

ICS 67.050
CCS X04

T/CTAAC

中国防伪行业协会团体标准

T/CTAAC 010—2025

天然白桦树汁真实性识别技术导则

Technology guidelines for the authenticity identification of natural silver birch sap

2025 - 07 - 30 发布

2025 - 07 - 30 实施

中国防伪行业协会 发布

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国防伪行业协会提出并归口。

本文件起草单位：中轻技术创新中心有限公司、中国质量检验检测科学研究院、北京工业大学、伊春市九峰山养心谷森林食品有限公司、北京嘉桦生物技术有限公司、农夫山泉股份有限公司、黑龙江瓊之桦生物科技有限公司、上海零定律食品科技有限公司、吉林出彩农业产品开发有限公司、武汉中科牛津波谱有限公司、北京汇源食品饮料有限公司、山东泰宝信息科技集团有限公司。

本文件主要起草人：钟其顶、王道兵、冯迪、岳红卫、张紫娟、宋秀庆、王常伟、苏磊、张宏明、张俊香、徐胜、潘珣、赵万里、郭恒吾、罗欢、刘文慧、巩杰。

中国防伪行业协会(China Trade Association for Anti-counterfeiting), 英文简称(CTAAC)成立于1995年3月, 是中国防伪行业唯一经民政部登记注册, 具有独立法人资格的国家一级社会团体。是由全国从事防伪技术及防伪技术产品研制、开发、生产、应用的企事业单位、大专院校、科研院所和国内著名的防伪技术专家自愿组成的全国性组织。制定防伪行业团体标准, 是中国防伪行业协会的工作内容之一。中国境内的团体和个人, 均可提出制、修订中国标协标准的建议并参与有关工作。

中国防伪行业协会团体标准是按照《中国防伪行业协会团体标准管理办法》进行制定和管理。

在本标准实施过程中, 如发现需要修改或补充之处, 请将意见和有关资料寄给中国防伪行业协会, 以便修订时参考。

本标准版权为中国防伪行业协会所有, 除了用于国家法律或事先得到中国防伪行业协会的许可外, 不得以任何形式或任何手段复制、再版或使用本标准及其章节, 包括电子版、影印件, 或发布在互联网及内部网络等。

天然白桦树汁真实性识别技术导则

1 范围

本文件规定了天然白桦树汁真实性识别的技术方案、识别程序。
本文件适用于基于核磁共振氢谱指纹图谱的天然白桦树汁真实性鉴别。

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。

DBS23/003-2025 食品安全地方标准 白桦树汁
JY/T 0578-2020 超导傅里叶变换核磁共振波谱测试方法通则
JJF 1448-2014 超导脉冲傅里叶变换核磁共振波谱仪校准规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 [白桦树汁]天然白桦树汁原液 raw liquid of natural silver birch sap

在白桦 (*Betula platyphylla* Suk.) 树干钻孔后，收集其自然流出的汁液。该汁液仅经过物理方式（如过滤、除菌、冷藏）处理，用于直接消费或作为后续加工的原料。

[来源：DBS23/003-2025 食品安全地方标准 白桦树汁，有修改]

3.2 天然白桦树汁产品 products of natural silver birch sap

以天然白桦树汁原液为单一原料，经过必要的除菌或灭菌、灌装等加工处理制成的可供饮用的产品。

3.3 核磁共振指纹图谱 NMR fingerprint

利用氢核在不同分子结构和化学环境中产生的化学位移差异，在外加磁场下对其共振信号进行检测，获取样品的指纹图谱。本文件特指天然白桦树汁原液、天然白桦树汁产品等经过适当处理后，采用核磁共振波谱法分析，得到的能够反映其化学特征的图谱。

3.4 特征峰 characteristic peaks

指纹图谱中具有一定特征性的信号峰。

3.5 天然白桦树汁核磁共振数据库 NMR database of natural silver birch sap

采集并存储多个天然白桦树汁样品在不同条件下的核磁共振指纹图谱及其特征数据的结构化信息系统。用于建立样品特征比对模型，实现天然白桦树汁真实性判别分析。

4 识别技术方案

天然白桦树汁真实性识别流程见图1。

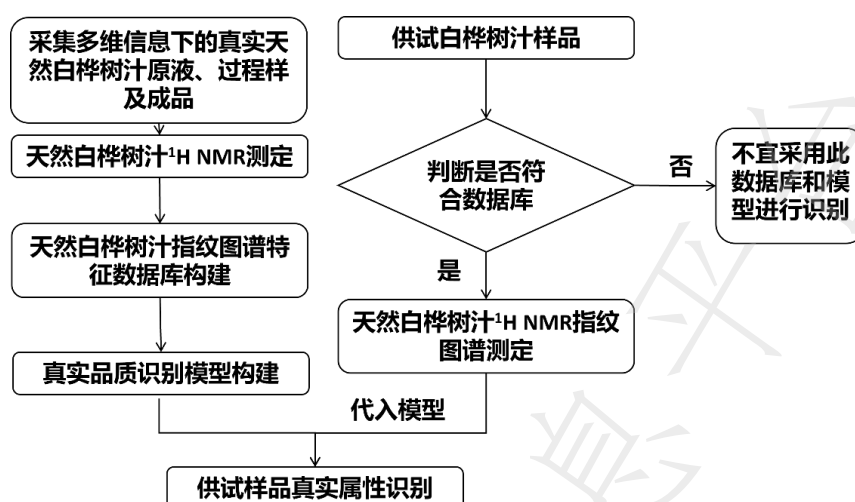


图1 天然白桦树汁真实性识别流程示意图

5 试剂和器具

5.1 一般要求

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682—2008规定的二级或二级以上水。

5.2 试剂

- 5.2.1 重水 (D_2O)：纯度不小于 99.8%。
- 5.2.2 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)。
- 5.2.3 叠氮化钠 (NaN_3)。
- 5.2.4 3-（三甲基硅基）氘代丙酸钠 [$(CH_3)_3SiCD_2CD_2CO_2Na$, TSP- d_4]。
- 5.2.5 磷酸 (H_3PO_4)：85%（质量分数）。

5.3 试剂配制

- 5.3.1 TSP- d_4 溶液 (100g/L)：称取 1.00g（精确至 10mg）TSP- d_4 (5.2.4) 至 10mL 容量瓶，用重水 (5.2.1) 定容，混匀。
- 5.3.2 叠氮化钠溶液 (13g/L)：称取 0.13g（精确至 10mg）叠氮化钠 (5.2.3) 至 10mL 容量瓶，用重水 (5.2.1) 定容，混匀。
- 5.3.3 磷酸二氢钾溶液 (2.72g/L)：称取 0.272g（精确至 10mg）磷酸二氢钾 (5.2.2) 至 100mL 容量瓶，用重水 (5.2.1) 定容，混匀。
- 5.3.4 磷酸盐缓冲液：将 100mL 磷酸二氢钾溶液 (5.3.3) 转移至 200mL 容量瓶中，向其中加入 2mL TSP- d_4 溶液 (5.3.1)、2mL 叠氮化钠溶液 (5.3.2) 以及 50mL 重水 (5.2.1)，混匀。静置 24h 后，测定该溶液 pH，若 pH 大于 2，则加入适量磷酸 (5.2.5) 调整，若 pH 小于 2，则加入适量磷酸二氢钾 (5.2.2) 调整，直至 pH 为 2.00 ± 0.05 。再次静置 24h 后，测定并调节 pH 至稳定为 2.00 ± 0.05 。

5.4 主要器具

- 5.4.1 采样瓶：250mL，塑料或玻璃材质，具螺旋帽或磨口塞，使用前 $121^\circ C$ 灭菌 18min。
- 5.4.2 便携式冷藏箱：温控 $4^\circ C$ 及以下。
- 5.4.3 冰箱：温控 $-20^\circ C$ 及以下。
- 5.4.4 核磁共振波谱仪：氢 (1H) 共振频率不低于 400MHz；控温精度不低于 $\pm 0.1K$ 。
- 5.4.5 核磁共振样品管：外径 5mm，同心且均匀；或由核磁共振谱仪厂商提供、指定样品管。
- 5.4.6 分析天平：感量不低于 0.1mg。
- 5.4.7 pH 计：精度 ± 0.01 。
- 5.4.8 移液器：量程为 $100\mu L \sim 1000\mu L$ 和 $1000\mu L \sim 5000\mu L$ 。

5.4.9 水系微孔过滤膜：孔径 0.45 μm 。

6 建库样品采集

6.1 建库天然白桦树汁原液采集

6.1.1 天然白桦树汁原液采集要求

6.1.1.1 采样工作应在天然白桦树汁原液采收期进行，采集的样品能代表所划分的来源地情况。

6.1.1.2 采集新鲜流出天然白桦树汁原液，每个样品采集量不少于 100mL。

6.1.1.3 天然白桦树汁原液采集后应立即冷藏保存（-4 $^{\circ}\text{C}$ ）于密封采样瓶中，并全程冷链及时转移至冷冻保存（-20 $^{\circ}\text{C}$ ）。

6.1.2 天然白桦树汁原液信息记录

在采集样品时应同步记录天然白桦树汁原液的相关信息，并实时更新针对样品进行的任何处理过程。所需信息如下：

- 产品描述，包括白桦树树龄、生长地、采样部位等；
- 样品的系列编号；
- 采样日期、采汁时气温、天气情况等；
- 授权采样人员。

6.2 建库天然白桦树汁产品采集

6.2.1 天然白桦树汁产品采集要求

6.2.1.1 天然白桦树汁产品样品的原液应 100%来自同一产地。

6.2.1.2 所采集的天然白桦树汁产品样品能够代表所划分产地情况。

6.2.1.3 明确天然白桦树汁产品样品的加工工艺，每个样品不少于 100mL，样品采集后应立即密封保存，未拆封样品可长期保存。

6.2.2 天然白桦树汁产品信息记录

在采集样品时应同步记录天然白桦树汁产品的相关信息，并实时更新针对样品进行的任何处理过程。所需信息如下：

- 产品描述，包括白桦树树龄、生长地、采样部位等；
- 样品的系列编号；
- 采样日期、采汁时气温、天气情况等；
- 授权采样人员。

7 建库样品核磁共振检测方法

7.1 上机样品制备

取900 μL 天然白桦树汁样品，加入100 μL 磷酸盐缓冲液（5.3.4），充分摇匀，过0.45 μm 水系微孔滤膜。用移液器（浸润）准确吸取600 μL 液体于核磁管中，待上机测定。

7.2 上机测定参考条件

7.2.1 核磁共振样品管不旋转。

7.2.2 检测温度：（300.0 \pm 0.1）K。

7.2.3 空扫次数：4次。

7.2.4 扫描次数：32次。

7.2.5 谱宽：8000Hz。

7.2.6 采样点数：65536。

7.2.7 接收增益：16。

- 7.2.8 弛豫延迟时间：不少于 4s。
- 7.2.9 水峰压制脉冲序列：预饱和加相位循环。
- 7.2.10 以 3-（三甲基硅基）氘代丙酸钠（TSP- d_4 ， $\delta=0$ ）作为化学位移的零点。

7.3 上机测定

- 7.3.1 按照 JY/T 0578-2020 的规定对探头温度进行校正；按照 JJF 1448-2014 的规定对 ^1H 谱灵敏度、分辨率、线型、 ^1H 谱测定重复性进行校准。
- 7.3.2 将装有待测试样的样品（7.1）管置于核磁共振仪检测腔内。
- 7.3.3 设置待测样品温度为 300.0K，测样前等待 5min 至仪器温度稳定。
- 7.3.4 新建氢谱标准实验文件。
- 7.3.5 调谐与锁场。
- 7.3.6 匀场。
- 7.3.7 测定样品的 90° 脉冲宽度，并记录结果。
- 7.3.8 在 7.2 条件下设定参数，根据记录结果（7.3.7）设定 90° 脉冲宽度，根据水峰压制效果优化水峰压制位移、压制功率等，保持各样品接收器增益值一致。
- 7.3.9 采集并保存数据。

8 天然白桦树汁数据库构建

对原始数据进行傅里叶变换、相位校正和基线校正，并以 TSP- d_4 中硅烷甲基的化学位移作为零点进行定标，得到含有多个特征峰信息的天然白桦树汁核磁共振指纹图谱（参见附录 A）。结合建库样品采集信息，建立以天然白桦树汁指纹图谱为技术指标的数据库。

9 识别模型

9.1 供试样品信息登记

登记供试样品的产地等信息。当供试样品相关信息符合建库样品的范围，可采用天然白桦树汁核磁共振数据库与模型进行识别。

9.2 供试样品核磁共振测定

供试样品的核磁共振指纹图谱测定流程符合章节 7。

9.3 真实性识别

将供试样品的测定数据代入数据库，结合机器学习方法进行真实性模型判断，识别模型结果与供试样品宣称信息的一致性。

10 判别描述

供试样品的核磁共振指纹图谱与天然白桦树汁核磁共振数据库中标准指纹图谱对比，供试样品与数据库中天然白桦树汁标准指纹图谱一致。供试样品具有典型的天然白桦树汁指纹特征。

11 其他

天然白桦树汁的质量安全控制要求、生产加工过程的卫生要求、标志和包装应符合相关标准规定。

附录 A
(资料性)
天然白桦树汁核磁共振指纹图谱

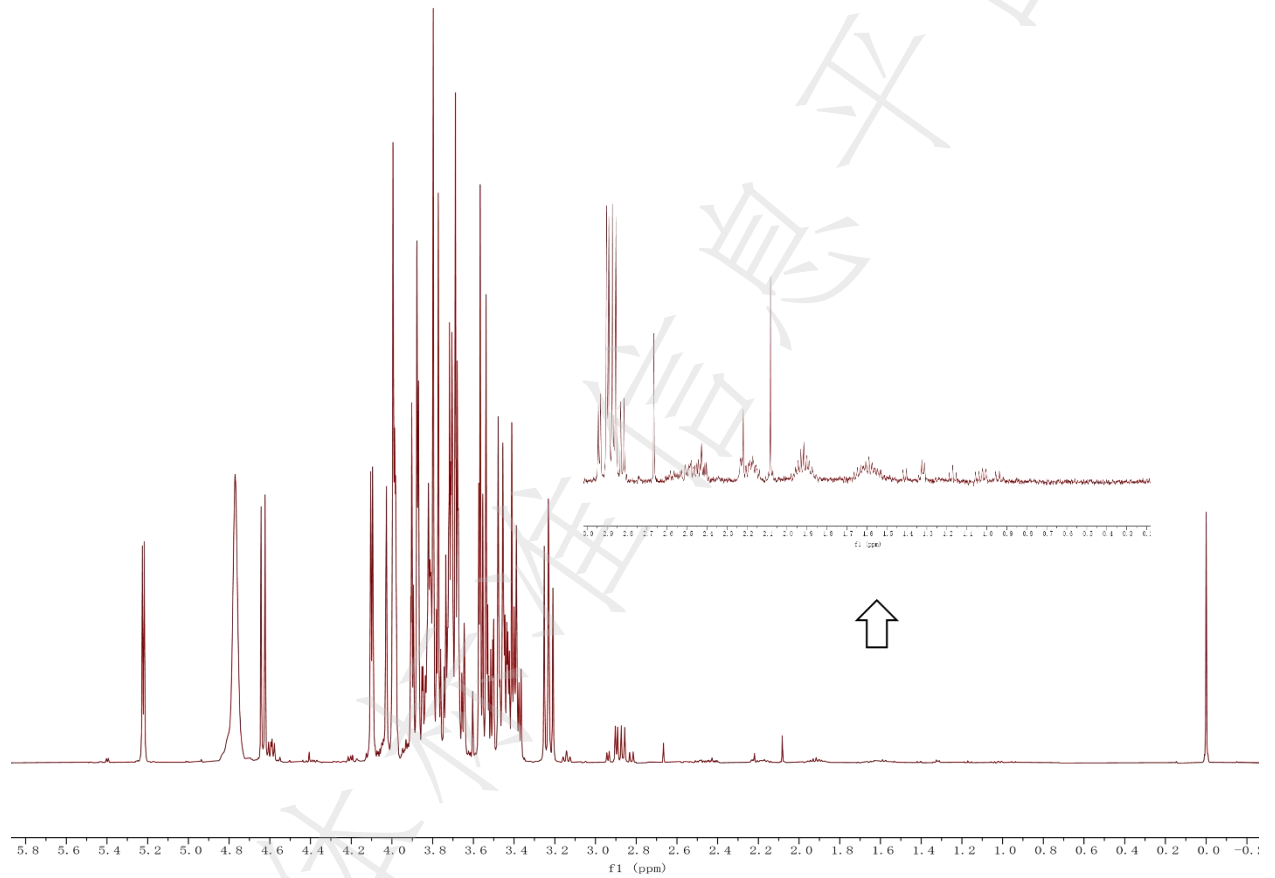


图 A.1 天然白桦树汁核磁共振指纹图谱示例图