

GC-TOFMS による本物のスコッチウイスキーと異なる方法で精製されたウイスキーの研究

分析目的

本物のウイスキーと異なる製法で作られているにもかかわらず、ウイスキーとして売られている模造品を判別するためのメソッドが Quadru、Environmentek、NML 及び CSIR の共同により開発されました。

背景

本物のスコッチウイスキーは非常に優れた、そして一貫した品質を保証するための厳しい製法規定に従って生産されています。それにより、スコッチウイスキーは酒類市場で最上級クラスに属し、その結果、高い値段に値します。南アフリカでは違法製造業者により、異なる製法でつくられた商品がスコッチ製を示唆する名前及びウイスキーと表示され市販されています。これら商品は本物のスコッチウイスキーに似せていますが、品質は劣っており、本物の特徴である香気成分が欠けています。

試料と方法

市販されているウイスキーの 6 つの試料を Environmentek、Council for Scientific and Industrial Research、南アフリカから集めました。このうちの 3 つの試料は本物のスコッチウイスキーであり、2 つは着色されたサトウキビ酒と思われ、残りは “スコッチと南アフリカウイスキーの混合” と表示されていました。

結果と考察

本物のスコッチウイスキー試料

本物のスコッチウイスキーの試料を 1 μ l ずつ分取し、分析しました。3 つの試料から得られた TIC クロマトグラムを下図 1 に重ね合わせて表示しました。

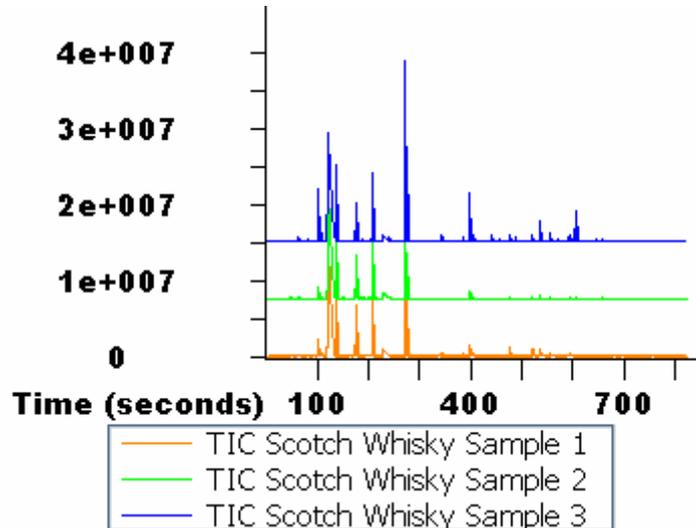


図 1 本物のスコッチウイスキー試料の TIC クロマトグラム

これら試料には同じ成分が含まれています。クロマトグラムから見て取れる大きな違いは、400 秒後から現れています。この領域にはウイスキーに特徴的な香りをもたらす化合物が少量含まれています。最も複雑な試料は、試料 3 であり、より高品質で、複雑と言われるシングルモルトウイスキーです。これら試料の類似点は共通した製法を示しています。違いはおそらく小さな精製過程における変更、原料の産地の違い、もしくは熟成手順の違いによるものでしょう。

偽者のウイスキー試料

2 つの偽者のウイスキー試料から 1 μ l ずつ分取し、分析しました。これら 2 つの分析から得られた TIC クロマトグラムを互いに重ね合わせて表示しました (図 2)。

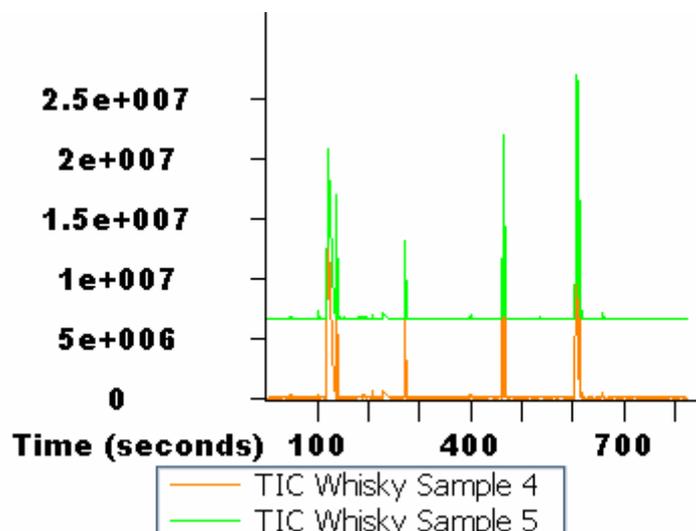


図 2 偽者のウイスキー試料の TIC クロマトグラム

これらの試料は実質的に同じであり、特に目立った違いはありません。試料の類似点は、共通の製法を意味します。しかし、これら試料が本物のスコッチウイスキー試料から程遠いことは下図 3 から明らかです。図 3 では、偽者のウイスキー試料の 1 つのクロマトグラムが本物のウイスキー試料に重ねてあります。

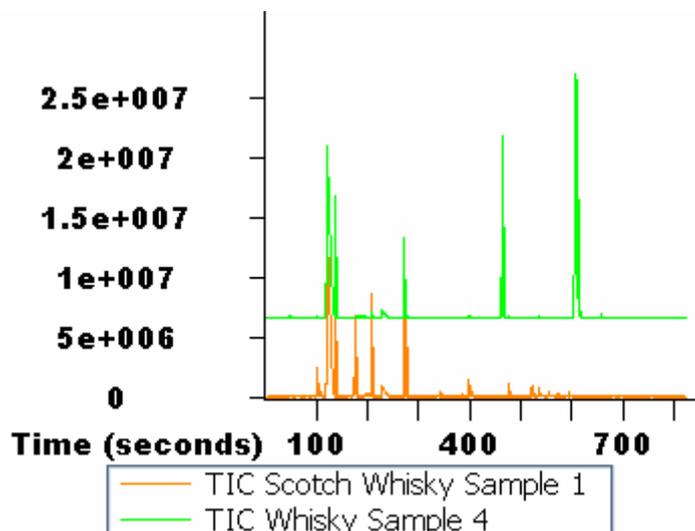
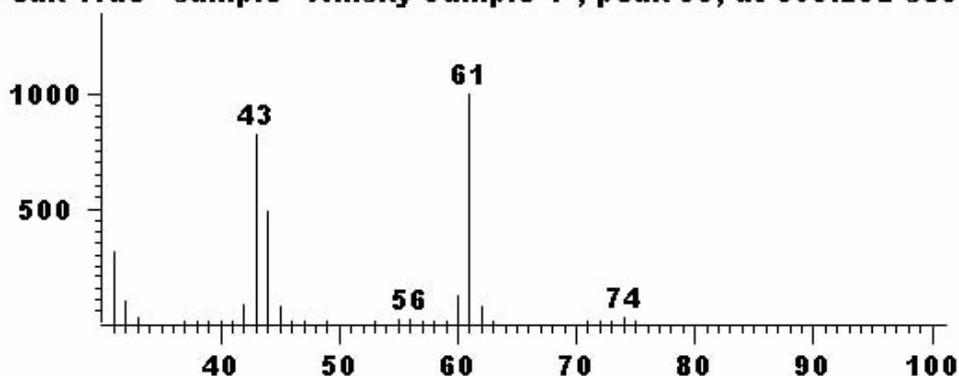


図 3 偽者のウイスキー試料と本物のウイスキー試料の TIC クロマトグラム

2 つの主成分は、偽者のウイスキー試料にはありますが、本物の試料にはありません。質量スペクトルに基づき、これらの成分はグリセロールとプロピレン・グリコールと同定されました。これら成分の質量スペクトル及びライブラリで一致したスペクトルを図 4 と 5 に示します。

Peak True - sample "Whisky Sample 4", peak 53, at 605.232 secon



Library Hit - similarity 940, "Glycerin"

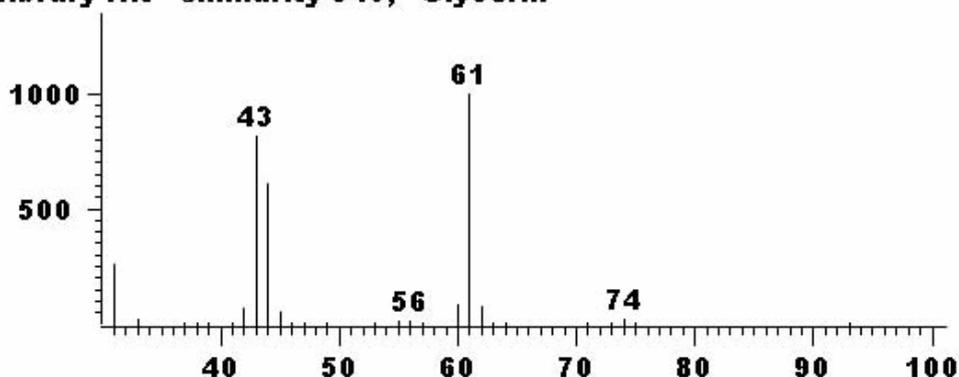


図 4 グリセロールとライブラリの質量スペクトル

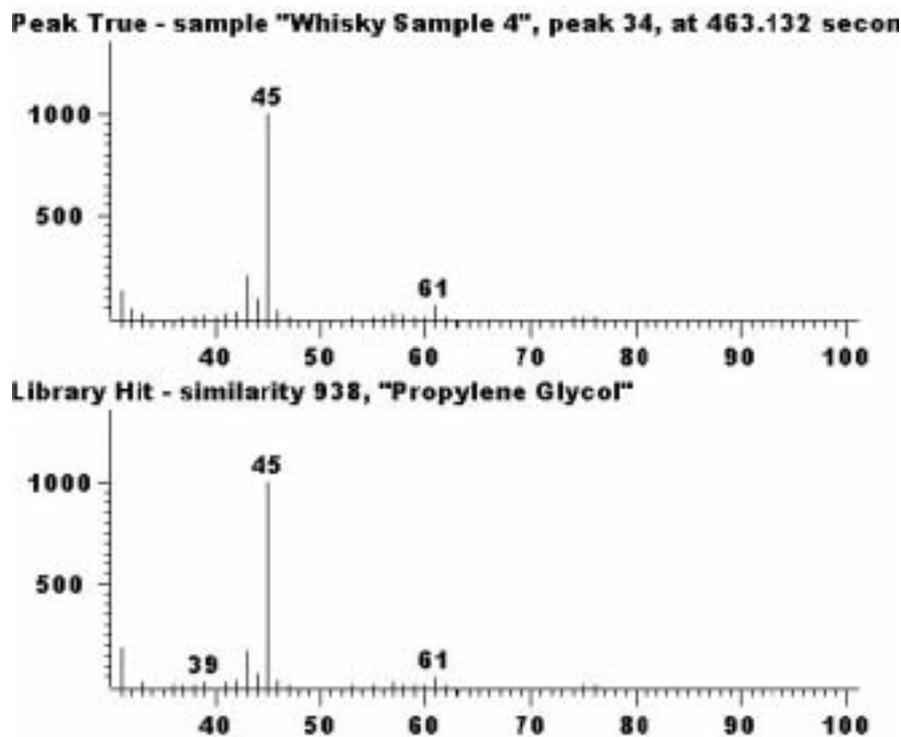


図5 プロピレン・グリコールとライブラリの質量スペクトル

本物のスコッチウイスキー試料の400秒後以降に現れた香り成分の多くは、偽者のウイスキー試料にはありません。

これらの結果から、偽者のウイスキー試料は、市販されているグリセロールと着色剤を添加したサトウキビ酒と考えられます。プロピレン・グリコールは市販のグリセロールの不純物であるかも知れません。つまりこの混合物をウイスキーとして売ることは不正であり、法的措置を取らなければなりません。

スコッチと南アフリカウイスキーの混合試料

スコッチと南アフリカウイスキーの混合試料を1 µl分取し測定しました。この分析で得られたTICクロマトグラムを以下に示します。

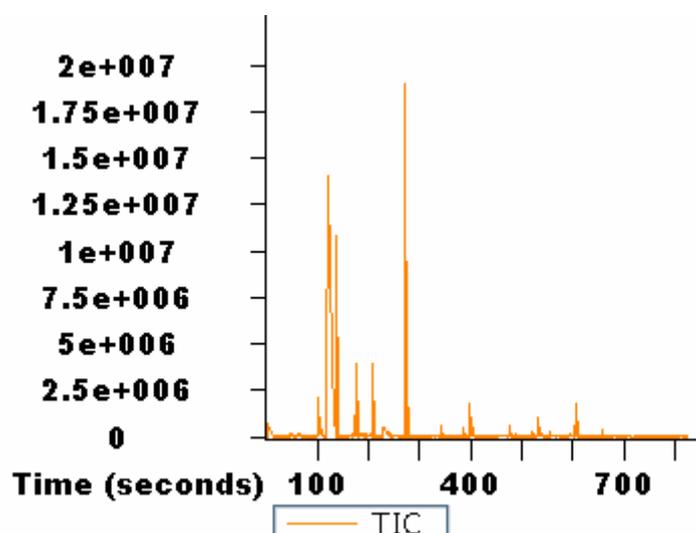


図6 混合ウイスキー試料のTICクロマトグラム

図 7 に、この試料のクロマトグラムを本物のスコッチウイスキーのクロマトグラムに重ね合わせました。両方の試料がかなり似通っていることがわかります。

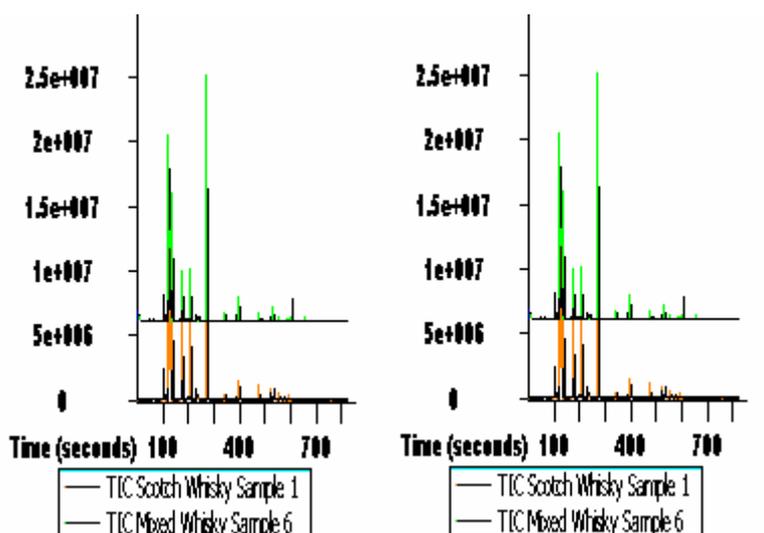


図 7 混合ウイスキーと本物のスコッチウイスキー試料の TIC クロマトグラム

グリセロール、もしくはプロピレン・グリコールで希釈したという証拠や、混合試料には本物のスコッチウイスキーに入っているであろう香気成分が含まれていないという証拠はありません。ラベルがスコッチと南アフリカウイスキーの混合という以外のことを示唆しているという証拠はありません。つまり、南アフリカでは正当に販売することができます。

結論

これらの実験により GC-TOFMS を使って本物のスコッチウイスキーを安っぽい、時に違法な模造品から判別することができると証明されました。そして、特に収集したデータの品質を損なうことなく、試料処理能力の向上につながる高速クロマトグラフィーを行う能力など、他の質量分析計にはない、飛行時間型質量分析計ならではの多くの優れた特性が明らかとなりました。

このような試料の分析における Pegasus GC-TOFMS の強みは自動データ処理能力にあります。ピーク検出やスペクトル デコンボリューション、及びライブラリ検索は、すべて自動化されました。この自動化は、Pegasus GC-TOFMS の 500 フル質量スペクトル/秒による高データ密度及び連続したスペクトルにより実現しました。他のピークの下に複数のピークが同時に溶出した場合にも、ピーク位置を突き止め、すべての成分のフル レンジ マススペクトルを収集し、確信の持てる構造解析と定量が可能です。その他にも、比較ソフトウェアを用いて試料を比較する昨日もありますし、もしくは上記のやり方のように視覚的に比較することができます。商品生産地を明確にするため、違いを迅速に発見し、同定することができます。

参考文献

1 Qualitative Comparison of Whisky Samples Using Fast GC-TOFMS;
LECO Corporation Application Note, No. 203-821-200.

LECOジャパン合同会社
〒105-0014 東京都港区芝2-13-4
住友不動産芝ビル4号館
TEL : 03-6891-5800 FAX: 03-6891-5801



LECO Corporation • 3000 Lakeview Ave. • St. Joseph, MI 49085-2396
Phone: 800-292-6141 • Fax: 269-982-8977 • info@leco.com • www.leco.com
ISO-9001:2000 • No. FM 24045