

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*10⁻³ 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*10⁻⁵ 1*10⁻³ 6309 2822 1.2 4.00 4.17*10⁻⁵ 2*10⁻³ 4966 4712 1.3 6.00
 (3.00+3.00) 6.2*10⁻⁵ 3*10⁻³ 5030 6354 1.4 8.00 (4.00+4.00) 8.3*10⁻⁵ 4*10⁻³ 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*10⁻⁴ 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*10⁻⁶ 0.2*10⁻³ 542 557 2.2 6.00 (3.00+3.00) 6.2*10⁻⁶ 0.3*10⁻³ 838 787 2.3 8.00 (4.00+4.00) 8.3*10⁻⁶ 0.4*10⁻³ 897 939

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 № С(Ti(IV)), моль/л *10⁻⁵ 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*10⁻⁶ -8.3*10⁻⁵ моль/л без предварительного концентрирования и разделения элементов.