



团 体 标 准

T/SDTCMA XXXX—2025

中药材及饮片含量的测定规程：近红外光谱法

Determination Procedure for the Content of Chinese Medicinal Materials and
Decoction Pieces by Near-Infrared Spectroscopy Method

（征求意见稿）

2025 – XX – XX 发布

2025 – XX – XX 实施

山东省中藥協會 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 仪器和软件 2

6 样品和预处理 2

 6.1 样品 2

 6.2 预处理 2

7 光谱测量 2

8 定量模型的建立和验证 3

 8.1 模型建立 3

 8.2 模型评价 3

9 结果判定 3

 9.1 含量计算 3

 9.2 结果报告 3

 9.3 判定标准 3

 9.4 异常结果 3

 9.5 检测方法灵敏度、准确度和精密度 3

10 仪器日常维护 4

参考文献 5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准以《中华人民共和国药典》、GB/T 29858-2013《分子光谱多元校正定量分析通则》为依据编制。

本文件由山东省食品药品检验研究院提出。

本文件由山东省中药协会归口。

本文件起草单位：山东省食品药品检验研究院、中国食品药品检定研究院、海能未来技术集团股份有限公司、天津海胜能光科技有限责任公司、山东一方制药有限公司、山东明仁福瑞达制药有限公司、鲁南制药集团股份有限公司。

本文件主要起草人：林永强、汪冰、张振方、解盈盈、薛菲、董钰宁、汤海涛、杨纯国、刘杰、关永霞、袁小伟、江玉娟、李观军、陈俊亮、杨馨月、刘震、王为龙、吕江川。

中药材及饮片含量的测定规程:近红外光谱法

1 范围

本标准规定了采用近红外光谱技术对中药材及饮片质量进行评价中对仪器的要求和检测方法,包括操作流程、技术要求、维护保养以及故障处理等内容。

本标准适用于采用近红外光谱技术对中药材及饮片的质量进行评价的各类机构,包括但不限于中药生产企业、科研单位、药品检验机构等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

《中华人民共和国药典》

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

GB/T 20001(所有部分) 标准编写规则

T/CIS 17006-2022 傅立叶变换近红外光谱仪通用技术规范

3 术语和定义

请选择适当的引导语

3.1

近红外光谱 near infrared spectroscopy

一种利用近红外波段电磁辐射(波长780nm~2500nm,对应波数为12820 cm^{-1} ~4000 cm^{-1})与物质发生反射、透射、散射等相互作用而产生的吸收光谱信号。

3.2

傅里叶变换型光谱仪 Fourier transform spectrometer

利用干涉方法,通过傅里叶变换获得样品光谱的仪器,通常由光源、干涉仪、采样附件、检测器和数据处理系统组成。

3.3

参考值 reference values

按照《中国药典》对不同中药材及饮片中的各个组分含量进行测定的结果,常见的组分包括水分、总灰分、浸出物和含量等。

3.4

预测值 estimate values

用校正模型和样品光谱计算所得到的中药材及饮片样品的成分浓度。

3.5

校正集 calibration set

具有代表性,用于训练模型的数据集。

3.6

验证集 validation set

用于验证所建立的模型的数据集。

4 原理

采用近红外光谱分析 (Near-Infrared Spectroscopy, NIRS) 对中药材及饮片样品中各组分含量进行定量分析的原理如下: 中药材及饮片样品中的有关化学物质, 其分子结构中含氢官能团的倍频、合频吸收位于近红外光谱范围内 (780nm~2500nm), 对近红外光的吸收强度和物质含量有定量关系。

偏最小二乘回归 (Partial Least Squares Regression, PLSR) 是一种统计学和机器学习中的多元数据分析方法, 特别适用于处理因变量和自变量之间存在多重共线性问题的情况。如中药材或饮片样品模型中同时考虑了近红外光谱数据矩阵 X 与中药材含量参数矩阵 Y 的信息, 通过构建潜变量, 找到既与 X 高度相关又与 Y 高度相关的成分。设 X 为 n 个样品的近红外光谱数据矩阵 (n 行, p 个波长变量列), Y 为对应的质量参数矩阵 (n 行, q 个质量参数), PLSR 模型通过迭代计算, 得到一系列潜变量 t_k 和 u_k ($k=1, 2, \dots, h$), 然后建立 t_k 与 X 、 u_k 与 Y 的回归关系, 最终构建出 Y 关于 X 的预测模型。PLSR 模型能在样本数量有限、自变量较多且存在共线性的情况下, 有效建立光谱与质量参数的关系, 在中药材质量评价中具有良好的应用效果。

5 仪器和软件

5.1 本通则适用的近红外仪器为傅立叶变换型近红外光谱仪, 光谱采集范围应至少包括 $10000\text{cm}^{-1} \sim 4000\text{cm}^{-1}$ 。

5.2 近红外仪器测量附件为积分器和旋转样品台, 以保证固体样品中测量的代表性和一致性。

5.3 近红外仪器日常性能测试的指标应包括但不限于: 信噪比或噪声值、波长准确性、吸光度重复性等。

5.4 近红外仪器测量软件应至少具备样品的光谱测量功能、加载定量预测模型功能; 化学计量学 PLSR 软件应至少具备定量模型的建立功能, 可以完成异常值的剔除、样本集划分、预处理、特征选择和 PLSR 建模和验证。

5.5 测定过程应在温度 $20^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$, 相对湿度 $30\% \sim 60\%$ 的环境下进行, 避免环境温度和湿度的剧烈变化影响仪器性能和测定结果。

6 样品和预处理

6.1 样品

可进行粉碎研磨操作的中药材或饮片, 包括动植物类药材、矿物类药材等。

6.2 预处理

将中药材及饮片样品粉碎, 通过4号筛网后得到颗粒均一的粉末状样品。在研磨操作中需要注意每次研磨持续时间应较短, 以避免高温导致样品变性。

7 光谱测量

7.1 在使用近红外光谱仪前, 应检查仪器的工作状态, 开机预热 30 分钟之后开始运行, 如果条件允许, 建议运行仪器日常性能测试, 确保仪器可以正常运行。

7.2 将粉碎过筛后的中药材或饮片样品取适量放入样品杯中, 通常样品应放满样品杯容量的 $1/2 \sim 2/3$, 足够量的样品可以避免漏光问题。

7.3 将压样器轻轻放置在样品上, 然后向下压实。由于样品的紧实程度会影响样品光谱, 因此每次压实的程度应保持一致。

7.4 样品的测量, 应选择积分球漫反射附件进行光谱采集。将样品杯放置到旋转台附件上, 启动仪器开始扫描, 扫描过程中旋转台带动样品杯旋转, 以保证测量样品的代表性。

7.5 扫描次数应保证样品光谱质量, 具备足够好的信噪比, 因此建议扫描次数为 32 次或 64 次; 对于含水量较低的样品建议光谱分辨率设置为 8cm^{-1} , 含水量较高的样品建议光谱分辨率设置为 16cm^{-1} ; 光谱扫描范围为 $4000\text{cm}^{-1} \sim 10000\text{cm}^{-1}$; 每个样品应重复装样后采集光谱至少 3 次, 求平均光谱后用于后续分析。

7.6 测量得到的近红外光谱的命名应符合规范, 如“样品通用名称_商品名称_规格_产地_批号_测样方式_仪器编号_测量日期”, 光谱格式可保存为吸光度光谱。

8 定量模型的建立和验证

8.1 模型建立

8.1.1 收集足够数量和代表性的样品，测量样品光谱，使用标准理化方法测定样品成分含量。

8.1.2 将采集的光谱数据与对应的参考值进行关联，把光谱数据和参考值输入到 PLSR 建模软件中，并设定校正集样品和验证集样品。在条件允许的情况下，建议校正集样品不少于 100 个，验证集样品不少于 40 个。

8.1.3 对采集的光谱数据的预处理方法可以考虑多元散射校正、矢量归一化、标准正态变化、去趋势、导数等，建模谱段的选择可以考虑反向区间 PLS 算法、竞争自适应重加权算法、无信息变量消除算法等。使用 PLSR 建模软件，选择合适的预处理方法和建模波长范围等条件，完成模型建立。

8.2 模型评价

建立 PLSR 模型对中药材样品中各组分含量进行预测，同时计算相关系数 (R^2)、均方根误差 (RMSE)、性能偏差比 (RPD) 等，要求 R^2 大于 0.8，趋近于 1 越好；RMSE 趋近于 0 越小越好；RPD 大于 2.5 则模型的性能越好。

在模型的实际应用和评价中，应主要关注验证集样品的预测结果，而不是校正集样品。此外，需要关注模型中均方根误差是否匹配该中药材样品检测应用中对误差的实际要求。由于误差服从正态分布，均方根误差表征的是误差的标准偏差。因此，通常来说，模型均方根误差的 3 倍可视为该模型的极限误差，均方根误差的 2 倍可视为该模型的大概率（约 95% 的概率）的误差水平。

9 结果判定

9.1 含量计算

根据建立的近红外光谱定量模型，对待测中药材或饮片样品的光谱数据进行预测，得到待测中药材或饮片样品中各组分含量的数据。

9.2 结果报告

测定结果应报告所测量的中药材样品名、以及各组分含量，并注明实验过程中所使用的仪器设备型号和试剂材料。

9.3 判定标准

当测定结果符合《中国药典》规定的中药材或饮片样品中各组分含量标准时，判定该样品合格；否则判定为不合格。

9.4 异常结果

9.4.1 异常测量结果的来源包括但不限于：测量样品与预测模型不匹配和仪器故障，前者可能的问题如测量样品的光谱范围与模型要求不匹配、测量样品的含量值超过模型建模范围等。

9.4.2 异常测量结果的确认，当测量中或测量结果出现以下任一情况，均可认为测量结果异常：

- 1) 仪器日常性能测试未通过下的测量结果；
- 2) 测量结果超出预测模型成分含量范围；
- 3) 两次或多次测量结果间的绝对误差超出了重复性要求。

9.4.3 异常结果的处理：出现异常测量结果时，进行样品复测（包括样品组分含量的标准理化方法测定、近红外光谱测量、模型预测分析）和仪器日常性能测试，同时封存该测量样品并统计上报。

9.5 检测方法灵敏度、准确度和精密度

9.5.1 灵敏度

由于不同的样品组分对近红外光的吸光度不同，因此无法给出统一的组分含量检出限，通常其检测限度高于 0.1%。

9.5.2 准确度

本方法的检测范围应在药典定义的范围内，其准确度应符合药典中的要求。

9.5.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差和批间相对标准偏差，应符合药典中的要求。

10 仪器日常维护

仪器每次使用后，使用毛刷和干净的软布清洁样品杯、压样器和旋转台，并保持仪器清洁。

山东省中药协会团体标准征求意见稿

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典2020年版. 一部[S]. 2020:368.
- [2] LI S, WANG Y, SONG H, et al. Multi-spectral fusion and self-attention mechanisms for Gentiana origin identification via near-infrared spectroscopy[J]. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2024, 246: 105068.
- [3] WANG L, WANG X, LIU X, et al. Fast discrimination and quantification analysis of Curcuma Radix from four botanical origins using NIR spectroscopy coupled with chemometrics tools[J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2021, 254: 119626.
- [4] YE T, ZHENG Y, GUAN Y, et al. Rapid determination of chemical components and antioxidant activity of the fruit of Crataegus pinnatifida Bunge by NIRS and chemometrics[J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2023, 289: 122215.
- [5] PENG L, HE M, WANG X, et al. Fast Discrimination and Quantification Analysis of Atractylodis rhizoma Using NIR Spectroscopy Coupled with Chemometrics Tools[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2024, 72(14): 7707.
- [6] 张永超, 刘佳丽, 李执栋, 等. 基于近红外光谱法和折光率法的热毒宁注射液金银花提取和浓缩工序中间体总固体量快速检测研究[J]. 中草药: 1-9.
- [7] 张磊, 苏小琴, 陈昊喆, 等. 基于质量标志物的注射用益气复脉(冻干)质量评价与监测技术研究进展[J]. 药物评价研究, 2023, 46(8): 1778-1786.
- [8] JIAO YIPING, LI ZHICHAO, CHEN XISONG, et al. Preprocessing methods for near - infrared spectrum calibration[J]. Journal of Chemometrics, 2020, 34(11).
- [9] LI MAOGANG, FENG YAOZHOU, YU YAN, et al. Quantitative analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in soil by infrared spectroscopy combined with hybrid variable selection strategy and partial least squares[J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2021, 257: 119771.
- [10] HONGLIANG MA, YU ZHAO, WENXIU HE, et al. Quantitative analysis of three ingredients in Salvia miltiorrhiza by near infrared spectroscopy combined with hybrid variable selection strategy. [J]. Spectrochimica acta. Part A, Molecular and biomolecular spectroscopy, 2024, 315: 124273.
-