

**Ф. Ф. Кадыров, С. А. Бахтеев, Р. А. Юсупов,  
М. Ф. Шаехов**

## **РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ АНАЛИЗА Ti (IV) В ВОДНЫХ СРЕДАХ И БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ МЕТОДОМ РФА**

*Ключевые слова: рентгенофлуоресцентный анализ, Ti(IV), вода.*

*Разработана методика анализа Ti (IV) и рассчитаны метрологические характеристики градуировочных функций для Ti (IV) ( $P = 0.95$ ,  $r = 3\%$ ) в диапазоне концентраций  $4.2 \cdot 10^{-6}$  -  $8.3 \cdot 10^{-5}$  моль/л. Данная методика использована для контроля процесса вымывания титана из имплантатов в ткани организма в процессе длительной эксплуатации.*

*Keywords: X-ray fluorescence analysis, Ti(IV), water.*

*The method for the analysis of Ti (IV) and calculated the metrological characteristics of the calibration functions for Ti (IV) ( $P = 0.95$ ,  $R = 3\%$ ). In the concentration range of  $4.2 \cdot 10^{-6}$  -  $8.3 \cdot 10^{-5}$  mol / l. This technique is used to control the process of leaching of titanium implants in the tissues of the body in the long run.*

### **Введение**

Эндопротезирование тазобедренного и коленного суставов получило широкое распространение в ортопедической хирургии. Оно входит в разряд самых сложных операций и занимает одно из первых мест по объему вмешательства, величине кровопотери и развитию общих и местных осложнений. Одной из основных и наиболее затратных проблем эндопротезирования крупных суставов с социально значимыми потерями являются инфекционные осложнения. Ранняя диагностика, выбор хирургической тактики, точная идентификация возбудителя и выбор эффективного антибиотика являются важными составляющими успешного лечения инфекции [1].

В настоящее время актуальность создания защитных биосовместимых и бактерицидных материалов в виде покрытий металлических имплантатов повышается, т.к. они угнетают болезнетворную микрофлору, предотвращают риск возникновения инфекции.

Изучение общих закономерностей процессов взаимодействия биологической ткани с материалом медицинских изделий показало, что все они протекают на поверхности изделия.

Разработанный в настоящей работе метод измерения концентрации ионов Ti (IV) в водных растворах необходим для измерения концентрации ионов Ti (IV), мигрировавших из опытных пластин с бактерицидным покрытием в водную вытяжку (физ. раствор). По этим данным будет построен градуировочный график.

### **Экспериментальная часть**

#### **Оборудование**

1. Автоматические микропипетки объемом 0,50-5,00 мл; 25-250 мкл; 0,5-10 мкл
2. Стаканы с меткой объемом 10,0 мл, 25,0 мл, 1000,0 мл.
3. Весы аналитические марки OHAUS Adventurer Pro AV264.

4. Рентгенофлуоресцентный спектрометр S2 PICOFOX.
5. Воронка

#### **Реактивы**

1. Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов титана (IV) (13К-1).
2. Дистиллированная вода (кафедра ТЛК)
3. Дистиллированная вода (кафедра АХСМК)

#### **Растворы**

1. Рабочий раствор 1000.0 мл  
( $1.00 \cdot 0,005 / 47.90 / 1000 = 1,05 \cdot 10^{-4}$  моль/л)

Методика подготовки образцов для проведения анализа на спектрометре S2 Picofox

1) В колбу объемом 1.000 л переносится содержимое реактива 1. Далее содержимое колбы разбавляется дистиллированной водой до метки. Получается рабочий раствор 1 Ti(IV) с концентрацией  $1,05 \cdot 10^{-4}$  моль/л.

2) В качестве внутреннего стандарта для определения концентрации ионов Ti (IV) использован раствор Mn(II). Готовится раствор внутреннего стандарта Mn(II) путем растворения 0,0305 г  $MnSO_4 \cdot 3H_2O$  в медицинской склянке до метки 200 мл. 250 мкл этого раствора будет в дальнейшем добавляться в мерную колбу 10,0 мл при приготовлении градуировочных растворов.

Точная концентрация Mn(II) большого значения не имеет, т. к. при смешивании с раствором Ti(IV) его концентрация будет постоянной.

3) Далее автоматической пипеткой отбираются пробы из рабочего раствора в мерную колбу на 10.0 мл и до метки добавляется дистиллированная вода (см. таблицу 1).

С помощью автоматической микропипетки последовательно отбирается 2.0 мкл раствора, начиная с максимальной концентрации, и помещается на диск из кварцевого стекла (диски из акрилового полимера плохо очищаются после

проведения анализа). Далее капля высушивается с помощью теплого воздушного потока. Методика высушивания изложена в работе [2]. После этого высушенная капля анализируется на рентгенофлуоресцентном спектрометре. Время измерения каждого образца составляет 300 с. Параметры рентгеновской трубки: 50 кВ, 600 мкА. рентгеновская трубка с анодом из молибдена.

**Таблица 1 – Приготовление растворов Ti(IV) в мерной колбе на 10.0 мл. Диапазон 1 (4.0 – 20.0\*10<sup>-3</sup> моль/л)**

Код раствора	Аликвота рабочего раствора 1 Ti(IV), мл	Концентрация Ti(IV), моль/л	Концентрация Ti(IV), г/л	Сигнал Ti(IV), имп/с	Приведенный сигнал Ti(IV)
1.1	2.00	2.09*10 <sup>-5</sup>	1*10 <sup>-3</sup>	6309	2822
1.2	4.00	4.17*10 <sup>-5</sup>	2*10 <sup>-3</sup>	4966	4712
1.3	6.00 (3.00+3.00)	6.2*10 <sup>-5</sup>	3*10 <sup>-3</sup>	5030	6354
1.4	8.00 (4.00+4.00)	8.3*10 <sup>-5</sup>	4*10 <sup>-3</sup>	7736	11168
1.5	Дистиллят (кафедра ТЛК)	0	0		
1.6	Дистиллят (кафедра АХСМК)	0	0		

**Таблица 2 – Приготовление растворов Ti(IV) в мерной колбе на 10.0 мл из рабочего раствора 2 (рабочий раствор 2 готовится путем разбавления дистиллированной водой до метки 2.5 мл рабочего раствора 1 в мерной колбе на 25.0 мл). Диапазон 2 (4.0 – 20.0\*10<sup>-4</sup> моль/л)**

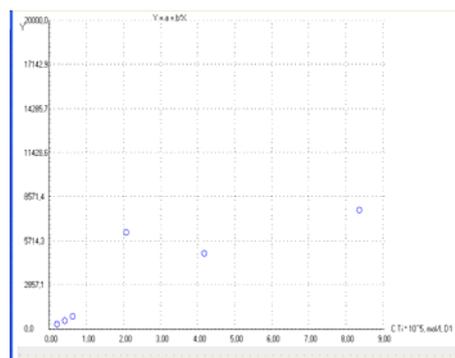
Код раствора	Аликвота рабочего раствора 2 Ti(IV), мл	Концентрация Ti(IV), моль/л	Концентрация Ti(IV), г/л	Сигнал Ti(IV), имп/с	Приведенный сигнал Ti(IV)
2.1	4.00	4.2*10 <sup>-6</sup>	0.2*10 <sup>-3</sup>	542	557
2.2	6.00 (3.00+3.00)	6.2*10 <sup>-6</sup>	0.3*10 <sup>-3</sup>	838	787
2.3	8.00 (4.00+4.00)	8.3*10 <sup>-6</sup>	0.4*10 <sup>-3</sup>	897	939

После этого берется аликвота градуировочного раствора 5,0 мл и смешивается с 10,0 мл аликвоты раствора внутреннего стандарта. С помощью автоматической пипетки отбирается 5.00 мкл этой смеси и наносится капля на кювету для РФА с внешней стороны [2].

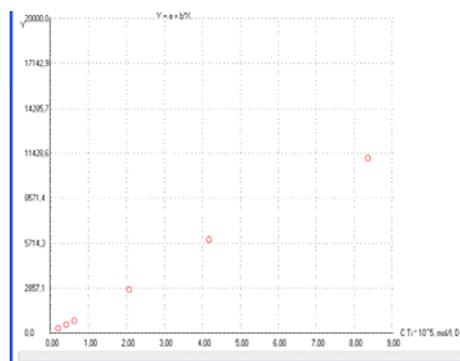
В таблице 2 представлены сигналы титана и марганца. По этим данным рассчитаны метрологические характеристики градуировочной функции представленные на рисунке 1.

**Таблица 2. Концентрации стандартных растворов Ti(IV) и сигналы титана и марганца**

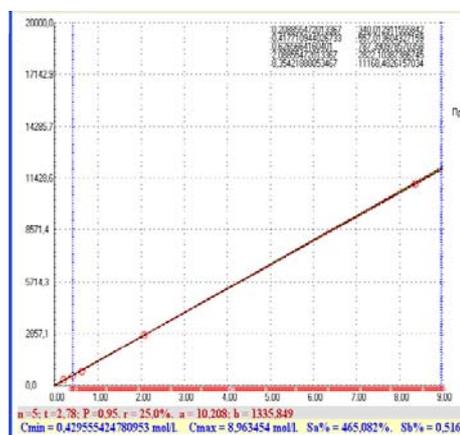
№	C(Ti(IV)), моль/л *10 <sup>-5</sup>	Сигнал Ti(IV), имп/сек	Сигнал Mn(II), имп/сек	Приведенный сигнал Ti(IV), имп/сек
1	2.09	6309	14017	2822
2	4.17	4966	5233	4712
3	6.2	5030	4963	6354
4	8.3	7736	4343	11168
5	0.42	542	6101	557
6	0.62	838	6673	787
7	0.83	897	5985	939



**Рис. 1 - Зависимость сигнала Ti(IV) от концентрации**



**Рис. 2 - Зависимость приведенного сигнала Ti(IV) от концентрации**



**Рис. 3 - Градуировочные характеристики приведенного сигнала Ti(IV) от концентрации**

## Заключение

Разработана методика анализа ионов титана(IV) в водных растворах в области концентраций  $Ti(IV) = 4.2 \cdot 10^{-6} - 8.3 \cdot 10^{-5}$  моль/л без предварительного концентрирования и разделения элементов.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках федеральной целевой программы «исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007 – 2013 годы» по госконтракту 16.552.11.7012.*

## Литература

1. Божкова С.А. Современные принципы диагностики и антибактериальной терапии инфекции протезированных суставов / С. Божкова // Травматология и ортопедия России.-2011.-№3.-С. 126.
2. Юсупов Р.А., Бахтеев С.А., Гатиятуллин И.Р. Методика выполнения измерений концентрации серебра в технологических водах предприятий // Вестник Казанского технологического университета. 2011. №19. С.306-308.

---

© **Ф. Ф. Кадыров** – асп. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ, kadyrovff@yandex.ru; **С. А. Бахтеев** – канд. хим. наук, асс. каф. аналитической химии, сертификации и менеджмента качества КНИТУ, said-bah@yandex.ru; **Р. А. Юсупов** – д-р хим. наук, проф. той же кафедры, yusupovraf@yandex.ru; **М. Ф. Шаехов** – д-р техн. наук, проф. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ.