

Effet de séchage sur la teneur et la composition chimique des huiles essentielles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters

*M. BOURKHISS¹, M. HNACH¹, B. BOURKHISS², M. OUHSSINE², A. CHAOUCH² ET B. SATRANI³

RÉSUMÉ - M. Bourkhiss, M. Hnach, B. Bourkhiss, M. Ouhssine A. Chaouch et B. Satrani. **Effet de séchage sur la teneur et la composition chimique des huiles essentielles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters.** *Agrosolutions* 20 (1) : 44-48. Cette étude a pour but d'évaluer l'influence du séchage à l'ombre et au soleil sur la teneur et la composition chimique des huiles essentielles extraites des feuilles de Thuya de Berberie (*Tetraclinis articulata* Vahl) pour une meilleure maîtrise de la qualité des plantes aromatiques et médicinales. La teneur en eau du matériel végétal diminue au cours du séchage. Elle passe de 38,40 à 21,67 % et de 36,54 à 12,50 % respectivement pour le séchage à l'ombre et au séchage solaire au bout de treize jours. Le taux d'humidité devient pratiquement constant à la fin de la période de séchage. Le séchage à l'ombre et au soleil augmente la concentration en huiles essentielles. Lorsque les feuilles sont exposées directement au soleil, le maximum de la teneur est obtenu au septième jour (soit 0,76 %) alors que le phénomène continue jusqu'au neuvième jour pour le séchage à l'ombre, soit 0,81 %. Au-delà de ces périodes, la teneur chute de façon continue avant de se stabiliser. Les analyses statistiques montrent que la concentration en huiles essentielles varie significativement avec le mode de séchage ($P > F = 0,066$) et avec la durée du séchage ($P > F < 0,0001$). La durée optimale de séchage est comprise entre 6 et 9 jours. L'analyse qualitative des huiles essentielles a permis d'identifier 22 constituants. Les composés majoritaires sont l'acétate de bornyle (30,6 %), le camphre (18,6 %), l' α -Pinène (16,8 %), le limonène (5,7 %) et le Bornéol (4,7 %). La concentration cumulative de ces molécules principales atteint son maximum, soit 70,8 %, au septième jour du séchage. Les taux de ces molécules fluctuent irrégulièrement et ne semblent pas être affectés de manière notable au cours de l'entreposage à l'ombre.

Mots clés : *Tetraclinis articulata* (Vahl), séchage, huiles essentielles, teneur, composition chimique.

ABSTRACT - M. Bourkhiss, M. Hnach, B. Bourkhiss, M. Ouhssine A. Chaouch and B. Satrani. **Drying effect on content and chemical composition of *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters essential oils.** *Agrosolutions* 20 (1): 44-48. The objective of this study was to evaluate the influence of the type of drying (in the shade versus under the sun) on the content and quality of essential oils extracted from leaves of Thuya (*Tetraclinis articulata* Vahl). Water content of the material decreased from 38.40 to 21.67% and 36.54 to 12.50% respectively following thirteen days of drying in the shade or under the sun. The moisture contents remained almost constant at the end of this drying period. Drying in the shade or under the sun increased the concentration of essential oils. Maximum contents of essential oils were obtained after the seventh day (0.76%) when the leaves were exposed to direct sunlight, while it reached (0.81%) on the ninth day when drying was in the shade. These values tended to decrease before they stabilized. Statistical analysis showed that the contents of essential oils varied significantly with mode of drying ($P > F = .0066$) and with the drying time ($P > F < 0.0001$); optimal duration of drying was between 6 and 9 days. The qualitative analysis of essential oils identified 22 constituents. The dominant compounds were bornyl acetate (30.6%), camphor (18.6%), the α -pinene (16.8%), limonene (5.7%) and borneol (4.7%). Maximum total concentration of these key molecules reached 70.8% following seven days of drying. The contents of these molecules varied irregularly and did not appear to be significantly affected during storage in the shade.

Key words: *Tetraclinis articulata* (Vahl), drying, essential oils, content, chemical composition.

1. Département de chimie, Faculté des sciences, Université Moulay Ismail BP 11201, Meknès, Maroc.

*Auteur pour la correspondance : courriel : bourkhiss121@yahoo.fr

2. Laboratoire de biotechnologie, Environnement et qualité, Faculté des sciences, Université Ibn Tofail BP 133, Kénitra, Maroc.

3. Centre de recherche forestière, BP 763, Agdal, 10050 Rabat, Maroc.

Introduction

De par sa situation géographique particulière, le Maroc bénéficie d'une gamme très variée de climats favorisant le développement d'une flore riche et diversifiée. En effet, le pays compte un important potentiel en plantes aromatiques et médicinales (PAM) estimé à plus de 800 espèces (Hmamouchi 1994, 2001) dont un grand nombre est endémique. Cette richesse hisse le Maroc au rang des principaux pays producteurs et fournisseurs de plantes aromatiques et de leurs extraits.

Le secteur des PAM occupe une large place et joue un grand rôle dans l'économie nationale. Les activités existantes dans ce domaine permettent une exportation de près de 1000 tonnes d'huiles essentielles et d'extraits divers et d'environ 400 tonnes d'herbes séchées, pour une valeur totale d'environ 300 millions de dirhams. Elles permettent également la création annuelle d'environ 500 000 journées de travail pour les populations riveraines (Hmamouchi et Fecthal, 2000).

Plusieurs travaux relatifs au séchage des PAM indiquent des modifications considérables, particulièrement sur le plan quantitatif, au niveau des huiles essentielles. Dans ce sens, Singh et al. (1977) ont trouvé que la teneur en huiles essentielles des feuilles d'*Eucalyptus citriodora* séchées à l'ombre pendant une semaine est de 1,70 % contre 1,14 % pour les feuilles fraîches. En étudiant l'effet du stockage des feuilles d'une autre espèce d'*Eucalyptus* (*E. tereticornis*), Shiva et al. (1983) ont rapporté que la concentration en huiles essentielles varie de 1,32 à 1,54 % quand les feuilles sont stockées à l'ombre pendant une semaine. Cette variation est de 1,31 à 1,42 % quand celles-ci sont conservées au soleil pendant la même période. L'augmentation de la teneur en huiles essentielles avec le séchage suggère la continuité et l'accélération de la biosynthèse des huiles essentielles après la récolte du matériel végétal (Zrira, 1992; Silou et al., 2002). Toutefois, lors du séchage, une plante aromatique pourrait perdre une partie de son huile essentielle par volatilisation et par entraînement avec la vapeur d'eau éliminée. Ces pertes sont d'autant plus importantes

que la durée de séchage est longue (Benjilali et Zrira, 2005) et que la température est trop élevée.

Le séchage naturel est un mode de récolte et de conservation gratuit, respectueux de l'environnement et efficace. En effet, cette technique n'engendre ni déchets, ni rejets polluants. De plus, elle permet d'améliorer la qualité des produits en évitant leur contamination, de conserver leurs principes actifs, d'augmenter leur durée de vie, de diminuer leurs poids afin de faciliter leur transport et de diversifier leur utilisation (Aghfir et al., 2007; Ankila, 2007). Le Maroc dispose d'un important gisement solaire. Trente % du territoire reçoit annuellement plus de 2000 kWh par m². Cette richesse naturelle pourrait être exploitée entre autres dans le séchage des PAM.

Dans le but de contribuer à la valorisation du processus de séchage, maillon le plus souvent non maîtrisé et très coûteux pour les producteurs, nous nous sommes intéressés à l'évaluation de l'effet de la durée et du mode de ce phénomène sur la teneur et la composition chimique des huiles essentielles de *Thuya de Berberie* (*Tetraclinis articulata Vahl.*) afin d'optimiser ces deux paramètres.

Matériel et méthodes

Origine et séchage du matériel végétal

Les feuilles adultes de *Thuya de Berberie* utilisées dans cette étude ont été récoltées dans la région de Khemisset (nord-ouest du Maroc) en septembre 2006 sur cinq arbres pris au hasard. Les feuilles de ces cinq arbres ont été brassées pour construire un « tout venant ». Deux lots d'environ 15 kg chacun provenant de ce même tout venant ont été soumis parallèlement au séchage à l'ombre (I) et au soleil (II). Le séchage à l'ombre est effectué dans les couloirs du laboratoire. La matière première est étalée en fines couches et retournée fréquemment. La température varie de 13,35 à 38,74 °C et le taux d'humidité journalière varie de 14,89 à 93,10 % au cours de la période du séchage. Pour le séchage solaire, les feuilles sont déposées sur une

bâche propre et exposées directement au soleil pendant la période d'insolation journalière. La température varie de 15,60 à 41,38 °C, l'humidité relative varie de 10,89 à 91,10 %, le rayonnement moyen solaire par jour est de 0,261 KW/m² alors que la pluviosité est absente pendant la période de séchage solaire, soit 13 jours.

Détermination de la teneur en eau et en huiles essentielles

Afin de déterminer la teneur en eau (taux d'humidité) de chaque lot, une quantité de feuilles fraîches de masse $M_f = 5 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ a été séchée dans une étuve de type Memmert à 105 °C pendant 24 heures (jusqu'à un poids constant). La masse des feuilles séchées (M_s) a été déterminée à l'aide d'une balance précise à 0,01g et la teneur en eau est donnée par la formule ci-dessous :

$$T_{Eau} = \frac{M_f - M_s}{M_f} \times 100$$

L'extraction de l'huile essentielle a été réalisée journalièrement par hydrodistillation de trois échantillons de 100 g chacun, issus de chaque lot dans un appareil de type Clevenger (Clevenger, 1928). La distillation dure trois heures après l'apparition de la première goutte de distillat à la sortie du tube de condensation de la vapeur. L'huile essentielle a été stockée à 4 °C à l'obscurité et séchée avec du sulfate de sodium anhydre.

La teneur en huile essentielle, exprimée en ml du distillat par 100 g de matière sèche, est exprimée par la relation suivante :

$$T_{HE} = \left(\frac{V}{M_s} \times 100 \right) \pm \left(\frac{\Delta V}{M_s} \times 100 \right)$$

T_{HE} : teneur en huiles essentielles

V : volume d'huiles essentielles recueilli (ml)

ΔV : erreur sur la lecture

M_s : masse végétale sèche (g)

Analyse de la composition chimique 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 µm) 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.

Analyses statistiques

Les analyses statistiques ont été réalisées par le logiciel Minitab. Pour étudier l'effet du mode et de la durée de séchage, l'analyse de la variance à deux critères de classification a été exécutée. La comparaison des moyennes a été faite par le Test de Newman et Keuls, à un seuil de probabilité de 5 %.

Résultats

L'analyse de la figure 1 montre qu'au cours des deux modes de séchage, la teneur en eau diminue progressivement puis devient pratiquement constante. Ainsi, elle passe pour le séchage à l'ombre de 38,40 à 21,67 % et de 36,54 à 12,50 % pour le séchage solaire. Sur chaque graphique on reconnaît deux phases :

- La phase I : du début du séchage jusqu'au troisième et au cinquième jour respectivement pour le séchage solaire et le séchage à l'ombre;
- La phase II : (3-13 jours) pour le séchage solaire et (5-13 jours) pour le séchage à l'ombre.

Le niveau d'humidité souhaitable pour que la concentration en huiles essentielles soit à son maximum varie selon le mode de séchage. Il serait d'environ 18 % pour le séchage au soleil et de 23 % pour le séchage à l'ombre.

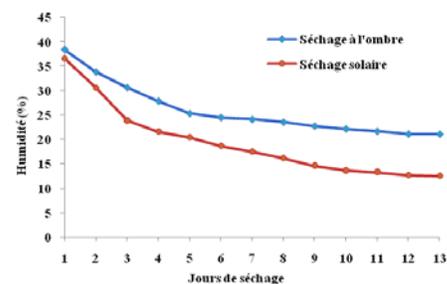


Figure 1. Évolution de la teneur en eau des feuilles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters au cours du séchage à l'ombre et au soleil.

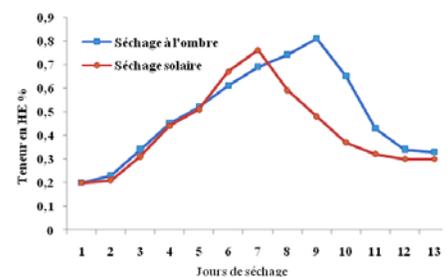


Figure 2. Évolution des teneurs en huiles essentielles des feuilles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) Masters en fonction du séchage à l'ombre et au soleil.

Tableau 1. Analyse de la variance de la teneur en huiles essentielles en fonction du mode et de la durée de séchage.

Mode de séchage	Durée de séchage (en jours)	Teneur en HE %
I	1	0,2
I	2	0,23
I	3	0,34
I	4	0,45
I	5	0,52
I	6	0,61
I	7	0,69
I	8	0,74
I	9	0,81
I	10	0,65
I	11	0,43
I	12	0,34
I	13	0,33
II	1	0,2
II	2	0,21
II	3	0,31
II	4	0,44
II	5	0,51
II	6	0,67
II	7	0,76
II	8	0,59
II	9	0,48
II	10	0,37
II	11	0,32
II	12	0,3
II	13	0,3
P > F Mode de séchage		= 0,066
P > F Durée de séchage		< 0,0001

La figure 2 représente la variation de la teneur en huiles essentielles en fonction du temps du séchage.

Les deux courbes obtenues présentent la même allure. La concentration en huiles essentielles augmente en fonction du séchage à l'ombre et au soleil, puis chute pour tendre à se stabiliser à la fin du séchage. L'augmentation de la teneur en huiles essentielles pendant les premiers jours de séchage est proportionnelle à la diminution du taux d'humidité. Le maximum de la teneur en huiles essentielles est obtenu au septième jour pour le séchage solaire et au neuvième jour pour le séchage à l'ombre respectivement $0,76$ et $0,81 \pm 0,01 \%$. Les analyses statistiques montrent que les rendements en huiles essentielles varient significativement avec le mode de séchage ($P > F = 0,066$) et avec la durée de séchage ($P > F < 0,0001$) (Tableau 1).

La durée optimale de séchage est entre 6 et 9 jours. Pour la suite du travail, le mode de séchage à l'ombre est retenu.

L'analyse chromatographique des huiles essentielles a permis de mettre en évidence 22 constituants (Tableau 2). Les composés majoritaires sont l'acétate de bornyle (30,6 %), le camphre (18,6 %), l' α -Pinène (16,8 %), le limonène (5,7 %) et le Bornéol (4,7 %).

La figure 3 traduit les variations des cinq composés majoritaires en fonction du temps du séchage à l'ombre.

L'examen de cette figure montre que la concentration cumulative des cinq principaux constituants présents dans l'huile essentielle est passée de 61,1 %, le premier jour, à 65,3 % le treizième jour du séchage à l'ombre. Elle atteint son maximum, soit

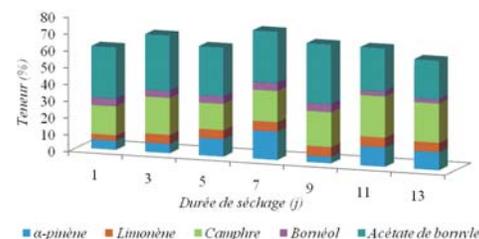


Figure 3. Évolution en composés majoritaires des huiles essentielles des feuilles de *Tetractinlis articulata* (Vahl) Masters au cours du séchage à l'ombre.

70,8 %, au septième jour du séchage. On note également des fluctuations irrégulières durant la période de séchage. À titre d'exemple, l' α -pinène est passé de 23,54 %, le premier jour, à 28,78 % le treizième jour; tandis que l'acétate de bornyle évolue de 30,74 % à 22,27 % pendant la même période. Les autres constituants restent pratiquement constants durant la période de stockage.

Discussion et conclusion

La variation de la teneur en huiles essentielles des feuilles de Thuya de Berberie avant la distillation en fonction de l'état de séchage est similaire à ce qui a été trouvé pour plusieurs autres espèces aromatiques, telles que *Eucalyptus camaldulensis* (Zrira et al., 1992), la verveine (Eddaouri et al., 1993), l'ammivisnaga (Ismâli-Alaoui et al., 1995) et le romarin (Elamrani et al., 1995). L'augmentation de la concentration en huiles essentielles exprimée en poids de matière sèche pendant les premiers jours de séchage s'expliquerait par une activité physiologique (réactions enzymatiques) importante. La biosynthèse des huiles essentielles continue et s'accélère après la récolte du matériel végétal en réponse au stress hydrique. Sa diminution après sept et neuf jours respectivement de séchage solaire et à l'ombre serait due à la réduction ou l'arrêt de l'activité enzymatique causant la mort des cellules suite à une forte déshydratation.

Les résultats concernant l'effet du séchage sur la qualité chimique des huiles essentielles des feuilles de Thuya de Berberie sont comparables avec ceux trouvés pour *Eucalyptus camaldulensis* du Maroc. En

Tableau 2. Composition chimique de l'huile essentielle extraite des feuilles de *Tetractinlis articulata* (Vahl) Masters.

Ir l	Ir a	Composés	Pourcentage (%)
927	921	Tricyclene	2
936	931	α -Pinene	16,8
950	943	Camphene	2,2
946	946	<i>Thuja-2,4(10)-diene</i> (Joulain)	0,6
973	965	Sabinene	0,2
978	970	β -Pinene	0,4
987	982	Myrcene	2
1015	1012	<i>para</i> -Cymene	0,6
1025	1022	Limonene	5,7
1051	1048	γ -Terpinene	0,3
1105	1107	α -campholenal	0,6
1123	1127	Camphre	18,6
1136	1133	<i>trans</i> -Verbenol	0,6
1137	1136	Pinocarvone	1
1150	1154	Borneol	4,7
	1165	Terpinen-4-ol	1
1172	1173	Myrtenal	0,3
1176	1176	α -Terpineol	0,4
1183	1190	Verbenone	1,3
1200	1202	<i>trans</i> -Carveol	0,7
1214	1220	Carvone	0,4
1270	1276	Bornyl acetate	30,6
1335	1334	α -Terpinyl acetate	0,6
1379	1372	α -Copaène	0,5
1479	1472	Germacrene D	0,3
	1478	Tridecan-2-one	0,1
1507	1503	γ -cadinene	0,4
1520	1511	δ -cadinene	0,3
1623	1614	<i>epi</i> -cubanol	0,8
Total			94

Ir a : indices de rétentions mesurées sur colonne apolaire (Rtx-1)

Ir l : indices de rétention de la littérature

Les abondances sont données sur colonne apolaire sauf en cas de coélution sur cette dernière.

effet, Zrira et al. (1991) ont remarqué que le séchage à l'air libre et au soleil n'affecte pas d'une manière significative la composition chimique des huiles essentielles de cette plante. Par ailleurs, Silou et al. (2002) et Roger et al. (2007), travaillant respectivement sur les feuilles d'*Eucalyptus citriodora* et les feuilles d'*Ocimum basilicum* L., ont rapporté que le séchage a nettement influencé la composition chimique des huiles essentielles de ces espèces surtout les composés majoritaires.

Cette étude a montré que la teneur en huiles essentielles des feuilles de Thuya de Berberie augmente significativement avec le mode et la durée de séchage. La meilleure concentration, soit 0,81 %, est obtenue au neuvième jour au séchage à l'ombre. Dans ces mêmes conditions, la composition chimique n'est pas affectée de manière notable.

Pour une exploitation industrielle, il convient donc d'extraire l'huile essentielle des feuilles de *Tetraclinis articulata* (Vahl) environ une semaine après leur récolte, puisque la teneur en huiles essentielles serait à son maximum. Au-delà de cette période, elles perdent qualitativement et quantitativement leurs huiles essentielles.

Bibliographie

- Aghfir, M., M. Kouhila, A. Jamali et L. Ait Mohamed. 2007. Séchage solaire convectif pour la conservation des feuilles du romarin (*Rosmarinus officinalis*). 13^{èmes} journées internationales de séchage thermique. Albi, France 28-30
- Ankila, O. 2007. Techniques de séchage des plantes développées par le PSE/Maroc à Marrakech. In Actes du colloque « Plantes aromatiques et médicinales et leurs huiles essentielles ». Eds. Benjillali B., Ettalibi M., Ismaili-Alaoui M. M., et Zrira S., 127-134.
- Benjilali, B. et S. Zrira. 2005. Plantes aromatiques & médicinales. Atouts du secteur et exigences pour une valorisation durable. Actes éditions. Institut agronomique et vétérinaire Hassan II Rabat Maroc.
- Clevenger, J.F. 1928. Determination of volatile oil. J. Ann. Pharm. Assoc. 17(4) (1928) 346-351.
- Edwardien, M., A. Belanger et B. Benjilali. 1993. Les huiles essentielles de la verveine odorante (*Lipia citriodora* L.) du Maroc : effet de séchage sur le rendement en HE et sa composition chimique. Communication aux 12^{èmes} journées mondiales HE. Dignes-Les Bains.
- Elamrani, A., S. Zrira, M.M. Ismaili-Alaoui, A. Belanger, M. Berrada et B. Benjilali. 1997. Effet du séchage sur le rendement et la composition chimique de l'huile essentielle de romarin du Maroc (*Rosmarinus officinalis* L.). In Actes du colloque « Plantes aromatiques et médicinales et leurs huiles essentielles ». Eds. Benjillali B., Ettalibi M., Ismaili-Alaoui M. M., et Zrira S., 161-168.
- Hmamouchi, M. et M. Fechtal. 2000. Gestion durable de la ressource. Actes de la journée de réflexion sur les plantes aromatiques et médicinales. Ann. Rech. For. Maroc. N° spécial. 105-107.
- Hmamouchi, M. 1994. La production des plantes médicinales et aromatiques. Premier colloque national sur la chimie des substances naturelles. 15-16 novembre, Casablanca. Maroc.
- Hmamouchi, M. 2001. Les plantes médicinales et aromatiques marocaines. Utilisation, biologie, écologie, chimie, pharmacologie, toxicologie, lexiques. 2^e édition, 450 p.
- Ismaili-Alaoui My. M., S. Zrira, A. Belanger et B. Benjilali. 1995. Les huiles essentielles d'*Ammi visnaga* L. Communication au congrès International « Plantes aromatiques et huiles essentielles. Maroc 95 » Rabat (Maroc).
- Roger, H., Ch. Nebie, A. Belanger et S. Sib. Faustin S. 2007. Effet du séchage de la matière végétale sur la composition chimique de l'huile essentielle de *Ocimum basilicum* L. Vol. 1, n° 2, juillet - décembre, Science et technique, Sciences appliquées et technologies.
- Silou, T., F. Taty-Loumbou et J.-C. Chalchat. 2002. Etude de l'effet du séchage solaire sur le rendement et la composition chimique des huiles essentielles extraites des feuilles d'*Eucalyptus citriodora*. Ann. Fals. Exp. Chim., n° 960. 287-301.
- Singh, A., S.R. Singh, R.N. Duve, C.L. Vithalbha et P. Drysdale. 1977. The distillation and properties of *Eucalyptus citriodora* oil. Fiji. Agric. J. 39, 33-38.
- Zrira, S. et B. Benjilali. 1989. Effet du séchage préalable sur le rendement et la composition chimique des huiles essentielles d'*Eucalyptus*. Communications aux 7^{èmes} journées internationales HE. Digne-Les-Bains.
- Zrira, S.B. Benjillali. 1991. Effect of drying on leaf oil production of Moroccan *Eucalyptus camaldulensis*. J. Ess. Oil. Res. 3(2) 117-118.
- Zrira, S. 1992. Les huiles essentielles d'*Eucalyptus* du Maroc. Facteurs influençant la productivité et la qualité de ces essences, investigation sur les possibilités d'exploiter l'*E. camaldulensis* pour la production d'huile essentielle d'*Eucalyptus* à cinéole. Thèse de doctorat ès sciences Agronomiques, Institut Agronomique et vétérinaire Hassan II, Rabat, Maroc.