



团 体 标 准

T/SDTCMA XXXX—2025

中药金银花中酚酸类成分和木犀草苷含量的 测定：近红外光谱法

Determination of the Contents of Phenolic Acids and Luteoloside in Traditional
Chinese Medicine *Lonicerae Japonicae* Flos by Near-infrared

（征求意见稿）

2025 – XX – XX 发布

2025 – XX – XX 实施

山東省中藥協會 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 试剂和材料 2

6 仪器设备 2

7 数据处理 2

8 测定方法 2

 8.1 光谱采集 2

 8.2 模型建立 2

 8.3 模型评价 2

9 结果判定 2

 9.1 含量计算 2

 9.2 结果报告 2

 9.3 判定标准 3

10 操作规范 3

 10.1 仪器操作 3

 10.2 样品操作 3

 10.3 数据管理 3

11 注意事项 3

 11.1 环境条件 3

 11.2 参考值影响 3

 11.3 仪器设备 3

附录 A（资料性） 4

附录 B（资料性） 5

参考文献 6

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、海能未来技术集团股份有限公司、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、天津海胜能光科技有限责任公司、鲁南厚朴制药有限公司、山东中医药大学。

本标准主要起草人：林永强、汪冰、崔伟亮、张振方、杨纯国、解盈盈、薛菲、董钰宁、栾永福、程显隆、王莹、刘洪超、孙沛霖、汤海涛、关永霞、王为龙、刘杰、窦希波、李传盛、江玉娟、贾传青、房楠、林凤、李佳、李慧芬、林林、焦阳、徐兴燕。

中药金银花中酚酸类成分和木犀草苷含量的测定：近红外光谱法

1 范围

本文件规定了使用近红外光谱技术对中药金银花中酚酸类成分以及木犀草苷含量的测定。

本文件适用于使用近红外光谱技术对金银花药材及饮片中酚酸类成分以及木犀草苷含量进行测定的相关生产、检验和科研等活动。

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

金银花 jinyinhua

金银花为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的干燥花蕾或带初开的花。

3.2

参考值 reference values

按照《中国药典》对金银花中的酚酸类成分（绿原酸、3,5-O-二咖啡酰奎宁酸和4,5-O-二咖啡酰奎宁酸）和木犀草苷含量进行测定的结果。

3.3

预测值 estimate values

采用所建立的模型对金银花的近红外光谱进行预测得到的结果。

3.4

校正集 calibration set

具有代表性，用于训练模型的数据集。

3.5

验证集 validation set

用于验证所建立的模型的数据集。

3.6

测试集 test set

用于最终检验模型在实际应用中的有效性的数据集。

4 原理

近红外光谱区域（780nm~2526nm）的电磁波与物质分子中含氢基团（如C-H、O-H、N-H等）振动的合频与倍频吸收相关。金银花中的酚酸类成分和木犀草苷等成分含有相应的含氢基团，在近红外光照射下，分子振动吸收特定频率的近红外光，产生吸收光谱。由于不同化学成分的分子结构差异，其近红外吸收光谱特征也存在差异。

通过收集大量金银花样品，对其酚酸类成分和木犀草苷的含量根据《中国药典》中的方法进行测定，得到具体含量参考值，然后采集其近红外光谱，获得样本的光谱矩阵X，矩阵中每行代表一个样本的光

谱数据，每列对应一个特定波长处的吸光度值；同时，获取对应的酚酸类成分和木犀草苷含量参考值，构建含量矩阵Y。偏最小二乘（PLSR）模型同时考虑了近红外光谱数据矩阵X与含量矩阵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，有效建立光谱与含量的关系，在金银花主要活性成分含量测定中具有良好的应用效果。

5 试剂和材料

绿原酸、3, 5-O-二咖啡酰奎宁酸和4, 5-O-二咖啡酰奎宁酸和木犀草苷对照品，甲醇、乙醇、磷酸、冰醋酸、乙腈。

6 仪器设备

FW100高速粉碎机、XSE205UD十万分之一电子天平、超声波清洗机、岛津LC-20A高效液相色谱仪、Antaris II型近红外光谱仪，应配备积分球漫反射采样附件，扫描范围为4000~10000 cm^{-1} 。

7 数据处理

近红外光谱仪采集到的光谱数据导入MATLAB进行异常值的剔除、样本集划分、预处理、特征选择和PLSR建模。

8 测定方法

8.1 光谱采集

8.1.1 将收集到的金银花样品粉碎，过四号筛留存备用。

8.1.2 将粉碎过筛后的金银花样品取适量放入样品杯中，使用积分球漫反射附件进行光谱采集。

8.1.3 扫描次数为64次，分辨率不低于8 cm^{-1} ，扫描范围为4000~10000 cm^{-1} 。每个样品至少采集3次，求平均光谱用于后续分析。

8.2 模型建立

8.2.1 采用《中国药典》金银花项下的酚酸类成分和木犀草苷含量测定方法的结果作为参考值，具体参考值范围见附录A。

8.2.2 将采集的光谱数据与对应的参考值进行关联，对采集的光谱数据使用S-G滤波平滑和连续小波变换进行预处理；同时使用竞争自适应重加权算法进行特征选择，最后使用PLSR进行建模，建立模型的具体结果见附录B。

8.3 模型评价

建立PLSR模型对金银花中的酚酸类成分和木犀草苷的含量进行预测，计算决定系数（ R^2 ）、均方根误差（RMSE）、相对分析误差（RPD），要求 R^2 大于0.8，趋近于1越好；RMSE趋近于0越好；RPD大于2.5则模型的性能越好。

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，对待测金银花样品的光谱数据进行分析，计算出金银花中酚酸类成分和木犀草苷的含量数据。

9.2 结果报告

测定结果应报告为金银花中酚酸类成分和木犀草苷的含量（%），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》规定的金银花中酚酸类成分和木犀草苷的含量的标准时，判定该样品合格；否则判定为不合格。

10 操作规范

10.1 仪器操作

10.1.1 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 分钟之后开始采样，确保仪器正常运行。

10.1.2 按照仪器操作规程进行光谱采集和数据处理，避免因误操作导致数据不准确或仪器损坏。

10.1.3 定期对仪器进行校准和维护，确保仪器性能稳定可靠。

10.2 样品操作

10.2.1 样品的采集、制备和保存应严格按照规定的方法进行，确保样品的质量。

10.2.2 在样品测定过程中，应避免样品受到污染或发生物理化学变化，影响测定结果的准确性。

10.3 数据管理

10.3.1 建立完善的数据管理制度，对参考值结果、光谱数据、模型数据、测定结果报告等进行妥善保存。

10.3.2 数据的记录和报告应规范、准确、完整，便于追溯和查询。

11 注意事项

11.1 环境条件

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。

11.2 参考值影响

参考值的测定结果应在本标准收集样品的参考值的结果的范围内，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。

11.3 仪器设备

近红外光谱的采集应该使用Antaris II型，不同的近红外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、特征选择方法的选择，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。

附 录 A
(资料性)

表 A.1 参考值的测定结果

类别	范围
绿原酸	2.7%-4.9%
酚酸类成分	4.0%-7.0%
木犀草苷	0.030%-0.071%

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 金银花含量近红外光谱校正集模型数据

模型	主成分数	预处理	特征选择	R_c^2	RMSEc
绿原酸	10	S-G	CARS	0.9492	0.1085
酚酸类成分	10	CWT	CARS	0.9584	0.1391
木犀草苷	8	S-G	CARS	0.8917	0.0046

表 B.2 金银花含量近红外光谱验证集模型数据

模型	主成分数	预处理	特征选择	R_v^2	RMSEv
绿原酸	10	S-G	CARS	0.9464	0.0875
酚酸类成分	10	CWT	CARS	0.9300	0.1329
木犀草苷	8	S-G	CARS	0.8331	0.0049

表 B.3 金银花含量近红外光谱测试集模型数据

模型	主成分数	预处理	特征选择	R_p^2	RMSEp	RPD
绿原酸	10	S-G	CARS	0.9144	0.0967	3.0913
酚酸类成分	10	CWT	CARS	0.9077	0.1395	2.6780
木犀草苷	8	S-G	CARS	0.8264	0.0040	2.5320

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典 2020 年版. 一部[S]. 2020:368.
- [2] 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, 2025, 56(05):1587-1595.
- [3] 杜涓, 李霞, 安晓萍, 等. 基于近红外光谱技术的发酵甘草茎叶多糖含量快速预测模型研究[J]. 中成药, 2024, 46(12):4216-4221.
- [4] 耿泽宇, 左旭丽, 潘秀珍, 等. 金银花近红外定性定量快检模型的建立[J]. 中南药学, 2023, 21(08):2076-2082.
- [5] Yiping J, Zhichao L, Xisong C, et al. Preprocessing methods for near - infrared spectrum calibration[J]. Journal of Chemometrics, 2020, 34(11).
- [6] Wang T, Zheng Y, Xu L, et al. Comprehensive comparison on different wavelength selection methods using several near-infrared spectral datasets with different dimensionalities[J]. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2025, 331:125767-125767.
- [7] JIAO YIPING, LI ZHICHAO, CHEN XISONG, et al. Preprocessing methods for near - infrared spectrum calibration[J]. Journal of Chemometrics, 2020, 34(11).
- [8] 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.
- [9] 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.
-