

电位滴定法测定动物疫苗佐剂中的皂化值含量

一、前言

佐剂是疫苗的一种添加剂，是能够非特异性地改变或增强机体对抗原的特异性免疫应答、发挥辅助作用的一类物质。近年来为适应新型疫苗的需求，佐剂已经从传统、单一的形式向新型、多元化形式发展，理想的佐剂不仅能够增强免疫反应，而且能使机体获得最佳的保护性免疫。为保证佐剂的品质，需要检测其想用的指标，本实验参照《T/CVDA 复合矿物油动物疫苗佐剂》使用 T960 全自动滴定仪对佐剂中皂化值含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，PH 复合电极，分析天平，恒温水浴锅等

2.2、试剂

乙醇溶液，0.5mol/L 氢氧化钾-乙醇溶液液，0.5mol/L 的盐酸滴定液

三、实验方法

3.1、试剂配置：

按照国标 GB/T 601 中**氢氧化钾乙醇溶液**的配置方法，量取 35mL 原液于 1000mL 容量瓶，用无水乙醇滴定至稀释至 1000mL 刻度线，放置 2 天，吸取上清液备用。

同样按照 **GB/T 601 配置** 0.5mol/L 的盐酸溶液，量取 45mL 浓盐酸于 1000mL 容量瓶中，并用去离子水稀释至 1000mL 刻度线。并按照国标 **GB/T 601 中规定**，标定两个反应液的浓度。

3.2、样品的制备及测试：

准确称取待测试样 2.5g，置于 250mL 锥形瓶中，用 25mL 移液管准确加入 25mL 配置好的氢氧化钾-乙醇溶液，加热回流 30min，回流完成，加入 10mL 无水乙醇冲洗冷凝管的内壁，放置等待测试。

加制备完成的待测试样转移至滴定杯，将电极浸入溶液中，开启搅拌，搅拌均匀后，启动编辑好的方法，点击开始滴定，用标定的盐酸标准溶液滴定样品，滴定至电位突跃终点，记下终点体积。同时做空白试验。

3.3、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.01mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	5s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
结束体积：	20mL	预滴定添加体积：	8
突跃量：	200	搅拌速度：	10
预控 mv 值：	无	滴定前平衡电位：	6mv

四、结果与讨论

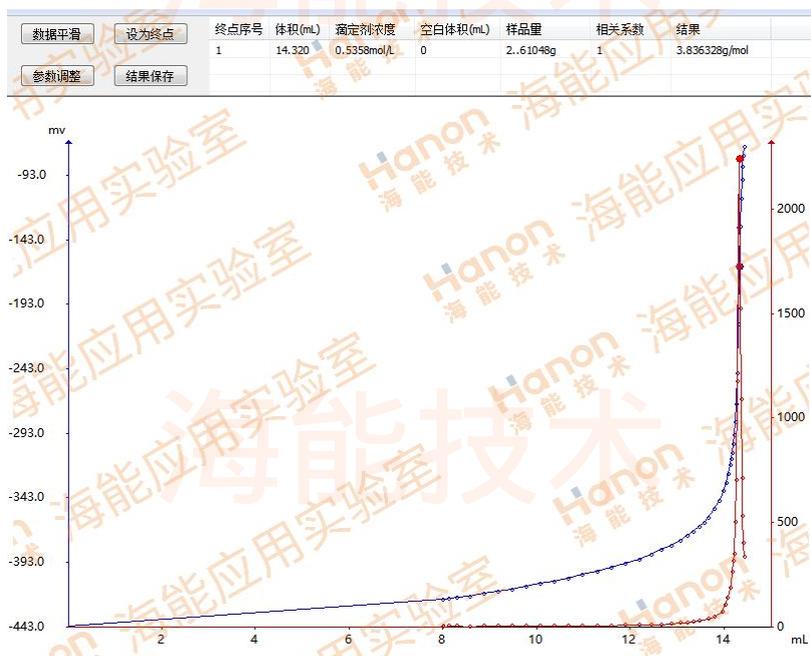
4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 皂化值含量测试结果

样品名称	样品质量/g	c(HCl)/mol/L	滴定体积/mL	皂化值/mg/g	平均值	RSD/%
空白	/	0.5386	16.081	/	15.9998	0.503
	/		15.998	/		
	/		15.920	/		
20220101	2.79938		14.094	19.078	19.052	0.28
	2.21963		14.495	18.991		
	2.23185		14.481	19.088		
20211201	2.61048		14.320	18.048	18.211	0.89
	2.67040		14.266	18.212		
	2.61045		14.290	18.372		

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本次测试的酸值的含量 $<20\%$ 、RSD 值为 0.28%和 0.89%，结果平行性良好。

参考文献：

- [1] T/CVDA 复合矿物油动物疫苗佐剂[S].