

---

## PLAN DE COURS-CHM 3101

---

Mise à jour : 2009-06-25

### CHM 3101 – Laboratoire de chimie analytique (3 crédits)

---

---

Session Automne 2008    Cours : lundi 10h00 - 11h00, local Y-117  
Laboratoire : mardi ou mercredi 12h30 - 18h00, local F-700

Préalables :                    CHM 2101 et CHM 2102

Professeurs responsables: Jean-François Masson (S-336) – [jf.masson@umontreal.ca](mailto:jf.masson@umontreal.ca)  
Karen Waldron (U-341) – [karen.waldron@umontreal.ca](mailto:karen.waldron@umontreal.ca)

Documents pertinents sur le web : WebCT – CHM3101

---

---

### DESCRIPTION

Principales méthodes de séparation et d'analyse. Chromatographie gazeuse; chromatographie liquide; électrophorèse capillaire; électrochimie, spectrométrie de masse, spectroscopie atomique et moléculaire. Résolution d'un problème analytique sous forme de projet.

### OBJECTIFS DU COURS

Ce laboratoire de chimie analytique porte sur les méthodes séparatives et diverses méthodes analytiques. Ces méthodes sont composées de plusieurs techniques (ex. chromatographie gazeuse et liquide, électrophorèse capillaire, spectrométrie de masse, différents détecteurs (UV, FID), fluorimétrie, biocapteurs, etc.). Ces nombreuses techniques ne seront pas toutes étudiées individuellement. Les bases théoriques des techniques étudiées sont toutefois semblables et l'étudiant doit apprendre à généraliser leur utilisation. Les méthodes modernes ont souvent recours à des techniques hybrides comme la CG-MS (couplage chromatographe en phase gazeuse/spectromètre de masse) et à des techniques d'analyse automatisées qui sont basées sur l'une ou l'autre des techniques de base mentionnées ci-dessus.

L'objectif premier n'est donc pas d'apprendre à « manipuler » les instruments, mais bien de comprendre les principes sur lesquels est basée leur utilisation. Certains aspects techniques liés à l'instrumentation seront toutefois examinés au laboratoire. Au cours du trimestre, les professeurs espèrent développer chez l'étudiant une mentalité analytique dans laquelle la compréhension des problèmes à résoudre précède l'action analytique.

## **DÉROULEMENT DU COURS**

### Partie expérimentale

Expériences décrites dans le manuel

Les étudiants réaliseront 7 des expériences décrites dans le manuel de cours CHM3101 (à se procurer obligatoirement à la librairie). Les expériences sont attribuées pour les groupes (2 étudiants par groupe) selon la grille trouvée en annexe. Les manipulations se dérouleront du **9/10 septembre** au **28/29 octobre 2008**, inclusivement.

### *Projets de recherche*

Suivant la rotation des expériences, un mini-projet se déroulera les **4/5 novembre**. Ce mini-projet consiste en une expérience utilisant les mêmes techniques que les expériences précédentes, mais impliquant une autonomie un peu plus importante des étudiants. En exemple, la préparation des solutions et les conditions analytiques exactes ne vous seront pas données. Ce mini-projet vous préparera à être plus autonome dans le laboratoire, qui vous aidera pour votre projet analytique.

Parallèlement à ces expériences, un projet analytique sera préparé au cours du trimestre. Lors de la seconde séance de laboratoire, votre problème analytique vous sera remis. Celui-ci peut être par exemple : "Doser l'acide ascorbique dans le jus d'orange". Votre projet consiste à trouver une méthode analytique pour parvenir à répondre à ce problème. Le projet analytique doit impliquer l'utilisation d'une des techniques enseignée en CHM3101, à moins d'approbation par votre tuteur. Vous serez aidés par un tuteur tout au long de votre démarche. Le projet se déroule en deux temps: la préparation de votre démarche analytique et puis la réalisation du projet en laboratoire. Vous aurez 4 semaines pour préparer un rapport préliminaire (date de remise **7/8 octobre 2008**). L'expérimentation reliée au projet sera du **11/12 novembre** au **25/26 novembre 2008**, soit 3 séances de laboratoire.

### Partie théorique

Une présentation des exigences pour les rapports de laboratoires (8 septembre 2008) ainsi que des méthodes analytiques (électrochimie 15 septembre 2008) et du traitement de données nécessaires pour les laboratoires se tiendront les 22 septembre et 6 octobre à l'heure et au local attitré (Voir première page). Les sessions suivantes seront consacrées à des séances pratiques avec des instruments (démontage des composantes principales d'instruments). Par la suite, le temps libéré sera utilisé pour vous aider à préparer votre rapport préliminaire et la mise en œuvre

de votre projet. Votre tuteur fixera avec vous les périodes hebdomadaires de disponibilités pendant le semestre.

## **MODALITÉS D'ÉVALUATION**

L'évaluation du cours se fera selon plusieurs points.

### **Évaluation Pré-labo (10%-individuel)**

Il est essentiel de bien préparer toutes les séances de laboratoire avec un grand soin. Des tests pré-labos seront donnés au tout début des séances afin de s'assurer que votre préparation est adéquate. Pour pouvoir faire le test pré-labo, vous devrez avoir préparé votre cahier de laboratoire adéquatement. Autrement, vous ne serez pas autorisé pour effectuer votre test pré-labo et la note de 0 vous sera attribuée pour ce test. Ces tests devront être faits seul et aucune documentation ne sera permise. Le responsable du laboratoire a toute l'autorité nécessaire pour refuser l'accès au laboratoire à un étudiant jugé insuffisamment préparé. Un étudiant absent à une séance de laboratoire, sans motif valable, reçoit la note zéro pour cette séance. Un motif valable doit être prouvé avec une pièce justificative (ex. certificat médical).

La tenue complète et soignée d'un cahier de laboratoire est un élément important de votre formation qu'il vous faut développer. Les détails des éléments qui doivent se retrouver dans votre cahier de laboratoire se retrouvent en page 2 du manuel de travaux pratiques CHM3101. Au début de chaque laboratoire, le démonstrateur évaluera la préparation de l'expérience dans votre cahier et vous attribuera une note.

### **Rapports de laboratoire (30% - en équipe)**

Les rapports de laboratoires seront rédigés et corrigés selon la politique suivante :

- Chaque semaine, un rapport est produit par groupe.
- La rédaction du rapport devra se faire selon les instructions données aux pages 3 à 7 du Manuel de Travaux Pratiques. Pour les sept premières expériences en rotation, seul un rapport abrégé par équipe est exigé comprenant une courte introduction (1 page maximum), une courte section expérimentale **seulement** si vous avez fait des changements au protocole, les résultats, une discussion, une courte conclusion (½ page maximum), les références et les exemples de calculs.
- Un rapport complet est exigé pour le mini-projet. Vous devrez donc inclure toutes les sections d'un rapport régulier.

### **Rapport préliminaire de projet (5% - en équipe)**

Ce rapport résume votre démarche analytique à la résolution du problème qui vous a été soumis sous forme de projet. Le but est de définir un protocole expérimental pour résoudre votre problème analytique en trois séances de laboratoire. Après une recherche bibliographique approfondie, encadrée par un responsable du cours (votre

tuteur) lors des rencontres hebdomadaires, vous devrez rédiger le rapport préliminaire qui devra inclure :

- La problématique
- La méthode analytique proposée
- L'analyse et la critique des résultats attendus de la méthode
- La description simplifiée des équipements utilisés
- Les limitations de la méthode
- Un calendrier approximatif des étapes que vous accomplirez chaque semaine
- Une conclusion

#### Inconnus (15% - en équipe)

Une note vous sera attribuée pour la qualité de votre travail au laboratoire basée sur l'exactitude des résultats rapportés.

#### Rapport final de projet (10% - en équipe)

Un rapport final sur le projet sera remis à la fin de la session, sous la forme d'un rapport de laboratoire régulier. Un seul rapport par équipe sera remis.

#### Présentation orale du projet (10% - en équipe)

Chaque équipe sera invitée à présenter leur projet et leurs résultats sous forme d'un séminaire à la fin de la session (pendant la période de labo – les 4/5 décembre).

#### Examen oral (20% - individuel)

L'examen oral consiste en une rencontre individuelle avec les responsables du cours. Au cours de cette session, vous aurez à répondre oralement à des questions ayant pour but d'évaluer vos connaissances des principes reliés aux expériences réalisées durant ce cours. L'examen oral aura lieu le 12 décembre, en matinée pour la section A et en après-midi pour la section B. Pour les conflits d'horaire, veuillez en aviser un professeur aussitôt que possible.

#### Examen final

Veuillez noter qu'il n'y aura pas d'examen écrit final, la période prévue selon l'horaire officiel sera modulée pour permettre un examen oral sous forme d'entrevue individuelle de 15 min.

#### Pondération

Rapports de laboratoire*	<b>30 %</b>
Évaluation-préparation labo (labo et mini-tests)	<b>10 %</b>
Inconnus (la même note sera attribuée aux deux partenaires du groupe)	<b>15 %</b>
Rapport préliminaire de projet (remis <b>7/8 octobre</b> à la séance de labo)	<b>5 %</b>

Rapport final de projet	10 %
Présentation orale du projet	10 %
Examen oral sur les manipulations	20 %

\* Barème à la fin

Les rapports sont corrigés en tenant compte du fond (la rigueur scientifique) et de la forme (la présentation) selon la pondération suivante : 30 points alloués à la forme et 70 points alloués au fond. Dans la correction de la forme, on examine le rapport pour s'assurer que tous les éléments exigés du rapport sont présents et qu'ils y sont présentés de façon adéquate : résultats, tableaux, graphiques, analyse et discussion des résultats, bibliographie. On tiendra aussi compte de la qualité de la rédaction et de la présentation générale du rapport. Notez bien que pour alléger la tâche, nous ne vous demandons de n'inclure qu'une très courte section Introduction et pas de section matériel et méthodes pour les premières expériences en rotation (sauf si vous avez été obligé de faire une modification au protocole du manuel des expériences, auquel cas vous ne devrez qu'indiquer les changements apportés).

Les rapports sont remis au début (à 12h30) de la séance de laboratoire suivant celle dont le rapport fait objet. Ceux remis en retard sont pénalisés à raison de 20 points de pourcentage par journée ou fraction de journée de retard (à moins d'entente préalable à l'effet contraire avec le professeur). Vous devez obligatoirement remettre la version électronique (fichier en format Word \*.doc) du même rapport la même journée via WebCT. La pénalité pour les rapports électroniques en retard est de 5% par jour. Le format pour la remise de rapports électroniques est GC-WALK23.doc où le sigle de l'expérience est suivi par les premiers 6 caractères de votre code permanent. Le rapport préliminaire du projet devra être remis au début de la séance de laboratoire du **7/8 octobre 2008. Le rapport final de projet sera remis deux semaines après la dernière séance allouée au projet – au plus tard les 9/10 décembre.**

***Bon succès!***

*-Jean-François et Karen*

## INFORMATIONS COMPLÉMENTAIRES

### Méthodes de séparation

- GC: Chromatographie en phase gazeuse : dosage du cholestérol
- LC : Chromatographie liquide à haute performance : dosage de la théophylline et de la caféine dans le sérum
- ÉC : Électrophorèse capillaire : analyse des PTH-acides aminés

### Spectrométrie de masse

- LCMS: Spectrométrie de masse : caféine et métabolites dans l'urine

### Méthodes spectroscopiques

- AAS: Absorption et émission atomique élémentaire du calcium
- SPEC-1 : Spectrophotométrie UV-visible de dérivés
- F : Fluorimétrie

### Méthode électrochimique

- BC : Dosage sélectif de la dopamine par un biocapteur

### Livres

1. D'Amboise, M. et Waldron, K.C., « CHM 3101 - Laboratoire de chimie analytique : Travaux pratiques », Librairie de l'Université de Montréal (2005).
2. Harris, D.C., « Quantitative Chemical Analysis », 5<sup>ème</sup> (1999), 6<sup>ème</sup> (2003) ou 7<sup>ème</sup> (2007) Édition, W.H. Freeman and Co., New York.
3. Skoog, D.A., « Principles of Instrumental Analysis », Saunders College, New York (1985).
4. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. and Crouch, S.R., « Fundamentals of Analytical Chemistry », 8<sup>ème</sup> édition, Brooks/Cole-Thomson, Belmont (2004).
5. Skoog, D.A., West, D.M. et Holler, F.J., « Chimie Analytique », 7<sup>ème</sup> Édition, DeBoeck & Larcier s.a., Paris (1997).
6. Rouessac, F. et Rouessac, A., « Analyse Chimique : Méthodes et Techniques Instrumentales Modernes », 4<sup>ème</sup> Édition, Masson, Paris (2000).
7. D'Amboise, M., « CHM 1500 – Mesures et traitement des données expérimentales », Librairie de l'Université de Montréal (1998) (disponible sur WebCT).

## **BARÈME DE CORRECTION DES RAPPORTS ABRÉGÉS ET DU MINI-PROJET – CHM3101 (A2008)\***

La présentation (30%) sera répartie comme suit :

<b>15 %</b>	Présentation générale (éléments du rapport), qualité de la langue
<b>15 %</b>	Tableaux, graphiques

La rigueur scientifique (70%) sera évaluée de la manière suivante :

<b>5 %</b>	Introduction (et partie expérimentale si les changements avaient lieu)
<b>15 %</b>	Résultats expérimentaux
<b>40 %</b>	Discussion
<b>5 %</b>	Conclusion
<b>5 %</b>	Références et exemples de calcul

\* Le barème de correction du rapport de projet sera distribué vers la fin octobre.