

Введение В современной травматологии и ортопедии эндопротезы и имплантаты изготавливаются из различных материалов и сплавов на их основе. Однако, несмотря на все многообразие материалов, несомненно, лидирующую позицию в производстве эндопротезов и имплантатов занимает чистый, или легированный другими металлами титан. В работах [1,2] изложена методика рентгенофлуоресцентного анализа Cr (VI) в водных растворах в области концентраций $2,1 \cdot 10^{-7}$ – $8,3 \cdot 10^{-5}$ моль/л. Несмотря на серьезную конкуренцию со стороны титана, свою нишу в производстве эндопротезов и имплантатов заняла нержавеющая сталь (12X18H9T), из которой изготавливают детали и комплектующие эндопротезов и имплантатов. Как и любое инородное тело, имплантат, выполненный из нержавеющей стали, подвержен биологической коррозии, продукты которой, находясь долгое время в организме, могут вызвать металлоз. Связи с этим, актуальным является проверка организма на ПДК тяжелых металлов. Разработанный в настоящей работе метод измерения концентрации ионов Cr (VI) в водных растворах необходим для измерения концентрации ионов Cr (VI), мигрировавших из опытных пластин из нержавеющей стали в водную вытяжку [3]. По данным эксперимента будет построен градуировочный график, позволяющий в дальнейшем определять концентрацию ионов Cr (VI) в биологических объектах. 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, 50 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 хрома (VI) (7К-1). 2. Дистиллированная вода (кафедра ПНТБМ) Растворы 1. Рабочий раствор 50.0 мл ($1.00 \cdot 0,005 / 52.0 / 0,05 = 2 \cdot 10^{-3}$ моль/л) Методика подготовки образцов для проведения анализа на спектрометре S2 Picofox 1. В колбу объемом 50 мл переносится содержимое реактива 1. Далее содержимое колбы разбавляется дистиллированной водой до метки. Получается рабочий раствор Cr (VI) с концентрацией $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л. Далее рабочий раствор разбавляется до концентрации $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л (рабочий раствор 1). 2. В качестве внутреннего стандарта для определения концентрации ионов Cr (VI) использован раствор KCl. Готовится раствор внутреннего стандарта KCl путем растворения 0,067 г KCl 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 KCl большого значения не имеет, т. к. при смешивании с раствором Cr (VI) 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 [4]. После этого высушенная капля анализируется на рентгенофлуоресцентном спектрометре. Время измерения каждого образца составляет 200 с. Параметры рентгеновской трубки: 50 кВ, 600 мкА.

рентгеновская трубка с анодом из молибдена. Таблица 1 - Приготовление растворов Cr (VI) в мерной колбе на 10.0 мл. Диапазон (0.2 - 1.6*10⁻⁵ моль/л) Код раст-вора Аликвота рабочего раствора 1 Cr (VI), мл Концентрация Cr (VI), моль/л Концентрация Cr (VI), г/л Сигнал Cr (VI), имп/с Приведенный сигнал Cr (VI) 1.1 1.00 2.0*10⁻⁵ 1*10⁻⁴ 5292 5164 1.2 1.50 3.0*10⁻⁵ 1.5*10⁻⁴ 13003 12229 1.3 2.00 4.0*10⁻⁵ 2.0*10⁻⁴ 12729 13192 1.4 2.50 5.0*10⁻⁵ 2.5*10⁻⁴ 13154 17990 1.5 4.00 8.0*10⁻⁵ 4.0*10⁻⁴ 23972 27594 1.6 6.00 (3.00+3.00) 12.0*10⁻⁵ 6.0*10⁻⁴ 33897 40047 1.7 8.00 (4.00+4.00) 16.0*10⁻⁵ 8.0*10⁻⁴ 68260 47579 1.8 Дистиллят (кафедра ПНТБМ) 0 0 200 Для нормировки градуировочного графика используется приведенный сигнал. Он представляется в следующем виде: NetCr (VI) прив.= Net Cr (VI) реал.* Net K (I) ср./ Net K (I) реал. В таблице 2 представлены сигналы хрома и калия. Таблица 2 Концентрации стандартных растворов Cr (VI) и сигналы хрома и калия № C(Cr(VI)), моль/л *10⁻⁵ Сигнал Cr (VI), имп/сек Сигнал K(I), имп/сек Приведенный Сигнал Cr (VI), имп/сек 1 2.0 5292 51235 5164 2 3.0 13003 53164 12229 3 4.0 12729 48245 13192 4 5.0 13154 36560 17990 5 8.0 23972 43437 27594 6 12.0 33897 42322 40047 7 16.0 68260 71733 47579 По этим данным рассчитаны метрологические характеристики градуировочной функции представленные на рисунке 1. Рис. 1 Зависимость сигнала Cr (VI) от концентрации Рис. 2 Зависимость приведенного сигнала Cr (VI) от концентрации Рис. 3 Градуировочные характеристики приведенного сигнала Cr (VI) Заключение Разработана методика анализа ионов Cr (VI) в водных растворах в области концентраций Cr (VI) = 1.6*10⁻⁴ -2.0*10⁻⁵ моль/л без предварительного концентрирования и разделения элементов.