

## COMPOSANTS VOLATILS DES EXTRAITS DE *HYPTIS SPICIGERA* LAM.

**MAHMOUT Yaya,**

Faculté des Sciences exactes et Appliquées Département de Chimie  
B.P. 1027 N'DJAMENA TCHAD.

### RESUME :

Les concrètes chlorométhyléniques des feuilles et des inflorescences de *Hyptis spicigera* récoltées à Moundou (Sud du Tchad) ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse. Le p-cyménol représente près de 10% de la fraction volatile des feuilles et près de 30% de la concrète des inflorescences. Les pinènes et le 1-8 cinéole existent également en proportion significative.

**MOTS CLES :** *Hyptis spicigera*, composantes volatiles, terpènes.

**ABSTRACT :** Volatile components from extracts of *Hyptis spicigera* Lam.

Methylene chloride extracts of the leaves and the inflorescence of *Hyptis spicigera* collected in Moundou (southern Chad), were analysed by gas chromatography. P-cymenol represented almost 10% of the volatile fraction of the leaves and nearly 30% of the inflorescence. Pinenes and 1-8 cineole were also present in significant quantities.

**Key word index :** *Hyptis spicigera*, volatile components, terpenoids.

### INTRODUCTION

*Hyptis spicigera* Labiée est une plante annuelle, pileuse, scabre, ligneuse à la base, érigée et atteignant plus d'un mètre de haut. Les feuilles opposées sont lancéolées, longuement cunées à la base, acuminées au sommet, avec des pétioles de longueur véritable (0,5 à 4 cm). Longs de 2 à 10 cm et ayant un diamètre de 5 à 15 mm, les épis compacts terminaux portent des fleurs blanches entourées de bractées. Le calice est minuscule de lobes fiformes, pubescents.

Le décocté de *Hyptis spicigera* est utilisé en lavement ou en boisson théiforme comme eupnéique, béchique, excitant et fluidifiant des sécrétions bronchiques. La poudre des organes aériens est utilisée comme antimigraineux ; pour combattre rapidement céphalées et coryzas, on introduit les inflorescences fraîches dans les narines.

Le genre *Hyptis* a été étudié à travers plusieurs espèces (1-12). Mais une seule publication récente fait mention de la composition chimique de l'huile essentielle des parties aériennes de *Hyptis spicigera* poussant au Nigéria (2). Celle-ci contient très majoritairement des terpènes (plus de 87%) parmi lesquels le  $\beta$ -caryophyllène représente 67,6% ; à côté de ce composant les auteurs ont noté la présence d' $\alpha$ -pinène, d'octène-3 ol, d' $\alpha$ -humulène et d'oxyde de caryophyllène.

En sus des terpènes, l'huile essentielle nigériane contient des esters méthyliques d'acides gras saturés et insaturés.

Compte tenu de l'importance de leurs usages traditionnels, nous avons étudié les extraits volatils des feuilles et des inflorescences.

## **MATERIEL ET PROCEDES**

### **Matériel :**

Les échantillons de *Hyptis spicigera* ont été récoltés le 30/12/92 à Moundou dans la zone inondable où se pratique la culture du riz. L'identification botanique a été effectuée par comparaison avec un spécimen déposé à l'herbier du Laboratoire Vétérinaire de Farcha à N'Djaména.

### **Extraction :**

A partir d'un lot de dix plants, nous avons séparé les inflorescences des feuilles. Les échantillons ainsi obtenus sont soumis à une extraction chlorométhylque en utilisant l'appareil de Soxhlet ; les feuilles fournissent une concrète avec un rendement de 1,8 % ; la concrète des inflorescences s'obtient avec un meilleur rendement (3,1 %).

### **Chromatographie gaz-liquide (GC):**

Les extraits volatils sont systématiquement analysés par CG à l'aide d'un chromatographe de type GIRDEL 30, à colonne capillaire DB1n équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et relié à un enregistreur-intégrateur électronique de marque SHIMADZU CR.6A.

gaz vecteur : azote sous un débit de 1 ml/mm.

température de l'injecteur : 230°C

température du détecteur : 230°C

température du four : programme de 60°C à 230°C à raison de 5°C/mn.

L'identification de certains produits élués dans ces conditions a été réalisée par co-injection avec des échantillons authentiques ou par comparaison des indices de rétention avec ceux de mélanges de composition connue (15). Les pourcentages des composants sont comptés à partir des aires des pics chromatographiques, sans facteur de correction.

## Couplage chromatographie gaz-liquide / spectrométrie de masse (CG/SM).

Pour confirmer la structure des composés identifiés par CG, les extraits volatils sont analysés sur un chromatographe en phase gazeuse couplé avec un spectromètre de masse. L'appareillage est un modèle HEWLETT PACKARD, type 5970, muni d'une colonne capillaire (30 m x 0,23 mm) en silice fondue greffée avec DB1.

Le détecteur de masse est de type quadripôle et l'énergie d'ionisation utilisée est égale à 70 eV. Les conditions opératoires sont les suivantes : injecteur : 220°C ; détecteur: 240°C ; programmation : 60°C à 230°C à la vitesse de 5°C/mn ; gaz vecteur : hélium au débit de 1 ml/mn. Les spectres de masse obtenus sont dépouillés et comparés à ceux donnés dans la littérature (13-15) ou issus d'échantillons de composition connue.

## RESULTATS ET DISCUSSION

Les compositions quantitatives de ces deux concrètes sont consignés dans le tableau I dont l'examen de ce tableau montre que nos échantillons sont très différents de ceux issus de l'espèce récoltée au Nigéria ; en particulier le taux de  $\beta$ -caryophyllène est inférieur au dixième de ceux observés par les auteurs.

Dans les extraits de *Hyptis spicigera* que nous avons étudiés le composant le plus caractéristique semble être le p-cyménol ; il représente près de 10% de la fraction volatile de la concrète des feuilles et près de 30% de la concrète des inflorescences. Les pinènes et le 1,8-cinéole existent également en proportion significative.

A côté de ces constituants majeurs, d'autres éléments nécessitent d'être soulignés :

- la présence de plus de 11% d'oxyde de caryophyllène dans la concrète des feuilles ; cette proportion est sensiblement le double de celle de l'hydrocarbure sesquiterpénique correspondant, le caryophyllène ;

- les quantités relativement importantes de sabinène et d' $\alpha$ - thujène dans cette même concrète ;

- l'existence de pourcentages élevés de p-cymène,  $\alpha$ -terpinène et de thymol, trois composés apparentés dans les processus de biogénèse dans la concrète des inflorescences.

Nous noterons enfin que le sesquiterpène oxygéné de masse moléculaire 222 ( $C_{15}H_{26}O$ ), repéré par ONAYADE et Coll. (2) dans l'espèce nigériane, est également présent dans l'espèce tchadienne ; les taux de ce produit sont du même ordre de grandeur dans les deux espèces.

La grande différence entre ces deux *Hyptis spicigera* suggère l'existence de chemotypes. Il sera donc utile de procéder à l'analyse d'autres matériels végétaux, d'origines différentes pour apporter une première réponse à cette question.

## REMERCIEMENTS

L'auteur adresse ses sincères remerciements au Pr Jean-Marie BESSIERE du Laboratoire de Chimie Appliquée de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Montpellier pour les analyses par GC/MS.

**Tableau : Composition des extraits de *Hyptis spicigera*.**

T.R.	Composants	Feuilles	Inflorescences
5,06	α - thujène	4,3	0,7
5,27	α - pinène	23,6	11,8
6,10	sabinène	9,3	1,0
6,20	β - pinène	7,3	4,8
6,60	myrcène	0,3	0,9
7,12	décane	1,9	0,2
7,80	p - cymène	0,8	8,9
8,20	1,8 - cinéole	9,0	16,1
8,30	limonène	0,3	
8,42	δ - terpinène	0,9	12,2
8,53	p - cyménène	2,8	
10,00	undécane	0,3	0,5
10,80	pinocarvéol	2,1	0,9
11,15	carvéol	0,6	0,5
11,87	terpinène - 4 - 01	1,6	
12,08	p - cymène - 8 - 01	9,2	28,5
12,60	verbénone	0,3	0,6
12,88	dodécane	0,2	1,0
13,27	thymol		3,0
20,30	caryophyllène	5,9	2,6
20,47	C15H24	0,3	
20,72	α - humulène	0,6	0,3
21,32	C15H24	0,2	
22,00	germechrène D	0,8	0,6
24,93	α - élémol	0,3	
25,10	oxyde de caryophyllène	11,2	2,9
25,79	oxyde d'hymullène	1,2	0,2
26,04	C15H26O (M=222)	2,4	0,7
26,47	C15H24O	1,6	0,6
27,15	cadinol	0,2	

## BIBLIOGRAPHIE

1 - LAILY-BIN-DIN ; ZURIATI-ZAKARIA ; MOHD-WAHID-SAMSUDIN ; BROPHY,-J; TOIA,-R.F. *Composition of the steam volatile oil from Hyptis suaveolems Poit.* Peertanika (Malaysia), 11 (2), 239-242, 1988.

2 - ONAYADE, -OA ; LOOMAN, -A; SCHEFFER, -JJC; SVENDSEN,-AB. *Composition of the herb essential oil of Hyptis spicigera Lam.* Flavour and Fragrance Journal, 5 (2), 101-105, 1990.

3 - MALAN,-K ; PELISSIER, -Y; MARION, -C; BLAISE,-A; BESSIERE, -JM. *The essential oil of Hyptis pectinata.* Planta-Medica, 54 (6), 531-532, 1988.

4 - MALAN, -KA; PELISSIER, -Y ; BESSIERE, -JM ; PELLERIN, -F. *Variation de la composition chimique de l'huile essentielle de Hyptis pectinata L. Poit.* Plantes Médicinales et Phytothérapie, 23 (2), 86-89, 1989.

5 - PEREDA - MIRANDA, -R ; GARCIA, -M ; DELGADO, -G. *Structure and stereochemistry of four -pyrones from Hyptis oblongifolia.* Phytochemistry, 29 (9), 2971 -2974, 1990.

6 - BROPHY, -JJ. ; LASSAK, -EV. *The volatile leaf oils of Hyptis pectinata (1.) Poit, and Vitex trifolia L. var. bicolor (Willd) Moldenke from Figi.* Flavour and Fragrance Journal, 2 (1), 41-43, 1987.

7 - IWU, MM ; EZEUGWU, -CO, OKUNJI - CO. *Antimicrobial activity of terpenoids of the essential oil of Hyptis suaveolens.* Int.J Crude Drug Res. Lisse, 28 (1), 73-76 Feb 1990.

8 - LUZ, -AIR ; ZOGHBI, -MGB ; RAMOS, -LS ; MAIA, -JGS ; DASILVA, -ML. *Essential oils of some Amazonian Labiate. 1 Genus Hyptis.* J. Nat.Prod., 47 (4), 745-747, July/Aug 1984.

9 - TANOWITZ, -BD ; JUNAK, -SA ; SMITH, -DM. *Terpenoids of Hyptis emoryi.* J.Nat.Prod., 47 (4) 739-740, 1984.

**10 - PANT, -AK ; MATHELA, -CS ; PARIHAR, -R ; DEV, -V ; NERIO, -AT BOTTINI, -AT.** *Essential oil from Hyptis suaveolens Poit.* Journal of essential oil research, 4 (1), 9-13, 1992.

**11 - AYCARD, -JP ; KINI, -F ; KAM, -B ; GAYDOU, -EM ; FAURE, -R.** *Isolation and identification of spicigera lactone : complete 1H and 13C assignments using two-dimensional NMR experiments.* J.NAT.Prod., 56 (7), 1171-1173, 1993.

**12 - FUN CE ; BAERHEIM SVENDSEN. A.** *The essential oil of Hyptis suaveolens Poit. Grown on aruba.* Flavour and Frangrance Journal, 5 (3), 161-163, 1990.

**13 - ADAMS, RP** *Identification of essential oil by ion trap mass spectroscopy,* Academic Press, Inc. New-York, 1989.

**14 - STENHAGEN, E. ; ABRAHAMSON, S. and McLAFFERTY, EW.** *Atlas of Mass Spectral Data-Interscience* New-York, 1976.

**15 - MASADA, Y.,** *Analysis of essential oils by gas chromatography and mass spectrometry,* John Wiley and Sons, New-York, 1976.