

电位滴定法测定疫苗佐剂羟值

一、前言

佐剂是疫苗的一种添加剂，当它先于抗原或与抗原混合注入机体后，能够增强机体对抗原的免疫应答或者改变免疫反应的类型，属于非特异性的免疫增强剂。随着现代生物技术和基因工程技术的迅速发展，针对不同疾病已开展了各种新型基因工程疫苗的研制，佐剂尤其是新型免疫佐剂的研究就显得尤为迫切。

在标准 T/CVDA02《复合矿物油动物疫苗佐剂》中，对于佐剂的质量检测中有明确规定测定羟值含量，本方法参考其中的检测方法制定了运用电位滴定检测的方法。该方法检测方便，减少了人为判断指示剂颜色对结果的误差影响，增加了检测精确度，并且提高了检测效率，解放操作员的双手。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，PH 复合电极，水浴锅，分析天平等。

2.2、试剂

酰化试剂（取对甲苯磺酸 14.4g，置干燥的 500ml 具塞锥形瓶中，加醋酸乙酯 360ml，振摇使溶解，缓缓加入醋酐 120ml 摇匀，密塞，放置 3 日后备用），吡啶-水（3：5），氢氧化钾标准滴定液（1mol/L）。

三、实验方法

3.1、样品检测

准确称取 2g 左右样品，置于滴定杯中，加入 5mL 酰化试剂，封口膜密封，轻轻摇动至溶解。置于 50℃ 水浴加热 25min，放冷，加吡啶-水（3：5）20mL，5 分钟后用氢氧化钾标准滴定液（1mol/L），以 PH 复合电极为工作电极，在 T960 上进行滴定至终点。同时做空白实验。

设定滴定仪参数如表 1 所示：

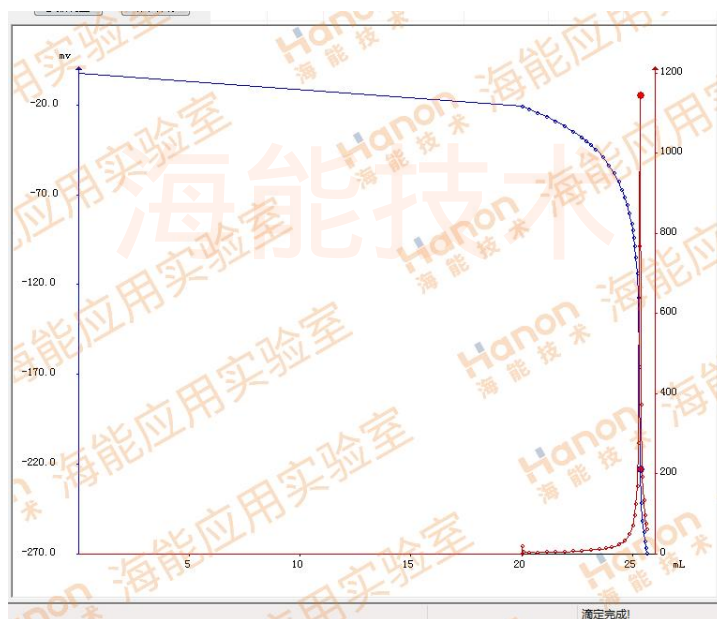
表 1 滴定参数设置

滴定模式：	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	60s

电极平衡电位:	1mv	滴定速度:	标准
结束体积:	10mL	相关系数:	12.69
电位突跃量:	200	补液速度:	5
搅拌速度:	7	滴定前平衡电位:	10mv

3.2、
图谱

测试
示例



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示:

表 2 测试结果

样品批号	样品序号	样品质量 /g	滴定液浓度 (氢氧化钾) /(mol/L)	滴定体 积/mL	羟值(mg/g)	平均值
20211201	空白	/	1.01838	26.225	/	/
	1	2.01652		25.475	21.249	23.301
	2	2.01019		25.386	23.802	
	3	2.01160		25.350	24.851	
20220101	1	2.02788		25.365	24.229	24.335
	2	2.09250		25.326	24.545	
	3	2.03595		25.361	24.231	

4.2、结论

本次测定的动物疫苗佐剂的羟值均小于参考标准要求中的 25 (mg/g)，测试结果重复性良好，满足检测要求。

参考文献

[1] T/CVDA02 复合矿物油动物疫苗佐剂[S].