

赵德清, 邓永, 郭林青, 等. 酶电极法快速测定加热卷烟中的甘油含量[J]. 中国烟草学报, 2020, 26 (6). ZHAO Deqing, DENG Yong, GUO Linqing, et al. Rapid determination of glycerol in HTP cigarette with enzyme electrode method [J]. Acta Tabacaria Sinica, 2020, 26 (6). doi: 10.16472/j.chinatobacco.2020.T0051

酶电极法快速测定加热卷烟中的甘油含量

赵德清^{1,2}, 邓永², 郭林青¹, 史健阳², 王帅鹏¹, 梁坤¹, 韩咚林¹, 黄玉川²

1 四川中烟工业有限责任公司, 新型烟草研发中心, 成都市锦江区成龙大道一段56号 610066;

2 四川三联新材料有限公司, 新型烟草事业部, 成都市锦江区成龙大道一段56号 610066

摘要: 【目的】快速准确测定加热卷烟中的甘油含量。【方法】建立了基于生物传感器的酶电极分析法, 检测结果与气相色谱法进行了对比分析, 对加热卷烟抽吸过程甘油的转移率进行测定。【结果】结果表明: (1) 酶电极法测定甘油的标准工作曲线线性关系良好 ($R^2=0.9998$), 检出限和定量限分别为 0.045 mg/mL、0.149 mg/mL, 加标回收率为 97.64%~102.32%, RSD 为 2.15% (n=6), 重复性良好。(2) 酶电极法与气相色谱法两种分析方法的测定结果之间的差异无统计学意义。(3) 加热卷烟抽吸过程中甘油的转移率为 33%~41%。【结论】与气相色谱法相比, 酶电极法具有酶专一性高、稳定性好、检测快速灵敏等特点, 适合于加热卷烟及加热卷烟用烟芯材料中甘油含量的快速检测。

关键词: 酶电极法; 加热卷烟; 甘油; 生物传感器

在新型烟草制品领域, 加热卷烟已经成为全球烟草行业未来最具发展潜力的研究热点^[1]。传统卷烟的烟气气溶胶是通过燃烧产生的, 加热卷烟的气溶胶是在 300℃左右的加热温度下通过发烟剂雾化产生的, 甘油是加热卷烟气溶胶中的主要组分, 也是加热卷烟所用烟芯材料的主要发烟剂成分。甘油含量的大小及其稳定性显著影响加热卷烟的感官质量以及烟芯材料的质量稳定性, 因此, 快速检测加热卷烟或加热卷烟用烟芯材料中的甘油含量, 是加热卷烟研究领域的一项基本需求。

烟草及烟草制品中甘油的检测方法主要有气相色谱法^[2-7]、高效液相色谱法^[8-9]、气相色谱-质谱联用法^[10-11]、拉曼光谱法^[12]等。发酵领域发酵液中甘油含量的测定方法有高碘酸氧化法^[13-14]、分光光度法^[15]、甘油激酶法^[16]等。这些方法样品前处理操作步骤比较繁琐, 较为快速的甘油检测试剂盒成本较高。酶电极分析法是利用酶固定化技术将酶蛋白分子制成固定化酶膜, 再与电化学基础电极相结合, 构成酶电

极生物传感器用于特异性底物分析的一项生物技术。该方法具有专一性高、稳定性好、检测快速灵敏等特点。酶电极法在食品、发酵、医学等领域得到了较为广泛的应用^[17-19], 目前在烟草行业尚未见报道。本文建立了一种基于生物传感器的酶电极分析法, 可实现加热卷烟中甘油含量的快速准确检测, 旨在为加热卷烟及加热卷烟用烟芯材料中甘油含量的调控提供基础检测方法。

1 材料与方法

1.1 材料、仪器与试剂

材料: 所选加热卷烟样品基本涵盖了国内外主流加热卷烟品牌, 主要包括四种: (1) 菲莫公司 IQOS 加热卷烟 Marlboro HeatSticks 系列和 Heets 系列; (2) 英美烟草公司 Glo 系列; (3) 韩国 KT&G 公司 lil 系列; (4) 四川中烟自制加热卷烟产品“宽窄 EVO”系列, 共计 22 个样品, 具体样品信息见表 1。

基金项目: 四川省科技厅重点项目“低温产香材料的研究与应用”(2018GZ0546)

作者简介: 赵德清(1973—), 博士, 高级工程师, 主要从事加热卷烟产品研发, Email: dqzdzq2013@qq.com

通讯简介: 邓永(1969—), 高级工程师, 主要从事新型烟草制品研究, Email: kkbddy@vip.sina.com

收稿日期: 2020-05-28; **网络出版日期:** 2020-12-18

表 1 加热卷烟样品信息表
Tab. 1 Information of HTP cigarette samples

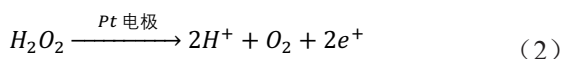
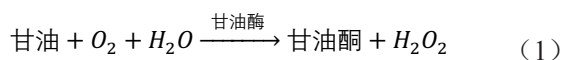
样品编号	样品名称	样品说明	样品编号	样品名称	样品说明
1#	Marlboro HeatStick	Regular	12#	HEETS	Purple Label
2#	GLO	KENT	13#	HEETS	Yellow Label
3#	Lil	Fiit Change Up	14#	Kuanzhai	EVO-A
4#	HEETS	Amber Label	15#	Kuanzhai	EVO-B
5#	HEETS	Bronze Label	16#	Kuanzhai	EVO-C
6#	Marlboro HeatStick	purple menthol	17#	Kuanzhai	EVO-D
7#	Marlboro HeatStick	Balanced Regular	18#	Marlboro HeatStick	Mint
8#	Marlboro HeatStick	Smooth Regular	19#	HEETS	From Marlboro
9#	Marlboro HeatStick	Yellow Menthol	20#	HEETS	Summer Breeze
10#	HEETS	Silver Selection	21#	Kuanzhai	EVO-E
11#	HEETS	Purple Wave	22#	Kuanzhai	EVO-F

仪器与试剂: M-100 型生物传感器分析仪(深圳西尔曼科技有限公司); PerkinElmer Clarus 500 气相色谱仪(美国 PE 公司, 配备 FID 氢火焰检测器和氢气发生器); SM450 直线型吸烟机(英国 Cerulean 公司); HY-8 型调速震荡仪(昆山超声波清洗有限公司); 分析天平 AG104 (0.1 mg, 瑞士梅特勒托利公司); 0.45 μm 有机相滤膜(上海迅同机械有限公司)。甘油标准液(1.0 g/L)、甘油酶膜、缓冲剂由深圳西尔曼科技有限公司提供, 甘油、1,4- 丁二醇、甲醇均为色谱纯, 由国药集团化学试剂有限公司提供。

1.2 实验方法

1.2.1 酶电极法的测试原理

酶电极法的测试原理是甘油通过醋酸纤维素层到达固定化甘油酶膜层, 在甘油酶膜的催化作用下发生酶解反应迅速产生 H_2O_2 , H_2O_2 通过氧化还原反应产生电流, 在一定的浓度范围内, 甘油浓度与电流信号呈线性关系, 通过电极响应的电压差与甘油浓度之间的线性关系测定甘油浓度。



1.2.2 标准曲线的绘制

用超纯水将甘油标准液(1.0 g/L)稀释配制成 6 级甘油标准液, 浓度分别为 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 g/L, 用 M-100 型生物传感分析仪测试甘油

标准液的浓度, 记录初始电压值和终点电压值, 考察甘油标准液浓度测定值和对应电压差之间的线性关系。

1.2.3 测定方法

称取 0.6~0.8 g 加热卷烟烟芯材料样品, 精确至 0.1 mg, 置于 250 mL 锥形瓶中, 精确加入 200 mL 萃取溶剂(萃取液中甘油浓度应不超过 1.0 g/L), 具塞震荡萃取一定时间, 静置萃取液 10 min 后进行上机测定。M-100 型生物传感器分析仪自动进样、直接读取数据, 3 次测量取平均值作为萃取液的甘油浓度, 样品中甘油含量以质量分数 W 计, 数值以 % 表示, 按式(3)进行计算:

$$W = \frac{c \times V \times 100}{m \times (1 - w_0) \times 1000} \quad (3)$$

式中: W—为样品中甘油含量, 单位为 %;

c—萃取液中甘油的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V—萃取液的体积, 单位为毫升(mL);

m—试样的质量, 单位为克(g);

w_0 为试样水分的质量分数, %。

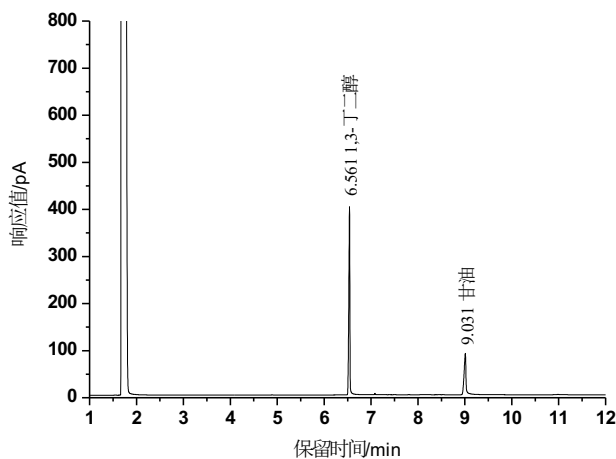
结果以两次平行测定结果的平均值表示, 精确至 0.01%。

1.2.4 气相色谱法对比实验

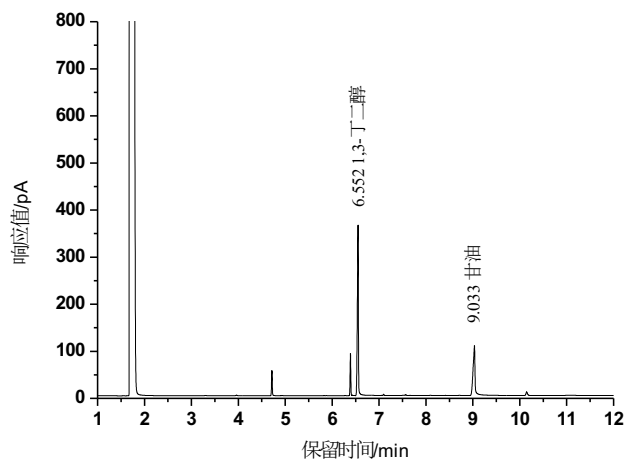
以 1,4- 丁二醇为内标, 甲醇为溶剂, 配制内标浓度为 5 mg/mL 的萃取剂。配制 6 级甘油标准溶液, 浓度分别为 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mg/mL,

对标准溶液进行色谱测定, 绘制甘油浓度与峰面积比的标准曲线。对待测样品萃取液进行色谱测定, 由回归方程计算得到样品的甘油含量。作为举例, 甘油标准样品 (4.0 mg/mL) 的 GC 色谱图见图 1(a), 加热卷烟样品 (6#) 中甘油的 GC 色谱图见图 1(b)。

色谱柱: HP-INNOWAX 毛细管柱 (30 m×0.250 mm, 0.25 μm); 程序升温: 初温 100 °C (保持 1 min), 以 15 °C/min 速率升至 220 °C, 保持 5 min; 进样口温度 250 °C; FID 检测器温度 275 °C; 载气为氦气, 流量为 1.5 mL/min, 恒流模式; 空气流量 450 mL/min; 氢气 30 mL/min; 尾吹起氦气 25 mL/min; 进样量 1 μL, 分流比 30:1。



(a) 甘油标准溶液 (4.0 mg/mL) GC 色谱图



(b) 加热卷烟样品中甘油的 GC 色谱图

图 1 甘油标准溶液和加热卷烟样品中甘油的 GC 色谱图

Fig. 1 GC chromatogram of glycerol standard solution (a) and HTP samples (b)

1.2.5 加热卷烟抽吸实验

为测定加热卷烟中甘油的转移率, 选取 5 种加热卷烟进行抽吸实验。采用 5 通道直线型吸烟机进行抽吸, 抽吸曲线为钟型, 抽吸容量为 (55±0.3) mL, 单口抽吸时间 2 s, 抽吸间隔 10 s, 每支卷烟抽吸 12 口, 抽吸完后收集烟芯材料的残渣, 按照 1.2.3 所示方法进行酶电极法测定甘油含量。甘油转移率按公式 (4) 进行计算:

$$R = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100\% \quad (4)$$

式中: R 为甘油的转移率, 单位为 %; M_0 为加热卷烟抽吸前甘油含量, 单位为 mg/支; M_1 为加热卷烟抽吸后残渣中甘油含量, 单位为 mg/支。

2 结果与讨论

2.1 萃取剂的选择

烟草及烟草制品中甘油的测定常用的萃取剂有水、甲醇、异丙醇等, 高效液相色谱法一般采用水作为萃取剂^[8-9], 气相色谱法多采用甲醇作为萃取剂^[2-7], 也有一些文献采用异丙醇作为甘油的萃取剂^[3]。本实验考察了水、甲醇、异丙醇 3 种萃取剂对加热卷烟中甘油的萃取效果 (表 2), 结果表明, 同一试样以甲醇作为萃取剂时甘油含量测定结果最高, 为 16.49%, 其次是水, 最低的是异丙醇。以甲醇的萃取率作为基准, 水的萃取率为甲醇的 86%, 异丙醇的萃取率只有甲醇的 56%, 因此选择甲醇作为萃取剂。

表 2 不同萃取剂测得的加热卷烟试样甘油含量

Tab. 2 Contents of glycerol in HTP cigarettes using different extractants %

萃取剂	平行测定 1	平行测定 2	平行测定 3	平均值
水	14.56	13.97	14.44	14.32
甲醇	16.64	16.25	16.58	16.49
异丙醇	9.11	9.34	9.62	9.36

注: 加热卷烟试样为 1# 样品 (Marlboro HeatStick Regular), 萃取时间为 2 h。

2.2 萃取时间的优化

分别以水和甲醇作为萃取剂, 考察了不同萃取时间对甘油测定结果的影响。结果表明 (表 3), 随着萃取时间的延长, 甘油的测定结果并没有出现显著增加, 在萃取时间达到 1 h 时甘油萃取率基本达到顶点, 无论以水还是甲醇作为萃取剂, 在 1 h 时甘油测定结果基本趋于稳定, 所以选取萃取时间为 1 h。

表 3 不同萃取时间测得的甘油含量

Tab. 3 Contents of glycerol in HTP cigarettes with different extraction time %

萃取剂	0.5 h	1.0 h	1.5 h	2.0 h	2.5 h	3.0 h
水	13.57	14.36	14.27	14.35	14.25	14.39
甲醇	16.20	16.58	16.52	16.56	16.63	16.57

注：加热卷烟试样为 1# 样品（Marlboro HeatStick Regular）。

2.3 标准曲线、检出限和定量限

以 6 级甘油标准液进行酶电极法测定，记录甘油浓度检测值、初始电压值、终点电压值和电压差，结果见表 4 所示。以电压差 (y) 对甘油浓度 (x) 做线性回归分析，建立酶电极法的标准工作曲线（图 2），得到线性方程为 $y = 531.02x + 0.7223$ ，确定系数 R^2 为 0.9998，表明酶电极法的甘油标准工作曲线线性良好。将最低浓度的甘油标准液（0.1 mg/mL）重复测定 10 次，以 3 倍和 10 倍标准偏差确定方法的检出限和定量限，得到酶电极法甘油的检出限为 0.045 mg/mL，定量限为 0.149 mg/mL。

表 4 不同浓度梯度甘油标准液的检测结果

Tab. 4 Test result of glycerol standard solution with different concentration gradient

甘油标准液 / (mg/mL)	实测值 / (mg/mL)	初始电压值 /mV	终点电压值 / mV	电压差 / mV
0.10	0.08	757.0	797.3	40.3
0.20	0.18	732.6	828.4	95.8
0.40	0.36	734.4	929.1	194.7
0.60	0.58	744.2	1056.1	311.9
0.80	0.78	745.4	1159.9	414.5
1.00	1.01	744.2	1284.4	540.2

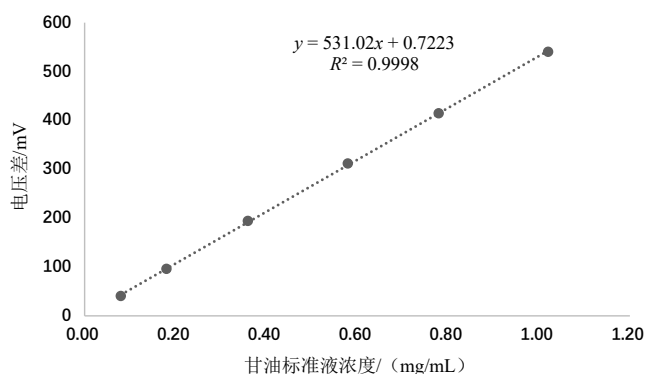


图 2 酶电极法甘油标准曲线

Fig. 2 Standard curve of glycerol with enzyme electrode method

2.4 方法的回收率与精密度

选取 3 个加热卷烟样品 2#、3#、4#，分别以低、中、高 3 个梯度水平添加甘油标准品进行方法的加标回收实验。结果表明（表 5），3 个样品的加标回收率范围为 97.64%~102.32%，可见酶电极法测定甘油的正确度较高，满足样品测试要求。选取 1 个加热卷烟样品（5#），进行 6 个平行样测定，检测结果的 $RSD=2.15\%$ ($n=6$)（表 6），表明该方法的重复性较好，精密度较高。

表 5 酶电极法的加标回收率试验结果

Tab. 5 Spiked recoveries of enzyme electrode method

加标样品	样品本底值 /mg	加标量 /mg	测定值 /mg	回收率 /%
样品 2#	32.72	10.03	42.52	97.71
		40.05	40.98	102.32
		80.42	81.32	101.12
样品 3#	48.45	10.18	58.39	97.64
		40.22	39.87	99.13
		81.33	80.96	99.55
样品 4#	96.23	10.16	106.56	101.67
		40.09	40.83	101.85
		82.32	80.61	97.92

表 6 酶电极法的重复性试验结果

Tab. 6 Repeatability test results of enzyme electrode method %

试样 编号	测定 1	测定 2	测定 3	测定 4	测定 5	测定 6	平均 值	RSD
5#	16.33	16.95	16.83	16.55	17.11	17.32	16.85	2.15

2.5 方法的准确性

为验证方法的准确性，选取有代表性的 12 个加热卷烟样品，其中 6#~9# 为 Marlboro HeatSticks 系列，10#~13# 为 Heets 系列，14#~17# 为四川中烟“宽窄”系列，分别采用酶电极法和行业标准方法气相色谱法^[5]进行甘油含量测试，采用配对样本 t 检验法对检测结果进行统计学检验，并且对两种方法的线性相关性进行分析，结果见表 7、表 8 和图 3 所示。从表 7 可以看出，酶电极法与气相色谱法的检测结果一致性较好。从图 3 可以看出，两种方法检测结果的线性关系良好，线性方程为 $y=0.8553x+0.0267$ ，决定系数 $R^2=0.9807$ 。从表 8 可以看出，12 个样品

两配对样本 t 检验的双尾概率 P 值为 $0.202 > 0.05$, 95% 置信区间的差分下限和上限分别为 -0.3363 和 -0.0798 , 说明两种分析方法的检测结果一致, 二者之间不存在显著差异。

表 7 12 个加热卷烟样品中甘油含量测试结果

Tab. 7 Testing results of glycerol content in twelve HTP samples

样品 编号	酶电极法 /%			气相色谱法 /%		
	平行 1	平行 2	平均值	平行 1	平行 2	平均值
6#	16.11	16.08	16.09	16.54	16.13	16.33
7#	15.76	16.20	15.98	16.65	16.25	16.45
8#	15.91	15.84	15.87	15.97	15.69	15.83
9#	16.22	15.90	16.06	16.76	16.33	16.55
10#	16.38	16.54	16.46	16.29	16.95	16.62
11#	16.44	16.12	16.28	16.56	16.92	16.74
12#	17.32	16.88	17.10	17.16	17.26	17.21
13#	17.38	17.70	17.54	17.74	18.20	17.97
14#	19.64	19.52	19.58	19.38	19.20	19.29
15#	20.12	20.48	20.30	19.73	20.09	19.91
16#	18.98	18.66	18.82	19.32	18.82	19.07
17#	20.12	20.44	20.28	19.87	19.99	19.93

表 8 12 个加热卷烟样品的两配对样本 t 检验结果

Tab.8 Paired samples T test results of twelve HTP samples

差分 均值	差分标 准差	均值的 标准误 差	差分的 95% 置信区间		自由度	两配对样 本 t 检验 P 值
			下限	上限		
-0.1282	0.3275	0.0945	-0.3363	0.0798	11	0.202

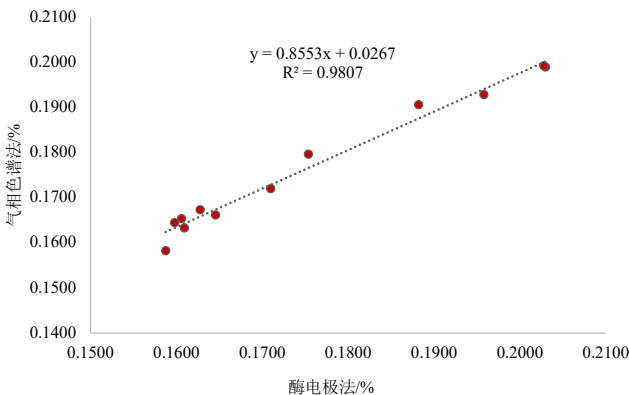


图 3 酶电极法与气相色谱法检测结果之间的线性关系

Fig. 3 Linear relationship between detection results of enzyme electrode method and gas chromatography

2.6 方法的应用

加热卷烟中的甘油 (VG) 在加热抽吸过程中会部分转移至烟气气溶胶中, 利用酶电极法对加热卷烟抽吸前烟芯材料、抽吸后烟芯材料残渣中的甘油含量进行测定, 计算得到甘油的转移率, 结果见表 9 所示。从表 9 中可以看出, 18#~20# 样品对应的 IQOS 加热卷烟 Marlboro 和 HEETS 系列, 其甘油转移率范围为 36%~41%, 而 21#、22# 样品对应的“宽窄 EVO”系列, 其甘油转移率范围为 33%~34%。

表 9 加热卷烟甘油转移率测定结果

Tab. 9 Transfer rates of glycerol of HTP cigarettes

试样编号	初始 VG/ (mg/ 支)	残渣 VG/ (mg/ 支)	转移 VG/ (mg/ 支)	VG 转移率 /%
18#	46.10	29.34	16.76	36.35
19#	51.31	30.21	21.10	41.13
20#	48.10	28.66	19.44	40.41
21#	37.14	24.63	12.51	33.67
22#	48.40	31.70	16.70	34.50

3 结论

建立了一种利用甘油酶电极生物传感器原理快速测定加热卷烟中甘油含量的方法, 以甲醇作为萃取剂, 振荡萃取 1 h, 通过酶电极法测得的加热卷烟甘油含量与气相色谱法具有较好的一致性, 二者之间呈显著线性相关关系, 配对样本 t 检验结果显示两种方法测定结果的差异无统计学意义。该方法的回收率、精密度和准确性均较好。与气相色谱法相比, 酶电极法具有酶专一性高、稳定性好、检测快速灵敏等特点, 适合加热卷烟中甘油含量的快速检测。

参考文献

[1] 陈超英. 变革与挑战: 新型烟草制品发展展望 [J]. 中国烟草学报, 2017,23(3):14-18.
CHEN Chaoying. Change and challenge: outlook for development of new tobacco products[J]. Acta Tabacaria Sinica, 2017, 23(3):14-18.

[2] 王维维, 张丽, 阮艺斌, 等. 气相色谱法同时测定烟草中水分及 1,2- 丙二醇与丙三醇的含量 [J]. 贵州农业科学, 2018, 46(3):39-43.
WANG Weiwei, ZHANG Li, RUAN Yibin, et al. Simultaneous determination of moisture, 1,2-propylene glycol and glycerol content in tobacco by gas chromatography[J]. Guizhou Agricultural Sciences, 2018, 46(3):39-43.

[3] 赵光飞, 刘静, 屠彦刚, 等. 气相色谱法同时检测加热不燃烧卷烟烟芯中的 1,2- 丙二醇、烟碱与甘油含量 [J]. 中国测试, 2019, 45(3):69-74.

- ZHAO Guangfei, LIU Jing, TU Yangang, et al. Simultaneous determination of 1,2-propylene glycol, nicotine and glycerol in heat-not-burn cigarette core material by gas chromatography method[J]. *China Measurement & Test*, 2019, 45(3):69-74.
- [4] 王康, 柳均, 肖少红. 等. GC-TCD 法同时检测加热不燃烧卷烟气溶胶水分, 及烟碱、丙三醇、1,2-丙二醇、三乙酸甘油酯和薄荷醇的释放量[J]. *烟草科技*, 2019, 52(3):63-68.
- WANG Kang, LIU Jun, XIAO Shaohong, et al. Simultaneous determination of moisture content and deliveries of nicotine, glycerol, 1,2-propylene glycol, glycerol triacetate and menthol in aerosol from heat-not-burn tobacco products by GC-TCD method[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2019, 52(3):63-68.
- [5] 中华人民共和国烟草行业标准. 烟草及烟草制品 1,2-丙二醇、丙三醇的测定 气相色谱法 [S]. YC/T 243-2008. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- YC/T 243-2008, Tobacco and tobacco products determination of 1,2-propylene glycol and glycerol-gas chromatographic method[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.
- [6] 蔡君兰, 陈黎, 彭斌, 等. 气相色谱法同时测定电子烟烟液中的烟碱、1,2-丙二醇和丙三醇[J]. *中国烟草学报*, 2016, 22(5):1-9.
- CAI Junlan, CHEN Li, PENG Bin, et al. Simultaneous determination of nicotine, 1,2-propylene glycol and glycerol in e-liquids with gas chromatography method[J]. *Acta Tabacaria Sinica*, 2016, 22(5):1-9.
- [7] 温光和, 肯生叶, 李峰, 等. 加热不燃烧卷烟烟草材料中 1,2-丙二醇、丙三醇和烟碱的测定[J]. *中国烟草科学*, 2019, 40(4):69-75.
- WEN Guanghe, KEN Shengye, LI Feng, et al. Determination of 1,2-propylene Glycol, glycerol and nicotine of tobacco materials in heat-not-burn cigarettes[J]. *Chinese Tobacco Science*, 2019, 40(4):69-75.
- [8] 陈梅丽, 黄翼飞. 高效液相色谱法测定电子烟烟液中丙二醇和丙三醇的含量[J]. *理化检验 - 化学分册*, 2016, 52(1):83-85.
- CHEN Meili, HUANG Yifei. Determination of 1,2-propylene glycol and glycerol in e-liquids by high performance liquid chromatographic method[J]. *Phys Test Chem Anal(PART B: CHEM. ANAL.)*, 2016, 52(1):83-85.
- [9] 中华人民共和国烟草行业标准. 烟草及烟草制品 1,2-丙二醇、丙三醇和山梨醇的测定 高效液相色谱法 [S]. YC/T 244-2008. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- YC/T 244-2008. Tobacco and tobacco products-Determination of 1,2-propylene glycol, glycerol and sorbitol -high performance liquid chromatographic method[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.
- [10] 刘亚, 何靛, 王文元, 等. 气相色谱-质谱联用法同时测定烟草中的 1-丙醇、二甘醇、三甘醇、丙二醇和丙三醇[J]. *分析测试学报*, 2013, 32(9):1101-1105.
- LIU Ya, HE Liang, WANG Wenyuan, et al. Simultaneous determination of 1-propyl alcohol, diethylene glycol, propylene glycol, glycerol and triethylene glycol in tobacco by Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2013, 32(9):1101-1105.
- [11] 张杰, 李鹏, 孙世豪, 等. GC/MS 法同时检测无烟气烟草制品中的 1,2-丙二醇、丙三醇和三甘醇[J]. *烟草科技*, 2011(3):36-42.
- ZHANG Jie, LI Peng, SUN Shihao, et al. Simultaneous determination of 1, 2-propylene glycol, glycerol and triethylene glycol in smokeless tobacco products by gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2011(3):36-42.
- [12] 李霞, 温宝英, 卢昕博, 等. 拉曼光谱法快速测定电子烟烟液中的 1,2-丙二醇和丙三醇. *烟草科技*, 2017, 50(3): 52-56.
- LI Xia, WEN Baoying, LU Xinbo, et al. Rapid determination of 1,2-propylene glycol and glycerol in refill fluids for electronic cigarettes by Raman spectroscopy[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2017, 50(3):52-56.
- [13] 刘伟伟, 苏有勇, 张无敌, 等. 生物柴油中甘油含量测定方法的研究[J]. *可再生能源*, 2005, 121:14-17.
- LIU Weiwei, SU Youyong, ZHANG Wudi, et al. A study about analysis of glycerin content in biodiesel[J]. *Renewable Energy*, 2005, 121:14-17.
- [14] 郭萍梅, 黄庆德. 生物柴油中游离甘油和总甘油测定方法研究. *粮食与油脂*, 2003, (8):41-42.
- GUO Pingmei, HUANG Qingde. Study on analytical method of free glycerin and total glycerin in biodiesel[J]. *Cereals & Oils*, 2003, (8):41-42.
- [15] 孙婧. 脂肪乳中甘油测定方法的建立[J]. *中华临床营养杂志*, 2015, 23(3):176-178.
- SUN Jing. A method for determination of glycerin in fat emulsion[J]. *Chinese Journal of Clinical Nutrition*, 2015, 23(3):176-178.
- [16] 司洪宇, 王丙莲, 梁晓辉, 等. 酶电极法快速测定甘油含量的研究[J]. *中国生物工程杂志*, 2016, 36(12):79-85.
- SI Hongyu, WANG Binglian, LIANG Xiaohui, et al. Study of rapid determination for glycerol content by enzyme electrode[J]. *China Biotechnology*, 2016, 36(12):79-85.
- [17] 王丙莲, 马耀宏, 公维丽, 等. 一种快速测定发酵液中丙酮酸含量的简易方法[J]. *分析试验室*, 2018, 37(11):1303-1308.
- WANG Binglian, MA Yaohong, GONG Weili, et al. A simple method for rapid determination of pyruvic acid content in fermentation broth[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2018, 37(11):1303-1308.
- [18] 甄啸啸. 生物传感器法测定葡萄糖在标准物质定值中的应用[J]. *计量技术*, 2019, 11:31-33.
- ZHEN Xiaoxiao. Application of determination of glucose by biosensor method[J]. *Measurement Technique*, 2019, 11:31-33.
- [19] 张金玲, 杜祎, 高广恒, 等. 酶电极法测定玉米中黄曲霉毒素 B1 含量[J]. *山东科学*, 2018, 31(1):60-64.
- ZHANG Jinling, DU Wei, GAO Guangheng, et al. Determination of aflatoxin B1 content in corn by enzyme electrode method[J]. *Shandong Science*, 2018, 31(1):60-64.

Rapid determination of glycerol in HTP cigarette with enzyme electrode method

ZHAO Deqing^{1,2}, DENG Yong², GUO Linqing¹, SHI Jianyang², WANG Shuaipeng¹,
LIANG Kun¹, HAN Donglin¹, HUANG Yuchuan²

1 China Tobacco Sichuan Industrial Co., Ltd., Novel Tobacco Technology R&D Center, Chengdu 610066, China;
2 Sichuan Sanlian New Material Co., Ltd., Novel Tobacco Division, Chengdu 610066, China

Abstract: [Objective] This study aims to realize rapid and accurate determination of glycerol content in HTP cigarette. [Methods] Enzyme electrode method based on biosensors was established, and the detection results from enzyme electrode method were compared with those of GC method. The transfer rate of glycerol during smoking was also measured. [Results] (1) There was a significant linear correlation ($R^2=0.9998$) in standard curves of enzyme electrode method, and the LOD, LOQ, recovery rate and RSD were 0.045mg/mL, 0.149 mg/mL, 97.64%~102.32%, and 2.15% (n=6), respectively, showing improved repeatability. (2) There was no significant difference between the test results from enzyme electrode method and those from GC method, and the accuracy of the established method was better. (3)The transfer rate of glycerol during smoking process was within the range from 33% to 41%. [Conclusion] Compared with GC method, the enzyme electrode method has high specificity, high stability, fast detection and high sensitivity, which can be suitably applied in determining the amount of glycerol in heat-not-burn cigarette and corresponding tobacco material.

Keywords: enzyme electrode method; HTP; glycerol; biosensor

*Corresponding author. Email: kkbddy@vip.sina.com

《烟草科技》2020 年第 12 期目次

· 烟草农学	· 烟草工艺
烟草甲线粒体基因组序列测定与分析夏夏丽媛, 孙为伟, 崔 淼, 等	细支卷烟燃烧锥落头倾向的影响因素喻赛波, 谭 超, 王诗太, 等
湖北恩施烟区长期连作烟田影响南方根结线虫密度的土壤理 化特性分析.....施河丽, 彭五星, 左 梅, 等	烟丝和卷烟机参数对卷烟包灰性能的影响许艳冉, 刘舒畅, 穆 林, 等
湘南烟区烤烟上部 6 片叶采收期对烟叶产质量的影响张冰濯, 段卫东, 张明刚, 等	
· 烟草化学	· 仪器与设备
卷烟主流烟气焦甜、奶香和豆香特征成分组群的分布特征和 感官贡献.....胡安福, 范武, 夏倩, 等	基于深度学习的卷烟牌号识别方法陈智斌, 农英雄, 梁 冬, 等
通风对细支烟主流烟气常规成分及 7 种有害成分释放量的 影响.....杨 松, 岳保山, 孙培健, 等	ZJ116B 型卷接机组梗签二次分选装置的改进设计潘恒乐, 王 俊, 陈 锴, 等
液相色谱富集分离再造烟叶生产浓缩蒸发冷凝液中的香味 成分.....张利涛, 李华雨, 田泱源, 等	YB45A 硬盒包装机内衬纸输送装置的改进李家贵, 杨 天, 孔 臣, 等
	· 综述
	烟草主要废弃物在多孔材料领域的研究进展王金棒, 贾 楠, 汪志波, 等