



Etude de la composition chimique de l'huile essentielle d'une endémique Ibéro-marocaine: *Origanum compactum* (Benth.)

Abdeljalil Belkamel⁽¹⁾, Jamal Bammi⁽²⁾, Abdelfettah Belkamel⁽³⁾ et Allal Douira^(2,*)

(1) Département de Biologie, Faculté des Sciences et Techniques, BP 549, Marrakech, Maroc

(2) Laboratoire de Botanique et de Protection de plantes, Faculté des Sciences, BP 133, Kénitra, Maroc

(3) NECTAROME, BP 142, Tnine Ourika, Haouz 40000, Marrakech, Maroc

(*). Auteur correspondant. douiraallal@hotmail.com; jamal.bammi@gmail.com

Key words: *Origanum compactum*, essential oil, γ -terpinène, le p-cymène, thymol, carvacrol.

Mots clés: *Origanum compactum*, huile essentielle, γ -terpinène, le p-cymène, thymol, carvacrol.

1 SUMMARY

Twenty Nine (29) samples of the essential oil of ibero-Moroccan oregano, *Origanum compactum* Benth. were analysed. Research was on the qualitative and quantitative analyses of the 29 samples of essential oil of oregano with compact flowers coming from different regions of Morocco. The objective of this study, as a part of an applied approach, is to characterize this plant with high therapeutic value. In the 29 samples, 24 components were identified belonging in most cases to the following chemical families: alcohols, phenols, acetones and sesquiterpenes. In the different essential oils, the presence of 4 majority compounds was pointed out, known as γ -terpinène, the p-cymène, the thymol and the carvacrol. They also identified a biosynthetic link between these 4 elements, taken in pairs.

RESUME.

Vingt-neuf (29) échantillons de l'huile essentielle d'un origan ibéro-marocain, *Origanum compactum* Benth. ont été analysés. Les recherches ont concerné les analyses qualitatives et quantitatives de 29 échantillons d'huile essentielle d'origan à fleurs compactes provenant de différentes régions du Maroc. L'objectif de cette étude s'insère dans une logique appliquée visant à caractériser cette plante à haute valeur thérapeutique. Dans les 29 échantillons, on a identifié 24 composants appartenant principalement aux familles chimiques suivantes: alcools, phénols, cétones, sesquiterpènes. Dans les différentes huiles essentielles, on a remarqué la présence de 4 composés majoritaires, à savoir le γ -terpinène, le p-cymène, le thymol et le carvacrol. On a identifié aussi un lien biosynthétique entre ces 4 éléments, pris deux à deux.

2 INTRODUCTION

L'origan à fleurs compactes est une espèce endémique du Maroc et de l'Espagne méridionale (Jahandiez et Maire, 1932). C'est une espèce qui pousse dans les forêts, les broussailles et les pâturages rocaillous de la plaine et des basses montagnes. La floraison a lieu en Mai-Juillet. Sur le plan biogéographique *Origanum compactum* pousse dans le Rif, le Tangérois, le Maroc centro-septentrional, le nord du Maroc occidental,

l'ouest du Maroc méridional, le Haouz, le Haut-atlas et le sud de la péninsule ibérique (Jahandiez et Maire, 1932). *Origanum compactum* appartient à la section compactum où les verticillastres successifs sont rapprochés en faux épis terminal contracté, court et globuleux (spicastre). C'est une plante vivace, chaméphyte, en général pubescente, tiges pubescentes, couvertes de poils longs ($\geq 1\text{mm}$). Les feuilles caulines sont



ovales-ovoïdes, grandes, pouvant atteindre 35 mm, nettement pétiolées (2-8 mm). Feuilles velues, plus en face inférieure qu'en face supérieure, marges ciliées de longs poils ($\geq 1\text{mm}$). Les inflorescences sont en épis denses et courts, très pourprés, fleurs opposées de grande taille (5-12 mm), sessiles. Le calice est généralement glabre, 3-4 mm de longueur, à 5 dents triangulaires subégales (0,5-1mm). Dents à marge ciliotées (poils réguliers de 0,1 mm de long). La corolle exserte couverte de poils très fins (< 0,1 mm). Les bractées florales sont ovales-ovoïdes-lancéolées, non membraneuses, rigides, coriacées, sessiles, à base tronquée, 6 à 8 mm de longueur, glabres sur les 2 faces, à glandes peu visibles, à marge supérieure (bord supérieur) ciliotée (cils de 0,2-0,5 mm). Les bractées florales se recouvrant les unes les autres de la base au sommet de l'épi et cachant les calices (Atbib, 1985). Au Maroc l'origan est considéré comme une panacée. On l'emploie surtout, en infusions dans le traitement des dysenteries, des colites, des

affections gastro-intestinales, de l'acidité gastrique et des affections broncho-pulmonaires. Contre les rhumes, les grippes, les affections O.R.L et les bronchites, on l'administre aussi sous forme de fumigations. Il est aussi utilisé contre les affections de la bouche (aphtes et gingivites). Il est stimulant de l'appétit. En cuisine, cet origan est utilisé comme conservateur pour le beurre fondu (Bellakhdar, 1997). L'huile essentielle de l'origan constitue un produit qui voit différentes utilisations industrielles, en alimentation, en parfumerie, en pharmacie et en aromathérapie. Quant aux caractères organoleptiques, l'huile essentielle d'*Origanum compactum* passe par un large spectre de couleurs passant du jaune pâle au brun noir même. L'odeur reste toutefois très piquante, épicee et plus agressive que les autres huiles. Afin de contribuer à mieux connaître cette huile essentielle, nous avons mené des études analytiques sur l'huile essentielle d'origan à feuilles compactes d'origan marocaine : *Origanum compactum* Benth.

3 MATERIEL ET METHODES

3.1 La récolte et l'extraction : Les 29 échantillons proviennent d'origans récoltés de diverses régions du Maroc où *Origanum compactum* pousse spontanément : le Rif, le Tangérois, le Maroc centro-septentrional, le nord du Maroc occidental, l'ouest du Maroc méridional, le Haouz, le Haut-atlas. La récolte a eu lieu pendant le mois de juin. Les huiles essentielles ont été distillées par entraînement à la vapeur d'eau (hydrodistillation) dans les laboratoires de la société NECTAROME (MAROC). Il faut préciser à ce niveau qu'il n'existe pas de normes A.F.NOR qui permettent d'une part de vérifier la conformité des profils chromatographiques et d'autre part d'apprécier la qualité des huiles essentielles issues des différents origans.

3.2 Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse : L'analyse quantitative des huiles essentielles a été effectuée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse

Hewlett-Packard type HP 6890, muni d'un détecteur à ionisation de flamme (FID), d'une colonne capillaire HP-1701 (14% Cyanopropyl Phenyl Methyl), de 30 m de longueur, 0,25 mm de diamètre interne et 0,25 μm d'épaisseur de film. La température de la colonne est programmée de 50 à 250 °C à raison de 2 °C/min jusqu'à 210 °C, puis à raison de 5 °C jusqu'à 250 °C. L'isotherme initiale est 50°C pendant 2 min. Le chromatographe en phase gazeuse est couplé à un spectromètre de masse Hewlett-Packard type HP 6890. Le gaz vecteur est l'hélium avec un débit de 1 ml/min. les huiles essentielles sont injectées automatiquement à un volume de 1 μm , géré en mode de split. Le débit du gaz vecteur (azote) est fixé à 1 ml/min. Les résultats sont traités par un intégrateur Hewlett-Packard 71 et l'identification des constituants est faite à travers la comparaison de leur spectre de masse à ceux des spectres de référence d'une bibliothèque informatisée NBS75K.L.

4 RESULTATS ET DISCUSSION

Les analyses effectuées par chromatographie en phase gazeuse, couplée à la spectrométrie de masse (C.P.G-S.M), ont porté sur 29 échantillons d'huiles essentielles d'origan à fleurs compactes. L'étude nous

a permis d'identifier 24 composants chimiques appartenant principalement aux familles chimiques suivantes : alcools, phénols, cétones, sesquiterpènes et oxydes (tableau 1).

Tableau 1 : Composition chimique de 29 échantillons d'huiles essentielles d'origan à fleurs compactes (*Origanum compactum*) (%).Table 1: Chemical Composition of 29 samples of essential oils of oregano with compact flowers (*Origanum compactum*) (%).

		alpha thujène	alpha pinène	camphène	béta pinène	delta-3-carène	myrcène	alpha phellandrène	alpha terpinène	limonène	cinéol 1,8	gamma terpinène	para cymène	Terpi nolène	1-octèn-3-ol	camphre
Échantillons	1	0,93	0,69	0,14	0,16	0,09	1,9	0,27	2,5	0,39	0,26	18,91	19,55	0,14	0,61	traces
	2	0,57	1,32	0,12	0,15	0,09	2,07	0,25	2,32	0,34	0,3	20,19	12,06	0,12	0,31	0,08
	3	0,56	0,93	0,1	0,14	0,07	1,74	0,16	2,05	0,3	0,25	17,46	10,62	0,11	0,31	0,07
	4	0,57	0,99	0,11	0,15	0,09	1,84	0,23	2,17	0,32	0,28	17,38	13,67	0,12	0,33	0,07
	5	0,6	0,88	0,1	0,14	0,08	1,78	0,24	2,1	0,31	0,25	17,51	10,95	0,11	0,3	0,07
	6	+	1,59	0	0,16	0	1,7	0,22	2,04	0,39	0,22	14,93	14,35	0,12	0,38	traces
	7	+	2,35	0,13	0,18	0,1	2,57	0,29	2,85	0,35	0,23	26,26	10,98	0,1	0,37	0,06
	8	1	1,76	0,25	0,22	0,11	2,59	0,34	2,88	0,44	0,37	23,57	13,08	0,13	0,31	0,07
	9	0,77	0,71	0,11	0,16	traces	1,83	0,25	2,37	0,34	0,31	18,8	14,85	0,13	0,36	traces
	10	+	0,48	0,07	0,08	0,06	1,15	0,14	1,51	0,25	0,15	10,7	15,31	0,11	0,57	0,1
	11	0,78	0,72	0,12	0,14	0,09	1,71	0,2	2,1	0,35	0,2	12,63	21,64	0,1	0,49	traces
	12	+	2,02	0,12	0,16	0,09	2,12	0,28	2,54	0,35	0,23	21,96	9,92	0,11	0,37	0,08
	13	0,88	1,98	0,16	0,23	0,12	2,57	0,3	2,48	0,5	0,28	20,82	16,92	0,13	0,29	0,11
	14	0,47	0,73	0,08	0,12	traces	1,58	0,22	2,06	0,3	0,19	17,74	12,13	0,1	0,45	traces
	15	0,59	1,17	0,09	0,14	0,08	1,86	0,25	2,42	0,34	0,24	21,02	13,98	0,08	0,46	traces
	16	+	1,74	0,13	0,14	0,08	1,86	0,25	2,39	0,3	0,23	20,47	9,04	0,09	0,28	0,06
	17	0,64	1,23	0,1	0,15	0,09	2	0,27	2,27	0,33	0,24	18,55	12,61	0,1	0,48	traces
	18	0,58	1,13	0,09	0,14	0,08	1,89	0,26	2,35	0,33	0,16	20,53	13,05	0,09	0,43	traces
	19	0,63	1,18	0,1	0,16	0,09	2,11	0,29	2,58	0,35	0,24	22,08	9,81	0,12	0,39	traces
	20	0,14	0,33	-	0,05	traces	0,81	0,13	1,2	0,15	0,14	14,05	4,1	0,07	0,35	0
	21	0	0,32	-	0,06	0,07	1,28	0,16	1,77	0,29	0,17	13,37	18,43	0,12	0,37	0,09
	22	0,72	1,54	0,12	0,17	0,09	2,29	0,3	2,76	0,35	0,24	24,63	9,24	0,11	0,36	0,08
	23	0,63	1,57	0,12	0,16	0,09	2,17	0,26	2,5	0,35	0,21	21,74	10,27	0,1	0,24	0,09
	24	0,69	1,44	0,11	0,17	0,1	2,15	0,28	2,5	0,35	0,28	21,19	10,63	0,1	0,28	0,07
	25	0,52	1,1	0,08	0,13	0,08	1,78	0,25	2,47	0,32	0,17	22,02	12,25	0,07	0,39	0,06
	26	0,48	0,76	0,08	0,12	0,07	1,6	0,23	2,1	0,3	0,2	17,87	12,13	0,1	0,43	traces
	27	0	1,79	0,14	0,17	0,09	1,69	0,23	2,05	0,36	0,29	15,22	20,47	0,11	0,32	0,08
	28	-	0,76	0,24	0,13	traces	1,16	0,17	1,44	0,25	0,17	10,8	9,59	0,1	0,42	0,21
	29	0,81	0,65	0,19	0,15	0,09	1,76	0,25	2,17	0,34	0,24	16,92	15,19	0,15	0,38	traces
Moyenne		0,47	1,17	0,11	0,15	0,07	1,85	0,24	2,24	0,33	0,23	18,6	12,99	0,11	0,38	0,05
Écart Type		0,257	0,532	0,050	0,038	0,022	0,414	0,050	0,394	0,061	0,053	3,928	3,805	0,019	0,086	0,039



		linalol	terpinène-4-ol	béta caryophyllène	alpha terpinéol	bornéol	delta cadinène	oxyde de caryophyllène	thymol	carvacrol	TOTAL PHENOLS
Echantillons	1	1,63	0,71	2,4	0,82	0,23	0,11	0,14	16,97	27,26	44,23
	2	1,71	2,36	0,62	0,38	0,23	0,14	0,09	21,97	31,07	53,04
	3	1,61	0,67	1,94	0,35	0,2	0,1	0,09	23,75	34,88	58,63
	4	1,58	2,5	0,63	0,55	0,22	0,15	0,07	18,72	35,57	54,29
	5	1,61	0,69	1,95	0,36	0,22	0,1	0,09	23,09	35,11	58,2
	6	1,4	+	3,1	1,24	0,16	traces	0	17,17	38,25	55,42
	7	1,34	2,12	0,44	0,28	0,16	0,12	0,17	14,45	33,2	47,65
	8	1,83	0,73	2,18	0,4	0,53	0,08	0,07	21,43	24,39	45,82
	9	1,47	+	3,12	0,69	0,16	0,11	traces	19,62	31,97	51,59
	10	1,72	0,73	2,2	0,85	0,25	0,14	0,29	22,62	37,28	59,9
	11	1,56	0,2	2,68	0,39	0,21	0,12	0,11	21,1	30,45	51,55
	12	1,57	0,56	1,98	0,36	0,22	0,1	0,08	24,9	28,68	53,58
	13	1,93	2,06	0,77	0,37	0,28	0,11	traces	18,01	27,24	45,25
	14	1,68	0,16	3,09	0,21	0,16	0,11	0,1	28,55	27,61	56,16
	15	1,16	0,2	2,95	0,42	0,15	0,11	0,11	30,42	20,29	50,71
	16	1,28	0,49	2,23	0,42	0,4	0,14	0,15	25,88	30,45	56,33
	17	1,28	0,57	2,91	0,5	0,11	traces	traces	19,63	34,46	54,09
	18	1,16	0,25	2,79	0,38	0,11	0,1	traces	25,54	26,86	52,4
	19	1,64	0,15	2,84	0,33	0,17	traces	traces	22,87	30,98	53,85
	20	1,79	0,06	3,84	0,2	0,4	0,13	traces	14,45	56,36	67,81
	21	1,74	0,6	2,58	0,43	0,23	0,14	0,17	20,25	35,39	55,64
	22	1,61	2,29	0,54	0,35	0,19	0,13	0,07	22,08	28,79	50,87
	23	1,51	2,06	0,57	0,36	0,22	0,1	0,07	28,09	25,69	53,78
	24	1,53	0,67	1,95	0,34	0,22	0,09	0,09	26,51	26,94	53,45
	25	1,03	0,05	2,96	0,37	0,09	0,12	0,11	37,23	14,37	51,6
	26	1,72	0,17	3,08	0,39	0,18	0,12	0,1	28,33	27,47	55,8
	27	1,75	0,72	1,68	0,35	0,23	0,08	0,19	20,33	29,9	50,23
	28	1,54	2,2	0,54	0,61	0,74	0,21	0,18	24,65	41,97	66,62
	29	1,61	2,41	0,51	0,4	0,39	0,15	0,17	18,72	32,62	51,34
Moyenne		1,55	0,91	2,04	0,45	0,24	0,11	0,09	22,67	31,22	53,89
Ecart Type		0,214	0,874	1,028	0,214	0,136	0,027	0,059	4,990	7,337	5,290



D'après le tableau 1, on remarque que les huiles essentielles d'origan à fleurs compactes sont composées principalement de monoterpènes cycliques. A ces derniers, viennent s'ajouter quelques monoterpènes acycliques et sesquiterpènes, ainsi que d'autres molécules non terpéniques comme les alcools et les oxydes. Les différents échantillons analysés montrent bien une dominance caractéristique de 4 composés qui sont, le gamma-terpinène, le para-cymène, le thymol et le carvacrol. Herouart (1987) indique que cette même espèce d'origan, originaire du Maroc, contient 28.5 % de carvacrol, contre 19 % environ pour le thymol. Bellakhdar et Il Idrissi (1990), ont analysé l'huile essentielle d'*Origanum compactum* de la région de Rabat (obtenue avec un rendement de 1,6%), ils ont trouvé dans celle-ci 53%

de thymol, 5,3% de carvacrol, 18 % de para-cymène, 12 % γ -terpinène et 2,2% d' α -cardinol. Ces résultats sont conformes à ceux de Van Den Broucke & Lemeli (1980) qui ont trouvé, dans l'huile essentielle d'*Origanum compactum* de diverses provenances du Maroc, trois composants principaux à teneurs variables d'un échantillon à l'autre: thymol (de 0 à 43, 4%), carvacrol (de 3, 8 à 71%), p-cymène (de 0 à 25, 4%). Plus récemment, Chebli et al. (2003) ont trouvé dans l'huile essentielle d'*Origanum compactum* les proportions suivantes: carvacrol (58, 1%), thymol (9%), p-cymène (11, 4%) et γ -terpinène (7, 1%). De nos résultats il ressort que les 4 composants chimiques présentent des pourcentages variables dans les 29 échantillons d'huile essentielle analysés (tableau 2):

Tableau 2: Concentrations de 4 principaux composants dans 29 échantillons d'huile essentielle d'origan à fleurs compactes (*Origanum compactum*).

Table 2: Concentration of 4 main components in 29 samples of essential oil of oregano with compact flowers (*Origanum compactum*).

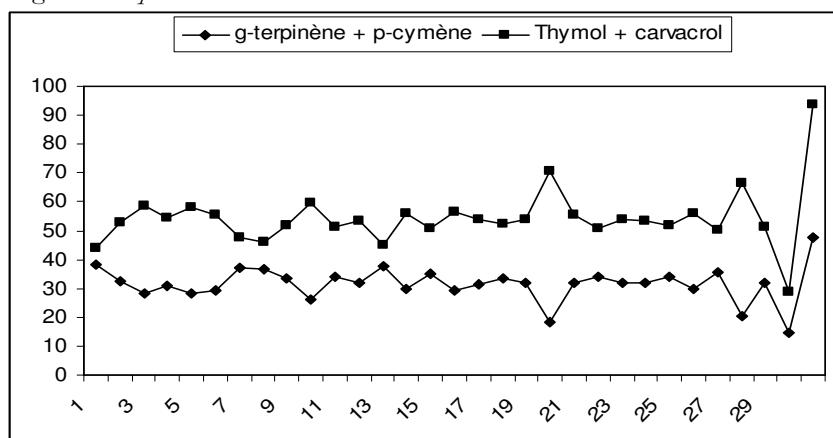
Composants	Moyenne (%)	Concentration minimale (%)	Concentration maximale (%)	Ecart type
Gamma terpinène	18.6	10.70	26.26	3,928
Para-cymène	13	4.1	21.64	3,805
Thymol	22.67	14.45	37.23	4,990
Carvacrol	31.22	14.37	56.36	7,337

Par ailleurs, ces 4 composants présentent des corrélations deux à deux entre eux (graphique 1). En effet, on constate que lorsque la somme des concentrations du γ -terpinène et du para-cymène augmente, ce sont les phénols, à savoir la somme des concentrations du thymol et du carvacrol qui diminue et vice versa. Le graphique 1 montre bien ce comportement inversement proportionnel au niveau des fluctuations de ces 4 constituants dans les 29 échantillons. D'après ces résultats, on constate un rapport parfait de biosynthèse entre les 4 éléments (pris deux à deux). Russo et al. (1998) indiquent que dans le cas des composés phénoliques (thymol et

carvacrol), la voie métabolique se fait par l'aromatisation du γ -terpinène en p-cymène, suivie de l'hydroxylation enzymatique du p-cymène en thymol, carvacrol, p-cymène-8-ol et alcool cuminyl. Les deux derniers composés sont présents uniquement à l'état de traces dans l'huile essentielle d'origan à fleurs compactes. Selon Poulose et Croteau (1978) le γ -terpinène et le p-cymène sont les précurseurs biogénétiques (via une hydroxylation enzymatique) des deux terpènes phénoliques, le thymol et son isomère le carvacrol (schéma 1)

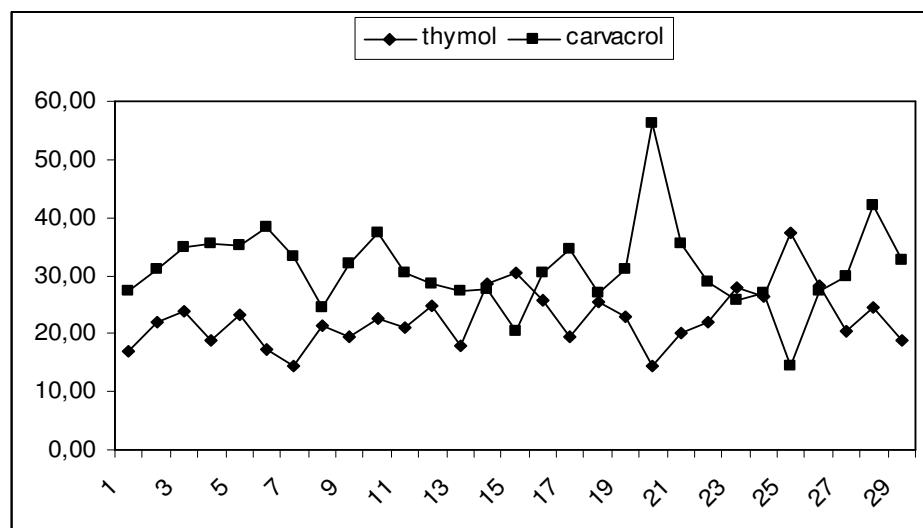
Graphique 1: Evolution des concentrations de 4 principaux composants – pris deux à deux- dans 29 échantillons d'huile essentielle d'*Origanum compactum*.

Graph 1: Evolution of concentration of 4 main components – taken pairs in 29 samples of essential oil of *Origanum compactum*.



Graphique 2: Relation entre les concentrations du thymol et du carvacrol dans les 29 échantillons d'huile essentielle d'*origanum compactum*.

Graph 2: Relation between concentration of the thymol and the carvacrol in the 29 samples of essential oil of *origanum compactum*.





- Chebli B., Achouri M., Idrissi Hassani L.M. et Hmamouchi M. 2003. *Chemical composition and antifungal activity of essential oils of seven Moroccan Labiateae against Botrytis cinerea Pers*: Fr. Journal of ethnopharmacology, 89: 165–169.
- Herouart J., 1987.- Utilisation de la chromatographie en phase gazeuse pour différencier quelques huiles essentielles de lamiacées, couramment prescrites en aromathérapie : Thym- Origan – Serpolet – Marjolaine. Thèse de Pharmacie, Dijon, 127 p.
- Poulou A.J. et Croteau R. 1978.- *Biosynthesis of aromatic monoterpenes – conversion of g-terpinene to p-cymene and thymol in thymus vulgaris* – Archives of biochemistry and biophysics vol. 187, 2: 307-314.
- Russo M., Galetti G.C., Bocchini P., & Carnacini A.- 1998. Essential oil chemical composition of wild populations of Italian oregano spice (*origanum vulgare* ssp, *hirtum* – A priliminary evaluation of their use in chemotaxonomy by cluster analysis.1. inflorescences- *J. Agric. Food. Chem*,46: 3741-3746.
- Van Den Broucke C.O & Lemili J.A., 1980.- Antispasmodic activity of *origanum compactum*. *Planta. Med*, 38: 317-331.