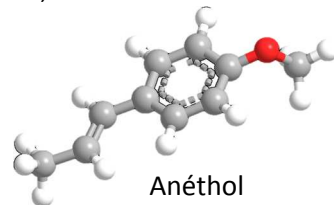


**Objectifs :** Réaliser et interpréter une chromatographie sur couche mince, Utiliser une ampoule à décanter, faire une filtration

**Compétences :** Analyser, réaliser, valider

**Prérequis :** décantation, extraction, CCM, solvant, densité, pictogrammes

**Problématique :** *L'anéthol est un principe actif aux propriétés analgésiques. Il est utilisé en médecine dans le traitement de la douleur. Par quels moyens parvient-on à obtenir cette molécule à partir de l'anis étoilé ?*



1. Identifier les pictogrammes sur les étiquettes des solvants organiques utilisés. Quels dangers présentent-ils ? Quelles sont les précautions à prendre lors de leur utilisation ?

#### A- Extraction de l'anéthole (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O) de l'anis étoilé

- Introduire environ 1 g (2 à 3 spatules) de poudre d'anis étoilé dans un erlenmeyer et ajouter sous la hotte environ 10 mL de dichlorométhane avec la verrerie adaptée
- Transvaser le dans un erlenmeyer, boucher et agiter le mélange pendant **30 min** avec l'agitateur magnétique
- Procéder ensuite à la filtration et récupérer le filtrat dans un bécher
- Laver le filtrat. Pour cela, verser le filtrat dans une ampoule à décanter, ajouter environ 10 mL d'eau distillée, agiter en maintenant le bouchon et en dégazant régulièrement puis laisser décanter (bouchon retiré)
- Récupérer la phase organique dans un tube à essais (grand format)
- Ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre pour sécher la phase organique. Boucher et agiter
- Filtrer sur l'entonnoir du bureau pour conserver les filtrats de l'ensemble de la classe pour un prochain TP

1. En utilisant les données de l'étiquette du dichlorométhane, situer la phase aqueuse et la phase organique contenant le dichlorométhane dans une ampoule à décanter
2. Schématiser le dispositif de filtration et le légender. Pourquoi doit-on filtrer ? Qu'est-ce que le filtrat ?
3. Préciser le rôle du lavage
4. Schématiser l'ampoule à décanter et préciser les positions de la phase aqueuse et de la phase organique.
5. En l'absence d'information sur les densités, comment reconnaître les deux phases ?
6. Préciser le rôle du séchage

#### B- Chromatographie

- Dans un pot à confiture, introduire environ 0,5 cm de haut d'éluant : eau salée, ou mélange éthanol/eau salée
- Fermer aussitôt le pot pour laisser l'atmosphère intérieure se saturer de vapeur.
- Préparer comme suit après une plaque de silice et un rectangle de papier filtre taillé pour rentrer dans le pot :
  - o Tracer un trait horizontal **léger** sur toute la largeur des supports de sorte qu'ils ne soient pas immergés dans le pot plus tard.
  - o Marquer sur ce trait par des croix espacés de 1 cm les points de dépôts et identifier les par une lettre
  - o Déposer sur ces croix une petite goutte de chaque colorant ou du mélange à l'aide d'un cure-dents
- Introduire le rectangle de papier et la plaque dans le pot
- Retirer les supports du pot lorsque l'éluant arrive à 1 cm du sommet de l'un d'eux, puis sécher au sèche-cheveux

7. Observer et décrire soigneusement le résultat sur chaque support.
8. Comparer avec les résultats des camarades ayant l'autre éluant.
9. Proposer une explication aux différents phénomènes.
10. Conclure sur ce que permet cette expérience, et sur les facteurs qui peuvent influencer le résultat.
11. Préciser le rôle du séchage

#### Doc.1 : Utilisation d'une ampoule à décanter

- i. S'assurer que le robinet est fermé
- ii. Introduire doucement les produits, tourner un peu pour faciliter le dégagement des gaz
- iii. Fermer l'ampoule, la retourner et ouvrir aussitôt le robinet pour "dégazer"
- iv. Refermer le robinet, secouer, dégazer aussitôt. Recommencer jusqu'à ce qu'aucun gaz ne sorte plus
- v. Enlever le bouchon et laisser reposer l'ampoule dans son support jusqu'à séparation des phases (décantation)
- vi. Placer un bécher sous l'ampoule et y faire couler la phase inférieure