RTU Zinātniskie raksti
Materiālzinātne un lietišķā ķīmija, 20. sējums 2009

ISSN 1407-7353 **MATERIAL SCIENCE AND APPLIED CHEMISTRY** **2009-7353**

MATERIĀLZINĀTNE UN LIETIŠĶĀ ĶĪMIJA

PHASE COMPOSITION INVESTIGATIONS OF SYNTHESIZED CALCIUM PHOSPHATES

SINTEZĒTO KALCIJA FOSFĀTU FĀŽU SASTĀVA PĒTĪJUMI

Kristine Salma, PhD student, Mg.sc.ing.
Riga Technical University, Riga Biomaterials Innovation and Development Centre
Address: Pulka 3/3, LV 1007, Riga, Latvia, e-mail: kristine.salma@rtu.lv

Liga Berzina-Cimdina, directress, Asoc.Professor, Dr.sc.ing
Riga Technical University, Riga Biomaterials Innovation and Development Centre
Address: Pulka 3/3, LV 1007, Riga, Latvia, e-mail: liga@ktf.rtu.lv

N.Borodajenko, researcher, Dipl.ing
Riga Technical University, Riga Biomaterials Innovation and Development Centre
Address: Pulka 3/3, LV 1007, Riga, Latvia, e-mail: natalija.borodajenko@rtu.lv

V.Zālīte, student
Riga Technical University, Faculty of Material Science and Applied Chemistry
Address: Azenes 14/24, LV 1048, Riga, Latvia, e-mail: attiv@inbox.lv

L.Plūduma, student
Riga Technical University, Faculty of Material Science and Applied Chemistry
Address: Azenes 14/24, LV 1048, Riga, Latvia, e-mail: liene-pl@inbox.lv

T.Perederija, student
Riga Technical University, Faculty of Material Science and Applied Chemistry
Address: Azenes 14/24, LV 1048, Riga, Latvia, e-mail: p_tatjana@inbox.lv

Atslēgas vārdi: kalcija fosfāti, divfāžu maisījums, šķīduma ķīmiskā nogulsnēšanas sintēze, fāžu raksturojums

Ievads

Biokeramika uz kalcija fosfātu bāzes tiek plaši izmantota kā implantmateriāls stomatoloģiskam un ortopēdiskam pielietojumam, jo tā uzrāda izcilas biosaderības un bioaktivitātes īpašības dzīvā organismā. Tāda biokeramika ir hidroksilapatīta (HAp, $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$), trikalcija fosfāta (β-TCP; $Ca_3(PO_4)_2$) un divfāžu kalcija fosfātu (HAp/β-TCP) keramika. Divfāžu kalcija fosfātu (CaP) keramikas izstrādes koncepcija balstās uz optimālu līdzsvaru starp stabilo un bioaktīvo HAp fāzi un resorbējošo β-TCP fāzi [1].
CaP biokeramikas HAp/β-TCP fāžu attiecība ietekmē materiāla reaktivitāti, parasti, jo lielāks ir β-TCP fāzes saturs, jo augstāka – reaktivitāte. CaP keramika ar HAp/β-TCP fāžu attiecību 20/80 stimulē jaunu kaulaudu veidošanos, kamēr CaP keramika ar HAp/β-TCP fāžu attiecību 80/20 uzrāda izcilus rezultātus rekonstruktīvajā ķirurģijā [2].
Lai kontrolētu CaP keramikas reaktivitāti, ir svarīgi iegūt CaP keramiku ar vēlamo ķīmisko un fāžu sastāvu tajā. Šīs īpašības ir atkarīgas ne tikai no sintēzes metodes, bet arī no sintēzes reakcijas parametriem.
Šajā darbā kalcija fosfāti sintezēti ar modificētu šķīduma ķīmisko nogulsnēšanas metodi, kurai tika veikti uzlabojumi sintēzes tehnoloģiskajā procesā – CaO aktivēšana un $Ca(OH)_2$ suspensijas homogenizācija planetārajās bumbu dzirnavās, nodrošinot sintēzes produkta tīrību bez CaO klātbūtnes, kas parasti ir trūkums konvencionālai metodei vienfāžu vai divfāžu biokeramiska materiāla iegūšanai [3]. Šī darba mērķis - izpētīt šķīduma ķīmisko nogulsnēšanas metodes parametru (sintēzes temperatūra: 20ºC, 45ºC, 70ºC; sintēzes beigu pH: 6, 7, 9, 11) ietekmi uz sintezēto kalcija fosfātu fāžu sastāvu un raksturot iegūtās fāzes.

Materiāli un metodes

A. Kalcija fosfātu sintēze
Kalcija fosfāti tika sintezēti ar modificētu šķīduma ķīmisko nogulsnēšanas metodi kā prekursorus izmantojot CaO (Riedel-de Haën®, Vācija) un H_3PO_4 (85%, Sigma-Aldrich, Vācija). Kalcija fosfātu sintēzes procesā tika mainīti tādi tehnoloģiskie parametri kā sintēzes beigu pH: 6, 7, 9, 11 un sintēzes temperatūra: 20°C, 45°C, 70°C (1. tab.).
Sākotnējais pH katrai no sintēzes suspensijai ir 12,7. Sintēzes gaitā tika kontrolēti sekojoši sintēzes tehnoloģiskie parametri: skābes šķīduma pievienošanas ātrums (0.3 ml/min), maisīšanas ātrums (120 apgr./min), suspensijas stabilizācijas laiks (1 h). Iegūtie sintēzes produkti žāvēti (105°C 24 h), presēti uniaksiāli (Ø 10 mm) un kalcinēti mufeļkrāsnī temperatūras intervālā no 800-1350°C.

1.tabula

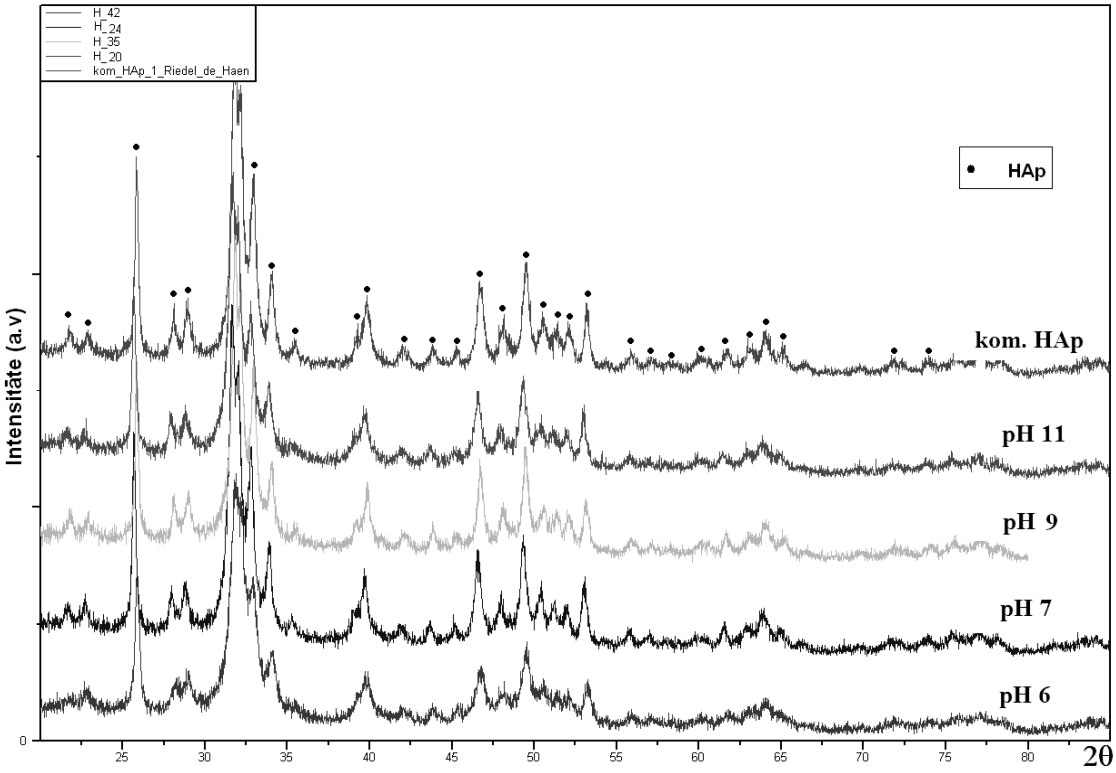
Kalcija fosfātu sintēžu mainīgie tehnoloģiskie parametri
Variable technological parameters of calcium phosphate syntheses

Sintēzes Nr.	Sintēzes beigu pH	Sintēzes temperatūra (T_S, ºC)
1.	6	20
2.	6	45
3.	6	70
4.	7	20
5.	7	45
6.	7	70
7.	9	20
8.	9	45
9.	9	70
10.	11	20
11.	11	45
12.	11	70

B. Kalcija fosfātu fāžu pētīšanas metodes
Kalcija fosfātu fāžu sastāvs noteikts ar X'Pert PRO PANalytical rentgenstaru difraktometru (XRD) 2θ leņķa diapazonā no 20-90° ar CuKα starojumu. Kalcija fosfātu raksturīgo funkcionālo grupu absorbcijas spektri uzņemti ar Varian 800 Furjē transformāciju infrasarkano spektrometru (FTIR) apgabalā no 400-4000 cm^{-1}.

Rezultāti un to izvērtējums

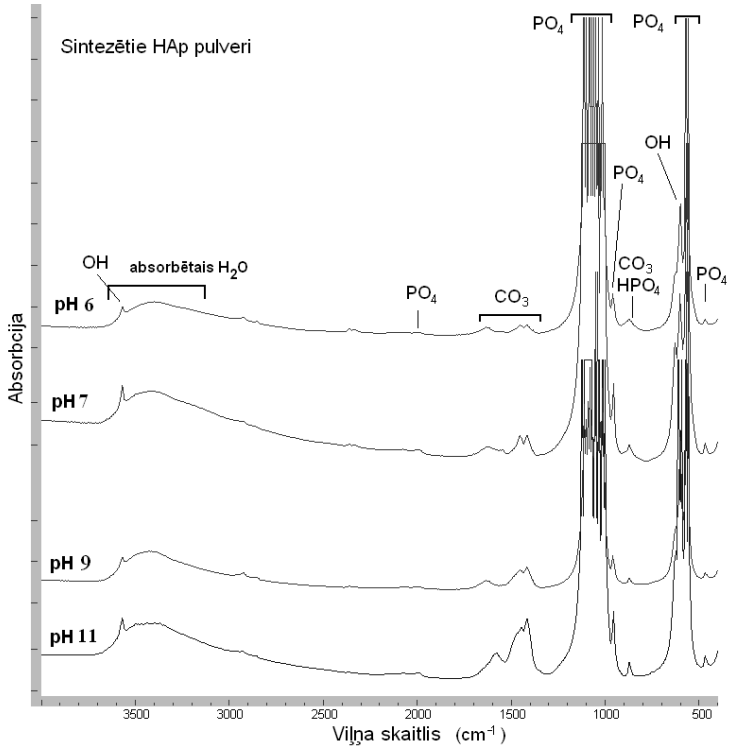
Kalcija fosfātu (T_S= 70°C, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11) difrakcijas ainas parāda, ka sintēzes produkts ir vienfāzīgs un atbilst HAp fāzei. (1. att.). Difrakcijas maksimumi ar salīdzinoši mazu intensitāti (salīdzinot ar 3. att.) norāda uz fāzes sīkkristālisku stāvokli. Salīdzinot ar sintezētu kalcija fosfātu (T_S= 20, 45°C, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11) difrakcijas ainām, novērojams, ka tās atbilst apatīta struktūras raksturam, bet difrakcijas pīķi ir mazāk intensīvi. Tas liecina, ka sintēzes produkti ir daļēji kristāliskā stāvoklī un sastāv no aglomerātiem. Var secināt, ka sākotnējā kristāliskā struktūra visiem sintezētajiem, nekalcinētajiem produktiem ir vienāda.
FTIR spektri sintezētiem, nekalcinētiem kalcija fosfātiem (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11) parādīti 2. attēlā. Visi IS spektri norāda uz HAp fāzei raksturīgo funkcionālo grupu absorbcijas joslām: galvenās tetraedrālā fosfāta (PO_4) strukturālās grupas absorbcijas joslas parādās intervālā no 900-1200 cm^{-1}, dubultais maksimums pie 570 cm^{-1} un 602 cm^{-1}, kā arī pie 472 cm^{-1} un zemas intensitātes josla intervālā no 1950-2200 cm^{-1} [4]. Plata absorbcijas josla intervālā no 3700–3100 cm^{-1} liecina par absorbētā ūdens klātbūtni sintēzes produktā. Divi izteikti absorbcijas maksimumi pie 3571 un 635 cm^{-1} attiecināmi uz strukturālo OH grupu HAp kristalītos. Rezultātā šīs absorbcijas joslas skaidri norāda uz tipisku HAp struktūru sintēzes produktos. Absorbcijas joslas intervālā no 1400-1650 cm^{-1} un maksimums pie 875 cm^{-1} saistīts ar CO_3 grupas klātbūtni sintēzes produktā. Analizējot IS spektrus kalcija fosfātiem (T_S=20, 45, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11), tika secināts, ka lielāks sintēzes beigu pH paaugstina karbonātu saturu sintēzes produktā. Paaugstināta sintēzes temperatūra (T_S≥45°C) šo tendenci samazina.



1. att. Sintezētu, nekalcinētu kalcija fosfātu (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11), žāvēti pie 105°C 24 h, difrakcijas ainas salīdzinājumā ar nekalcinētu komerciālo HAp pulveri (kom. HAp)

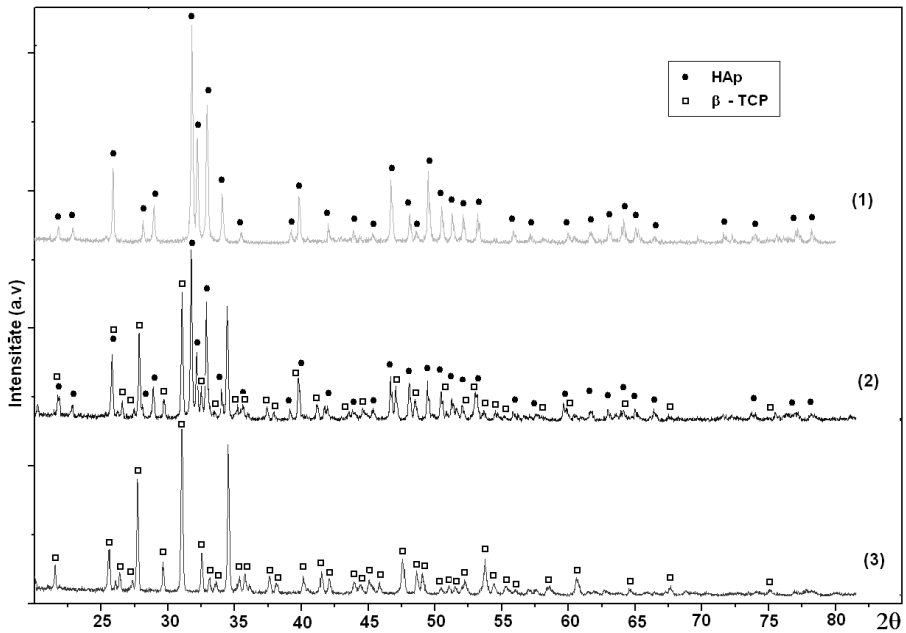
Fig. 1 X-ray diffraction patterns of as-synthesized calcium phosphates (T_S=70°C, synthesis ending pH 6, 7, 9, 11) dried at 105°C 24 h in comparison with powder X-ray diffraction pattern of the commercial HAp

Izvērtējot kalcinētu pie 1000°C kalcija fosfātu difrakcijas ainas, konstatēts, ka pētāmajos paraugos izveidojušās dažādas kalcija fosfātu fāžu kompozīcijas (HAp, β-TCP, HAp/β-TCP), kuru sastāvu ietekmē T_S un sintēzes beigu pH. 3. att. (1) kalcija fosfāts (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 9) ir viendabīga, ar augstu kristalizācijas pakāpi HAp fāze. 3. att. (2) kalcija fosfāts (T_S=45°C, sintēzes beigu pH 6) ir HAp un β-TCP divfāžu maisījums ar HAp/β-TCP attiecību 50/50 (balstoties uz XRD puskvantitatīvo analīzi). 3. att. (3) kalcija fosfāts (T_S=20°C, sintēzes beigu pH 7) ir viendabīga β-TCP fāze, kura veidojas arī sintēzes produktam pie T_S=20°C un sintēzes beigu pH 6, kalcinētam pie 1000°C.



2. att. Nekalcinētu kalcija fosfātu IS spektri (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11), žāvēti pie 105°C 24 h

Fig. 2 IR spectra of as-synthesized calcium phosphates (T_S=70°C, synthesis ending pH 6, 7, 9, 11) dried at 105°C 24 h

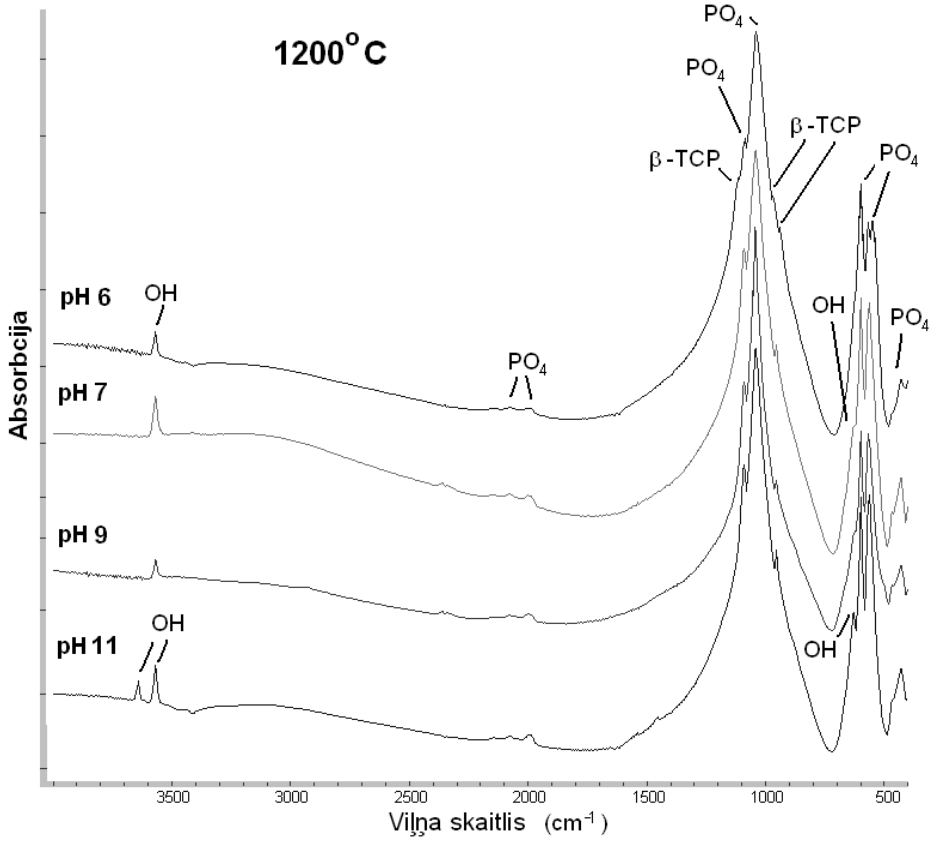


3. att. Kalcija fosfātu difrakcijas ainas ar dažādām fāžu kompozīcijām, (1) T_S=70°C, sintēzes beigu pH 9; (2) T_S=45°C, sintēzes beigu pH 6; (3) T_S=20°C, sintēzes beigu pH 7, kalcinēti pie 1000°C 1 h

Fig. 3 X-ray diffraction patterns of different calcium phosphate phase compositions (1) T_S=70°C, synthesis ending pH 9; (2) T_S=45°C, synthesis ending pH 6; (3) T_S=20°C, synthesis ending pH 7 calcined at 1000°C for 1 h

Pēc kalcija fosfātu difrakcijas ainu analīzes var secināt, ka paaugstināta sintēzes temperatūra (no 20°C līdz ≥45°C) sekmē HAp fāzes veidošanos pie sintēzes beigu pH ≥6. Turpretim T_S=20°C un pH ≤7 sekmē β-TCP fāzes rašanos sintēzes produktā. Šo fāžu kompozīciju formēšanos nodrošina termiskā apstrāde virs 800°C.

Kalcinētu pie 1200°C kalcija fosfātu FTIR spektros novērojamas HAp un β-TCP fāžu komponentēm atbilstošas absorbcijas joslas (4. att.). Sintēzes produktiem (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 9, 11) termiskās apstrādes (1200°C) rezultātā var novērot daļēju HAp fāzes dekompozīciju un fāžu pāreju no HAp uz β-TCP. Šim kalcija fosfātam ir raksturīga OH grupas saglabāšanās struktūrā (maksimumi pie 3571 cm^{-1} un 632 cm^{-1}), kas liecina par HAp fāzes klātbūtni, kā arī β-TCP fāzei raksturīgo PO_4 plecu iezīmēšanās pie 959, 975 un 1130 cm^{-1}[5]. Kalcija fosfātam (sintēzes beigu pH 11) ir novērojams absorbcijas maksimums pie 3642 cm^{-1}, kas norāda uz funkcionālo OH grupu atbilstoši $Ca(OH)_2$. Šī OH grupa ir novērojama tikai kalcija fosfātiem, kas iegūti pie T_S=20, 45,70°C, sintēzes beigu pH 11. HAp/ β-TCP maisījumiem (sintēzes beigu pH 6, 7) IS spektrā parādās β-TCP fāzei raksturīgās PO_4 grupas absorbcijas joslu nobīdes pie 569 cm^{-1}, 602 cm^{-1}, 962 cm^{-1}, 1051 cm^{-1} un 1091 cm^{-1}, kā arī strukturālās OH grupas absorbcijas maksimumu pie 630 cm^{-1} un 3570 cm^{-1} intensitātes samazināšanās. Tomēr divfāžu kalcija fosfātu maisījumiem ar vairākumā esošo HAp fāzi XRD analīze norāda uz β-TCP fāzes samazināšanos, bet maisījumiem ar vairākumā esošo β-TCP fāzi – HAp fāzes samazināšanos termiskās apstrādes rezultātā (virs 1000°C).

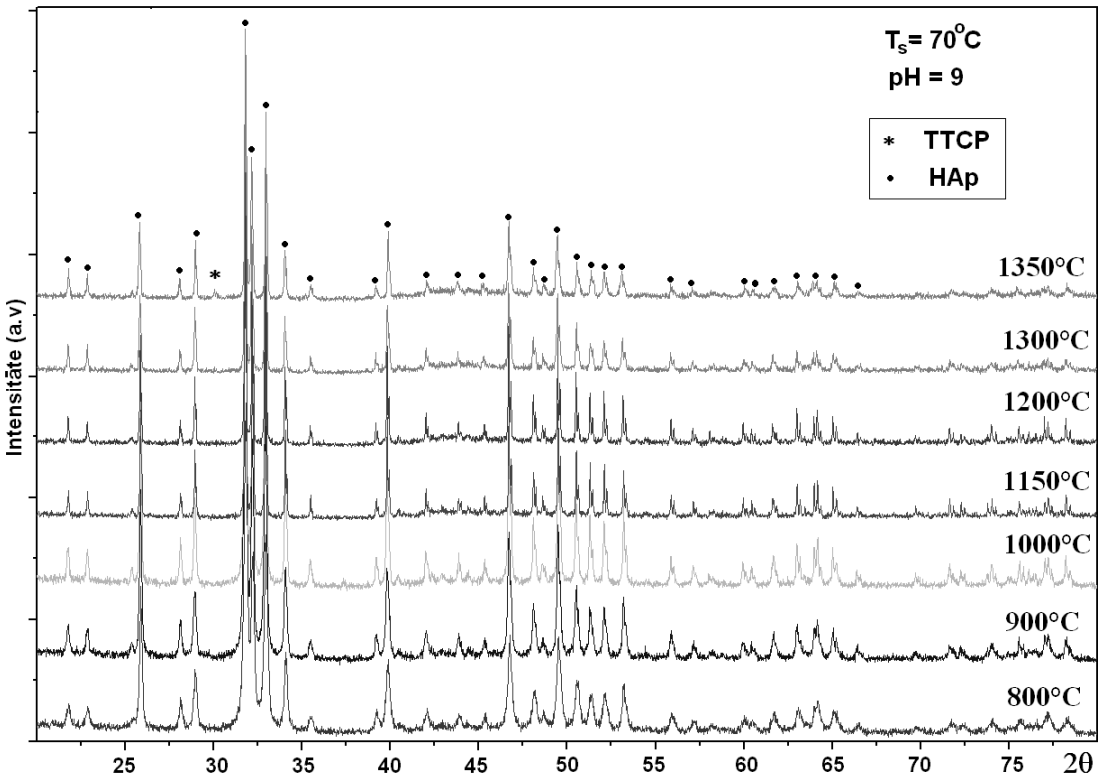


4. att. Kalcija fosfātu (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 6, 7, 9, 11), kalcinēti pie 1200°C 3 h, IS spektri
Fig. 4 IR spectra of calcium phosphates (T_S=70°C, synthesis ending pH 6, 7, 9, 11) calcined at 1200°C for 3 h

Viendabīga, termiski stabila (līdz pat 1300°C) HAp fāze veidojas (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 9) (5. att). Paaugstinot kalcinēšanas temperatūru no 800°C līdz 1200°C, novēro kalcija fosfātu kristalizācijas pakāpes pieaugumu, par ko var spriest pēc difrakcijas maksimumu sašaurināšanās un intensitātes

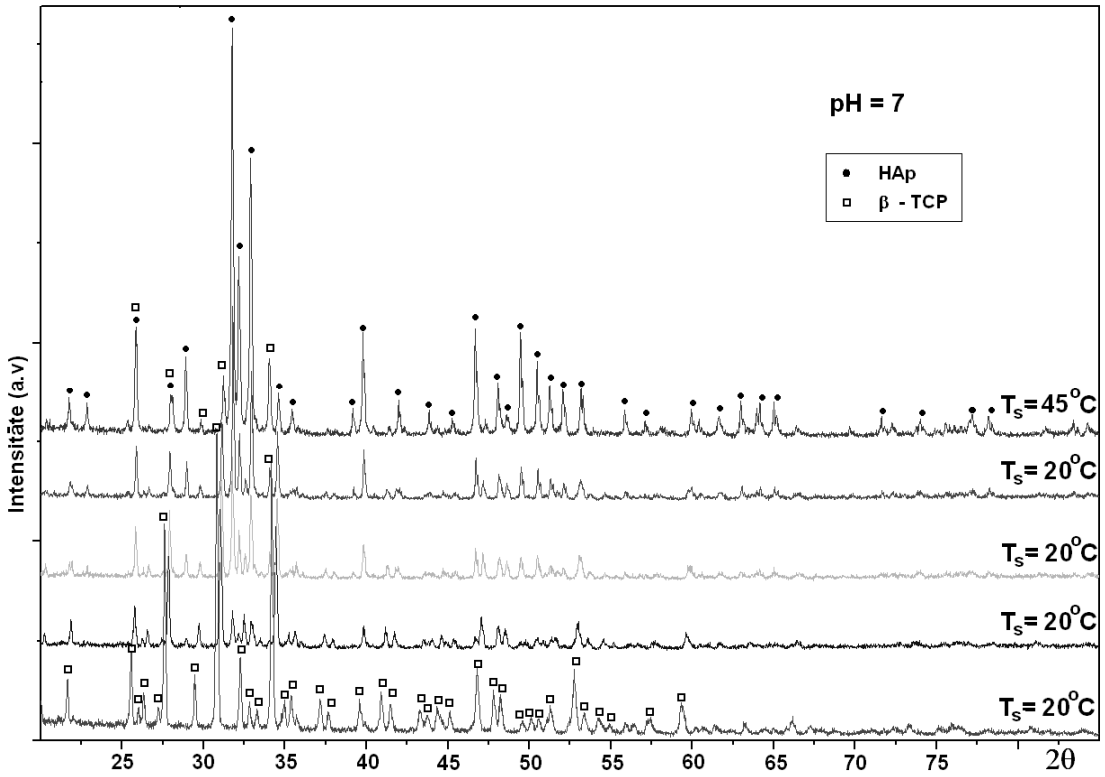
pieauguma. Pie 1350°C ir novērojama nenozīmīga HAp fāzes dekompozīcija, veidojot tetrakalcija fosfātu (TTCP).

Sintezējot kalcija fosfātus ar neitrālu (7) vai skābu (6) beigu pH, kā arī mainot sintēzes temperatūru (no 20°C līdz ≥45°C), ir iespējams variēt ar HAp/β-TCP fāžu attiecību. Kalcija fosfātiem, sintezētiem pie T_S=20°C ar beigu pH 7, veidojas HAp/β-TCP fāžu maisījumi ar nestabilu fāžu attiecību tajā, kā arī viendabīga β-TCP fāze (skat. 6. att.). Kalcija fosfāts (T_S=45°C, sintēzes beigu pH 7) ir HAp/ β-TCP maisījums ar attiecību 90/10, kas skaidri iezīmē sintēzes temperatūras ietekmi uz HAp fāzes saturu sintēzes produktā. Lai izskaidrotu mainīgu HAp/β-TCP fāžu attiecību sintēzē pie vienādas sintēzes temperatūras un beigu pH vērtības, ir nepieciešams izpētīt suspensijas nobriedināšanas laika (τ, h) ietekmi uz sintēzes gala produktu.



5. att. Kalcija fosfāta (T_S=70°C, sintēzes beigu pH 9), kalcinēts temperatūras diapazonā no 800-1350°C 1 h, difrakcijas ainas

Fig. 5 X-ray diffraction patterns of calcium phosphate (T_S=70°C, synthesis ending pH 9) calcined at temperature range of 800 -1300°C



6. att. Kalcija fosfātu (T_S=20, 45°C, sintēzes beigu pH 7), kalcinēti pie 1100°C 1 h, difrakcijas ainas
Fig. 6 X-ray diffraction patterns of calcium phosphates (T_S=20, 45°C, synthesis ending pH 7) calcined at 1100°C for 1 h

Secinājumi

1. Izpētīta ķīmiskās nogulsnēšanas metodes tehnoloģisko parametru (sintēzes temperatūra pie 20, 45, 70°C, beigu pH 6, 7, 9, 11) ietekme uz kalcija fosfātu fāžu (HAp, β-TCP) sastāvu un attiecību sintēzes produktos.
2. Konstatēts, ka viendabīgas un termiski stabilas līdz pat 1300°C hidroksilapatīta fāzes iegūšanas optimālie tehnoloģiskie parametri ir: sintēzes temperatūra 70°C un sintēzes beigu pH 9.
3. Eksperimentāli pierādīts, ka sintēzes temperatūra (no 20°C līdz ≥45°C) sekmē hidroksilapatīta fāzes veidošanos pie skābā (6) un neitrāla (7) sintēzes beigu pH. Istabas temperatūra (20°C) sintēzes gaitā (pie neitrāla sintēzes beigu pH 7) sekmē HAp/β-TCP fāžu maisījuma veidošanos ar nestabilu fāžu attiecību tajā.
4. Sintezējot kalcija fosfātus pie skābā (6) vai neitrālā (7) sintēzes beigu pH, kā arī mainot sintēzes temperatūru, ir iespējams variēt ar HAp/β-TCP fāžu attiecību.

Šis darbs izstrādāts ar Eiropas Sociālā fonda atbalstu Nacionālās programmas „Atbalsts doktorantūras programmu īstenošanai un pēcdoktorantūras pētījumiem" projekta „Atbalsts RTU doktorantūras attīstībai" ietvaros.

Literatūra

1. Bioceramics: Past, present and for the future. S.M.Best, A.E.Porter, E.S.Thian, J.Huang. *J. Europ. Ceram. Soc.*, **2008**, 28, 1319-1327.

2. Z.Z.Zyman, M.V.Tkachenko, D.V.Polevodin. Preparation and characterization of biphasic calcium phosphate ceramiics of desired composition. *J. Mater. Sci.: Mater. Med*., **2008**, 19, 2819-2825.
3. L.L.Hench, J.Wilson. *An introduction to bioceramics*. – Singapore: World Scientific, **1993**. - 149.-156.
4. P.W.Brown, B.Constantz. Hydroxyapatite and related materials. – Florida: CRC Press, **1994**. – 3.-23.
5. Fabrication, chemical composition change and phase evolution of biomorphic hydroxyapatite. J.Qian, Y.Kang, W.Zhang, Z.Li. *J. Mater. Sci.: Mater. Med*., **2008**, 19, 3373-3383.
6. Fourier Transform Infrared Spectra of Technologically Modified Calcium Phosphates. K.Salma, N.Borodajenko, A.Plata, L.Berzina-Cimdina and A.Stunda. Book series: IFMBE Proceedings, Springer Berlin Heidelberg, 2008, Vol. 20, 68-71.

Šalma K., Bērziņa-Cimdiņa L., Borodajenko N., Zālīte V., Plūduma L., Perederija T. Sintezēto kalcija fosfātu fāžu sastāva pētījumi.

Šajā darbā kalcija fosfāti tika sintezēti ar modificētu šķīduma ķīmisko nogulsnēšanas metodi, kurai tika veikti uzlabojumi sintēzes tehnoloģiskajā procesā – CaO aktivēšana un $Ca(OH)_2$ suspensijas homogenizācija planetārajās bumbu dzirnavās, nodrošinot sintēzes produkta tīrību bez CaO klātbūtnes, kas parasti ir trūkums konvencionālai metodei vienfāžu vai divfāžu biokeramiska materiāla iegūšanai. Šī darba mērķis - izpētīt šķīduma ķīmisko nogulsnēšanas metodes parametru (sintēzes temperatūra: 20ºC, 45ºC, 70ºC; sintēzes beigu pH: 6, 7, 9, 11) ietekmi uz sintezēto kalcija fosfātu fāžu sastāvu un raksturot iegūtās fāzes. Kalcija fosfātu fāžu sastāvs noteikts ar X'Pert PRO PANalytical rentgenstaru difraktometru (XRD) 2θ leņķa diapazonā no 20-90° ar CuKα starojumu. Kalcija fosfātu raksturīgo funkcionālo grupu absorbcijas spektri uzņemti ar Varian 800 Furjē transformāciju infrasarkano spektrometru (FTIR) apgabalā no 400-4000 cm^{-1}. Izpētīta ķīmiskās nogulsnēšanas metodes tehnoloģisko parametru (sintēzes temperatūra pie 20, 45, 70°C, beigu pH 6, 7, 9, 11) ietekme uz kalcija fosfātu fāžu (HAp, β-TCP) sastāvu un attiecību sintēzes produktos. Konstatēts, ka viendabīgas un termiski stabilas līdz pat 1300°C hidroksilapatīta fāzes iegūšanas optimālie tehnoloģiskie parametri ir: sintēzes temperatūra 70°C un sintēzes beigu pH 9. Eksperimentāli pierādīts, ka sintēzes temperatūra (no 20°C līdz ≥45°C) sekmē hidroksilapatīta fāzes veidošanos pie skābā (6) un neitrāla (7) sintēzes beigu pH. Istabas temperatūra (20°C) sintēzes gaitā (pie neitrāla sintēzes beigu pH 7) sekmē HAp/β-TCP fāžu maisījuma veidošanos ar nestabilu fāžu attiecību tajā. Sintezējot kalcija fosfātus pie skābā (6) vai neitrālā (7) sintēzes beigu pH, kā arī mainot sintēzes temperatūru, ir iespējams variēt ar HAp/β-TCP fāžu attiecību.

Salma K., Berzina-Cimdina L., Borodajenko N., Zalite V., Pluduma L., Perederija T. Phase composition investigations of synthesized calcium phosphates.

In this work calcium phosphates were synthesized by modified wet-chemical precipitation method with several improvements of synthesis technological processing - calcium oxide activation and calcium hydroxide suspension homogenization in planetary ball mill. This allows to obtain synthesis product without impurities such as CaO. This CaO impurity is a usual drawback of conventional wet chemical precipitation route of preparation monophasic or biphasic bioceramics (hydroxyapatite and β-tricalcium phosphate). The aim of this work was to study the influence of wet chemical precipitation conditions such as temperature of synthesis (20°C, 45°C, 70°C) and ending pH value of synthesis (6, 7, 9, 11) on calcium phosphate phase composition and to characterize obtained phases. XRD was used to analyse phase composition and crystallinity. X-ray diffraction measurements (XRD, X'Pert PRO PANalytical diffractometer) using CuKα radiation were performed in the 2θ range between 20º and 90º. FTIR was used to determine the various functional groups. The infrared spectra of as-dried and sintered hydroxyapatite powders were obtained by Fourier transformed infrared spectrometry (FTIR, Scimitar Series model Varian 800) in the 4000-400 cm^{-1} range. Pure and thermal stable (up to 1300°C) hydroxyapatite phase was successfully synthesized at 70°C with ending pH 9. In elevated synthesis temperature (from 20°C to ≥45°C) hydroxyapatite forms at acid (6) and neutral (7) ending pH. In synthesis process at room temperature (20°C) with ending pH 7 a biphasic mixture of hydroxyapatite and β-tricalcium phosphate with unstable phase ratio is formed. By changing the ending pH value of synthesis (6, 7) and synthesis temperature it is possible to vary the hydroxyapatite and β-tricalcium phosphate phase composition in synthesis product.

Шалма К., Берзиня-Цимдиня Л., Бородаенко Н., Залите В., Плудума Л., Передерия Т. Исследования фазового состава синтезированного кальция фосфата.

В работе приведены результаты исследований фосфатов кальция, синтезированных методом химического осаждения растворов с оптимизацией в технологическом процессе – активация CaO и

гомогенизация суспензии $Ca(OH)_2$ в планетарной шаровой мельнице. Это позволяет обеспечить чистоту синтезированного продукта без CaO, присутствие которого является недостатком метода для получения однокомпонентного или двухкомпонентного материала для биокерамики.

Цель данной работы – исследовать влияние технологических параметров выше указанного метода (температуры 20ºC, 45ºC, 70ºC;, конечного pH растворов 6, 7, 9, 11) на фазовый состав синтезированных фосфатов кальция и характеризовать полученные компоненты. Фазовый анализ проводился с помощью рентгеновского дифрактометра X'Pert PRO PANalytical (XRD) с излучением CuKα в диапазоне угла 2θ 20-90°. Спектры поглощения функциональных групп фосфатов кальция снимались на инфракрасном Фурье спектрометре Varian 800 FT-IR в интервале 400-4000 $см^{-1}$.

В результате исследований установлены оптимальные технологические параметры (температура синтеза 70°C и щелочной конечный pH 9) получения термически стабильного (до 1300 ^oC) и однородного по составу гидоксилапатита.

Повышение температуры синтеза от 20°C до ≥45°C способствует образованию фазы гидроксилапатита при кислотном (6) и нейтральном (7) конечном pH. В ходе синтеза при комнатной температуре (20°C) и нейтральном конечном pH 7 получается смесь HAp/β-TCP с нестабильным соотношением фаз. Синтезируя фосфаты кальция при кислотном или нейтральном pH (6, 7), а также изменяя температуру синтеза, возможно получение различного соотношения фаз HAp/β-TCP.