

Présentation

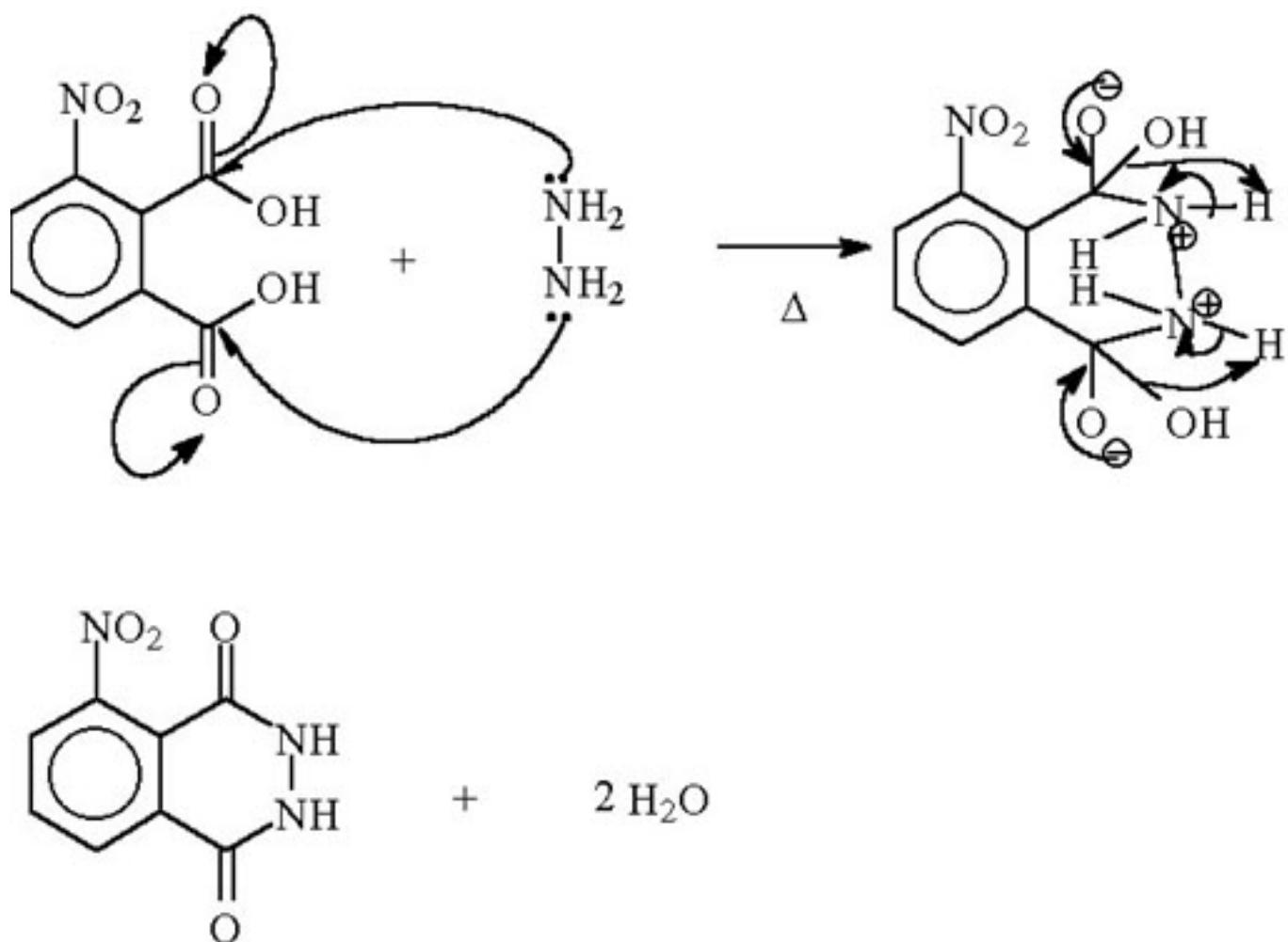
Dans le cadre du cours de chimie organique 302 au cégep de Chicoutimi, nous avons effectué des expériences pour synthétiser et tester le luminol. Ces expériences ont été évaluées comme notre activité synthèse de programme pour obtenir notre DEC en science de la nature. Dans ce site, vous verrez les différentes parties de notre travail et de notre recherche sur le luminol et sur ses applications.

Pourquoi avoir choisi le luminol comme sujet d'expérience? Et bien plusieurs d'entre vous savez déjà que le luminol sert à détecter les traces de sang sur les scènes de crime et qui, dans le noir, les fait apparaître phosphorescentes. Nous voulions donc savoir pourquoi le luminol avait une telle particularité et voulions essayer de le faire réagir pour pouvoir commenter la réaction et obtenir différents résultats. Il a été synthétisé en 1934 par Huntress, Stanley et Parker (J. Am. Chem. Soc. 56, 241) (1934). La luminescence du luminol fut découverte par Weber en 1942 (Ber. 75, 565 (1942)) et expliquée par celui-ci et d'autres chercheurs en 1943 (Ber. 76, 366 (1943)).

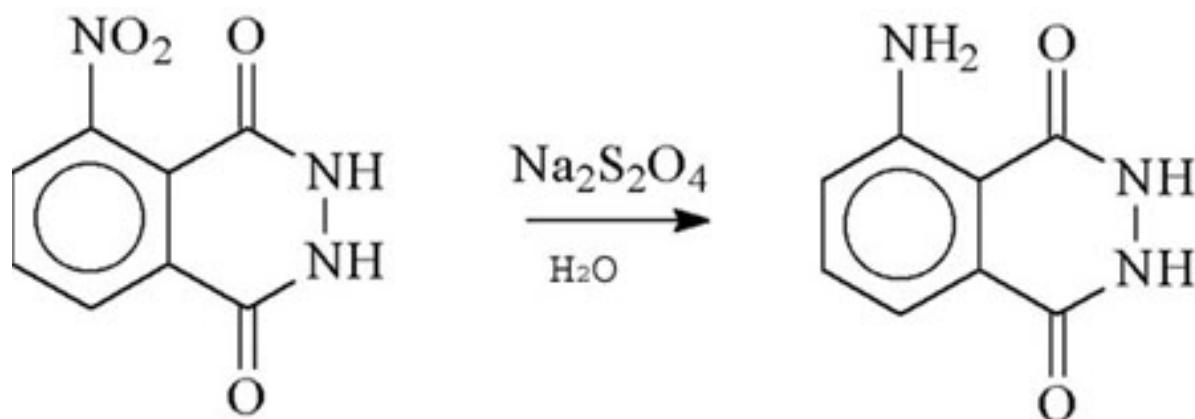
Dans ce site, nous allons traiter des différentes expériences effectuées pour synthétiser le luminol, celles que nous avons faites pour étudier le dégagement de lumière que provoque le luminol et aussi ses différentes applications dans la vie courante.

Le Mécanisme de synthèse

Dans un premier, temps l'acide 3-nitrophthalique, réagit avec l'hydrazine pour former le 3-nitrophthalhydrazide qui est un produit intermédiaire de réaction, comme on peut le voir plus détaillé ici :



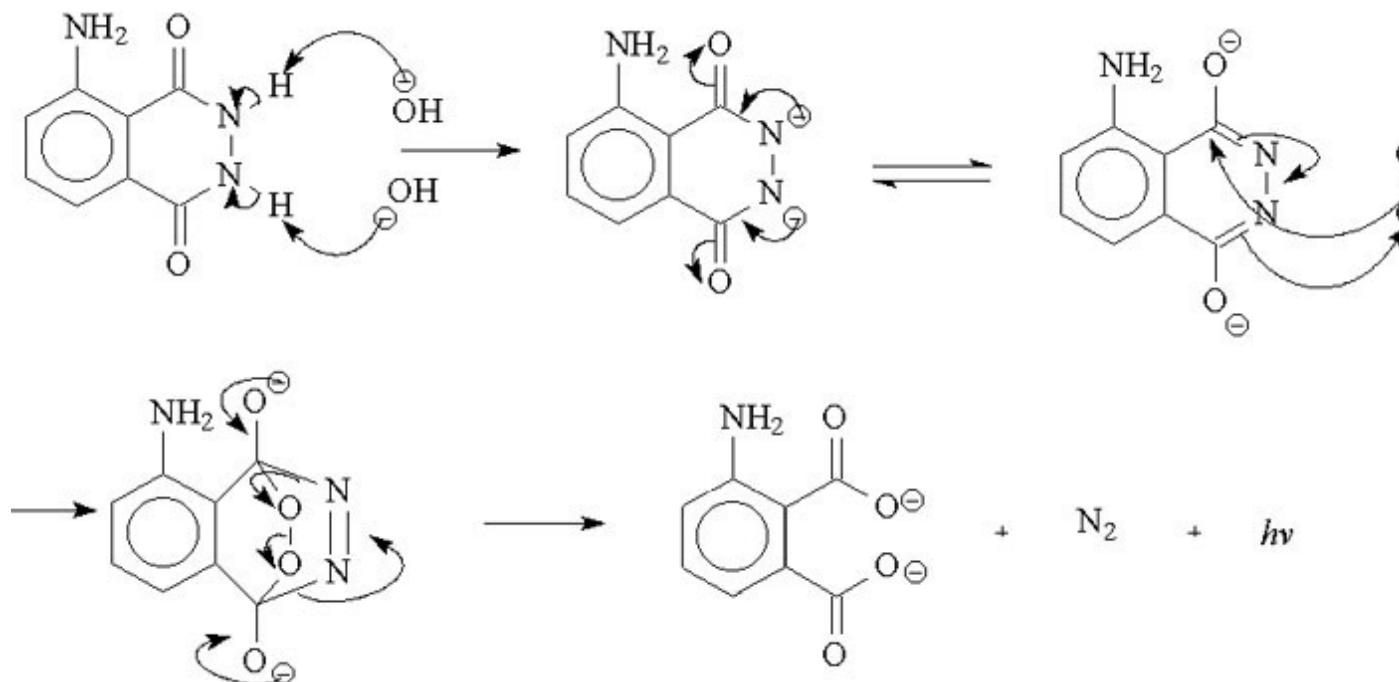
Ensuite, par un mécanisme de réduction, le 3-nitrophthalhydrazide réagit avec l'hydrosulfite de sodium dans de l'eau pour former le 3-aminophthalhydrazide, plus communément appelé le luminol, tel qu'on peut le voir ci-bas :



Il s'agit donc du mécanisme réactionnel de la synthèse du luminol.

Mécanisme de réaction

Pour faire réagir le luminol, il faut le placer en présence d'ions hydroxydes et d'oxygène. Voici le mécanisme qui est assez complexe :



Laboratoire

Pour la synthèse de notre produit, plusieurs périodes de laboratoire nous ont été assignées. Nous avons accompli trois fois chaque étape décrite ci-dessous, et chaque étape a duré trois heures.

Premièrement la synthèse du luminol

La synthèse du luminol se fait en deux principales étapes :

- la synthèse du 3-Nitrophthalhydrazide à l'aide de l'acide 3-Nitrophthalique
- la synthèse du 3-Aminophthalhydrazide (luminol) à l'aide du 3-Nitrophthalhydrazide

1 – Synthèse du 3-Nitrophthalhydrazide

Ingédients :

- Hydrazine
- Acide 3-Nitrophthalique
- Triéthylène glycol
- Eau

Protocole utilisé :

- Effectuer le montage
- Diluer à 10% de concentration la solution d'hydrazine

- Dans un ballon de 50ml mettre 1.3g d'acide 3–Nitrophthalique et 2ml d'hydrazine à 10%
- Faire chauffer jusqu'à dissolution de l'acide
- Ajouter 4ml de triéthylène glycol dans le ballon
- Chauffer 5 minutes à 210–220 °C
- Refroidir jusqu'à 100 °C
- Ajouter 20ml d'eau à 100 °C
- Refroidir à température de la pièce
- Recueillir le filtrat (3–Nitrophthalhydrazide) à l'aide d'un montage à filtration sous vide

Faits observables :

- Au cours du chauffage, la solution passe du jaune à l'orange, au rouge, puis au brun
- Retour d'un gaz lors du chauffage
- Après l'ajout de l'eau, il y a formation d'un précipité jaune

Part 2

2– Synthèse du 3–Aminophthalhydrazide (luminol)

Ingédients :

- 3–Nitrophthalhydrazide
- Solution de NaOH à 10%
- Hydrosulfite de sodium dihydraté
- Acide acétique glacial

Protocole utilisé :

- Mettre le 3–Nitrophthalhydrazide dans une éprouvette de 20x150mm en pyrex
- Ajouter 6.5ml d'une solution de NaOH à 10% préalablement préparée
- Brasser jusqu'à dissolution
- Ajouter 4g d'hydrosulfite de sodium dihydraté
- Rincer les côtés avec de l'eau distillée
- Amener à ébullition durant 5 minutes
- Ajouter 2.6ml d'acide acétique glacial
- Refroidir à température pièce à l'aide d'un bêcher d'eau
- Recueillir le filtrat par une filtration sous vide qui est le luminol

Faits observés :

- Apparition d'une couleur noire lorsqu'on verse le NaOH dans le 3–Nitrophthalhydrazide
- Fort dégagement gazeux lors du chauffage
- Luminol de couleur jaune soufre

Les réactions avec le luminol

Expériences avec le luminol

Nous avons fait trois expériences qui ont réussi à produire de la lumière avec le luminol :

Expérience avec de l'eau de Javel et du NaOH

Ingédients :

- Luminol
- Solution de NaOH 0.10M (500ml)
- Solution de 40ml d'eau de Javel avec 400ml d'eau distillée

Protocole utilisé :

- Faire la solution de luminol en dissolvant 0.23g de luminol dans 500ml à 0.10M de NaOH
- Faire la solution d'eau de Javel en combinant 40ml d'eau de Javel
- Mettre les solutions dans un bain de glace pour les refroidir sans qu'elles ne gèlent
- Fermer la lumière
- Mélanger les solutions ensemble

Résultats obtenus :

- Lumière d'une couleur bleue claire
- Lumière créée instantanément lorsque les deux solutions sont mélangées
- Réaction rapide (la lumière dure à peine 2 ou 3 secondes)
- Aucun dégagement de chaleur
- Solution d'une couleur jaune lorsque la lumière est allumée

Expérience avec le Ferricyanide et le NaOH

Ingédients :

- Luminol
- Solution de NaOH 5%
- Solution de peroxyde d'hydrogène 6%
- Ferricyanide de potassium

Protocole utilisé :

- Préparer la première solution en dissolvant 0.1g de luminol dans 5ml d'une solution de NaOH 5%, puis ajouter de l'eau distillée pour obtenir un volume de 1 litre
- Préparer la deuxième solution en dissolvant 0.25g de ferricyanide de potassium dans 10ml de peroxyde d'hydrogène à 6% puis ajouter de l'eau distillée pour obtenir un volume de 1 litre
- Mélanger les deux solutions
- Ajouter des grains de ferricyanide de potassium et observer les résultats

Résultats obtenus :

- Avant l'ajout des grains de ferricyanide de potassium, la lumière dégagée était de faible intensité
- Couleur bleue claire émise
- Réaction plus durable (quelques minutes)
- Après l'ajout des grains de ferricyanide de potassium, ils apparaissent phosphorescents et d'une couleur bleue claire

Expérience avec les ions cuivre

Ingédients :

- Luminol
- Solution de NaOH 5%
- Solution de peroxyde d'hydrogène 6%
- Sulfate de cuivre

Protocole utilisé :

- Préparer la solution en dissolvant 0.1g de luminol dans 5ml de NaOH 5%, puis ajouter 0.25g de sulfate de cuivre et de l'eau distillée pour obtenir un volume de 200ml.
- Ajouter goutte-à-goutte du peroxyde d'hydrogène dans la solution

Résultats obtenus :

- Lumière d'une couleur entre le bleu et le turquoise
- Réaction assez durable
- Les gouttes de peroxyde apparaissent phosphorescentes
- La réaction s'estompe lorsque nous brassons la solution

Part 4

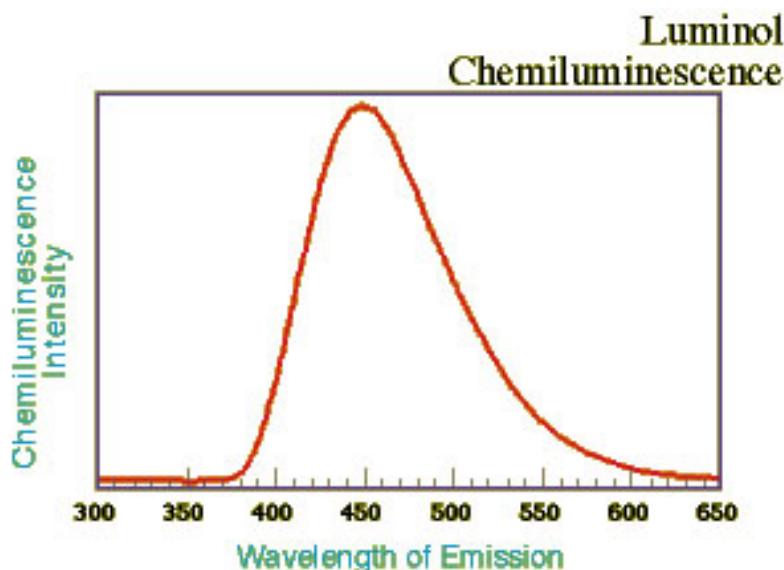
Expérience pour déterminer la longueur d'onde

Nous avons, pour déterminer la longueur d'onde de la lumière émise, utilisé un spectromètre. Nous avons d'abord calibré le spectromètre en utilisant le spectre de raies de l'hydrogène.

Ensuite nous avons placé à l'embouchure du spectromètre, la réaction du luminol telle qu'expliquée à l'expérience avec le ferricyanide.

Résultats théoriques :

- Raie large et dégradée
- Minimum à 380nm
- Maximum à 600nm
- Plus forte intensité à 450nm



Résultats obtenus :

- Raie large et dégradée
- Minimum à 480nm
- Maximum à 550nm
- Plus forte intensité à 500–510nm

Causes d'erreur :

- Calibration de l'appareil
- La réaction du luminol ne produit pas une lumière assez intense
- Difficulté à recueillir les lectures

Les produits de la réaction et les réactifs

Réactifs :

Hydrazine ([image](#))

L'hydrazine est à manipuler sous la hotte et avec des gants car elle est très corrosive et dégage de fortes vapeurs. Ne pas respirer, toucher ou goûter.

- Manipuler sous la hotte
- Avec des gants
- Explosif
- Inflammable
- Peut attaquer les voies respiratoires

Acide 3–Nitrophthalique ([détail](#))

L'acide 3–Nitrophthalique est corrosif et il est à manipuler avec soin.

- Corrosif
- Manipuler avec soin

Acide acétique glacial

L'acide acétique glacial est corrosif et dégage une forte odeur pouvant incommoder

- Inflammable
- Manipuler sous la hotte
- Avec des gants
- Irrite les voies respiratoires
- Affecte la santé

Produits :

Acide 3-nitrophthalique

- Masse molaire : 211.13
- Température de fusion théorique = 213 °C – 216 °C
- Couleur : Blanc
- Quantité utilisée : 3.9 g

3-Nitrophthalhydrazide

- Masse molaire : 207.14
- Température de fusion théorique = + 300 °C
- Couleur : Jaune
- Quantité obtenue : 4.05 g
- Rendement 105.8 % (rendement impossible, probablement que le produit était humide ou hydraté)

3-Aminophthalhydrazide (Luminol)

- Masse molaire : 177.16
- Température de fusion théorique = 319 °C – 320 °C
- Température de fusion pratique = 298°C décomposition
- Couleur : Jaune
- Quantité obtenue : 3.33 g
- Rendement 96.2 % (rendement surprenant, probablement que le produit était humide ou hydraté)

Les utilisations du luminol

Le luminol a plusieurs utilisations concrètes dans les perspectives du monde actuel. Il a principalement des utilisations dans la criminologie (aspect légal), dans la microbiologie et la biochimie, ainsi que dans le divertissement. Voici les explications sur ses applications dans la société

Criminologie :

Comme plusieurs personnes le savent déjà, le luminol est utilisé sur les scènes de crimes pour détecter les traces de sang, même si elles sont en faible quantité ou si le sang est séché. Lorsqu'on place une solution de luminol avec les traces de sang d'une scène de crime, ces traces de sang apparaissent phosphorescentes en l'absence de la lumière prouvant bien souvent qu'à un endroit donné, il y a bien eu agression ou meurtre sanglant.

Mais comment le luminol peut-il faire pour rendre la présence de sang si évidente ? Le luminol produira de la lumière par une réaction d'oxydo-réduction impliquant les ions fer des globules rouges du sang.

L'utilité d'une telle pratique est de s'assurer ou de découvrir des scènes de crime même si le sang a été lavé ou s'il est invisible à l'oeil nu. Une telle pratique est plutôt rare surtout à cause du prix relativement élevé de la solution du luminol.

Microbiologie/biochimie :

Le luminol possède des utilisations en microbiologie et en biochimie moins connues qu'en criminologie mais tout aussi importantes. Il a trois applications principales :

- 1– Il sert à détecter la présence de certaines protéines dans un milieu quelconque
- 2– Il sert de marqueur de réaction antigène–anticorps dans une réaction biochimique
- 3– Il est utilisé pour détecter les aliments irradiés

Cette dernière application sera très prometteuse pour le futur si l'accumulation de déchets radioactifs continue à augmenter rapidement ayant pour possible conséquence de contaminer les terres cultivées.

Divertissement :

Le luminol, ou même d'autres substances provoquant de la lumière phosphorescente, peut servir pour le pur divertissement. Plusieurs produits sont commercialisés, principalement des produits fait de " light sticks ". Il y a plusieurs produits commercialisés fait de ces " light sticks " comme:

- des bijoux (bracelets, colliers, boucles d'oreilles)
- des lunettes
- des lumières d'urgence
- des bouteilles
- de la glace
- des pailles.

