**ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗ ТРИКАЛЬЦИЙФОСФАТА Ca3(PO4­)2 И СМЕШАННЫХ НАТРИЙСОДЕРЖАЩИХ ФОСФАТОВ   
Ca(3-x)Na2x(PO4)2**

Битанова В.А.\*, Путляев В.И.\*

*\* Химический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова,*

*119991, Москва, Россия, e-mail viktoriia.bitanova@chemistry.msu.ru*

Одними из перспективных материалов для регенерации костной ткани являются трикальцийфосфат Ca3(PO4)2 (ТКФ) и смешанные фосфаты кальция-натрия Ca(3-x)Na2x(PO4)2 (иногда обобщенно называемые натриевыми ренанитами: к ним относится собственно ренанит CaNaPO4, и упорядоченный твердый раствор – фаза «А» Ca2.5Na(PO4)2). Для изготовления остеокондуктивных биокерамических имплантатов важен малый размер частиц используемых порошков (100–1000 нм) в связи с требованиями стереолитографической 3D-печати [1], поэтому целью работы стали разработка и апробация почти не освещенной в литературе методики растворного (золь-гель) синтеза данных соединений.

Были проанализированы требования к исходным веществам для синтеза ТКФ и фазы «А» и выбраны такие реагенты, как: этилендиаминтетраметиленфосфоновая кислота ЭДТМФ (или её натриевая соль при получении фазы «А»), триэтилфосфат и трибутилфосфат в качестве различных источников фосфора [2], а также нитрат кальция. Лимонная кислота и этиленгликоль использовались для гелеобразования, которое происходило при нагревании или в ходе фотополимеризации. Гели были подвергнуты термической обработке при температурах в диапазоне 600°C–1000°C (температуры были выбраны на основе данных термических анализов).

Результаты показали, что использование алкилфосфатов влечет за собой нарушение соотношения Ca/P на стадии термической обработки геля из-за удаления фосфорсодержащего реагента из зоны реакции. Образуется смесь, содержащая ТКФ, гидроксиапатит и оксид кальция в различных соотношениях. В случае использования ЭДТМФ потери фосфора удается избежать, по-видимому, вследствие связывания ЭДТМФ катионами кальция. Был сделан вывод, что лимонная кислота и ЭДТМФ в кислой среде способны выступать хелатирующими агентами и предотвращать выпадение в осадок кристаллических фосфатов кальция, кроме того, ЭДТМФ также выступает в качестве источника фосфора.

С использованием ЭДТМФ были синтезированы ТКФ и фаза «А» (так как модификация является высокотемпературной, при охлаждении была получена смесь ТКФ и ренанита) и проанализированы размеры частиц полученных порошков (табл. 1, рис. 1). После термической обработки гелей при 800°C–1000°C в результате начинающегося спекания образуются крупные частицы диаметром более нескольких микрометров. Частицы значительно меньшего размера образуются при температурах 600°C –700°C.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | Температура термической обработки | Размер частиц по данным РЭМ. |
| ТКФ | 750°C | 1 мкм |
| ТКФ | 1000°C | >1 мкм |
| Фаза «А» | 610°C | 100-200 нм |
| Фаза «А» | 680°C | 500-1000 нм |
| Фаза «А» | 800°C | >1 мкм |

**Табл. 1.** Микромофология порошков

C:\Users\vikto\Desktop\НИР\РЭМ\22.10.2021\a610_25k177.tif C:\Users\vikto\Desktop\НИР\РЭМ\22.10.2021\a680_25k174.tif

**Рис. 1.** Микроморфология порошков фазы «А», полученных термолизом гелей при 610°C (слева) и 680°C (справа)

Предложенная методика синтеза, по-видимому, имеет универсальный характер и позволяет синтезировать фазы заданного состава из системы CaO-Na2O-K2O-P2O5.

Работа выполнена в рамках гранта РНФ 19-19-00587. Результаты, представленные в работе, получены на оборудовании, приобретённом за счет средств Программы развития Московского университета.

[1] Вересов А.Г., Путляев В.И., Третьяков Ю.Д. Химия неорганических биоматериалов на основе фосфатов кальция. // *Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева. 2004. Т. 48. №4. С. 52.*

[2] Phosphorus Compounds, Organic. Ullmann’s Encyclopedia of Industrial Chemistry. / Svara J., Weferling N., and Hofmann T. // *Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2012. 49 p.*