

Atendendo solicitação do(a) autor(a), o texto completo desta tese/dissertação será disponibilizado somente a partir de 28/08/2025

At the author's request, the full text of this thesis/dissertation will not be available online until Aug. 28, 2025

VICTORIA PACILÉO TREVISAN

**PÓS-COLHEITA DE CONES DE LÚPULO (*Humulus lupulus* L.): PERFIL
FITOQUÍMICO EM FUNÇÃO DO PROCESSAMENTO E ARMAZENAMENTO**

Botucatu

2023

VICTORIA PACILÉO TREVISAN

**PÓS-COLHEITA DE CONES DE LÚPULO (*Humulus lupulus* L.): PERFIL
FITOQUÍMICO EM FUNÇÃO DO PROCESSAMENTO E ARMAZENAMENTO**

Dissertação de mestrado, apresentada a
Faculdade de Ciências Agronômicas da
Unesp Campus de Botucatu, para a
obtenção do título de Mestre em Agronomia
(Horticultura)

Orientador: Prof. Dr. Filipe Pereira Giardini
Bonfim

Botucatu

2023

T814p Trevisan, Victoria Paciléo
Pós-colheita de cones de lúpulo (*Humulus lupulus* L.): perfil
fitoquímico em função do processamento e armazenamento /
Victoria Paciléo Trevisan. -- Botucatu, 2023
58 p. : tabs., fotos

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista
(Unesp), Faculdade de Ciências Agronômicas, Botucatu
Orientador: Filipe Pereira Giardini Bonfim

1. Pós-colheita. 2. Armazenamento. 3. Perfil Fitoquímico. 4.
Óleos essenciais. 5. *Humulus lupulus* L.. I. Título.

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

Essa ficha não pode ser modificada.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Botucatu



CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: PÓS-COLHEITA DE CONES DE LÚPULO (*Humulus lupulus* L.): PERFIL FITOQUÍMICO EM FUNÇÃO DO PROCESSAMENTO E ARMAZENAMENTO

AUTORA: VICTÓRIA PACILÉO TREVISAN

ORIENTADOR: FILIPE PEREIRA GIARDINI BONFIM

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

Prof. Dr. FILIPE PEREIRA GIARDINI BONFIM (Participação Presencial)
Produção Vegetal / Faculdade de Ciências Agrárias de Botucatu

Dr.ª DANIELA APARECIDA TEIXEIRA (Participação Presencial)
Serviço Nacional de Aprendizagem Rural

Prof. Dr. RICARDO FIGUEIRA (Participação Presencial)
Produção Vegetal / Faculdade de Ciências Agrárias de Botucatu - UNESP

Botucatu, 28 de agosto de 2023

A minha amada família,
Dedico.

AGRADECIMENTOS

Aos meus queridos pais Cristina e Luciano, por todo suporte, compreensão e incentivo para perseguir meus sonhos, proporcionando sempre as melhores condições para o meu desenvolvimento.

Aos meus amados avós Heloisa e Nicola, por todos os ensinamentos de valores, sentimentos de orgulho, carinho e preocupação durante toda minha caminhada longe de casa.

Ao Danilo, por todo amor, paciência, tranquilidade e palavras de incentivo me ajudando a passar pelos momentos difíceis.

Ao Prof. Dr. Filipe Pereira Giardini Bonfim, pela confiança e incentivo de mergulhar no mundo da pesquisa, pela orientação, ensinamentos, paciência e pela querida parceria tanto dentro quanto fora da faculdade.

Aos meus colegas de pesquisa, Olivia Pak, Caio Scardini e Bárbara Claro, todos os dias de trabalho pesado no campo, por correrem essa trajetória comigo, compartilhando conhecimentos e sempre me socorrendo em momentos de apuro.

Aos meus amigos de coração que Botucatu trouxe para minha vida, por sempre trazerem momentos leves e alegres durante épocas turbulentas.

A Dra. Jordany por toda disposição em ajudar nas dúvidas que surgiram durante o trabalho e todo o grupo HorgBio, pelas mãos ajudantes em trabalhos pesados e pelos momentos de descontração.

Aos colaboradores do Instituto Agrônômicos de Campinas, em principal a professora Dra. Márcia Ortiz e a Dra. Roselaine, pelas orientações, ensinamentos e disponibilidade para ajudar na elaboração deste trabalho.

Aos meus colegas, Cesar, Fabrício, Francisco e Joseantonio que iniciaram a fase do mestrado junto a mim, sempre com o desejo de sucesso um do outro.

Ao departamento de Horticultura e a FCA pela estrutura física e humana disponibilizada para a realização deste trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil – CAPES – Código de financiamento 001.

“A vida não é um amontoado de fatores, mas uma imensa teia que se inicia com micróbios do solo e inclui todos os seres vivos presentes na terra, na água e no ar”

Primavesi, A.M. Manejo ecológico do solo: a agricultura em regiões subtropicais – São Paulo: Nobel, 2002.

RESUMO

O lúpulo (*Humulus lupulus* L.) é conhecido principalmente pela sua utilização no mercado cervejeiro, sendo responsável pelo aroma, amargor e estrutura da bebida. Assim, pode ser dividido em categorias como: aromático, amargor e dupla aptidão. A variedade utilizada no presente trabalho foi a Fuggle, classificada como uns dois primeiros lúpulos de aroma com notas amadeiradas e cítricas, o que justifica os estudos direcionados à conservação dos seus compostos aromáticos. O objetivo do trabalho foi quantificar o rendimento da extração do óleo essenciais em diferentes tipos de processamento dos cones de lúpulo e avaliar as possíveis alterações no perfil químico, tanto quanto, verificar o tempo de estabilidade dos compostos de aroma e amargor sob as condições de armazenamento dos cones em embalagens a vácuo e refrigerado. Por vez, cones de lúpulo foram coletados do campo experimental instalado no Pomar Didático da FCA / UNESP – Botucatu – SP, no ponto de maturidade fisiológica. O material foi seco em estufa na temperatura de 40°C, até atingirem 10% de umidade. A extração dos óleos essenciais foi realizada no Laboratório de Plantas Medicinais, no Departamento de Horticultura da UNESP - FCA, Botucatu – SP. O óleo essencial foi obtido pelo método de hidrodestilação em aparato tipo Clevenger, utilizando balão de 2L contendo 1L d'água deionizada junto ao material vegetal seco, o rendimento de óleo essencial foi determinado com base na matéria seca de cones triturados e inteiros (gramas de óleo. 100-1 gramas de matéria seca) em tempos distintos de extração (30 minutos, 60 minutos, 120 minutos e 180 minutos), no primeiro estudo, e posteriormente foram realizadas análises da composição química dos óleos essenciais em cromatógrafo a gás Thermo Scientific (modelo TRACE 1300) equipado com detector de ionização em chamas (DIC), espectrômetro de massas (modelo ISQ 7000) e injetor automático Triplus RSH. Já para o segundo estudo, o tempo de extração de óleos essenciais adotado foi de 3 horas, para os quatro tratamentos caracterizado por tempos de armazenamentos (30, 60, 90, 120 dias), no qual procede-se a análise da composição química conforme supracitado e determinação dos teores de alfa- e beta- ácidos foi a partir da extração dos ácidos da amostra de lúpulo seguida de análise espectrofotométrica. Cones inteiros de lúpulo apresentaram maiores rendimentos de óleos essenciais, atingindo o ponto máximo

em 300 minutos. O perfil fitoquímico atendeu os parâmetros da literatura, onde a maioria foram extraídos em maior concentração em cones triturados. No armazenamento não houve alteração no perfil fitoquímico dos óleos essenciais em relação ao tempo, alterando apenas os compostos de amargor. Verificou-se a partir de 60 dias em condições de armazenamento a vácuo e congelado, já se inicia uma degradação do alfa-ácido

Palavras-chave: estocagem; Fuggle; óleo essenciais; alfa-ácidos; beta-ácidos.

ABSTRACT

Hops (*Humulus lupulus* L.) is mainly known for its use in the brewing market, being responsible for the aroma, bitterness, and structure of the beverage. Thus, it can be divided into categories such as: aromatic, bitterness, and dual purpose. The variety used in the present work was Fuggle, classified as the first two aroma hops with woody and citrus notes, which justifies the studies aimed at the conservation of its aromatic compounds. The objective of the present work was to quantify the yield of essential oil extraction in different types of processing of hop cones and to evaluate the possible changes in the chemical profile, as well as to verify the stability time of the aroma and bitterness compounds under the conditions of storage of cones in vacuum and refrigerated packaging. For that, hop cones were collected from the experimental field installed in the Orchard Didactic of FCA / UNESP – Botucatu – SP, at the point of physiological maturity. The material was dried in an oven at a temperature of 40°C, until reaching 10% moisture. The extraction of essential oils was carried out in the Medicinal Plants laboratory, in the Horticulture department of UNESP- FCA, Botucatu – SP. The essential oil was obtained by the hydrodistillation method in a Clevenger type apparatus, using a 2L flask containing 1L of deionized water together with the plant material, the essential oil yield was determined based on the dry matter of fragmented and whole cones (grams of oil 100-1 grams of dry matter) at different times of extraction (30 min., 60 min., 120 min. and 180 min.) in the first study, and later analyzes of the chemical composition of essential oils were carried out in a Thermo Scientific gas chromatograph (TRACE 1300) equipped with a flame ionization detector (FID), mass spectrometer (ISQ 7000 model) and a Triplus RSH auto-injector. For the second study, the time of extraction of essential oils adopted was 3 hours, for the four treatments characterized by storage times (30, 60, 90, 120 days), in which the analysis of the chemical composition is carried out according to mentioned above and determination of the alpha-and beta-acids contents was based on the extraction of acids from the hop sample followed by spectrophotometric analysis. Whole hop cones showed higher yields of essential oils, reaching a maximum at 300 minutes. The phytochemical profile met the parameters of the literature, where most were extracted in higher concentration in fragmented cones. During storage, there was no alteration in the phytochemical profile of essential oils in relation to time, only altering the

bitterness compounds. It was verified after 60 days in vacuum and frozen storage conditions a degradation of the alpha-acid already begins.

Keywords: storage; Fuggle; essencial oils; alpha acids; beta acids.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL	17
CAPÍTULO 1.....	19
TEMPO DE EXTRAÇÃO E DO PROCESSAMENTO NO RENDIMENTO E PERFIL QUÍMICO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CONES DE LÚPULO.....	19
1.1 INTRODUÇÃO	21
1.2. MATERIAL E MÉTODOS	22
1.3. RESULTADO E DISCUSSÕES	27
REFERÊNCIAS	34
CAPÍTULO 2.....	37
TEMPO DE ARMAZENAMENTO NA ESTABILIDADE DOS COMPOSTOS DE AROMA E AMARGOR DE CONES DE LÚPULO	37
2.1 INTRODUÇÃO	39
2.2 MATERIAL E MÉTODOS	41
2.3 RESULTADO E DISCUSSÕES	46
REFÊRENCIAS	52
CONSIDERAÇÕES FINAIS	55
REFERÊNCIAS	57

INTRODUÇÃO GERAL

O lúpulo (*Humulus lupulus* L.) é conhecido principalmente pela sua utilização na fabricação de cervejas, trazendo as características de sabor característico e o aroma para a bebida. Atualmente, a indústria cervejeira é responsável por consumir 98% do lúpulo produzido mundialmente. Entretanto, há diversos setores que o lúpulo pode ser utilizado, como alimentício e cosméticos, como shampoo e hidratantes (Korpelainen, Pietiläinen, 2021).

É uma planta pertencente à ordem Rosales, família Cannabaceae, composta de hastes laterais e ramos vigorosos, podendo atingir crescimento de até 30 centímetros por dia durante sua fase vegetativa (4 a 5 meses). Apresenta também dois tipos de raízes, sendo as laterais, que podem atingir de 2 a 5 metros e as verticais que se desenvolvem em média de 2 a 3 metros (Santos, 2020; Edwardson, 1958), é uma cultura perene de comportamento anual, a qual atinge sua maturidade fisiológica a partir do terceiro ano de produção (Dodds, et al. 2019).

O gênero *Humulus* tem como característica ser constituído por plantas herbáceas, dioicas, anemófilas e trepadeiras dextrogiras, de dias curtos e nativas do hemisfério norte. Das espécies existentes, apenas o *Humulus lupulus* L. tem valor industrial (Sposito, 2019). As variedades são classificadas de acordo com a composição química, ou seja, de acordo com os óleos essenciais e alfa/beta-ácidos, sendo lúpulo de amargor, de aroma ou dupla aptidão (Roberts E Wilson, 2006).

A variedade Fuggle, classificada como lúpulo de aroma, originou-se na Inglaterra em 1861 e começou a ser propagada pelo cientista Richard Fuggle em 1875 (British Hops Association, 2023). Esta variedade é utilizada com o intuito de trazer aromas marcantes para a cerveja, muito utilizada pelas cervejarias principalmente nas receitas de cervejas tipo ale (Quelhas, 2017). É encontrado na literatura valores de 3,0-6,0% de alfa-ácidos, 2,0 a 3,0% de beta-ácidos e de 0,5-3% de óleos essenciais em sua composição (Fagherazzi, et al., 2017, Almaguer et al., 2014)

Apesar das inflorescências da planta feminina serem muito conhecidas no mundo da cervejaria, fornecendo amargor, aroma e outras características, são também utilizadas em composição de medicamentos, como Remilev da Aché, apresentando efeitos significativos na saúde humana devido às propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias, sedativas, antifúngicas e antibacterianas proporcionadas pelas resinas e óleos essenciais (Miranda, 2015).

Os compostos responsáveis por essas atividades, estão presentes em maior concentração nas glândulas de lupulina. Essas glândulas podem ser divididas em óleos essenciais e resinas. Sendo as resinas formadas principalmente pela porção de alfa ácido que é constituído de quatro congêneres: Humulona, Adhumulona, Pós Humulona e Cohumulona, principal responsável por atribuir o amargor das bebidas. Já as resinas de beta ácidos, tem sua primordial atividade nos efeitos antibióticos, podendo destacar as Lupulonas, Colupulonas e Adlupulonas. Os óleos essenciais

também presentes nessas glândulas de lupulina, são os autores do marcante aroma da cerveja, devido aos compostos voláteis que o formam, como principal o Mirceno, sendo o mais volátil e aromáticos. Esses compostos são produzidos pela através do metabolismo secundário, ou seja, são acumulados pelas plantas com o intuito de proteção das mesmas devido a algum estresse sofrido durante o tempo no campo (Ceola, 2012).

Para que se atinja níveis comercialmente demandados dessas substâncias, deve-se atentar a toda a cadeia de produção dos cones, desde manejos no campo, colheita, processamento até o armazenamento, evitando ao máximo a volatilização dos compostos. A escolha de métodos de embalagens a vácuo, seja em pellets ou cones inteiros deve ser realizada imediatamente após a desidratação, contribuindo para a diminuição dessa perda, aumentando assim o tempo de comercialização, passando de horas de uso para meses (Aprolupulo, 2019).

Juntando o potencial de mercado do Brasil com o baixo conhecimento de tecnologias de produção do lúpulo em solo brasileiro, a demanda por pesquisas dessa cadeia é abrangente e necessária. Visto isso, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o perfil fitoquímico do lúpulo de produção nacional quanto ao processamento de amostras e tempo de extração de óleos essenciais, bem como, o período de armazenagem de cones visando à estabilidade de seus compostos de aroma e amargor.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

O perfil químico do lúpulo é uma informação de grande relevância para a precificação sobre o produto na hora de comercializar. A dificuldade de identificação e a sensibilidade de degradação dos compostos exige um investimento em estruturas laboratoriais e na capacitação de profissionais para uma conduta correta dos procedimentos. Tornando-se disponível para o produtor informações sobre as condições do seu produto. Essas mudanças são um passo importante para o crescimento do mercado de lúpulo nacional.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PRODUTORES DE LÚPULO. Manual de Boas Práticas para o Cultivo do Lúpulo – A prolúpulo, versão 2019 Disponível em: <<https://www.google.com.br/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&ved=2ahUKw615GQwOLjAhX9I7kGHeEZBecQFjAAegQIAxAC&url=http%3A%2F%2Fwww.aprolupulo.com.br%2Fpdf%2Fmanual.pdf&usg=AOvVaw3kWMgdSajhmCNSbLNnJwFD>>.
- BRITISH Hop Association: Varieties. [S. l.], 6 abr. 2023. Disponível em: <https://www.britishhops.org.uk/varieties/>. Acesso em: 5 fev. 2023.
- DODDS, K. Hops a guide for a new growers. 2019. Disponível em: <<https://www.plantgrower.org/uploads/6/5/5/4/65545169/hops-guide-for-new-growers.pdf>>. Acesso em: 04/07/2022
- EDWARDSON, J.R. Hops: Their Botany, History, Production and Utilization. Economic Botany, vol. 6 n°2, apr-jun., 1952, 160-175.
- FAGHERAZZI, M.. A cultura do lúpulo: botânica e variedades. Revista Agronomia Brasileira, [S. l.], p. 1-3, 31 out. 2017. Disponível em: <https://www.fcav.unesp.br/Home/departamentos/fitossanidade/laboratoriodepatologia/agronomiabrasileira/rab201712doi.pdf>. Acesso em: 17 out. 2022.
- KORPELAINEN, H., PIETILAINEN, M. Hop (*Humulus lupulus* L.): Traditional and Present Use, and Future Potential. Econ Bot 75, 302–322 (2021). <https://doi.org/10.1007/s12231-021-09528-1> Acesso em: 13 fev 2023
- LOPES, Andrey et al. Desenvolvimento de metodologia para monitoramento de umidade do lúpulo (*Humulus lupulus* L.) para extração de óleo essencial. In:
- OPEN science research. Guarujá: Editora Científica Digital, 2022. v. 1, p. 1288. Disponível em: <https://downloads.editoracientifica.com.br/books/978-65-5360-055-3.pdf>. Acesso em: 2 jan. 2023.
- MIRANDA, P. (2015). Bragança, 13-14-15 de julho 2015. Acesso em: 13 fev. 2023
- QUELHAS, J. Avaliação do processo de dry-hopping durante a maturação de cervejas artesanais. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) - Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de São José do Rio Preto., [S. l.], 2017. Disponível em: https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/150056/quelhas_jof_me_sjrp.pdf?sequence=3&isAllowed=y. Acesso em: 15 jun. 2022.
- ROBERTS, T.; WILSON, Richard. Hops. In: HANDBOOK of Brewing. [S. l.: s. n.], 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1201/9781420015171>. Acesso em: 7 mar. 2023.

SANTOS, F. VARIABILIDADE FENOTÍPICA DE ALFA ÁCIDO DE LÚPULO (*Humulus Lupulus* L) CULTIVADOS NAS REGIÕES DO BRASIL. 2020. Dissertação (Mestre em Produção Vegetal) - Universidade do Estado de Santa Catarina, Centro de Ciências Agroveterinárias, Lages, 2020.