

НАНОКРИСТАЛІЧНА БІОКЕРАМІКА АПАТИТНОГО СКЛАДУ НА ОСНОВІ ФТОРАПАТИТУ І ЙОГО СИНТЕЗ

У статті розглянуті різні методи отримання синтетичного фторапатиту біомедичного призначення. Виконана оцінка можливості синтезу нанокристалічного фторапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ високої чистоти в твердій фазі із фториду кальція CaF_2 і попередньо синтезованого трьохкальцієвого фосфату $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3$. Виявлено, що використання у якості ісходного компонента для синтезу фторапатиту $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3$ марки «ч» призводить до появи небажаних домішок у його складі. Визначено оптимальне співвідношення компонентів і режими термообробки. Визначено, що кальційфосфатна біокераміка апатитного складу, що містить гідроксилapatит і фторапатит, може бути отримана термообробкою при температурі 1100 – 1200 °С суміші порошків попередньо синтезованих фтор- і гідроксилapatиту.

Ключові слова: фторапатит, гідроксилapatит, біокерамічні матеріали, рентгенофазовий аналіз, нанокристалічний керамічних матеріал, синтез, оптимальні параметри.

Постановка проблеми

Відома велика кількість неорганічних сполук, які мають загальну хімічну формулу $\text{A}_{10}(\text{BO}_4)_6\text{X}_2$, де А – Ca, Sr, Ba, Pb, Na, Cd, Fe, K, Li; В – P, Si, As, Cr, V, S; X – F, Cl, OH, O, Br, CO_3 . Їх відносять до групи апатитів [1]. Ці мінерали отримали свою назву від грецького «аратао» (обманюю) просто через те, що їх часто плутали з дорогоцінним камінням: майже всі природні апатити мають красиве забарвлення, яке викликане ізоморфними домішками, що входять в їх склад. Через це забарвлення дуже широкого спектру раніше їх приймали за берили і турмаліни; але від цих мінералів апатити відрізняються низькою твердістю (твердість 5 по шкалі Мооса) [2].

Основними мінералами апатитових руд є фторапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$, хлорапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2$, гідроксилapatит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Ще зустрічається фторкарбонатapatит $\text{Ca}_{10}\text{F}_2(\text{PO}_4)_4(\text{CO}_3)_2$ [3]. Один з різновидів фторкарбонатapatиту, відомий як франколіт, може бути представлений формулою $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{x}(\text{CO}_3)_\text{x}(\text{F},\text{OH})_2$.

Апатитна фосфатна руда зустрічається, головним чином, у вигляді осадових відкладень. Апатити в невеликій кількості входять у склад багатьох вивержених гірських порід, зустрічаються на морському дні, але вони зазвичай дуже розсіяні. Родовища кристалічного фторапатиту магматичного походження складають усього біля 15 % від загальної їх кількості; зазвичай вони не дуже потужні. Блиск апатиту скляний, жирний, спайність недосконала, щільність змінюється від 3160 до 3200 $\text{кг}/\text{м}^3$, температура плавлення різниться і складає

для фторапатита 1660 °С, а для хлорапатита 1530 °С. Апатити використовують у багатьох галузях: вони широко застосовуються в хімічній техніці в якості каталізаторів і іонообмінників. Активовані рідкоземельними елементами апатити використовуються як люмінесцентний матеріал, в лазерній техніці, в електроніці [4]. Для цих мінералів характерна висока радіаційна і хімічна стійкість завдяки широкому спектру ізо- і гетеровалентних заміщень в їх структурі, завдяки чому вони є ефективними матеріалами для іммобілізації високоактивних відходів [5].

Оскільки неорганічною складовою кісткової і тканини і тканини зубів людини є ультрадисперсний біогенний гідроксилapatит, склад якого відповідає формулі $\text{Ca}_{10-\text{x}-\text{y}/2}(\text{HPO}_4)_\text{x}(\text{CO}_3)_\text{y}(\text{PO}_4)_{6-\text{x}-\text{y}}(\text{OH})_{2-\text{x}}$, в останні роки в хірургії кістково-суглобової системи людини і в хірургічній стоматології все ширше використовують синтетичні нанокристалічні кальційфосфатні апатити різного складу.

На протязі всього нашого життя кісткова тканина в організмі постійно перетворюється (ремоделюється); це забезпечує оновлення пошкоджених ділянок у будь-якому віці. Тому у структурах природних кісткових тканин співвідношення між їх кристалічною та аморфною складовою не є постійним, воно змінюється, і у різні проміжки часу залежить не тільки від віку людини і особливостей її організму, а й від дуже багатьох факторів. Цикл ремоделювання мінеральної складової кісткової тканини є дуже складним процесом: він залежить від локальної концентрації іонів Ca і P у тому чи іншому місці скелету і одночасно регулюється концентрацією

статевих гормонів, гормонів росту і щитовидної залози, метаболітів вітаміну D, інсуліну і т.і. Але на сьогоднішній день навіть достеменно невідомо, чи кристалізується біогенний апатит у місці росту кістки відразу, чи це відбувається послідовно через кристалізацію однієї чи декількох провідних фаз.

З точки зору відповідності хімічного складу синтетичного замітника пошкодженій кістковій тканині найбільш вдалим здається використання нанокристалічного $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, в якому відношення Ca/P близьке до стехіометричного [6]. Але у напружених частинах скелету є сенс використовувати кальційфосфатну біокераміку у вигляді композиційних нанокристалічних матеріалів складу гідроксилапатит/фторапатит, оскільки вміст фторапатиту в їх складі не тільки підвищує міцність матеріалу, але й збільшує його стабільність в хімічно активному середовищі живого організму [7, 8]. Але значне підвищення вмісту фтору в складі імплантованих матеріалів є небажаним, бо може викликати непередбачувані наслідки, наприклад флюороз [9,10].

Метою цієї роботи є отримання практично однофазного фторапатиту високої чистоти в твердій фазі з подальшим отриманням на його основі композиційного матеріалу апатитного складу гідроксилапатит/фторапатит.

Виклад основного матеріалу

Для досягнення поставленої мети необхідно вибрати реакцію, що забезпечить синтез практично однофазного фторапатиту в твердій фазі, встановити умови термообробки сумішей і умови синтезу їх складових.

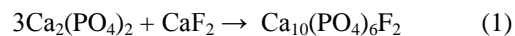
В структурі фтор- і гідроксилапатитів є деякі відмінності. Фторапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$, відрізняється від гідроксилапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ тим, що більш малі (у порівнянні з іонами OH^-) іони фтору у структурі фторапатиту лежать у площині іонів Ca^{2+} трикутника, а більш крупні іони OH^- гідроксилапатиту знаходяться в каналах поза цією площиною на відстані приблизно 0,3 Å.

Але є і де що спільне. Так і структура і біогенного, і синтетичного гідроксилапатитів дозволяє різного роду заміщення одних елементів іншими, наприклад аніонні заміщення фтором F^- груп OH^- . Іони фтору порівняно легко входять в структуру гідроксилапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ при його синтезі з розчинів, формуючи фторапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$. Іон F^- (на відміну від іонів OH^- у $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ і Cl^- у хлорапатиті $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2$) не зміщений із центрів Ca- трикутника в структурі цього мінералу і саме це забезпечує більшу хімічну стійкість фторапатиту порівняно з $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$.

Існують різні способи отримання синтетичного фторапатиту: золь-гель методи, гидротермальні,

отримання з розчинів або в твердій фазі з $\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, CaF_2 і CaCO_3 або з $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ і CaF_2 . Проте всі ці способи отримання фторапатиту або ускладнені утворенням проміжних і супутніх фаз, наявністю сполук, що не прореагували, і різних фосфатів кальцію в широкому діапазоні складів системи $\text{CaO} - \text{P}_2\text{O}_5 - \text{H}_2\text{O}$ або є нетехнологічними, або вимагають складного устаткування. Крім того, для розчинних методів характерна безліч чинників (таких як pH розчину, температура реакції, порядок і швидкість перемішування, концентрації початкових сполук і навіть "передісторія" сировинних компонентів), що змінюються, вони не завжди дають можливість забезпечити хорошу відтворюваність результатів і зберегти в процесі синтезу задане стехіометричне співвідношення Ca/F, тобто отримати порошок з певними хімічними і технічними параметрами. Крім того, оскільки нанокристали апатитів мають надмірну поверхневу енергію, вони мають підвищену схильність до агломерації, що призводить до утворення більших часток.

Для поліпшення остеоінтегративних і механічних властивостей апатитової кераміки потрібний нанорозмірний матеріал, оскільки він має кращу біосумісність в порівнянні з великокристалічним біокерамічним матеріалом. Тому представляється більш доцільним отримувати фторапатит методом твердофазного синтезу з $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ і CaF_2 за реакцією.



За даними рентенофазового аналізу було визначено, що використання у якості вихідного компонента для синтезу фторапатиту трьохкальцієвого фосфату $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ марки «ч», який містить побічні фази (а саме, пірофосфат кальцію та інші) призводить до утворення фторапатиту з пониженим вмістом фтору і до появи небажаних домішок у його складі. Тому попередньо синтезувати трьохкальцієвий фосфат $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ високої чистоти, використовуючи для цього ортофосфорну кислоту H_3PO_4 і $\text{Ca}(\text{OH})_2$ марок «чда» і «хч». Вихідні компоненти аналізували на вміст основної речовини, а потім склали реакційні суміші. Усреднювання шихти проводили або розтиранням в ступці, або гомогенізацією у барабані кулькового млина. Випалення проводили в корундових тиглях. $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ синтезували шляхом триразового випалення таблетованих сумішей при температурі 1150 – 1250 °C з витримкою впродовж 2 годин і проміжним подрібненням при багатоступінчастому підйомі температури із швидкістю 120 – 150 °C в годину. Фторапатит $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ синтезувати з CaF_2 і попередньо синтезованого $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ випаленням у температурному діапазоні 1200 – 1250 °C з витримкою впродовж 3 годин з подальшим подрібненням.

Контроль температур здійснювали за допомогою платино-родієвих термопар ПП-10rh, 90-Rt. Мінералогічний склад визначали за допомогою петрографічних досліджень на поляризаційному мікроскопі МІН-8 із застосуванням серії стандартних імерсійних препаратів, в яких порівняльним середовищем служили рідини з певними оптичними константами.

Для визначення оптимальних умов синтезу і співвідношення компонентів проводили випалення усереднених шихт за різних умов і при різних співвідношеннях компонентів.

Отримані після випалення продукти досліджували методами фазового хімічного аналізу і рентгенофазовим.

Рентгенофазовий аналіз проводили на установці ДРОН-2 у випромінюванні Fe-к, анодний струм 30 мА і ДРОН-3 у випромінюванні Cu- κ_1 з нікелевим фільтром, анодний струм 16 мА на зразках препаратів у вигляді пігулок діаметром 10 мм і завтовшки 2 мм. Розшифрування здійснювалось по довідкових таблицях ASTM.

Рентгенограми проб препаратів, отриманих в результаті синтезу фторапатиту, що підтверджують їх мономінеральність, наведені на рис. 1.

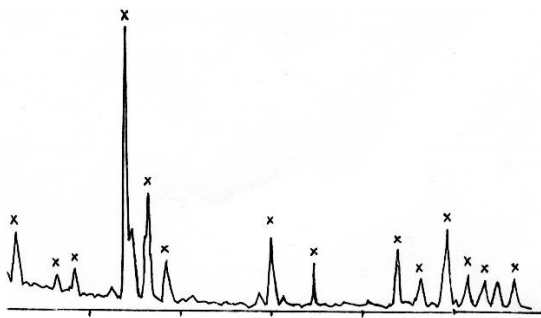


Рис. 1. Рентгенограма проб препарату при синтезі $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ із $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ і CaF_2 , випаленого при 1200°C без додавання органічного зв'язуючого з витримкою впродовж 3 годин з подальшим подрібненням.

Для отримання кальційфосфатної кераміки апатитного складу синтезований в твердій фазі фторапатит змішували з попередньо отриманим гідроксилапатитом (при різному співвідношенні компонентів) і формували холодним ізостатичним пресуванням під тиском 200 Мпа без додавання органічного зв'язуючого. Випал проводили при температурах $800 - 1250^\circ\text{C}$ в корундових тиглях з витримкою на протязі 2 годин. Гідроксилапатит отримували з розчинів $\text{Ca}(\text{OH})_2$ і H_3PO_4 в дистильованій воді шляхом їх перемішування впродовж 8 годин і витримки впродовж 170 годин при кімнатній температурі для старіння. Отриманий продукт фільтрували, осад висушували при 80°C . Після цього отриманий препарат випалювали в атмосфері повітря при 800°C з витримкою

впродовж 6 годин. За даними аналізів продукт синтезу є нанокристалічним гідроксилапатитом і характеризується розміром кристалів від 8,7 до 25 нм, мірою кристалічності 96,5 %, співвідношенням $\text{Ca/P} = 1,67$, масовою долею кальцію 40,82 %, масовою долею фосфору 15,8 %.

Були встановлені залежності характеристик матеріалів від складу і температури. Для зразків, що містять у своєму складі до 3 % фторапатиту, швидкість процесу спікання помітно підвищувалась в інтервалі температур від 1100°C до 1240°C , а при 1250°C процес спікання повністю завершувався. При цьому розмір кристалів збільшувався майже у 6 разів і досягав 8 – 10 мкм. Для зразків, що містили в своєму складі від 3 до 10 мас. % $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$, при спіканні у тому ж інтервалі температур характерна нижча швидкість зростання кристалів, розмір котрих також зростає, але досягав тільки 3 – 5 мкм. Відрізнялася і висадка зразків. Скоріше за все, це пов'язано з ефектом Френкеля (утворенням дифузної поруватості) через відмінність величини коефіцієнтів дифузії іонів (у тому числі OH^- і F^-) в зразках різних складів.

Встановлювали залежності механічних властивостей зразків композиційного матеріалу гідроксилапатит/фторапатит в залежності від їх складу і температури випалу (зразки випалювали при $800 - 1250^\circ\text{C}$ з витримкою протягом 2 годин). Було визначено, що з підвищенням вмісту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$, міцність на стиснення зразків підвищується і досягає для деяких складів 50 – 56 МПа. За нашими даними, тріщиностійкість образів композиційного матеріалу складу $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2/\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ з підвищенням температури випалення де що збільшується, але введення в склад композиційного матеріалу $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ практично не впливає на його тріщиностійкість в сухому середовищі. Але у вологому і хімічно агресивному середовищі організму тріщиностійкість таких матеріалів вище, що обумовлено їх меншою розчинністю.

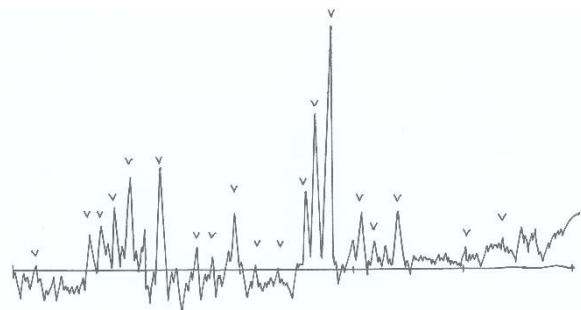


Рис. 2 Рентгенограма проб препарату при синтезі гідроксилапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, отриманого з розчинів $\text{Ca}(\text{OH})_2$ і H_3PO_4 і термообробленого при 1200°C

Результати електронномікроскопічного дослідження порошку фторапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ (при збільшенні $\times 32000$) представлені на рис. 3. Частки $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ щільні, кутоваті, з добре розвинутою поверхнею.

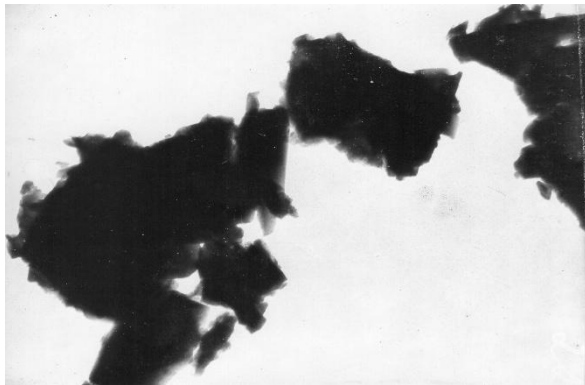


Рис. 3. Мікроструктура порошку фторапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ після випалу при $1200\text{ }^\circ\text{C}$, $\times 32000$

Результати електронномікроскопічного дослідження гідроксилапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ при збільшенні $\times 17000$ після випалу при $1200\text{ }^\circ\text{C}$, представлені на рис. 4. Структура матеріалу представлена добре окристалізованими зернами з великою кількістю чітких граней.



Рис. 4. Мікроструктура гідроксилапатиту $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, після випалу при $1200\text{ }^\circ\text{C}$, $\times 17000$

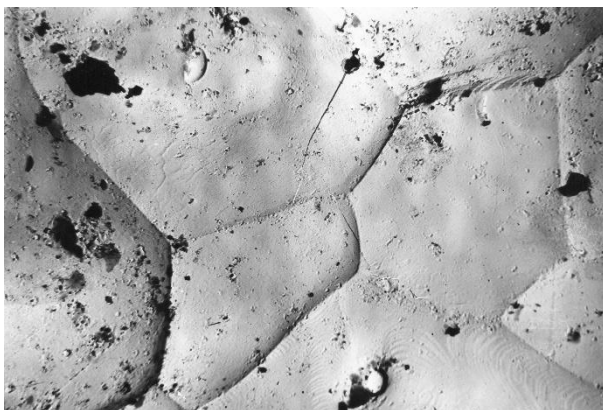


Рис. 5. Мікроструктура кераміки складу $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2/\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$ після випалу при $1200\text{ }^\circ\text{C}$, $\times 12000$

Результати електронномікроскопічного дослідження керамічного матеріалу складу гідроксилапатит/фторапатит, випаленого при $1200\text{ }^\circ\text{C}$ з витримкою впродовж 2 годин, при збільшенні $\times 12000$, представлені на рисунку 5. Для зразка характерна зерниста структура, форма зерен наближається до псевдогексагонального габітусу. На поверхні зерен є невеликі ростові східні.

Таким чином, кальційфосфатна кераміка, що містить гідроксилапатит і фторапатит (з домішками до 10 мас.% фторапатиту; складів, що були вивчені), яка була отримана випалом при $1100 - 1250\text{ }^\circ\text{C}$ з суміші порошоків попередньо синтезованих фтор- і гідроксилапатиту, може бути використана в умовах підвищених навантажень в напружених ділянках скелету (а також при необхідності забезпечити зниження швидкості розчину синтезованого матеріалу) [11].

Висновки

Визначено, що використання у якості вихідного компонента для синтезу фторапатиту трьохкальцієвого фосфату $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3$ марки «ч», який містить побічні фази (а саме, пірофосфат кальцію і інші) призводить до утворення фторапатиту з пониженим вмістом фтору і до появи небажаних домішок у його складі. Тому необхідно попередньо синтезувати трьохкальцієвий фосфат $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ високої чистоти, використовуючи для цього ортофосфорну кислоту H_3PO_4 і $\text{Ca}(\text{OH})_2$ марок «ч.д.а.» і «х.ч.»

Визначено оптимальне співвідношення компонентів і режими термообробки.

Практично однофазний кристалічний фторапатит можливо отримати в результаті термообробки шихти, що складається з фториду кальцію CaF_2 і попередньо синтезованого трьохкальцієвого фосфату $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ при температурі $1150 - 1250\text{ }^\circ\text{C}$ з витримкою 2 години при максимальній температурі.

Кальційфосфатна кераміка, що містить гідроксилапатит і фторапатит (з домішками до 10 мас.% фторапатиту; складів, що були вивчені), яка була отримана випалом при $1100 - 1250\text{ }^\circ\text{C}$ з суміші порошоків попередньо синтезованих фтор- і гідроксилапатиту, може бути використана в умовах підвищених навантажень в напружених ділянках скелету.

Література

1. Corbridge, D.E.C (1980) *Phosphorous. An Outline of its Chemistry Biochemistry and Technology*. D.E.C. Corbridge. Amsterdam: Elsevier, 680 p.
2. Кривилева, С.П. *Минералы и горные породы* / С.П. Кривилева, О.Н. Рассоха. – Харьков: Точка, 2014. – 178 с.
3. Кривилева, С.П. *Драгоценная Украина: минералы и горные породы регионов* / С.П. Кривилева, О.Н. Рассоха - Харьков: Фінарт, 2016. – 160 с.
4. Van Wazer, J.R. (1960). *Phosphorus and its compounds*. New York: Willey, 411 p.

5. Kanazava, T. (1989). *Inorganic phosphate materials*. London: Elsevier Science Ltd., 306 p.
6. Баринов, С.М. Биокерамика на основе фосфатов кальция / С.М. Баринов, В.С. Комлев. – М.: Наука, 2005. - 204 с.
7. Cheng, K. Weng, W, Qu, H et al (2004). Sol-gel preparation and in vitro test of fluorapatite/hydroxyapatite films. *J. Biomed. Mater. Res. Part B: Appl. Biomater*, 69, 33 – 37.
8. Ozsvath, D.L.(2009). Fluoride and environmental health a review. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 8(1), 55-59.
9. Qu, H., Vasilies, A.L., Aindow, M. (2005). Incorporation of fluorine ions into hydroxyapatite by a pH cycling method. *J. of Mater. Sci.: Materials in Medicine*, 16, 447-453.
10. Qu, H., Wei, M. (2005). Synthesis and characterization of fluorine- containing hydroxyapatite by a pH cycling method, *J. of Mater. Sci.: Materials in Medicine*, 16, 129-133.
11. Кераміка для поповнення дефектів кісткової тканини [Текст]: пат. 17267 Україна, МПК С 04 В 35/80./ Бережний А.С., Кривільова С.П., Жуков В.І. Заявл.31.07.95; опубл.. 31.10.97.
6. Barinov, S.M., Komlev, V.S. (2005). *Calcium phosphate based bioceramics*. M.: Science, 204.
7. Cheng, K. Weng, W, Qu, H et al (2004). Sol-gel preparation and in vitro test of fluorapatite/hydroxyapatite films. *J. Biomed. Mater. Res. Part B: Appl. Biomater*, 69, 33 – 37.
8. Ozsvath, D.L.(2009). Fluoride and environmental health a review. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 8(1), 55-59.
9. Qu, H., Vasilies, A.L., Aindow, M. (2005). Incorporation of fluorine ions into hydroxyapatite by a pH cycling method. *J. of Mater. Sci.: Materials in Medicine*, 16, 447-453.
10. Qu, H., Wei, M. (2005). Synthesis and characterization of fluorine- containing hydroxyapatite by a pH cycling method, *J. of Mater. Sci.: Materials in Medicine*, 16, 129-133.
11. Berejnoi, A.S., Krivileva, S.P., Jukov, V.I. (1995). *Ceramics for filling of defect of bone*. Patent UA, no. 17267.

Рецензент: д-р техн. наук, проф. Г.М. Шабанова
Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», Україна.

Автор: КРИВІЛЬОВА Світлана Павлівна
кандидат технічних наук, доцент
Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»
E-mail – spkri@ukr.net
ID ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-6502-948>

References

1. Corbridge, D.E.C (1980) *Phosphorous. An Outline of its Chemistry Biochemistry and Technology*. D.E.C. Corbridge. Amsterdam: Elsevier, 680 p.
2. Krivileva, S.P., Rassokha, O.M. (2014). *Minerals and mountain breeds*. Kharkiv: Point, 124.
3. Krivileva, S.P., Rassokha, O.M. (2014). *Precious Ukraine: minerals and rocks of regions*. Kharkiv: Finart, 178.
4. Van Wazer, J.R. (1960). *Phosphorus and its compounds*. New York: Willey, 411 p.
5. Kanazava, T. (1989). *Inorganic phosphate materials*. London: Elsevier Science Ltd., 306 p.

NANOCRYSTALLINE APATITE BIOCERAMICS BASED ON FLUORAPATITE AND ITS SYNTHESIS

S. Krivileva

National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute", Ukraine

The paper dwells on the various methods of technologies of synthetic nanocrystalline fluorapatite $Ca_{10}(PO_4)_6F_2$ for the biomedical supplies. In the article all areas of the use apatites and their specific of structure were analysed. A cycle of modeling bone tissue in the human body during the implantation of synthesized bioceramics in the damaged part of the skeleton In this work possibility of synthesis of fluorapatite $Ca_{10}(PO_4)_6F_2$ in a hard phase and on his receipt on was studied. Research of the got materials the method of the x-rayed analysis showed that at a synthesis in the hard phase of fluorapatite from CaF_2 and preliminary synthesized powder of three-calcium phosphate $Ca_3(PO_4)_3$ was got practically monophase fluorapatite of high-purity. The developed method allows to obtain apatite nanocrystalline bioceramic materials as thin powder as well as bulk fluorapatite/hydroxyapatite composition nanomaterials.

Keywords: fluorapatite, hydroxyapatite, bioceramic material, X-ray, nanocrystalline ceramic material, synthesis, optimal parameters.