

Composição Química e Avaliação da Atividade Antimicrobiana de Óleos Essenciais e Extratos Etanólicos de Lúpulo Produzido em Viçosa – MG

Mayara S. V. Silva (PG)¹; Guilherme R. Pereira (PG)¹; Deborah da S. Pimentel (PG)¹; Jéssica N. Rosa (PQ)²; Maria Eduarda L. de Assis (PQ)²; Denise M. S. Bazzolli (PQ)²; Marcelo A. de Moura (PQ)³; Patrícia F. Pinheiro (PQ)¹.

¹Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Química, Viçosa, Minas Gerais, Brasil; ²BIOAGRO, Universidade Federal de Viçosa Departamento de Microbiologia, Viçosa, Minas Gerais, Brasil; ³Empresa, Lúpulo Viçosa, Viçosa, Minas Gerais, Brasil.

e-mail: mayara.ventura@ufv.br

Palavras-Chave: *Humulus lupulus* L., Bactérias Patogênicas, Voláteis, α e β -ácidos

Introdução

O lúpulo (*Humulus lupulus* L.) é uma planta perene trepadeira pertencente à família Cannabaceae, amplamente cultivada em regiões de clima temperado. Tradicionalmente, suas inflorescências femininas (cones) são utilizadas na indústria cervejeira devido à presença de compostos resinosos e voláteis que conferem amargor, aroma e estabilidade microbiológica à bebida (Guo et al., 2019). No entanto, nas últimas décadas, o lúpulo tem despertado o interesse da comunidade científica além do setor cervejeiro, especialmente por suas propriedades farmacológicas e bioativas, como atividade antioxidante, antimicrobiana, anti-inflamatória e até antitumoral (Ali et al., 2017).

A composição fitoquímica do lúpulo é bastante complexa e variável, contendo α -ácidos (como humulona), β -ácidos (como lupulona) (Figura 1), prenilflavonoides (como xantohumol), além de uma variedade de terpenos e sesquiterpenos, como mirceno, humuleno e cariofileno (Figura 2). Tais compostos podem ser extraídos por diferentes métodos, resultando em produtos com perfis químicos e bioatividades distintas, como os óleos essenciais (OEs) e os extratos etanólicos (EEs) (Mick, 2021).

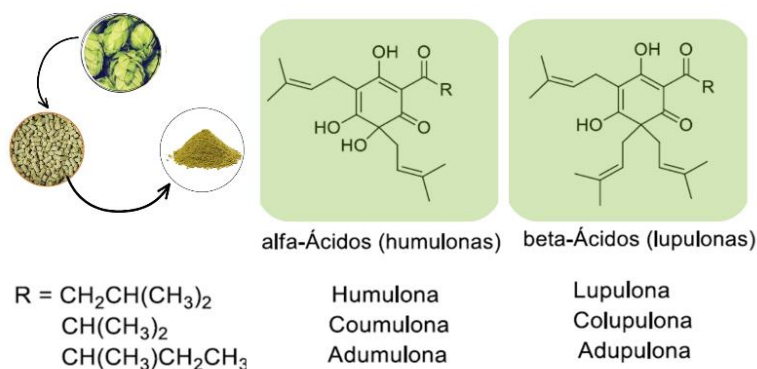


Figura 1. Estrutura dos α -ácidos e β -ácidos presentes nos extratos de lúpulos.

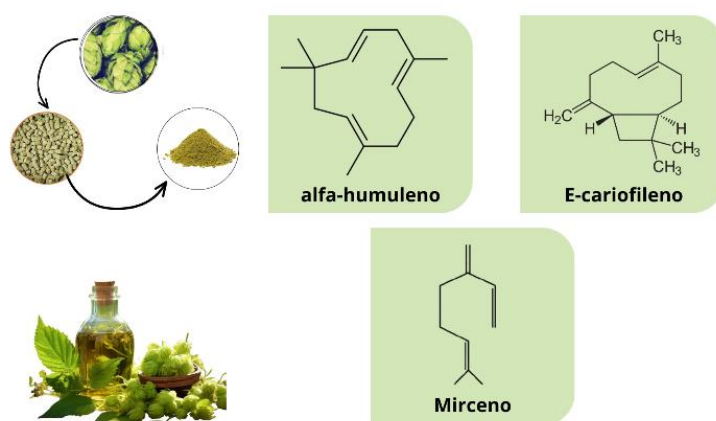


Figura 2. Estruturas dos constituintes majoritários presentes nos óleos essenciais

Os OEs são misturas complexas de compostos voláteis, obtidos geralmente por hidrodestilação ou destilação a vapor, cuja ação antimicrobiana tem sido atribuída à capacidade de perturbar a integridade da membrana celular bacteriana, além de afetar processos respiratórios e a síntese de proteínas microbianas (Bassolé; Julien, 2012). Em contrapartida, os EEs concentram compostos de maior polaridade, como polifenóis, ácidos fenólicos e flavonoides, com reconhecida atuação no combate a microrganismos patogênicos, por meio da inibição de enzimas essenciais e da interação com estruturas celulares (Santos *et al.*, 2020).

No Brasil, a produção comercial de lúpulo é recente e ainda incipiente, com maior concentração de cultivos em regiões do Sul e Sudeste. Ineditamente, um produtor na cidade de Viçosa, em Minas Gerais, obteve êxito no cultivo das variedades Cascade, Comet, Magnum e Zeus, o que abre perspectivas para a exploração nacional de cultivares adaptadas ao clima tropical, não apenas para a produção cervejeira, mas também para aplicações biotecnológicas e farmacológicas.

Diante desse contexto, este trabalho teve como objetivo investigar a composição química e atividade antimicrobiana dos OEs e dos EEs obtidos a partir de *pellets* de lúpulos produzidos em Viçosa-MG, avaliando sua eficácia frente a microrganismos patogênicos de relevância alimentar.

Material e Métodos

Extração e Caracterização do Óleo Essencial de H. Lupulus

As amostras em *pellets* de lúpulo foram maceradas com auxílio de um pistilo, sendo 30 g do macerado e 150 mL de água destilada foram submetidos a hidrodestilação em aparelho de Clevenger modificado, durante 3 h, com coleta do hidrolato (HD). O OE foi obtido do HD por partição líquido-líquido com diclorometano, seco com sulfato de sódio anidro, filtrado e concentrado em rotaevaporador. A composição química foi determinada por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM) usando a metodologia usada pelo grupo de pesquisa vinculado ao Laboratório de Análise e Síntese de Moléculas Orgânicas Bioativas/UFV (Dutra *et al.*, 2023).

Obtenção e caracterização de alfa e beta-ácidos em Extratos Etanólicos de H. lupulus

As amostras em *pellets* de lúpulo foram maceradas com auxílio de um pistilo, sendo 500 mg do macerado obtido homogeneizados com 25 mL de etanol (99% v/v). A extração foi conduzida a 60°C por 24 h em banho maria. Os extratos foram resfriados à temperatura

ambiente e então centrifugados. O sobrenadante obtido foi concentrado no rotaevaporador e armazenado sob -12°C até o momento das análises. Os teores de α -ácidos e β -ácidos foram determinados por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) seguindo metodologia adaptada pelo grupo de pesquisa vinculado ao Laboratório de Análise e Síntese de Moléculas Orgânicas Bioativas/UFV (Abram et al. 2015).

Atividade Antimicrobiana

A atividade antimicrobiana foi avaliada frente a patógenos de importância alimentar pelo método de microdiluição em caldo. As bactérias foram cultivadas em caldo Mueller-Hinton até atingirem uma OD600 de 0,5. Em seguida, foram transferidas (10^5 UFC/mL) para microplacas de 96 poços contendo o antimicrobiano testado. As microplacas foram incubadas a 37°C por 24 horas (CLSI, 2020).

Resultados e Discussão

A análise da composição química os cromatogramas, representadas na Tabela 1, revelaram que os constituintes majoritários estavam presentes em todas as amostras, mas com variações na % de área relativa: β -mirceno (15–43%), (E)-cariofileno (8–15%) e α -humuleno (6–25%).

Tabela 1. Composição química dos constituintes voláteis por área de todas as amostras

| Compostos | TR | IA calc. | IA Adams | Média da área dos picos no CG (%) | | | |
|---|-------|----------|----------|-----------------------------------|-------|--------|-------|
| | | | | Cascade | Comet | Magnum | Zeus |
| Isobutirato de isobutila | 9,18 | 914 | 911 | 0,20 | 0,16 | 0,12 | - |
| β -Pino | 11,71 | 970 | 974 | 0,34 | 0,61 | 0,25 | 0,52 |
| Mirceno | 12,60 | 990 | 988 | 17,79 | 25,87 | 15,12 | 42,64 |
| Isobutirato de isoamila | 13,63 | 1011 | 1007 | 0,34 | 0,26 | 0,41 | - |
| Isobutirato de 2-metilbutila | 13,79 | 1014 | 1014 | 1,63 | 1., | 0,30 | - |
| Undecan-2-ol | 13,84 | 1298 | 1301 | - | - | 0,26 | - |
| β -Felandreno | 14,25 | 1024 | 1025 | - | - | - | 0,54 |
| Decanoato de metila | 14,37 | 1321 | 1323 | - | - | 0,59 | - |
| E- β -Ocimeno | 15,34 | 1046 | 1044 | 0,08 | 0,61 | 0,40 | - |
| Geraniol | 17,00 | 1252 | 1249 | - | 0,21 | - | 0,68 |
| 6-metil-heptanoato de metila | 17,31 | 1085 | 1068 | 0,34 | 0,88 | 0,41 | - |
| Acetato de cicloctila | 17,65 | 1273 | 1279 | - | 0,19 | 0,24 | - |
| Linalol | 17,88 | 1097 | 1095 | 0,96 | 1,29 | 1,19 | 0,63 |
| Isovalerato de isoamila | 18,32 | 1106 | 1103 | 0,26 | - | - | - |
| Dodeca-3,6-dienoato de metila | 18,38 | 1503 | - | - | 1,65 | 0,72 | - |
| Isobutanoato de geranila | 18,49 | 1509 | 1514 | 2,97 | 04,05 | - | - |
| γ -Cadineno | 18,67 | 1513 | 1513 | 1,82 | - | - | 02,04 |
| Octanoato de metila | 19,18 | 1123 | 1123 | 0,20 | 0,24 | 0,43 | - |
| Germacreno B | 19,34 | 1576 | 1559 | - | 0,33 | - | - |
| Isobutirato de hexila | 20,37 | 1147 | 1147 | 0,10 | - | - | - |
| Selina-6-en-4-ol | 21,29 | 1648 | 1624 | - | - | - | - |
| α -Cadinol | 21,32 | 1650 | 1652 | 0,12 | - | - | - |
| Acetato de (5,E-7,Z) dodeca-5,7-dienila | 21,46 | 1657 | 1640 | - | - | - | - |
| 6-metiloctanoato de metila | 22,53 | 1191 | - | - | 0,46 | - | - |
| (2E)-Non-2-enoato de metila | 23,44 | 1209 | 1221 | 0,28 | - | - | - |

| | | | | | | | |
|---|--------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| 9-epi- <i>E</i> -Cariofileno | 23,57 | 1471 | 1464 | - | 2,63 | 1,19 | - |
| Nonanoato de metila | 24,05 | 1189 | 1223 | 0,19 | 0,34 | 0,49 | - |
| Nerol | 25,50 | 1252 | 1227 | 0,26 | - | - | - |
| Undecan-2-ona | 26,00 | 1289 | 1293 | 0,56 | 0,61 | 0,91 | - |
| Óxido de cariofileno | 26,48 | 1576 | 1582 | 0,18 | 1,29 | - | - |
| Epóxido II de humuleno | 27,19 | 1602 | 1608 | 0,93 | 0,37 | - | - |
| Dec-4-enoato de metila | 28,00 | 1305 | - | 2,12 | - | - | - |
| Ácido dec-4-enoico | 28,00 | 1305 | 1289 | - | 02,09 | 0,58 | - |
| Não identificado (NI) | 28,25 | 1310 | - | 1,96 | - | - | - |
| Geranato de metila | 28,69 | 1320 | 1322 | - | 0,86 | - | 0,58 |
| Acetato de nerila | 30,55 | 1361 | 1359 | 0,14 | - | - | - |
| α -Ilangeno | 30,74 | 1365 | 1373 | 0,09 | - | - | 0,21 |
| α -Copaeno | 30,95 | 1370 | 1374 | 0,35 | - | 0,37 | 0,82 |
| Acetato de geranila | 31,41 | 1380 | 1379 | 4,83 | 2,78 | 0,88 | 1,35 |
| Metil decil cetona | 31,93 | 1391 | 1388 | 0,09 | - | 0,17 | - |
| <i>E</i> -Cariofileno | 32,90 | 1413 | 1417 | 8,46 | 15,38 | 10,42 | 12,64 |
| α - <i>E</i> -Bergamoteno | 33,66 | 1431 | 1432 | 0,71 | - | 0,71 | - |
| α -Humuleno | 34,41 | 1448 | 1452 | 25,60 | 6,80 | 31,37 | 19,71 |
| <i>E</i> - β -Farnaseno | 34,62 | 1453 | 1454 | 13,73 | 2,43 | 14,43 | - |
| Acetato de <i>E</i> -dec-5-enila | 35,16 | 1466 | - | 0,51 | - | - | - |
| α -Amorfenol | 35,28 | 1469 | 1478 | 0,15 | 0,21 | - | - |
| β -Selineno | 35,76 | 1480 | 1489 | 1,45 | 7,85 | 1,86 | 1,38 |
| α -Selineno | 36,15 | 1489 | 1498 | 1,50 | 7,28 | 3,37 | 1,92 |
| Metil undecil cetona | 36,29 | 1492 | 1495 | 0,22 | - | - | - |
| Epizonareno | 36,31 | 1493 | 1501 | - | - | - | 0,54 |
| α -Muuroleno | 36,38 | 1494 | 1500 | - | - | - | 0,63 |
| <i>E</i> , <i>E</i> - α -Farnaseno | 36,77 | 1503 | 1505 | 0,60 | - | - | - |
| Isobutanoato de geranila | 36,99 | 1509 | 1514 | - | - | 1,77 | 0,33 |
| <i>Z</i> -Nerolidol | 37,18 | 1513 | 1531 | - | - | - | 0,14 |
| δ -Cadineno | 37,35 | 1518 | 1522 | - | 0,76 | 1,76 | 3,75 |
| Selina-3,7(11)-dieno | 38,066 | 1535 | 1545 | - | 1,38 | 0,14 | 0,92 |

Fonte: Próprio autor, 2025

Os teores totais de α -ácidos nos extratos etanólicos de lúpulo das variedades Cascade, Comet, Magnum e Zeus variaram entre 2,20% e 8,01% e β -ácidos, os teores observados oscilaram entre 3,22% e 14,67%. Segundo as Tabela 2 e 3.

Tabela 2. Porcentagens de α -ácidos nos extratos etanólicos de lúpulo das diferentes variedades

| α -Ácidos | | | |
|------------------|----------------|------------------|-----------------------------|
| Amostra | Cohumulona (%) | n+adhumulona (%) | α -Ácidos Totais (%) |
| Cascade | 1,91 | 1,34 | 3,25 |
| Comet | 0,77 | 1,43 | 2,20 |
| Magnum | 3,54 | 4,47 | 8,01 |
| Zeus | 4,31 | 1,99 | 6,30 |

Fonte: Próprio autor, 2025

Tabela 3. Porcentagens de β -ácidos nos extratos etanólicos de lúpulo de diferentes variedades

| Amostra | β -Ácidos | | |
|---------|-----------------|------------------|----------------------------|
| | Colupulona (%) | n+adlupulona (%) | β -Ácidos Totais (%) |
| Cascade | 1,37 | 1,85 | 3,22 |
| Comet | 2,27 | 1,32 | 3,59 |
| Magnum | 3,24 | 5,22 | 8,46 |
| Zeus | 9,51 | 5,16 | 14,67 |

Fonte: Próprio autor, 2025

O valor da CIM – Concentração Mínima inibitória foi considerado como a menor concentração do antimicrobiano, que não houve crescimento visível e confirmada com resazurina 0,01%.

De acordo com a Tabela 4 os OEs de lúpulo Cascade, Comet, Magnum e Zeus demonstraram atividade antimicrobiana contra todos os microorganismos testados sendo mais sensíveis para a bactéria *P. aeruginosa* com os valores de CIM de 0,625 mg/L para as variedades Comet, Magnum e Zeus e de 1,25 mg/mL para a variedade Cascade.

Tabela 4. Valores de CIM encontrados para diferentes microorganismos usando óleos essenciais de lúpulo

| Microorganismos | Cascade (mg/mL) | Comet (mg/mL) | Magnum (mg/mL) | Zeus (mg/mL) |
|-----------------------|-----------------|---------------|----------------|--------------|
| <i>E. coli</i> | 12,5 | 25,0 | 25,0 | 25,0 |
| <i>S. enterica</i> | 25,0 | 25,0 | 10,0 | 25,0 |
| <i>S. aureus</i> | 10,0 | 2,5 | 25,0 | 2,5 |
| <i>P. aeruginosa</i> | 1,25 | 0,62 | 0,62 | 0,62 |
| <i>L. Monocytoges</i> | 10,0 | 2,5 | 5,0 | 2,5 |

Fonte: Próprio autor, 2025

Entretanto, os extratos lúpulo Cascade, Comet, Magnum e Zeus demonstraram atividade antimicrobiana contra todos os microorganismos testados, com destaque para sua alta eficácia frente às bactérias Gram positivas *S. aureus* e *L. Monocytogenes* (Tabela 5), especialmente o extrato Magnum (CIM de 0,056 mg/mL).

Tabela 5. Valores de CIM encontrados para diferentes microorganismos usando extratos etanólicos de lúpulo

| Microorganismos | Cascade (mg/mL) | Comet (mg/mL) | Magnum (mg/mL) | Zeus (mg/mL) |
|-----------------------|-----------------|---------------|----------------|--------------|
| <i>E. coli</i> | 28,60 | 9,35 | 7,20 | 27,40 |
| <i>S. enterica</i> | 28,60 | 9,35 | 7,20 | 27,40 |
| <i>S. aureus</i> | 0,22 | 0,073 | 0,056 | 0,21 |
| <i>P. aeruginosa</i> | 0,22 | 0,073 | 0,056 | 0,21 |
| <i>L. Monocytoges</i> | 0,22 | 0,073 | 0,056 | 0,21 |

Fonte: Próprio autor, 2025

Os diferentes resultados de atividade antimicrobiana entre os óleos essenciais (OEs) e os extratos etanólicos de lúpulo devem-se à composição química distinta dos dois tipos de extrato. Os óleos essenciais, ricos em compostos voláteis e apolares como mirceno e humuleno, atuam principalmente na membrana celular bacteriana, sendo mais eficazes contra bactérias Gram-negativas, como *P. aeruginosa* (Burt, 2004). Já os extratos etanólicos, por sua vez, concentram compostos polares e fenólicos como xantohumol e α -ácidos, que inibem enzimas e causam danos ao DNA. Esses compostos são mais ativos contra bactérias Gram-positivas, como *S. aureus* e *L. monocytogenes* (Stevens & Page, 2004).

Conclusões

A análise da composição química, os constituintes majoritários presentes nas amostras de lúpulo das variedades Cascade, Comet, Magnum e Zeus foram β -mirceno (15–43%), (E)-cariofileno (8–15%) e α -humuleno (6–25%). Além desses, o E- β -farnaseno (2–15%) também esteve entre os principais constituintes, exceto na variedade Zeus.

Os óleos essenciais e os extratos etanólicos obtidos das variedades de lúpulo Cascade, Comet, Magnum e Zeus demonstraram atividade antimicrobiana frente a patógenos de importância alimentar, com espectro de ação diferenciado conforme o tipo de extrato e a bactéria-alvo. Os óleos essenciais apresentaram maior eficácia frente à bactéria Gram-negativa *Pseudomonas aeruginosa*, destacando-se as variedades Comet, Magnum e Zeus (CIM = 0,625 mg/mL). Já os extratos etanólicos mostraram maior atividade contra bactérias Gram-positivas, com ênfase no extrato da variedade Magnum, que apresentou CIM de 0,056 mg/mL frente a *S. aureus* e *L. Monocytogenes*.

Estes resultados reforçam o potencial do lúpulo cultivado em território nacional não apenas para a indústria cervejeira, mas também como fonte promissora de agentes antibacterianos naturais, com aplicações na conservação de alimentos e em formulações antimicrobianas alternativas.

Referências

- Abram, V., Ceh, B., Vidmar, M., Hercezi, M., Lazic, N., Bucik, V., et al. (2015). A comparison of antioxidant and antimicrobial activity between hop leaves and hop cones. **Industrial Crops and Products**, 64, 124–134.
- Ali, N. A. A. et al. Antimicrobial, antioxidant, and cytotoxic properties of essential oil from *Humulus lupulus* L. **Industrial Crops and Products**, 97, 38–45, 2017.
- Bassolé, I.H.N.; Julien, S.H. Essential oils in combination and their antimicrobial properties. **Molecules**, 17, 3989–4006, 2012.
- Burt, S. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. **International Journal of Food Microbiology**, v. 94, p. 223–253, 2004.
- Dutra, da S. B.; Barbardes, P. C.; Pinheiro, P. F.; Di Giorgi, G. J.; Roberto, C. D. Plectranthus amboinicus (Lour.) Spreng. essential oil as a natural alternative for the conservation of beef patties stored under refrigeration. **Food Bioscience**, v. 49, p. 101896, 2022
- Guo, L.; LI, H.; Tang, Y. et al. Biological activity and chemical composition of hops (*Humulus lupulus* L.) extracts. **Journal of Food Science and Technology**, v. 56, p. 588–594, 2019.
- Mick, B. C. et al. Evaluation of Hops Extracts for Natural Antimicrobial and Antioxidant Potential. **J. Appl. Bot. Food Qual.**, 94, 139–147, 2021.



64º Congresso Brasileiro de Química
04 a 07 de novembro de 2025
Belo Horizonte - MG

Santos, A.C. et al. Ação antimicrobiana de extratos vegetais sobre microrganismos contaminantes de alimentos. *Brazilian Journal of Development*, 6(6), 37620–37635, 2020.

Stevens, J. F.; Page, J. E. Xanthohumol and related prenylated flavonoids from hops and beer: to your good health! *Phytochemistry*, v. 65, p. 1317–1330, 2004.

Agradecimentos

