TILLEUL (ÉCORCE DE)

Tiliae cortex

La partie utilisée du tilleul, dite « aubier de tilleul », est constituée par l'écorce partiellement privée de suber de *Tilia sylvestris* Desf., de *Tilia cordata* Miller (= *T. ulmifolia* Scop. = *T. parvifolia* Ehrh.), de *Tilia platyphyllos* Scop. (= *T. grandifolia* Ehrh. ex Hoffm.) ou de *Tilia x vulgaris* Hayne, réduite en fragments de taille variable. L'écorce privée de suber de tilleul correspond à l'écorce détachable avec le bois de l'année c'est-à-dire la zone où circule la sève, délimitée à l'extérieur par le suber et à l'intérieur par le bois ancien.

L'écorce de tilleul contient de 1,5 pour cent à 7,0 pour cent de polyphénols totaux.

CARACTÈRES

L'écorce de tilleul se présente habituellement sous 2 formes. La forme « baguette » est constituée de fragments de longueur variable de 10 cm à 20 cm, plats ou légèrement incurvés, de 4 mm à 8 mm d'épaisseur, jaunâtres. La face externe, plus foncée, présente des stries plus claires et irrégulières, tandis que, lisse au toucher, la face interne est moins colorée. La cassure est fibreuse, mais l'ensemble de l'écorce a une consistance assez souple. La forme « coupée cube » est constituée de fragments d'environ 8 mm de côté et de 2 mm d'épaisseur, jaune à brun.

Examinée au microscope, la section transversale montre quelques assises de la région subérophellodermique, l'ensemble du phloème, le cambium et quelques assises de xylème. À la partie externe, le phloème secondaire (liber) forme des cônes séparés par les évasements des rayons médullaires. Il est fait de couches de petites cellules à lumen étroit et de quelques cellules de taille plus importante en amas. Ces couches sont séparées par des rayons médullaires de 2 à 4 couches de cellules de taille réduite. Certaines cellules contiennent des macles d'oxalate de calcium. Il existe des poches à mucilage ainsi que des fibres libériennes. Par endroits, les rayons médullaires présentent des cloisonnements formant des travées concentriques de 2 à 3 cellules de petite taille. Le xylème est très peu lignifié. Les vaisseaux sont de petit diamètre, conférant à la région la plus interne de la section un aspect de dentelle.

Examinée au microscope, l'écorce de tilleul pulvérisée (300), beige, présente des fragments de parenchyme libérien à petites cellules à paroi mince, des vaisseaux de faible diamètre et quelques macles d'oxalate de calcium.

IDENTIFICATION

- A. L'écorce de tilleul présente les caractères macroscopiques précédemment décrits.
- B. Examinée au microscope, l'écorce de tilleul pulvérisée (300) présente les caractères microscopiques précédemment décrits.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

- C. À 1 g d'écorce de tilleul pulvérisée, ajoutez 20 mL d'eau R. Chauffez à ébullition pendant 5 min. Refroidissez et filtrez (Solution S). À 1 mL de solution S, ajoutez 10 mL d'eau R, 0,1 mL de réactif phosphotungstique R et 1 mL d'une solution saturée de carbonate de sodium R. Il apparaît une coloration bleue à bleu foncé (polyphénols).
- D. À 0,5 mL de solution S, ajoutez 5 mL d'2-propanol R et 2 mL d'acide chlorhydrique R. Filtrez et chauffez le filtrat au bain-marie pendant 5 min. Il se développe une coloration rouge (dérivés catéchiques).

ESSAI

Éléments étrangers (2.8.2). Le taux des éléments étrangers n'est pas supérieur à 3,0 pour cent.

Chromatographie. Opérez par chromatographie sur couche mince (2.2.27) en utilisant une plaque recouverte de *gel de silice pour CCM R*

Solution à examiner. À 2,0 g d'écorce de tilleul pulvérisée (300), ajoutez 10 mL de *méthanol R*. Chauffez, en agitant, au bain-marie sous reflux pendant 30 min. Filtrez sur verre fritté (n° 3).

Solution témoin (a). Dissolvez 10 mg de fraxine R dans du méthanol R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Solution témoin (b). Dissolvez 5 mg d'esculoside R dans du méthanol R et complétez à 10 mL avec le même solvant.

Déposez séparément sur la plaque, en bandes de 2 cm, 10 μ L de chacune des solutions. Développez sur un parcours de 15 cm avec un mélange de 10 volumes d'eau R, de 13 volumes de méthanol R et de 77 volumes d'acétate d'éthyle R. Laissez sécher la plaque à l'air. Examinez en lumière ultra-violette à 365 nm. Le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner présente une série de bandes fluorescentes dont l'une d'intensité de fluorescence la plus importante est semblable quant à sa position et sa fluorescence à la bande du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (a) et une autre semblable quant à sa position et sa fluorescence à celle du chromatogramme obtenu avec la solution témoin (b).

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au maximum 12,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C pendant 2 heures sur 1,00 g d'écorce de tilleul pulvérisée (300).

Cendres totales (2.4.16): au maximum 8,0 pour cent.

DOSAGE

Polyphénols totaux. Dans une fiole conique, introduisez une prise d'essai exactement pesée (m g) voisine de 1,000 g d'écorce de tilleul pulvérisée (180) et ajoutez 150 mL d'eau R. Faites bouillir et maintenez au bain-marie pendant 30 min. Refroidissez à l'eau courante, puis introduisez le mélange dans un ballon jaugé et complétez à 250,0 mL avec de l'eau R. Laissez décanter, puis filtrez le liquide sur papier filtre d'un diamètre de 12 cm. Éliminez les 50 premiers millilitres du filtrat et utilisez le reste pour le dosage. Prélevez 5,0 mL de cette solution, ajoutez 1,0 mL de la solution d'acide phosphotungstique R, mélangez et complétez à 50,0 mL avec une solution de carbonate de sodium R à 150 g/L. Mesurez l'absorbance (2.2.2.5) à 715 nm (A_1) exactement 2 min après la dernière addition de réactif et utilisez l'eau R comme liquide de compensation.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.

Essai témoin. Effectuez les opérations suivantes à l'abri de la lumière. Dissolvez 50,0 mg de pyrogallol R dans de l'eau R et complétez à 100,0 mL avec le même solvant. Prélevez 5,0 mL de solution et complétez à 100,0 mL avec de l'eau R. Prélevez 5,0 mL de cette dernière solution, ajoutez 1,0 mL de la solution d'acide phosphotungstique R et complétez à 50,0 mL avec une solution de carbonate de sodium R à 150 g/L. Mesurez l'absorbance (2.2.25) à 715 nm (A_2) exactement 2 min après la dernière addition de réactif et dans les 15 min qui suivent la dissolution du pyrogallol. Utilisez l'eau R comme liquide de compensation.

Calculez la teneur pour cent en polyphénols totaux à l'aide de l'expression :

$$\frac{0,625\times 4,2\times A_{_{1}}}{A_{_{2}}\times m}$$

CONSERVATION

À l'abri de la lumière, de l'humidité, à une température inférieure à 30 °C.

Les prescriptions générales et les monographies générales de la Pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la Pharmacopée française s'appliquent.