



# 团 体 标 准

T/SDTCMA XXXX—2025

## 中药蒲黄质量评价：近红外光谱法

Quality Evaluation of Traditional Chinese Medicine of Typhae Pollen by  
Near-infrared Spectroscopy

(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 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 .....	2
10 操作规范 .....	2
10.1 仪器操作 .....	2
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、山东博康中药有限公司、山东一方制药有限公司、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、成都市药品检验研究院、山东中医药大学。

本标准主要起草人：汪冰、林永强、王建刚、杨纯国、张振方、汤海涛、程显隆、王莹、董钰宁、解盈盈、薛菲、栾永福、许世超、陈晓彤、刘洪超、孙沛霖、林林、崔伟亮、焦阳、徐兴燕、罗霄、李慧芬。

山东省中药协会团体标准征求意见稿

# 中药蒲黄质量评价:近红外光谱法

## 1 范围

本文件规定了采用近红外光谱技术对中药蒲黄质量进行评价。

本文件适用于采用近红外光谱技术对中药蒲黄药材及饮片的质量进行评价,涵盖自发布之日起相关产品的生产、加工、销售等环节。

## 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

**蒲黄** puhuang

蒲黄为香蒲科植物水烛香蒲 *Typha angustifolia* L.、东方香蒲 *Typha orientalis* Presl 或同属植物的干燥花粉。

### 3.2

**参考值** reference values

按照《中国药典》对蒲黄中的水分、总灰分、浸出物和含量进行测定的结果。

### 3.3

**预测值** estimate values

用校正模型和样品光谱计算所得到的蒲黄样品的成分浓度。

### 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。

## 4 原理

采用近红外光谱分析(Near-Infrared Spectroscopy, NIRS)对蒲黄中的水分、总灰分、浸出物和含量进行定量分析的原理如下:蒲黄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~2526nm),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(PLSR)模型是一种常用定量预测模型。它同时考虑了近红外光谱数据矩阵 $X$ 与蒲黄质量参数矩阵 $Y$ 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,在蒲黄质量评价中具有良好的应用效果。

## 5 试剂和材料

香蒲新苷和异鼠李素-3-O-新橙皮苷对照品、甲醇、乙醇、磷酸、乙腈。

## 6 仪器设备

XSE205UD十万分之一电子天平、LC-20AT岛津高效液相色谱仪、DGG-9070B型电热恒温鼓风干燥箱、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 $\text{cm}^{-1}$ 。

## 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 将蒲黄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。

8.1.2 扫描次数为64次，分辨率为8 $\text{cm}^{-1}$ ，扫描范围为4000~10000 $\text{cm}^{-1}$ 。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》蒲黄项下的水分、总灰分、浸出物和含量测定的结果作为参考值，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，对采集的光谱数据进行使用S-G滤波平滑进行预处理；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模型对蒲黄中的水分、总灰分、浸出物和含量进行预测，计算相关系数( $R^2$ )、均方根误差(RMSE)、性能偏差比(RPD)，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。

## 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，对待测蒲黄样品的光谱数据进行分析，计算出蒲黄中水分、总灰分、浸出物和含量的数据。

### 9.2 结果报告

测定结果应报告为蒲黄中水分、总灰分、浸出物和含量(%)，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》规定的蒲黄中水分、总灰分、浸出物和含量的标准时，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 分钟之后开始运行，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，确保仪器的性能稳定可靠。

## 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 $20^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ ，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。

### 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
水分	5.2%-14.2%
总灰分	3.9%-9.5%
浸出物	11.6%-30.4%
含量	0.25%-0.98%

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 蒲黄质量评价指标近红外光谱校正集模型数据

模型	特征选择	预处理	主成分数	$R_c^2$	$RMSE_c$
水分	CARS	S-G	9	0.9882	0.2302
总灰分	CARS	S-G	10	0.9677	0.2471
浸出物	CARS	S-G	10	0.9952	0.4135
含量	CARS	S-G	9	0.9751	0.0352

表 B.2 蒲黄质量评价指标近红外光谱验证集模型数据

模型	特征选择	预处理	主成分数	$R_v^2$	$RMSE_v$	RPD
水分	CARS	S-G	9	0.9449	0.2314	6.5467
总灰分	CARS	S-G	10	0.8677	0.2550	3.8703
浸出物	CARS	S-G	10	0.9823	0.5112	8.3610
含量	CARS	S-G	9	0.9620	0.0380	4.2141

## 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 Curcumae 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.
-