

基于 NIRS 快速测定火炭母水分和浸出物的含量

雪奕怡^{1,2,3}, 李智勇^{*2,3}, 徐文杰^{2,3}, 王思丰^{1,2,3}, 李璧竹^{1,2,3}, 陈泳琳^{1,2,3}, 张建军^{2,3}

(1. 广州中医药大学 第五临床医学院, 广东 广州 510080;

2. 广东省第二中医院 广东省中医药工程技术研究院, 广东 广州 510095;

3. 广东省中医药研究开发重点实验室, 广东 广州 510095)

摘要:建立快速简便测定火炭母水分和浸出物含量的方法。采用近红外光谱(NIRS)结合化学计量法偏最小二乘法(PLS)将光谱信息与火炭母水分和浸出物含量相关联,优选波段、预处理方法、主因子数,建立最佳定量模型,并进行外部验证。火炭母水分和浸出物模型的 R_{cv} 分别为 0.918 7、0.930 2;RMSEC 分别为 0.210 8、0.514 4;RMSECV 分别为 0.271 6、0.794 1;模型预测 RMSEP 分别为 0.002 8、0.010 3; R_p 分别为 0.999 3、0.998 4;RPD 分别为 3.97、4.29;最佳主因子数分别为 6、7。证明两种模型具有良好的准确性和稳定性。其模型的预测值和实测值均无显著性差异($P>0.05$)。建立的定量模型可用于预测火炭母的水分和浸出物含量,为火炭母的质量控制提供了一种简便、快速、环保的方法。

关键词:火炭母;近红外光谱;偏最小二乘法;定量模型;浸出物;水分

中图分类号:R282-65 文献标识码:A 文章编号:0258-3283(2024)08-0066-06

DOI:10.13822/j.cnki.hxsj.2024.0057

Based NIRS Determination of Moisture Content and Extract in Polygonum chinense Rapidly XUE Yi-yi^{1,2,3}, LI Zhi-yong^{*2,3}, XU Wen-jie^{2,3}, WANG Si-feng^{1,2,3}, LI Bi-zhu^{1,2,3}, CHEN Yong-lin^{1,2,3}, ZHANG Jian-jun^{2,3} (1. The Fifth Clinical School of Guangzhou University, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510080, China; 2. Guangdong Academy of Traditional Chinese Medicine Engineering Technology, Guangdong Second Hospital of Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510095, China; 3. Guangdong Provincial Key Laboratory of Research and Development in Traditional Chinese Medicine, Guangzhou 510095, China)

Abstract: Establishing a rapid and simple method to determinate the moisture content and extract of Polygonum chinense. Near-infrared spectroscopy (NIRS) combined with chemometric partial least square method (PLS), was used to correlate spectral information with the moisture content and extract of the Polygonum chinense L. By optimize the number of wavelength bands, pre-processing methods and principal factors, an optimal quantitative model was established, followed by external validation. The R_{cv} of the model for the moisture and extract of the Polygonum chinense were 0.918 7 and 0.930 2, respectively; the RMSEC were respectively 0.210 8 and 0.514 4; the RMSECV were 0.271 6 and 0.794 1, respectively; the prediction of model RMSEP were 0.002 8 and 0.010 3, respectively; the R_p were 0.999 3 and 0.998 4, respectively; the RPD were 3.97 and 4.29, respectively; and the optimal number of principal factors were 6 and 7, respectively. The results proved that the two models had good accuracy and stability. There was no significant difference between the predicted and measured values of models ($P>0.05$). The established quantitative model can be used to predict the moisture content and extract of Polygonum chinense L., which provides a simple, rapid and eco-friendly method for the quality control of Polygonum chinense.

Key words: Polygonum chinense L.; near-infrared spectroscopy; partial least square method; quantitative model; extract; moisture content

火炭母(Polygonum chinense L.)为蓼科植物火炭母或粗毛火炭母的干燥全草,其味辛、苦,性凉,归肝、脾经,具有清热利湿、凉血解毒、平肝明目、舒筋活血的功效,常用于治疗痢疾、肠炎、肝炎、湿疹等^[1],主产于广东、广西、四川、贵州、福建等地。火炭母药材在岭南地区作为治疗腹泻、咽喉炎、跌打损伤等症的地方药材使用,其疗效得到了广大患者的认可^[2]。

药材水分和浸出物的含量是药材质量控制及

存储的重要指标,其传统方法虽有效准确,但存在

收稿日期:2024-01-26;网络首发日期:2024-05-15

作者简介:雪奕怡(1999-),女,广西玉林人,硕士生,主要研究方向为中药制剂及其药效物质基础研究。

通讯作者:李智勇, E-mail: aalzy@163.com。

引用本文:雪奕怡,李智勇,徐文杰,等.基于 NIRS 快速测定火炭母水分和浸出物的含量[J].化学试剂,2024,46(8):66-72。

操作繁琐、效率低下、污染大等缺点^[3,4]。近红外光谱(Near Infrared Spectroscopy, NIRS)是集光子、计算机技术、化学计量法及光谱分析技术于一体的现代光谱分析检测技术。NIRS 介于可见光谱区与中红外谱区之间的电磁波,通过有机化合物中的碳、氢、氧等基团在红外区域振动吸收进行检测,具有快速、无损、样品用量少、实时检测等优点,可结合化学计量法对固体、液体、气体等直接测定,从而实现定性、定量、在线分析及复杂环境样品的分析检测^[5-7]。目前被广泛应用于药材、食品、药品生产过程控制等行业产品质量评价分析^[8]。

随着人们对岭南特色药的重视,火炭母的应用逐年增加,亟需一种快速无损测定水分和浸出物等质量控制的方法,以保证其用药质量^[9]。根据火炭母现行标准《广东省中药材标准》2019 年版第三册项下相关规定测定水分和浸出物含量,本研究拟采用 NIRS 结合偏最小二乘法(Partial Least Square Method, PLS)优选波段及预处理方法建立火炭母水分和浸出物含量 NIRS 定量模型,为火炭母质量控制提供技术支持。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

Luminar 便携式 AOTF 型近红外光谱仪(配铟镓砷(InGaAs)检测器,美国 Brimrose 公司);DH81-9203A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司);YR-150 型多功能粉碎机(永康市五瑞工贸有限公司);XS205 型十万分之一电子分析天平(瑞士 Mettler Toledo 公司);HH-8 型恒温水浴锅(邦西仪器科技上海有限公司);化学计量学软件 Unscrambler(美国 Brimrose 公司);SPSS25 统计软件。

不同产地火炭母药材(50 批)采购于广东省广州市清平市场,经广东省中医药工程技术研究院李智勇主任中药师鉴定,均属于廖科植物火炭母或粗毛火炭母的干燥全草;95%乙醇(分析纯,广州化学试剂厂)。

2 结果与讨论

2.1 火炭母水分与浸出物含量的测定

浸出物系指用水或其他适宜的溶剂对中药材及饮片可溶性物质进行的测定,目的在于保证药材或饮片的质量和临床有效性。浸出物测定法是表明浸出物中药常用质量评价方法之一,其可

以间接反映中药材及饮片中药有效成分的含量^[10]。参照《中国药典》2020 年版四部通则 0832 水分测定法第二法烘干法、2201 浸出物测定法的热浸法^[11,12],分别测定 50 批火炭母水分和浸出物含量。

实验结果见表 1,火炭母 50 批药材的水分含量均符合规定(水分<14%),其中 20230009、20230018、20230023、20230024、20230027、20230855 的浸出物含量低于标准要求(稀乙醇浸出率>15%),可能因产地、环境气候、采收时期、生长年限及加工方式等因素所影响,但为提高所建立模型的准确度和适应性,一并纳入模型的建立^[13]。

表 1 50 批火炭母基本信息表
Tab.1 Basic information table of 50 batches of *Polygonum chinense* L.

No.	批号	浸出物/%	水分/%	产地
1	20230022	17.00	7.85	广东阳江
2	20231030	25.48	7.14	广东阳江
3	20231549	16.63	7.25	广东阳江
4	20231101	15.00	6.35	广东阳江
5	20230001	23.20	7.97	广东阳江
6	20231350	20.16	7.19	广东揭阳
7	20230010	15.78	8.40	广东揭阳
8	20230003	21.09	6.99	广东揭阳
9	20231358	18.86	6.79	广东揭阳
10	20232246	15.16	7.42	广东揭阳
11	20231742	26.50	6.88	广东梅州
12	20231039	21.31	9.30	广东梅州
13	20230008	24.94	8.72	广东梅州
14	20230016	17.41	7.42	广东梅州
15	20230027	12.96	9.29	广东梅州
16	20230020	15.74	9.01	广东梅州
17	20230017	17.91	7.77	广西
18	20231034	19.73	7.11	广西
19	20230002	17.33	9.00	广西
20	20230023	12.66	7.97	广西
21	20231033	22.71	8.95	广西玉林
22	20230014	15.22	8.49	广西玉林
23	20230024	13.45	8.04	广西玉林
24	20231245	15.38	7.53	广西玉林
25	20231114	23.19	5.97	广西钦州
26	20230015	17.52	7.68	广西钦州
27	20230021	15.49	8.19	广西钦州
28	20230018	9.33	10.54	安徽
29	20231707	16.05	6.67	安徽亳州
30	20231637	17.67	6.94	安徽亳州
31	20230005	15.84	8.85	安徽亳州
32	20230006	17.10	7.97	安徽亳州

续表

No.	批号	浸出物/%	水分/%	产地
33	20230012	18.57	9.22	安徽亳州
34	20230048	24.09	8.54	安徽亳州
35	20230025	14.60	8.21	浙江
36	20230007	20.10	8.03	浙江
37	20230855	14.01	9.05	浙江
38	20231121	17.56	6.42	浙江
39	20230004	15.32	8.50	浙江
40	20230011	19.55	9.48	浙江
41	20235100	15.72	6.35	浙江
42	20231534	17.29	9.22	云南昭通
43	20230009	14.03	9.11	云南昭通
44	20231540	16.75	7.55	云南昆明
45	20230942	21.92	9.05	湖南
46	20230013	16.99	8.90	湖南
47	20230934	20.14	9.35	河北保定
48	20231025	17.15	6.83	陕西
49	20231035	23.26	6.24	福建厦门
50	20230019	13.19	8.57	四川巴中

2.2 NIRS 采集方式

取火炭母粉末各 8 g(过五号筛),置于石英样品杯中,轻压均匀,采用近红外漫反射部件进行扫描。光谱采集条件:背景对照:空气;温度:(25±2)℃;相对湿度:50%;波长范围:1 100~2 300 nm;光程:2.0 nm;扫描模式:Ratio mode;扫描次数:2 次,样品 NIRS 原始图谱^[14]见图 1。

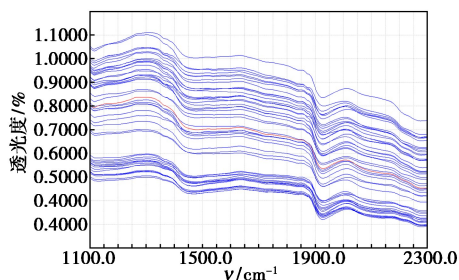


图 1 火炭母原始图谱^[14]

Fig.1 Original fingerprint of *Polygonum chinense* L.^[14]

2.3 近红外模型的建立

采用 NIRS 结合 PLS 将光谱信息与水分和浸出物含量相关联,通过 Unscrambler 软件建模所得校正集误差均方根(RMSEC)、相关系数(R_{cv})、交叉验证误差均方根(RMSECV)判定模型对样品的预测能力。模型建立后,以验证集误差均方根相关系数(R_p)、验证集误差均方根(RMSEP)、相对分析误差(RPD)作为评价指标对模型预测准确度进行评价。其中 R^2 值越接近 1,表明光谱信息与实际含量之间的线性关系越佳;RMSEC、

RMSECV、RMSEP 越小, RMSEC、RMSEP 之间差值越小,则模型的精度、稳定性越高,预测性能越好,RPD>1.5 时,表示模型合格,RPD>3 时,表示模型准确度较高。其计算公式如下^[15]:

$$R_p = \sqrt{1 - \frac{\sum_{i=1}^m (C_i - \hat{C}_i)^2}{\sum_{i=1}^m (C_i - C_m)^2}} \quad (1)$$

$$RMSEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (C_i - \hat{C}_i)^2}{m}} \quad (2)$$

$$RPD = SD / \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n(m)} (C_i - \hat{C}_i)^2}{(m-1)}} \quad (3)$$

其中: C_i 为参考方法测量值, $\hat{C}_i$ 为近红外模型预测值, C_m 为验证集中所有样本参考方法测定值的平均值, n 为校正集样本数, m 为验证集样本数,SD 为验证集的标准偏差。

2.3.1 样品集的划分

建立模型的关键是校正集数值覆盖范围是否广泛,数值范围对模型的精度和稳定性存在较大影响^[16]。本研究采用随机分集法选取全批次的 10% 为验证集,90% 作为校正集,水分和浸出物校正集含量的范围分别为 5.97%~10.54%、9.33%~26.50% 将样本含量最大、最小值(包括不合格样品)纳入校正集,覆盖范围较广,能够较好满足构建线性定量模型的需求,从而使模型更具备普适性^[17]。

表 2 样本集的成分分布范围

Tab.2 Range of component distributions of the sample set

模型名称	样本集	样本数/个	含量范围/%	平均值/%	SD/%
水分	校正集	45	5.97~10.54	8.07	1.04
	验证集	5	6.35~9.30	7.47	1.13
浸出物	校正集	45	9.33~26.50	17.91	3.55
	验证集	5	14.01~25.48	17.19	4.70

2.3.2 建模方法的选择

由于近红外光谱吸收强度较弱,吸收峰重叠严重,需结合相应化学计量法建立模型以消除峰重叠的影响,提高模型精度^[18]。PLS 是目前最常用的回归方法,该方法计算简便、预测精度高,可同时在同一算法下进行回归建模、数据压缩、相关分析及综合多种数据分析应用,故本研究采用 PLS 作为建模方法^[19-21]。

2.3.3 光谱波段范围的选择

因近红外全波段光谱信息复杂,针对性较弱,为提高精度、准确性及速度,消除无关干扰,建立最佳预测模型,保证正确选取成分的特征图谱,进行波段的有效划分,将 NIRS 图谱区间分为 9 个不同的间隔进行比较分析。

各评价指标结果见表 3,因 NIRS 是利用有机

物中含有一CH、—NH、—OH 等化学键基频振动的倍频及合频特性进行测定。大量研究结果表明,短波红外区域(1 350~2 500 nm)是对中药水分变化最敏感的光谱区域,1 100~1 200 nm 主要是一CH 的二级倍频区域、1 430 nm 是一OH 的一级倍频,火炭母浸出物中含有少量的蒽醌、甾体、酚酸类化合物,但主要以黄酮类化合物为主,其主要基团为一CH、—OH^[22,23]。本实验结合文献选择 1 500~2 300、1 100~2 100 nm 分别作为火炭母水分、浸出物定量模型的建模波段。

表 3 不同光谱区段的建模结果

Tab.3 Modeling results of different spectral bands							
模型	波长范围/ nm	校正集			验证集		
		RMSEC	RMSECV	R_{cv}	RMSEP	R_p	RPD
水分含量	1 100~1 500	0.255 2	0.293 5	0.907 8	0.007 7	0.994 8	1.45
	1 100~1 700	0.200 0	0.303 9	0.901 0	0.020 9	0.961 0	0.54
	1 100~1 900	0.188 3	0.312 7	0.903 4	0.018 2	0.970 4	0.61
	1 100~2 100	0.197 3	0.281 4	0.906 0	0.006 0	0.996 8	1.85
	1 100~23 00	0.226 8	0.303 1	0.905 1	0.006 4	0.996 4	1.74
	1 300~2 300	0.238 7	0.278 2	0.907 7	0.004 3	0.998 4	2.62
	1 500~2 300	0.243 7	0.291 4	0.903 8	0.002 9	0.999 3	3.88
	1 700~2 300	0.236 6	0.292 6	0.902 7	0.003 1	0.999 2	3.66
	1 900~2 300	0.248 2	0.289 8	0.904 4	0.004 1	0.998 5	2.74
浸出物含量	1 100~1 500	0.727 9	0.884 7	0.922 3	0.027 4	0.988 8	1.62
	1 100~1 700	0.334 4	0.985 4	0.914 5	0.070 8	0.070 8	0.73
	1 100~1 900	0.756 7	1.088 5	0.908 8	0.028 0	0.988 3	1.59
	1 100~2 100	0.514 4	0.794 1	0.930 2	0.010 3	0.998 4	4.29
	1 100~2 300	0.117 1	1.423 0	0.826 5	0.024 5	0.991 0	1.81
	1 300~2 300	0.782 2	0.904 5	0.907 7	0.030 2	0.986 3	1.47
	1 500~2 300	0.816 3	0.942 1	0.917 2	0.014 4	0.996 9	3.08
	1 700~2 300	0.860 5	0.984 1	0.911 0	0.015 3	0.996 5	2.90
	1 900~2 300	0.815 8	0.935 9	0.920 2	0.015 5	0.996 4	2.87

2.3.4 光谱预处理方法的选择

为减少药材粉末大小、扫描环境、仪器设备等造成的噪声信息、基线漂移及散射等问题,消除与指标无关因素的影响,提高模型精度和准度,需对光谱进行预处理^[24,25]。可采用标准正态变量变换法(SNV)、多元散射校正(MSC)、导数处理(First Derivative, 1D、Second Derivative, 2D)、SG 平滑(Savitzky-Golay, SG)、SG+1D9 点法(SG1D9S)、SG+1D11 点法(SG1D11S)、SG+2D11 点法(SG2D9S)、SG+2D11 点法(SG2D9S)、SNV+1D、SNV+2D、MSC+1D、MSC+2D 等处理光谱。其中 MSC 和 SNV 可以消除粉末大小不均带来的干扰;导数可以消除基线漂移和背景干扰;SG 可以消除噪声影响^[26,27]。以 R、RMSECV、RMSEC、RMSECP、RPD 作为评价指标,综合比较各指标结果。火炭母水分和浸出物含量光谱的预处理方法分别为 SNV+1D 和 SG1D9S^[28],结果见表 4。

表 4 不同预处理方法的建模结果

Tab.4 Modeling results of different pre-processing methods

模型	预处理方法的选择	校正集			验证集		
		RMSEC	RMSECV	R_{cv}	RMSEP	R_p	RPD
水分含量	未处理	0.278 4	0.302 2	0.902 1	0.005 5	0.997 3	2.03
	SNV	0.242 4	0.299 7	0.908 1	0.004 1	0.998 5	2.74
	MSC	0.241 5	0.291 3	0.913 0	0.005 1	0.997 7	2.18
	1D	0.236 2	0.291 0	0.905 3	0.003 0	0.999 2	3.69
	2D	0.028 5	0.371 1	0.867 7	0.009 7	0.991 7	1.15
	SG1D9S	0.236 6	0.292 6	0.902 7	0.003 0	0.999 2	3.67
	SG1D11S	0.230 0	0.285 9	0.908 6	0.003 2	0.999 1	3.52
	SG2D9S	0.201 0	0.293 6	0.909 2	0.006 3	0.996 5	1.77
	SG2D11S	0.205 1	0.299 9	0.901 1	0.005 1	0.997 7	2.17
	SNV+1D	0.225 3	0.280 5	0.913 3	0.002 8	0.999 3	3.96
	SNV+2D	0.057 4	0.318 8	0.904 7	0.007 9	0.994 4	1.41
	MSC+1D	0.242 7	0.300 2	0.900 5	0.003 5	0.998 9	3.19
	MSC+2D	0.567 5	0.316 4	0.897 0	0.009 0	0.992 9	1.24
	SNV+MSC	0.247 7	0.305 9	0.904 2	0.013 7	0.983 5	0.82
浸出物含量	未处理	0.946 7	1.134 2	0.912 1	0.028 7	0.987 7	1.55
	SNV	0.687 9	0.839 4	0.901 9	0.021 1	0.993 3	2.10
	MSC	0.868 2	1.005 5	0.911 8	0.015 7	0.996 3	2.82
	1D	0.669 8	0.924 2	0.923 9	0.017 1	0.995 6	2.59
	2D	0.489 8	0.910 8	0.901 1	0.029 5	0.986 9	1.51
	SG1D9S	0.514 4	0.794 1	0.930 2	0.010 3	0.998 4	4.29
	SG1D11S	0.678 1	0.787 9	0.914 1	0.026 6	0.989 4	1.67
	SG2D9S	0.802 7	1.117 7	0.902 4	0.023 6	0.991 6	1.88
	SG2D11S	0.678 1	0.787 9	0.914 1	0.028 8	0.987 5	1.54
	SNV+1D	0.366 0	0.718 7	0.914 5	0.025 3	0.990 4	1.75
	SNV+2D	0.136 1	1.042 4	0.875 4	0.038 0	0.978 2	1.17
	MSC+1D	0.146 5	1.065 0	0.905 0	0.026 8	0.989 3	1.66
	MSC+2D	0.306 1	0.966 3	0.907 7	0.038 0	0.978 2	1.17
	SNV+MSC	0.694 5	0.850 4	0.901 9	0.022 6	0.992 4	1.97

2.3.5 主因子数(n)的选择

合理确定 n 是建立模型优劣的关键因素之一^[29],其大小可影响建立模型的准确度,建模过程 n 太少,不能充分利用 NIRS 的信息; n 过多,则建立模型过程中易引入噪音,降低模型准确度,同时模型计算量变大,适应性减弱^[30,31]。当 RMSECV 越小,所选的 n 越优。根据图 2 所示,浸出物和水分主因子数>6、7 之后, RMSECV 值变化

表 5 RMSECV 变化值

Tab.5 Changes in RMSECV values

n	水分模型	浸出物模型	n	水分模型	浸出物模型
1	0.814 5	2.641 3	11	0.375 0	1.063 1
2	0.488 6	1.919 8	12	0.388 7	1.027 6
3	0.390 7	1.345 5	13	0.402 8	0.991 3
4	0.348 8	1.051 5	14	0.423 0	0.946 0
5	0.280 5	0.897 0	15	0.433 7	0.949 5
6	0.271 6	0.834 8	16	0.436 2	0.961 0
7	0.288 1	0.794 1	17	0.435 7	0.972 1
8	0.303 5	0.803 7	18	0.445 5	0.980 0
9	0.341 6	0.873 0	19	0.448 2	0.995 0
10	0.361 4	1.010 8	20	0.455 1	0.990 1

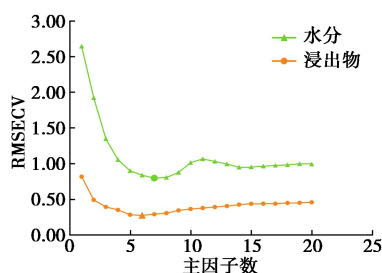


图 2 NIRS 模型主因子数

Fig.2 Number of principal factors in NIRS model

幅度迅速变缓,且浸出物和水分主因子数分别为 6、7 时 RMSECV 最小,因此浸出物和水分的最佳主因子数为 6、7。

2.3.6 校正模型的建立

使用优化参数分别建立火炭母水分和浸出物定量模型,具体参数见表 6,结果见图 3。根据评价指标,RMSEC、RMSEP 越小,两者差值越小,模型越精确。最佳建模条件中,考虑到 RMSEP 最

表 6 定量模型最佳条件

Tab.6 Optimal conditions for quantitative model

参数	水分模型	浸出物模型
建模方法	PLS	PLS
波长范围/nm	1 500~2 300	1 100~2 100
光谱预处理方法	SNV+1D	SG1D9S
n	6	7
RMSEC	0.210 8	0.514 4
RMSECV	0.271 6	0.794 1
R_{cv}	0.918 7	0.930 2
RMSEP	0.002 8	0.010 3
R_p	0.999 3	0.998 4
RPD	3.97	4.29

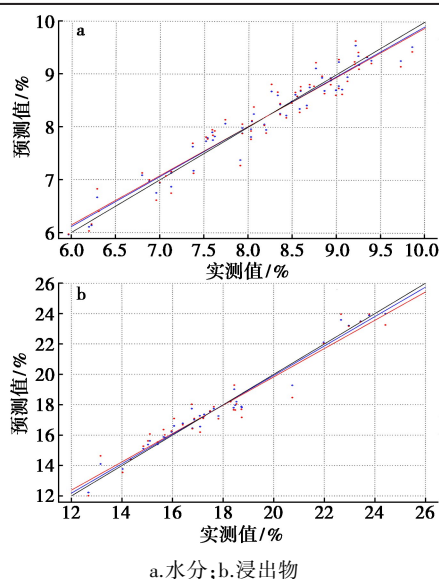


图 3 火炭母水分和浸出物定量模型图

Fig.3 Quantitative model of the moisture and extract of Polygonum chinense

小时,RPD 值可能符合高精度模型要求,定量模型最佳条件需综合考虑进行选择。

2.3.7 模型的外部验证

本研究建立火炭母水分和浸出物含量的定量校正模型,并对验证集 5 批样品进行外部验证,从而判定模型的优异,结果见表 7。

表 7 模型外部验证结果

Tab.7 Results of the external validation of the model

样品	水分含量			样品	浸出物含量		
	预测值/%	实测值/%	相对误差/%		预测值/%	实测值/%	相对误差/%
1540	7.43	7.55	1.54	1030	25.14	25.48	1.36
1039	9.11	9.30	2.09	0855	14.30	14.01	2.12
1358	6.53	6.79	3.80	0002	17.95	17.33	3.60
5000	7.33	7.38	0.67	0006	18.29	17.10	6.95
5100	6.06	6.35	4.57	2246	16.38	15.16	8.02
RAD	1.24%			RAD	1.64%		

结果显示:火炭母水分含量和浸出物含量的预测值与实测值的 RAD(相对平均偏差)分别为 1.24%、1.64%。经配对 t 检验:水分含量、浸出物含量的预测值和实测值均无显著性差异($P > 0.05$),相对误差均在 10% 以内,表明预测值与实测值相近。说明优选参数所建的定量预测模型对火炭母水分和浸出物含量预测的准确度高,稳定性好。

3 结论

准确、快速、无损测定样品是当今检测发展趋势之一,随着计算机技术和化学分析技术的发展,应用 NIRS 的快速检测对中药质量控制具有重要的意义。

由于不同参数将致使 NIRS 图谱拟合能力各异,本研究以火炭母水分和浸出物为研究对象,通过 NIRS 结合 PLS,考察最佳波段、预处理方法及主因子数以去除背景噪音、物质粒度等与考察指标无关的因素,以建立火炭母水分和浸出物的最佳 NIRS 定量模型。结果表明水分和浸出物的最佳波长分别为 1 500~2 300、1 100~2 100 nm;最佳预处理方法分别为 SNV+1D、SG1D9S。其 R 值均在 0.9 以上,RPD 均在 3 以上,各项指标均符合要求,验证集的预测结果与传统方法测定结果无显著性差异。

本研究在实验过程中发现:(1)样品量的数量将会直接影响模型的准确度,不利于模型的建立。本实验在进行预实验后扩大样品集范围至

90%,以提升模型的准确度;(2)单一指标筛选模型会致使模型的过拟合现象本研究将RMSEC、RMSECV、RMS EP、RPD、 R 值多种数值作为评价指标,从而保证NIRS模型的准确性;(3)同为导数预处理,1DNIRS模型与2DNIRS模型的拟合效果差距较大,光谱求导增加将导致噪声升高,光谱信噪比降低,从而致使NIRS效果降低,可根据模型情况选择较小的导数。

综上所述,相对于传统方法的耗时、繁琐、环保性差,NIRS结合化学计量法能够实现样品的快速、准确、无损测定。本研究结果表明,NIRS结合PLS建立的NIRS定量模型能对火炭母水分和浸出物含量进行较精准的预测,为火炭母药材质量的快速评价提供了科学依据与思路。

参考文献:

- [1] 谢凤凤.火炭母化学成分分析、解热抗炎药效物质研究及产品开发[D].南宁:广西民族大学,2023.
- [2] 陈钰凤,范明,马玉婷.基于网络药理学的火炭母、凤尾草治疗溃疡性结肠炎的潜在机制研究[J].中国中医药图书情报杂志,2023,47(6):59-64.
- [3] 王喜东,邓海霞,陈更新.岭南常用中草药及其药对在消化系统疾病中的应用[J].新中医,2023,55(14):60-65.
- [4] 许楷斯,倪晓良,许尤佳.罗笑容治疗岭南地区小儿泄泻经验探析[J].中国中医基础医学杂志,2020,26(8):1177-1179.
- [5] 张悦,周骏辉,王思曼,等.基于可见光-近红外高光谱成像技术的陈皮陈化年份鉴别研究[J].光谱学与光谱分析,2023,43(10):3286-3292.
- [6] 段晓婷,冯杰明,黄俊斌,等.基于近红外光谱技术的陈皮提取物质量监控方法研究[J].广东药科大学学报,2023,39(3):97-101.
- [7] 彭璐,钟淑梅,廖鹏程,等.基于近红外光谱技术快速定量分析天麻有效成分[J].医药导报,2022,41(6):858-862.
- [8] 何庆元,任义,刘京华,等.基于NIRS快速测定苜蓿青干草品质成分[J].光谱学与光谱分析,2023,43(12):3753-3757.
- [9] 赵巍,张云霞,梁家芬,等.国医大师禡国维教授运用岭南特色草药治疗皮肤病经验[J].中华中医药杂志,2016,31(1):117-120.
- [10] 阮丽君,姚彩云,吴云秋,等.不同国家(地区)穿心莲药材质量标准现状概述[J].中国中药杂志,2020,45(24):5890-5897.
- [11] 广东省食品药品监督管理局.广东省中药材标准(第三册)[M].广东:广东科技出版社,2019:125-129.
- [12] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[M].北京:中国医药科技出版社,2020:509-510.
- [13] 刘佳灵,敬勇,赖月月,等.半夏浸出物不合格因素的探讨[J].中药材,2019,42(6):1261-1266.
- [14] 赵艳莉,赵倩,李志强.基于近红外光谱的SSA-RELM的菠萝含水率快速检测[J].食品与机械,2023,39(11):79-86.
- [15] 潘秀珍,刘路路,任晓红,等.基于近红外光谱技术建立连翘叶中5种活性成分动态定量模型[J].北京中医药大学学报,2023,46(9):1280-1290.
- [16] 杨硕,黄义文,周大云,等.基于近红外光谱技术建立棉籽蛋白质含量快速无损测定方法[J].中国粮油学报,2023,35(3):211-219.
- [17] 耿颖,刘毅,王雪蕾,等.近红外光谱法和统计学过程控制方法对亚叶酸钙药品对照品水分进行质量控制的研究[J].中国药物警戒,2023,20(11):1221-1227.
- [18] 张淑芳,雷蕾,雷顺新,等.近红外漫反射光谱的茉莉花产地溯源[J].光谱学与光谱分析,2023,43(11):3389-3395.
- [19] 何小英,刘鑫,倪琳,等.基于中红外光谱法鉴定党参及结合化学统计学分析掺伪分数研究[J].中医药信息,2023,41(4):14-20.
- [20] 杨越.基于近红外光谱技术的中药生产过程质量控制方法研究[D].杭州:浙江大学,2018.
- [21] 陶金,李淞明,詹常森.近红外光谱结合偏最小二乘法所建模型快速预测胆宁片中间体中大黄素的含量[J].理化检验-化学分册,2023,59(7):833-836.
- [22] 刘庭恺,胡子康,龙婉君,等.基于近红外和中红外光谱的杜仲产地溯源[J].化学试剂,2022,44(7):952-959.
- [23] 杨向春,陈丽芳,王浩伟,等.近红外光谱技术在川麦冬原位检测中的应用研究[J].分析测试学报,2023,42(8):943-951.
- [24] 彭娟,邵学广,楚刚辉.微型近红外光谱法快速检测赛买提杏糖度[J].分析试验室,2023,42(10):1285-1291.
- [25] 汪睿,石兰兰,王玉荣.利用近红外光谱技术快速预测楸树木材抗弯性质[J].光谱学与光谱分析,2023,43(2):557-562.
- [26] 张永超,徐芳芳,李执栋,等.基于广义路径追踪算法建立桂枝茯苓胶囊和天舒胶囊中间体水分的近红外光谱通用定量模型[J].中草药,2023,54(22):7436-7444.
- [27] 王巧,熊丰,王游游,等.红外光谱结合化学计量学鉴别西红花的产地[J].化学试剂,2023,45(3):112-119.
- [28] ZHOU Z, LI Y, ZHANG Q, et al. Comparison of ensemble strategies in online NIR for monitoring the extraction process of pericarpium citri reticulatae based on different variable selections[J]. *Planta Med.*, 2016, 82(1/2):154-162.
- [29] 王永香,郑伟然,米慧娟,等.热毒宁注射液青蒿金银花浓缩过程近红外快速定量检测方法的建立[J].中草药,2017,48(1):102-108.
- [30] 吕悦,吴杭莎,韦飞扬,等.黄精多指标成分近红外光谱快速定量分析模型建立[J].中成药,2022,44(9):2878-2884.
- [31] 符国成,李贱娥,陆美清,等.近红外光谱法快速测定复方感冒灵颗粒中对乙酰氨基酚的含量[J].中国医药工业杂志,2023,54(12):1768-1773.