

Jan 01, 2025

Version 2

🌐 Protocolo: Extração Ácido-Base de Alcaloides V.2

DOI

<https://dx.doi.org/10.17504/protocols.io.q26g7m4r3gwz/v2>

Ricardo Borges¹, Juliana de Souza Moreira¹, Rômulo Pereira de Jesus¹

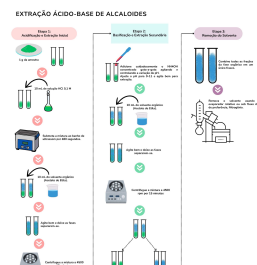
¹Federal University of Rio de Janeiro, Brazil.

LAABio-IPPN-UFRJ



Ricardo M. Borges

UFRJ



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.q26g7m4r3gwz/v2>

Protocol Citation: Ricardo Borges, Juliana de Souza Moreira, Rômulo Pereira de Jesus 2025. Protocolo: Extração Ácido-Base de Alcaloides. **protocols.io** <https://dx.doi.org/10.17504/protocols.io.q26g7m4r3gwz/v2> Version created by **Ricardo M. Borges**

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: Working

We use this protocol and it's working

Created: January 01, 2025

Last Modified: January 01, 2025

Protocol Integer ID: 117499

Keywords: Extração de Alcaloides, Alkaloid Extraction, isolamento eficiente dos alcaloide, da extração ácido, extração ácido, compostos nitrogenado, base extraction procedure for alkaloid, este protocolo foi modificado para ser executado, que lidam com amostras de escala reduzida, protocolo foi modificado para ser executado, fundamental principles of acid, solvent use, base extraction procedure, centrifugação, purifying nitrogen, reduced solvent use, base extraction, alcaloide, separação, efficient isolation of alkaloid

Abstract

O procedimento de extração ácido-base para alcaloides é uma técnica amplamente utilizada para o isolamento e purificação de compostos nitrogenados presentes em materiais naturais. Tradicionalmente realizado em funis de separação, este protocolo foi modificado para ser executado em tubos de centrifugação, visando maior praticidade, redução do uso de solventes e adequação a amostras de pequeno volume. Essa adaptação não apenas otimiza o tempo de trabalho, mas também torna o método mais adequado para laboratórios com infraestrutura limitada ou que lidam com amostras de escala reduzida. A metodologia preserva os princípios básicos da extração ácido-base, permitindo um isolamento eficiente dos alcaloides em diferentes matrizes.

English:

The acid-base extraction procedure for alkaloids is a widely used technique for isolating and purifying nitrogen-containing compounds from natural materials. Traditionally performed in separatory funnels, this protocol has been modified to be executed in centrifuge tubes, aiming for greater practicality, reduced solvent use, and suitability for small-volume samples. This adaptation not only optimizes workflow but also makes the method more appropriate for laboratories with limited infrastructure or those handling small-scale samples. The methodology retains the fundamental principles of acid-base extraction, enabling efficient isolation of alkaloids from various matrices.

Guidelines

- **Segurança:** Use luvas, óculos de proteção e trabalhe sob capela devido ao uso de solventes voláteis e ácidos/bases.
- **Armazenamento:** Os alcaloides extraídos podem ser armazenados em frascos de vidro em local seco e protegido da luz.

Preparo Inicial

1 Materiais

- Amostra
- Solução de ácido clorídrico (HCl 0,1 M).
- Solução de hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de amônio (NH₄OH).
- Solvente orgânico: Acetato de Etila.
- tubo de vidro para centrifugação com tampa de rosca.
- Aparelho de ultrassom.
- Papel indicador de pH ou pHmetro.
- Pipetas (1 mL e 10 mL).
- Frascos vial de vidro para armazenamento.

2 Preparação de Soluções

▪ Solução Ácida (HCl 0,1 M)

1. Dilua 0,83 mL de ácido clorídrico concentrado (HCl 37%) em 1 L de água destilada.
2. Armazene em um frasco rotulado.

▪ Solução Básica (NaOH 1M ou NH₄OH)

1. Com NaOH

- a. Dissolva 40 g de hidróxido de sódio (NaOH) em 1 L de água destilada.
- b. Armazene em um frasco de vidro resistente a bases.

2. Com NH₄OH

- a. Adicione 28 mL de hidróxido de amônio concentrado (NH₄OH 25%) a 1 L de água destilada.
- b. Armazene em um recipiente bem vedado.

- **Opção:** Usar NH₄OH concentrado.

Procedimento

3 Etapa 1: Acidificação e Extração Inicial

1. Pese **1 g da amostra** em 2 tubo de vidro para centrifugação com tampa de rosca.
2. Adicione **10 mL de solução HCl 0,1 M** e agite bem para extração.
3. Submeta a mistura ao banho de ultrassom por 480 segundos.

Extração de clean up

1. Adicione **10 mL do solvente orgânico** (Acetato de Etila).
2. Agite bem e deixe as fases se separarem.



3. Centrifugue a mistura a 4500 rpm por 15 minutos, para auxiliar na separação das fases.
4. **Colete e descarte a fase orgânica** (superior, dependendo do solvente) contendo substâncias não básicas.
5. Retenha a **fase aquosa**; esta que contém os alcaloides em sua forma de sal.

4 **Etapa 2: Basificação e Extração Secundária**

1. Com a fase aquosa, **adicione lentamente a solução básica (NaOH 1 M ou NH₄OH)** enquanto monitora o pH com papel indicador ou pHmetro.

Opção: Adicione cuidadosamente o NH₄OH concentrado gota-a-gota agitando e controlando a variação de pH.

1. Ajuste o pH para 9-11 e agite bem para extração.

Extração dos alcaloides

1. Adicione 10 mL de solvente orgânico (Acetato de Etila).
2. Agite bem e deixe as fases separarem-se.
3. Centrifugue a mistura a 4500 rpm por 15 minutos, para auxiliar na separação das fases.
4. Colete e retenha a **fase orgânica que contém os alcaloides**; estes em sua forma neutra.
5. Descarte a fase aquosa.
6. Repita este processo de extração orgânica 2-3 vezes para maximizar a recuperação.

5 **Etapa 3: Remoção do Solvente**

1. Combine todas as frações da fase orgânica em um único frasco.
2. Remova o solvente usando um evaporador rotativo ou sob fluxo de ar, de preferência, Nitrogênio.
3. Recolha os alcaloides extraídos de forma seletiva.