

# RESSALVA

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta tese/dissertação será disponibilizado somente a partir de  
03/09/2025

At the author's request, the full text of this thesis/dissertation will not be available online until  
September 03, 2025

**MARIANA NUNES FERREIRA CABRAL**

**ÓLEOS ESSENCIAIS E HIDROLATOS DE *Humulus lupulus* L.:  
CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE VARIEDADES CULTIVADAS NO  
ESTADO DE SÃO PAULO**

**BOTUCATU  
2023**



**MARIANA NUNES FERREIRA CABRAL**

**ÓLEOS ESSENCIAIS E HIDROLATOS DE *Humulus lupulus* L.:  
CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE VARIEDADES CULTIVADAS NO ESTADO  
DE SÃO PAULO**

Dissertação apresentada à Faculdade de Ciências Agrônômicas da Unesp Câmpus de Botucatu, para obtenção do título de Mestre em Agronomia (Horticultura).

Orientador(a): Profa. Dra. Marcia Ortiz Mayo Marques

Coorientador(a): Prof. Dr. Filipe Pereira Giardini Bonfim

**BOTUCATU  
2023**

C117o	<p>Cabral, Mariana Nunes Ferreira</p> <p>Óleos essenciais de <i>Humulus lupulus</i> L.: caracterização química de variedades cultivadas no Estado de São Paulo / Mariana Nunes Ferreira Cabral. -- Botucatu, 2023</p> <p>86 p. : tabs., fotos</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu</p> <p>Orientadora: Marcia Ortiz Mayo Marques</p> <p>Coorientador: Filipe Pereira Giardini Bonfim</p> <p>1. Composição química. 2. Constituintes voláteis. 3. Cromatografia gasosa bidimensional abrangente. 4. Hidrodestilação. 5. Lúpulo. I.</p> <p>Título.</p>
-------	---

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Botucatu



### CERTIFICADO DE APROVAÇÃO


TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: ÓLEOS ESSENCIAIS E HIDROLATOS DE *Humulus lupulus* L.:  
CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE VARIEDADES CULTIVADAS NO  
ESTADO DE SÃO PAULO

AUTORA: MARIANA NUNES FERREIRA CABRAL  
ORIENTADORA: MÁRCIA ORTIZ MAYO MARQUES  
COORIENTADOR: FILIPE PEREIRA GIARDINI BONFIM

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Mestra em Agronomia (Horticultura),  
pela Comissão Examinadora:

Documento assinado digitalmente  
 MÁRCIA ORTIZ MAYO MARQUES  
Data: 03/03/2023 18:39:07-0300  
Verifique em <https://verificador.itl.br>

Prof.ª Dr.ª MÁRCIA ORTIZ MAYO MARQUES (Participação Virtual)  
Centro de Pesquisa de Recursos Genéticos Vegetais / Instituto Agrônomico de Campinas

Prof. Dr. MARCELO TELASCRÉA (Participação Virtual) "p/"  MÁRCIA ORTIZ MAYO MARQUES  
Engenharia Química / Centro Universitário Sagrado Coração  
Data: 03/03/2023 18:13:10-0300  
Verifique em <https://verificador.itl.br>

Prof.ª Dr.ª VALERIA CRISTINA RODRIGUES SARNIGHAUSEN (Participação Virtual)  
Bioprocessos e Biotecnologia / Faculdade de Ciências Agrônomicas de Botucatu - UNESP

"p/"  
Documento assinado digitalmente  
 MÁRCIA ORTIZ MAYO MARQUES  
Data: 03/03/2023 18:37:22-0300  
Verifique em <https://verificador.itl.br>

Botucatu, 03 de março de 2023



*Aos meus pais e irmãos,*

*Dedico.*



## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus pais, Tereza e Dilmair, por, acima de tudo, compreenderem esse meu longo caminho nos estudos e me apoiarem.

Aos meus irmãos, Ana Luiza e Dalton: que vocês sigam caminhos enriquecedores.

Às minhas tias, Clarice, Cláudia, Eloísa, Kátia e Mônica, pela força e motivação. Mesmo distantes, sei do esforço de cada uma para ver os filhos e sobrinhos realizados. Amo vocês.

À minha orientadora, Marcia Ortiz, e ao meu coorientador, Filipe Bonfim, pelo acolhimento de sempre e pelas contribuições em minha formação.

À Faculdade de Ciências Agrônômicas, em especial ao Departamento de Produção Vegetal (Horticultura), onde tanto aprendi desde o estágio na graduação.

Ao grupo HorgBio, principalmente a todos os alunos que se dedicam ao experimento em campo, cuidando e cultivando o lúpulo, para que nossas pesquisas sejam realizadas com qualidade.

Aos colegas do Laboratório de Fitoquímica do Instituto Agrônomo de Campinas. À Dra. Roselaine Facanali, que me ajudou muito na conclusão do trabalho, assim como ao Me. Júlio Cesar Rodrigues Lopes Silva.

Ao Lucas Campos Ferreira, por tudo o que compartilhamos nos últimos anos.

A todos aqueles que estão se desafiando e aprendendo sobre a cultura do lúpulo e ajudando no desenvolvimento desta bela cultura em nosso país.

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.



## RESUMO

O lúpulo (*Humulus lupulus* L.) possui destacada importância econômica, sendo cultivado mundialmente com destinação principal à indústria cervejeira. A importância desta planta decorre das suas inflorescências serem ricas em óleos essenciais, resinas e compostos fenólicos que são atribuídos, principalmente, ao amargor e aroma das cervejas, além de apresentarem importância para a indústria farmacêutica e cosmética. Os óleos essenciais compõem o perfil aromático das variedades de lúpulo e cada variedade pode apresentar uma composição química diferente. O hidrolato, por sua vez, é um subproduto da extração de óleos essenciais, frequentemente descartado após o processo de extração e, no entanto, este pode conter substâncias de valor aromático, assim como o óleo essencial. A literatura aponta que as substâncias mais comuns nos óleos essenciais de lúpulo são  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -humuleno e (*E*)-cariofileno. No entanto, a composição química pode variar de acordo com fatores genéticos e ambientais, dentre outros. O cultivo de lúpulo no Brasil é recente e informações sobre o perfil aromático dos óleos essenciais e hidrolatos das diversas variedades é escasso. Sendo assim, o objetivo do trabalho foi avaliar a composição química do óleo essencial e dos hidrolatos das variedades de aroma Cascade, Fuggle e Saaz e da variedade de dupla aptidão Centennial da safra de 2022 cultivadas no estado de São Paulo. As variedades de lúpulo apresentaram divergências no rendimento dos óleos essenciais sendo a variedade Cascade a de maior rendimento (0,73%), rendimento intermediário para Fuggle (0,49%) e menor para Centennial (0,33%) e Saaz (0,36%). As variedades também apresentaram composição química dos óleos essenciais e hidrolatos divergentes entre si. Foi possível identificar 48 e 46 substâncias por Cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM), nos óleos essenciais e nos hidrolatos, respectivamente. O  $\beta$ -mirceno foi o constituinte majoritário para os óleos essenciais das variedades Cascade (47,77%) e Fuggle (32,96%), enquanto para a Centennial foi o (*E*)- $\beta$ -farneseno (33,27%) e para Saaz o  $\beta$ -selineno (19,02%) e (*E*)- $\beta$ -farneseno (18,44%), respectivamente. Na análise por Cromatografia gasosa bidimensional abrangente acoplada a espectrometria de massas (CG $\times$ CG-EM) foram identificadas mais 27 substâncias nos óleos essenciais quando comparada a CG-EM, contribuindo para

reafirmar a distinção que existe na composição química do óleo essencial das variedades. Quanto aos hidrolatos, o limoneno foi a substância majoritária para todas as variedades, que também apresentaram linalol,  $\beta$ -pineno,  $\alpha$ -felandreno,  $\beta$ -mirceno em abundância, revelando a importância deste subproduto da extração dos óleos essenciais de lúpulo.

**Palavras-chaves:** composição química; constituintes voláteis; cromatografia gasosa bidimensional abrangente; hidrodestilação; lúpulo.

## ABSTRACT

Hops (*Humulus lupulus* L.) have outstanding economic importance, being cultivated worldwide with main destination to the brewing industry. The importance of this plant comes from its inflorescences that are rich in essential oils, resins and phenolic compounds that are mainly attributed to the bitterness and aroma of beers, in addition they are important for the pharmaceutical and cosmetic industry. Essential oils constitute the aromatic profile of hop varieties and each variety can have a different chemical composition. The hydrosol, in turn, is a by-product of the extraction of essential oils, often discarded after the extraction process and, however, it may contain substances of aromatic value, as well as the essential oil. The literature indicates that the most common substances in hop essential oils are  $\beta$ -myrcene,  $\alpha$ -humulene and (*E*)-caryophyllene. However, the chemical composition may vary according to genetic and environmental factors, among others. The cultivation of hops in Brazil is recent and information about the aromatic profile of essential oils and hydrolates of the different varieties is scarce. Therefore, the objective of this work was to evaluate the chemical composition of the essential oil and hydrolates of the aroma varieties Cascade, Fuggle and Saaz and of the dual-purpose variety Centennial from 2022 harvest cultivated in the state of São Paulo. The hop varieties showed differences in the yield of essential oils, with the Cascade variety having the highest yield (0.73%), intermediate yield for Fuggle (0.49%) and lower for Centennial (0.33%) and Saaz (0.36%). The varieties also showed different chemical composition of essential oils and hydrosols. It was possible to identify 48 and 46 substances by gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS) in essential oils and hydrolates, respectively.  $\beta$ -myrcene was the major constituent for the essential oils of Cascade (47.77%) and Fuggle (32.96%) varieties, while for Centennial it was (*E*)- $\beta$ -farnesene (33.27%) and for Saaz,  $\beta$ -selinene (19.02%) and (*E*)- $\beta$ -farnesene (18.44%), respectively. In the comprehensive two-dimensional gas chromatography analysis coupled with mass spectrometry (GC $\times$ GC-MS), 27 more substances were identified in essential oils when compared to GC-MS, contributing to reaffirm the distinction that exists in the chemical composition of the essential oil of the varieties. As for hydrolates, limonene was the major substance for all varieties, which also had linalool,  $\beta$ -

pinene,  $\alpha$ -phellandrene,  $\beta$ -myrcene in abundance, revealing the importance of this by-product of the extraction of hop essential oils.

**Keywords:** chemical composition; comprehensive two-dimensional gas chromatography; hop; hydrodistillation; volatile constituents.

## Sumário

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>17</b>
<b>2.1</b>	<b>Lúpulo (<i>Humulus lupulus</i> L.).....</b>	<b>17</b>
<b>2.2</b>	<b>Lúpulo no Brasil.....</b>	<b>22</b>
<b>2.3</b>	<b>Óleos essenciais.....</b>	<b>24</b>
<b>2.4</b>	<b>Biossíntese de compostos voláteis .....</b>	<b>25</b>
<b>2.5</b>	<b>Fatores que afetam a composição química do óleo essencial .....</b>	<b>28</b>
<b>2.6</b>	<b>Identificação de compostos voláteis.....</b>	<b>29</b>
<b>2.7</b>	<b>Substâncias voláteis de lúpulo.....</b>	<b>31</b>
<b>2.8</b>	<b>Hidrolatos .....</b>	<b>34</b>
<b>3</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>36</b>
<b>3.1</b>	<b>Material Vegetal.....</b>	<b>36</b>
3.1.2	Colheita.....	37
3.1.3	Secagem.....	38
<b>3.2</b>	<b>Amostras .....</b>	<b>38</b>
3.2.1	Extração dos óleos essenciais.....	38
3.2.2	Obtenção dos constituintes voláteis dos hidrolatos.....	40
<b>3.3</b>	<b>Análises da composição química dos óleos essenciais e constituintes voláteis dos hidrolatos.....</b>	<b>40</b>
3.3.1	Composição química por cromatografia a gás acoplada a espectrometria de massas (CG-EM).....	40
3.3.2	Cromatografia a gás bidimensional abrangente acoplada a espectrometria de massas (CGxCG-EM) .....	41
<b>3.4</b>	<b>Análise estatísticas dos dados .....</b>	<b>42</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADO E DISCUSSÃO.....</b>	<b>43</b>
<b>4.3</b>	<b>Rendimento dos óleos essenciais.....</b>	<b>43</b>
<b>4.4</b>	<b>Caracterização da composição química dos óleos essenciais de lúpulo.....</b>	<b>45</b>
<b>4.5</b>	<b>Caracterização da composição química dos constituintes voláteis dos hidrolatos de lúpulo.....</b>	<b>63</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>75</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>77</b>



## 1 INTRODUÇÃO

O lúpulo é uma planta nativa da Europa, Ásia e América do Norte que começou a ser utilizada na antiguidade, para diversos fins, como uso culinário e medicinal, e a partir do século XIII, para fabricação de cerveja (SPÓSITO, 2019). Hoje, a espécie *Humulus lupulus* L. possui destacada importância econômica, sendo cultivada mundialmente com destinação principal à indústria cervejeira (ARAÚJO, 2020).

A importância do lúpulo decorre das suas inflorescências serem ricas em óleos essenciais, resinas e compostos fenólicos que são atribuídos, principalmente, ao amargor e aroma das cervejas (DURELLO; SILVA; BOGUSZ, 2019). Porém, o lúpulo também é empregado nos setores cosméticos e farmacêutico, possuindo substâncias com atividade sedativa e outras propriedades neurofarmacológicas, além de atividades antibacterianas e antifúngicas, devido aos seus óleos essenciais e resinas (KARABÍN *et al.*, 2016). No entanto, cada variedade de lúpulo pode apresentar uma composição química diferente do óleo essencial, que varia pela influência genética e do ambiente externo na síntese dos compostos do metabolismo especializado (JORGE; TRUGO, 2003; INUI *et al.*, 2013; BRENDEL; HOFMANN; GRANVOGL, 2019). Dessa forma, a composição química pode ser diferente para cada país e região de cultivo.

Os Estados Unidos e Alemanha produzem mais da metade da produção mundial (DURELLO; SILVA; BOGUSZ, 2019). O lúpulo tem origem no Hemisfério Norte e latitudes tidas como ideais para seu cultivo estão situadas entre 35° e 55° (Norte e Sul dos hemisférios). Seu cultivo também ocorre em outros países do hemisfério Norte, além de países no hemisfério Sul; incluindo Brasil e Austrália (SPÓSITO, 2019). No Brasil, o cultivo de lúpulo se expandiu a partir de 2016 e é visto como uma boa fonte de renda para o pequeno produtor rural, sendo possível ser realizado mesmo em um hectare (BRASIL, 2022). A crescente demanda por cervejas artesanais e perfis aromáticos diferenciados, alavancou o cultivo e comercialização de lúpulo nacionalmente e, portanto, estudos sobre sua qualidade química tem sido cada vez mais importantes (MARCUSO; MULLER, 2018; SILVA; JÚNIOR, 2021).

Nas técnicas de destilação por arraste a vapor e hidrodestilação, são obtidos o óleo essencial e o hidrolato, produto residual da extração, que apesar de conter compostos de valor aromático é descartado após o processo (RAO, 2012; AĆIMOVIĆ *et al.*, 2020). No entanto, enquanto a literatura relata a existência de mais de 400

substâncias identificadas no óleo essencial de lúpulo (EYRES; DUFOUR, 2009), as informações sobre a composição química dos hidrolatos são escassas.

Através da cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG-EM), técnica utilizada para análise de substâncias voláteis (ALMAGUER *et al.*, 2014), pode-se conhecer a qualidade química das substâncias voláteis de lúpulo, importante na geração de seu valor comercial (DURELLO; SILVA; BOGUSZ, 2019; BRASIL, 2022; DOS SANTOS *et al.*, 2022).

Devido ao grande interesse em novos sabores e aromas que podem ser proporcionados pelo lúpulo, além do seu uso medicinal, e com a crescente expansão da cultura no Brasil, estudos sobre sua composição química têm sido apontados como importantes indicadores da qualidade da produção nacional, além de contribuírem para a diferenciação das variedades (DUARTE *et al.*, 2020; ALMEIDA *et al.*, 2021; ARRUDA *et al.*, 2021; DOS SANTOS *et al.*, 2022). Apesar disso, por ser uma cultura recente no país, informações acerca da composição química dos óleos essenciais e hidrolatos das variedades cultivadas em diferentes regiões do Brasil são escassas.

Portanto, o estudo teve por objetivo caracterizar a composição química dos óleos essenciais e hidrolatos de lúpulo (*Humulus lupulus* L.) das variedades de aroma (Saaz, Fuggle e Cascade) e de dupla aptidão (Centennial) cultivadas no estado de São Paulo.

## 5 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho são pioneiros para o rendimento e composição química do óleo essencial das variedades Cascade, Fuggle, Saaz e Centennial cultivadas no estado de São Paulo. O rendimento de óleo essencial variou entre as variedades, sendo maior para a Cascade. As variedades de lúpulo apresentaram composição química distinta para os óleos essenciais e hidrolatos tanto das variedades de aroma (Cascade, Fuggle e Saaz) quanto a de dupla aptidão (Centennial). Porém, as análises 1D-CG e 2D-CG do óleo essencial mostraram que todas as variedades contêm  $\alpha$ -humuleno,  $\beta$ -mirceno,  $\beta$ -selineno,  $\alpha$ -selineno, (*E*)- $\beta$ -farneseno e (*E*)-cariofileno em diferentes proporções relativas.

A análise dos óleos essenciais por CG $\times$ CG-EM permitiu a identificação de um maior número de substâncias quando comparada com 1D-CG, contribuindo para reafirmar a distinção que existe na composição química do óleo essencial das variedades, o que indica que cada uma delas tem características específicas de conteúdo aromático. As substâncias encontradas nas variedades possuem importância não só para o aroma em cervejas, mas também para outras aplicações industriais, incluindo para uso cosmético e farmacêutico.

Quanto aos hidrolatos, todos apresentaram linalol,  $\alpha$ -pineno,  $\beta$ -pineno,  $\alpha$ -felandreno,  $\beta$ -mirceno e  $\alpha$ -terpineol em alta proporção relativa, com destaque para limoneno, substância mais abundante no hidrolato de todas as variedades. Dada a reconhecida importância do limoneno, esse resultado evidencia que essa substância pode estar sendo descartada no processo de extração de óleo essencial, negligenciando um produto que pode ter valor para a indústria. Além disso, os hidrolatos apresentaram outras substâncias em menor abundância e, portanto, assim como para óleo essencial, os resultados mostraram uma composição química distinta entre as variedades.

Os resultados deste trabalho com óleos essenciais e hidrolatos das variedades de aroma (Cascade, Fuggle e Saaz) e dupla aptidão (Centennial) revelam que a qualidade nacional é similar com o que é relatado em outras regiões de cultivo no mundo. Contudo, há indício de que as variedades cultivadas no Estado de São Paulo apresentem outras substâncias majoritárias no óleo essencial, como (*E*)- $\beta$ -farneseno,  $\beta$ -selineno e  $\alpha$ -selineno, assim como foi relatado em outros estudos de lúpulo cultivado na região, além de  $\beta$ -mirceno,  $\alpha$ -humuleno

e (*E*)-cariofileno, compostos comumente relatados na literatura para as diferentes variedades de lúpulo.

## REFERÊNCIAS

- ACÍMOVIĆ, M. G. et al. Hydrolates: By-products of essential oil distillation: Chemical composition, biological activity and potential uses. **Advanced technologies**, v. 9, n. 2, p. 54-70, 2020.
- ALMAGUER, C. et al. *Humulus lupulus*—a story that begs to be told. A review. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 120, n. 4, p. 289-314, 2014.
- ALMEIDA, A. R. et al. Brazilian grown cascade hop (*Humulus Lupulus* L.): LC-ESI-MS-MS and GC-MS analysis of chemical composition and antioxidant activity of extracts and essential oils. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, v. 79, n. 2, p. 156-166, 2021.
- AMDOUNI, T. et al. Effect of salt stress on the antimicrobial activity of *Ruta chalepensis* essential oils. **Acta Physiologiae Plantarum** 38:147, 2016.
- ANGIONI, A. et al. Chemical composition, seasonal variability, and antifungal activity of *Lavandula stoechas* L. ssp. *stoechas* essential oils from stem/leaves and flowers. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 54, n. 12, p. 4364-4370, 2006.
- ARAÚJO, L. C. S. et al. Importância econômica e medicinal de *Humulus lupulus*: uma revisão. **Hígia-Revista de Ciência da Saúde e Sociais Aplicadas do Oeste Baiano**, v. 5, n. 1, 2020.
- ARRUDA, T. R. et al. A new perspective of a well-recognized raw material: Phenolic content, antioxidant and antimicrobial activities and  $\alpha$ - and  $\alpha$ -acids profile of Brazilian hop (*Humulus lupulus* L.) extracts. **LWT**, v. 141, p. 110905, 2021.
- BAMFORTH, W. C.; Beer is Proof God Loves Us, 1st ed., FT Press: Upper Saddle River, 2010.
- BERNOTIENĒ, Genovaitė et al. Chemical composition of essential oils of hops (*Humulus lupulus* L.) growing wild in Aukštaitija. **Chemija**, v. 15, n. 2, p. 31-36, 2004.
- BOARO, C. S. et al. Factors influencing the production and chemical composition of essential oils in aromatic plants from Brazil. In: **Essential Oil Research**. Springer, Cham. p. 19-47, 2019.
- BOCQUET, L. et al. *Humulus lupulus* L., a very popular beer ingredient and medicinal plant: Overview of its phytochemistry, its bioactivity, and its biotechnology. **Phytochemistry reviews**, v. 17, n. 5, p. 1047-1090, 2018.
- BRASIL. Mercado cervejeiro cresce no Brasil e aumenta interesse pela produção nacional de lúpulo e cevada. 06 de Agosto de 2021. Disponível em: <https://www.gov.br/pt-br/noticias/agricultura-e-pecuaria/2021/08/mercado-cervejeiro-cresce-no-brasil-e-aumenta-interesse-pela-producao-nacional-de-lupulo-e-cevada> Acesso em: 19 de Agosto de 2021.
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Lúpulo no Brasil: perspectivas e realidades** / Ministério da Agricultura, Pecuária e

Abastecimento. Secretaria de Agricultura Familiar e Cooperativismo. Alexander Cruz, Stéfano Gomes Kretzer. – Brasília : MAPA/SAF 2022. 175p. ISBN 978-65-86803-89-1

BRENDEL, S.; HOFMANN, T.; GRANVOGL, M. Characterization of key aroma compounds in pellets of different hop varieties (*Humulus lupulus* L.) by means of the sensomics approach. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 67, n. 43, p. 12044-12053, 2019.

CAMARGO, S. B.; VASCONCELOS, D. F. S. A. Atividades biológicas de Linalol: conceitos atuais e possibilidades futuras deste monoterpeno. **Revista de Ciências Médicas e Biológicas. Salvador**, v. 13, n. 3 – especial, p. 381-387, 2014.

CAMPOS, Olívia Pak. **Anatomia, histoquímica e densidade de tricomas de variedades de *Humulus lupulus* L. sob manejo orgânico e convencional.** Orientador: Filipe Pereira Giardini Bonfim. 2021. 59 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Agronomia (Horticultura), Faculdade de Ciências Agronômicas, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Botucatu, 2021. Disponível em:  
[https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/204680/campos\\_op\\_me\\_botfca\\_int.pdf?sequence=6&isAllowed=y](https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/204680/campos_op_me_botfca_int.pdf?sequence=6&isAllowed=y)

ČEH, B.; NAGLIČ, B.; OSET LUSKAR, M. Hop (*Humulus lupulus* L.) cones mass and length at cv. Savinjsk Golding. **Hmeljarski Bilten**, v. 19, 2012.

CHIZZOLA, R. (2013) Regular Monoterpenes and Sesquiterpenes (Essential Oils). In: Ramawat K., Mérillon JM. (eds) Natural Products. **Springer**, Berlin, Heidelberg. [https://doi.org/10.1007/978-3-642-22144-6\\_130](https://doi.org/10.1007/978-3-642-22144-6_130)

CORREIA, S. J. Flavonóides, norisoprenóides e outros terpenos das Folhas de *Tapirira guianensis*. **Química Nova**. v. 31, n° 8, p. 2056-2059, 2008.

CROTEAU, R.; KUTCHAN, T. M., LEWIS, N. G. Natural products (secondary metabolites). **Biochemistry & Molecular Biology of Plantas**. p. 1250-1318, 2000.

CUNHA A.R.; MARTINS, D. Classificação climática para os municípios de Botucatu e São Manuel, SP. Irriga v.14: p. 1-11, 2009.

DE MARTINO, L. et al. (ed). 1° Ed. Essencial oils from Mediterranean Aromatic Plants. **The Mediterranean Diet: An Evidence-Based Approach**. Londres: Elsevier, 2014. Chap. 58, p. 649-661.

DE OLIVEIRA JÚNIOR, L. F. et al. Chemical profile and potential antifungal of essential oil *Schinus terebinthifolius* and its by-products. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 11, p. e91491110623-e91491110623, 2020.

DEWICK, P. M. **Medicinal natural products: a biosynthetic approach**. John Wiley & Sons, 2002.

DIECKMANN, R. H.; PALAMAND, S. R. Autoxidation of some constituents of hops. I. Monoterpene hydrocarbon, myrcene. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 22, n. 3, p. 498-503, 1974.

DODDS, Kevin A. **Hops: a guide for new growers**. New South Wales Department of Primary Industries, 2017.

DONNER, P. et al. Influence of weather conditions, irrigation and plant age on yield and alpha-acids content of Czech hop (*Humulus lupulus* L.) variedades. **Plant, Soil and Environment**, v. 66, n. 1, p. 41-46, 2020.

DRAWANZ, B. B. et al. Óleos essenciais e hidrolatos de orégano e cravo-da-índia sobre o desenvolvimento micelial de *Botrytis cinerea* isolado de morangos. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 15, n. 4, p. 341-345, 2020.

DUARTE, L. M. et al. Differentiation of aromatic, bittering and dual-purpose commercial hops from their terpenic profiles: An approach involving batch extraction, GC-MS and multivariate analysis. **Food Research International**, v. 138, p. 109768, 2020.

DUDAREVA, N. et al. Biosynthesis, function and metabolic engineering of plant volatile organic compounds. **New Phytologist**, v. 198, n. 1, p. 16-32, 2013.

DURELLO, R. S. **Química do sabor de cervejas: detalhes moleculares de lúpulos (*Humulus lupulus*) cultivados no Brasil no processo cervejeiro**. Orientador: Stanislau Bogusz Junior. 2019. 93 f. Tese de Doutorado. Química Analítica e Inorgânica, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2019. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/75/75135/tde-03072019-104531/publico/RenatodaSilvaDurellorevisada.pdf>

DURELLO, R. S.; SILVA, L. M.; BOGUSZ, S. Química do lúpulo. **Química Nova**, v. 42, p. 900-919, 2019.

ELSS, S.; KLEINHENZ, S.; SCHREIER, P. Odor and taste thresholds of potential carry-over/off-flavor compounds in orange and apple juice. **LWT-Food Science and Technology**, v. 40, n. 10, p. 1826-1831, 2007.

ERASTO, Paul; VILJOEN, Alvaro M. Limonene-a review: biosynthetic, ecological and pharmacological relevance. **Natural Product Communications**, v. 3, n. 7, p. 1934578X0800300728, 2008.

ERIKSEN, R. L. et al. Gene expression for secondary metabolite biosynthesis in hop (*Humulus lupulus* L.) leaf lupulin glands exposed to heat and low-water stress. **Scientific Reports**, v. 11, n. 1, p. 1-18, 2021.

FAGHERAZZI, M. M. **Adaptabilidade de variedades de lúpulo na região do planalto sul catarinense**. 2020, 116 p. Tese de doutorado; Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências Agro veterinárias, Programa de Pós-graduação em Produção Vegetal, Lages, SC, 2020.

FAGHERAZZI, M. M.; RUFATO, L. Produzir lúpulo no Brasil, utopia ou realidade? **Revista Agronomia Brasileira, Jaboticabal**, v. 2, n. 2, p. 1-2, 2018.

FENG, S. Aroma-active compounds in 'Centennial', 'Citra' and 'Nelson Sauvin' hop varieties and their aroma contribution to dry-hopped beer. *Dissertação de Mestrado* 102 f. 2014.

FIGUEIREDO, A. C. et al. Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. **Flavour and Fragrance journal**, v. 23, n. 4, p. 213-226, 2008.

FORTESCHI, M. et al. Quality assessment of Cascade Hop (*Humulus lupulus* L.) grown in Sardinia. **European Food Research and Technology**, v. 245, n. 4, p. 863-871, 2019.

GONÇALVES, J. et al. Headspace solid-phase microextraction combined with mass spectrometry as a powerful analytical tool for profiling the terpenoid metabolomic pattern of hop-essential oil derived from Saaz variety. **Journal of separation science**, v. 35, n. 17, p. 2282-2296, 2012.

GUIMARÃES, B. P.; NASCIMENTO, P. G.; GHESTI, G. F. Intellectual property and plant variety protection: Prospective study on Hop (*Humulus lupulus* L.) variedades. **World Patent Information**, v. 65, p. 102041, 2021.

GUPTA, A. K. et al. Genetic variability and correlations of essential oil yield with agro-economic traits in *Mentha* species and identification of promising variedades. **Industrial Crops and Products**, v. 95, p. 726-732, 2017.

HAMEDI, A.; AFIFI, M.; ETEMADFARD, H. Investigating chemical composition and indications of hydrosol soft drinks (aromatic waters) used in Persian folk medicine for women's hormonal and reproductive health conditions. **Journal of evidence-based complementary & alternative medicine**, v. 22, n. 4, p. 824-839, 2017.

HOANG, H. T.; MOON, J.; LEE, Y. Natural antioxidants from plant extracts in skincare cosmetics: Recent applications, challenges and perspectives. **Cosmetics**, v. 8, n. 4, p. 106, 2021.

Hops and their contribution to beer flavor. **Journal of Agricultural and Food Chemistry** 34:763-770.

INUI, Takako et al. Different beers with different hops. Relevant compounds for their aroma characteristics. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 61, n. 20, p. 4758-4764, 2013.

JAKUBCZYK, Karolina; TUCHOWSKA, Aleksandra; JANDA-MILCZAREK, Katarzyna. Plant hydrolates—Antioxidant properties, chemical composition and potential applications. **Biomedicine & Pharmacotherapy**, v. 142, p. 112033, 2021.

JASTROMBEK, J. M. et al. Hop: An Emerging Crop in Subtropical Areas in Brazil. **Horticulturae**, v. 8, n. 5, p. 393, 2022.

JELIAZKOVA, E. et al. Sequential Elution of Essential Oil Constituents during Steam Distillation of Hops (*Humulus lupulus* L.) and Influence on Oil Yield and Antimicrobial Activity. **Journal of Oleo Science**, v. 67, n. 7, p. 871–883, 2018.

- JORGE, K.; TRUGO, L. C. Discrimination of different hop varieties using headspace gas chromatographic data. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 14, p. 411-415, 2003.
- KHALEEL, C.; TABANCA, N.; BUCHBAUER, G.  $\alpha$ -Terpineol, a natural monoterpene: A review of its biological properties. **Open Chemistry**, v. 16, n. 1, p. 349-361, 2018.
- KARABÍN, M. et al. Biologically active compounds from hops and prospects for their use. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, n. 3, p. 542-567, 2016.
- KAVALIER, A. R. et al. Phytochemical and morphological characterization of hop (*Humulus lupulus* L.) cones over five developmental stages using high performance liquid chromatography coupled to time-of-flight mass spectrometry, ultrahigh performance liquid chromatography photodiode array detection, and light microscopy techniques. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**. May 11;59(9):4783- 93, 2011.
- KELLOGG, B. A.; POULTER, C. D. Chain elongation in the isoprenoid biosynthetic pathway. **Current opinion in chemical biology**, v. 1, n. 4, p. 570-578, 1997.
- KENNY, S. T. Identification of US-grown hop variedades by hop acid and essential oil analyses. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, v. 48, n. 1, p. 3-8, 1990.
- KISHIMOTO, T. et al. Comparison of the odor-active compounds in unhopped beer and beers hopped with different hop varieties. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 54, n. 23, p. 8855-8861, 2006.
- KREUZWIESER, J.; SCHNITZLER, J.-P.; STEINBRECHER, R. Biosynthesis of organic compounds emitted by plants. **Plant Biology**, v. 1, n. 02, p. 149-159, 1999.
- KROFTA, K. Comparison of quality parameters of Czech and foreign hop varieties. **Plant Soil and Environment**, v. 49, n. 6, p. 261-268, 2003.
- LAM, K. C.; FOSTER, R. T.; DEINZER, M. L. Aging of hops and their contribution to beer flavor. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 34, n. 4, p. 763-770, 1986.
- LIGOR, M. et al. Comparative gas chromatographic–mass spectrometric evaluation of hop (*Humulus lupulus* L.) essential oils and extracts obtained using different sample preparation methods. **Food Analytical Methods**, v. 7, n. 7, p. 1433-1442, 2014.
- MALIK, S. (Ed.). (2019). *Essential Oil Research*. doi:10.1007/978-3-030-16546-8
- MARCUSSO, E. F.; MÜLLER, C. V. Anuário da cerveja no Brasil 2018: Crescimento e inovação. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/assuntos/inspecao/produtos-vegetal/pasta-publicacoes-DIPOV/anuario-da-cerveja-no-brasil-2018/view> Acesso em: 15 de janeiro de 2023.

- MARCUSSO, E.F.; MÜLLER, C.V. **Anuário da cerveja no Brasil 2018: crescimento e inovação**. Brasília: MAPA, 2019. 6p. Disponível em: <http://agricultura.gov.br/assuntos/inspecao/produtos-vegetal/pastapublicacoes-DIPOV/anuario-da-cerveja->. Acesso em: 09 set. 2022.
- MÁRQUEZ-GUTIÉRREZ, R. et al. Genome-Wide Analyses of MADS-Box Genes in *Humulus lupulus* L. Reveal Potential Participation in Plant Development, Floral Architecture, and Lupulin Gland Metabolism. **Plants**, v. 11, n. 9, p. 1237, 2022.
- MASOTTI, V. et al. Seasonal and phenological variations of the essential oil from the narrow endemic species *Artemisia molinieri* and its biological activities. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 51, n. 24, p. 7115-7121, 2003.
- MCADAM, E. L.; VAILLANCOURT, R. E.; KOUTOULIS, A.; WHITTOCK SP. Quantitative genetic parameters for yield, plant growth and chemical characteristics of the hop cone (*Humulus lupulus* L.). **BMC Genet.** 2014; 15 (2): 1–18
- MEDICI, L.O. et al. Automatic controller to water plants. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v.67, n.6, p.727-730, 2010.
- MORAIS, J. S. O Lúpulo: Variedades e extrato. **Livro De Actas**, p. 11-21, 2015.
- MOZZON, M.; FOLIGNI, R.; MANNOZZI, C. Brewing quality of hop varieties cultivated in central Italy based on multivolatile fingerprinting and bitter acid content. **Foods**, v. 9, n. 5, p. 541, 2020.
- MÜLLER, Luciano da Silva. **Estudo comparativo das propriedades da cerveja artesanal produzida com e sem o óleo essencial do lúpulo**. 2021. Dissertação de Mestrado. 65f. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais. Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. Porto Alegre-RS. 2021.
- NAGEGOWDA, D. A.; GUPTA, P. Advances in biosynthesis, regulation, and metabolic engineering of plant specialized terpenoids. **Plant Science**, v. 294, p. 110457, 2020.
- NANCE, M. R.; SETZER, W. N. Volatile components of aroma hops (*Humulus lupulus* L.) commonly used in beer brewing. **Journal of Brewing and Distilling**, v. 2, n. 2, p. 16-22, 2011.
- NAYA, Y.; KOTAKE, M. The constituents of hops (*Humulus lupulus* L.). VII. The rapid analysis of volatile components. **Bulletin of the Chemical Society of Japan**, v. 45, n. 9, p. 2887-2891, 1972.
- NEPLAME. **Núcleo de Estudos e Pesquisa de Plantas Mediciniais**. Óleos Essências. Disponível em: <http://www.neplame.univasf.edu.br/oacuteteleos-essenciais.html>. Acesso em: 15 de janeiro de 2023
- NUUTINEN, T. Medicinal properties of terpenes found in *Cannabis sativa* and *Humulus lupulus*. **European journal of medicinal chemistry**, v. 157, p. 198-228, 2018.

ORMEÑO, E.; FERNANDEZ, C. Effect of soil nutrient on production and diversity of volatile terpenoids from plants. **Current bioactive compounds**, v. 8, n. 1, p. 71-79, 2012.

OLSOVSKA, J. et al. *Humulus lupulus* L. (hops) – a valuable source of compounds with bioactive effects for future therapies. **Military Medical Science Letters**, v. 85, n. 1, p. 19-30, 2016.

PALAZZOLO, E.; LAUDICINA, V. A.; GERMANÀ, M. A. Current and potential use of citrus essential oils. **Current Organic Chemistry**, v. 17, n. 24, p. 3042-3049, 2013.

PARÉ, P. W.; TUMLINSON, J. H. Plant volatiles as a defense against insect herbivores. **Plant physiology**, v. 121, n. 2, p. 325-332, 1999.

PEACOCK, V. E. et al. Floral hop aroma in beer. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 29, n. 6, p. 1265-1269, 1981.

PEREIRA, O. R.; SANTOS, G.; SOUSA, M. J. Hop By-Products: Pharmacological Activities and Potential Application as Cosmetics. **Cosmetics**, v. 9, n. 6, p. 139, 2022.

QUEIROZ, C. N. et al. A importância e aplicação da cromatografia gasosa na área farmacêutica: uma revisão da literatura. 2015.

RADICE, M. et al. Alpha-Phellandrene and Alpha-Phellandrene-Rich Essential Oils: A Systematic Review of Biological Activities, Pharmaceutical and Food Applications. **Life**, v. 12, n. 10, p. 1602, 2022.

RAO, B. R. Hydrosols and water-soluble essential oils of aromatic plants: Future economic products. **Indian Perfumer**, v. 56, p. 29-33, 2012.

RAVINDRA, N.S., KULKARNI, R.N. Essential oil yield and quality in rose-scented geranium: Variation among clones and plant parts. **Scientia Horticulturae**. v. 184, p.31–35, 2015.

RETTBERG, N.; BIENDL, M.; GARBE, L. Hop aroma and hoppy beer flavor: chemical backgrounds and analytical tools—a review. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, v. 76, n. 1, p. 1-20, 2018.

RETTBERG, N.; BIENDL, M.; GARBE, L. Hop aroma and hoppy beer flavor: chemical backgrounds and analytical tools—a review. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, v. 76, n. 1, p. 1-20, 2018.

RODOLFI, M. et al. Changes in chemical profile of Cascade hop cones according to the growing area. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 13, p. 6011-6019, 2019.

RODRIGUES, M. S. et al. Efeito do óleo essencial e do hidrolato de *Eugenia caryophyllata* thunb no controle de *Colletotrichum gloeosporioides* em manga. 2011.

- RUTNIK, K; HRNČIČ, M.; KOŠIR, I. Hop essential oil: Chemical composition, extraction, analysis, and applications. **Food Reviews International**, v. 38, n. sup1, p. 529-551, 2022.
- RYBKA, A. et al. Effect of drying temperature on the content and composition of hopoils. **Plant, Soil and Environment**, v. 64, n. 10, p. 512-516, 2018.
- SALES, A.; FELIPE, L. C.; BICAS, J. L. Production, properties, and applications of  $\alpha$ -terpineol. **Food and bioprocess technology**, v. 13, n. 8, p. 1261-1279, 2020.
- SALES, E. H. et al. Influência da secagem nos potenciais biológicos do óleo essencial de *Bixa orellana* L. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 8, p. e737986371-e737986371, 2020.
- SANTAGOSTINI, L. et al. *Humulus lupulus* L. cv. Cascade grown in Northern Italy: morphological and phytochemical characterization. **Plant Biosystems - An International Journal Dealing with All Aspects of Plant Biology**, v.154, p. 316- 325, 2019.
- SANTOS, F. C. et al. Phenotypic Variability in the Induction of Alpha Acids in Hops (*Humulus lupulus* L.) in Brazil. **Journal of Agricultural Science**, v. 14, n. 6, 2022.
- SHARPE, F. R.; LAWS, D. R. J. The essential oil of hops a review. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 87, n. 2, p. 96-107, 1981.
- SILVA, C. F.; JÚNIOR, J. L. Crescimento do Mercado de Cervejas Artesanais no Brasil. **Revista Científica e-Locução**, v. 1, n. 20, p. 20-20, 2021.
- SIRRINE, R. (2015) Michigan fresh: Growing hops. Michigan State University Extension. Disponível em: [https://www.canr.msu.edu/resources/michigan\\_fresh\\_growing\\_hops](https://www.canr.msu.edu/resources/michigan_fresh_growing_hops) Acesso em: 15 de janeiro de 2023
- SOUZA, K. S. et al. Atividade biológica de extratos, hidrolatos e óleos voláteis de pau-rosa (*Aniba duckei* Kostermans) e quantificação do linalol no hidrolato de folhas. **Rev. Bras. Plantas Med**, v. 9, p. 1-7, 2007.
- SPÓSITO, M. B. et al. A cultura do lúpulo. **Piracicaba, SP: Esalq-Divisão de Biblioteca**, 2019.
- STEINHAUS, M.; WILHELM, W.; SCHIEBERLE, P.; Comparison of the Most Odor-Active Volatiles in Different Hop Varieties by Application of a Comparative Aroma Extract Dilution Analysis. **Eur. Food Res. Technol.** 2007, 226, 45–55
- STEPHANE, F. Y.; JULES, B. J. Terpenoids as important bioactive constituents of essential oils. In: **Essential Oils-Bioactive Compounds, New Perspectives and Applications**. London, UK: IntechOpen, 2020.
- SU, X.; YIN, Y. Aroma characterization of regional Cascade and Chinook hops (*Humulus lupulus* L.). **Food Chemistry**, v. 364, p. 130410, 2021.

SURENDRAN, S. et al. Myrcene—what are the potential health benefits of this flavouring and aroma agent? **Frontiers in nutrition**, v. 8, p. 699666, 2021.  
AN, Q. et al. Recent updates on bioactive properties of linalool. **Food & function**, v. 12, n. 21, p. 10370-10389, 2021.

TAKOI, K. Flavor Hops” varieties and various flavor compounds contributing to their “varietal aromas”: A review. **Master Brew. Assoc. Am. Tech. Q.**, v. 56, p. 113-123, 2019.

TAVARES, C. S. et al. Hydrolates: A review on their volatiles composition, biological properties and potential uses. **Phytochemistry Reviews**, p. 1-77, 2022.

TELES, R. M. Caracterização Química, Avaliação Térmica e Atividade Larvicida Frente ao *Aedes aegypti* do Óleo Essencial da Espécie Vegetal *Aniba duckei* Kostermans. João Pessoa, UFPB, 2009.

THOLL, D. Biosynthesis and biological functions of terpenoids in plants. **Biotechnology of isoprenoids**, p. 63-106, 2015.

TROCHINE, A. et al. Chemical characterization of the two major hop varieties produced in Patagonia (Argentina) for the brewing industry. **Monatsschrift für Brauwissenschaft**, v. 73, p. 96, 2020.

VAN DEN DOOL, H. D.; KRATZ, P. D. **A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography.** 1963.

VAN HOYWEGHEN, L.; BIENDL, M.; HEYERICK, A. Radical scavenging capacity of hop-derived products. **Brewing Science**, v. 63, n. 1-2, p. 1-5, 2010.

VÁZQUEZ-ARAÚJO, L. et al. Use of hydrodistillation and headspace solid-phase microextraction to characterize the volatile composition of different hop variedades. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 93, n. 10, p. 2568-2574, 2013.

VIEGAS JÚNIOR, C. Terpenos com atividade inseticida: uma alternativa para o controle químico de insetos. **Química Nova**. v. 26, n° 3, p. 390-400, 2003.

VIEIRA, A. J. et al. Limonene: Aroma of innovation in health and disease. **Chemico-Biological Interactions**, v. 283, p. 97-106, 2018.

VON MÜHLEN, C. Índices de retenção em cromatografia gasosa bidimensional abrangente. **Sci Chromatogr**, v. 1, n. 3, p. 21-8, 2009.

WRIGHT, R. G.; CONNERY, F. E. Studies of hop quality. **Proc. American Society of Brewing Chemists**. pp. 87-101, 1951.

Yakima Chief Hops. Hop Varieties. (2019) Disponível em:  
<https://www.yakimachief.com/hop-varieties/> Acesso em: 15 de janeiro de 2023

YAN, D. et al. Assessment of the phytochemical profiles of novel hop (*Humulus lupulus* L.) variedades: A potential route to beer crafting. **Food Chemistry**. 275:15-23, 2019