



# 团 体 标 准

T/SDTCMA XXXX—2025

## 中药大青盐中氯化钠含量的测定：X 射线衍射法

Determination of sodium chloride content in traditional Chinese medicine halite by X-ray diffraction 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 方法原理 .....	1
5 试剂与材料 .....	2
6 仪器设备 .....	2
6.1 便携式 X 射线衍射仪 .....	2
6.2 粉碎机 .....	2
7 数据处理 .....	2
8 测定方法 .....	2
8.1 参考值测定 .....	2
8.2 X 射线衍射图谱采集 .....	2
8.3 模型建立 .....	2
8.4 模型评价 .....	2
9 结果判定 .....	2
9.1 含量计算 .....	2
9.2 结果报告 .....	3
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 样品准备 .....	3
11.3 参考值 .....	3
11.4 仪器设备 .....	3
11.5 机器学习算法 .....	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、山东一方制药有限公司、山东博康中药有限公司。

本标准主要起草人：林林、林永强、刘广楨、汪冰、杨纯国、培峰、程显隆、王莹、于凤蕊、谭乐俊、李桂、梅桂雪、任小英、李佳薇、崔伟亮、张利。

山东省中药协会团体标准征求意见稿

# 中药大青盐中氯化钠含量的测定：X 射线衍射法

## 1 范围

本文件描述了X射线衍射法快速测定中药大青盐中NaCl含量的方法。  
本文件适用于中药大青盐中NaCl含量分析。

## 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》  
JJF 1305 X射线衍射仪校准规范  
JY/T 0587 多晶体X射线衍射方法通则

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**大青盐 halitum**

大青盐为卤化物类石盐族湖盐结晶体，主要成分为氯化钠（NaCl）。

### 3.2

**校正集 calibration set**

用于建立模型的样品集，具有代表性、基本覆盖待测组分含量范围的样品集。

### 3.3

**验证集 validation set**

对定量模型进行验证的样品集。

### 3.4

**参考值 reference value**

用参考方法测定的校正样品或验证样品成分的含量。

### 3.5

**预测值 prediction value**

用定量模型来计算待测样品光谱，得到待测样品主要化学成分含量或指标值的过程。

## 4 方法原理

大青盐的主要成分是氯化钠（NaCl），它属于多晶体，晶体结构为面心立方晶系，具有规则且重复的三维排列。当X射线照射到氯化钠晶体上时，会发生衍射现象。由于不同晶体结构的物质产生的衍射图谱具有独特的特征，通过测量和分析大青盐样品的 X 射线衍射图谱，并与已知标准氯化钠的衍射图案进行对比，利用衍射峰的强度、位置等信息，采用特定算法就能计算出样品中氯化钠的含量。

在获取所有样品的X射线衍射图谱后，需对图谱数据进行处理。首先识别并剔除异常值样本，接着将数据集划分为校正集和验证集。同时，结合预处理方法消除噪声、基线漂移等干扰因素的影响。之后，运用特征变量选择算法挑选出对结果贡献较大的变量，进而建立定量预测模型。这里可以采用机器学习算法，如偏最小二乘法（PLS）、长短期记忆网络（LSTM）等。PLS通过建立自变量和因变量之间的线性关系模型，从X射线衍射图谱数据中提取关键信息来预测氯化钠含量，LSTM则利用其对时间序列数据的处理能力，学习X射线衍射图谱中的复杂特征，实现对大青盐中氯化钠含量的准确预测。

对于建立的模型，采用决定系数（ $R^2$ ）、均方根误差（RMSE）、相对分析误差（RPD）作为评价指标来筛选最优模型。通过综合考量这些指标，能够有效评估模型的好坏，从而得到最适合大青盐中氯化钠含量预测的模型。

## 5 试剂与材料

2%糊精溶液、碳酸钙固体试剂、0.1%荧光黄指示液、0.1mol/L硝酸银滴定液、150 $\mu$ m样品筛（100目）、外形尺寸为50mm $\times$ 35mm $\times$ 2mm的方形XRD玻璃样品槽。

## 6 仪器设备

### 6.1 便携式X射线衍射仪

EVASTAR E2型便携式X射线衍射仪：带微机、X射线管选用铜靶、测角仪、探测器。

### 6.2 粉碎机

FW100高速粉碎机，用于粉碎样品，使得样品能够通过150 $\mu$ m样品筛（100目）。

## 7 数据处理

X射线衍射仪采集到的图谱数据导入MATLAB和Python分析软件中进行异常值剔除、样本集划分、预处理、特征选择和模型建立。

## 8 测定方法

### 8.1 参考值测定

依据《中国药典》（一部）大青盐项下含量测定方法对所有样本中的氯化钠含量进行测定。每批样本平行测定两次，取其平均值作为参考值，具体参考值范围见附录A。

### 8.2 X射线衍射图谱采集

#### 8.2.1 压片的制备

取大青盐样品粉末适量（约0.15g），置于载样板中间的凹槽内，使用载玻片轻压，确保样品在凹槽内均匀紧密分布。清除凹槽外残留的样品粉末，并使凹槽中样本表面光滑平整。

#### 8.2.2 样品测量

X射线衍射仪的采集参数设置为：扫描速度 $10^\circ/\text{min}$ ，扫描角度 $10^\circ \sim 100^\circ$ ，电压40KV，电流1mA，采用Cu-K $\alpha$ 辐射源，步长 $0.02^\circ$ ，静态扫描时间0.07s。

### 8.3 模型建立

将采集的图谱与对应的参考值进行关联，对采集的图谱数据用MSC预处理和CARS特征选择，最后使用PLS和LSTM建模，建立模型的具体结果见附录B。

### 8.4 模型评价

建立PLS和LSTM模型对大青盐中的氯化钠含量进行预测计算其决定系数（ $R^2$ ）、均方根误差（RMSE）、相对分析误差（RPD），要求 $R^2$ 大于0.7，越趋近于1越好；RMSE趋近于0越小越好； $1.5 \leq \text{RPD} < 2.5$ 表示模型可以被接受， $\text{RPD} \geq 2.5$ 为模型性能好。

## 9 结果判定

### 9.1 含量计算

根据建立的X射线衍射图谱定量模型，对待测大青盐样品的图谱数据进行分析，计算出大青盐中氯化钠的含量数据。

## 9.2 结果报告

报告需包含大青盐样品的编号及含量、试样的制备方法、仪器型号、定量模型的名称和定量模型的适用范围。

## 9.3 判定标准

当测定结果符合《中国药典》中规定大青盐中氯化钠含量的标准时，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

在使用X射线衍射仪前，应检查仪器的工作状态，开机预热20分钟后开始运行，确保仪器正常运行。按照仪器规范操作规程进行图谱采集和数据处理，避免误操作导致数据不准确或仪器损坏。定期对仪器进行校准和维护，确保仪器的性能稳定可靠。

### 10.2 样品操作

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

### 10.3 数据管理

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。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 $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、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 样品准备

样品在粉碎和过筛过程中应避免交叉污染，保证样品的代表性。

### 11.3 参考值

所收样品的参考值应在本标准的参考值范围内，若超出本标准的参考值范围，模型的预测性能无法保证，可能会导致测定结果偏差较大。具体参考值范围见附录A。

### 11.4 仪器设备

X射线衍射图谱的采集应使用本标准所使用的EVASTAR E2型便携式X射线衍射仪，不同的仪器因自身的噪声等因素影响对所采集的图谱也会产生相应的影响，从而影响后续建模效果。仪器操作应严格按照操作规程进行，确保仪器的正常运行和数据的准确性。

### 11.5 机器学习算法

机器学习算法的参数设置应根据实际情况进行优化，以获得最佳的预测效果。

附录 A  
(资料性)

表 A.1 大青盐品质指标数据统计

统计量/品质指标	氯化钠含量 (%)
最小值	96.41
最大值	100.40
平均值	98.58
注：样本容量为110份	

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 大青盐质量评价指标 X 射线衍射法校正集模型数据

模型	预处理	特征选择	$R_c^2$	$RMSE_c$
PLS	MSC	CARS	0.8954	0.2856
SVR	MSC	CARS	0.8532	0.2458

表 B.2 大青盐质量评价指标 X 射线衍射法验证集模型数据

模型	预处理	特征选择	$R_v^2$	$RMSE_c$	RPD
PLS	MSC	CARS	0.8954	0.2856	2.9571
SVR	MSC	CARS	0.8532	0.2458	1.9068

山东省中药协会团体标准征求意见稿

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 1.1-2020 标准化工作准则 第一部分：标准化文件的结构和起草结构规则
- [2] T/OTOP 1065—2024 小杂粮品质快速无损检测 近红外光谱法
- [3] T/REIANM T/REIANM0307—2024 萤石矿中  $\text{CaF}_2$  量的测定 基于晶胞精修的 X 射线衍射法
- [4] T/YXNX 004—2021 铝硅质耐火材料中莫来石相含量测定 (X 射线衍射全谱拟合法)
- [5] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部. 北京:中国医药科技出版社, 2020.
- [6] 钱喜龙, 章芊芊, 朱星宇, 等. X 射线技术在矿物药研究中的应用[J/OL]. 中国现代中药, 1-9[2025-03-13].
- [7] 康凯, 周凌, 张艳华, 等. 中药材滑石粉及其伪品 X 射线衍射分析及物相鉴定[J]. 中国药物评价, 2020, 37 (04) :269-272.
- [8] 杨天鸣, 苏瀚博, 龚小霞, 等. 不同产地甘草 X-射线粉末衍射指纹图谱的偏最小二乘判别分析方法[J]. 化学与生物工程, 2018, 35 (03) :63-65.
-