

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO ESSENCIAL DE *Humulus lupulus L.* POR HIDRODESTILAÇÃO DO TIPO CLEVENGER

Mario Rodrigo Romero¹, Monica Santin Zanatta Schindler¹, Indiara Brusco¹, Jacir Dal Magro^{1*}

¹Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais, Universidade Comunitária da Região de Chapecó – UNOCHAPECÓ, Chapecó, SC, Brasil.

1. Introdução

O Brasil possui uma rica diversidade vegetal, sendo uma importante fonte de produtos naturais com potencial terapêutico [1]. Dentre essas plantas, destaca-se o *Humulus lupulus L.*, utilizada desde a antiguidade na medicina popular. Sua composição inclui diversos compostos bioativos, como α e β ácidos, prenilflavonóides, fitoestrógenos e compostos fenólicos. O *Humulus lupulus*, possui propriedades medicinais amplamente reconhecidas, como ação digestiva, anti-inflamatória, antimicrobiana, ansiolítica e antidepressiva [1-3]. Outra importante atividade biológica é o efeito antinociceptivo que foi verificado em modelos de dor inflamatória visceral, neuropática e em pacientes com artrite [4,5]. No entanto, a extração adequada dos compostos bioativos é essencial, especialmente quando visam aplicações farmacêuticas. Sendo assim, métodos mais avançados têm sido desenvolvidos para reduzir o uso de solventes tóxicos, minimizar resíduos e preservar compostos sensíveis, atendendo às demandas ambientais [5,6]. Apesar de suas limitações, como a perda de compostos sensíveis devido a alta temperatura, a hidrodestilação do tipo Clevenger é uma técnica tradicional eficaz para a obtenção de óleos essenciais, apresentando vantagens ambientais e econômicas por não utilizar solventes orgânicos [6,7]. Contudo, é fundamental padronizar a técnica para determinar o período em que os compostos bioativos presentes no óleo essencial atingem sua maior concentração. Assim, este estudo teve como objetivo obter o óleo essencial de *Humulus lupulus* por hidrodestilação do tipo Clevenger em diferentes tempos de extração, bem como, determinar a composição química por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas.

2. Experimento

Pellets das inflorescências de *Humulus lupulus L.*, Chinook cv. (Grupo Barth-Haas; Alemanha), foram adquiridos da LNF Latino-Americana (Bento Gonçalves, RS, Brasil; Lote I-20486-1) e moídos. A extração das inflorescências de *Humulus lupulus* foi realizada por hidrodestilação do tipo Clevenger, utilizando 90 g do preparado moído e 750 mL de água destilada nos tempos 1, 2 e 3 horas. Todas as extrações foram conduzidas em triplicata. A avaliação química dos óleos essenciais foi realizada por cromatografia gasosa acoplada a espectrofotometria de massas (GC/MS), utilizando uma coluna capilar de 30 m x 250 mm x 0,25 mm e fluxo de fase móvel (gás de arraste Hélio) de 1,0 mL/min. A identificação dos compostos foi realizada por comparação dos espectros de massas com a biblioteca do equipamento (Agilent Technologies) pela análise dos índices de Kovats. Os índices foram determinados experimentalmente por meio da injeção de uma série de n-alcanos sob as mesmas condições cromatográficas, e comparados com a literatura. As quantidades relativas de cada componente foram obtidas por cálculos das áreas dos picos cromatográficos.

3. Resultados e Discussões

Os compostos β-pineno, cariofileno e humuleno apresentaram as maiores porcentagens de área ($13,39\% \pm 2,64$, $13,81\% \pm 0,02$ e $28,19\% \pm 0,37$, respectivamente), independentemente do tempo de extração do óleo essencial. Esses compostos possuem efeitos biológicos característicos da espécie estudada [7, 8, 9]. Alguns compostos mostraram redução na porcentagem de área ao longo do tempo, como o β-pineno, que passou de $15,76\% \pm 2,56$ em 1 hora para $10,54\% \pm 1,06$ em 3 horas. Em contrapartida, outros apresentaram aumento, como o humuleno, que variou de $27,79\% \pm 0,51$ em 1 hora para $28,54\% \pm 0,36$ em 3 horas. Essa variação está relacionada à classificação destes compostos químicos voláteis. O β-pineno, um monoterpeno, demonstrou redução com o aumento do tempo

*Autor correspondente: jacir@unochapeco.edu.br

de extração, enquanto o humuleno, um sesquiterpeno, apresentou aumento [10]. Esse padrão foi observado na maioria dos compostos identificados: monoterpenos tenderam a reduzir sua porcentagem de área, enquanto sesquiterpenos aumentaram. Esse comportamento pode ser explicado pela estrutura química dessas classes de compostos. Monoterpenos possuem 10 carbonos e são mais voláteis, enquanto sesquiterpenos possuem 15 carbonos e são menos voláteis, exigindo um tempo maior de extração para atingir concentrações mais elevadas. Outro resultado que corrobora com os dados discutidos é o rendimento de extração, que aumentou significativamente com o tempo. Em 1 hora, o rendimento foi de $0,69 \pm 0,09$, enquanto em 3 horas atingiu $1,19 \pm 0,06$. De acordo com os dados apresentados, é importante destacar que as diferenças observadas podem estar diretamente relacionadas aos efeitos biológicos, uma vez que a composição química do óleo essencial influencia suas propriedades farmacológicas [11]. A maior concentração de monoterpenos em tempos de extração mais curtos pode estar associada a efeitos voláteis, como atividade antimicrobiana e antioxidante, enquanto o aumento dos sesquiterpenos em tempos mais longos pode potencializar efeitos anti-inflamatórios e citotóxicos [10,11]. Dessa forma, a escolha do tempo de extração deve considerar o objetivo da obtenção do óleo essencial, pois não há um tempo ideal único, mas sim o mais adequado para cada aplicação específica.

4. Referências

- [1] R. S. Durello, M. Silva, Stanislau Bogusz Jr. “Química Do Lúpulo”. *Química Nova*, v. 42, n. 8, p. 900–919, 2019.
- [2] L.G. Salitre, et al. “Humulus lupulus L. a potential precursor to human health: High hops craft beer”. *Food Chemistry*, v. 405, 2023.
- [3] X. SU; Y.Yin. “Aroma characterization of regional Cascade and Chinook hops (*Humulus lupulus L.*)”. *Food Chemistry*, v. 364, n. March, p. 130410, 2021.
- [4] R. H. Lerman et al. “Nutritional Approach for Relief of Joint Discomfort”. *Integrative Medicine*, v. 14, n. 5, p. 52–61, 2015.
- [5] A. E. Asbahani, et al. “Essential oils: From extraction to encapsulation”. *International Journal of Pharmaceutics*, v. 483, n. 1–2, p. 220–243, 2015.
- [6] O.K.Fagbemi; D.A.Aina; O.O.Olajuyigbe. “Soxhlet Extraction versus Hydrodistillation Using the Clevenger Apparatus: A Comparative Study on the Extraction of a Volatile Compound from *Tamarindus indica* Seeds”. *Scientific World Journal*, v. 2021, 2021.
- [7] M. M. P.; O. M. S. “Chapter Six - Beta-caryophyllene in psychiatric and neurological diseases: Role of blood-brain barrier.” Em: LITWACK, G. (Ed.). *Vitamins and Hormones. Blood-Brain Barrier*. [s.l.] Academic Press, v. 126, p. 125–168, 2024.
- [8] G. W. et al. “A Mechanistic Review on the Anti-inflammatory Effects of β -caryophyllene”. *Mini-Reviews in Organic Chemistry*, v. 22, p. 1–14, 2025.
- [9] P. G. et al. “Biological Activity of *Humulus lupulus* (L.) Essential Oil and Its Main Components against *Sitophilus granarius* (L.)”. *Biomolecules*, v. 10, n. 8, p. 1108, 2020.
- [10] N. T. “Medicinal properties of terpenes found in *Cannabis sativa* and *Humulus lupulus*”. *European Journal of Medicinal Chemistry*, v. 157, p. 198–228, 2018.
- [11] D. S. D. P. et al. “Essential Oils: Chemistry and Pharmacological Activities”. *Biomolecules*, v. 13, n. 7, p. 1144, 2023.

Agradecimentos

Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais da Universidade Comunitária da Região de Chapecó – UNOCHAPECÓ. FAPESC (Chamada Pública 37/2024 TO Nº 2024TR2016). FAPESC (Chamada Pública 21/2024 TO Nº 2024TR002654).