

**PHYSICOCHEMICAL AND PHYTOCHEMICAL STUDY OF *Marrubium vulgare* L.
(LAMIACEAE FAMILY)**

M. Moulay^{*1}, F. Labdelli¹, F. Bousmaha¹, M. Adamou-Djerbaoui¹, R. Bouteldja¹, R. Doucene²

¹ Université de Tiaret, Faculté SNV, Laboratoire d'Agrobiotechnologie et de nutrition en zone semi-aride, Algérie

² Université Ibn Khaldoun.Tiaret ; Laboratoire de reproduction des animaux de la ferme, Algérie

Received: 13 June 2019/ Accepted: 17 April 2020 / Published online: 01 May 2020

ABSTRACT

Marrubium vulgare L. is a spontaneous plant of great medicinal value due to the presence of secondary metabolites. Our work aims to study the physicochemical and phytochemical profile of this species. The results of the physicochemical analyzes showed that *Marrubium vulgare* L. has a sugar content of 5.91%, a lipid content of 4.12%, a total fiber content of 6.42%, a water content of 42.42%, an ash content of 17.76%, a solids content of 2.5 degrees of Brix, an electrical conductivity of 4.06 mS/cm² and a pH of 4.8. Regarding the results of the various phytochemical tests, the latter revealed the presence of catholic tannins, saponins, flavonoids, alkaloids and mucilage in the horehound. However, the absence of anthocyanins, glycosides, quinones, anthraquinones and irroids has been noted.

Key words: *Marrubium vulgare* L., physicochemical analyzes phytochemical tests.

Author Correspondence, e-mail : kmsoilaz@yahoo.fr

doi: <http://dx.doi.org/10.4314/jfas.v12i2.14>



1. INTRODUCTION

La famille des lamiacées avec environ 230 genres et 7100 espèces, possède une grande importance en raison de leurs utilisations en médecine, en cuisine et en cosmétique [1]. Les plantes de ces familles sont réputées biologiquement actives par leurs composés phénoliques. C'est le cas de *Marrubium vulgare* L. communément appelé en Europe « marrube blanc » et dans la région méditerranéenne « Marute » ou « Merriouet », qui est une plante herbacée vivace originaire d'Europe, d'Afrique du Nord et d'Asie [2,3].

En Algérie, *Marrubium vulgare* L. est utilisée en médecine traditionnelle pour traiter plusieurs maladies digestives, la diarrhée, ainsi que le diabète, les rhumatismes, la bronchite aiguë ou chronique, la toux, l'asthme et d'autres infections respiratoires [4].

Des études phytochimiques sur *M. vulgare* L. avaient démontré à sa richesse en multiples métabolites secondaires telles que les diterpènes [5], les esters de phénylpropanoïdes [6], les tanins [7], les flavonoïdes [8], et les stérols [9]. Ces composés bioactifs peuvent être influencés par le site géographique, les conditions climatiques, édaphiques et la date de récolte.

Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à la caractérisation physicochimique, biochimique et phytochimique de cette espèce végétale récoltée du centre-ouest de l'Algérie.

2. MATERIEL ET METHODES

Matériel végétal : La partie aérienne de *Marrubium vulgare* L. a été récoltée en avril 2017 dans la région de Tissemsilt (Algérie). Le matériel végétal a été séché à l'air libre, broyé à l'aide d'un broyeur électrique. Afin de décrire le profil physicochimique, biochimique et phytochimique de cette plante de multiples analyses ont été réalisées sur le marrube blanc.

Les analyses physicochimiques et biochimiques : Ces analyses ont été portées sur la mesure des paramètres suivants : pH, teneur en eau, conductivité électrique, taux de solides solubles, taux des sucres totaux, taux de lipide, taux de fibres totales et taux de cendre.

Détermination du pH : La mesure a été réalisée en plongeant l'électrode du pH-mètre dans la solution de *Marrubium vulgare* L. [10].

Détermination de la teneur en eau : La teneur en eau est mesurée en déterminant la perte de

pois de l'échantillon (5g) après son séchage à 105° pour 4 heures. La teneur en eau est calculée par la formule suivante [11] :

$$TE = [P_1 - P_2 / P_0] \times 100$$

TE : Teneur en eau (%) ;

P₀ : Poids de la prise d'essai (g);

P₁ : Poids du creuset plus échantillon avant étuvage (g) ;

P₂ : Poids du creuset plus échantillon après étuvage (g).

Détermination de la conductivité électrique : L'électrode de conductimètre a été plongée dans une solution à 20 % de matière sèche [12].

Détermination du taux des solides solubles : Le taux de solides solubles (TSS) exprimé en degré Brix est déterminé à l'aide d'un réfractomètre [11].

Détermination de la teneur en sucres totaux : Dans un tube à essai, 1ml de phénol (5%) et 5 ml d'acide sulfurique concentré (96%) ont été ajoutés à 1ml de la solution à analyser. Après 10 minutes, le mélange a été placé dans un bain-marie pendant 20 minutes à 25-30°C. La lecture de l'absorbance a été faite à 490 nm et la concentration en sucres totaux a été déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage le glucose [13]. La quantité des sucres totaux est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage par la formule suivante [14] :

$$ST = [(X \cdot V \cdot D) / P] \cdot 100$$

Dont :

ST : Taux de sucres totaux (%);

X : Quantité de sucres calculée à partir de la courbe d'étalonnage (mg/ml) .

D : Facteur de dilution ;

V : Volume de la solution analysée (ml);

P : Poids de la prise d'essai (g).

Détermination de la teneur en lipides : 10g de l'échantillon a été pesé et versé dans une cartouche qui a été fermée par un morceau de coton et placée dans l'extracteur « Soxhlet » où le solvant utilisé est l'hexane. Après 6 heures d'extraction, la totalité du solvant a été récupérée par un rotavapeur [15] et le résidu a été placé dans une étuve à 105°C afin d'éliminer les traces du solvant [16]. Le taux des lipides est calculé par la formule suivante :

$$\text{TL} = [\text{P}_2 - \text{P}_1 / \text{P}_0] \times 100$$

Dont : **TL** : Taux de lipides (%) ;

P₀ : Poids de la prise d'essai (g);

P₁ : Poids du ballon vide (g) ;

P₂ : Poids du ballon + matière grasse (g).

Détermination du taux de fibres totales : Les fibres sont déterminées par la méthode de **Weende (1967)** citée par [17] qui consiste en une double hydrolyse acide par sulfurique (1.25%) suivie par une hydrolyse alcaline ou basique par 150 ml de KOH (1.25%) de 1g de l'échantillon. Par la suite, le résidu a été séché par étuvage à 105°C jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Après étuvage, Le résidu a été calciné dans un four à moufle pendant 3 heures à 550°C puis pesé après refroidissement dans un dessiccateur [11]. La teneur en fibres est calculée selon la formule suivante [11]

$$\text{FB} = [\text{P}_1 - \text{P}_2 / \text{P}_0] \times 100$$

Dont : **FB** : Fibre brute (%) ;

P₀: Prise d'essai (g) ;

P₁: Poids du creuset après étuvage (g) ;

P₂: Poids du creuset après incinération (g).

Détermination du taux de cendres : 10 g de notre échantillon ont été mis dans des creusets et incinérés dans un four à moufle à haute température (600°C) pendant cinq heures jusqu'à l'obtention de cendres blanchâtres à poids constant [14,18]. Le taux de cendres est calculé par la différence de poids avant et après incinération par la formule suivante [11] :

$$\text{TC} = [\text{P}_2 - \text{P}_1 / \text{P}_0] \times 100$$

TC : Taux de cendre (%) ;

P₀: Poids de la prise d'essai (g);

P₁: Poids des creusets vide (g) ;

P₂: Poids des échantillons après incinération (g).

Screening phytochimique de *Marrubium vulgare* L. : Les différents tests phytochimiques

réalisés sur la partie aérienne de *Marrubium vulgare* L. selon [19] ; [20]; [21];[22]; [23];[24] ; [25]:

Anthocyanes : 5ml d'infusé + quelques gouttes d'HCl = Coloration rouge

Alcaloïdes : 0,5 à 0,6 g de l'extrait méthanolique + 8 ml d'HCl (1%) + chauffage au bain marie 2mn + filtration. 2ml du filtrat + le réactif de Wagner ou Bouchardât = Formation de turbidité ou de précipité.

Anthraquinones : 2 ml du macérât +1 ml d'ammoniaque (10%) = Phase aqueuse rose rouge

Flavonoïdes : Test d'acétate du plomb = Précipité de couleur jaune

Glycosides cardiaques : 5 ml d'extrait aqueux + acide acétique glacial + une goutte de FeCl₃ + 1ml de H₂SO₄ concentré = Apparition d'un anneau brun.

Irroïdes : 2 ml d'infusé + quelques gouttes d'HCl + chauffer un peu = Coloration bleue

Mucilage : 1 ml d'infusé + 5 ml d'éthanol absolu + incubation pendant 15 min = Apparition d'un précipité floconneux.

Phlobotanins : 2 ml de macérât + 1 ml d'HCl dilué (2%) et porter à ébullition pendant quelques minutes = Précipité rouge.

Quinones : Humecter 2g de poudre par 2 ml d'HCl + 20ml de chloroforme. Après 3 heures le filtrat est agité avec 5ml d'ammoniaque (1/2) = Coloration rouge.

Saponines : Faire bouillir 2g de poudre avec 20 ml d'H₂O + filtration. 10 ml du filtrat + 5 ml d'H₂O + agitation vigoureuse = Formation d'une mousse persistante stable.

Tanins galliques : 1,5 g de poudre + 2 ml de méthanol (80%) + agitation pendant 15 min + filtration + ajout de FeCl₃ (1%) = Coloration bleue noire.

Tanins cathéchiqes : 1,5 g de poudre + 2 ml de méthanol (80%) + agitation pendant 15 min + filtration + ajout de FeCl₃ (1%) = Coloration brune verdâtre.

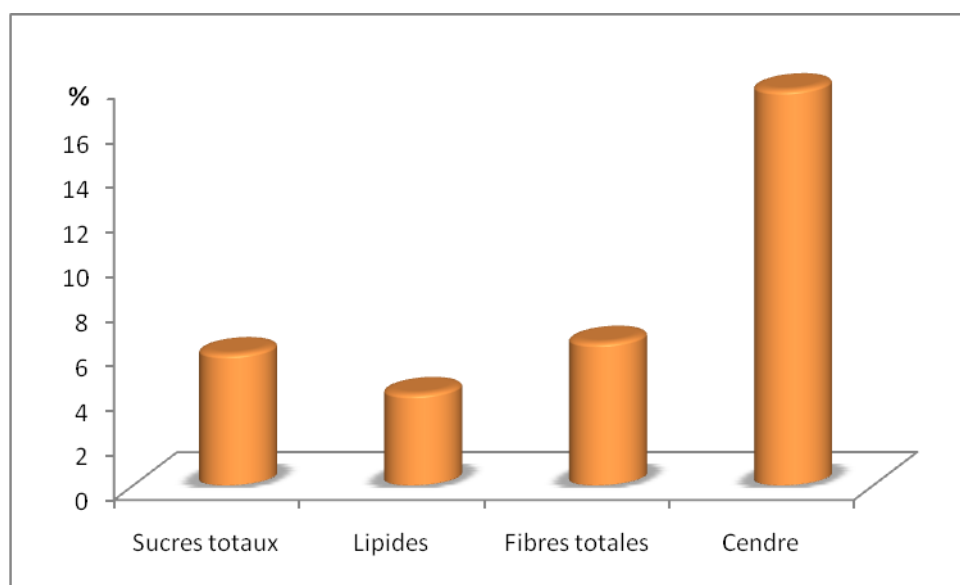
3. RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats des paramètres physico-chimiques et biochimiques de la partie aérienne du marrube blanc sont présentés dans le tableau suivant (Tableau 01):

Tableau 1. Analyses physicochimiques de *Marrubium vulgare* L.

Paramètre	pH	Teneur en eau	Conductivité électrique	Taux de solides solubles
Résultats	4.8 +/-0.02	42.42% +/-0.36	4.8 +/- 0.0 mS/cm ²	2.5+/-0.0 degré de Brix

L'étude physicochimique de *Marrubium vulgare* L. a montré respectivement une teneur d'humidité égale à 42.42 +/-0.02 %, un PH de 4.8 +/-0.02, une conductivité électrique de 4,8 +/-0.0 mS/cm² et un taux de solides solubles égal à 2.5+/-0.0 degré de brix. Les paramètres physicochimiques comme la teneur en eau et le pH ont un très grand intérêt pour renseigner sur la préservation et la stabilité de l'échantillon pendant une longue durée et peuvent jouer le rôle d'un indicateur du degré de maturité des végétaux [10,26].

**Fig.1.** Analyses biochimiques de la partie aérienne de *Marrubium vulgare* L.

L'étude biochimique de la partie aérienne du marrube blanc a révélé les pourcentages suivants : 5.91% +/- 0.13 de sucres totaux, 4.12 % +/- 0.07 de lipides, 6.42% +/- 1.74 de fibres totales et 17.76% +/- 1.10 de cendre. Les résultats obtenus ont été nettement inférieures à ceux obtenus par [27] qui ont déclaré un taux de 84.74 de carbohydrates chez l'espèce *Mentha pulegium* tandis que les taux des lipides et de cendre chez le marrube ont été supérieurs (respectivement 2.22% et 5.92%) comparativement à la menthe pouliot. Ces deux

espèces appartiennent à la même famille botanique : Lamiacées. Cette différence de macronutriments au sein de cette famille pourrait être due à plusieurs facteurs qui entourent la plante tels que le facteur écologique, édaphique et climatique.

Description phytochimique de *Marrubium vulgare* L.

Les résultats de screening phytochimique ont révélé que *Marrubium vulgare* L. renferme six métabolites secondaires : les alcaloïdes, les flavonoïdes, le mucilage, les phlabotanins, les tanins catéchiques et les saponines et par contre, on a constaté l'absence d'autres principes actifs tel que les anthocyanes, les glycosides cardiaques, les quinones, les irroïdes et les tanins galliques. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par [28] qui a démontré la présence saponines, tanins catéchiques et les flavonoïdes au niveau de cette plante. [29] a isolé un grand nombre de métabolites secondaires telles que les flavonoïdes, les iridiodes, les sesquiterpènes, les diterpènes et les triterpènes. La présence de ces composés bioactifs pourrait être liée aux propriétés antimicrobiennes des extraits des plantes.

4. CONCLUSION

Marrubium vulgare L. est une plante médicinale révélée pauvre en macronutriments (5,91% de sucres totaux, 4,12 % de lipides, 6,42% de fibres totales et 17,76% de cendres). Cette espèce est révélée riche en diverses métabolites secondaires principalement les composés phénoliques tels que les flavonoïdes et les tanins qui pourraient posséder une activité antioxydante ou antimicrobienne raison pour laquelle la valorisation des extraits du marrube blanc pourrait bien constituer des produits à haute valeur économique et écologique et aussi pour la santé humaine.

5. ACKNOWLEDGEMENTS

Au terme de ce travail, je tiens à remercier madame ADAMOU-DJERBAOUI pour toutes ses orientations qui ont apporté un plus pour cet article et je remercie aussi les ingénieurs de laboratoire qui nous ont guidé au cours de la réalisation de la partie expérimentale.

6. REFERENCES

- [1] Harley R.M., Atkins, S., Budantsev A.L., Cantino P.D., Conn B.J., Grayer R., Harley M.M., de Kok R., Krestovskaja T., Morales R., Paton A.J., Ryding O., Upson T. (2004). Labiatae. In: Kadereit, J.W. (Ed.), *The Families and Genera of Vascular Plants, Lamiales*, vol. VII. Springer, Berlin, pp. 167–282.
- [2] Kanyonga P M., Faouzi M A., Meddah B., Mpona M., Essassi E.M., Cherrah, Y. (2011) Assessment of Methanolic Extract of *Marrubium vulgare* for Antiinflammatory, Analgesic and Anti-Microbiologic Activities. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, **3**, 199-204.
- [3] Everist D L. *Poisonous plants of Australia*. 3rd ed. Sydney: Angus and Robertson; 1981, p. 449-450.
- [4] Belhattab, R. and Larous, L. (2006) Essential oil Composition and Glandular Trichomes of *Marrubium vulgare* L. Growing Wild in Algeria. *Journal of Essential Oil Research*, **18**, 369-373. <http://dx.doi.org/10.1080/10412905.2006.9699116>
- [5] El Bardai S., Morel N., Wibo M., Fabre N., Liabres G., Lyoussi B., Quetin-Leclercq J. (2003) .The Vasorelaxant Activity of Marrubenol and Marrubiin from *Marrubium vulgare*. *Planta Medica*, **69**, 75-77. <http://dx.doi.org/10.1055/s-2003-37042>
- [6] Sahpaz, S., Garbacki, N., Tits, M. and Bailleul, F. (2012) Isolation and Pharmacological Activity of Phenylpropanoid Esters from *Marrubium vulgare*. *Journal of Ethnopharmacology*, **79**, 389-392. [http://dx.doi.org/10.1016/S0378-8741\(01\)00415-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0378-8741(01)00415-9)
- [7] Kurbatova, N.V., Muzychkina R.A., Mukhitdinov, N.M. and Parshina, G.N. (2013) Comparative Phytochemical Investigation of the Composition and Content of Biologically Active Substances in *Marrubium vulgare* and *Marrubium alternidens*. *Chemistry of Natural Compounds*, **39**, 501-502. <http://dx.doi.org/10.1023/B:CONC.0000011128.64886.f4>
- [8] Nawwar Mahmoud, A.M., El-Mousallamy, A.M.D., Barakat, H.H., Buddrus, J. and Linscheid, M. (1989) Flavonoid Lactates from Leaves of *Marrubium vulgare*. *Phytochemistry*, **28**, 3201-3206. [http://dx.doi.org/10.1016/0031-9422\(89\)80307-3](http://dx.doi.org/10.1016/0031-9422(89)80307-3)
- [9] Garjani1 A., Tila1 D., Hamedeyazdan S., Vaez1 H., Rameshrad M., Pashaii M., Fathiazad F. (2017). An investigation on cardioprotective potential *Marrubium vulgare* aqueous fraction

against ischaemia-reperfusion injury in isolated rat heart. *Folia Morphol.*, Vol. 76, No. 3. pp. 361–371. <http://dx.doi.org/10.5603/FM.a2017.0011>.

[10] AOAC. (2002). *Official Methods of Analysis*. 17th Ed. Gaithersburg, USA.

[11] AOAC. (2000). *Official Methods of Analysis*. 17th Edition, The Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, MD, USA. Methods 925.10, 65.17, 974.24, 992.16.

[12] Amellal H. Aptitudes technologiques de quelques variétés communes de dattes : formulation d'un yaourt naturellement, sucré et aromatisé. Thèse de doctorat en Technologie Alimentaire. Université M'hamed Bouguera. Boumerdes, 2008, pp.127.

[13] Dubois M, Gilles K A, Hamilton J K, Rebers P A, Smith F. (1956) Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. Division of Biochemistry, University of Minnesota, St. Paul, Minn., 1956, 2 8 (3).

[16] AOAC. (1995). *Official methods of analysis* 16th Ed. Association of official analytical chemists. Washington DC, USA.

[17] Gaouar N. Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes. Mémoire de Magister en Nutrition. Université d'Abou Bakr Belkaid. Tlemcen, 2011, p.95.

[20] Rizk A M. (1982). Constituents of plants growing in Qatar. *Fitoterrapia*, 52 (2) , 35-42.

[23] Oloyede O I. (2005). Chemical profile of uripe pulp of *carica papaya*. *Pakistan Journal of Nutrition*. 4(6): 379-381.

[25] Tiwari P, Kumar B, Kaur M, Kaur G, Kaur H. (2011). Phytochemical screening and extraction. *Review International Pharmaceutica scientia*, 1(1).

[26] Messaid H. Optimisation du processus d'immersion-réhydratation du système Dattes seches- jus d'orange. Mémoire de Magister, 2011, p.96.

[27] Fernandes Â S F, Barros L, Carvalho A M, Ferreira I C F R. (2010). Lipophilic and hydrophilic antioxidants, lipid peroxidation inhibition and radical scavenging activity of two Lamiaceae food plants. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 112, 1115–1121.

[28] Boutelis Djahra A. Etude phytochimique et activité antimicrobienne, antihépatotoxique du marrube blanc *Marrubium vulgare* L. Thèse Doctorat. Université Badji Mokhtar. Annaba, 2014, p.114.

[29] Nait Said N. Etude phytochimique des extraits chloroformiques des plantes :

«*Pituranthos chlopanthus*» et «*Marrubium vulgare* ». Mèmoire de magister. Université El-Hadj Lakhdar . Batna, 2007, p.155.

[14] Sadasivam s. Manickman A. *Biochemical methods*. 2nded. New Age International Publisher, New Delhi, 1996. p.272.

[15] Audigie C, Figarlla J, Zonszain F. *Manipulations d'Analyse en Biochimie*. Ed. Doin, Paris, 1984, pp. 274.

[18] Nielsen S. *Food Analysis*: 4th ed. Springer. New York, NY, USA. 2010. p.177.

[19] Paris R, Moysse H. *Précis de matière médicale*. Paris: Masson,1969.

[21] Sofowara A. *Medicinal plants and Traditional medicine in Africa*. Spectrum Books Ltd. Ibadan. Nigeria,1993, p.289.

[22] Harborne A J. *Phytochemical method a guide to modern techniques of plant analysis*.3rd edition. London.Chapman & Hall., 1998, p.320.

[24] Raaman N. *Phytochemical techniques*. New Delhi. New India. Publishing Agenc, 2006, p.306.

How to cite this article:

Moulay M., Labdelli F., Bousmaha F., Adamou-Djerbaoui M., Boutheldja R., Doucene R. Physicochemical and phytochemical satudy of *Marrubium vulgare* L. (*Lamiaceae* family). J. Fundam. Appl. Sci., 2020, 12(2), 728-737.