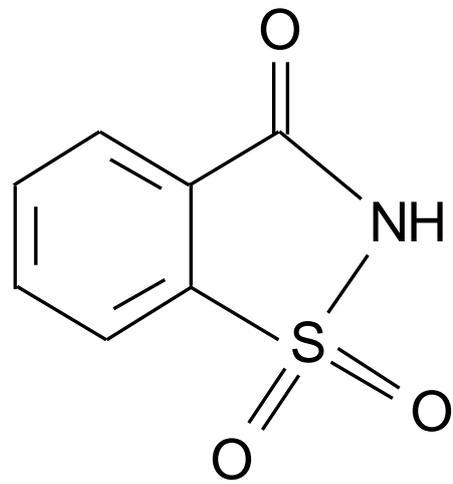
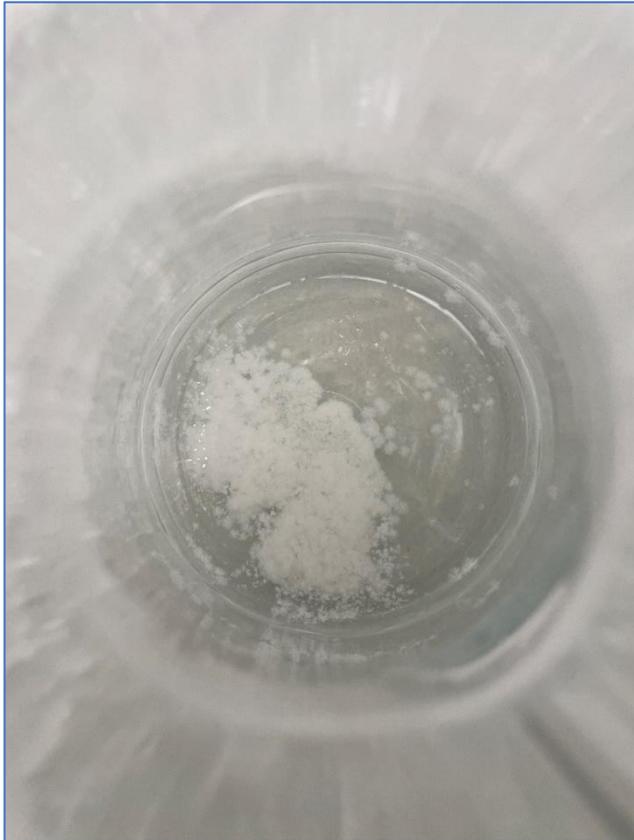


Herstellung und Analyse des Süsstoffes Saccharin



Maturaarbeit von Lea Kovacevic
Betreuungsperson: Martina Zürcher
Kantonsschule Zug
Schuljahr 2022/2023

Inhaltsverzeichnis

1	Vorwort	3
2	Einleitung.....	4
3	Theoretischer Teil.....	5
3.1	Einteilung der Süßungsmittel	5
3.2	Synthetische Süßstoffe.....	6
3.3	Gefahren der Süßstoffe	7
3.3.1	Diabetes durch Süßstoffe	7
3.3.2	Krebs durch Süßstoffe	8
3.4	Saccharin	8
3.4.1	Entdeckung des Saccharins	9
3.4.2	Saccharin als Wirtschaftsprodukt.....	10
3.4.3	Synthese-Verfahren.....	11
4	Praktischer Teil	12
4.1	Dünnschichtchromatographie (DC).....	12
4.2	Herstellung des Saccharins.....	13
4.3	Analyse des selbsthergestellten Saccharins	18
4.4	Nachweis von Saccharin in Süßgetränken.....	21
4.5	Nachweis von Aspartam in Süßgetränken.....	23
5	Resultate.....	30
6	Fazit	33
7	Quellenverzeichnis	34
7.1	Literaturverzeichnis.....	34
7.2	Internetverzeichnis.....	34
7.3	Abbildungsverzeichnis.....	36
7.4	Tabellenverzeichnis	37

1 Vorwort

Seit meiner Kindheit bin ich an diversen Experimenten und Forschungen interessiert. Diese Neugier konnte ich damals im Technorama in vollen Zügen ausleben. Das Hinterfragen von Dingen bereitete mir damals schon stets Freude. Als dann die Praktikumssuche in der 4. Klasse des Gymnasiums anstand, bewarb ich mich umgehend bei verschiedenen Laboren, um einen ersten Einblick in das Berufsleben eines Chemikers zu erhalten. Dies und die vielen Laborlektionen in der Schule haben mein Interesse weiter geweckt. So kam ich zu der Entscheidung, meine Maturaarbeit im Fach Chemie zu schreiben.

Bei der Themensuche stolperte ich über viele interessante Themen, wobei ich die Faszination für den Stoff Miraculin entdeckte. Meine Betreuungsperson und Chemielehrerin Martina Zürcher empfahl mir daraufhin, das Thema Süsstoffe zu behandeln. Sofort war ich von diesem Vorschlag begeistert, da Süsstoffe eine wichtige Rolle in meinem Alltag spielen und ich zu diesem Zeitpunkt trotzdem nur begrenztes Wissen zum Thema besass. Ich recherchierte also über einige Süsstoffe. Besonders der Süsstoff „Saccharin“ und dessen Geschichte weckte mein Interesse, weshalb ich mich in dieser Arbeit vertieft mit dem Saccharin auseinandergesetzt habe.

An dieser Stelle danke ich meiner Betreuungsperson Martina Zürcher. Ohne sie wäre diese Arbeit nicht realisierbar gewesen. Sie stand mir stets beiseite und konnte mir mit ihrer Fachkompetenz oft weiterhelfen. Aufgrund ihrer unkomplizierten Art konnten wir einfach kommunizieren, was ich sehr zu schätzen wusste.

Einen weiteren Dank widme ich Stefan Küffer. Er hat mir die Materialien und Chemikalien immer rechtzeitig und vollständig bereitgestellt. Das Maturalabor war durchgehend sauber und ordentlich, weshalb es mir Freude bereitete, darin zu arbeiten.

Schlussendlich danke ich noch allen, die meine Arbeit durchgelesen haben und Korrekturen und Verbesserungen vorgeschlagen haben.

2 Einleitung

Grundsätzlich befasst sich diese Arbeit mit dem Thema Süßungsmittel. Um das breite Thema einzugrenzen, wurden die synthetisch hergestellten Süßstoffe genauer behandelt. Das Ziel der Arbeit war es, einen synthetischen Süßstoff selbst im Schullabor herzustellen und nachzuweisen. Nach den ersten Recherchen entschied ich mich für den Süßstoff Saccharin, da mich einerseits die Geschichte dieses Süßstoffes interessierte und andererseits die Synthese realisierbar schien im Schullabor. Auf allgemeine Aspekte der Süßstoffe und vertieft auf die Geschichte und Herstellung des Saccharins wird im theoretischen Teil eingegangen. Wie man Süßstoffe einfach in Süßgetränken nachweisen kann und was dabei zu beachten ist, möchte ich mithilfe von Experimenten herausfinden.

3 Theoretischer Teil

3.1 Einteilung der Süßungsmittel

Zu den Süßungsmitteln gehören jegliche süß schmeckende Stoffe. Diese können in zwei große Untergruppen eingeteilt werden. Einerseits in die Untergruppe „Zucker“ und andererseits in die Untergruppe „Zuckerersatzstoffe“. Zu den Zuckern gehören Monosaccharide, Disaccharide und Saccharidmischungen. Hierzu zählen beispielsweise Glukose, Rohrzucker und Stärkezucker. Zu den Zuckerersatzstoffen gehören die Zuckeraustauschstoffe und die Süsstoffe. Die Süsstoffe können noch weiter in natürliche und synthetisch hergestellte Süsstoffe unterteilt werden. Der Unterschied der Zucker und der Süsstoffe sind die Nährwerte. Während Saccharose („Haushaltszucker“) 4 kcal/g liefert, liefern die Süsstoffe keine Nährwerte, weshalb sie oft in Zero-Sugar-Getränken verwendet werden. Die Zuckeraustauschstoffe gehören zwar zu den Zuckerersatzstoffen, enthalten jedoch wie Zucker auch Nährwerte. Sie liefern im Gegensatz zum Zucker aber nur ca. 2.4 kcal/g und haben eine fast identische Süßungskraft wie Glukose, weshalb sie als gesündere Alternative gelten [5]. Der Überblick über die verschiedenen, oben genannten Süßungsmitteln, ist in der **Abbildung 1: Einteilung der Süßungsmittel** ersichtlich. In dieser Arbeit geht es hauptsächlich um die synthetisch hergestellten Süsstoffe. Die Analyse und Synthese von synthetischen Süsstoffen werden in den folgenden Abschnitten vertieft behandelt.

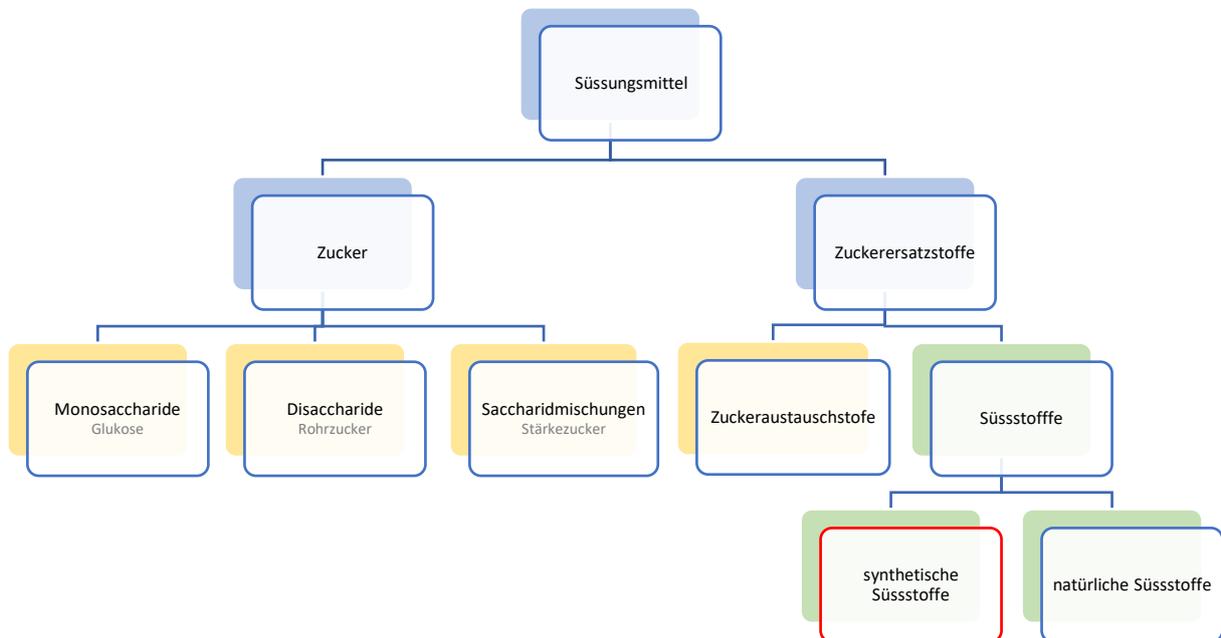


Abbildung 1: Einteilung der Süßungsmittel

3.2 Synthetische Süsstoffe

In dieser Arbeit werden die Synthese und die Analyse der synthetisch hergestellten Süsstoffe genauer betrachtet. Hierbei werden der Süsstoff Saccharin und der oft genutzte Süsstoff Aspartam genauer unter die Lupe genommen.

Synthetische Süsstoffe sind grundsätzlich Zusatzstoffe, welche im Labor produziert werden. Sie geben den Lebensmitteln den süßen Geschmack, liefern jedoch im Gegensatz zu Zucker und Zuckeraustauschstoffen keine Energie. Sie haben somit keinen Einfluss auf den Blutzuckerspiegel. Zudem gefährden sie die Zahngesundheit nicht.[1] Jeder Süsstoff hat eine bestimmte Süsstkraft. Die Süsstkraft ist ein Faktor, welcher angibt, wie süß der Süsstoff im Vergleich zu Saccharose ist, wenn sie beide in der gleichen Konzentration vorliegen. Beträgt die Süsstkraft beispielsweise 20, so ist die Süsststoff-Lösung 20-mal so süß wie die Saccharose-Lösung. Saccharin weist im Vergleich zum Aspartam eine deutlich höhere Süsstkraft auf. Während die Süsstkraft von Aspartam 100 beträgt, ist die des Saccharins ca. 500. Die Bestimmung der Süsstkraft ist hierbei jedoch schwierig. Es existieren keine instrumentalen Messverfahren. Die Süsstkraft muss folglich durch sensorische Untersuchungen gemessen werden. Hierfür werden Testpersonen gebraucht, weshalb die Süsse nur ein subjektiv ermittelter Faktor ist. [17] Jeder künstlich hergestellte Süsststoff muss erst gründlich geprüft werden, bevor er für die Lebensmittelproduktion zugelassen wird. Für diese Zulassung werden Tierversuche durchgeführt, um mögliche Nebenwirkungen auszuschließen. Wird der Süsststoff bei Tieren als nicht schädlich eingestuft, gilt er auch für Menschen als ungefährlich. Die bei den Tierversuchen eingesetzte Menge wird meist noch durch den Sicherheitsfaktor 100 dividiert. Somit wird Rücksicht genommen auf jegliche Unverträglichkeiten, welche Menschen gegenüber den Süsststoffen aufweisen könnten. Der berechnete Wert wird ADI-Wert (Acceptable Daily Intake) genannt. Der ADI bestimmt, wie viel des entsprechenden Süsststoffes täglich eingenommen werden darf, ohne gesundheitliche Risiken einzugehen [2]. Der ADI-Wert von Saccharin beträgt 5 mg pro kg Körpergewicht, während der oft genutzte Süsststoff Aspartam einen ADI-Wert von 40 mg pro kg Körpergewicht beträgt. [3] Obwohl, wie oben erwähnt, jeder Süsststoff auf sein Gesundheitsrisiko überprüft wird, gibt es Vermutungen, dass Süsststoffe krebserregend sein sollten und das schon ab der vom ADI-Wert vorgegebenen Menge. Dies konnte jedoch nicht verifiziert werden, weshalb Süsststoffe immer noch sehr umstritten sind. [4]

3.3 Gefahren der Süsstoffe

3.3.1 Diabetes durch Süsstoffe

Immer mehr und vor allem junge Menschen leiden an Typ-2-Diabetes. Oft wird die Krankheit fälschlicherweise mit dem übermäßigen Zuckerkonsum erklärt. Doch ein viel häufigerer Grund für die Erkrankung ist die Fettleibigkeit. Mit dem Anstieg der Süsstoff-Konsumenten stieg auch die Anzahl der Typ-2-Diabetes-Erkrankten. Immer mehr Nahrungsmittel und vor allem Süsstgetränke werden anstelle von Saccharose mit Süsststoffen gesüsst und werben so mit einer gesünderen Variante ihres Produktes. Da den Menschen bewusst ist, dass Saccharose als ungesund gilt, greifen sie auf Zero-Sugar-Produkte zurück, um nicht ganz auf den süßen Geschmack verzichten zu müssen. So wird anstelle einer klassischen Coca-Cola eine Coca-Cola Zero getrunken, um einerseits auf Zucker zu verzichten und andererseits keine weiteren Kalorien zu sich zu nehmen. Trotzdem ist die Anzahl der übergewichtigen Menschen in den letzten 50 Jahren gestiegen. Gleichzeitig hat auch der Konsum der Süsststoffe stark zugenommen. Das Problem des Süsststoffkonsums ist, dass mit der Einnahme von Süsststoffen das Gehirn ausgetrickst wird. Die Rezeptoren auf der Zunge leiten auch bei Süsststoffen das Signal weiter, dass Süßes, also Saccharose aufgenommen wurde. Der Körper stellt sich folgend auf einen Glukoseschub vor, welchen er jedoch nicht erhält. Wird das Gehirn auf diese Weise oft getäuscht, interpretiert es dies als Nährstoffkrise und befiehlt dem Körper, mehr Nahrung zu sich zu nehmen. Süsststoffe lösen somit Heißhunger-Attacken aus und bringen Menschen dazu, mehr zu essen, als nötig wäre. Dies führt dazu, dass es mehr fettleibige Menschen gibt, welches wiederum das Risiko für die Krankheit Typ-2-Diabetes erhöht. [7] Trotzdem liegen die Hauptursachen der Erkrankung an Typ-2-Diabetes bei der falschen Ernährung und der mangelnden Bewegung. Der Süsststoffkonsum kann zwar an der Fettleibigkeit Mitschuld haben, kann jedoch nicht als direkter Grund für die Erkrankung angesehen werden. Da zusätzlich die Neigung an Diabetes-Typ-2 zu erkranken genetisch bedingt ist, wird die Aussage, dass Süsststoffe Krankheiten wie Typ-2-Diabetes fördern, kritisch betrachtet. [19]

3.3.2 Krebs durch Süsstoffe

Einige Studien sollen die Abhängigkeit vom Süsstoffkonsum und einem damit steigenden Risiko für Krebs nachweisen. So ergibt die französische Studie «ORF Science», dass das Risiko an Brustkrebs zu erkranken durch den Konsum von den Süsstoffen Aspartam und Acesulfam um rund 22 Prozent steigt. Zudem wurde herausgefunden, dass im Allgemeinen Krebsarten, welche mit Übergewicht zusammenhängen, öfters auftreten. Hierzu gehören beispielsweise Magen- und Darmkrebs. Die Studienautoren sind sich jedoch auch bewusst, dass ihre Ergebnisse mit Vorsicht zu genießen sind. Die Fragebögen der Probanden wurden beispielsweise nicht überprüft und könnten somit falsch oder unvollständig ausgefüllt worden sein. [8] Weitere Studien zeigen auf, dass Süsstoffe einen Risikofaktor für Demenz und Schlaganfälle darstellen. Des Weiteren fördern sie die Fetteinlagerung und verändern die Darmflora. [9] Obwohl es Studien gibt, welche das erhöhte Krebsrisiko aufgrund des Süsstoffkonsums zu beweisen scheinen, werden die Süsstoffe weiterhin zugelassen. Die Süsstoffe werden strengstens überprüft. Auch nach mehreren Untersuchungen der europäischen Lebensmittelbehörde EFSA werden die Süsstoffe als gesundheitlich unbedenklich eingestuft, solange diese in der vorgegebenen Menge eingenommen werden. Es konnte keine krebserregende Wirkung nachgewiesen werden, weshalb umstrittene Süsstoffe wie Aspartam weiterhin zugelassen sind. [4] Beide Seiten sind sich jedoch einig, dass Menschen im Allgemeinen weniger Zucker und Süsstoffe konsumieren sollten. So zeigt die oben erwähnte Studie zwar auf, dass der Konsum von Aspartam das Krebsrisiko erhöht, gleichzeitig sagt die Studie jedoch aus, dass der Konsum von Glukose als ebenso krebserregend eingestuft werden könne. Es hätte folglich keinen Unterschied gemacht, ob die Probanden nun viel Süsstoff oder viel Glukose konsumiert hätten. Viel mehr wollte die Studie jedoch beweisen, dass der Verzicht auf Glukose und das Ersetzen durch Süsstoffe sinnlos ist, da Süsstoffe genauso ungesund sind wie Zucker. Somit ist die ideale Lösung laut Ernährungsberatern, von beidem wegzukommen, um das Krebsrisiko und andere Nebeneffekte zu verringern. [10]

3.4 Saccharin

Saccharin ist ein farbloses, kristallines Pulver mit schwachem Geruch. Die Strukturformel ist in der Abbildung 10 im Punkt 5 ersichtlich. Es ist der älteste synthetische Süsstoff und hat eine Süsstkraft von ca. 500. Der künstliche Süsstoff bleibt beim Erhitzen stabil und reagiert nicht chemisch mit anderen Stoffen. Bei höheren Konzentrationen weist der Süsstoff einen metallischen Nachgeschmack auf. Saccharin wird oft in Mischungen mit anderen Süsstoffen verwendet. Dies bezweckt, die meist unangenehmen Nachgeschmacke gegenseitig zu verdecken. [18]

3.4.1 Entdeckung des Saccharins

Constantin Fahlberg ist der Wissenschaftler, welcher das Saccharin auf zufällige Weise entdeckt hat. Er war dabei, mit Steinkohleteer zu experimentieren, als er bemerkte, dass ein überkochter Versuchsansatz süß gerochen hat. [11] Fahlbergs Ziel war es, aus der o-Toluolsulfonsäure (**1**) die o-Sulfobenzoesäure (**2**) herzustellen. Da sich die o-Toluolsulfonsäure jedoch nicht einfach mit Kaliumdichromat oxidieren liess, um das Zielmolekül zu erhalten, schlug Remsen ihm vor, dies über einen Umweg über das o-Toluolsulfonamid (**3**) zu versuchen. Dabei sollte Fahlberg Kaliumpermanganat als Oxidationsmittel verwenden. Bei dieser Reaktion entstand jedoch nicht wie erwartet o-Sulfamoylbenzoesäure (**4**), sondern einerseits direkt das erhoffte Produkt, also die o-Sulfobenzoesäure (**2**) und andererseits das Dehydratisierungsprodukt von o-Sulfamoylbenzoesäure (**5**), welches später unter dem Namen Saccharin bekannt wurde. [5]

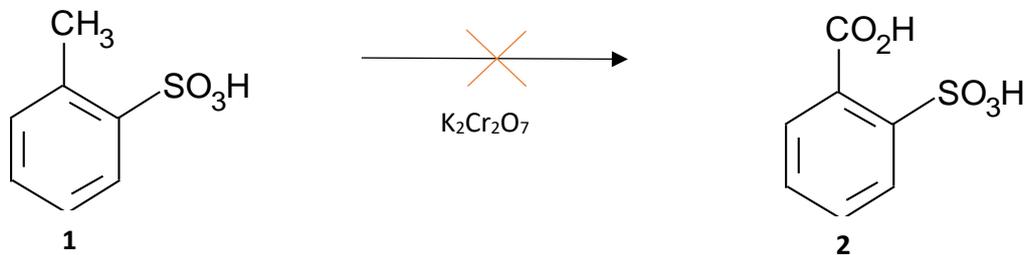


Abbildung 2: nicht gelungene Reaktion von o-Toluensulfonsäure zu o-Sulfobenzoesäure

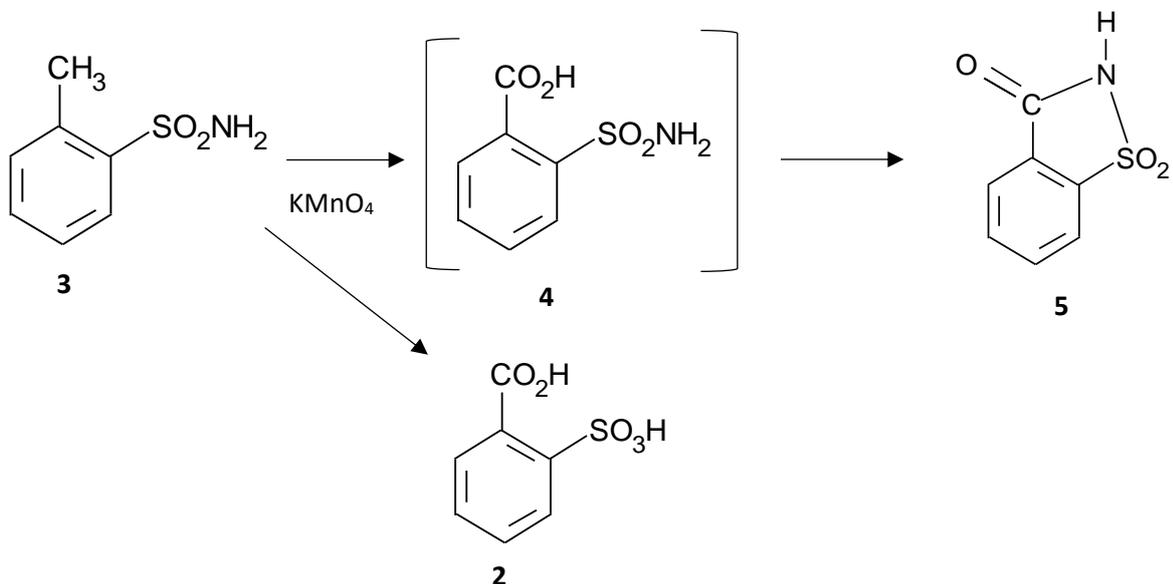


Abbildung 3: Zufälliger Fund des Saccharins (**5**)

3.4.2 Saccharin als Wirtschaftsprodukt

Schnell wurde Fahlberg bewusst, dass sein Fund von Saccharin viel Potential in sich trägt und er wirtschaftlichen Profit erzielen könnte. Mithilfe seines Onkels, Adolph List, erstellte Fahlberg erste Ideen und Vorstellungen industrieller Nutzung von Saccharin. Erste Tierversuche wurden an Kaninchen und Hunden durchgeführt und schnell bemerkte Fahlberg, dass das Saccharin praktisch vollständig und unverändert aus dem Harn ausgeschieden wird. So wagte er sich schnell an einen Selbstversuch, in dem sich das durch die Tierversuche gefundene Wissen bestätigte. Zwei Jahre nach der Entdeckung des Saccharins beantragte Fahlberg Patente in verschiedenen Ländern und liess den Namen „Saccharin“ im Handelsregister schützen. Fahlberg kündigte seinen Job und macht sich durch die Saccharin-Produktion selbstständig. Erst einige Jahre später bemerkte Remsen das Vorgehen von Fahlberg und äusserte sich öffentlich dazu. Er ärgerte sich nicht, wie erwartet, über das dadurch verdiente Geld, sondern viel mehr darüber, dass ein Teil der Anerkennung an ihn gerichtet werden sollte. Schliesslich war Remsen derjenige, der Fahlberg den Tipp gegeben hatte, wodurch dieser dann zufälligerweise das Saccharin entdeckte. Saccharin war der erste Süsstoff, welcher der Zuckerindustrie Konkurrenz brachte. Der Süsstoff war zwar sechs Mal so teuer wie Saccharose, jedoch auch 500 mal so süss, weshalb Saccharin im Vergleich viel preiswerter war. Um dieser Konkurrenz entgegenzuwirken, gab es in den 1890er Jahren in den meisten europäischen Ländern Markteinschränkungen für Saccharin. So durfte das Saccharin nur noch für pharmazeutisch-medizinische Anwendungen gebraucht werden. Doch schon während des ersten und zweiten Weltkrieges wurde das Saccharin aufgrund seiner Preiswertigkeit wieder aktiv als Süssungsmittel verwendet. Später wurden schliesslich nur noch Süsstoffsteuern erhoben und das Saccharin wurde wieder für allerlei Produkte verwendet. [5]

Mitte des 20. Jahrhunderts wurden schliesslich weitere wichtige Süsstoffe entdeckt wie Aspartam, Cyclamat und Acesulfam. Bis heute werden diese Süsstoffe häufig in Süssgetränken und anderen Produkten verwendet. [5]

3.4.3 Synthese-Verfahren

Von-Heyden-Verfahren:

Von-Heyden entdeckte einen weniger aufwendigen Weg, Saccharin herzustellen, indem er eine Stufe des Prozesses einsparen konnte. Er hat Toluol (**1**) mit Chlorsulfonsäure direkt zu einem Gemisch von den zwei Toluolsulfonylchloriden umgesetzt. Dieses Verfahren war somit zeitsparender und vor allem kostengünstiger. Später wurde dieses Verfahren auch von der Fahlberg, List&Co. übernommen. [5]

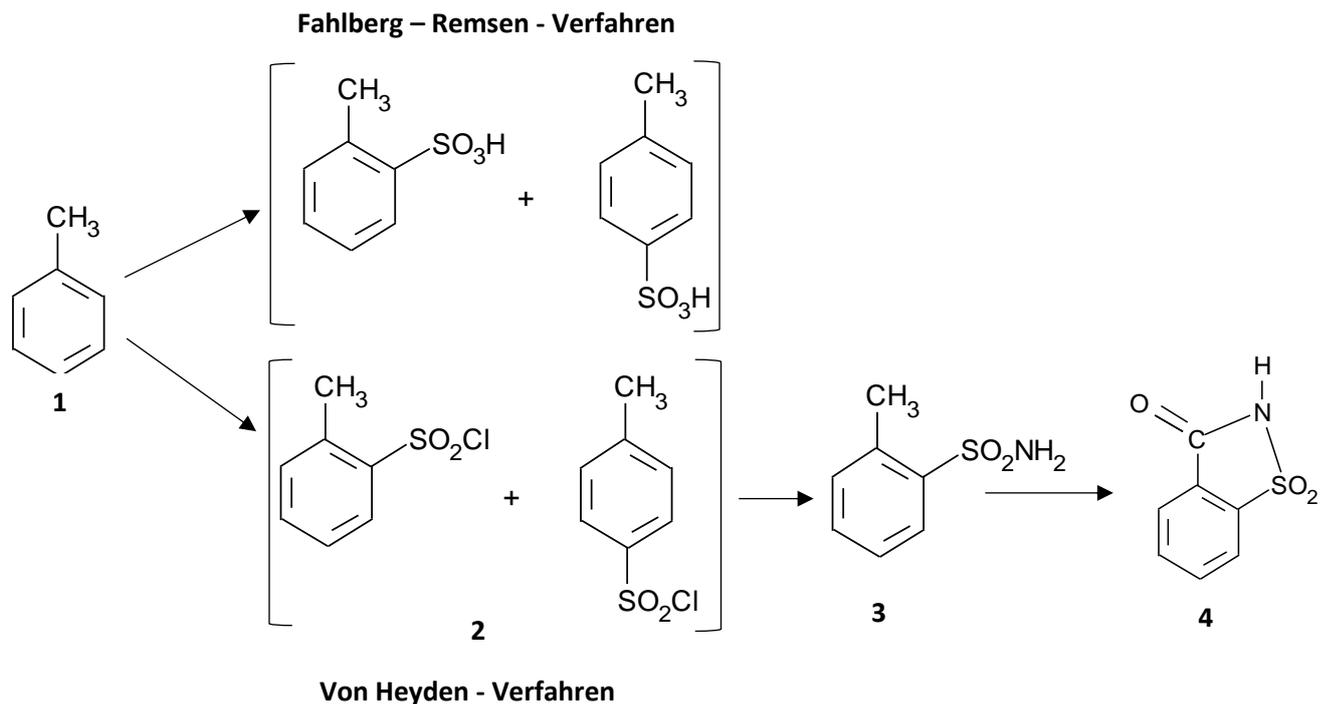


Abbildung 4: von Heyden- Verfahren

In dieser Arbeit wurde das Fahlberg-Remsen bzw. das von Heyden-Verfahren angewendet, um in dem Schullabor das Saccharin selbst herzustellen. Hierfür wurde bei einem Zwischenschritt eingestiegen, um einen Teilschritt der Synthese im Schullabor durchführen zu können. Beim Zwischenprodukt o-Toluensulfonamid (**3**) wurde eingestiegen. Als Oxidationsmittel diente das Kaliumpermanganat. Somit handelt es sich bei dem selbständig hergestellten Saccharin um Oxidations- und Substitutions- Reaktionschritte.

4 Praktischer Teil

4.1 Dünnschichtchromatographie (DC)

Die Dünnschichtchromatographie, DC, ist ein Analyse- und Trennverfahren. Es wird für Untersuchungen der Zusammensetzung von Proben genutzt und kann für den Nachweis der Reinheit eines Stoffes verwendet werden. In dieser Arbeit wird die DC-Methode einerseits für den Nachweis verschiedener Süsstoffe in Getränken und andererseits für den Nachweis der Reinheit und der Identität des selbst hergestellten Süsstoffes genutzt. [12]

Das DC- System besteht aus zwei wesentlichen Phasen: Die stationäre Phase, welche die Beschichtung des Plättchens darstellt und die mobile Phase, das Laufmittel. [13] Für die Durchführung der DC werden die Proben punktuell auf der DC-Platte platziert, d.h. auf die stationäre Phase aufgetragen. Die DC-Platte wird anschliessend senkrecht in ein Glas gestellt, in welchem sich das Laufmittel befindet und die Platte unterhalb der aufgetragenen Proben bedeckt. Die mobile Phase wird durch die Kapillarkraft in die Zwischenräume der stationären Phase gezogen. Die aufgetragenen Proben werden mit der mobilen Phase so lange mitgezogen, bis die stationäre sie abgebremst hat. Jeder Stoff legt eine charakteristische Laufstrecke zurück und kann so nachgewiesen werden. [13]

Für die Identifizierung eines Stoffes wird oft der R_f -Wert (Retentionsfaktor) genutzt. Unter dem Retentionsfaktor ist das Verhältnis der Laufstrecke der aufgetragenen Substanz zur Laufstrecke des Laufmittels gemeint. Die zurückgelegte Laufstrecke ist bei vorgegebenem Trennsystem für jeden Stoff charakteristisch. Aufgrund dessen ist es möglich, die Reinheit und Identität eines Stoffes nachzuweisen, da bekannt ist, welcher R_f -Wert bei dem Reinstoff im verwendeten Trennsystem zu erwarten wäre. [14]

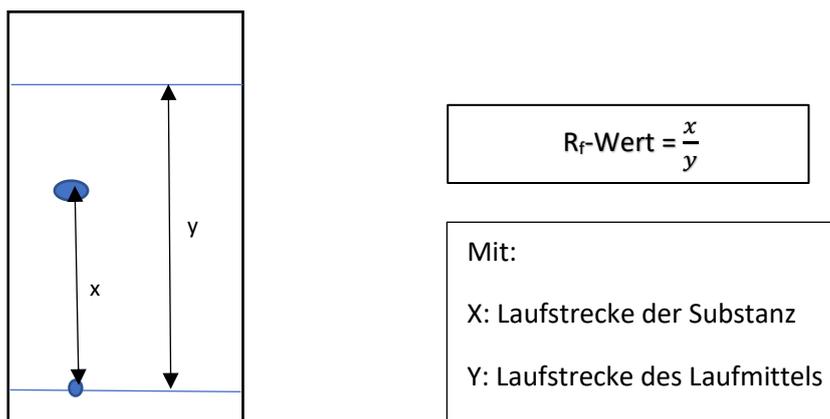


Abbildung 5: Bestimmung des Retentionsfaktor (R_f -Wert)

4.2 Herstellung des Saccharins

Das Ziel dieses Experimentes war es, Saccharin selbständig im Labor herzustellen. Hierfür wurde bei einem Zwischenprodukt (Abbildung 4 Punkt (3)) eingestiegen, um das Experiment im Schullabor realisierbar zu machen.

Für die Synthese von Saccharin werden folgende Geräte verwendet:

Tabelle 1: Geräte und Glaswaren für die Synthese

-
- Waage
 - Polylöffel
 - Becherglas (50 mL)
 - Messzylinder (250 mL)
 - Rundkolben (250 mL)
 - Pulvertrichter (d = 8 cm)
 - Magnetrührer mit Heizfunktion
 - Rührfisch (2 cm)
 - Ölbad
 - Stativ
 - Klemmen
 - Rückflusskühler (250 mm)
 - Schläuche (für den Rückflusskühler)
 - Nutsche (d = 8 cm)
 - Saugflasche
 - Filterpapier (Membran = 70 mm)
 - Schlauch (für die Nutsche)
 - Universalindikator Papier
 - Glasstab
 - Kristallisierschale (500 mL)
-

Für die Herstellung des Saccharins wurden folgende Chemikalien und Materialien verwendet:

Tabelle 2: Chemikalien und Materialien

-
- Kaliumpermanganat, Pulver (s)
≥ 99 % puriss. p.a.
Sigma-Aldrich
 - Natriumcarbonat, Pulver (s)
 - Toluolsulfonamid, Pulver (s)
99 %
Sigma-Aldrich
 - Destilliertes Wasser
 - Halb-konzentrierte Schwefelsäure (aq)
-

Es wurde fortlaufend mit Schutzbrille und im Abzug gearbeitet. Die bei der Aufarbeitung entstehenden Schwermetalle mussten mit wenig Wasser gelöst in einem Kanister für Schwermetall Abfälle entsorgt werden. Die entstehenden wässrigen Lösungen wurden in einem Kanister für saure wässrige Abfälle entsorgt. Beim Arbeiten mit halb-konzentrierter Schwefelsäure wurden stets Gummihandschuhe getragen.

Für das Experiment wird die Apparatur mit folgenden Geräten aufgestellt:

Tabelle 3: Geräte für die Apparatur

-
- Stativ
 - Magnetrührer mit Heizfunktion
 - Ölbad
 - Klemmen
 - Rückflusskühler (250 mm)
 - Rundkolben (250 mL)
-

Die Apparatur wurde aufgestellt. Hierfür wurde das Stativ, der Magnetrührer mit Heizfunktion und das Ölbad bereitgestellt (Abbildung 6). Der Rundkolben und der Rückflusskühler wurden mithilfe von Klemmen an dem Stativ befestigt. Dabei müssen der Rundkolben und der Rückflusskühler bündig sein. Das Ölbad wurde auf 121 °C eingestellt.



Abbildung 6: Apparatur für die Synthese von Saccharin

Durchführung des Experimentes:

Auf der Waage wurden KMnO_4 (4.6 g), Na_2CO_3 (2.0 g) und Toluolsulfonamid (2.0 g) in ein 50-mL-Behälter abgewogen. Mittels Pulvertrichter wurden die Substanzen in den 250-mL-Rundkolben gegeben und 150 mL dest. H_2O wurde hinzugefügt. Das violette Gemisch wurde im Ölbad auf $121\text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt und während 1h unter Rückflusskühlung gerührt. Die nun noch heisse, braune Mischung wurde über eine Nutsche abfiltriert. Der Feststoff wurde zu den Schwermetallen entsorgt und zur kalten Lösung wurde halb-konzentrierte H_2SO_4 pipettiert, bis die Lösung sauer war. Dies konnte mithilfe eines Universalindikators überprüft werden. Die Lösung wurde über Nacht im Eisbad ($0\text{ }^\circ\text{C}$) abgekühlt, damit das Saccharin ausfallen konnte. Mithilfe einer Nutsche wurde der Feststoff abgenutscht und getrocknet. Aus heissem H_2O (20 mL, $100\text{ }^\circ\text{C}$) wurde das Saccharin umkristallisiert und erneut abgenutscht. Übrig blieb das gereinigte Saccharin. [16]

Beobachtungen:

Die zu Beginn violette Lösung änderte ihre Farbe zu Braun während des Kochens im Ölbad. Beim Abnutschen blieb der braune Feststoff am Filterpapier hängen und die noch leicht violette Lösung sickerte hindurch. Kühlte die anfangs violette Lösung ab, so änderte sich ihre Farbe zu Pink. Wurde halb-konzentrierte Schwefelsäure zur abfiltrierten Lösung gegeben, verlor die Lösung schliesslich ihre Farbe. Im Eisbad fiel ein weisser Feststoff aus (vgl. Abbildung 7), welcher beim Abnutschen am Filterpapier hängen blieb (vgl. Abbildung 8,S.17). Als Produkt ergab sich ein weisser, pulverförmiger Feststoff.



Abbildung 7: ausgefallener Feststoff, Saccharin. Links stand die saure Lösung 10 min im Eisbad. Rechts stand die saure Lösung über Nacht im Eisbad.

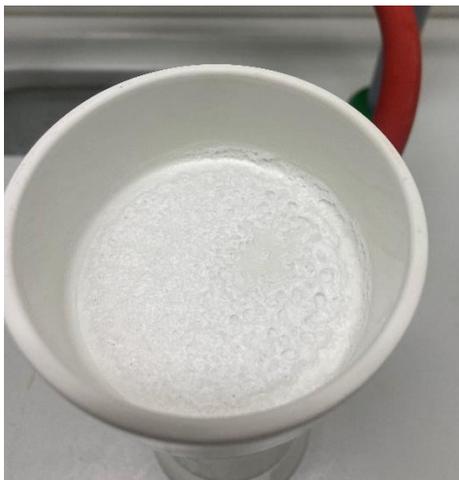


Abbildung 8: Umkristallisiertes, abgenutztes Saccharin

Auswertung:

Das am Anfang hinzugegebene Kaliumpermanganat (2) ist in dieser Reaktion das Oxidationsmittel. Es oxidiert das zugegebene *o*-Toluolsulfonamid (1) zum Benzoessäuresulfonamid (3). Aus dem violetten Permanganat entsteht zudem das dunkelbraune Mangandioxid (4), welches besser bekannt ist als Braunstein. Dies geschieht im ersten Schritt des Experimentes, in welchem die oben beschriebene Lösung während einer Stunde im Ölbad kocht.

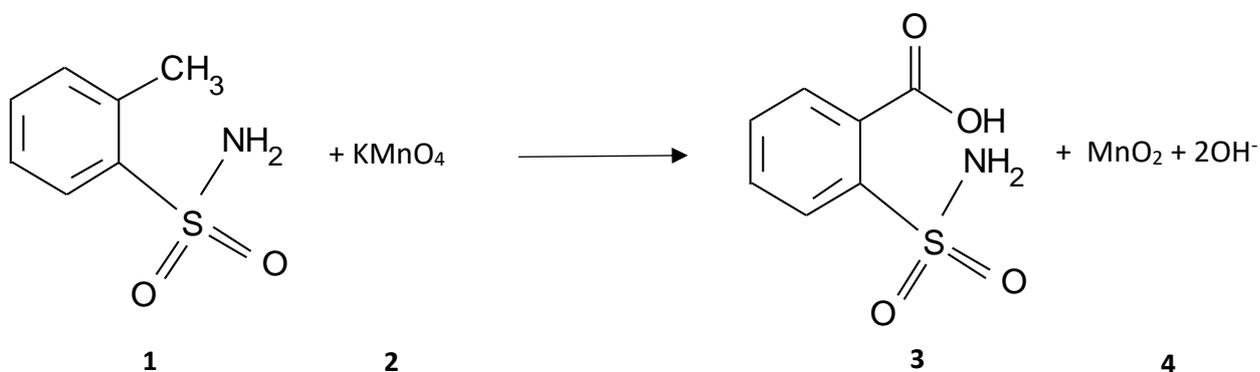


Abbildung 9: Reaktion von *o*-Toluolsulfonamid und Kaliumpermanganat zu Benzoessäuresulfonamid und Braunstein

Im zweiten Schritt findet ein intramolekularer Ringschluss statt. Hier greift das freie Elektronenpaar des Stickstoff-Atoms des Amids das Carbonyl-Kohlenstoffatom nukleophil an (**1**). In der SN2-Reaktion wird Wasser abgespalten (**2**).

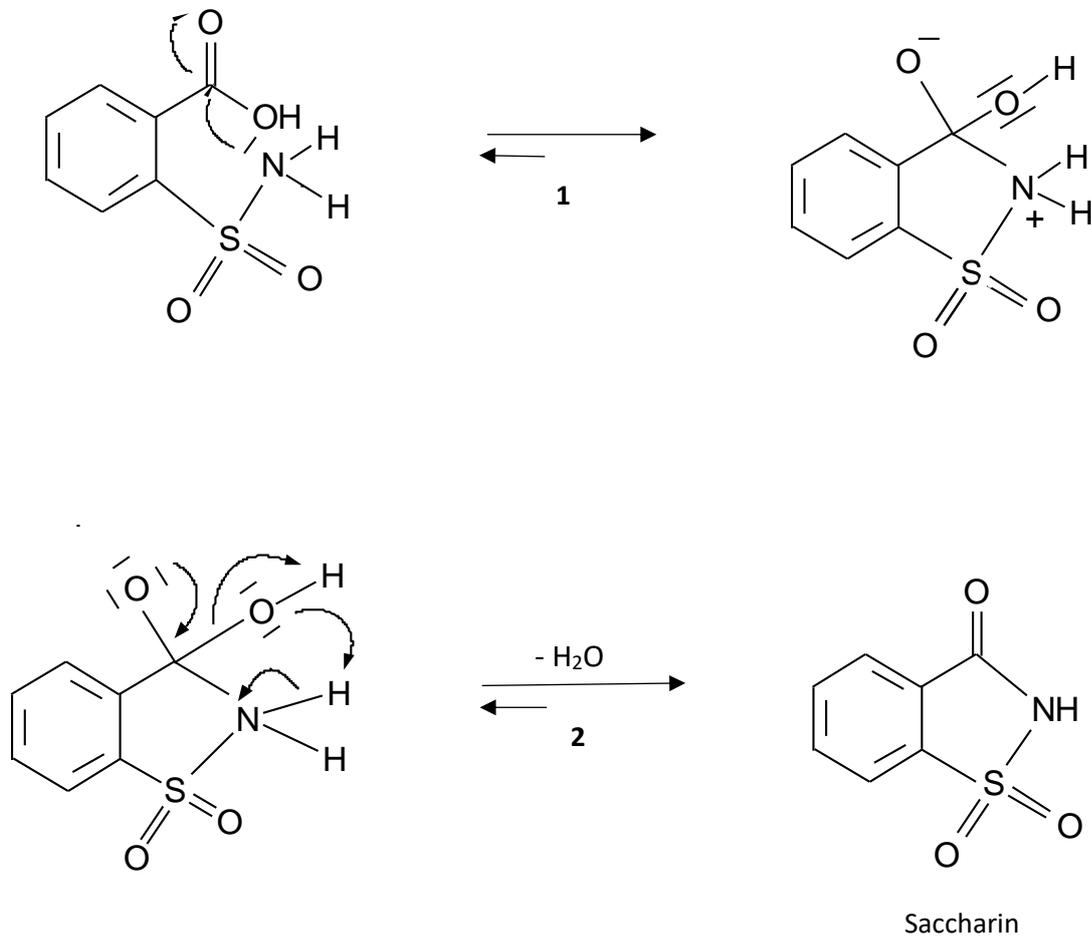


Abbildung 10: intramolekularer Ringschluss

4.3 Analyse des hergestellten Saccharins

Um das hergestellte Saccharin nachzuweisen, kam die Methode der Dünnschichtchromatographie zum Einsatz. Anhand der DC-Ergebnisse kann einerseits das hergestellte Produkt nachgewiesen und andererseits dieses auf seine Reinheit überprüft werden.

Als Probe wurde das in der zweifach durchgeführten Synthese hergestellte Saccharin verwendet.

Tabelle 4: Probe

Probe	Zutaten
selbst hergestelltes Saccharin	0.03 g selbst hergestelltes Saccharin in möglichst wenig dest. H ₂ O gelöst.
Referenzlösung 1	0.01 g Saccharinum natricium in möglichst wenig dest. H ₂ O gelöst.

Als Laufmittel für das Experiment wurden Dichlormethan und Essigsäure im Verhältnis 9:1 gemischt (Laufmittel 1).

Für die DC-Analysen wurden folgende Geräte und Chemikalien verwendet:

Tabelle 5: Geräte, Glaswaren und Chemikalien

<ul style="list-style-type: none">- Mörser- Becherglas (50 mL, 200 mL)- Waage- Herdplatte- Glasstab- Pasteurpipette (150 mm)- Messzylinder (10 mL, 5 mL)- Konfitüren Glas (d = 8 cm)- DC-Platte- Bleistift und Lineal- Mikropipette (10 µL)- UV-Lampe (254 nm und 365 nm)- Saccharinum natricium, Pulver (s) = Natriumsaccharin Hänseler, Swiss Pharma
--

Durchführung des Experimentes:

Tabelle 6: Eckdaten zum Experiment

Stationäre Phase	Kieselgel mit Fluoreszenzindikator
Mobile Phase	Laufmittel 1
Proben	synthetisiertes Saccharin Referenzlösung 1
Dauer der Entwicklung	10 min
Detektionsart	Betrachtung unter UV-Licht (254 nm und 365 nm)

Das Ergebnis des Versuches ist in der Abbildung 11 ersichtlich:

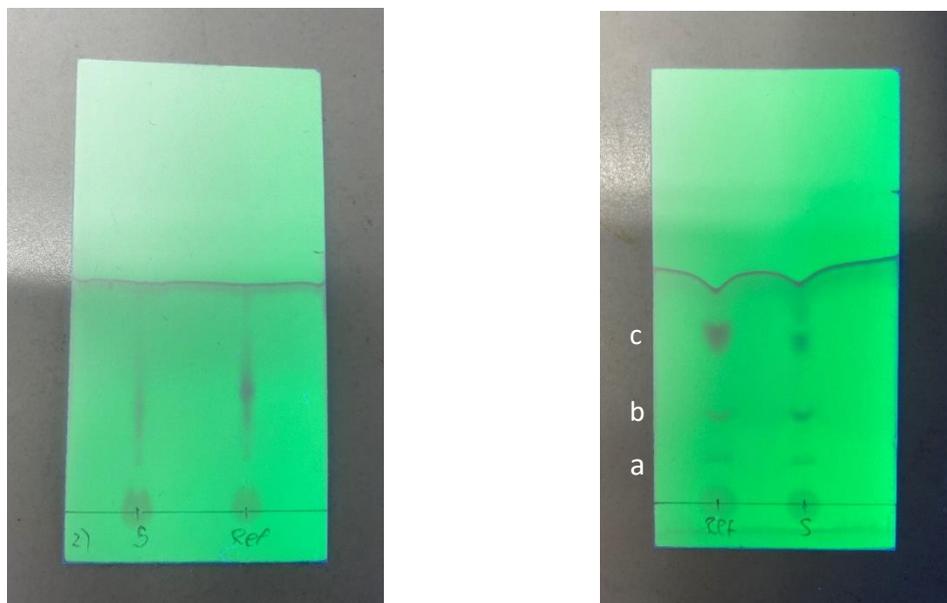


Abbildung 11: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda=254\text{ nm}$). S steht jeweils für das selbst hergestellte Saccharin und Ref. für die Referenzlösung 1. Links stand das DC-Plättchen in einem offenen System, rechts in einem geschlossenen.

Beobachtung:

Links zieht sich das Saccharin über die ganze Laufbahn und bildet eine senkrechte Linie. In der Mitte bildet sich jeweils ein kleiner intensiverer Substanzfleck. Rechts sind auf beiden Bahnen drei Substanzflecken zu erkennen, welche sich jeweils auf derselben Höhe befinden. Auf der linken Bahn ist der oberste Substanzfleck grösser und dunkler.

Diskussion:

Das Saccharin zieht sich links über die ganze Laufbahn. In diesem Versuch wurde das System nicht geschlossen, also der Deckel nicht auf das Glas gestellt. Da Dichlormethan schneller verdampft als die Essigsäure hat sich das anfangs 9:1 Verhältnis verändert. Im Verhältnis ist nun mehr Essigsäure vorhanden als anfangs zugegeben wurde. Das Laufmittel ist somit polarer und zieht die Proben so über die ganze Laufbahn. Deswegen resultiert kein sauberes Ergebnis.

Rechts hingegen wurde das System geschlossen. Somit blieb das geplante 9:1 Verhältnis bestehen. In diesem Versuch sind drei identische Substanzflecken zu erkennen. Der Fleck (c) ist auf der Bahn mit der Referenzlösung grösser und dunkler, befindet sich jedoch auf gleicher Höhe wie dieser auf der Bahn mit dem synthetisierten Saccharin. Dieser Fleck weist folglich das Saccharin nach. Dass das gekaufte Saccharin einen deutlicheren Substanzfleck ergibt, liegt vermutlich daran, dass das selbst synthetisierte Saccharin nicht ganz rein ist. Somit ist auf dem Startpunkt der Referenzlösung mehr Saccharin vorhanden. Deshalb ist auch der Substanzfleck (c) auf der linken Bahn grösser und dunkler und somit ausgeprägter.

4.4 Nachweis von Saccharin in Süssgetränken

In diesem Experiment war es das Ziel, Saccharin in einem Süssgetränk dünnschichtchromatographisch nachzuweisen.

Als Proben für das Experiment kamen Getränke in Frage, welche den Süsstoff Saccharin enthalten. Es muss zudem in der Schweiz erhältlich sein und im optimalen Fall eine helle Farbe aufweisen. Aufgrund dessen habe ich mich für das Ahoj-Brause-Pulver mit der Geschmacksrichtung Zitrone entschieden. Als Referenz wurde gekauftes Saccharin in dest. H₂O gelöst.

Tabelle 7: Proben

Probe	Zutaten
Ahoj-Brause Pulver	Zucker, Säuerungsmittel: L(+) Weinsäure, Säureregulator: Natriumhydrogencarbonat, Süßungsmittel: Natriumcyc-lamat, Acesulfam-K und Saccharin- Natrium, Aromen, Farbstoffe: Carotine, Beta-apo-8',Anthocyane und kupferhaltige Komplexe der Chlorophylline
Referenzlösung 1	0.1 g Saccharinum natricium in möglichst wenig dest. H ₂ O gelöst

Als Laufmittel für das Experiment wurde eine Mischung aus Dichlormethan und Essigsäure (9:1) verwendet.

Für die DC-Proben wurden dieselben Geräte und Glaswaren verwendet, wie für die Analyse des selbst hergestellten Saccharins (vgl. Tabelle 5: Geräte, Glaswaren und Chemikalien).

Durchführung des Versuches

Tabelle 8: Eckdaten zum Versuch 1

Stationäre Phase	Kieselgel mit Fluoreszenzindikator
Mobile Phase	Laufmittel 1
Proben	Referenzlösung 1 Ahoj-Brause
Dauer der Entwicklung	10 min
Detektionsart	Betrachtung unter UV-Licht (254 nm und 365 nm)

Das Ergebnis zum Versuch 1 ist in der Abbildung 12 ersichtlich:

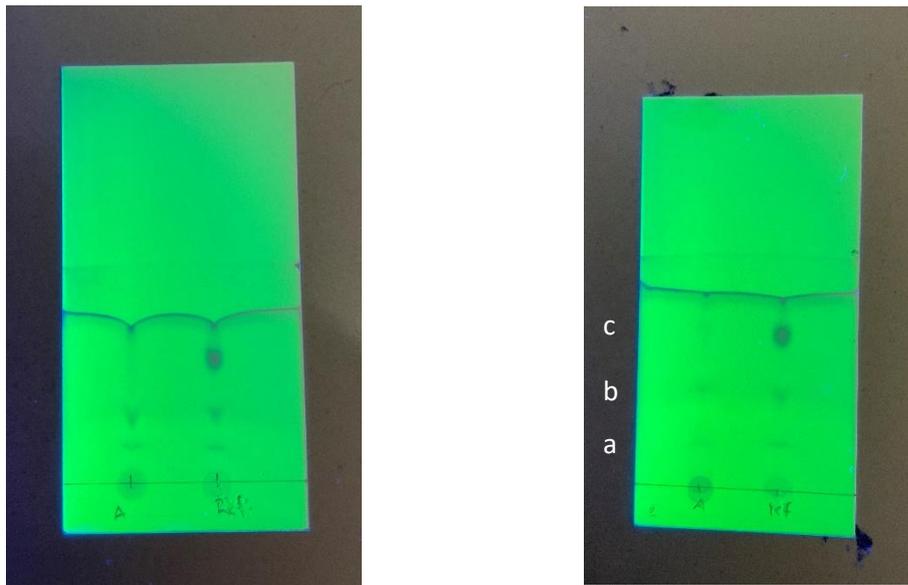


Abbildung 12: Chromatogramme unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Ahoj-Brause aufgetragen, auf der rechten Bahn die Referenzlösung 1. Links wurden ca. 2 Tropfen Ahoj-Brause-Lösung aufgetragen, rechts ca. 5 Tropfen.

Beobachtungen:

Auf beiden DC-Plättchen sind Substanzflecken zu erkennen, welche sich auf beiden Bahnen auf derselben Höhe befinden. Auf der Laufstrecke bilden sich drei praktisch identische Substanzflecken. Der Fleck (a) bildet eine kurze, horizontale Linie. Der Fleck (b) bildet einen V-förmigen Fleck und der Fleck (c) ist ein grösserer runder Fleck. Bei dem obersten Substanzfleck ist der grösste Unterschied zwischen der aufgetragenen Probe und der Referenzlösung zu erkennen. Die Referenzlösung ist hierbei viel stärker pigmentiert als die aufgetragene Ahoj-Brause-Lösung. Ebenfalls zu erkennen ist ein dunkler, horizontaler Strich unterhalb der Laufmittelfront.

Diskussion:

Links ist der Saccharin-Substanzfleck nur bei der Referenzlösung ersichtlich. Die Ahoj-Brause-Lösung zieht hingegen eine senkrechte Linie und bildet keinen präzisen Fleck. Dies liegt an der aufgetragenen Menge. Links wurden nur ca. 2 Tropfen der Ahoj-Brause-Lösung aufgetragen. Es befindet sich also zu wenig Saccharin auf der DC-Platte, weshalb es kein klares Ergebnis gibt. Rechts hingegen wurden ca. 5 Tropfen Ahoj-Brause-Lösung aufgetragen, um sicherzustellen, dass sich genug Saccharin auf dem Startpunkt befindet. Ersichtlich wird nun auch hier ein Substanzfleck, welcher sich auf der gleichen Höhe befindet, wie dieser der Referenzlösung. Der Fleck (c) muss folglich das Saccharin sein. Die Intensität des Fleckes ist bei der Referenzlösung viel ausgeprägter als dieser der Ahoj-Brause-Lösung. Dies liegt daran, dass sich in der Ahoj-Brause-Lösung nur wenig Saccharin befindet, während die Referenzlösung nur reines Saccharin enthält. Auf dem Startpunkt der Referenzlösung befindet sich folglich deutlich mehr Saccharin, weshalb auch der Substanzfleck ausgeprägter erscheint. Der horizontale Strich unterhalb der Laufmittelfront ist vermutlich eine Verunreinigung des Laufmittels.

4.5 Nachweis von Aspartam in Süssgetränken

In der Praxis kommt Saccharin fast nur in Kombination mit anderen Süsstoffen vor. Dies hängt damit zusammen, dass Saccharin einen metallischen Beigeschmack hat, welcher schwer zu übertönen ist. Einer der häufig verwendeten Süsstoffe, welcher mit dem Saccharin gemischt wird, ist Aspartam. Dieser Süsstoff befindet sich in vielen Süssgetränken und anderen Light-Produkten und wird heutzutage häufiger eingesetzt als Saccharin. [17]

Bei diesem Experiment war es das Ziel, den Süsstoff Aspartam dünn-schichtchromatographisch in bekannten Süssgetränken nachzuweisen.

Als Proben für das Experiment kamen Getränke in Frage, welche den Süsstoff Aspartam enthalten. Ein weiteres Kriterium für die Auswahl war die Erhältlichkeit des Produktes. Die Farbe der Probe sollte zudem möglichst hell sein, um klar ersichtliche Ergebnisse zu erhalten. Folglich habe ich mich neben dem Coca-Cola Zero auch für den M-Budget Energy Drink Sugarfree entschieden. Als Referenz wurden Aspartam-Süsstofftabletten aus der Migros in dest. H₂O gelöst.

Tabelle 9: Proben

Probe	Zutaten
Coca-Cola Zero	Wasser, Kohlensäure, Farbstoff E150d (Ammoniumsulfid Zuckerulör), Süssungsmittel (Cyclamat, Acesulfam K und Aspartam), Säuerungsmittel E338 (Phosphorsäure), Säureregulator (Natriumcitrat), natürliche Aromen, Koffein
M-budget Energy Drink Sugarfree	Wasser, Kohlensäure, Farbstoff (Zuckerulör und E101 (Riboflavin)), Säuerungsmittel Citronensäure, Süssungsmittel (Aspartam und Acesulfam K), Aroma, Taurin (400 mg/100 mL), Säureregulator E331, Vitamine (Niacin, Pantothen-säure, B6, B12), Coffein (32 mg/100 mL), Inosit, Glucuronolacton (24 mg/100 mL)
Referenz-Lösung 1	0.2 g Aspartam in 200mL dest. Wasser gelöst
Referenz-Lösung 2	0.1 g Aspartam in möglichst wenig Wasser gelöst (ca. 60 Tropfen dest. H ₂ O)
Referenz-Lösung 3	0.03 g Aspartam in 5 mL Phosphorsäure (1 mol/L) gelöst

Die unterschiedlichen Konzentrationen wurden hergestellt, um das Ergebnis der DC zu verbessern. Da die ersten Ergebnisse nicht zufriedenstellend waren, wurde die Konzentration mit der zweiten Lösung erhöht, um sicherzustellen, dass sich genügend Aspartam auf der DC-Platte befindet.

Für die DC- Proben wurden dieselben Geräte und Glaswaren verwendet, wie für die Analyse des selbst hergestellten Saccharins (vgl. Tabelle 5: Geräte)

Durchführung Versuch 1

Tabelle 10: Eckdaten zum Versuch 1

Stationäre Phase	Kieselgel mit Fluoreszenzindikator
Mobile Phase	Laufmittel 1
Proben	Referenzlösung 1 Coca-Cola Zero
Dauer der Entwicklung	10 min
Detektionsart	Betrachtung mittels UV-Lampe (254nm und 365nm)

Als Laufmittel wurde eine Mischung aus Chloroform und Essigsäure (9:1) verwendet (Laufmittel 1) (Blöckler, Diätische Lebensmittel, 2007)

Das Ergebnis zum Versuch 1 ist in der Abbildung 13 ersichtlich:

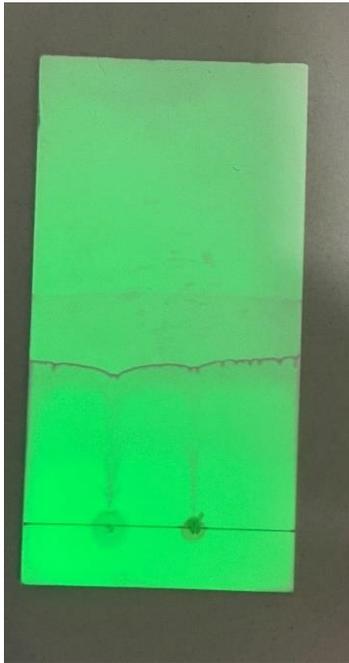


Abbildung 13: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist die Referenzlösung 1, auf der rechten Bahn ist das Süssgetränk (Coca-Cola Zero)

Beobachtungen:

Sowohl bei der Referenzlösung 1, wie auch bei der aufgetragenen Coca-Cola Zero Probe ist Aspartam sichtbar. Die Substanzflecken ziehen sich jedoch über die ganze DC-Platte und bilden so keinen deutlichen Fleck. Ebenfalls zu erkennen ist ein dunkler, horizontaler Strich unterhalb der Laufmittelfront.

Diskussion:

Die Substanzflecken erscheinen sehr blass. Die Aspartam-Konzentration der Referenzlösung 1 ist sehr tief, da das Aspartam in relativ viel dest. H_2O gelöst wurde. Die Konzentration in der Coca-Cola Zero ist ebenfalls sehr tief. Zudem wurde ziemlich wenig Lösung auf den Startpunkt gegeben. Auf der DC-Platte befindet sich aufgrund dessen wahrscheinlich zu wenig Aspartam, weshalb die Substanz nur schwer ersichtlich ist.

Durchführung Versuch 2

Tabelle 11: Eckdaten zum Versuch 2

Stationäre Phase	Kieselgel mit Fluoreszenzindikator
Mobile Phase	Laufmittel 1
Proben	Referenzlösung 2 Coca-Cola Zero M-budget Energy Drink Sugarfree
Dauer der Entwicklung	10 min
Detektionsart	Betrachtung mittels UV-Lampe (254 nm und 365 nm)

Als Laufmittel wurde eine Mischung aus Chloroform und Essigsäure (9:1) verwendet (Laufmittel 1) (Blöckler, Diätische Lebensmittel, 2007)

Anpassungen zum Versuch 1:

Um sicherzustellen, dass sich auf der DC-Platte ausreichend Aspartam befindet, wurden die Konzentrationen sowohl von der Referenzlösung wie auch von den Süssgetränk-Proben erhöht. Zum pulverförmigen Aspartam wurde tropfenweise dest. H₂O gegeben, bis sich das Aspartam im Wasser vollständig gelöst hat. Die Coca-Cola Zero und M-budget Energy Drink Sugarfree Proben wurden auf der Herdplatte bei mittlerer Stufe auf ca. 1/5 des Volumens eingekocht. Nach dem Auftragen der Proben wurden die DC-Platten unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$) betrachtet, um sicherzustellen, dass sich genügend Aspartam auf der Platte befindet.

Das Ergebnis zum Versuch 2 ist in der Abbildung 14 ersichtlich:

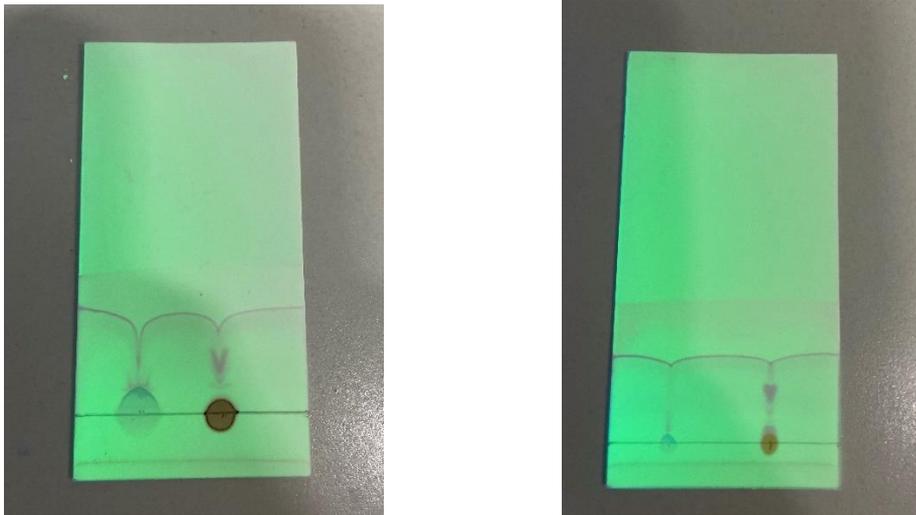


Abbildung 14: Chromatogramme unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Referenzlösung 2 aufgetragen, auf der rechten Bahn ein Süssgetränk (links: Coca-Cola Zero, rechts: M-budget Energy Drink Sugarfree)

Beobachtungen:

Die Substanzflecken des Aspartams sind klarer ersichtlich als beim Versuch 1. Die Süssgetränk-Proben weisen beide einen klaren Substanzfleck auf, welcher V-förmig ist. Die Referenzlösung zieht jedoch einen senkrechten Strich über die ganze Laufstrecke und weist keinen klaren Fleck auf. Auch bei diesem Versuch bildet sich die oben erwähnte horizontale Linie unterhalb der Laufmittelfront.

Diskussion:

Da nun genügend Aspartam auf dem Startpunkt liegt und das Ergebnis trotz dessen nicht optimal ist, muss das Problem bei dem Laufmittel liegen. Zudem wurde bis anhin Aspartam in dest. H₂O gelöst. Wasser ist jedoch kein geeignetes Lösemittel für eine Dünnschichtchromatographie und kann so auch die Ergebnisse beeinflussen.

Durchführung Versuch 3

Tabelle 12: Eckdaten zum Versuch 3

Stationäre Phase	Kieselgel mit Fluoreszenzindikator
Mobile Phase	Laufmittel 2 Laufmittel 3
Proben	Referenzlösung 3 Coca-Cola Zero M-budget Energy Drink Sugarfree
Dauer der Entwicklung	10 min
Detektionsart	Betrachtung unter UV-Licht (254 nm und 365 nm)

Als Laufmittel wurde einerseits eine Mischung aus Chloroform, Methanol, Essigsäure und dest. H₂O im Verhältnis 64:30:4:2 (Laufmittel 2) und andererseits eine Mischung aus Chloroform und Methanol im Verhältnis 3:2 verwendet (Laufmittel 3).

Anpassungen zum Versuch 1 und 2:

Im Lösemittel für Aspartam wurde Wasser durch Methanol ersetzt. Ein weniger polares Laufmittel wurde gewählt. Das Aspartam wurde zusätzlich anstelle von dest. H₂O mit Phosphorsäure gelöst.

Die Ergebnisse von Versuch 3 sind in der Abbildung 15 und Abbildung 16 ersichtlich.

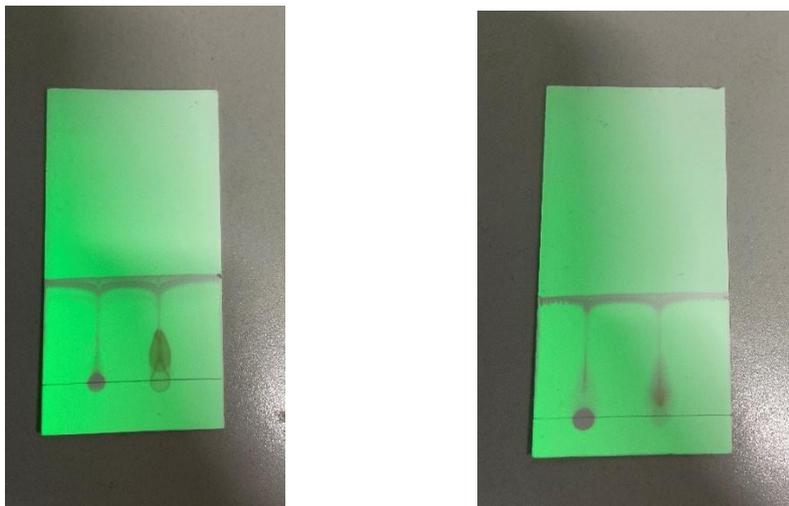


Abbildung 15: Chromatogramme unter UV ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Referenzlösung 3 aufgetragen, auf der rechten Bahn ein Süßgetränk (links: Coca-Cola Zero, rechts: M-budget Energy Drink Sugarfree) mit dem Laufmittel 2.

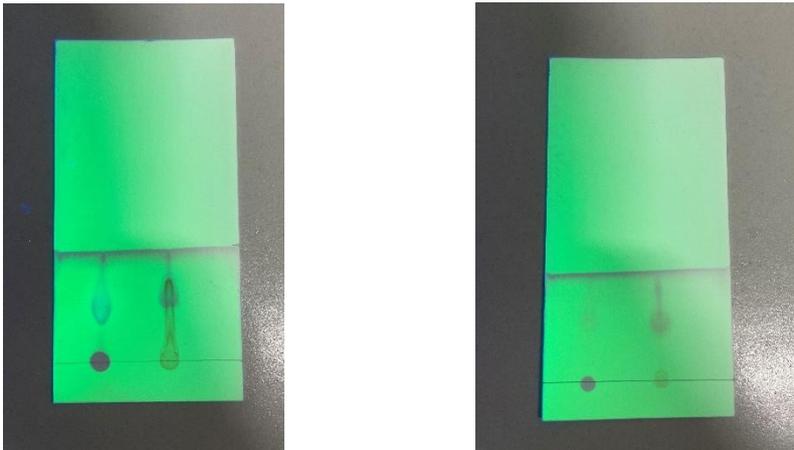


Abbildung 16: Chromatogramme unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Referenzlösung 3 aufgetragen, auf der rechten Süßgetränk (links: Coca-Cola Zero, rechts: M-budget Energy Drink Sugarfree), mit dem Laufmittel 3

Beobachtungen:

Die Substanzflecken des Aspartams sind ersichtlich. Die DC-Plättchen, welche in das Laufmittel 2 gestellt wurden, ergeben keine klaren Ergebnisse. Das Aspartam zieht sich über die ganze Laufbahn und bildet eine senkrechte Linie. Die DC-Plättchen mit dem Laufmittel 3 haben deutlichere Substanzflecken. Vor allem bei dem M-budget Energy Drink Sugarfree und der Referenzlösung 3 sind zwei Substanzflecken deutlich erkennbar, welche sich auf der gleichen Höhe befinden. Bei allen DC-Plättchen ist eine oben erwähnte horizontale Linie unterhalb der Laufmittelfront zu erkennen.

Diskussion:

Das Laufmittel 2 ist vermutlich zu polar, weshalb sich das Aspartam über die ganze DC-Platte zieht und keinen klaren Fleck bildet. Mit dem Laufmittel 3 hingegen werden die erhofften Substanzflecken erzielt.

5 Resultate

Um die erhaltenen Resultate zusammenzufassen und übersichtlich darzustellen, wurde ein DC-Plättchen erstellt mit dem gekauften Saccharin, dem selbsthergestellten Saccharin, der Ahoj-Brause (in Pulverform), dem gekauften Aspartam und der Ahoj-Brause (in Tablettenform). Die Tablettenförmige Ahoj- Brause stellt hier die Negativprobe dar, da sie weder Aspartam noch Saccharin enthält.

Tabelle 13: Proben

Proben	Zutaten
Ahoj-Brause Pulver	Zucker, Säuerungsmittel: L(+)-Weinsäure, Säureregulator: Natriumhydrogencarbonat, Süßungsmittel: Natriumcyclamat, Acesulfam-K und Saccharin-Natrium, Aromen, Farbstoffe: Carotine, Beta-apo-8', Anthocyane und kupferhaltige Komplexe der Chlorophylline
Ahoj-Brause Bonbon	Zucker, Maltodextrin Säuerungsmittel: L(+)-Weinsäure und Citronensäure Säureregulator: Natriumhydrogencarbonat, pflanzliche Fette (Raps) ganz gehärtet, Glukosesirup, Stärke, Aromen, Trennmittel: Mono- und Diglyceride von Speisefettsäuren, Gemüse-, Pflanzen- und Fruchtkonzentrate (Rote Beete, Saflor, Karotte, Spirulina und Blaubeere) Farbstoffe: Kurkumin und Paprikaextrakt
selbst hergestelltes Saccharin	0.01 g selbst hergestelltes Saccharin in möglichst wenig dest. H ₂ O gelöst.
Referenzlösung 1	0.01 g Saccharinum natricium in möglichst wenig dest. H ₂ O gelöst.
Referenzlösung 2	0.03 g Aspartam (aus der Migros) in 5 mL Phosphorsäure gelöst.

Als Laufmittel wurde eine Mischung aus Dichlormethan und Essigsäure im Verhältnis 9:1 gemischt (Laufmittel 1).

Durchführung des Experimentes

Tabelle 14: Eckdaten zum Experiment

Stationäre Phase	Kieselgel mit Fluoreszenzindikator
Mobile Phase	Laufmittel 1
Proben	Ahoj-Brause-Pulver Ahoj-Brause-Bonbon synthetisiertes Saccharin Referenzlösung 1 Referenzlösung 2
Dauer der Entwicklung	10 min
Detektionsart	Betrachtung unter UV-Licht (254 nm und 365 nm)

Das Ergebnis des Versuches ist in der Abbildung 17 ersichtlich:

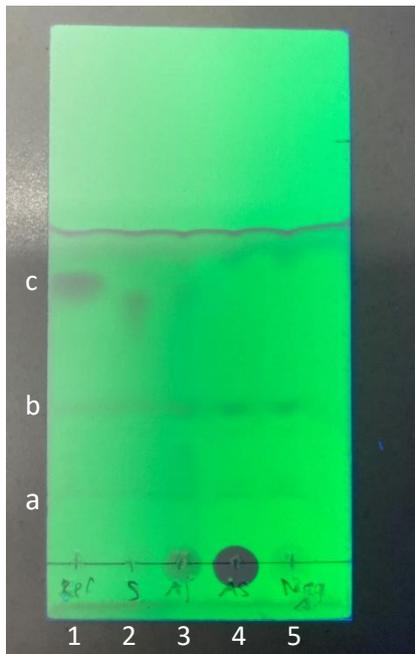


Abbildung 17: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Von links nach rechts befindet sich an erster Stelle die Referenzlösung 1, an zweiter das selbsthergestellte Saccharin, an dritter das Ahoj-Brause Pulver, an vierter die Referenzlösung 2 und an fünfter und letzter Stelle das Ahoj-Brause Bonbon, welche die Negativprobe ist.

Beobachtungen:

Auf allen Bahnen sind zwei identische Substanzflecken ersichtlich. Der Fleck (a) bildet jeweils eine horizontale Linie und der Fleck (b) bildet einen V-förmigen Punkt. Auf den Bahnen 1-3 ist zudem ein dritter Substanzfleck zu erkennen. Von links nach rechts nimmt die Intensität des Fleckes jedoch ab. Auch bei diesem DC- Versuch bildet sich eine horizontale Linie unterhalb der Laufmittelfront.

Diskussion:

Da alle Proben die zwei Substanzflecken (a) und (b) aufweisen, ist davon auszugehen, dass es sich hier um keinen Süßstoff handeln kann. Denn die Negativprobe weist diese Spots auch auf. Da sich die Substanzflecken (a) und (b) auch bei den gekauften Saccharin- und Aspartam-Proben abbilden, kann auch ausgeschlossen werden, dass es sich bei diesen Flecken um Farbstoffe oder Aromen handelt, welche sich nur bei den Ahoj- Brausen-Proben abbilden würden.

Die Proben 1-3 weisen alle den Substanzfleck (c) auf. Dies muss folglich der Nachweis für Saccharin sein, da die Proben 4 und 5 als einzige kein Saccharin enthalten. Gleichzeitig ist es ein erneuter Beweis, dass das selbst synthetisierte Saccharin tatsächlich Saccharin ist.

Die Proben 4 und 5 weisen beide nur die Substanzflecken (a) und (b) auf. Theoretischerweise müsste die Probe 4, also das gekaufte Aspartam, einen weiteren Substanzfleck aufweisen. Denn auf dieser DC erscheinen die Aspartam-Probe und die Negativprobe identisch.

6 Fazit

Die Synthese des Saccharins und somit das Hauptziel der Arbeit war ein Erfolg. Bei beiden Durchführungen des Experimentes entstand ein weisser, pulverförmiger Feststoff. Mithilfe der Dünnschichtchromatographie konnte nachgewiesen werden, dass es sich beim hergestellten Stoff tatsächlich um den Süsstoff Saccharin handelt. Nach einigen misslungenen Versuchen wurde das ideale Laufmittel gefunden, welches das Ergebnis optimal darstellte. Dieses klare Ergebnis weist darauf hin, dass das hergestellte Produkt rein ist.

Der Nachweis von Saccharin in einem Süssgetränk war mit dem richtigen Laufmittel und der richtigen Konzentration schnell zu ermitteln. Der Nachweis vom Aspartam hingegen war von vielen misslungenen Versuchen geprägt. Trotz mehrerer Anpassungen wurden kein optimales Ergebnis erzielt. Es war ablesbar, dass sich auf beiden DC-Platten Aspartam befindet, doch es bildeten sich oft keine klaren Spots, sondern Substanzbahnen. Auch aus den Resultaten kann entnommen werden, dass Aspartam sich nicht wie erhofft verhalten hat. Hier war kein Substanzfleck zu erkennen, welcher Aspartam abbildet. Einmal mehr wird ersichtlich, dass die Ergebnisse der Proben der Dünnschichtchromatographie stark schwanken können, je nachdem wie hoch die Konzentration oder polar das Laufmittel ist.

7 Quellenverzeichnis

Jegliche Abbildungen in dieser Arbeit wurden selbst aufgenommen.

Die Strukturformeln wurden mit dem Programm *Chemograph Plus* gezeichnet.

7.1 Literaturverzeichnis

[5] Klaus Roth, *Chemisches Leckerbissen*, Wiley-VCH, Berlin, 2014

[17] Markus Breede, *Die wichtigsten Süsstoffe im Überblick*, GRIN, Rostock, 2003

7.2 Internetverzeichnis

[1] Christoph Minhoff, Süsstoffe, lebensmittelverband.de, abgerufen am 7.1.2023
von: [Süsstoffe - Lebensmittelverband Deutschland](#)

[2] Bewertung von Süsstoffen und Zuckeraustauschstoffen, bfr.bund.de, abgerufen am 8.1.2023
von: [Bewertung von Süsstoffen und Zuckeraustauschstoffen \(bund.de\)](#)

[3] Süsstoffe im Überblick, Süsstoff-verband.info, abgerufen am 29.11.2022,
von: [Süsstoff-Verband e.V. - Süsstoffe im Überblick \(sueusstoff-verband.info\)](#)

[4] Julia Adam, Lebensmittelzusatzstoffe und Süsstoffe – Gesundheitsschädlich oder harmlos?,
krebsinformationsdienst.de, abgerufen am 8.1.2023
von: [Lebensmittelzusatzstoffe und Süsstoffe: Gesundheitsschädlich? \(krebsinformationsdienst.de\)](#)

[6] efsa, ADI, efsa.europa.eu, abgerufen am 20.10.2022
von: [ADI | EFSA \(europa.eu\)](#)

[7] Dommel Michael, von Hollen Annika, Ritgen Caroline, Die süsse Illusion, Zeit online, abgerufen am
3.1.2023
von: [Ernährung: Die süße Illusion | ZEIT ONLINE](#)

[8] Raphael Krapscha, Künstliche Süsstoffe steigern Krebsrisiko, science ORF.at, abgerufen am
8.1.2013
von: [Studie: Künstliche Süsstoffe steigern Krebsrisiko - science.ORF.at](#)

[9] Carina Rehberg, Studie: Süsstoffe erhöhen Krebsrisiko, zentrum-der-gesundheit.de, abgerufen
am 17.1.2023
von: [Künstliche Süsstoffe können Krebs verursachen \(zentrum-der-gesundheit.de\)](#)

[10] M.Sc. Susanne Alef, Süsstoffe: Mehr künstlich, mehr Krebs?, doccheck.com, abgerufen am
17.1.2023
von: [Süsstoffe: Mehr künstlich, mehr Krebs? - DocCheck](#)

- [12] Cholo Aleman, Dünnschichtchromatographie, Chemie.de, abgerufen am 17.10.2022
von: [Dünnschichtchromatografie \(chemie.de\)](#)
- [13] Dr. Frank Antwerpes etc, Dünnschichtchromatographie, DocCheck Flexikon, abgerufen am 17.10.2022
von: [Dünnschichtchromatographie - DocCheck Flexikon](#)
- [14] Dagmar Wiechoczek, Rf-Wert, chemieunterricht.de, abgerufen am 19.10.2022
von: [Prof. Blumes Medienangebot: Chromatographie \(chemieunterricht.de\)](#)
- [15] Anja Krumbé, Verboten, verbannt, verschrien – Süsse mit Geschichte, abgerufen am 20.10.2022,
von: [VFEDaktuell_171_Titelthema.pdf](#)
- [16] Ina Böckler, Diätische Lebensmittel, Staatsexamsarbeit im Fachbereich Chemie, abgerufen am 30.1.2023
- [11] Süsstoffe, planet wissen, abgerufen am 29.12.2022
von: [Diät: Süßstoffe - Essen - Gesellschaft - Planet Wissen \(planet-wissen.de\)](#)
- [18] Klaus Roth, Saccharin, chemie-schule.de, abgerufen am 29.01.2023
von: [Saccharin – Chemie-Schule](#)
- [19] AstraZeneca, Diabetes Typ 2 – Herausforderungen und Chancen, zuckerkrank.de, abgerufen am 28.01.2023
von: [Diabetes Typ 2 - was Sie wissen sollten | zuckerkrank.de](#)

7.3 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Einteilung der Süßungsmittel.....	5
Abbildung 2: nicht gelungene Reaktion von o-Toluensulfonsäure zu o-Sulfobenzsäure.....	9
Abbildung 3: Zufälliger Fund des Saccharins.....	9
Abbildung 4: von Heyden- Verfahren.....	11
Abbildung 5: Bestimmung des Retentionsfaktor (R_f -Wert).....	12
Abbildung 6: Apparatur für die Synthese von Saccharin.....	14
Abbildung 7: ausgefallener Feststoff, Saccharin. Links stand die saure Lösung 10 min im Eisbad. Rechts stand die saure Lösung über Nacht im Eisbad.....	15
Abbildung 8: Umkristallisiertes, abgenutztes Saccharin	16
Abbildung 9: Reaktion von o-Toluolsulfonamid und Kaliumpermanganat	16
Abbildung 10: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). S steht jeweils für das selbsthergestellte Saccharin und Ref. für die Referenzlösung 1. Links stand das DC-Plättchen in einem offenen System, rechts in einem geschlossenen.	19
Abbildung 11: Chromatogramme unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Ahoj-Brause aufgetragen, auf der rechten Bahn die Referenzlösung 1. Links wurden ca. 2 Tropfen Ahoj-Brause- Lösung aufgetragen, rechts ca. 5 Tropfen.....	22
Abbildung 12: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist die Referenzlösung 1, auf der rechten Bahn ist das Süßgetränk (Coca-Cola Zero).....	25
Abbildung 13: Chromatogramme unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Referenzlösung 2 aufgetragen, auf der rechten Bahn ein Süßgetränk (links: Coca-Cola Zero, rechts: M-budget Energy Drink Sugarfree)	27
Abbildung 14: Chromatogramm unter UV ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Referenzlösung 3 aufgetragen, auf der rechten Bahn ein Süßgetränk (links: Coca-Cola Zero, rechts: M-budget Energy Drink Sugarfree) mit dem Laufmittel 2.....	28
Abbildung 15: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Auf der linken Bahn ist jeweils die Referenzlösung 3 aufgetragen, auf der rechten Süßgetränk (links: Coca-Cola Zero, rechts: M-budget Energy Drink Sugarfree), mit dem Laufmittel 3.....	29
Abbildung 16: Chromatogramm unter UV-Licht ($\lambda = 254 \text{ nm}$). Von links nach rechts befindet sich an erster Stelle die Referenzlösung 1, an zweiter das selbsthergestellte Saccharin, an dritter das Ahoj-Brause Pulver, an vierter die Referenzlösung 2 und an fünfter und letzter Stelle das Ahoj-Brause Bonbon, welche die Negativprobe ist.	31

7.4 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Geräte und Glaswaren	13
Tabelle 2: Chemikalien und Materialien	13
Tabelle 3: Geräte für die Apparatur	14
Tabelle 4: Proben.....	18
Tabelle 5: Geräte und Glaswaren.....	18
Tabelle 6: Eckdaten zum Experiment	19
Tabelle 7: Proben.....	21
Tabelle 8: Eckdaten zum Versuch 1.....	21
Tabelle 9: Proben.....	24
Tabelle 10: Eckdaten zum Versuch 1.....	24
Tabelle 11: Eckdaten zum Versuch 2.....	26
Tabelle 12: Eckdaten zum Versuch 3.....	28
Tabelle 13: Proben	30
Tabelle 14: Eckdaten zum Experiment	31