

Umsetzungsbeispiel – Analytische Kopplungstechniken

Massenspektrometrie als Baustein zur Strukturaufklärung unbekannter organischer Verbindungen

Welche Kompetenz soll vermittelt werden?

Durch die stetig wachsende Robustheit, einfachere Maintenance und fallende Anschaffungskosten sind Massendetektoren mehr und mehr zu Standarddetektoren in der Chromatographie geworden. Insbesondere im Bereich der Strukturaufklärung leisten diese Detektoren in Kombination mit der NMR und IR wichtige Erkenntnisse zum Aufbau chemischer Substanzen. Durch die niedrigen Nachweis- und Bestimmungsgrenzen sowie die einfache Qualifizierung von Substanzen können im Laboralltag Zeit und Kosten eingespart werden.

Der/die Auszubildende lernt den Aufbau verschiedener Massenspektrometer kennen. Dabei stehen insbesondere die Art der Ionisierung und das Verfahren zur Massentrennung im Fokus. Er/Sie erkennt, welche Massenspektrometer mit welchen chromatographischen Systemen sinnvoll gekoppelt werden können sowie die Spezifika der einzelnen Systeme. Darüber hinaus ist der/die Auszubildende in der Lage, die erhaltenen Spektrogramme mit einer Spektrenbibliothek abzugleichen sowie einfachere Moleküle zu interpretieren.

Wie könnte die Umsetzung in der Ausbildung erfolgen?

Die Auszubildenden haben durch frühere Lerneinheiten fundierte theoretische und praktische Grundkenntnisse im Bereich der HPLC und GC (inklusive den Standarddetektoren UV/VIS, RI, FID, WLD) erlangt. In einem Workshop befassen sie sich mit den verschiedenen Arten der Ionisierung (EI, CI, APCI, ESI, MALDI, FAB, FI und FD) sowie den Möglichkeiten zur Massentrennung (Sektorfeld, Quadrupol, TOF, Ion-Trap und Orbitrap). Nachdem die Auszubildenden ihre Erkenntnisse zusammengetragen haben, können sie im Rahmen einer Laborführung durch die Fachabteilung das Erlernte weiter vertiefen.

Im Anschluss wird der Fokus auf das praktische Arbeiten mit dem Massenspektrometer gelegt. Nach der Überprüfung des Gerätes durch einen Tunelauf müssen die Auszubildenden für eine einfache, unbekannte Probe (zum Beispiel Cyclohexan, Benzaldehyd, Essigsäureethylester) eine gaschromatographische Trennung ausarbeiten. Im Anschluss können die charakteristischen Bruchstücke des erhaltenen ESI-Massenspektrums interpretiert werden.

Unter Einbezug von NMR- und IR-Spektren kann eine zweifelsfreie Qualifizierung erfolgen. Zum Abschluss lernen die Auszubildenden noch den Umgang mit Spektrendatenbanken (zum Beispiel NIST). Diese ermöglichen einen Abgleich der erhaltenen Spektren mit einer Datenbank, so dass eine vollautomatische Qualifizierung der Substanz möglich ist.

Praxistipp

Die Auszubildenden sollten im Verlauf ihrer Ausbildung schon Erfahrungen mit dem chromatographischen System und den Standarddetektoren (zum Beispiel WLD, FID, UV-VIS, RI) gesammelt haben. Für die Interpretation sind insbesondere ESI-Spektren vorteilhaft, da diese zu einer starken Fragmentierung führen. Je nach Molekül ist im ESI-Spektrum jedoch kein Massepeak enthalten.

Hier kann es sinnvoll sein, dem/der Auszubildenden die molare Masse als Hilfe zu geben. Falls die Möglichkeit besteht, kann alternativ ein weiteres Spektrum mit einer weichen Ionisierung (zum Beispiel CI) aufgenommen werden. Um die Interpretation zu erleichtern und die Auszubildenden auf die schriftliche PAL-Prüfung vorzubereiten, ist es sinnvoll, zu den erhaltenen Massenspektren auch NMR- und IR -Spektren zur Verfügung zu stellen. Somit kann die Interpretation aller relevanten Strukturaufklärungsverfahren wiederholt werden.

Welche Pflichtqualifikationen sind für die Umsetzung ab 1. August 2020 geeignet?

Die WQ-Inhalte „Analytische Kopplungstechniken“ können ab dem 1. August 2020 in nachfolgenden Abschnitten der Ausbildungsordnung (AO) zum Chemielaboranten/zur Chemielaborantin umgesetzt werden (die WQ „Analytische Kopplungstechniken ist nicht mehr verfügbar“):

- **§ 4 Absatz 2 Abschnitt A „Pflichtqualifikationen“**

§ 4 Absatz 2 Abschnitt A Nummer 6.3 „Analyseverfahren“

Durchführen analytischer Arbeiten

- § 4 Absatz 2 Abschnitt A Nummer 7.3 „Spektroskopie“
- § 4 Absatz 2 Abschnitt A Nummer 7.6 „Chromatographie“

§ 4 Absatz 2 Abschnitt A Nummer 7.7 „Auswerten von Messergebnissen“

- **§ 4 Absatz 2 Abschnitt B „Wahlqualifikationen“**

- § 4 Absatz 2 Abschnitt B Nummer 5 „Anwenden chromatografischer Verfahren“
- § 4 Absatz 2 Abschnitt B Nummer 6 „Anwenden spektroskopischer Verfahren“

Autor: Thomas Jacqué, BASF SE