



Article original

**ÉTUDE PHYSICOCHIMIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE DE TETRACLINIS ARTICULATA (VAHL) MASTERS DU PLATEAU CENTRAL MAROCAIN**  
**PHYSICO-CHEMICAL STUDY OF THE ESSENTIAL OIL OF TETRACLINIS ARTICULATA (VAHL) MASTERS FROM MOROCCAN CENTRAL PLATEAU**

**M. Bourkhiss<sup>1</sup>, A. Chaouch<sup>2</sup>, M. Ouhssine<sup>2</sup>, B. Bourkhiss<sup>2</sup> et A. Rassam<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>*Département de Physique-Chimie, Centre Régional des Métiers de l'Éducation et de la Formation (CRMEF), BP 255 Meknès, Maroc.*

<sup>2</sup>*Laboratoire de biotechnologie microbienne, Département de biologie, UFR Amélioration et transformation microbienne et végétale, Faculté des sciences, Université Ibn Tofail, 14000 Kénitra, BP 133, Maroc.*

**Résumé :** Dans le cadre de la valorisation des plantes médicinales de la flore marocaine, ce travail a porté sur les huiles essentielles des feuilles, des rameaux et de la sciure de tronc de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters du plateau central marocain (région de Khemisset). Les rendements varient suivant la partie de la plante et sont respectivement : 0,22%, 0,41% et 1,63%.

La composition chimique des feuilles n'est pas très différente de celle des rameaux. Les principales molécules communes aux huiles essentielles des deux parties de l'arbre sont: l' $\alpha$ -pinène, le limonène et l'acétate de bornyle. Par contre la composition de tronc est prédominée par l' $\alpha$ -acorénol, le cédrol, le totarol, l' $\alpha$ -cédrene et le  $\beta$ -acorénol. Par ailleurs, les essences des feuilles et des rameaux sont caractérisées par la prédominance des monoterpènes. L'huile de tronc est plutôt riche en sesquiterpènes et à un degré moindre en diterpènes.

Les caractéristiques physicochimiques des huiles étudiées varient également suivant l'organe utilisé. Ces paramètres répondent aux critères de qualité des huiles essentielles fixés par les organismes internationaux.

**Mots-clés :** *Tetraclinis articulata* (Vahl.) Masters, huiles essentielles, teneur, composition chimique, propriétés physicochimiques.

**Abstract:** Within the framework of the valorisation of medicinal plants of the Moroccan flora, this work has focused on the essential oils from leaves, twigs and sawdust trunk *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters of the Moroccan central plateau (region Khemisset). Yields vary depending on the part of the plant and are respectively: 0.22%, 0.41% and 1.63%.

The chemical composition of leaves is not very different than twigs. The main molecules of essential oils common to the two parts of the tree are:  $\alpha$ -pinene, limonene and bornyl acetate. Against by the composition of the trunk is predominated by  $\alpha$ -acorénol, cedrol the totarol, the  $\alpha$ - $\beta$ -cedrene and acorénol. Furthermore, the species of leaves and twigs are characterized by the predominance of monoterpènes. Oil trunk is rather rich in sesquiterpènes and diterpènes relatively.

The physicochemical characteristics of the oils studied also vary according to the organ used. These parameters meet the criteria of quality essential oils set by international organizations.

**Keywords :** *Tetraclinis articulata* (Vahl.) Masters, essential oils, content, chemical composition, physicochemical properties.



## 1. INTRODUCTION

Les huiles essentielles rencontrent depuis quelques années un succès grandissant dans différents secteurs d'activité aussi bien divers que ceux de la parfumerie, des cosmétiques, des industries pharmaceutiques et l'agroalimentaire pour leurs propriétés thérapeutiques, organoleptiques et odorantes ou encore pouvant être utilisées comme source d'isolats pour les hémisynthèses.

*Tetraclinis articulata* (Vahl.) Masters, connu sous le nom de Thuya de Berberie, est une plante aromatique et médicinale à huiles essentielles principalement utilisé dans le traitement des infections intestinales et respiratoires, le diabète et l'hypertension [1-2]. Ses essences sont dotées de propriétés antimicrobiennes, cytotoxiques, antioxydantes et anti-inflammatoires [3-7].

La connaissance de la productivité, de la composition chimique et les différentes spécificités des huiles essentielles constitue une étape préalable et indispensable à leur éventuelle valorisation. Dans ce sens, cette étude vise la détermination des rendements, des caractéristiques physicochimiques et l'étude de la composition chimique par CPG et CPG/SM des huiles essentielles de trois organes de *Tetraclinis articulata* (Vahl.) Masters à savoir les feuilles, les rameaux non feuillés et le tronc récoltés dans la forêt d'Ait Hatim (plateau central marocain).

## 2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 2.1. Matériel végétal

Les échantillons de Thuya ont été prélevés dans le plateau central marocain (région de Khemisset). La récolte a été effectuée sur des arbres pris au hasard en Mars 2011. Après le séchage à l'ombre pendant une durée de dix jours, les feuilles sont séparées des rameaux avec soin. Les rameaux sont découpés en morceaux de trois centimètres environ et le bois de tronc est transformé en sciure à l'aide d'une raboteuse.

### 2.2. Extraction de l'huile essentielle

L'extraction de l'huile essentielle de trois échantillons de chaque partie de l'arbre a été réalisée par entraînement à la vapeur d'eau à l'aide d'un appareil de type Clevenger. Au cours de chaque essai, 100g de matière première dans un volume de 1,5 L d'eau non distillée ont été traités. Le chauffage a été assuré par un chauffe-ballon électrique d'une puissance de 500 W. La distillation dure trois heures après récupération de la première goutte de distillat. L'huile essentielle est séchée avec du sulfate de sodium anhydre et stockée à 4 °C dans l'obscurité. Les rendements en huile essentielle sont exprimés par rapport à la matière sèche (en ml/100 g de matière sèche). Le pourcentage de matière sèche, sous forme broyée, est estimé par séchage de 5 g de chaque échantillon 4 heures à l'étuve à 102 °C.

### 2.3. Analyses chromatographiques des constituants des huiles essentielles

Les huiles essentielles ont été analysées grâce à un chromatographe Perkin Elmer Autosystem GC, équipé de deux détecteurs à ionisation de flamme (FID) permettant la détection des composés, d'un injecteur diviseur et de deux colonnes (60 m x 0,22 mm d.i. épaisseur du film : 0,25 µm) respectivement polaire (Rtx-Wax, polyéthylène glycol) et apolaire (Rtx-1, polydiméthyl-siloxane). Le gaz vecteur est l'hélium avec une pression en tête de colonne de 25 psi. La température de l'injecteur est de 250 °C et celle du détecteur de 280 °C. La programmation de la température consiste en une élévation de 60 à 230 °C, à 2 °C/mn, puis en un palier de 45 mn à 230 °C. L'injection se fait par mode split avec un rapport de division de 1/50. La quantité d'huile essentielle injectée est de 0,2 µl.

L'identification des constituants a été réalisée par chromatographe Perkin Elmer Autosystem XL, doté d'un injecteur automatique et de deux



colonnes (60 m x 0,22 mm d.i. épaisseur du film : 0,25  $\mu\text{m}$ ) polaire (Rtx-Wax) et apolaire (Rtx-1), couplé à un détecteur de masse Perkin Elmer TurboMass. Les molécules sont bombardées par un faisceau électronique de 70 eV, la détection se fait par un analyseur quadripolaire constitué d'un assemblage de quatre électrodes parallèles de section cylindrique. La température de la source est de 150 °C. Les spectres de masse obtenus par impact électronique ont été acquis sur la gamme de masse 35-350 Da.

Le gaz vecteur est l'hélium avec une pression en tête de colonne de 43 psi. Le débit dans chaque colonne est de 1 ml/mn. La programmation de la température est identique à celle utilisée précédemment pour la CPG. L'injection se fait par mode split avec un rapport de division de 1/80.

#### 2.4. Détermination des propriétés physicochimiques des huiles essentielles

Les propriétés physicochimiques étudiées ont été déterminées selon les normes de l'Association Française de Normalisation (AFNOR) et l'Organisation Internationale de Standardisation (ISO).

##### 2.4.1. Densité relative à 20°C

La densité d'une huile essentielle à 20°C est le rapport de la masse volumique de cette huile à la masse volumique de l'eau à la même température. Elle a été déterminée selon la norme NF T 75-111, 1982/ISO 279-1993.

##### 2.4.2. Déviation polarimétrique à 20°C

La Déviation polarimétrique (pouvoir rotatoire) d'une huile essentielle est proportionnelle à l'angle, exprimé en milliradians et / ou degré d'angle, dont tournerait le plan de polarisation d'une radiation lumineuse de longueur d'onde (589,3 nm  $\pm$  0,3 nm), correspondant aux raies D du sodium, lorsque celle-ci traverse une épaisseur de 100 mm de l'huile essentielle dans des conditions déterminées de température. Cette détermination a été faite selon la norme NF T 75-113 1986/ISO 5921992

##### 2.4.3. Indice de réfraction à 20°C

L'indice de réfraction d'une huile essentielle est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante. Les indices ont été déterminés selon la norme NF T 75-112, 1977/ISO 280-1976, grâce à un réfractomètre de type Carl Zeiss 134 754 dont l'échelle de réfraction s'étend de 1,300 à 1,700.

##### 2.4.4. Indice d'acide

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 gramme d'huile essentielle. La neutralisation des acides libres se fait par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium titrée. Il a été déterminé selon la norme NF T 75-103, 1982/ISO1242-1982.

##### 2.4.5. Indice d'ester

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par hydrolyse des esters contenus dans 1 gramme d'huile essentielle. Cet indice est déterminé selon la norme NF T75-128, 1984/ISO 7660-1983.

### 3. RESULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1. Rendements en huiles essentielles

Les rendements moyens en huiles essentielles des trois organes de *Tetraclinis articulata* sont consignés dans le tableau 1 ci-dessous.

**Tableau 3: Rendements en huiles essentielles des différentes parties de *Tetraclinis articulata* (Vahl.) Masters**

Parties de la plante	Rendement moyen (%)	*CV (%)
Feuilles	0.22	0.85
Rameaux	0.41	0.71
Sciure de bois	1.63	0,64

\*CV : Coefficient de variation = (écart type / Rendement moyen) x100



Nous constatons à la lecture de ce tableau que les rendements en huiles essentielles dépendent en grande partie de l'organe végétal distillé. En effet, la teneur en huiles essentielles extraites à partir du tronc, est environ quatre et sept fois plus élevée (1,63%) que celle obtenue à partir des rameaux (0,41%) et des feuilles (0,22%).

La comparaison de nos résultats avec les données de la littérature montre que les trois parties de l'arbre ont des rendements relativement différents de ceux rapportés par d'autres auteurs. En étudiant les feuilles de Thuya de Berberie de la localité d'Amsa (région de Tétouan), Barrero et al. [8] ont indiqué que le rendement en huile essentielle est

de 0,70% pour une durée de six heures. Buhagiar et al. [9] ont précisé que la teneur en huile essentielle des rameaux de *Tetraclinis articulata* (Vahl) originaire de l'île de Malte est de 1,20%. Dans une étude comparative des huiles essentielles extraites de la sciure de bois de tronc de la même plante d'Aoulouz et de Khemisset, Zrira et al. [10] ont rapporté que les concentrations sont respectivement 3,75 et 1,90%.

### 3.2. Composition chimique

L'analyse par chromatographique de l'huile essentielle des trois organes de Thuya de Berberie a permis de mettre en évidence cinq constituants majoritaires dans chaque essence (Tableau 2).

**Tableau 2 : Composés majoritaires des huiles essentielles des trois parties de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters**

Constituants majoritaires	Concentration (%)		
	Feuilles	Rameaux	Tronc
$\alpha$ -pinène	16,8	30,2	
Limonène	5,7	22,2	
Camphre	18,6		
Bornéol	4,7		
acétate de bornyle	30,6	4,7	
$\alpha$ -cédrène			8,7
Cédrol			17,9
Widdrol		5,4	
$\alpha$ -acorénol			20,9
$\beta$ -acorénol			7,4
$\alpha$ -humulène		3,5	
Totarol			8,8
<b>Groupe de composés (%)</b>			
Monoterpènes hydrocarbonés	30,8	55,5	
Monoterpènes oxygénés	60,8	10,1	0,8
Sesquiterpènes hydrocarbonés	1,5	7,9	24,3
Sesquiterpènes oxygénés	0,9	6,3	47,8
Diterpènes hydrocarbonés			1,9
Diterpènes oxygénés			9,4
<b>Total identifié (%)</b>	<b>94</b>	<b>79,1</b>	<b>83,4</b>



Les huiles essentielles des feuilles et des rameaux sont principalement constituées de monoterpènes hydrocarbonés (respectivement 30,8% et 55,5%) et oxygénés (respectivement 60,9% et 10,1%). Nous remarquons également que les rameaux sont relativement plus riches en sesquiterpènes (15,0%). Les constituants principaux des deux huiles sont l' $\alpha$ -pinène (respectivement 16,8% ; 30,2%), le limonène (respectivement 5,7% ; 22,2%) et l'acétate de bornyle (respectivement 30,6% ; 4,7%). L'huile essentielle de la sciure de tronc présente une composition chimique tout à fait différente de celles des parties précédentes de l'arbre par une proportion importante de sesquiterpènes oxygénés (47,8%) et hydrocarbonés (24,3%) et par une abondance relative en diterpènes oxygénés (9,4%) notamment l' $\alpha$ -acorérol (20,9 %), le cédrol (17,9 %), le totarol (8,8 %), l' $\alpha$ -cédrene (8,7 %) et le  $\beta$ -acorérol (7,4%).

Ce travail vient compléter et enrichir les études réalisées sur la composition chimique des huiles essentielles de *Tetraclinis articulata* du Maroc. En effet, La composition des feuilles de *Thuya* étudiées contient les mêmes molécules principales que celles des essences originaires de Tétouan [8] et d'Essaouira [11] mais avec des teneurs plus importantes en camphre et en acetate de bornyle.

Pour l'huile essentielle des rameaux, elle présente une composition relativement différente de celle rapportée par Ait Igri et al. [11] qui montre que les principaux constituants sont : l'acetate de bornyle, le camphre et le limonène.

Quant à l'huile de tronc, la comparaison de nos résultats avec les travaux antérieurs montre que les huiles essentielles d'origine de Tetouan sont prédominées par le cédrol, le 1,7-di-épi-cédrol et le 1,7-di-épi-isocédrol [8]. Dans une autre étude, Zrira et al. [10] ont reporté une composition chimique dominée par le carvacrol, l' $\alpha$ -cédrene, le cédrol et le terpinèn-4-ol. Une troisième composition présente, en plus du carvacrol et du cédrol, d'autres composés majoritaires à savoir : le para-méthoxythymol et la thymohydroquinone [11]. À notre connaissance, cette étude est la première indiquant des abondances importantes en  $\alpha$ -acorérol,  $\beta$ -acorérol et totarol dans les huiles de tronc de *Thuya*.

### 3.3. Propriétés physicochimiques

À l'issue des différentes distillations, Les huiles essentielles obtenues sont de couleur jaune claire à jaune pâle avec une odeur balsamique forte agréable. Les résultats des caractéristiques physicochimiques étudiées sont regroupés dans le tableau 3 suivant.

**Tableau 3 : Propriétés physicochimiques des huiles essentielles des trois parties de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters**

Paramètres étudiés	Parties de la plante		
	Feuilles	Rameaux	Tronc
Densité	0,935	0,960	0,975
Déviations planimétriques	+28	+16	+10
Indice de réfraction	1,472	1,469	1,467
Indice d'acide	0,9	1,1	1,3
Indice d'ester	110,6	41,3	20,5

L'examen de ce tableau, montre que les propriétés physicochimiques des huiles étudiées varient suivant la partie de la plante utilisée. La densité relative se situe entre 0,935 pour les feuilles et

0,975 pour la sciure de bois de tronc. Les déviations polarimétriques sont relativement élevées et dextrogyres (de +10 à +28). Les indices de réfraction sont très rapprochés et varient entre



1,467 pour la sciure de tronc et 1,472 pour les feuilles. Pour les constantes chimiques, l'indice d'acide est pratiquement identique pour tous les organes de l'arbre (0,9-1,3) et reste inférieur à 2, ce qui montre que nos essences sont bien conservées (faible quantité d'acides libres). Par contre, l'indice d'ester. varie notablement selon les échantillons étudiés.

Les variations des grandeurs physicochimiques peuvent être attribuées à la composition chimique de l'huile essentielle étudiée. Dans ce sens, Theagarajan et al. [12], en étudiant les huiles essentielles d'*Eucalyptus tereticornis*, ont essayé d'établir une relation entre l'indice de réfraction et la teneur en eucalyptol. Ils ont observé que les huiles essentielles riches en cinéol ont des indices de réfraction relativement faibles. Aussi, Boukhatem et al. [13] ont indiqué que l'indice de réfraction d'une huile essentielle varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé.

#### 4. CONCLUSION

Cette étude a pour but de contribuer à la connaissance des huiles essentielles de *Tetraclinis*

*articulata* (Vahl.) Masters en vue d'une éventuelle valorisation.

Le rendement en huile essentielle varie suivant la partie de la plante. Le tronc a livré la teneur en essence la plus élevée par rapport aux rameaux et feuilles respectivement.

La composition chimique des feuilles n'est pas très différente de celle des rameaux. Les principales molécules communes aux huiles essentielles des deux parties de l'arbre sont: l' $\alpha$ -pinène, le limonène et l'acétate de bornyle.. Par contre la composition de la sciure de bois de tronc présente une grande différence au niveau des constituants présents dans les organes précédents. Son essence est prédominée par l' $\alpha$ -acorénol, le cédrol, le totarol, l' $\alpha$ -cédrene et le  $\beta$ -acorénol. Par ailleurs, les essences des feuilles et des rameaux sont caractérisées par la prédominance des monoterpènes. L'huile de tronc est plutôt riche en sesquiterpènes hydrocarbonés et oxygénés et à un degré moindre en diterpènes.

Les caractéristiques physicochimiques des huiles étudiées varient également suivant l'organe utilisé. Ces paramètres répondent aux critères de qualité des huiles essentielles fixés par les organismes internationaux.

#### REFERENCES

- [1]. Belkhadar J., Claisse R., Fleurentin J. et Yaunos C., (1991), Repertory of standard herbal drugs in the Moroccan pharmacopoeia, *Journal of Ethnopharmacology*. 35, 123-143.
- [2]. Ziyat A., Legssyer A., Mekhfi H., Dassouli A., Serhrouchni M., and Benjelloun W. (1997), Phytotherapy of hypertension and diabetes in oriental Morocco, *J. Ethnopharmacol.*, 58, 45-54.
- [3]. Bourkhiss M., Hnach M., Bourkhiss B., Ouhssine M. et Chaouch A. (2007), Composition chimique et propriétés antimicrobiennes de l'huile essentielle extraite des feuilles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) du Maroc, *Afrique Science* 3, 232 – 242.
- [4]. Bourkhiss B., Ouhssine M., Hnach M., Bourkhiss M., Satrani B. et Farah A, (2007). Composition chimique et bioactivité de l'huile essentielle des rameaux de *Tetraclinis articulata*, *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, 146, 75 – 84.
- [5]. Bourkhiss M., Hnach M., Lakhlifi T., Bourkhiss B., Ouhssine M. et Satrani B., (2010), Production et caractérisation de l'huile essentielle de la sciure de bois de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters, *Bul. Soc. Roy. des Sciences de Liège*, 79, 2010, 4 – 11.
- [6]. Buhagiar J.A., Podesta M.T., Wilson, A.P., Micallef M.J., and Ali S. (1999). The induction of apoptosis in human melanoma, breast and ovarian cancer cell lines using an essential oil extract from the conifer *Tetraclinis articulata*, *Anticancer Res.*, 19, 5435 – 5443.
- [7]. Bourkhiss M., Hnach M., Paolini J., Costa J., Farah A. et Satrani B. (2010), Propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires des huiles



## REFERENCES

- essentielles des différentes parties de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters du Maroc. Bulletin de la Société Royale de Liège. Vol. 79, 141 – 154.
- [8]. Barréro A.F., Herrador M.M., Arteaga P., Quitz J., Aksira M., Mellouki F., Akkad S., (2005). Chemical composition of essential oils of leaves and wood of *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters; J. Essent. Oil Res., 17, 166-167.
- [9]. Buhagiar J., Podestat M.T.C., Cioni P.L., Flamini G., Morelli L., (2000). Essentiel oil composition of different parts of *Tetraclinis articulata*. J. Ess. Oil. Res., 12, 29-32.
- [10]. Zrira S., Ben Jilali B., Elamrani A., (2005), Chemical composition of the Sawdust oil of Moroccan *Tetraclinis articulata* (Vahl); J. Essent.Oil Res., 17, 96-97.
- [11]. Ait Igri M., Holeman M., Ilidrissi A., Berrada M.,(1990), Contribution à l'étude chimique des huiles essentielles des rameaux et du bois de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters. ; Plant. Med. Phytother., 24(1), 36-43.
- [12]. Theagarajan K.S., Prabu V.V., Subramani M., Ananthanayana A.K., (1977). Studies on the relationship on cieole content and Refractive index of Eucalyptus hybrid oil.Current science.46 (21), 733-735.
- [13]. Boukhatem M. N., Hamaid M. S. , Saidi F., Hakim Y.(2010). Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). Revue Nature &Technologie. N°3.