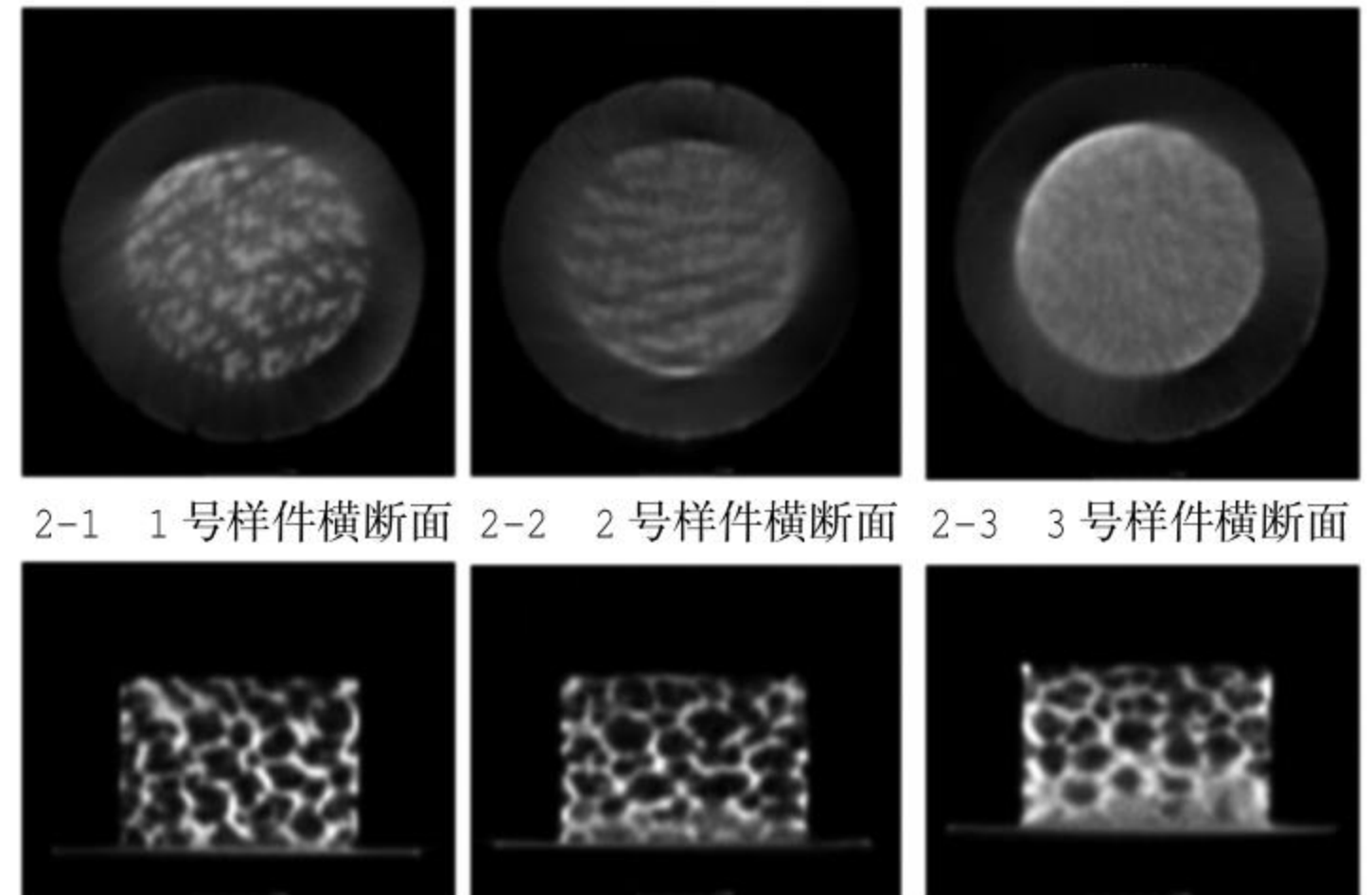
1-2 多孔钽与黏接断层 1-3 钽箔与黏接断层

图 1 待烧结 3 号多孔钽—钽箔样件照片及连接区 SEM 图片

3 号样件为多孔钽材料底面填满钽浆后放置于钽箔上干燥成型,钽浆干燥后形成的黏接钽层中的黏接剂(PVA)均与钽箔、多孔钽材料形成较强的分子间作用力,具有黏接钽箔和多孔钽材料的作用。此外,钽浆随着液体挥发干燥后,钽粉在毛细作用和 PVA 分子链网络收紧作用下紧密堆积。

由图 2 可知,1 号样件多孔钽材料与钽箔接触面上有大量无规分布的暗斑,对应为多孔钽材料底面多孔结构的无钽物质区域。2 号样件多孔钽材料与钽箔接触面上仍存在少量的无钽物质区域暗斑,说明在多孔钽材料底面铺满固体钽粉后置于钽箔上按压的方法不能将钽粉完全填充于多孔钽与钽箔的接触面。3 号样件的多孔钽材料与钽箔接触面上已无 CT 可识别的无钽物质区域,说明在多孔钽材料底面填满钽浆后

放置于钽箔上干燥成型的方法可将钽粉完全填充于多孔钽与钽箔的接触面。



2-1 1 号样件横断面 2-2 2 号样件横断面 2-3 3 号样件横断面  
2-4 1 号样件纵断面 2-5 2 号样件纵断面 2-6 3 号样件纵断面

图 2 待烧结的三组样件多孔钽—钽箔连接区的 CT 影像

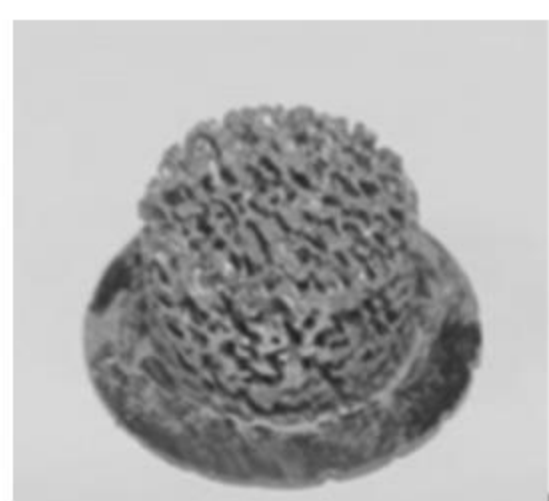
固体钽粉铺满多孔钽材料底面后再置于钽箔上按压时,为避免破坏多孔钽结构,按压荷载较小,所以无法将钽粉在钽箔上完全压实以完全填充于多孔钽与钽箔的接触面空间。而钽粉与 PVA 溶液配制成钽浆后,在毛细力作用下可充分填满多孔钽材料底面的多孔空间及与钽箔的接触面,且钽浆干燥后形成的黏接钽层中的钽粉紧密堆积,所以钽粉可完全填充于多孔钽材料与钽箔的连接区。

### 2.2 烧结后的多孔钽—钽箔样件讨论

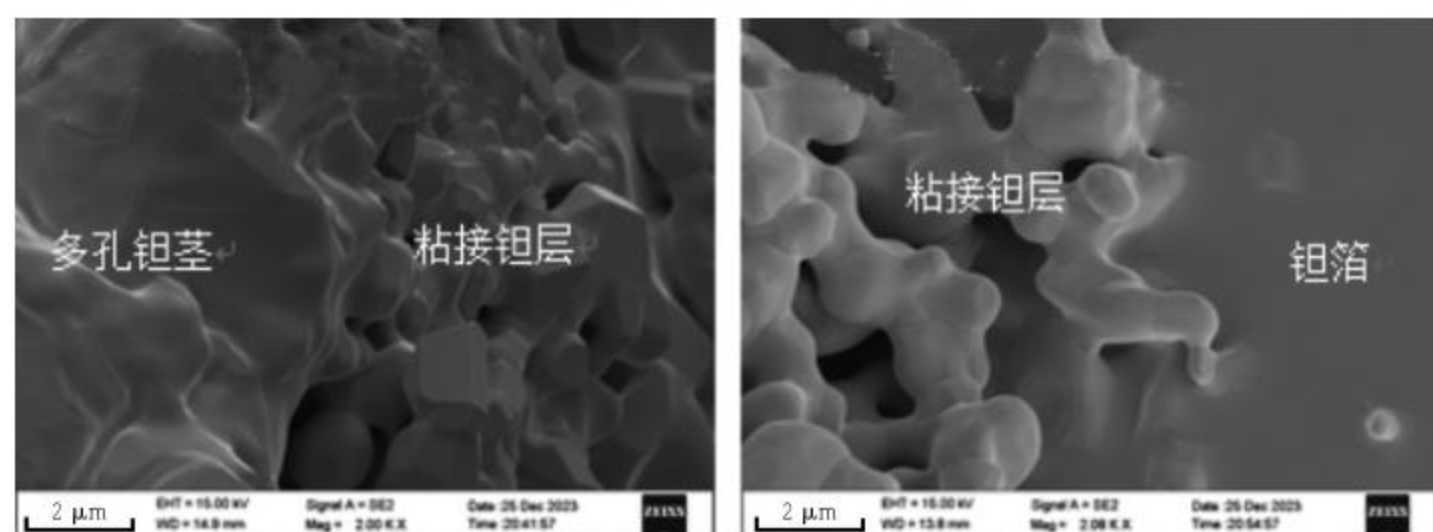
经 1 700 ℃真空无压烧结后,1 号样件和 2 号样件的多孔钽材料与钽箔仍为分离状态,未能连接为一个整体。3 号样件的多孔钽材料与钽箔则已牢固地连为一体,如图 3 所示。进一步对烧结后 3 号样件多孔钽与钽箔的连接区进行表征。根据 SEM 检测结果,多孔钽材料、钽箔均与黏接钽层形成显著的烧结颈,说明三者已为冶金结合。由 CT 检测结果可知,多孔钽材料与钽箔连接区无 CT 可识别的无钽物质区域,表明烧结后的多孔钽—钽箔连接区无裂缝缺陷。

上述 3 组样件在无压烧结时的主要差异为:多孔钽材料与钽箔连接区的钽物质量及钽物质间距离。

由扩散焊工艺原理不难看出,多孔钽材料与钽箔连接区的钽物质量越多、钽物质间距离越小,越有利于两者表面的充分接触及表面原子间的扩散和渗透,得到的多孔钽—钽箔连接件的连接区缺陷越少、烧结颈越充分。上文所述,3 号样件的多孔钽材料和钽箔由钽浆粘接连接,钽浆干燥时其中的钽粉在毛细作用下和 PVA 分子链网络收紧作用下紧密堆积,完全填充于多孔钽底面多孔结构及与钽箔的接触面空间,所以 3 号样件的多孔钽材料与钽箔连接区的钽物质量最多、钽物质间距离最小,高温烧结后,黏接剂被分解脱除,多孔钽材料与钽箔连为一体,且连接区为冶金



3-1 烧结后 3 号样件



3-2 多孔钽与黏接断层

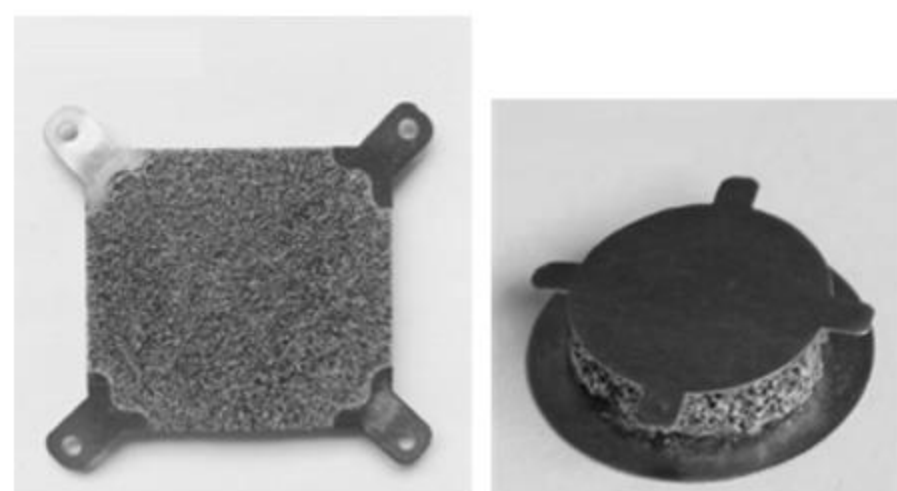
3-3 钽箔与黏接断层

图 3 烧结后 3 号多孔钽—钽箔样件照片及 CT 影像和连接区 SEM 图片

结合、无裂缝缺陷。相较而言,1号样件和2号样件的多孔钽材料与钽箔连接区存在钽物质量少、钽物质间距离大等问题,所以高温烧结后多孔钽材料与钽箔未能连接为一个整体。

### 2.3 具有钽箔连接结构的多孔钽样品

如图4所示,将特定几何的多孔钽材料和钽箔用钽浆悬浊液黏接固定后,采用无压扩散焊的工艺方法成功制备了具有钽箔连接结构的颅骨板和颅骨锁样品。



4-1 颅骨板样品

4-2 颅骨锁样品

图 4 具有钽箔连接结构的多孔钽样品照片

## 3 结论

钽箔是致密的薄壁纯钽材料,用于制作多孔钽产

品的安装连接结构时,可满足产品安装孔区域的强度、可塑性、厚度等要求。针对多孔钽材料与钽箔如何连接这一关键问题,本文参考扩散焊的工艺原理,并结合多孔钽及钽箔的材料特性,提出并确立了一种无压扩散焊的工艺方法,先用钽粉与粘接剂配成钽浆将多孔钽与钽箔粘接固定,再经脱脂、无压烧结得到多孔钽—钽箔连接件。

相较常规扩散焊技术,该工艺的优势在于黏接固定的多孔钽材料与钽箔通过无压烧结即可连为一体,经 SEM 和 CT 检测证实,连接区为冶金结合、无裂缝缺陷。这得益于中间夹层材料填充方式的改进,即采用了悬浊液状态的钽浆来填充多孔钽和钽箔的连接区。钽浆因毛细作用可充分填满多孔钽材料底面的多孔空间及与钽箔的接触面,钽浆干燥时,钽粉在毛细作用下和 PVA 分子链网络收紧作用下紧密堆积,可完全填充于多孔钽材料与钽箔的连接区,易于烧结连接。

### 参考文献

- [1] Fernandez-Fairen M, Querales V, Jakowlew A, et al. Tantalum is a good bone graft substitute in tibial tubercle advancement [J]. *Clinical Orthopaedics and Related Research*.2010,468:1 284-1 295.
- [2] Kim D G, Huja S S, Tee B C, et al. Bone ingrowth and initial stability of titanium and porous tantalum dental implants: A pilot canine study [J]. *Implant Dent.*,2013,22:399.
- [3] Wegrzyn J, Kaufman K R, Hanssen A D, et al. Performance of porous tantalum vs. titanium cup in total hip arthroplasty: Randomized trial with minimum 10-year follow-up [J]. *J. Arthroplasty*,2015,30:1 008.
- [4] 宋欣妍.铝与钛、钽的真空扩散焊研究[D].秦皇岛:燕山大学,2016.
- [5] 陈燕飞,张金祥,周吉学,等.钽的焊接技术研究进展[J].*电焊机*,2021,51(1):37-41.
- [6] 孙威.泡沫铝夹芯板制备工艺基础研究[D].沈阳:东北大学,2013.
- [7] Yao C, Hu Z F, Mo F, et al. Fabrication and Fatigue Behavior of Aluminum Foam Sandwich Panel via Liquid Diffusion Welding Method [J]. *Metals*,2019,9(5):582.
- [8] 韩丽,高伟超,康永.陶瓷/金属扩散焊连接技术的研究现状及应用[J].*陶瓷*,2017(4):14-19.

(编辑:杨光辉)

## Research on the Process of Pressureless Diffusion Bonding Between Porous Tantalum Material and Tantalum Foil

Li Xiao, Jiang Chundong, Wu Yangtong, Han Zhiqing

(Chongqing Mesoscopic Medical Porous Materials Research Institute, Chongqing 401120, China)

Abstract: In response to the problem of stable installation of porous tantalum implant devices, a connection structure using tantalum foil to make products was proposed. A process method of pressureless diffusion welding connection between porous tantalum material and tantalum foil was established, and porous tantalum samples with tantalum foil connection structure for skull plates and skull locks were successfully prepared. According to CT and SEM testing, the connection area of the porous tantalum tantalum foil connector prepared by this method is metallurgical bonding and has no crack defects.

Key words: porous tantalum; tantalum foil; pressure free diffusion welding