



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 337 668**

51 Int. Cl.:

C04B 38/10 (2006.01)

C04B 35/447 (2006.01)

A61L 27/12 (2006.01)

A61L 27/56 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03023327 .4**

96 Fecha de presentación : **15.10.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1411035**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.04.2004**

54 Título: **Proceso para la producción de artículos porosos de fosfato cálcico para regeneración ósea y como soporte para células y los mismos artículos porosos.**

30 Prioridad: **15.10.2002 IT BO02A0650**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
28.04.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
28.04.2010

73 Titular/es: **FIN - CERAMICA FAENZA S.p.A.**
Via Granarolo, 177/3
48018 Faenza, IT

72 Inventor/es: **Belpassi, Andrea;**
Dolcini, Laura y
Martinetti, Roberta

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

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

Proceso para la producción de artículos porosos de fosfato cálcico para regeneración ósea y como soporte para células y los mismos artículos porosos.

La presente invención se refiere a un proceso para la producción de artículos porosos de fosfato cálcico para regeneración ósea y como soporte para células y los mismos artículos porosos.

Más exactamente, la presente invención se refiere a la tecnología para la producción de artículos a base de fosfato cálcico caracterizados por una porosidad total en el intervalo comprendido entre el 70 y el 90%, en particular para regeneración ósea y como soporte adecuado para sostener células.

Los fosfatos cálcicos y en particular la hidroxiapatita cerámica (que los expertos del sector también conocen como HA) fueron proyectados hace muchos años atrás para ser usados como rellenos de huesos y su comportamiento desde el punto de vista de la biocompatibilidad es muy conocido.

La hidroxiapatita cerámica parece ser el material ideal como sustituto de hueso, en la regeneración e ingeniería de tejido. La hidroxiapatita cerámica es conocida como un material osteoconductor. Ello significa que puede conducir la formación ósea. La formación ósea se produce directamente sobre la superficie del material, creando un fuerte enlace con el tejido óseo.

Las características intrínsecas del material tienen efecto sobre el resultado biológico de un injerto *in vivo*, incluidas las propiedades del polvo, las propiedades del material sinterizado y su configuración estructural. En otros términos, las propiedades biológicas de un producto no dependen solamente de su composición química, sino también de la forma, entendida como estructura del material: dimensiones y formas de los poros.

Las propiedades de la hidroxiapatita porosa la convierte en más integrable, “absorbible” y más osteoconductor que la hidroxiapatita densa.

Cuando se proyecta un sustituto óseo es importante considerar todos esos parámetros. En particular, como se ha descrito arriba, la porosidad es esencial para obtener una osteoconducción más rápida.

Puesto que tanto el conocimiento médico como las técnicas quirúrgicas se mejoran permanentemente, existe un continuo crecimiento de la demanda de sustitutos óseos de origen sintético en cirugía ortopédica, neurocirugía y cirugía maxilofacial.

La patente de invención EP-0.598.783 propone un proceso para obtener artículos porosos comenzando con una dispersión de partículas de material refractario en una base líquida para formar una composición de baja viscosidad que se convierte en porosa por agitación en una atmósfera libre o con otros métodos, entre los cuales: burbujeo a través de una esponja, gases presurizados, sustancias que generan gases reactivos. La dispersión puede incluir surfactantes y monómeros polimerizables.

Sin embargo, el control de la porosidad de los artículos que se obtienen con el proceso descrito en dicha patente es incierto, lo cual significa que no siempre se pueden obtener la requerida distribución de porosidad y la requerida dimensión de los poros.

El documento US 6.340.648 B1 describe un cuerpo poroso sinterizado de fosfato cálcico que tiene una estructura porosa con las características expuestas en la columna 2, renglones 40-48. El método para producir dicho cuerpo poroso sinterizado incluye las etapas de: preparación de una lechada dispersando y/o disolviendo un polvo de fosfato cálcico y un compuesto orgánico, a endurecer mediante polimerización cruzada, en un disolvente: espumación de una lechada al volumen prescrito mediante agitación e/o introducción de gas con el agregado de un agente espumante a la lechada; espumación de un compacto por corte de barbotina después del agregado de agente de reticulación y/o iniciador a la lechada para endurecerla mediante reticulación del compacto orgánico y secado del compacto seguido de sinterización. A la lechada se le puede agregar un dispersante, un agente de formación de burbujas, un espesante o un producto similar. Como está descrito con mayor claridad en el Ejemplo 1, la espumación de la lechada se obtiene simplemente “por agitación mecánica”.

El documento US 2002/0.114.938 A1 se refiere a un cuerpo poroso sinterizado de una cerámica a base de fosfato cálcico y a un método para su producción. Dicho método comprende las etapas de: (1) preparación de una lechada que comprende un polvo cerámico a base de fosfato cálcico, un compuesto de alto peso molecular soluble en agua y un agente tensoactivo no iónico; (2) agitación vigorosa de la lechada para espumar la misma lechada; (3) solidificación de la lechada espumada en un gel; y (4) secado y sinterización del gel. Además, en el párrafo se describe que la lechada viene agitada mientras se hace pasar un gas a través de la lechada para espumar la misma lechada.

Un objetivo de la presente invención es el de proporcionar un proceso mejorado para la producción de artículos porosos de fosfato cálcico con una estructura porosa que tiene una porosidad controlada sea como relación del volumen del material respecto al volumen de aire sea como distribución de porosidad y dimensión de los poros.

ES 2 337 668 T3

Otro objetivo de la presente invención es el de producir un artículo poroso de fosfato cálcico con una estructura porosa mejorada, en condiciones de promover en particular tanto la generación ósea como el sostén de células actuando como soporte. El uso de este artículo poroso impide todos los riesgos de infecciones virales debido a los riesgos potenciales asociados con el uso de materiales de origen humano o animal.

En aras de lo anterior, la presente invención presenta un proceso para la producción de artículos porosos de fosfato cálcico con una estructura porosa según está especificado en la reivindicación 1.

Las reivindicaciones dependientes se refieren a realizaciones preferidas y ventajosas de la invención.

En los dibujos anexos se exhiben realizaciones preferidas de la presente invención, sin restringir el alcance del concepto inventivo, y en los cuales:

- la figura 1 exhibe el aspecto de un material con porosidad de textura fina de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 2 exhibe el aspecto de un material con porosidad de textura media de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 3 exhibe el aspecto de un material con porosidad de textura grande de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 4 exhibe el aspecto de una parte de la estructura de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 5 exhibe el aspecto de la microestructura de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 6 exhibe la estructura de un material con porosidad de textura fina de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 7 exhibe la estructura de un material con porosidad de textura media de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 8 exhibe la estructura de un material con porosidad de textura grande de un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 9 exhibe un aparato para la producción de un material para un artículo poroso hecho de conformidad con la presente invención;

- la figura 10 es un diagrama de flujo que exhibe las etapas del proceso de conformidad con la presente invención.

El proceso para la producción de un artículo poroso según la presente invención implica una etapa de preparación de una mezcla cerámica, conocida por los expertos como "barbotina" y de aquí en adelante referida con este término, usando polvo de fosfato cálcico y un desfloculador, mezclados con un líquido.

Cuando se prepara la barbotina, la consistencia debe ser bastante viscosa, manteniendo, de todos modos, la posibilidad de vaciar la barbotina en un molde. Por este motivo, los componentes que se emplean para obtener la barbotina se deben agregar gradualmente y, al mismo tiempo, mezclar constantemente.

Al momento de la preparación de la barbotina cerámica, la viscosidad a obtener preferentemente debe estar comprendida en el intervalo de 10.000 mPa.s y 40.000 mPa.s y aún más preferible entre 25.000 mPa.s y 28.000 mPa.s (considerando $\gamma = 4s^{-1}$, donde γ = velocidad de deformación a la cual viene sometida la barbotina).

El polvo cerámico que se utiliza en la barbotina tiene un tamaño promedio de partícula comprendido entre 0,7 y 2,0 μm , preferentemente 1,4 μm con una distribución del tamaño de las partículas desde 0,2 hasta 60 μm , aún más preferible con una distribución del tamaño de las partículas (de las partículas más pequeñas a las más grandes) en el intervalo comprendido entre 0,5 y 10 μm .

El polvo cerámico también está caracterizado por un valor de área superficial específica comprendido entre 2 y 8 m^2/g , preferentemente entre 4 y 6 m^2/g de conformidad con el método B.E.T. que, como se sabe, es un método de análisis que se basa en la absorción física y química de un gas sobre un sólido.

Los polvos cerámicos considerados en la presente invención son polvos monofásicos, tales como:

- hidroxiapatita (HA), fosfato beta-tricálcico (β -TCP), fosfato alfa-tricálcico (α -TCP);

- polvos bifásicos tales como:

ES 2 337 668 T3

- hidroxiapatita/fosfato beta-tricálcico (HA/ β -TCP), hidroxiapatita/fosfato alfa-tricálcico (HA/ α -TCP) y fosfato beta-tricálcico/fosfato alfa-tricálcico (β -TCP - α -TCP); y

5 - otros polvos de calcio/fosfato que contienen compuestos y/o elementos tales como CO₃ y Mg, hidroxiapatita carbonatada (CHA); e hidroxiapatita dopada con magnesio (HA-Mg).

La base líquida de la barbotina es agua bidestilada y su proporción incide entre el 19% y el 25% del peso de la barbotina, preferentemente entre el 21% y el 23% del peso.

10 Para obtener una barbotina estable se utiliza un desfloculador: por ejemplo, productos en la clase química de polielectrolitos sin álcalis.

15 La figura 9 muestra un ejemplo de un mezclador (1) para obtener la barbotina. El mezclador comprende un contenedor (2) que se puede cerrar, substancialmente con la forma de una botella colocada con su eje en disposición horizontal y que tiene una abertura (3) con una cápsula (4) de cierre. La abertura (3) se puede utilizar para introducir los ingredientes de la barbotina (5). Los ingredientes vienen mezclados a través de medios rotativos (6), que se componen de rodillos rotativos con ejes en disposición horizontal que provocan la rotación del contenedor (2) por fricción.

20 La homogeneidad de la barbotina se logra mezclando las materias primas con la ayuda de medios de trituración (7), que por ejemplo se componen de bolas de alúmina de trituración.

Como medio de trituración (7) se puede utilizar cualquier material duro y químicamente inerte, que permita obtener la homogeneización de las materias primas y no genere reacciones con las mismas materias primas.

25 En particular, es posible utilizar medios de alúmina de trituración tanto porque poseen un comportamiento químicamente inerte como por su dureza: lo cual le otorga un elevado nivel de capacidad de trituración.

30 La relación entre la cantidad preferida de medios de trituración utilizada con respecto a la cantidad de barbotina está comprendida entre 0,75:1 y 1,5:1, y preferentemente 1:1. El tiempo de mezclado preferentemente está comprendido entre 5 y 10 horas con baja velocidad de rotación de los medios de mezclado (6). Por ejemplo, el contenedor (2) puede girar a 10-20 revoluciones por minuto, preferentemente a 12-18 RPM; aún más preferible a 15 RPM.

35 Luego en el proceso interviene la etapa de expansión de la barbotina, modificando su actividad superficial agregando uno o varios surfactantes aniónicos seleccionados entre el grupo de sulfatos de alquilo, sales de sodio y sales de amonio.

40 Por lo tanto, las varias porosidades se logran cambiando la actividad superficial de la barbotina agregándole a la misma barbotina uno y/o varios surfactantes aniónicos, por ejemplo: DACPO/27, COSMACOL/AES, Schäumungsmittel W53 FL y Olimpicon A - en cantidades comprendidas entre 0,5 y 4% del peso, y preferentemente entre 1 y 3% del peso.

45 Después del agregado de surfactantes a la barbotina, la homogeneización de la mezcla se obtiene girando el contenedor (2) por un determinado lapso de tiempo comprendido preferentemente entre 2 y 20 horas (aún más preferible entre 5 y 10 horas) a una baja velocidad de rotación del contenedor (2). Por ejemplo, la velocidad de rotación del contenedor puede estar comprendida entre 10 y 20 RPM, preferentemente entre 12 y 18 RPM.

50 Cabe hacer notar que la homogeneización debe producirse en un ambiente cerrado, lo que equivale a decir, en el contenedor (2) cerrado en el cual hay un predeterminado volumen (8) de aire o gas inerte. Puesto que el volumen (8) es fijo y predeterminado, la cantidad exacta de aire o gas inerte que se incorpora en la barbotina está garantizada.

El tiempo de homogeneización, la velocidad de rotación del contenedor (2), el porcentaje y/o el tipo de surfactante permiten la completa homogeneización de la barbotina con todo el aire o gas inerte presente en el contenedor (2) cerrado.

55 Con referencia al tipo de porosidad a obtener - textura fina, textura media y textura grande (figuras 1, 2 y 3) - a la barbotina básica se le agregan diferentes porcentajes y/o tipos de surfactantes aniónicos.

60 Con la presente invención se puede planificar la diferencia en términos de porosidad total (del 70 al 90% del volumen). Está estrictamente relacionada al volumen de reacción del contenedor cerrado que se emplea durante la etapa de homogeneización de la barbotina con el(los) surfactante(s).

65 El volumen de reacción del aire o del gas inerte está comprendido entre el 35% y el 70% del volumen total del contenedor (2), preferentemente está comprendido entre el 40% y el 60%, de modo de obtener una porosidad total en el intervalo comprendido entre el 70% y el 90% del volumen.

El porcentaje total de porosidad del dispositivo final depende del volumen de aire puesto a disposición para la reacción de expansión de la barbotina con surfactante agregado a la misma: cuanto mayor es el volumen del aire puesto a disposición para la reacción tanto mayor será la porosidad total del dispositivo.

ES 2 337 668 T3

A lo anterior le sigue la etapa de vaciado de la barbotina obtenida de esta manera dentro de un molde poroso.

El molde preferiblemente está hecho de papel poroso (peso del papel 150 g/m²). La porosidad del molde preferiblemente está comprendida en el intervalo de 15 a 30 μm , y aún más preferible en el intervalo de 17 a 25 μm .

A lo anterior le sigue una etapa de secado de la barbotina vaciada en el molde poroso. El secado puede tener lugar a temperatura ambiente (manteniendo la temperatura entre 20 y 25 grados centígrados), o el secado puede tener lugar en un horno de microondas a la temperatura controlada de 25 grados centígrados.

Cuando el secado se realiza a temperatura ambiente, el tiempo está comprendido entre 18 y 50 horas, aún más preferible entre 24 y 48 horas, mientras que cuando se emplea el horno de microondas, manteniendo la temperatura constante a 25 grados centígrados, el tiempo de secado descende a un intervalo comprendido entre 5 y 24 horas, aún más preferible entre 8 y 20 horas.

Cuando el secado se realiza en un horno de microondas, la barbotina que se emplea para realizar el artículo poroso se seca uniformemente en todos sus puntos. Ello elimina los problemas que podrían presentarse con los hornos convencionales, provocados por una dilatación diferente entre la parte interna más fría y la parte externa más caliente del material y la porosidad de la barbotina.

A lo anterior le sigue una etapa de sinterización del artículo para consolidar la estructura obtenida. Las temperaturas posibles para la sinterización están comprendidas en el intervalo que va de 400 a 1.400 grados centígrados, aún más preferible en el intervalo que va de 900 a 1.300, con un valor preferido de aproximadamente 1.200 grados centígrados.

La etapa de sinterización también puede ser llevada a cabo en un flujo de dióxido de carbono (CO₂), en particular para hidroxiapatita carbonatada y para impedir que el carbono presente en la hidroxiapatita pueda combinarse con oxígeno.

Después de la sinterización es posible elaborar con facilidad el artículo poroso para obtener las formas necesarias en los distintos sectores médicos. El artículo poroso que se obtiene usando la presente invención se puede emplear como sustituto óseo para rellenar defectos óseos o como soporte para células en ingeniería de tejido duro.

La macroporosidad del artículo poroso sinterizado obtenido como se ha descrito utilizando la presente invención está caracterizada por una porosidad abierta (figura 4).

En la figura 5 se exhibe la microestructura de los artículos producidos de conformidad con la presente invención. Ésta puede ser controlada modificando la temperatura final que se alcanza durante el proceso de consolidación (sinterización).

Los artículos porosos que se obtienen usando el proceso descrito tienen una excelente y uniforme distribución de la porosidad y del tamaño de los poros.

La distribución total de la porosidad (poros micro, macro y de interconexión) ha sido analizada usando un analizador de imágenes (Leica Imaging System Ltd. Q500MW by Qphase Application).

En la Tabla 1 están especificados los datos acerca de la distribución del tamaño de los poros con respecto a los varios tipos de textura, mientras que en la Tabla 2, en particular, los datos se refieren a la distribución de la porosidad de interconexión (figuras 6, 7 y 8).

Los datos de porosidad están expresados en términos de diámetro equivalente. El diámetro equivalente es entendido como el valor promedio calculado considerando el menor diámetro y el mayor diámetro del poro.

TABLA 1

Distribución de la porosidad total

Muestra de referencia	0-100 μm Área* (%)	100-200 μm Área* (%)	200-500 μm Área* (%)	>500 μm Área* (%)
HA (textura fina)	4,48	35,34	54,94	5,24
HA (textura media)	1,10	22,35	58,28	18,27
HA (textura grande)	2,00	17,93	58,14	21,93

* área superficial analizada = 350 mm²

ES 2 337 668 T3

TABLA 2

Distribución de la porosidad de interconexión

Muestra de	<80 μm	80-120 μm	120-200 μm	>200 μm
referencia	Área* (%)	Área* (%)	Área* (%)	Área* (%)
HA (textura fina)	81,78	16,01	2,21	0
HA (textura media)	54,72	25,79	16,05	3,44
HA (textura grande)	47,03	19,76	15,42	17,79

* área superficial analizada = 60 mm²

A continuación se brindan varios ejemplos del proceso descrito. Esos ejemplos deben ser considerados sólo para un mejor entendimiento y de ninguna manera restringen el alcance de la presente invención.

Ejemplo 1

Polvo de hidroxiapatita, agua y Dolapix CA (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) se mezclan con la ayuda de medios de alúmina de tritución para obtener una barbotina (relación de barbotina/medios de tritución = 1:1,5).

A la barbotina se le agregan los siguientes surfactantes: SCHÄUMUNGSMITTEL W53 FL (nombre comercial fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ), DACPON/27-23 AL (fabricante: Condea) en un contenedor cerrado con un volumen de reacción, lo que equivale a decir, el volumen de aire dentro del contenedor, en el intervalo comprendido entre 60 y 65% del volumen total.

Después del agregado de los surfactantes, se mezcla la barbotina girando el contenedor cerrado por un lapso de tiempo de 10 horas a una velocidad de 15 RPM. Una vez mezclada la barbotina, la misma se vacía en un molde poroso y luego el producto se seca por 24 horas a temperatura ambiente.

Al final de la etapa de secado la muestra no cocida viene sinterizada por una hora a una temperatura de 1.200 grados centígrados.

La muestra que se obtiene tiene una estructura con porosidad abierta caracterizada por una porosidad total que es el 90% del volumen ($\pm 3\%$) con textura grande (figuras 3 y 8).

Ejemplo 2

Polvo de hidroxiapatita, agua y Dolapix CA (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) se mezclan con la ayuda de medios de alúmina de tritución para obtener una barbotina (relación de barbotina/medios de tritución = 1:1). A la barbotina preparada de esta manera se le agregan los siguientes surfactantes: SCHÄUMUNGSMITTEL W53 FLUSSIG (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ), DACPON/27-23 AL (fabricante: Condea), COSMACOL AES 70-2-25 NE (fabricante Condea) en un contenedor cerrado con un volumen de reacción, lo que equivale a decir, el volumen de aire dentro del contenedor, en el intervalo comprendido entre 50 y 55% del volumen total.

Después del agregado de los surfactantes, se mezcla la barbotina girando el contenedor cerrado por un lapso de tiempo de 12 horas a una velocidad de 15 RPM. Una vez mezclada la barbotina, la misma se vacía en un molde poroso y luego se seca por 36 horas a temperatura ambiente. Al final de la etapa de secado la muestra no cocida viene sinterizada por una hora a una temperatura de 1.200 grados centígrados.

El artículo que se obtiene tiene una estructura con porosidad abierta caracterizada por una porosidad total que es el 80% del volumen ($\pm 3\%$) con textura media (figuras 2 y 7).

Ejemplo 3

Polvo de hidroxiapatita, agua y Dolapix CA (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) se mezclan con la ayuda de medios de alúmina de tritución para obtener una barbotina homogénea (relación de barbotina/medios de tritución = 1:0,75). A la barbotina preparada de esta manera se le agregan los siguientes surfactantes: SCHÄUMUNGSMITTEL W53 FL (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) en un contenedor cerrado con un volumen de reacción (volumen de aire dentro del contenedor) en el intervalo comprendido entre 40 y 45% del volumen total.

ES 2 337 668 T3

Después del agregado de los surfactantes, todos los ingredientes se mezclan girando el contenedor cerrado por un lapso de tiempo de 18 horas a una velocidad de 15 RPM. Una vez mezclada la barbotina, la misma se vacía en un molde poroso y luego se seca por 40 horas a temperatura ambiente.

5 Al final de la etapa de secado el artículo no cocido viene sinterizado por una hora a una temperatura de 1.200 grados centígrados.

El artículo final tiene una estructura con porosidad abierta, con una porosidad total que es el 70% del volumen ($\pm 3\%$), caracterizada por una textura fina (figuras 1 y 6).

Ejemplo 4

15 Polvo de hidroxiapatita, agua y Dolapix CA (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) se mezclan con la ayuda de medios de alúmina de trituration para obtener una barbotina homogénea (relación de barbotina/medios de trituration = 1:1). A la barbotina preparada de esta manera se le agregan los siguientes surfactantes: SCHÄUMUNGSMITTEL W53 FL (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ), y OLIMPICON A (fabricante: Olimpia) en un contenedor cerrado con un volumen de reacción (volumen de aire) en el intervalo comprendido entre 50 y 55% del volumen total.

20 Después del agregado de los surfactantes, se mezclan todos los ingredientes girando el contenedor cerrado por un lapso de tiempo de 5 horas a una velocidad de 15 RPM. Una vez mezclada la barbotina, la misma se vacía en un molde poroso y luego se seca por 48 horas a temperatura ambiente.

25 Al final de la etapa de secado el artículo no cocido viene sinterizado por una hora a una temperatura de 1.200 grados centígrados.

El artículo final tiene una estructura con porosidad abierta, con una porosidad total que es el 80% del volumen ($\pm 3\%$), caracterizada por textura media (figuras 2 y 7).

Ejemplo 5

35 Polvo de hidroxiapatita carbonatada (CHA), agua y Dolapix CA (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) se mezclan con la ayuda de medios de alúmina para trituration para obtener una barbotina homogénea (relación de barbotina/medios de trituration = 1:1). A la barbotina preparada de esta manera se le agregan los siguientes surfactantes: SCHÄUMUNGSMITTEL W53 FL (fabricante: ZSCHIMMER & SCHWARZ) y OLIMPICON A (fabricante: Olimpia) en un contenedor cerrado con un volumen de reacción (volumen de aire) en el intervalo comprendido entre 55 y 60% del volumen total.

40 Después del agregado de los surfactantes, se mezclan todos los ingredientes girando el contenedor cerrado por un lapso de tiempo entre 1 y 2 horas a una velocidad de 15 RPM. Una vez mezclada la barbotina, la misma se vacía en un molde poroso y luego se seca por 48 horas a temperatura ambiente.

45 Al final de la etapa de secado el artículo no cocido viene sinterizado por una hora a una temperatura de 600 grados centígrados, en un flujo de CO₂.

El artículo final tiene una estructura con porosidad abierta, con una porosidad total que es el 83% del volumen ($\pm 3\%$), caracterizada por una textura medio-grande (una textura cuyo espectro está comprendido entre aquellos de las figuras 2, 7 y 3, 8).

50 La presente invención proporciona ventajas importantes.

El proceso descrito se puede utilizar para producir artículos porosos cuya porosidad viene controlada tanto en términos de volumen de porosidad global como en términos de distribución de porosidad.

55 El control la porosidad es simple, puesto que la misma depende de pocos parámetros: en particular, el volumen del aire (o gas inerte) dentro del contenedor (2) cerrado permite incorporar una cantidad exacta de aire o gas inerte dentro de la barbotina a obtener.

60 Por lo que concierne al tipo de porosidad a obtener: textura fina, textura media y textura grande (figuras 1, 2 y 3), las mismas se logran agregando a la barbotina básica diferentes porcentajes y/o tipos de surfactantes aniónicos.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para producir un artículo poroso que comprende las siguientes etapas:

- preparación de una barbotina cerámica en un líquido usando un polvo de fosfato cálcico y un desfloculador,
- modificación de la actividad superficial de la barbotina,
- homogeneización de la barbotina mezclándola en un contenedor cerrado que contiene medios de trituración y un volumen predeterminado de aire o de un gas inerte de modo de realizar los poros de la barbotina,
- vaciado de la barbotina porosa obtenida de esta manera en un molde microporoso,
- secado de la barbotina porosa vaciada en el molde microporoso de modo de obtener el artículo poroso,
- sinterización del artículo poroso obtenido de esta manera.

2. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 1, donde el volumen de aire o de gas inerte está comprendido en el intervalo que va de 35% a 70% del volumen total de la barbotina más el mismo volumen de aire o gas inerte.

3. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado** por el hecho que la etapa de modificación de la actividad superficial de la barbotina se logra agregando un surfactante.

4. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde la etapa de modificación de la actividad superficial de la barbotina se logra agregando uno o varios surfactantes aniónicos seleccionados a partir del grupo de sulfatos de alquilo, sales de sodio y sales de amonio.

5. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de modificación de la actividad superficial de la barbotina se logra mezclando a baja velocidad.

6. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde la etapa de modificación de la actividad superficial de la barbotina se logra colocando los productos a usar para obtener la barbotina dentro de un contenedor (2) que gira a una velocidad comprendida entre 10 y 20 RPM por un lapso de tiempo comprendido entre 2 y 20 horas.

7. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de homogeneización de la barbotina cerámica incluye el uso de medios de trituración duros e inertes, en una relación comprendida entre 0,75:1 y 1,5:1 con respecto a la cantidad de barbotina.

8. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 7, **caracterizado** por el hecho que la etapa de homogeneización de la barbotina cerámica incluye el uso de medios de trituración duros e inertes, en una relación de 1:1 con respecto a la cantidad de barbotina.

9. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 7 u 8, **caracterizado** por el hecho que los medios de trituración están hechos de alúmina.

10. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 7 u 8, **caracterizado** por el hecho que la etapa de homogeneización de la barbotina cerámica se logra mezclando a baja velocidad de rotación el contenedor (2) cerrado donde están contenidos los productos empleados para obtener la barbotina.

11. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 7 u 8, **caracterizado** por el hecho que la etapa de homogeneización de la barbotina cerámica se logra mezclando a una velocidad de rotación comprendida entre 40 y 80 RPM del contenedor (2) donde están contenidos los productos empleados para obtener la barbotina.

12. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 7 u 8, **caracterizado** por el hecho que la etapa de homogeneización de la barbotina cerámica se lleva a cabo por un lapso de tiempo comprendido entre 2 y 20 horas.

13. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de vaciado de la barbotina se logra empleando un molde de papel microporoso.

14. Proceso para la producción de un artículo poroso según la reivindicación 13, **caracterizado** por el hecho que el papel usado para realizar el molde tiene una porosidad comprendida entre 17 y 25 μm .

15. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de preparar la barbotina se logra usando polvos de fosfato cálcico seleccionados a partir de un polvo del grupo que se compone de hidroxiapatita (HA), fosfato beta-tricálcico (β -TCP), fosfato alfa-tricálcico (α -TCP), hidroxiapatita carbonatada (CHA) e hidroxiapatita dopada con magnesio (HA-Mg).

16. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones de 1 a 14, **caracterizado** por el hecho que la etapa de preparar la barbotina se logra usando un polvo bifásico de fosfato cálcico seleccionado a partir de un polvo bifásico del grupo que se compone de hidroxiapatita/fosfato beta-tricálcico (HA/ β -TCP), hidroxiapatita/fosfato alfa-tricálcico (HA/ α -TCP) y fosfato beta-tricálcico/fosfato alfa-tricálcico (β -TCP/ α -TCP).

17. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de preparar la barbotina se logra usando un polvo de fosfato cálcico con un área superficial comprendida entre 2 y 8 m²/g.

18. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de preparar la barbotina se logra usando un desfloculador seleccionado a partir de polielectrolitos sin álcalis.

19. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de secado de la barbotina tiene lugar a temperatura ambiente por un lapso de tiempo comprendido entre 24 y 48 horas.

20. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de secado de la barbotina tiene lugar con la ayuda de microondas por un lapso de tiempo comprendido entre 5 y 24 horas.

21. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de sinterización tiene lugar a una temperatura comprendida entre 400 y 1.400 grados centígrados.

22. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de sinterización tiene lugar a una temperatura de 1.200 grados centígrados.

23. Proceso para la producción de un artículo poroso según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, **caracterizado** por el hecho que la etapa de sinterización tiene lugar en un flujo de dióxido de carbono (CO₂).

FIG.1

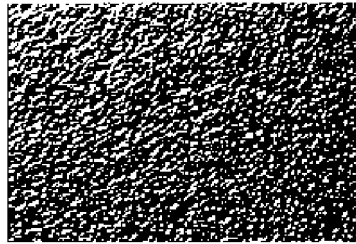


FIG.2

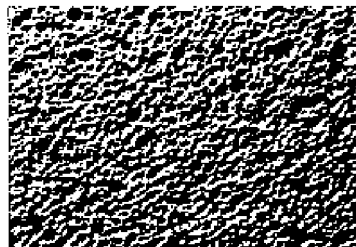


FIG.3

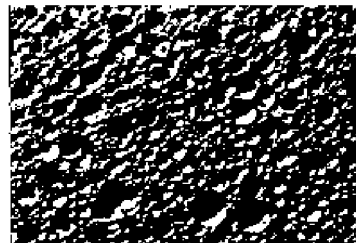


FIG.4

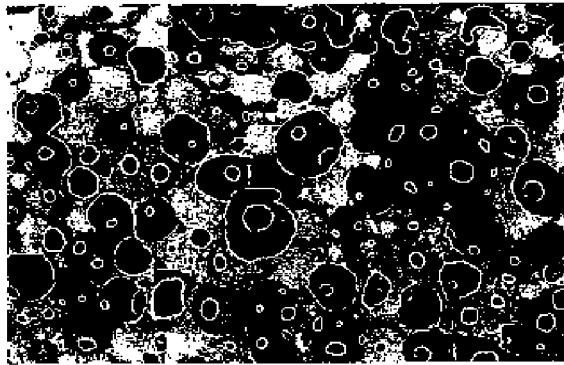


FIG.5

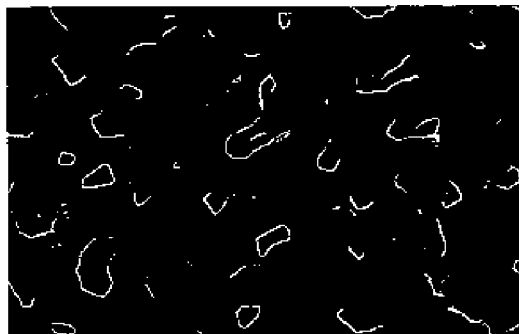


FIG.6

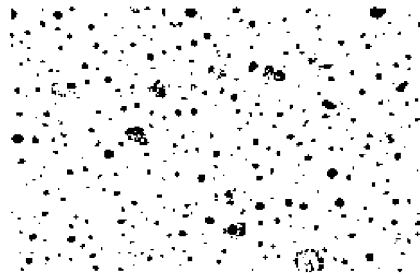
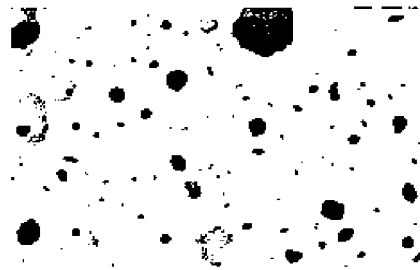


FIG.7



FIG.8



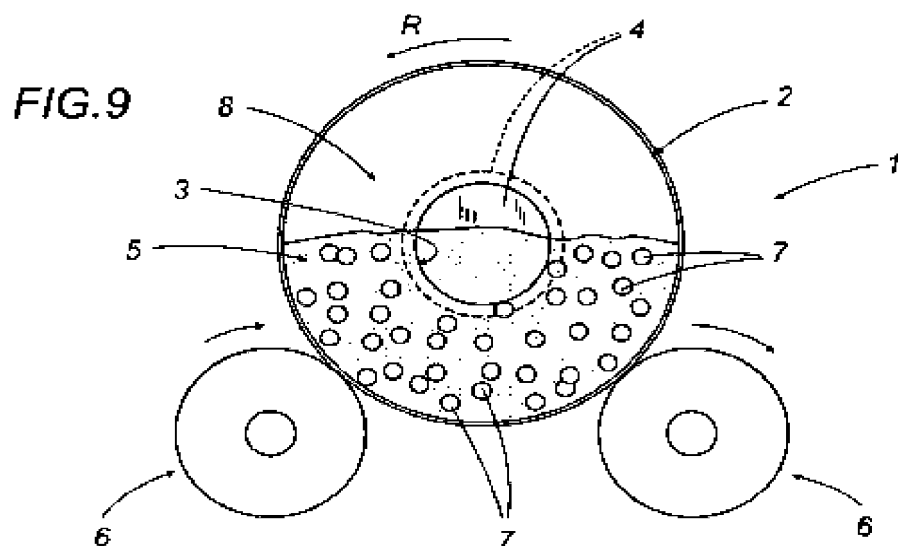


FIG.10

