

Composition chimique de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* L poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen

F. ATIK BEKKARA¹, L. BOUSMAHA¹, S.A. TALEB BENDIAB¹, J.B. BOTI², J. CASANOVA².

1- Laboratoire des produits naturels, Département de Biologie, Université Abou Bekr Belkaid, Imma Tlemcen, Algérie.

2- Université de CORSE CNRS, Laboratoire Chimie et Biomasse, Route des Sanguinaires, Ajaccio 20000 France

Résumé :

Rosmarinus officinalis L, qui a fait l'objet de récentes recherches dans les domaines pharmaceutique, cosmétique et agro-alimentaire, possède plusieurs activités thérapeutiques: cholagogue, antispasmodique, emménagogue. Grâce à certains composants (carnosol, rosmaridiphénol, rosmanol et acide rosmarinique, *R. officinalis* est considéré comme une thérapie contre le cancer.

En effet, dans le cadre de l'étude de ce genre, ont été décrits des composés tels que le myrcène, α -pinène, camphre et 1.8 cinéole. En raison de l'abondance de cette plante dans la région de Tlemcen (plante spontanée et cultivée), nous avons procédé à une étude comparative de la composition chimique de l'huile essentielle extraite par hydro-distillation (rendement de 0.8% pour le Romarin sauvage et de 0.6% pour le Romarin cultivé).

L'analyse par CPG-Ir et RMN 13C, nous a permis d'identifier 31 composés. La composition chimique de l'huile essentielle des deux échantillons (spontané et cultivé) est similaire qualitativement, il y a quelques différences d'un point de vue quantitatif pour certains composés: α -pinène, β -pinène, myrcène et cinéole.

Mots-clés : *Rosmarinus officinalis* L, Labiée, huile essentielle, CPG, RMN 13C, α pinène, camphre.

Le Romarin, *Rosmarinus officinalis* L, plante commune à l'état sauvage, est, sans doute, l'une des plantes les plus populaires en Algérie, puisqu'on le trouve dans tous les jardins et les parcs en bordure odorante.

Cette plante appartient à la famille des Labiées. Elle se présente sous forme d'arbuste, sous-arbrisseau ou herbacée. Les feuilles sont étroitement lancéolées linéaires, friables et coriaces, les fleurs d'un bleu pâle, maculées

Article reçu le 24 Mars 2006.

Adresse de correspondance et de tirés à part : Dr. F. ATIK BEKKARA, Laboratoire des produits naturels, Département de Biologie, Université Abou Bekr Belkaid BP 119, Imma Tlemcen. E-mail : f_atik@mail.univ-tlemcen.dz

intérieurement de violet sont disposées en courtes grappes denses s'épanouissent presque tout au long de l'année.

Communément appelé "El-Halhali", le romarin a fait l'objet de récentes recherches dans les domaines pharmaceutique et agro-alimentaire. Il possède d'excellentes propriétés antioxydantes dues à certains composés (le carnosol, l'acide carnosique, l'acide ursolique, l'acide bêtaulinique, le rosmaridiphénol et le rosmanol) [1,2].

L'huile essentielle de romarin a fait l'objet de nombreuses études répertoriées par Lawrence [3,4]. Diverses compositions ont été décrites en fonction des constituants majoritaires, à savoir :

- i) cinéole supérieur à 40% (Maroc, Tunisie, Turquie, Grèce, Yougoslavie, Italie, France),
- ii) α -pinène, 1,8-cinéole et camphre en proportions voisines (Espagne, France, Italie, Grèce, Bulgarie),
- iii) myrcène à une teneur élevée de (Espagne, Portugal, Argentine),
- iv) camphre, cinéole, bornéol (Cuba),
- v) cinéole, bornéol, p-cymène (Turquie),
- vi) α -pinène, verbénone, acétate de bornyle (Corse, Sardaigne).

L'huile essentielle de romarin d'Algérie a également fait l'objet de quelques études. Ainsi, le romarin de la région de Bibans (Alger) est riche en 1,8-cinéole et il contient également du camphre et de l' α -pinène [5], La composition de ce romarin varie manifestement en fonction du cycle végétatif de la plante [6].

Notre travail s'inscrit dans le cadre d'une étude comparative de la composition chimique de

l'huile essentielle d'une plante sauvage et une plante cultivée.

Matériels et méthodes

Rosmarinus officinalis, poussant à l'état spontané, a été récolté dans la station de Honaine et, comme plante cultivée, dans la région de Tlemcen. La cueillette de la partie fleurie (feuilles et fleurs) a été effectuée le mois d'octobre. L'extraction des huiles essentielles a été réalisée par l'hydro-distillation avec un appareil de type Clevenger.

Les analyses de chromatographie en phase gazeuse (CPG) ont été réalisées à l'aide d'un chromatographe Perkin Elmer autosystem, équipé i) d'un injecteur diviseur, ii) de deux colonnes capillaires (50 m x 0,22 mm d.i; épaisseur du film : 0,25 mm), polaire (BP-20, polyéthylène glycol) et apolaire (BP-1, polydiméthyl siloxane), iii) de 2 détecteurs à ionisation de flamme.

Les conditions opératoires sont les suivantes: gaz vecteur: hélium, pression: 20psi, température de l'injecteur: 250°C; programmation de température: de 60 à 220°C à 2°C/min, puis un palier de 20 min à 220°C; injection: mode split.

Les spectres de RMN ont été enregistrés sur un appareil Bruker AC 200 (calculateur "Aspect 3000") opérant à 50,323 MHz pour le carbone-13, équipé d'une sonde de 5 mm. Les déplacements chimiques sont donnés en ppm (δ) par rapport au TMS pris comme référence interne.

Les spectres de RMN du ¹³C ont été enregistrés avec les paramètres suivants: échantillon de 50 mg dans 0,5 mL de CDCl₃, durée de l'impulsion : 2,8 μ s (angle d'impulsion 45°); découplage pulsé ("Composite Phase Decoupling"); temps

d'acquisition: 1,3 s correspondant à une acquisition de 32 K avec une largeur spectrale de 12500 Hz (250 ppm); temps de répétition entre deux expériences: 3,3s; résolution digitale de 0,763 Hz/pt. Les données du signal de précession libre sont multipliées avant la transformée de Fourier par une fonction exponentielle (LB=1,0 Hz).

Résultats et discussion

La teneur en huile essentielle, obtenue à partir des parties aériennes (feuilles + fleurs) est de 0.8% pour le Romarin sauvage de la station Honaine et 0.6% pour le Romarin cultivé de la station Tlemcen. Les deux échantillons ont été analysés par CPG-Ir et par RMN du carbone-13, sans séparation préalable des constituants, selon une méthode mise au point et développée à l'université de Corse [7].

Les compositions des deux échantillons de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* sont décrites dans le tableau I. L'analyse par CPG-Ir et RMN 13C a permis d'identifier 31 composés au total. Nous constatons que la nature des constituants est la même pour les deux échantillons; cependant, les teneurs des composés diffèrent selon la station (Honaine et Tlemcen) et donc l'origine de la plante (sauvage ou cultivée).

Le composé majoritaire chez le Romarin spontané est l' α -pinène (23.1%), suivi par le camphre (15.3%) et le β -pinène (12.2%). Chez le Romarin cultivé, le composé principal est le camphre (13.8%), suivi de l' α -pinène (12.6%), du cinéole (11.8%) et du bornéol (10.8%).

La composition chimique de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* de la région de Tlemcen montre quelques différences par rapport à certains travaux.

Dans la région de Bibans (Alger), le composé majoritaire est le 1,8-cinéole (52.4%), suivi du camphre (12.6%) [5], alors qu'un autre échantillon montre une grande variabilité quantitative en fonction de l'état de la plante (1,8-cinéole = 41.7-16.0%, camphre = 26.0-9.3%, α -pinène = 16.9-2.5%) [6].

Un échantillon provenant de Bordj-Bou-Argeridj ne contient que 7,5% de cinéole à côté du camphre (12,1%), du bornéol (10,1%), de l' α -terpinéol (9,5%) et surtout du (E)- β -caryophyllène (13,9%) [8].

Comparativement, les romarins marocains présentent une teneur importante en l'un des 3 composés: α -pinène (37,0-40,0%, Rabat), cinéole (58,7-63,7%, El Ateuf), camphre (41,7-53,8%, Taforhalt) [9].

Le romarin de Tunisie est également riche en cinéole (40,1-55,1%) et contient aussi les monoterpènes habituels [3,4].

Le Romarin cultivé dans le Nord Est d'Espagne présente une huile essentielle parmi lesquels le camphre et l' α -pinène sont les constituants majoritaires [10].

Par contre, en Egypte, on trouve deux compositions, l'une dominée classiquement par le camphre, l' α -pinène et le cinéole, l'autre riche en verbénone et en camphre [11]. Enfin, le romarin de Corse et de Sardaigne contient une huile essentielle riche en verbénone, acétate de bornyle et α -pinène [12].

Les variations, rencontrées dans la composition chimique du point de vue qualitatif et quantitatif de nos échantillons comparés à certains travaux antérieurs, peuvent être dues à certains facteurs écologiques, à la partie de la plante utilisée, à l'âge de la plante et la période du cycle végétatif, ou même à des facteurs génétiques.

Constituants ^a	Indices de rétention		Romarin cultivé (%)	Romarin sauvage (%)
	BP-1	BP-20		
α -thujène	924	1026	-	1.3
α -pinène	932	1026	12.6	23.1
camphène	945	1070	2.9	4.6
verbénène	948	1128	1.0	0.2
β -pinène	971	1113	1.3	12.2
myrcène	981	1162	1.2	4.5
Δ -carène	1006	1150	2.1	-
α -terpinène	1011	1183	0.4	0.7
p-cymène	1013	1273	2.4	1.9
limonène*	1022	1204	4.0	3.2
cinéole*#	1022	1214	11.8	5.0
β -phellandrène*#	1022	1214	-	0.5
γ -terpinène	1050	1247	0.2	1.1
sabinene hydrate trans	1054	1463	0.1	0.3
terpinolène	1079	1280	0.4	0.5
linalol	1084	1548	5.9	1.2
chrysanthenone	1101	1492	0.7	-
camphre	1123	1520	13.8	14.5
<i>trans</i> -pinocarvéol*	1123	1655	0.9	0.5
pinocamphone*	1139	1510	0.5	-
bornéol*	1152	1701	10.1	1.4
isopinocamphone**	1152	1548	3.6	3.6
terpinéol 4	1163	1602	0.9	2.0
α -terpinéol	1173	1697	1.6	1.1
myrténol	1180	1792	0.7	1.8
verbénone	1183	1709	5.9	-
<i>trans</i> -oxyde de pipéritone	1224	-	1.1	-
acétate de bornyle	1271	1581	1.5	3.6
acétate de myrtenyl	1306	1688	-	1.3
(E)- β -caryophyllène	1421	1597	0.8	1.0
Oxyde de caryophyllène	1575	1985	0.8	0.7

^a l'ordre d'éluion et les pourcentages sont donnés sur colonne apolaire ;

*composés superposés sur colonne apolaire, pourcentage mesuré sur la colonne polaire.

les proportions relatives de cinéole et de β -phellandrène ont été évaluées en fonction des intensités des signaux en RMN du carbone-13.

Tableau I : Composition chimique de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* à l'état sauvage et cultivé.

Conclusion

L'analyse par CPG et RMN du ^{13}C nous a permis d'identifier 31 composés au total dans les deux échantillons d'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* (sauvage et cultivé) provenant de la région de Tlemcen, les composés majoritaires étant l' α -pinène et le camphre. Les deux échantillons se différencient par leurs teneurs en β -pinène, cinéole et bornéol.

Pour l'utilisation de *Rosmarinus officinalis* de la région de Tlemcen dans le domaine pharmacologique, et aussi dans l'agro-alimentaire, il serait souhaitable de compléter cette étude par l'identification des composés qui possèdent un pouvoir anti-oxydant.

Summary

Rosmarinus officinalis L, which was the subject of recent research in the fields pharmaceutical, cosmetic and agroalimentary, has several therapeutic activities: cholagogue, antispasmodic, emménagogue. Thanks to certain components (carnosol, rosmaridiphenol, rosmanol and acid rosmarinic, *R. officinalis* is regarded as a therapy against cancer. Indeed, within the framework of the study of this kind, compounds such as myrcene were described α -pinene, camphor and 1.8 cineole. Because of the abundance of this plant in the area of Tlemcen (spontaneous and cultivated plant), we made a comparative study of the chemical composition of the essential oil extracted by hydro distillation (output of 0.8% for wild Rosemary and 0.6% for cultivated Rosemary). The analysis by CPG-Ir and NMR ^{13}C , us made it possible to identify 31 made up. The chemical composition of the essential oil of the two samples (spontaneous and cultivated) is similar qualitatively, there are

some differences in a quantitative point of view for some compounds: α -pinene, β -pinene, myrcene and cineole.

Keywords: *Rosmarinus officinalis* L, *Lamiaceae*, essential oil, CPG, NMR ^{13}C , α pinene, camphor.

Références

- 1- Jones C. Rosemary's Whole-Plant Properties Counter Cancer. Nutrition Sciences News. 1998, 1- 4.
- 2- Thoresen M.A., Hildebrand K.S. Quantitative determination of phenolic diterpenes in rosemary extracts. Aspects of accurate quantification. J. Chromatogr. A. 2003, 119-125.
- 3- Lawrence B.M. Progress in essential oils, Rosemary Oil. Perfumer & Flavorist. 1995, 20 (1), 47. 1997, 22 (5), 71.
- 4- Lawrence B.M. In: Rosemary Oil in essential oils. Allured Publishing Corporation, Carol Stream. 1976-77, 34; 1979-80, 50; 1981-87, 60, 115, 179; 1988-91, 49, 136; 1992-94, 6.
5. Boutekdjiret C., Bentahar F., Belabbes R., Bessière J.M. The essential oils from *Rosmarinus officinalis* L. in Algeria, J. Essent. Oil Res. 1998, 10, 680-682.
6. Boutekdjiret C., Belabbes R., Bentahar F., Bessière J.M. Study of *Rosmarinus officinalis* L. essential oil and composition as a function of the plant life cycle, J. Essent. Oil Res. 1999, 11, 238-240.
7. Tomi F., Bradesi P., Bighelli A., Casanova J. Computer-aided of individual components of essential oils using carbon $^{-13}$ NMR spectroscopy. J. Magn. Reson. Anal. 1995, 1, 25-34.
8. Benhabiles N.E.H., Aït-Amar H. Comparative study of Algeria's *Rosmarinus eriocalys* and *R. officinalis*. Perfumer & Flavorist. 2001, 26 (5), 40-48.

9. Elamrani A., Zsira S., Benjilali B., Berrada M. A study of Moroccan Rosemary oils. *J. Essent. Oil Res.* 2000, 12, 487-495.
- 10- Guillen Maria D., Cabo N.J. Characterisation of the essential oils of some cultivated aromatic plants of industrial interest. *J. Sci. Food Agric.* 1995, 70, 359-363.
- 11- Soliman F. M., Kashoury E.A., Fathy M.M., Gonaïd M.H. Analysis and biological activity of the essential oil of *Rosmarinus officinalis* L. from Egypt. *Flavour Fragr. J.* 1994, 9, 29-33.
- 12- Pintore G., Usai M., Bradesi P., Juliano C., Boatto G., Tomi F., Chessa M., Cerri R. and Casanova J. Chemical composition and antimicrobial activity of *Rosmarinus officinalis* L. from Sardinia and Corsica. *Flavour and Fragrance journal.* 2002, 17, 15-19.