

Neue Praktikumsversuche zu Methoden der quantitativen Ausbeutebestimmung in der Katalyse im didaktisch digitalen Gewand

1 Antragsteller/in

Lehrstuhl Technische Chemie
Dr. Thomas Seidensticker

2 Kurzbeschreibung des Projektes

In diesem Projekt wird ein zusätzlicher Praktikumsversuch konzipiert, welcher zum Ziel hat, den Studierenden des Bio- und Chemieingenieurwesens die Grundzüge der NMR-Spektroskopie näher zu bringen. Hierzu wird die quantitative Ausbeutebestimmung einer homogenkatalytischen Reaktion (z.B. Transferhydrierung) mittels der ^1H -Spektroskopie herangezogen. Dieser neue Versuch komplementiert damit den bereits seit kurzer Zeit vorhandenen Versuch TC18 („Telomerisation“), der zum Ziel hat, den Studierenden Einblicke in die quantitative Ausbeutebestimmung mittels der Gaschromatographie zu vermitteln. Beide Versuche werden inhaltlich aneinander angeglichen, um den komplementären Charakter zu stärken. Zudem wird die Versuchsvorbereitung, -durchführung und -auswertung in ein neues, digitales Gewand gekleidet, welches aus den Elementen interaktiver MoodleRaum statt Skript, Einführungs-Videos, Quiz zur Vorbereitung auf das Kolloquium, digitale Auswertung und Präsentation besteht.

3 Details zum Projekt

3.1 Istzustand vor Beantragung

Die Studierenden des BIW und des CIW haben bisher während des Studiums keine praktischen Erfahrungen mit der Magnetresonanzspektroskopie gemacht. Die Erfahrungen mit der Gaschromatographie sind auf die beiden Versuche „TC35_Wacker Hoechst“ und „TC36_Metathese“ beschränkt. Bei beiden Versuchen wird jedoch keine Kalibrierung der Analyten vorgenommen, sodass zwar ein rudimentäres Verständnis der Analytik, jedoch kein generelles und übertragbares Vorgehen für das Lösen anderer Problemstellungen vermittelt werden kann. Zudem sind beide Versuche wenig „Hands-on“, da lediglich an Reglern, z.B. für die Gaszufuhr gedreht wird, aber wenig praktische Arbeit geleistet werden muss. Zudem ist der Versuchsablauf für alle Gruppen gleich, es wird demnach nur zu einem geringen Maß die Entwicklung eigener Lösungsstrategien für gegebene Problemstellungen gefordert. Auch die anschließende Diskussion der eigenen Ergebnisse mit Reflexion der eigenen Auswahlentscheidungen fällt auf Grund der wenig gegebenen Wahlmöglichkeiten sehr sparsam aus. Insbesondere jedoch im Masterstudium sollte dies zentraler Bestandteil sein.

Nicht alle Versuchsskripte der TC stehen auch in Englisch zur Verfügung.

Am Lehrstuhl für Technische Chemie ist ein Benchtop-NMR (60 Hz) der Firma Magritek sowie entsprechende Software zur Auswertung der Spektren vorhanden. Vorhandene Gaschromatographen der Praktikumsversuche können ebenfalls genutzt werden.

3.2 Projektziel/Projektbeschreibung

Das Ziel des vorliegenden Projektes ist die Konzeptionierung / Modernisierung zweier komplementärer Praktikumsversuche für das Master CIW/BIW-Praktikum. Anhand dieser beiden Versuche sollen den Studierenden am Beispiel von homogenkatalytischen Modellreaktionen

aktuelle Standard-Methoden zur Bestimmung von Umsatz, Selektivität und Ausbeute mit Hilfe von ^1H -NMR-Spektroskopie bzw. Gaschromatographie nahegebracht werden.

Hierzu ist zum einen die Konzeptionierung bzw. Überarbeitung des praktischen Teils an sich erforderlich.

Bisher existiert bereits ein Versuch zur „Telomerisation des β -Myrcens mit Amininen“ (TC18), welcher bereits Teilaspekte (Gaschromatographie) berücksichtigt. Dieser Versuch ist bisher jedoch als „Ausweichversuch“ für den zur Zeit auf Grund von Baumaßnahmen nicht durchführbaren Versuch TC35 konzipiert. Der Praktikumsversuch TC18 soll innerhalb dieses Projektes durch die Entwicklung eines komplementären Versuches sowie durch vollständige Neukonzeption der versuchsbegleitenden Materialien und Medien auf ein neues Niveau gehoben werden.

Der innerhalb dieses Projektes neu zu konzipierende Praktikumsversuch TCX (Nummerierung wird nach Abschluss vorgenommen) wird die quantitative Ausbeutebestimmung einer homogenkatalytischen Reaktion (z.B. Transferhydrierung) mittels der ^1H -Spektroskopie beinhalten. Dies hat den Zweck, neben den Grundzügen der Gaschromatographie (TC35 und TC36, sowie neuer TC18 Versuch) auch die Grundzüge der NMR-Spektroskopie zu vermitteln, welche bisher im Studium an der Fakultät BCI unterrepräsentiert sind.

Der komplementäre Charakter dieser beiden Praktikumsversuche kommt dadurch zustande, dass ähnlich vorgegangen wird: Ziel der Versuche ist jeweils die Bestimmung von reaktionsspezifischen Kennzahlen einer homogenkatalytischen Reaktion. Hierzu müssen Kenntnisse über die Grundlagen der jeweiligen Analysemethode (GC-FID in TC18 und ^1H -NMR in TCX) erlangt bzw. angewendet werden. Hieraus leitet sich ab, dass für den jeweils zu analysierenden Stoff (Edukt für die Bestimmung des Umsatzes, Produkt für die Bestimmung der Ausbeute und Selektivität) eine Kalibrierung vorgenommen werden muss. In beiden Versuchen werden dann prinzipielle Methoden vorgestellt, wie bei der Erstellung der Kalibrierung vorgegangen werden kann. Die Studierenden wählen dann eine Methode aus und führen die Kalibrierung durch. Bei beiden Analysemethoden ist die Wahl eines internen Standards möglich, welcher ebenfalls aus einer Reihe zur Verfügung stehender Substanzen ausgewählt werden kann. In beiden Versuchen wird dann die homogenkatalytische Reaktion durchgeführt. Hierzu werden ca. 9 einzelne Reaktionsansätze angefertigt, wobei die konkreten Reaktionsbedingungen in einem vorgegebenen Rahmen frei gewählt werden können. Nach praktischer Durchführung der Reaktionen werden die Reaktionsmischungen analysiert und reaktionsspezifische Kennzahlen bestimmt. Abschließend erfolgt die Diskussion: Zum einen sowohl versuchsintern über die erzielten Ergebnisse unter Einbeziehung der gewählten Reaktionsparameter und der gewählten Kalibrieremethode. Zum anderen auch versuchsübergreifend, indem die jeweiligen Vor- und Nachteile der beiden Analysemethoden und deren Eignung für das Lösen entsprechender Problemstellungen diskutiert werden.

Das Wissen über die Grundzüge von Standard-Analyse-Verfahren, mit Bezug zu deren Anwendungsspektrum, Leistungsfähigkeit und generelle Vorgehensweise, gehören zur ganzheitlichen Ausbildung moderner Bio- und Chemieingenieur*innen. Mit dem in den Praktikumsversuchen vermittelten Wissen werden die Studierenden befähigt, zwei Standard-Analyse-Verfahren für flüssige Reaktionsmischungen anzuwenden und so erste Ansätze für die Charakterisierung dieser Mischungen zu unternehmen. Es wird jeweils ein generelles und übertragbares Vorgehen für das Lösen eigener Problemstellungen vermittelt. Aus diesen Daten lassen sich wiederum reaktionsspezifische Kennzahlen ableiten, welche die Voraussetzung für die Auslegung von z.B. Reaktoren sind. Zudem lassen sich mit Hilfe der Endzusammensetzung thermische Trennverfahren auslegen. Beides sind integrale Bestandteil der Ausbildung von Bio- und Chemieingenieur*innen an unserer Fakultät.

Neben der Konzeptionierung bzw. Überarbeitung des praktischen Teils beider Versuche wird auch die Vor- und Nachbereitung beider Versuche modern und nachhaltig gestaltet, sowohl in Deutsch als auch in Englisch. Elementar werden hier die Konzeptionierung und das Erstellen interaktiver Moodle-Räume sein. Das klassische Skript (als singuläres Dokument mit allen notwendigen Informationen zur Vor- und Nachbereitung sowie zur Versuchsdurchführung) wird möglichst vollständig ersetzt. Ein Kolloquium vor der Versuchsdurchführung wird weiterhin abgehalten werden, jedoch werden die Studierenden hierzu erst zugelassen, wenn die zur Verfügung gestellten Inhalte in den Grundzügen nachweislich verinnerlicht wurden (Quiz vor Zulassung). Hierzu wird eine sich didaktisch aufbauende Struktur des Moodle-Raums angestrebt, die im Wesentlichen für die Vorbereitung des Praktikumsversuches aus Inhalten (Videos, Abbildungen und Texten) sowie der Möglichkeit zur Selbstüberprüfungen (Quiz) besteht. Für die Versuchsnachbereitung werden Abgaben (Upload von Protokollen, Versuchsauswertungen, etc.) eingerichtet. Darüber hinaus enthalten diese Moodle-Räume verlässliche (d.h. tagesaktuelle) Informationen zu Terminen, Ansprechpartnern, Räumlichkeiten und Sicherheitsaspekten. Komplettiert werden sie durch Kommunikationskanäle mit der betreuenden Person (für das Kolloquium vor Versuchsdurchführung und die Ergebnisbesprechung im Anschluss), eine Feedback-Funktion/Evaluation sowie eine Übersicht über das Bestehen des Versuches.

3.3 Einzelmaßnahmen, Schritte etc.

Einzelmaßnahme 1 (EM1): Inhaltliche Konzeptionierung des neuen Versuchs TCX

- Definition des Lernziels, Formulierung einer genauen Fragestellung und Ableiten der für die Durchführung des Versuches notwendigen Grundlagen.
- Aufbereitung der zu vermittelnden Inhalte a) der Grundlagen $^1\text{H-NMR}$ Analytik und homogenkatalytischen Reaktion; b) quantitative Auswertung mittels $^1\text{H-NMR}$ Analytik und Kalibriermethoden; c) Vorgehen zur Versuchsdurchführung; d) Kriterien zur Versuchsauswertung; e) Sicherheitsaspekte
- Nutzung des Benchtop NMRs als Eigenmittel der TC

Einzelmaßnahme 2 (EM2): Praktische Konzeptionierung des neuen Versuchs TCX

- Auswahl geeignetes Modell-System (Reaktion, Stoffsystem, Katalysator)
- Auswahl geeignetes Equipment (Reaktionsgefäße, etc.) sowie Räumlichkeiten
- Setzen der potentiell zu variierenden Reaktions-Parameter inkl. der Grenzen
- Auswahl zu wählender Auswerteverfahren (Kalibrierung nebst Standards)
- Festlegen der (auch zeitlich aufgelösten) Versuchsdurchführung
- Verbrauchsmaterialien, wie Chemikalien, etc.

Einzelmaßnahme 3 (EM3): Erstellen des digitalen Gewandes des neuen Versuchs TCX

- Generelle Konzeptionierung des Moodle-Raums (inkl. Feedback-Funktion, etc.)
- Festlegen, welche Inhalte (EM1 a)-e)) über welche medialen Elemente im neu zu erstellenden Moodle-Raum im Vorfeld der Versuchsdurchführung vermittelt werden sollen (Video, Text, Abbildung, etc.)
- Festlegen, welche Inhalte für die Zulassung zum Kolloquium notwendig sind und Erstellen einer entsprechenden Lernstandsüberprüfung mit Selbstkontrolle und entsprechende Implementierung im Moodle-Raum.

- Festlegen, wie die Abgabe, Überprüfung und Diskussion sowie die Testierung des Versuches stattfinden soll und entsprechende Implementierung im Moodle-Raum.

Einzelmaßnahme 4 (EM4): Produktion der Medienelemente und Implementierung in Moodle für TCX

- Produktion der in EM3 festgelegten Medien zur Vermittlung der in EM2 festgelegten Inhalte. Zentral wird ein sog. White-Board Erklärvideo, das statt des klassischen Skripts fungiert.
- Zusätzliche Bereitstellung von Abbildungen und Texten.

Einzelmaßnahme 5 (EM5): Erstellen des digitalen Gewandes des Versuches TC18

- Analog zu EM3

Einzelmaßnahme 6 (EM6): Produktion der Medienelemente und Implementierung in Moodle für TC18

- Analog zu EM4

Einzelmaßnahme 7 (EM7): Erstellen und Auswertung der Evaluationsunterlagen

- Erstellen von Evaluationsunterlagen/-fragen für die Versuche TC18 und TCX
- Evaluation des Praktikumsversuches TC18 im WS 2021/22 (mit max. 37 Teilnehmenden)
- Auswertung der Evaluation

3.4 Geplante Laufzeit

6 Monate im Sommersemester 2022, Start der überarbeiteten Praktikumsversuche dann mit dem Master CIW-Praktikum im WS 2022/23.

3.5 Indikatoren zur Evaluation des Projektes

Der Versuch „TC18-Telomerisation“ wird im WS 2021/22 im Rahmen des Master CIW-Praktikums durchgeführt. Die 37 Teilnehmenden dieses Versuches, der noch mit einem klassischen Skript ohne „digitales Gewand“ durchgeführt wurde, werden im Rahmen dieses Projektes zu einer Evaluation eingeladen. Im WS 2022/23 wird TC18 im digitalen Gewand durchgeführt und ebenfalls eine Evaluation durchgeführt, die mit jener aus 2021/22 verglichen wird. Maßgeblicher Indikator wird auf Seiten der Studierenden sein, wie nachhaltig ihrer Einschätzung nach die Inhalte vermittelt wurden, und wie klar die Durchführung des Versuches vermittelt wurde. Auf Seiten der betreuenden Personen wird in persönlichen Gesprächen abgefragt werden, wie gut die Studierenden auf die Durchführung des Versuches vorbereitet waren. Hierfür kann die Dauer des Kolloquiums bzw. die Häufigkeit von Rückfragen vor, während und nach dem Versuch als Indikator dienen.

3.6 Nachhaltigkeit/Verstetigung

Die Praktikumsorganisation (Gruppeneinteilung, Terminvergabe/-absprache) findet in der BCI bereits über Moodle statt. Der Lehrstuhl TC organisiert daneben auch das Grundpraktikum für Chemiker im Modul „Einführung in die Technische Chemie“, wobei ebenfalls auf Moodle zur Organisation zurückgegriffen wird. Die Erfahrungen mit dem „digitalen Gewand“ mit Moodle als Plattform zur Vor- und Nachbereitung einzelner Praktikumsversuche kann auf weitere Versuche anderer Lehrstühle übertragen werden. Mittel- und langfristig besteht die Möglichkeit, dass über die Lernplattform Moodle demnach ganze Praktika inkl. aller Praktikumsversuche einheitlich über alle Lehrstühle hinweg angeboten werden können. Dies führt sicherlich zu vielen Synergien, die die

Effizienz in der Gesamtdurchführung von Praktika erhöhen und letztlich die Qualität in der Lehre für Studierende deutlich verbessern.

Die Erfahrungen mit der Erstellung von White-Board-Videos kann sowohl für andere Praktikumsversuche, aber auch für die Erläuterung von Vorlesungsinhalten verwendet werden. Hier ist ebenfalls bereits die Unterstützung des Video-Teams der TU Dortmund eingeholt. Prinzipiell lässt sich diese Form der Kommunikation von Inhalten auch für die Außendarstellung der Fakultät und der Lehrstühle auch im Social Media-Bereich sehr gut verwenden. Dieses Projekt kann hier eine Pionierarbeit leisten, die den Prozess der Produktion von Folgevideos deutlich vereinfacht und beschleunigt.