

Dec 18, 2024

Version 1

General extraction of alkaloids in acidic medium V.1

DOI

<https://dx.doi.org/10.17504/protocols.io.5jyl8dek8g2w/v1>

Rômulo Pereira de Jesus¹, Ricardo Borges¹

¹UFRJ - Federal University of Rio de Janeiro, Brazil

LAABio-IPPN-UFRJ



Rômulo Pereira de Jesus

Federal University of Rio de Janeiro, Brazil.

Create & collaborate more with a free account

Edit and publish protocols, collaborate in communities, share insights through comments, and track progress with run records.

Create free account

OPEN  ACCESS



DOI: <https://dx.doi.org/10.17504/protocols.io.5jyl8dek8g2w/v1>

Protocol Citation: Rômulo Pereira de Jesus, Ricardo Borges 2024. General extraction of alkaloids in acidic medium.
protocols.io <https://dx.doi.org/10.17504/protocols.io.5jyl8dek8g2w/v1>

License: This is an open access protocol distributed under the terms of the [Creative Commons Attribution License](#), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited

Protocol status: In development

We are still developing and optimizing this protocol

Created: December 18, 2024

Last Modified: December 18, 2024

Protocol Integer ID: 116128

Keywords: general extraction of alkaloid, qualitative detection of alkaloid, separation of alkaloid, presence of alkaloid, alkaloid, phytochemical study, extraction in an acidic medium, suitable for phytochemical study, organic solvents in an acidic medium, plant sample, extraction, efficient method for the extraction, alkalization, acidic medium this protocol, ethyl acetate after alkalization, formation of orange, natural product, acidic medium, using organic solvent, solvent, ethyl acetate

Disclaimer

This protocol is for informational purposes only and does not substitute specific guidelines or applicable regulations. The use of the information contained herein is the responsibility of the user

Abstract

This protocol describes an efficient method for the extraction and qualitative detection of alkaloids in plant samples using organic solvents in an acidic medium. The procedure includes extraction in an acidic medium and partitioning with ethyl acetate after alkalization. The mixture is subjected to ultrasound and centrifugation processes, enabling the separation of alkaloids in the organic phase. The solvent is subsequently evaporated to obtain the compounds in their pure form. Qualitative identification is carried out using Dragendorff's reagent, which indicates the presence of alkaloids through the formation of orange to red precipitates. This method combines simplicity, reproducibility, and efficiency, making it suitable for phytochemical studies of natural products.

Resumo

- 1 Este protocolo descreve um protocolo eficiente para a extração e detecção qualitativa de alcaloides em amostras vegetais, utilizando solventes orgânicos em meio ácido. O procedimento inclui a extração em meio ácido e partição com acetato de etila após alcalinização. A mistura é submetida a processos de ultrassom e centrifugação, permitindo a separação dos alcaloides na fase orgânica. O solvente é posteriormente evaporado para a obtenção dos compostos em forma pura. A identificação qualitativa é realizada com o reagente de Dragendorff, evidenciando a presença de alcaloides pela formação de precipitados de coloração laranja a vermelho. Este método combina simplicidade, reprodutibilidade e eficiência, sendo aplicável a estudos fitoquímicos de produtos naturais.

Materiais e reagentes

- 2
 - Amostra (1 g de droga vegetal)
 - Solução ácida (volume total: 200 mL; HCl 1 mol/L)
 - Acetato de etila (volume total: 40 mL por extração)
 - Hidróxido de amônio (volume total: quantidade suficiente para deixar o pH em 10; NH₄OH 1 mol/L)
 - Tubo tipo Falcon de vidro com tampa (capacidade: 50 mL)
 - Vórtex
 - Ultrassom
 - Centrifuga
 - Tubo Falcon Eppendorf de 50 mL
 - Evaporador rotativo (SpeedVac)

Procedimento

- 3 **Preparação da amostra:**
 - Pegue a amostra de planta seca e pulverizada e pese aproximadamente 1 g em um tubo de vidro tipo falcon com capacidade para 50 mL.
- 4 **Adição da solução ácida:**
 - Adicione 20 mL de solução ácida (HCl 1 mol/L) à amostra.
 - Agite bem no vórtex por 10 segundos.
- 5 **Ultrassom:**
 - Submeta a mistura em um banho de ultrassom por 480 segundos, com o aquecimento ligado à 60°C.
- 6 **Adição do solvente orgânico:**
 - Após o ultrassom, adicione 20 mL de acetato de etila.



- Agite novamente no vórtex por 10 segundos.

7 Alcalinização:

- Torne a solução básica adicionando hidróxido de amônio até alcançar aproximadamente pH 10 (verificar com fita de pH).
- Submeta a mistura em ao banho de ultrassom por mais 480 segundos, ainda com o aquecimento ligado a 60°C

8 Centrifugação:

- Agite novamente no vórtex por 3 segundos e leve a mistura para a centrífuga a 4500 rpm por 15 minutos. Após a centrifugação, retire o sobrenadante, que conterá a fase com os alcaloides e o acetato de etila.

Note

A água e o acetato de etila formarão duas fases: a fase com os alcaloides e a fase do acetato de etila, que ficará na parte superior.

9 Retirada da fase superior:

- Com o auxílio de uma pipeta automática, cuidadosamente retire a fase superior (contendo os alcaloides dissolvidos em acetato de etila e transfira-a para um tubo tipo Falcon de vidro.

10 Evaporação do solvente:

- Ao final, você terá um tubo com acetato de etila e alcaloides. Evapore o acetato de etila utilizando um evaporador rotativo para obter os alcaloides na forma pura.

Procedimento Qualitativo de Determinação de Alcalóides com o Reagente de Dragendorff

11 Preparação da Amostra:

- Pegue de 0,3 a 0,5 mL de alíquota da amostra e coloque em um tubo de ensaio.

12 Adição do Reagente de Dragendorff:

- Adicione 0,3 a 0,5 mL de reagente de Dragendorff à solução da amostra no tubo de ensaio. Agite suavemente para misturar.

13 Observação de Reações:

- Observe a formação de precipitados de coloração vermelho-alaranjado na solução. A presença de alcaloides é indicada por uma coloração laranja a vermelho, que pode ocorrer devido à formação de complexos entre os alcaloides e os íons de bismuto presentes no reagente.

14 Confirmação de Resultados:



- Se necessário, você pode aquecer suavemente a mistura em um banho-maria para intensificar a reação. Porém, isso não é sempre necessário; a reação pode ocorrer à temperatura ambiente.

15 Interpretação dos Resultados:

- A presença de uma coloração e precipitado vermelho-alaranjado indica a presença de alcaloides na amostra. A ausência na formação de precipitados de outras cores sugere que a amostra não contém alcaloides ou que a concentração é muito baixa.

Note

O reagente de Dragendorff é amplamente utilizado na detecção de alcaloides e compostos nitrogenados, consistindo em uma solução de $K(BiI_4)$ em ácido diluído. Em contato com essas substâncias, ocorre a formação de precipitados com coloração alaranjada a avermelhada. No entanto, por ser uma reação não específica, é suscetível a resultados falso-positivos. Assim, a confirmação da presença de alcaloides deve ser complementada por técnicas mais específicas e sensíveis, como cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) para isolamento, além de métodos avançados de elucidação estrutural, como ressonância magnética nuclear (RMN) e espectrometria de massas. Essas abordagens permitem uma análise mais confiável e detalhada, garantindo a identificação precisa dos compostos presentes.

Esquema ilustrativo do Protocolo

16

General extraction of alkaloids in acidic medium

