

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).

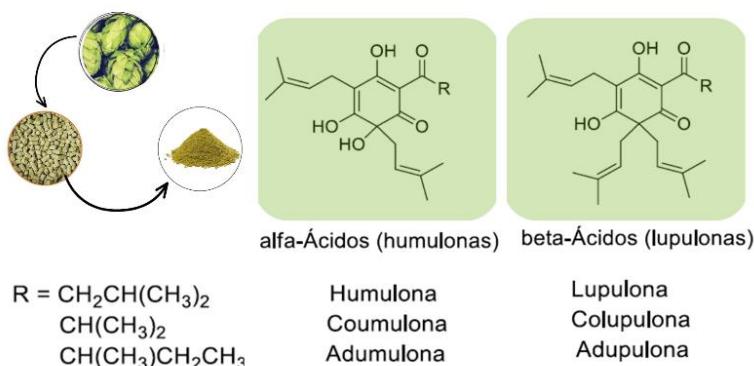


Figura 1. Estrutura dos α -ácidos e β -ácidos presentes nos extratos de lúpulos.

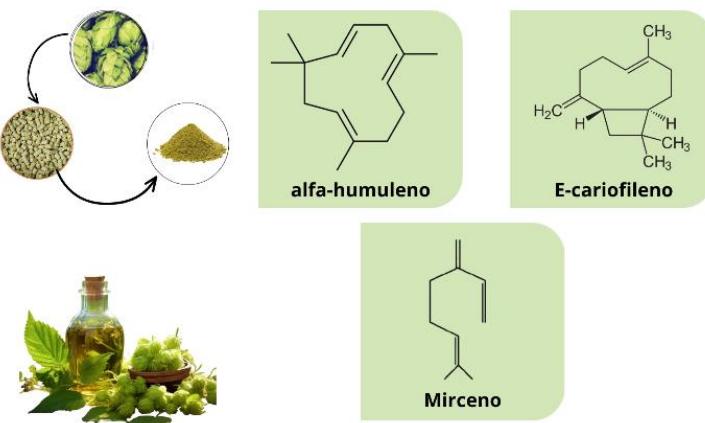


Figura 2. Estruturas dos constituintes majoritários presentes nos óleos essenciais

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 -Pineno	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 -Amorfeno	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	-	-	-
Epizonareneno	36,31	1493	1501	-	-	-	0,54
α -Muuroleno	36,38	1494	1500	-	-	-	0,63
<i>E,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

Amostra	α -Ácidos		
	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. Monocytogenes</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. Monocytogenes</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.; Berbardes, 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.

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