



Química forense: Uma proposta de rota sintética do luminol para aulas de química orgânica experimental

Isabelly Belém Sarmento|isabelly.b2007@aluno.ifsc.edu.br

Maria Flor Melo Maia| maria.mm21@aluno.ifsc.edu.br

Mundo Park| mundo.p@aluno.ifsc.edu.br

Felipe Maule Picolli| felipe.mp2007@aluno.ifsc.edu.br

Marcel Piovezan| marcel.piovezan@ifsc.edu.br

Renata Pietsch Ribeiro| renatapr@ifsc.edu.br

RESUMO

No presente trabalho trazemos uma proposta de síntese para o luminol, composto muito utilizado na química forense por sua característica quimioluminescente. O objetivo é sintetizar o composto e analisar a viabilidade de sua síntese em matérias de química experimental. A síntese foi realizada com sucesso, tendo-se obtido no final a substância desejada, e apesar do processo não ser curto e simples, é uma proposta interessante para os estudantes de química realizarem, pois ajuda a desenvolver habilidades laboratoriais, a resolver de maneira rápida e criativa problemas que surgem durante o processo e os alunos adquirem experiências importantes para a formação acadêmica.

Palavras-chave: experimento; síntese; quimioluminescência.

1. INTRODUÇÃO

A $C_8H_7N_3O_2$ (5-amino-2,3-di-hidroftalazina-1,4-diona), conhecida como luminol, é uma molécula orgânica que apresenta a característica de emitir luz por quimioluminescência (processo químico no qual a energia liberada durante uma reação química é convertida em luz) quando reage com íons de ferro ou de outros metais oxidantes, por isso, ela é comumente usada em investigações forenses para detectar vestígios de sangue (BARNI, 2006). Além disso, o luminol também é empregado na análise ambiental para identificar metais pesados em rios e afluentes, como cobre (Cu^{2+}) e cobalto (Co^{2+}).

A rota de síntese do luminol (Figura 1) inicia-se a partir do anidrido ftálico envolvendo 3 etapas: a síntese do ácido 3-nitroftálico; a síntese da 3-nitroftalhidrazina e a síntese do 3-aminoftalhidrazina (luminol).

Este trabalho tem por objetivo sintetizar esse composto e avaliar a viabilidade desse experimento para aulas de química orgânica experimental, levando em consideração a dificuldade, o tempo e os possíveis perigos que estão envolvidos durante a execução da síntese.

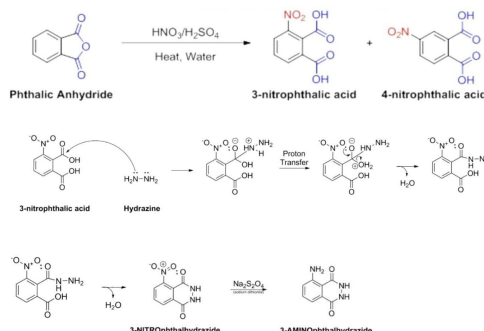
2. METODOLOGIA

2.1 Etapa 1) Síntese do ácido 3-nitroftálico



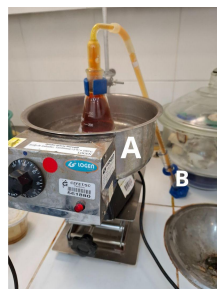
Em um erlenmeyer de 250 mL foi adicionado 30g de anidrido ftálico e 28,4 mL de HNO_3 concentrado. Agitou-se e, lentamente, adicionou-se 28,4 mL de H_2SO_4 concentrado. A solução foi colocada em banho-maria (Figura 2, A) e mantida a 100°C e sob agitação por 2 h. Para neutralizar o dióxido de nitrogênio liberado na reação, foi montado um sistema de *trap* (Figura 2, B).

Figura 1 – Síntese do Luminol.



Fonte: Making Luminol (2016)

Figura 2. Sistema de refluxo da síntese do ácido 3-nitroftálico (A) com *trap* (B).



Fonte: Autores

O produto resultante foi transferido para béquer com 75 mL de água deionizada, e a mistura foi resfriada no freezer até a precipitação. O precipitado foi filtrado a vácuo com um funil de placa porosa e lavado com água deionizada gelada. O precipitado foi dissolvido com água deionizada sob aquecimento até se dissolver completamente. Esperou-se a formação do precipitado esfriando lentamente até à T_{amb} , e em seguida levando a uma geladeira. Com o precipitado formado, os produtos foram filtrados a vácuo, em um funil de placa porosa.

2.2 Etapa 2) Síntese da 3-nitroftalhidrazina

Em béquer de 100 mL, adicionou-se: 4,346 g de ácido 3-nitroftálico (sintetizado na etapa 1), 13,054 g de sulfato de hidrazina e 4,455 g de acetato de sódio tri-hidratado. Em seguida, adicionou-se 20 mL de água deionizada e aqueceu-se sob agitação até dissolver todos os sólidos. Quando a solução se tornou parcialmente límpida, adicionou-se 25 mL de glicerol. Depois, a solução foi aquecida até 200°C e mantida por



5 min sob agitação. Após arrefecer até à T_{amb} , adicionou-se 80 mL de água no béquer. Após misturar bem, o produto sólido obtido foi filtrado a vácuo e lavado com água deionizada (Figura 3, A). A purificação não foi realizada nesta etapa.

2.3 Etapa 3) 3-aminofthalhidrazina (luminol)

O produto obtido da etapa anterior foi transferido para béquer com 45 mL de solução de NaOH 10% (m/v). Agitou-se até a completa dissolução, e depois foram adicionados 15 g de ditionito de sódio, que foram dissolvidos sob agitação por 5 min. A mudança da cor da solução para um tom de amarelo indica a formação do luminol. Por fim, a solução foi neutralizada com ácido acético glacial até pH entre 6 e 7. O precipitado, foi filtrado a vácuo em funil de placa porosa e lavado com água deionizada.

FIGURA 3 – Produto das sínteses das Etapas 2 e 3.



Legenda: Produtos finais da: Etapa 2: 3-nitroftalhidrazina (A) e Etapa 3: 3-aminofthalhidrazina (B)
Fonte: Autores

O produto final foi recristalizado em etanol 96% a quente. Para caracterização foi realizada análise por espectroscopia no Infravermelho (IV). Além disso, foi realizado teste de quimioluminescência característica do luminol; para isso foi misturado uma solução de luminol (0,08g de carbonato de sódio; 0,5g de bicarbonato de sódio; 0,004g de carbonato de amônio; 20 ml de água e 0,04g de luminol) com uma solução de ferro (0,6g de $K_4[Fe(CN)_6]$; 2 mL de água oxigenada 30% e 18 mL de água).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

No resultado do teste de quimioluminescência (FIGURA 4) foi possível observar a emissão de luz azulada, sendo este um bom indício de que o produto final sintetizado foi o luminol. A análise do espectro no infravermelho também apresentou resultado positivo, pois observou-se grande semelhança entre os valores das bandas obtidos experimentalmente e na literatura. Em termos de comparação, os valores das principais bandas dos espectros são respectivamente: $2902,64\text{ cm}^{-1}$ e $2921,00\text{ cm}^{-1}$ (bandas de ligação C-H sp^3); $1662,43\text{ cm}^{-1}$ e $1667,00\text{ cm}^{-1}$ (bandas de C=C de aromáticos); $1496,54\text{ cm}^{-1}$ e $1496,00\text{ cm}^{-1}$ (bandas de C=C de aromáticos). Analisando as bandas principais temos em vista variações muito baixas entre os valores, podendo assim dizer que a rota proposta apresenta-se promissora para síntese.

Durante a síntese, recomenda-se que na construção do trap não se utilize mangueiras de silicone, pois o gás dióxido de nitrogênio é tóxico e corrosivo deste material. Ainda, para melhorar o resultado recomenda-se a recristalização e caracterização dos produtos após cada etapa sintética. Quanto ao tempo necessário para



esta proposta recomenda-se gasto foram 3 a 4 semanas ou o (equivalente a 9 a 12h/aula de 55 min). A massa final obtida de luminol foi 4,008g, equivalente a um rendimento experimental de 11 %.

FIGURA 4 – Teste de quimioluminescência do luminol.



Fonte: autores.

4. CONCLUSÃO

A rota sintética do luminol proposta neste trabalho apresentou resultados promissores e obteve-se como produto final a substância desejada, como assim mostram os resultados dos testes de quimioluminescência característico da substância. A viabilidade de sintetizar o luminol por essa rota é um pouco trabalhosa, visto que foram 3 etapas longas, onde as duas primeiras são a síntese do reagente precursor do $C_8H_7N_3O_2$. Além disso, o tempo de aula necessário é extenso, já que alguns passos levam bastante tempo e é preciso acompanhá-los. Os perigos não são grandes, com exceção do NO_2 e dos reagentes H_2SO_4 e HNO_3 , mas sendo manuseados corretamente na capela, os riscos são minimizados.

Essa rota de síntese é uma ótima opção para ser realizada em aulas de química orgânica experimental, pois os estudantes desenvolvem habilidades técnicas, aprendem a trabalhar em equipe, administrar e otimizar o tempo, a resolver de maneira rápida e criativa os empecilhos que se apresentam no dia a dia de um profissional da área da química, além de adquirirem a experiência de realizar uma síntese longa e de certo grau de dificuldade.

REFERÊNCIAS

BARNI, Filippo; LEWIS, Simon W.; BERTI, Andrea; MISKELLY, Gordon M.; LAGO, Giampietro. Forensic application of the luminol reaction as a presumptive test for latent blood detection. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2006.12.045>.

MAKING Luminol. Youtube.Com: Nile Red, 2016. P&B. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=u0GhnbEoSKE>. Acesso em: 7 jul. 2025.

DATABASE, Sdbs Aist. SDBS-1684. Disponível em: <https://sdbs.db.aist.go.jp/CompoundLanding.aspx?sdbno=1684>. Acesso em: 21 jul. 2025.

MAKING 3-nitrophthalic Acid (Luminol Precursor). Youtube.Com: Nilered, 2016. P&B. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=K1RBxdFCN4c>. Acesso em: 7 jul. 2025.