



(51) МПК
A61L 27/12 (2006.01)
A61L 31/02 (2006.01)
A61F 2/02 (2006.01)
A61F 2/28 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2008148030/15**, **08.12.2008**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
08.12.2008

(45) Опубликовано: **27.07.2010** Бюл. № **21**

(56) Список документов, цитированных в отчете о
 поиске: **US 5262166 A**, **16.11.1993**. **RU 2280017 C1**,
20.07.2006. **RU 2179437 C2**, **20.02.2002**.

Адрес для переписки:
**119992, Москва, Ленинские горы, 1, стр.3,
 Химический факультет Московского
 Государственного Университета им. М.В.
 Ломоносова, научный отдел, патентоведу**

(72) Автор(ы):

**Сафронова Татьяна Викторовна (RU),
 Корнейчук Светлана Александровна (RU),
 Путляев Валерий Иванович (RU),
 Третьяков Юрий Дмитриевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Государственное учебно-научное
 учреждение Химический факультет
 Московского государственного
 университета имени М.В. Ломоносова (RU)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИЦИОННОГО БИОДЕГРАДИРУЕМОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ДВОЙНОГО ФОСФАТА КАЛИЯ КАЛЬЦИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к медицине. Описан способ получения керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция, включающий подготовку исходного порошка, содержащего фосфат кальция с соотношением Ca/P=1 и соль калия; формование и обжиг, в котором согласно изобретению исходный порошок формируется в результате взаимодействия при pH 5,5-6,0 водных растворов ацетата кальция и

гидрофосфата калия, концентрация которых лежит в интервале 0,6-0,8 М. Порошок после синтеза представляет собой смесь кальций-дефицитного гидроксипатита, брушита и кислого ацетата калия. Использование указанной смеси после обжига позволяет получить керамический композиционный биodeградируемый материал, обладающий равномерной микроструктурой с размером зерен 2-4 мкм на основе двойного фосфата калия кальция Ca₁₀K(PO₄)₇, содержащий фазу ТКФ. 2 з.п. ф-лы, 1 табл., 2 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

A61L 27/12 (2006.01)*A61L 31/02* (2006.01)*A61F 2/02* (2006.01)*A61F 2/28* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008148030/15, 08.12.2008**(24) Effective date for property rights:
08.12.2008(45) Date of publication: **27.07.2010 Bull. 21**

Mail address:

**119992, Moskva, Leninskie gory, 1, str.3,
Khimicheskij fakul'tet Moskovskogo
Gosudarstvennogo Universiteta im. M.V.
Lomonosova, nauchnyj otdel, patentovedu**

(72) Inventor(s):

**Safronova Tat'jana Viktorovna (RU),
Kornejchuk Svetlana Aleksandrovna (RU),
Putljaev Valerij Ivanovich (RU),
Tret'jakov Jurij Dmitrievich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe uchebno-nauchnoe uchrezhdenie
Khimicheskij fakul'tet Moskovskogo
gosudarstvennogo universiteta imeni M.V.
Lomonosova (RU)**

(54) METHOD FOR MAKING BIODEGRADABLE CERAMIC COMPOSITE OF DOUBLE POTASSIUM CALCIUM PHOSPHATE

(57) Abstract:

FIELD: medicine.

SUBSTANCE: there is described a method for making a biodegradable ceramic composite of double potassium calcium phosphate that involves preparation of a initial powder containing calcium phosphate with the ratio Ca/P=1 and potassium salt; extrusion and burning, wherein according to the invention, the initial powder is formed by the reaction at pH 5.5-6.0 of aqueous solutions of

calcium acetate and potassium hydrophosphate concentrated within 0.6-0.8 M. The powder after the synthesis represents mixed calcium-deficient hydroxyapatite, brushite and acid potassium acetate.

EFFECT: use of said mixture after burning allows making the biodegradable ceramic composite exhibiting the uniform microstructure with the size of grains 2-4 mcm, of double potassium calcium phosphate $\text{Ca}_{10}\text{K}(\text{PO}_4)_7$, containing TCP phase.

3 cl, 1 tbl, 2 dwg, 1 ex

Изобретение относится к области медицины, может быть использовано в травматологии и ортопедии, челюстно-лицевой хирургии и хирургической стоматологии, а также для изготовления носителей лекарственных средств.

5 Современными методики лечения костных дефектов требуют использования частично или полностью биodeградируемых при имплантировании материалов. Способность таких материалов растворяться в среде организма используют также при изготовлении носителей лекарственных средств. Химический и минералогический состав неорганической составляющей костной ткани диктует жесткие требования к химическому составу имплантируемых материалов. Наиболее изученными и широко применяемыми являются материалы на основе фосфатов кальция, при этом биodeградируемыми являются фосфаты кальция с соотношением Ca/P менее 1,67. Такими фосфатами могут являться аморфный фосфат кальция (АФК), трикальцийфосфат (ТКФ), пирофосфат (ПФК), брусит [1], полифосфаты кальция [2], а также сочетание данных фаз, например ПФК/ТКФ [3]. В медицинской практике используют материалы на основе гидроксиапатита (ГАП), содержащего в качестве биodeградируемой одну из таких фаз, главным образом ТКФ [4, 5]. В качестве биodeградируемой фазы или биodeградируемого материала могут быть использованы стекла в системах CaO-P₂O₅, CaO-P₂O₅, Na₂O-P₂O₅-CaO, K₂O-P₂O₅-CaO, Na₂O-P₂O₅-CaO-SiO₂, K₂O-P₂O₅-CaO-SiO₂ и других [6], карбонат кальция CaCO₃ [7], парижский пластырь (полуводный гипс CaSO₄*0,5H₂O) [8], а также двойные фосфаты кальция и щелочных металлов [9].

Однако в составе костной ткани обнаружены Na, K, Si, Mg, Zn и ряд других элементов и ионных групп, что позволяет расширить список биосовместимых биodeградируемых материалов. Следует отметить, что замещения в ГАП приводят к повышению предела и скорости резорбирования материала. Замещения иона Ca²⁺ на большие по радиусу и меньшие по заряду биосовместимые ионы Na⁺ или K⁺ приводят к заметному повышению скорости растворения, особенно в случае образования двойных фосфатов кальция и щелочных металлов, например ренанита NaCaPO₄. Ионный радиус K⁺ больше ионного радиуса Na⁺, что позволяет ожидать от материалов на основе двойных фосфатов калия кальция большей скорости биорезорбирования.

Двойные фосфаты кальция и щелочных металлов являются традиционными компонентами минеральных удобрений. Поэтому некоторые аспекты синтеза данных соединений рассмотрены в публикациях, посвященных получению минеральных удобрений. Известен способ обработки фосфатных руд с помощью карбоната натрия или хлорида калия при температурах 300-900°C, когда образование двойных фосфатов кальция калия или натрия (ренанита) или сложных фосфатов калия натрия кальция происходит только при взаимодействии фосфатного камня с карбонатами указанных щелочных металлов [10], или при обработке фосфатного камня алюмосиликатом или карбонатом натрия при 900°C [11]. Такой способ не подходит для синтеза двойных фосфатов медицинского назначения.

Известен способ получения биodeградируемого материала, содержащего фосфаты кальция и натрия при кристаллизации стекла в системе SiO₂-Al₂O₃-Na₂O-K₂O-P₂O₅-F [12] или в SiO₂-CaO-Na₂O-P₂O₅-F-K₂O [13]. Недостатком первого способа является присутствие оксида алюминия, осложняющее полную деградацию материала, недостатком второго способа является необходимость получения расплава при высокой (до 1650°C) температуре.

Известен способ получения слоистого композиционного материала, содержащего

ГАП и стекло в системе $\text{Na}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{CaO}-\text{SiO}_2$, в котором количество двойного фосфата кальция натрия невелико и составляет не более 5% [14]. Недостатком этого способа является необходимость применения для консолидации материала метода горячего прессования, требующего сложного оборудования.

Известен способ [15] получения композиционного материала на основе сложного фосфата кальция натрия - ренанита NaCaPO_4 и желатина. Размер частиц ренанита, распределенного в органической матрице, чрезвычайно велик (500-700 мкм), что нежелательно для биорезорбируемых материалов. Кроме того, синтез ренанита в этом способе включает твердофазный синтез при 1300°C в течение 16 часов. Применение высокой температуры и длительность синтеза делают такой способ экономически невыгодным.

Известен способ получения композиционного материала, содержащего различные фосфаты кальция, в том числе и двойные фосфаты натрия кальция, кварц и кристобалит, в котором в качестве временного технологического связующего используют агрессивный раствор NaOH [16].

В способе [17] сплавлением шихты при температуре до 1600°C , состоящей из карбонатов кальция, калия, натрия, оксида магния, фосфорной кислоты и оксида кремния, и последующим измельчением стекла получают многофазный порошок. В состав такого порошка входят двойные орто-, пиро- и полифосфаты кальция и щелочного металла ($\text{C}_{10}\text{K}(\text{PO}_4)_7$, $\text{Ca}_{10}\text{Na}(\text{PO}_4)_7$,

$\text{Ca}_{10}\text{K}_x\text{Na}_{1+x}(\text{PO}_4)_7$, $\text{Ca}_2\text{K}_{1-x}\text{Na}_{1+x}(\text{PO}_4)_2$, $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_2\text{CaP}_2\text{O}_7$, $\text{K}_2\text{CaP}_2\text{O}_7$, NaPO_3 , KPO_3), а также стеклофаза в системе $\text{CaO}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{SiO}_2$. Целевые фазы двойных фосфатов не образуют конечного материала, а входят в многокомпонентную смесь, которая является полупродуктом - порошком для получения биodeградируемого цемента при добавлении жидкости затворения (воды или водных растворов солей).

Гранулы сложного фосфата $\text{Ca}_2\text{KNa}(\text{PO}_4)_2$ получали спеканием непрессованной смеси брусита, фосфорной кислоты и карбонатов калия, кальция, натрия в интервале $1350-1550^\circ\text{C}$ [18]. Описанная методика хотя и отражает получение биорезорбируемого двойного фосфата калия кальция, однако не может быть применена для получения керамики.

В способе [19] керамический композиционный биodeградируемый материал, содержащий двойной фосфат кальция и щелочного металла (натрия), получают из порошка, синтезированного в результате взаимодействия водных растворов соли кальция ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) гидрофосфата щелочного металла. Полученный порошок прессуют, а затем обжигают. Недостатками этого способа является применение процедуры промывания осадка; применение лиофильной сушки в вакууме при -80°C , что требует дорогостоящего оборудования, а также присутствие в полученном материале устойчивой к биodeградации фазы - ГАП до 60%, что делает материал не полностью, а частично биodeградируемым.

Многофазная керамика, содержащая ТКФ, NaCaPO_4 , ГАП, получена после высокотемпературной обработки при 1100°C пропитанного раствором $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ пористого ГАП [20]. Недостатком этого способа является использование в качестве пористой ГАП основы спеченной кости страуса.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению является способ [21], в котором спеченный продукт на основе двойного фосфата калия кальция KCaPO_4 получают взаимодействием при высокотемпературном обжиге молотых смесей фосфата кальция с соотношением $\text{Ca}/\text{P}=1$ (монетита) и растворимой соли щелочного металла

(карбоната натрия или калия). Однако в данном случае полученный клинкер на основе двойных фосфатов кальция и щелочных металлов - это спеченный промежуточный полупродукт, подлежащий помолу для получения биоактивного цемента. Микроструктура фрагментов клинкера после обжига не отвечает каким-либо

5 требованиям, предъявляемым к микроструктуре керамического материала.
Целью настоящего изобретения являлось получение керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция, обладающего равномерной микроструктурой с размером частиц 2-4 мкм, на

10 основе двойного фосфата калия кальция из порошка, содержащего фосфат кальция с соотношением Ca/P=1 и соль калия.
В способе получения керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция, включающий подготовку исходного порошка, содержащего фосфат кальция с соотношением Ca/P=1 и соль

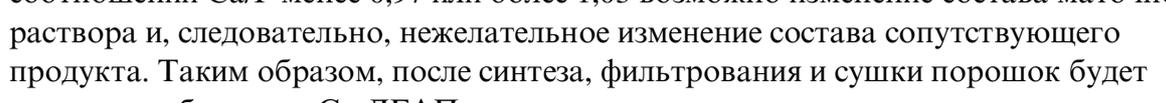
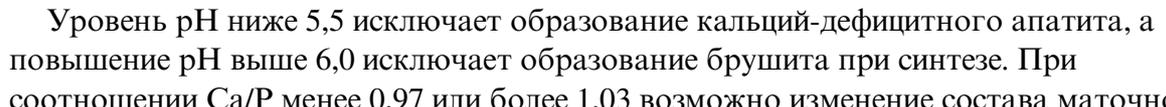
15 калия; формование и обжиг, согласно изобретению подготовку исходного порошка проводят взаимодействием при pH 5,5-6,0 водных растворов ацетата кальция и гидрофосфата калия, концентрация которых лежит в интервале 0,6-0,8 М. Полученный порошок представляет собой смесь кальций-дефицитного гидроксиапатита (Са-ДГАП), брушита и кислого ацетата калия $\text{KCH}_3\text{COO} \cdot \text{CH}_3\text{COOH}$. Использование

20 указанной смеси после обжига позволяет получить двухфазный материал ТКФ/двойной фосфат калия кальция $\text{Ca}_{10}\text{K}(\text{PO}_4)_7$.
Синтез исходного порошка проводят из водных растворов ацетата кальция и гидрофосфата натрия при комнатной температуре в присутствии избытка уксусной

25 кислоты, которая способствует поддержанию pH на уровне 5,5-6,0. Концентрации исходных растворов как ацетата кальция, так и гидрофосфата калия лежат в интервале 0,6-0,8. Соотношение Ca/P лежит в интервале 0,97-1,03. После фильтрования осадка и сушки порошок представляет собой смесь брушита ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),

30 Са-ДГАП $\text{Ca}_9(\text{HPO}_4)(\text{PO}_4)_5\text{OH}$ и кислого ацетата калия $\text{KCH}_3\text{COO} \cdot \text{CH}_3\text{COOH}$.
Образование двухфазного керамического биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция, содержащего также фазу ТКФ, происходит при обжиге сформованных прессованием образцов в интервале температур 900-1200°C в течение 2-6 часов.

35 Синтез порошка происходит в соответствии с формальными реакциями (1) и (2):

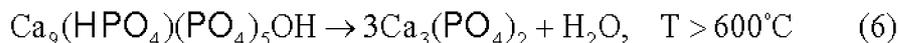
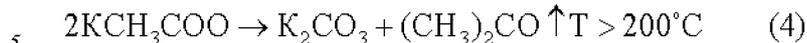
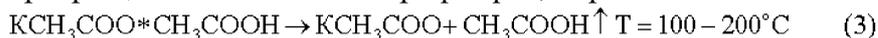


45 Уровень pH ниже 5,5 исключает образование кальций-дефицитного апатита, а повышение pH выше 6,0 исключает образование брушита при синтезе. При соотношении Ca/P менее 0,97 или более 1,03 возможно изменение состава маточного раствора и, следовательно, нежелательное изменение состава сопутствующего

продукта. Таким образом, после синтеза, фильтрования и сушки порошок будет состоять из брушита, Са-ДГАП и кислого ацетата калия.
Формирование микроструктуры и фазового состава биodeградируемого материала

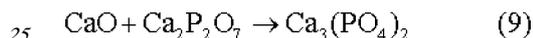
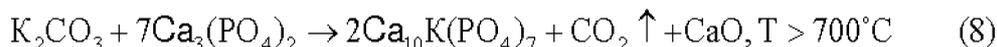
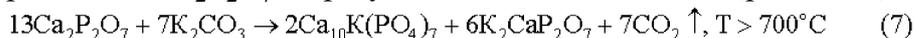
50 на основе фосфата кальция (брушита) с соотношением Ca/P=1 и Са-ДГАП с соотношением Ca/P=1,5 и кислого ацетата калия происходит в процессе обжига.
При относительно низких температурах происходит конверсия составляющих в исходном порошковом материале, а именно разложение кислого ацетата,

последующее разложение ацетата с образованием карбоната, образование монетита, превращение монетита в пирофосфат, образование ТКФ из Са-ДГАП.



При синтезе из растворов с концентрацией ниже 0.6 М после обжига формируется крупнокристаллический однофазный материал на основе двойного фосфата калия кальция $\text{Ca}_{10}\text{K}(\text{PO}_4)_7$ с размером зерен 30-40 мкм. Двойной фосфат калия кальция $\text{Ca}_{10}\text{K}(\text{PO}_4)_7$ со структурой β -ТКФ, а также β -ТКФ предположительно формируются в соответствии с реакциями (7, 8, 9). При синтезе из растворов с концентрацией выше 0,95 М после обжига формируется крупнокристаллический однофазный материал на основе двойного фосфата калия кальция KCaPO_4 с размером зерен 5-15 мкм. Формирование ТКФ может быть описано реакцией (9).

Формирование фазового состава биорезорбируемой композиционной керамики может быть описано реакциями (6), (7), (8) и (9). Следует отметить, что образующийся в соответствии с реакцией (8) агрессивный к тканям организма СаО может вступать в реакцию с $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$, образуя биосовместимый ТКФ (реакция 9).



Обжиг материала при температуре ниже 900°C с выдержкой при этой температуре менее 2 часов не обеспечивает получения полностью спеченного материала. Обжиг при температуре выше 1200°C с выдержкой при этой температуре более 6 часов ведет к деградации микроструктуры керамического материала, связанной с аномальным ростом зерен. Присутствие ТКФ в качестве дополнительной фазы сдерживает рост зерен при заявленных условиях получения керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция.

Изобретение иллюстрируется примером и чертежами.

Фигура 1 - данные РФА для керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция после обжига.

Фигура 2 - электронно-микроскопическая фотография скола керамики керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция после обжига.

Пример 1

1 л 0,75 М раствора ацетата кальция $10\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ приливают к 1 л 0,75 М раствора K_2HPO_4 . Регулирование рН среды осуществляют, добавляя к раствору ацетата кальция уксусную кислоту.

Порошок исходной шихты после фильтрования и сушки содержит 40% сопутствующего продукта (кислого ацетата калия) и 60% фосфатов кальция. При нагревании в течение 4 часов при 1050°C происходит образование керамического биodeградируемого материала, фазовый состав которого представлен ТКФ и двойным фосфатом калия кальция.

Аналогично были изготовлены образцы керамического биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция при заявленных условиях (Таблица 1). Из таблицы следует, что при указанных условиях синтеза исходной

шихты и указанных условиях термообработки формируется материал, фазовый состав которого представлен ТКФ и двойным фосфатом калия кальция, а размер зерен составляет 2-4 мкм. Такой материал является биodeградируемым керамическим материалом, выделяющим при взаимодействии со средой организма биосовместимые ионы K^+ , Ca^{2+} , PO_4^{3-} , из которых два последних иона являются источником компонентов для формирования ГАП *in vivo*.

Таблица 1.						
	Концентрация	Состав исходной шихты		Обжиг		Фазовый состав
	$[Ca^{2+}]/[PO_4^{3-}]$, моль	Фосфаты кальция, %	$(KCH_3COO^*CH_3COOH)$, %	T, °C	t, час	Размер зерен 2-4 мкм
1	0,6 М/0,6 М	65	35	900	2	$Ca_{10}K(PO_4)_7$, ТКФ
2	0,75 М/0,75 М	60	40	1050	4	$Ca_{10}K(PO_4)_7$, ТКФ
3	0,8 М/0,8 М	55	45	1200	6	$Ca_{10}K(PO_4)_7$, ТКФ

Таким образом, экспериментальные данные показывают, что применение заявленного способа позволяет после обжига получать из синтезированной смеси керамический композиционный биodeградируемый материал на основе двойного фосфата калия кальция, содержащего в качестве дополнительной фазу ТКФ.

Литература

- 1 Т.В.Сафронова, В.И. Путляев Новое поколение кальцийосфатных биоматериалов
5 роль фазового и химических составов// Стекло и керамика, 2006, №3, с.22-24.
- 2 J.S.Sun, Y.H.Tsuang, C.J.Liao, Y.S.Hang, F.H.Lin. The effect of sintered β -dicalcium
phosphate particle size on newborn wistar ratosteoblasts//Artificial Organs, 23 [4] 331-338,
10 1999.
- 3 Т.В.Сафронова, В.И.Путляев, М.А.Шехирев, А.В.Кузнецов Композиционная
керамика, содержащая биорезорбируемую фазу// Стекло и керамика, 2007, №3, с.31 -
36.
- 4 Maria Vallet-Regi, Jose Maria Gonzalez-Calbet Calcium phosphates as substitution of
15 bone tissues// Progress in Solid State Chemistry 32 (2004) 1–31
- 5 М.М. Stevens “Biomaterials for bone tissue engineering” // Materials Today, 2008, V.11,
20 N.5, pp.18-25
- 6 Knowles Jonathan C. Phosphate based glasses for biomedical applications
//J.Mater.Chem., 2003 [13] 2395-2401
- 7 J. Vuola, H. Göransson, T. Böhling, S. Asko-Seljavaara, Bone marrow induced
25 osteogenesis in hydroxyapatite and calcium carbonate implants// Biomaterials, 17, 18,
1761(1996) doi:10.1016/0142-9612(95)00351-7
- 8 A. G. Hadjipavlou, J. W. Simmons, M. N. Tzermiadianos, P. G. Katonis, D. J. Simmons
30 Plaster of Paris as bone substitute in spinal surgery// Eur Spine J (2001) 10 :S189–S196,
DOI 10.1007/s005860100275
- 9
- 10 Н.К.Рутарай, Р.Н.Даш, С.К.Моханти Phosphorus supplying power of some thermally
35 promoted reaction products of phosphate rocks// Fertilizer Research 41 (1995) 67-75
- 11 F.P.Glasser, R.P.Gunawardane Fertilizer material from apatite Патент США US
4,436,546, Mar.13, 1984
- 40 12 W. Holland, V.Rheinberger, S.Wegner, M.Frank Needle-like apatite-leucite glass-
ceramic as a base material for the veneering of metal restorations in dentistry// J. of
Materials science: materials in medicine 11 (2000) 11-17
- 45 13 E.Apel, W.Holland, V.Rheinberger Bioactive rhenanite glass ceramic. Патент США
US 7,074,730, Jul. 11, 2006

50

14 W.Suchanek, M.Yashima, M.Kakihana, M.Yoshimura β -Rhenanite (β -NaCaPO₄) as weak interphase for hydroxyapatite ceramics// J. of European Ceramic Society 18 (1989) 1923-1929

5 15 M.M.A. Ramselaar, P.J.Van Mullem, W.Kalk, F.C.M.Driessens, J.R.Dewijn, A.L.H.Stols In vivo reactions to particulate rhenanite and particulate hydroxyapatite after implantation in tooth sockets// J. of Materials science: materials in medicine 4 (1993) 311-317

16 A.R. El-Ghannam Advanced bioceramic composite for bone tissue engineering: Design principles and structure-bioactivity relationship// J. Biomed.Mater.Res. 69A: 490-501, 2004

15 17 G. Berger, H. Marx, Ch. Jager, J. Pauli Powder mixture for resorbable calcium phosphate biocements. Патент США US 7,223,420, May 29, 2007

18 N. Jinlong, Z. Zhenxi, J. Dazong, Y. Shenghong, M. Guanglai, W. Keguang Preparation, structure and solubility of Ca₂KNa(PO₄)₂// J.of Mater. Sci. 36 (2001) 3805 – 3808

20 19 S.Jalotta, S.B.Bhaduri, A.C.Tas A new rhenanite (β -NaCaPO₄) and hydroxyapatite biphasic biomaterial for skeletal repair// J. Biomed.Mater.Res. Part B: Appl Biomater 80B: 304-316, 2007

25 20 Yao-Wu Yang; Tian-Qiu Mao; Mo-Yi Sun; Fu-Lin Chen; Shu-Jun Chen; Cheng Yang Transforming the Sintered Ostrich Cancellous Bone to Multiphasic Calcium Phosphate Ceramic// Chinese Electronic Periodical Services, ref. 67327, 2003/08,

30 <http://www.ceps.com.tw/ec/>

21 S.-T. Liu, H. H. Chung Resorbable bioactive phosphate containing cements. Патент США US 5,262,166, November 16, 1993

35 Формула изобретения

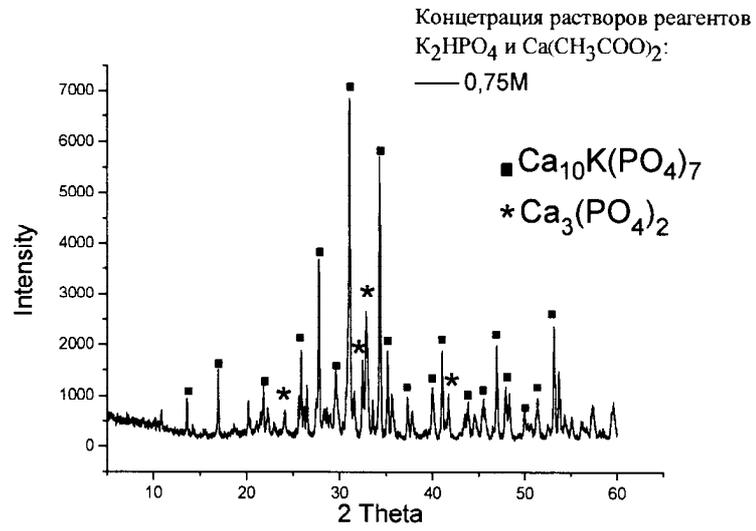
1. Способ получения керамического композиционного биodeградируемого материала на основе двойного фосфата калия кальция, включающий подготовку исходного порошка, содержащего фосфат кальция с соотношением Ca/P=1 и соль

40 калия, формование и обжиг, отличающийся тем, что подготовку исходного порошка проводят взаимодействием водных растворов ацетата кальция и гидрофосфата калия.

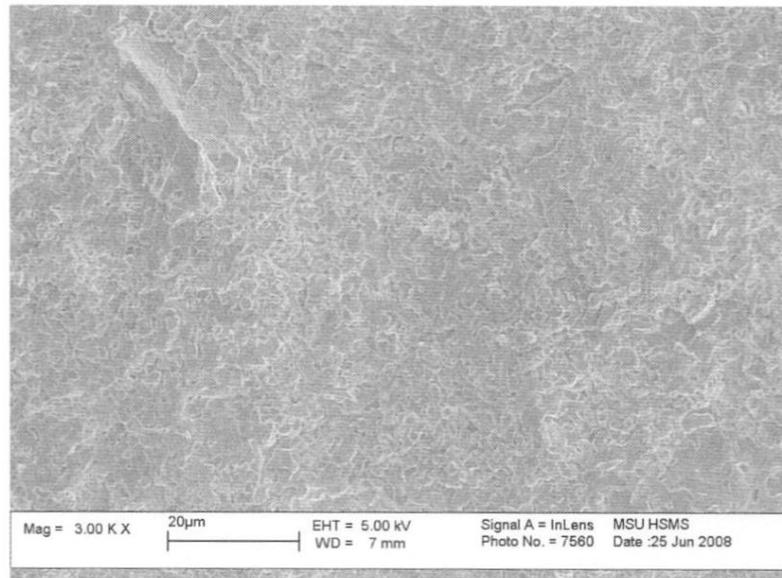
2. Способ по п.1, отличающийся тем, что при взаимодействии используют водные растворы ацетата кальция и гидрофосфата калия с концентрацией 0,6-0,8 М.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что взаимодействие водных растворов ацетата

45 кальция и гидрофосфата калия производят при pH 5,5-6,0.



Фиг. 1



Фиг. 2