



# 团 体 标 准

T/SDTCMA XXXX—2025

## 丹参中丹参酮类成分和丹酚酸 B 含量的测定：高光谱法

Determination of Tanshinone Components and Salvianolic Acid B in *Salvia miltiorrhiza* - Hyperspectral 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 .....	2
5 实验条件 .....	2
6 试剂和材料 .....	2
7 仪器设备 .....	2
8 样品 .....	2
9 试验步骤 .....	3
9.1 高光谱数据采集 .....	3
9.2 参考值测定 .....	3
9.3 定量模型建立与评价 .....	3
10 结果计算与表示 .....	4
10.1 含量计算 .....	4
10.2 结果报告 .....	4
10.3 判定标准 .....	4
11 规范与质量控制 .....	4
11.1 仪器操作规范 .....	4
11.2 样品管理规范 .....	4
11.3 数据质量控制与管理 .....	4
附录 A（资料性） .....	5
附录 B（资料性） .....	6
参考文献 .....	7

## 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。

本标准由山东省食品药品检验研究院提出。

本标准由山东省中药协会归口。

本标准负责起草单位：山东省食品药品检验研究院、中国食品药品检定研究院、山东中医药大学、山东一方制药有限公司、山东明仁福瑞达制药股份有限公司、山东红日康仁堂药业有限公司、上海中医药大学、黑龙江中医药大学、山东丹红制药有限公司、成都市药品检验研究院

本标准主要起草人：崔伟亮、林永强、汪冰、李慧芬、薛菲、杨纯国、郭东晓、刘杰、李佳、程显隆、孙竹峰、王莹、徐兴燕、林林、焦阳、秦梦廷、田婧、许丽丽、于雅萌、罗霄、马传兵、潘瑞雪、刘玥、周亚南。

山东省中药协会团体标准征求意见稿

# 丹参中丹参酮类成分和丹酚酸 B 含量的测定：高光谱法

## 1 范围

本文件规定了使用高光谱技术对丹参中丹参酮类成分（以丹参酮 I、丹参酮 II A、隐丹参酮计）和丹酚酸 B 含量的快速测定方法。

本文件适用于实验室及现场对丹参药材、饮片中丹参酮类成分（以丹参酮 I、丹参酮 II A、隐丹参酮计）和丹酚酸 B 含量的快速测定，不适用于丹参提取物、丹参制剂中上述成分的测定。

## 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

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**丹参** danshen

丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根和根茎。春、秋二季采挖，除去泥沙，干燥。

### 3.2

**白参考板** White Reference Panel

用于光谱辐射定标的标准器具，其在本标准规定的400nm~1700nm光谱范围内的漫反射相对反射率值为0.95。该板具有光谱中性好、稳定性高的特性，用于提供最大反射参考基准，以校正光源波动及光学系统响应。

注1：白参考板应妥善保管，避免刮擦、污染或强光直射，并定期验证其反射性能。

注2：实际测量中，通过采集白参考板图像 $R_w$ 和黑参考图像 $R_b$ ，即零反射基准），按公式（1）计算

$$R = \frac{R_r - R_b}{R_w - R_b} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$R$  —— 样品的相对反射率；

$R_b$  —— 样品的反射率；

$R_b$  —— 黑参考图像 $R_b$ ；

$R_w$  —— 白参考板图像。

### 3.3

**黑参考** Dark Reference

用于光谱辐射定标的标准参照物，其在本标准规定的400nm~1700nm光谱范围内的反射率值趋近于0。通常通过完全遮盖镜头实现。

### 3.4

**参考值** reference values

按照《中国药典》2020版丹参中含量测定项对丹参中的丹参酮类成分（以隐丹参酮、丹参酮 I 和丹参酮 II A 计）和丹酚酸 B 含量进行测定的结果。

### 3.5

**预测值 estimate values**

采用所建立的模型对丹参的高光谱成像数据进行预测得到的结果。

**3.6****校正集 calibration set**

具有代表性，用于训练模型的数据集。

**3.7****验证集 validation set**

用于验证所建立的模型的数据集。

**4 原理**

高光谱成像技术通过结合400nm~1000 nm（可见~近红外，VNIR）和900nm~1700nm（近红外，NIR）双镜头系统，完整覆盖400nm~1700 nm的宽谱段。在此范围内，电磁波能被物质分子中的特定化学键或特征基团选择性吸收，引起分子振动、转动等能级跃迁，从而产生特征光谱信号。丹参中的主要活性成分（如丹参酮类和丹酚酸B）因其分子结构不同（如丹参酮类以菲醌结构为特征，丹酚酸B则富含酚羟基和羧基），其化学键（如C=C, C-O等）的种类、数量及连接方式各异，导致它们在上述谱段内对光的吸收特性呈现显著差异，形成可用于识别的“光谱指纹”。

本方法分别采集两个谱段的高光谱数据。为抑制样本表面不均匀性及随机噪声的影响，首先对每个样本在各自镜头下的感兴趣区域（ROI）内所有像素点的光谱取平均值，获得代表该样本在该谱段的平均光谱；随后，将两条平均光谱在光谱维度上进行拼接，形成一条覆盖400nm~1700nm的完整光谱曲线，用于后续建模。该策略能在保留有效化学信息的同时，显著提升数据的稳健性与建模效率。

为建立定量模型，需收集大量具有代表性的丹参样本。依据《中国药典》规定的方法测定样本中丹参酮类成分和丹酚酸B的含量，作为参考值矩阵Y；同步获取各样本的全波段平均光谱数据，构建光谱矩阵X。采用偏最小二乘回归（PLSR）等化学计量学方法，建立X与Y之间的数学关系模型。PLSR能有效处理高光谱数据自变量多、且存在多重共线性的特点，通过双镜头宽谱段信息与平均光谱策略的结合，可实现对丹参中目标成分含量的快速、稳定预测。

**5 实验条件**

采用配备MV.C VNIR（400nm~1000nm）和MV.C NIR（900nm~1700nm）双镜头的高光谱成像系统，辅以8个卤钨灯作为光源，并在专用暗箱环境中进行。数据采集前，仪器需预热15分钟，并使用白参考板及黑背景进行校准。关键的固定采集参数为：VNIR和NIR相机高度分别为32cm和37cm，采集速度统一为12mm/s，曝光时间分别设置为4.5ms和7.0ms。

测定过程应在温度20~30℃，相对湿度30%~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 试剂和材料**

丹参酮II<sub>A</sub>和丹酚酸B对照品，磷酸为分析纯，甲醇和乙腈为色谱纯。

**7 仪器设备**

Headwall MV.C机器视觉OEM高光谱成像仪（VNIR镜头：光谱范围400nm~1000 nm，光谱分辨率≤6.0 nm，采样间隔≤1.75 nm/pixel。NIR镜头：光谱范围900nm~1700 nm，光谱分辨率≤7.5 nm，采样间隔≤3.75 nm/pixel。），岛津LC-20A高效液相色谱仪，FW100高速粉碎机，XSE205UD十万分之一电子天平，KQ-500DE数控超声波清洗器。

注：不同的高光谱仪因为自身的噪声等因素的影响对采集的光谱也会产生相应影响，继而会影响后续预处理方法、特征方法的选择，以致建模的结果有所偏差。所以，当使用不同型号的光谱仪时，可能会涉及到模型转移的问题，会更加复杂。

**8 样品**

丹参样品前处理按以下步骤进行：

- a) 粉碎：将收集到的丹参样品使用高速粉碎机进行粉碎。
- b) 过筛：使粉碎后的样品全部通过三号筛。
- c) 储存：将制备好的样品置于塑封袋中，于阴凉、干燥处保存。

## 9 试验步骤

### 9.1 高光谱数据采集

#### 9.1.1 仪器准备与校准

9.1.1.1 开启高光谱成像系统（包括成像仪、光源、移动平台及数据采集终端），预热 15min。

9.1.1.2 在暗箱环境下，分别对可见-近红外（VNIR）镜头和近红外（NIR）镜头进行辐射定标：使用白参考板与黑参考（盖上镜头盖）进行辐射定标，分别采集白背景图像与黑背景图像。

#### 9.1.2 样品测定与光谱提取

9.1.2.1 取适量制备好的丹参样品置于样品槽中，轻轻压实使表面平整。

9.1.2.2 将样品槽置于移动平台上，使用 perClass Mira 软件控制平台，使 VNIR 与 NIR 双镜头同步采集同一样品区域的高光谱原始图像。

9.1.2.3 光谱数据按以下步骤处理：

- a) 分别校正：基于各镜头自身的白、黑背景图像，分别将 VNIR 和 NIR 的原始数据转换为相对反射率数据，目的是为了减轻高光谱仪采集过程中暗电流和光源分布不均匀引起的噪声干扰。
- b) 分别提取平均光谱：在各镜头采集的图像上，分别划定相同的感兴趣区域（ROI），并计算每个 ROI 内所有像素点的平均光谱，得到代表该样本在 400nm~1000 nm 和 900nm~1700 nm 谱段的平均光谱曲线。
- c) 光谱拼接：将上述两条平均光谱在光谱维度上进行拼接，最终形成一条覆盖 400nm~1700 nm 的完整光谱曲线，用于后续建模。

### 9.2 参考值测定

按照《中国药典》2020版丹参中含量测定项对丹参中的丹参酮类成分（以隐丹参酮、丹参酮 I 和丹参酮 II<sub>A</sub>计）和丹酚酸B含量，所得结果作为参考值。参考值范围见附录A。

### 9.3 定量模型建立与评价

#### 9.3.1 模型建立

9.3.1.1 将样本的平均光谱数据与对应的含量参考值进行关联，构建数据集。

9.3.1.2 采用预处理方法对光谱数据进行预处理，并利用竞争自适应重加权算法(CARS)筛选特征波长。

9.3.1.3 基于筛选出的特征波长，采用偏最小二乘回归（PLSR）算法建立丹参酮类成分与丹酚酸B的定量预测模型。模型详细信息见附录B。

#### 9.3.2 模型评价

通过计算校正集与预测集的相关系数、均方根误差及性能偏差比评价模型性能。模型需满足：相关系数大于0.9且趋近于1，均方根误差趋近于0，性能偏差比大于2.5。

$$R = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})(\hat{y}_i - \bar{\hat{y}})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \sqrt{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{\hat{y}})^2}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

R —— 相关系数；

$y_i$  —— 第*i*个样本的真实值；

$\bar{y}$  —— 真实值的平均值；

$\hat{y}_i$  —— 第*i*个样本的预测值；

$\bar{\hat{y}}$ ——预测值的平均值。

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2} \quad (2)$$

式中：

RMSE——均方根误差；

$y_i$  ——第*i*个样本的真实值；

$\hat{y}_i$  ——第*i*个样本的预测值；

N ——样本数量。

$$RPD = \frac{SD_c}{RMSE_v} \quad (3)$$

式中：

RPD ——性能偏差比；

$SD_c$  ——校正集真实值的标准差；

$RMSE_v$  ——预测集的均方根误差。

## 10 结果计算与表示

### 10.1 含量计算

将待测丹参样品的完整平均光谱数据输入建立的高光谱PLSR定量模型，直接计算得出丹参酮类成分和丹酚酸B的含量预测值。

### 10.2 结果报告

测定结果应报告为丹参中丹参酮类成分和丹酚酸B的含量（%），并注明所使用的高光谱定量模型、仪器设备型号及关键试剂材料。

### 10.3 判定标准

当测定结果符合《中国药典》2020版规定的丹参中丹参酮类成分和丹酚酸B的含量标准时，判定该样品合格；否则判定为不合格。

注：参考值的测定结果应在本标准收集样品的参考值结果范围内，当超出本标准的参考值范围后，模型的泛化能力无法保证，可能会导致测定结果偏差较大。

## 11 规范与质量控制

### 11.1 仪器操作规范

操作人员应严格遵守仪器操作规程。数据采集前须确保仪器预热充分、环境光线可控、定标操作正确，并定期进行仪器校准与维护。

### 11.2 样品管理规范

样品的采集、制备、保存与测定过程应严格遵循本标准第8、9章规定，避免样品污染或变质，确保其代表性。

### 11.3 数据质量控制与管理

应建立完善的数据管理制度，对原始光谱、参考值、模型参数及测定结果等进行规范记录与妥善保存，确保数据的准确性、完整性与可追溯性。

附录 A  
(资料性)

表 A.1 参考值的测定结果

类别	范围
丹参酮类	1.391%~6.445%
丹酚酸 B	0.061%~0.434%

山东省中药协会团体标准征求意见稿

附 录 B  
(资料性)

表 B.1 丹参含量高光谱校正集模型数据

模型	主成分数	预处理	特征选择	Rc	RMSEc
丹参酮类成分	10	MSC	CARS	0.9560	0.0257
丹酚酸 B	10	MSC	CARS	0.9298	0.3842

表 B.2 丹参含量高光谱验证集模型数据

模型	主成分数	预处理	特征选择	Rv	RMSEv	RPD
丹参酮类成分	10	MSC	CARS	0.9688	0.0155	5.6700
丹酚酸 B	10	MSC	CARS	0.9318	0.3292	3.1982

山东省中药协会团体标准征求意见稿

### 参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 李兴军, 王江, 柳红. 丹参脂溶性成分结构优化研究进展[J]. 有机化学, 2023, 43(02):471-490.
- [3] ZHU J, BAO J, TAO Y. A nondestructive methodology for determining chemical composition of salvia miltiorrhizavia hyperspectral imaging analysis and squeeze-and-excitation residual networks[J]. Sensors, 2023, 23(23).
- [4] DAI Y, YAN B, XIONG F, et al. Tanshinone content prediction and geographical origin classification of salvia miltiorrhiza by combining hyperspectral imaging with chemometrics[J]. Foods, 2024, 13(22):3673-3673.
- 

山东省中药协会团体标准征求意见稿