

REPUBLIQUE DU CAMEROUN
Paix-Travail-Patrie

UNIVERSITE DE YAOUNDE I

CENTRE DE RECHERCHE ET DE
FORMATION DOCTORALE EN
SCIENCES, TECHNOLOGIE ET
GEOSCIENCES

UNITE DE RECHERCHE DE
FORMATION DOCTORALE EN
CHIMIE ET APPLICATIONS



REPUBLIC OF CAMEROON

Peace-Work-Fatherland

THE UNIVERSITY OF YAOUNDE I

POSTGRADUATE SCHOOL OF SCIENCE,
TECHNOLOGY AND GEOSCIENCES

DOCTORAL RESEARCH UNIT IN
CHEMISTRY AND APPLICATIONS

DEPARTEMENT DE CHIMIE ORGANIQUE
DEPARTMENT OF ORGANIC CHEMISTRY

LABORATOIRE DE VALORISATION DES SUBSTANCES NATURELLES,
DES PROALICAMENTS ET DE L'ENVIRONNEMENT
LABORATORY OF VALORIZATION OF NATURAL PRODUCTS,
PROALICAMENTS AND THE ENVIRONMENT
(LVSNPE)

**ETUDE PHYTOCHIMIQUE DE LA FRACTION A L'ACETATE
D'ETHYLE EXTRAIT AU METHANOL DES ECORCES D'ACACIA
SEYAL Del. Var. (FABACEAE)**

Mémoire rédigé et présenté en accomplissement partiel en vue de l'obtention du

Diplôme de Master de Chimie Organique

Par:

DJOMO TCHAPNDA Franky Larissa

Matricule: 18L2163

Licenciée en Chimie

Sous la Direction de :

TABOPDA KUIATE Turibio

Maître de conférences
Université de Yaoundé 1

ABDOU TCHOUKOUA

Chargé de cours
Université de Maroua



Année Académique : 2024-2025

DEDICACE

A

➤ *Mon père TCHAPNDA Siméon*

et

➤ *Ma mère SIME TINGUEP Rosine*

REMERCIEMENTS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au Laboratoire de Valorisation des Substances Naturelles des Proaliments et de l'Environnement du Département de Chimie Organique de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé I. Pour sa réalisation, j'ai bénéficié du soutien des personnes à qui je tiens vivement à adresser mes remerciements.

Je remercie le Chef de Département de Chimie Organique, Le Recteur Professeur **PEGNYEMB D. E.**, pour les efforts qu'il consent à la bonne marche du Département, pour les moyens techniques et humains qu'il mobilise pour l'encadrement des étudiants.

Au Professeur **ATCHADE A. T.**, Responsable du Laboratoire de Valorisation des Substances Naturelles des Proaliments et de l'Environnement de l'Université de Yaoundé I, qui m'a accueilli au sein de son équipe, pour son soutien matériel, ses multiples encouragements et ses conseils judicieux qui ont été très importants pour la réalisation de ce travail.

J'adresse ma profonde reconnaissance à mes encadreur, Professeur **TABOPDA K. T.** et au Docteur **TCHOUKOUA A.**, respectivement de l'Université de Yaoundé I et de l'Université de Maroua, qui ont cru en moi, m'ont confié ce travail et l'ont dirigé avec compétence, rigueur et efficacité, qualités qui nécessitent une grande disponibilité. Je tiens à vous exprimer ma profonde reconnaissance.

Ma profonde gratitude aux **M., KENMOGNE T. M. H.**, Professeurs **TAGATSING F.** et **NGOMO O.**, membres de notre équipe de recherche, pour le soutien et les conseils pratiques qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

Au Professeur **SCHIONO Y.** de l'Université de Yamagata au Japon pour l'enregistrement des spectres.

A tous les enseignants des Départements de Chimie Organique et Inorganique de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé I, pour toutes les connaissances qu'ils m'ont faites acquérir tout au long de mon parcours universitaire et durant la réalisation de ce chef d'œuvre.

Merci à tous mes aînés de laboratoire notamment aux Docteurs **MBANE M.** et **DONGMO R.**, à **WAFO T.**, **KAMDEU E.**, **TINGUEP P.**, **METIEFENG N.**, **NZOUKEU S.**, **NJINKOU R.**, **TOKO V.**, **TSAGUE H.**, **NDAFEWET O.**, **MAHING G.**, **NOMO A.**, **NZOKO S.**, **TCHOULY V.**, **MBIA D.**, ainsi que tous mes cadets **ONONO M.** et **NGO E.**, pour les encouragements, les discussions constructives et leurs disponibilités à mon égard.

Merci à tous mes camarades de promotion de Master, principalement **EBOULWO O. M.** avec qui des liens d'amitiés se sont tissés lors des échanges constructifs que nous avons eus et qui ont permis de consolider mes connaissances théoriques et pratiques.

Merci à mes frères et sœurs, **TCHAPNDA H., TCHAPNDA C., TCHAPNDA A., TCHAPNDA D., TCHAPNDA B., TINGUEP J.** et **TCHAPNDA L.** pour leurs soutiens et pour toutes les prières ainsi que les encouragements pendant la réalisation de ce travail.

A mes amies **KAMSU L., AKO'O J., TCHOUDJJO B** et **PEPOUNA A.**, qui m'ont soutenu dans mes obligations extra-académiques et encouragé à réaliser ce mémoire.

A tous ceux qui d'une manière ou d'une autre, ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail, trouvez ici l'expression de ma sincère gratitude.

TABLE DES MATIERES

DEDICACE.....	
REMERCIEMENTS.....	ii
ABREVIATIONS, SYMBOLES ET ACRONYMES.....	vi
LISTES DES FIGURES.....	vii
LISTES DES SCHEMAS.....	viii
LISTES DES TABLEAUX.....	ix
RESUME.....	x
ABSTRACT.....	xi
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I : REVUE DE LITTERATURE.....	3
I. APERCU BOTANIQUE.....	4
I.1. GENERALITES SUR LA FAMILLE DES FABACEAE.....	4
I.2. GENERALITES SUR LE GENRE ACACIA.....	4
I.2.1. DESCRIPTION MORPHOLOGIQUE.....	4
I.2.2. CLASSIFICATION TAXONOMIQUE.....	4
I.2.3. REPARTITION GEOGRAPHIQUE DU GENRE ACACIA.....	5
I. 3. DESCRIPTION DE L'ESPECE ACACIA SEYAL.....	6
I.4. QUELQUES USAGES DES ESPECES DU GENRE ACACIA.....	6
I.5. ACTIVITES BIOLOGIQUES DES EXTRAITS DE QUELQUES ACACIA.....	8
I.6. TRAVAUX ANTERIEURS SUR LE GENRE ACACIA.....	9
I.6.1. ALCALOÏDES.....	9
I.6.2. ACIDES GRAS.....	10
I.6.3. TRITERPENES.....	11
I.6.4. SAPONINES.....	12
I.6.5. CYCLITOLS.....	14
I.6.6. FLAVONOÏDES.....	15
I.6.6.1. STRUCTURE ET CLASSIFICATION DES FLAVONOÏDES.....	15
I.6.6.2. BIOSYNTHESE DES FLAVONOÏDES.....	16
CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSION.....	23
II.1. INVESTIGATION PHYTOCHIMIQUE LES ECORCES D'ACACIA SEYAL.....	24
II.2. CARACTERISATION DES COMPOSES OBTENUS.....	26
II.2.1. IDENTIFICATION DU COMPOSE ASE1.....	26
II.2.2. IDENTIFICATION DU COMPOSE ASE2.....	32
CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	40
CHAPITRE III : MATERIEL ET METHODES.....	42
III.1.1 APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETALE.....	43

III.1.2. MATERIEL VEGETAL	43
III.2. EXTRACTION ET ISOLEMENT	43
III.2.1. EXTRACTION	43
III.2.2 ISOLEMENT	44
III.2.3. DECROSSISSEMENT DES DIFFERENTES SOUS FRACTIONS	44
III.2.4. CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES ET SPECTROSCOPIQUES DES COMPOSES ISOLÉS	45
ANNEXE	46
REFERENCES	47

ABREVIATIONS, SYMBOLES ET ACRONYMES

1D	:	Monodimensionnel
¹H	:	Proton
2D	:	Bidimensionnel
APG	:	Angiosperm Phylogeny Group
CC	:	Chromatographie sur Colonne
CCM	:	Chromatographie sur Couche Mince
COSY	:	Spectroscopie de corrélation
D	:	Doublet
Dd	:	doublet dedoublé
DMSO-d₆	:	Diméthylsulfoxyde deutéré
Hex	:	Hexane
HMBC	:	Heteronuclear multiple Bond Coherence
HSQC	:	Heteronuclear single Quantum Correlation
Hz	:	Hertz
MHz	:	Megahertz
Ppm	:	Partie par million
RMN ¹³C	:	Résonance Magnétique Nucléaire du Carbone 13
RMN ¹H	:	Résonance Magnétique Nucléaire du Proton
Sl	:	Singulet large
Δ	:	Déplacement chimique

LISTES DES FIGURES

Figure 1 : Répartition géographique des <i>Acacia</i> en Afrique.....	5
Figure 2 : Arbre d' <i>Acacia seyal</i>	6
Figure 3 : Feuilles d' <i>Acacia seyal</i>	6
Figure 4 : Structure de base des flavonoïdes	16
Figure 5 : Domaine d'absorption UV des flavonoïdes	18
Figure 6 : Spectre RMN ^1H (500 MHz; DMSO- d_6) du composé ASE1.....	27
Figure 7 : Spectre ^{13}C (125 MHz ; DMSO- d_6) du composé ASE1.....	28
Figure 8 : Spectre COSY du composé ASE1 (500 MHz; DMSO- d_6).....	28
Figure 9 : Spectre HSQC du composé ASE1 (500 MHz; DMSO- d_6).....	29
Figure 10 : Spectre HMBC du composé ASE1 (500 MHz; DMSO- d_6).....	31
Figure 11 : Spectre proton (600 MHz ; acétone) du composé ASE2.....	33
Figure 12 : Spectre RMN ^{13}C (150 MHz, Acetone- d_6) du composé ASE2	34
Figure 13 : Spectre COSY du composé ASE2 (600 MHz ; acétone).....	35
Figure 14 : Spectre HSQC du composé ASE2 (600 MHz ; acétone).....	36
Figure 15 : Spectre HMBC du composé ASE2 (600 MHz ; acétone).....	37
Figure 16 : Evaporateur rotatif de marque Büchi.....	43

LISTES DES SCHEMAS

Schéma 1 : Voie de biosynthèse générale de squelette de base des différentes classes de flavonoïdes	17
Schéma 2 : protocole de fractionnement et purification de l'extrait à l'acétate d'éthyle d' <i>Acacia seyal</i>	25

LISTES DES TABLEAUX

Tableau I : Répartition géographique de quelques espèces du genre <i>Acacia</i> dans le grand nord	6
Tableau II : Activités biologiques des extraits de quelques espèces d' <i>Acacia</i>	9
Tableau III : Quelques alcaloïdes isolés du genre <i>Acacia</i>	10
Tableau IV : Quelques acides gras isolés du genre <i>Acacia</i>	11
Tableau V : Triterpènes pentacycliques isolés du genre <i>Acacia</i>	12
Tableau VI : Quelques saponines isolés du genre <i>Acacia</i>	13
Tableau VII : Cyclitols isolés des légumineuses.....	15
Tableau VIII : Principales caractéristiques des spectres UV-visible des flavonoïdes	19
Tableau IX : Déplacements chimiques des différents types de protons présents dans les flavonoïdes	20
Tableau X : Déplacements chimiques des atomes de carbone du cycle C des différents types des flavonoïdes	21
Tableau XII : Données spectrale RMN ^{13}C (DMSO, 500 MHZ) de ASE1.	32
Tableau XIII : Données spectrale RMN ^{13}C (Acétone, 600 M HZ) de ASE2	38
Tableau XIV : Chromatographie de dégrossissement de l'extrait à l'acétate d'écorce d' <i>Acacia seyal</i>	44

RESUME

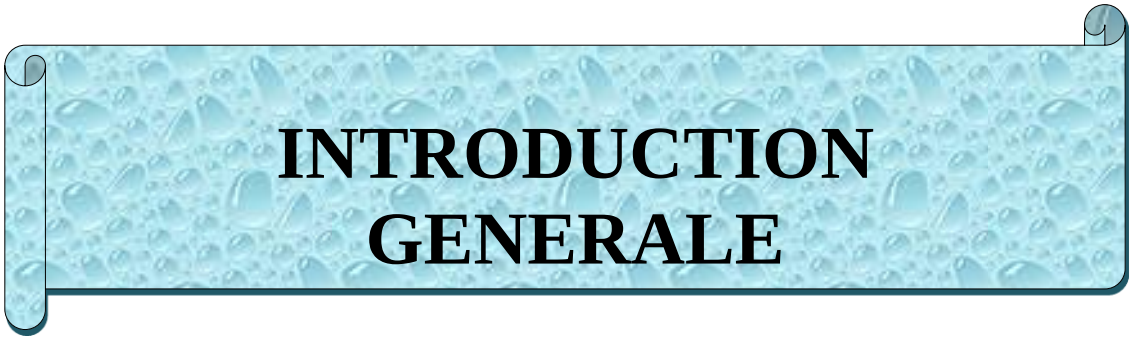
Le présent travail porte sur l'isolement et la caractérisation des métabolites secondaires de la fraction à l'acétate d'éthyle des écorces d'*Acacia seyal*, une espèce de la famille des Fabaceae. Après extraction des écorces au méthanol, l'extrait brut a subi une partition liquide-liquide à l'hexane et l'acétate d'éthyle. L'étude phytochimique de la fraction à l'acétate d'éthyle a été réalisée grâce aux différentes techniques chromatographiques (CC, CCM), ce qui a conduit à l'isolement de trois composés indexés ASE1, ASE2 et ASE3 donc deux d'entre eux appartenant à la classe des flavonoïdes ont été caractérisés et identifiés au diosmetin et au 6''-O-acetylscoparoside. Les structures de ces composés ont été déterminées grâce à l'analyse des spectres de RMN ^1D (^1H , ^{13}C) et ^2D (COSY, HMBC et HSQC) et par comparaison de ces données à celles de la littérature.

Mots clés : Fabaceae, *Acacia*, *Acacia seyal*, Chromatographie, Flavonoïdes, RMN

ABSTRACT

The present Work deals with the isolation and characterization of secondary metabolites from the ethyl acetate fraction of the barks of *Acacia seyal*, a species of the Fabaceae family. After extraction of the barks with methanol, the crude extract was partitioned with hexane and ethyl acetate. The phytochemical study of the ethyl acetate fraction was carried out using different chromatographic techniques, such as Column Chromatography and Thin Layer Chromatography, which led to the isolation of three compounds labelled ASE1, ASE2, and ASE3. The structures of these compounds were determined using the analysis of ^1D and ^2D NMR spectra and by comparison of their data with those of the literature. Two of these compounds belonging to the flavonoids class were characterized as diosmetin and 6''-O-acetylscoparoside.

Keywords : Fabaceae, *Acacia*, *Acacia seyal*, Chromatography, Flavonoids, NMR.



INTRODUCTION GENERALE

De nombreux traitements médicamenteux font face à des résistances des agents pathogènes. Ces multi-résistances aux médicaments disponibles seraient dues d'une part à l'utilisation régulière et parfois excessive, et à des ciblage non spécifiques de ces derniers et d'autre part à l'apparition de nouvelles souches de microorganismes et leurs différentes mutations. Toutefois, la résistance croissante aux médicaments conventionnels existants pourrait compromettre les efforts visant à éradiquer des maladies auxquelles fait face la société malgré des progrès réalisés en médecine ces dernières décennies. Cette pharmaco-résistance observée a conduit à une nouvelle approche pouvant permettre d'améliorer la prise en charge des patients. Pour cela, un intérêt renouvelé aux plantes médicinales est fortement grandissant. En effet, on estime qu'environ 80% de la population mondiale utilise les plantes médicinales pour se soigner (**Dike et al., 2012**). De plus, un grand nombre de médicaments conventionnels (40% environ) utilisés en Afrique dérive directement ou indirectement des plantes (**Dieye et Sarr, 2021**).

Les études menées sur les plantes médicinales constituent des sources précieuses pour la majorité de la population rurale et urbaine en Afrique et représentent le principal moyen par lequel les individus se soignent (**Hadjadj et al., 2019**). Malgré les grandes avancées de la science et de la médecine moderne au cours de ces dernières décennies, ces plantes continuent de contribuer de façon importante à l'amélioration de l'état de santé des populations, notamment celles des pays en développement comme le Cameroun, le Soudan et l'Inde (**Ouedraogo et al., 2021**). Le choix de cette plante a été motivé d'une part que les espèces du genre *Acacia* sont douées des propriétés antioxydantes, antimicrobiennes, antidiarrhéiques (**Rajvaidhya et al., 2012**), d'autre part de son usage régulier par les riverains du grand nord du Cameroun.

Ces informations laisseraient-elles présager que *Acacia seyal*, ne posséderait-il pas des métabolites secondaires doués d'activités biologiques ? *Acacia seyal* pourrait posséder des métabolites secondaires ayant des propriétés biologiques.

Ayant pour objectifs spécifiques d'isoler, purifier et de caractériser les métabolites secondaires de la fraction à l'acétate d'éthyle des écorces du tronc de cette plante. Ce travail sera donc articulé autour de trois chapitres :

- Le premier chapitre sera consacré à la revue de la littérature.
- Le second chapitre présentera les résultats et discussion.
- Le troisième chapitre présentera le matériel et les méthodes employées pour la réalisation de ce travail ; et nous terminerons par la présentation de la bibliographie consultée.

CHAPITRE I : REVUE DE LITTÉRATURE

I. APERCU BOTANIQUE

I.1. GENERALITES SUR LA FAMILLE DES FABACEAE

Le nom Fabaceae vient du Latin « Faba » qui signifie simplement « haricot » encore appelé légumineuse, la famille des légumineuses (Fabaceae) est la troisième plus grande famille de plantes à fleurs avec plus de 750 genres et 18000 espèces décrites ; elle n'est dépassée en taille que par la famille des Orchidaceae (environ 20000 espèces) et la famille Asteraceae (environ 24000 espèces) (Parrotta, 2002).

Cette famille regroupe les herbes, les arbustes, les lianes et les vignes repartis à travers le monde, en particulier dans la forêt tropicale et est celle qui fournit le plus grand nombre d'espèces utiles à l'homme, qu'elles soient alimentaires, industrielles ou médicinales (AgroBio, 2012).

Les Fabaceae peuvent être réparties en quatre sous-familles selon l'APG III (2009), la sous-famille de Bauhinioideae avec les arbres à Orchidées (Bauhinia) et les arbres de Judée (Cercis), la sous-famille des Caesalpinoideae, la sous-famille des Papilionoideae ou Faboïdeae et la sous-famille des Mimosoideae.

I.2. GENERALITES SUR LE GENRE ACACIA

I.2.1. DESCRIPTION MORPHOLOGIQUE

C'est un genre cosmopolite contenant plus de 1350 espèces. L'identification taxonomique des espèces du genre *Acacia* est difficile. Cependant, de nouvelles études sur ce genre confirment qu'il est une agglomération d'au moins cinq groupes discrets (Seigler, 2003 ; Lorenzo *et al.*, 2010). Les fleurs sont régulières, généralement petites, groupées en têtes globuleuses ou en épis cylindriques. Certaines espèces ont les fleurs blanches denses de 1 à 2 cm de diamètre sur un pédoncule axillaire de 0,4-2,5 cm de long. Selon les espèces, les inflorescences peuvent comporter plus ou moins une centaine de fleurs. En général, ils fleurissent tout au long de l'année avec une éclosion principale au printemps (saison de pluies) et une floraison de moindre importance le reste de l'année. Les feuilles sont plus petites chez de nombreuses espèces et ont 2 à 6 paires de pétioles secondaires. Chaque pétiole porte 5 à 12 paires de folioles linéaires d'environ 3 mm de long et 1 mm de large (Noumi, 2010).

I.2.2. CLASSIFICATION TAXONOMIQUE

L'espèce *Acacia seyal* appartient à la classification de (P.J.H Hurter, 2008).

ci-après

Règne : plantae

Classe : Magnoliopsida

Famille : Fabaceae

Genre : *Acacia*

Espèce : *Acacia seyal*

Variétés : *Acacia-seyal* var. *fistitula*

I.2.3. REPARTITION GEOGRAPHIQUE DU GENRE ACACIA

On retrouve les espèces du genre *Acacia* principalement dans les régions tropicales et semi-tropicales. Elles s'adaptent facilement aux conditions des zones arides (**Abdelrahman et Krzywinski, 2008**). Ce genre est originaire d'Afrique, le premier ensemble, grossièrement délimité par les frontières ouest du Congo Démocratique et du Soudan, engloberait donc toute l'Afrique de l'Est et méridionale. La Tanzanie est le pays le plus riche en espèces du genre *Acacia* avec plus de 70 espèces. Les pays au voisinage de la Tanzanie (Ethiopie, Kenya) et l'Afrique méridionale (Afrique du Sud) sont également très riches avec plus de 40 espèces par pays. Les espèces du genre *Acacia* sont encore nombreux (environ 30 par pays) au Mozambique, au Zimbabwe, en Somalie, au Soudan, au Botswana, en Angola, en Ouganda, en Zambie, au Congo Démocratique et en Namibie. Dans le second ensemble, cette richesse décroît, plus ou moins rapidement, quand on s'éloigne de l'Afrique de l'Est vers l'Afrique de l'Ouest. La limite nord de cet ensemble serait constituée par les frontières nord du Sénégal, du Mali, du Niger, du Nigéria, du Tchad et la zone tropicale du sud de l'Égypte. La zone côtière forestière, s'étendant de la Gambie au Congo est relativement pauvre en espèces du genre *Acacia*, alors que la zone de savanes, plus au nord du Sénégal, à la République Centrafricaine, le grand nord du Cameroun est nettement plus riche. Ce genre se trouve aussi dans les savanes d'Éthiopie et de Madagascar. Les points noirs sur la carte d'Afrique suivante nous présentent quelques endroits où on rencontre les espèces du genre *Acacia* (**Orwa et al., 2009 ; Noumi, 2010**).

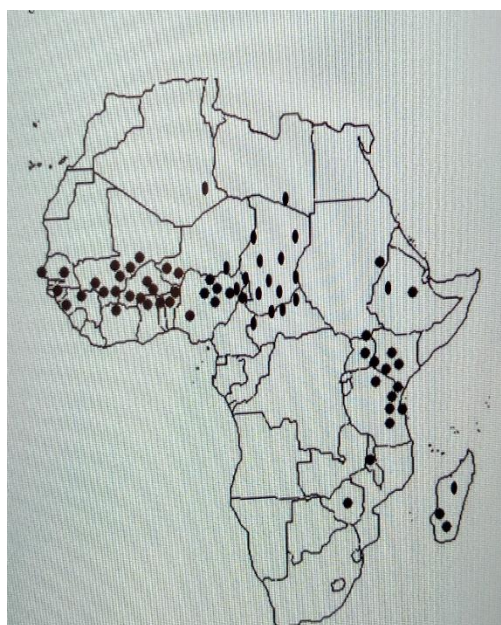


Figure 1: Répartition géographique des *Acacia* en Afrique (**Noumi, 2010**).

Au Cameroun, le genre *Acacia* est présent dans la partie aride du grand nord. Le Tableau I présente quelques espèces du genre *Acacia* que l'on trouve au Cameroun.

Tableau I : Répartition géographique de quelques espèces du genre *Acacia* dans le grand nord (Jiagho et al., 2017).

Espèces	Répartition géographique
<i>Acacia hockii</i> De wild	Waza, Guider, Kaélé, Kakala, Golombé, Tchatibali
<i>Acacia macrothyrsa</i> Harms	Waza, Guéréme, Tchatibali, Golombé, Yagoua
<i>Acacia nilotica</i> Wild.	Figuil, Guider, Maroua, Waza, koussérie, Yagoua, Kaélé
<i>Acacia polyacantha</i> Wild.	Kaélé, Guider, Maroua, Garoua, Golombé, Yagoua
<i>Acacia senegal</i> (L.) Wild.	Kousserie, Waza, Yagoua, Kaélé, Koussérie
<i>Acacia seyal</i> Del. Var.	Sorael, Baïla, Waza, Moutourwa, Yagoua, Kaélé, Guider, Koussérie, Maroua, Garoua
<i>Acacia albida</i> Del.	Baïla, Waza, Kaélé, Hina, Maroua, Garoua, Guider, Sorawel, Figuil, Moutourwa, Yagoua, Moumour
<i>Acacia sieberiana</i>	Baïla, Kaélé, Maroua, Figuil, Garoua, Yagoua, Moumour
<i>Acacia ataxacantha</i>	Kaélé, Waza, Maroua, Moumour, Yagoua, Guider, Baïla, Figuil

I. 3. DESCRIPTION DE L'ESPECE ACACIA SEYAL

Acacia seyal est un arbuste pouvant atteindre 9 m de haut avec une couronne habituellement aplatie. L'écorce du tronc est poudreuse, blanche à jaune verdâtre ou rouge orangé au Soudan (Orwa et al., 2009). Les épines atteignent 8 cm de long et sont majoritairement situées sur les tiges secondaires. Les feuilles portent 10 à 16 paires de folioles. La floraison est jaune vive avec une forte odeur épicée et son fruit est une gousse qui s'ouvre naturellement une fois à maturité (Orwa et al., 2009).

Acacia seyal se retrouve quasi exclusivement dans l'Afrique tropicale, du Sénégal au Soudan et d'Egypte au Mozambique (Orwa et al., 2009). C'est un arbre qui pousse dans les oueds ou cours d'eau, dans les déserts subtropicaux et tropicaux, et dans les zones forestières très sèches.



Figure 2 : Ecorce d'*Acacia seyal*



Figure 3 : Feuilles d'*Acacia seyal*

I.4. QUELQUES USAGES DES ESPECES DU GENRE ACACIA

Le genre *Acacia* comme la majeure partie des genres de la grande famille des Légumineuses est dans son ensemble d'une importance économique remarquable. Originnaire d'Afrique, de Chine, d'Indonésie, d'Europe, d'Amérique du Sud, une revue de la littérature a révélé que certaines plantes

appartenant au genre *Acacia* présentent une importance sur les plans alimentaire, industrielle et médicinale (**AgroBio, 2012**).

❖ *Sur le plan alimentaire*

Les graines de certains *Acacia* jouent un rôle considérable dans l'alimentation humaine. C'est le cas des graines d'*Acacia macrostachya* qui sont largement consommées cuites. Les graines d'*Acacia nilotica* sont généralement consommées en mélange de mil sous forme de bouillie lactée (**Guinko et al., 1990**).

❖ *Sur le plan industriel*

Les *Acacia* sont à la base de la production de la gomme arabique qui possède un intérêt économique réel. C'est une substance visqueuse exsudant du tronc des arbres, qui est utilisée dans les industries textiles, pharmaceutiques, minières, alimentaires, cosmétiques. On distingue *Acacia Sénégal* et *Acacia nilotica* qui produisent des gommes de meilleure qualité qualifiée de gomme dure. Au Soudan, Sénégal, Mali, Nigéria, Niger, Tchad, Mauritanie, Tanzanie. *Acacia Sénégal* constitue la principale espèce productrice de gomme arabique car sa production représente 90% de la production commercialisée.

Les gousses sèches des trois variétés *Acacia nilotica* (*adansonii*, *nilotica* et *tonzentosa*) sont très utilisées par les cordonniers dans le tannage des peaux. Elles font l'objet d'un commerce interne entre le Sahel et la zone soudanienne (**Wara, 1979**).

Acacia raddiana est largement utilisé par les populations locales de la région saharienne (Mali, Niger, Burkina-Faso) comme le fourrage (le foin) et son bois produit du bon charbon en raison de son pouvoir calorifique élevé. Cette plante joue donc un rôle important dans l'économie rurale (**Orwa et al., 2009**).

❖ *Sur le plan médicinal*

Les études montrent que les espèces du genre *Acacia* sont très sollicitées en médecine traditionnelle Africaine. C'est ainsi que les racines, les feuilles et les branches d'*Acacia seyal* sont utilisées par la population rurale soudanaise pour lutter contre la tuberculose, la lèpre, la toux, la dysenterie et le cancer. La décoction de ses écorces est employée contre la diarrhée, l'hémorroïde (**Mekbib, 2007; El-Hallouty et al., 2015**).

Les écorces d'*Acacia tortilis* sont utilisées en médecine traditionnelle pour traiter la dysenterie, la diarrhée, la toux, l'inflammation intestinale, l'irritation gastrique, la tuberculose, l'hémorragie et pour soulager les douleurs de la brûlure (**Mekbib, 2007; El-Hallouty et al., 2015**).

Acacia nilotica est utilisé contre les troubles digestifs, la syphilis, le choléra, la dysenterie et la lèpre (Das *et al.*, 1983 ; Katewa *et al.*, 2004). Ses racines sont utilisées en médecines traditionnelles indienne et Camerounaise (Tonga) pour le traitement de la malaria, du mal de gorge, du mal de dents. Elles sont également employées pour traiter la tuberculose (Jain *et al.*, 2005 ; Kubmarawa *et al.*, 2007 ; Fagg, 2001). En Afrique et en Italie, ses tiges sont employées pour traiter la varicelle (Fagg, 2001). En Afrique de l'Ouest, ses écorces sont employées pour le traitement des cancers et/ou des tumeurs (d'oreilles, yeux ou testicules) (Rajvaidhya *et al.*, 2012). La pâte de ses feuilles fraîches est appliquée sur le front contre les maux de tête (Satish et Kelkar, 2012). Ses feuilles sont aussi employées pour traiter des ulcères (Satish et Kelkar, 2012). Au Liban, sa résine est mélangée aux fleurs pour traiter la typhoïde. La décoction de ses écorces est consommée pour traiter la bronchite et la poudre sèche d'écorce est prise oralement avec de l'eau pour soigner le diabète (Satish et Kelkar, 2012). Les graines d'*Acacia catechu* sont utilisées pour le traitement du mal d'estomac, de la diarrhée, des taches sur la peau. Ses écorces sont utilisées contre les règles douloureuses. La décoction de ses feuilles est employée contre la dysenterie et la gonorrhée et, sa gomme est utilisée pour soigner l'asthme et le cancer (Das *et al.*, 1983 ; Katewa *et al.*, 2004). En Australie elle est utilisées contre la toux, ses feuilles mâchées soignent la dysenterie et la cendre de son bois est utilisée comme antiseptique (Kjaerstad *et al.*, 2010)

I.5. ACTIVITES BIOLOGIQUES DES EXTRAITS DE QUELQUES ACACIA

Le genre *Acacia* a fait l'objet de nombreux travaux scientifiques mettant en évidence des activités très variées. La majorité d'entre elles concernent surtout des effets cytotoxiques, antimicrobiens, antidiurétiques, antioxydants, anti-inflammatoires, antiviraux, etc. Le Tableau II présente les résultats de quelques tests d'activités biologiques réalisés sur les extraits de quelques espèces d'*Acacia*.

Tableau II : Activités biologiques des extraits de quelques espèces d'*Acacia*

Plantes	Partie utilisée	Extraits	Activités présentées	Références
<i>A. nilotica</i>	Racines	Extrait au méthanol	Activités antihelminthique et analgésique	(Malviya et al., 2011)
<i>A. catechu</i>	Ecorces	Extrait au méthanol	Activité antibactérienne	
<i>A. arabica</i>	Fruits	Extrait au méthanol	Activités antihelminthique et analgésique	(Bachaya et al., 2009)
<i>A. polyacantha</i>	Ecorces	Extrait au méthanol	Activité antidiabétique	(Okpanachi et al., 2010)
<i>A. seyal</i>	Feuilles	Extrait au méthanol	Activités antimicrobienne et anticancéreuse	(Mekbib, 2007; El-Hallouty et al., 2015)
<i>A. sieberiana</i>	Feuilles	Extrait à l'éthanol	Activité anti-inflammatoire	(Wallace, 2002)
<i>A. confusa</i>	Bois	Extrait à l'éthanol	Activité inhibitrice	(Jyh-Horng et al., 2008)
<i>A. podalyriifolia</i>	Fleurs	Extrait à l'acétate d'éthyle	Activités antibactérienne et antioxydante	Andrade et al., 2005

I.6. TRAVAUX CHIMIQUES ANTERIEURS SUR LE GENRE ACACIA

Les plantes du genre *Acacia*, en plus d'être largement utilisées en médecine traditionnelle pour le traitement de plusieurs maladies, ont fait l'objet de plusieurs travaux phytochimiques. La littérature disponible à cet effet indique plusieurs classes de métabolites secondaires isolées des différentes parties des plantes du genre *Acacia* au rang desquelles les alcaloïdes, les acides gras, les triterpènes, les saponines, Les cyclitols et les flavonoïdes.

I.6.1. ALCALOÏDES

Un alcaloïde est un composé organique naturel (le plus souvent d'origine végétale), hétérocyclique avec l'azote comme hétéroatome, de structure moléculaire complexe plus ou moins basique et doué de propriété physiologique prononcées même à faible dose (Kone, 2009). Ainsi, on divise les alcaloïdes en trois groupes : les alcaloïdes vrais, les proto-alcaloïdes, et les pseudo-alcaloïdes.

❖ Les alcaloïdes vrais

Ils représentent le plus grand nombre d'alcaloïdes, sont toxiques et disposent d'un large spectre d'activités biologiques importantes. Ils dérivent des acides aminés. Ces substances sont douées d'une

activité biologique à faible dose. Ils sont présents dans les plantes, soit sous forme libre, soit sous forme de sel, soit comme N – oxyde (**Bruneton, 1993 ; Kone, 2009**)

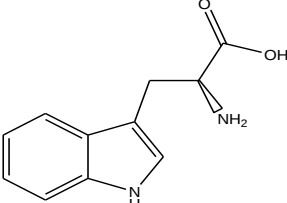
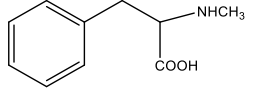
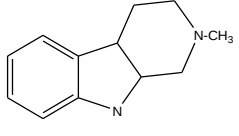
❖ *Les pseudo-alcaloïdes*

Ils présentent le plus souvent toutes les caractéristiques des alcaloïdes vrais, mais ne sont pas des dérivés des acides aminés. Les alcaloïdes stéroïdiques et les purines sont les représentants principaux de cette classe d'alcaloïdes (**Bruneton, 1993 ; Kone, 2009**)

❖ *Les proto-alcaloïdes*

Ce sont des amines simples dont l'azote n'est pas inclus dans un système hétérocyclique ; ils ont un caractère basique et sont élaborés in vivo à partir des acides aminés. Ils sont souvent appelés (amines biologiques) et sont solubles dans l'eau (**Bruneton, 1993 ; Kone, 2009**). Le Tableau III regroupe quelques alcaloïdes isolés du genre *Acacia*.

Tableau III : Quelques alcaloïdes isolés du genre *Acacia*

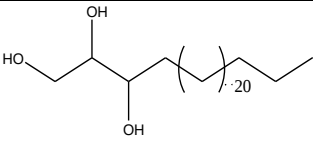
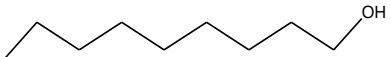
Structures	Noms	Sources	Références
 (1)	Tryptophane	Graines d' <i>Acacia nilotica</i>	Malviya et al., 2011
 (2)	N-méthylphenylamine	Ecorce d' <i>Acacia sieberina</i>	Seigler, 2003
 (3)	N-méthyl-1,2,3,4-tetrahydro –β- carboline	Graines d' <i>Acacia simplicifolia</i>	Seigler, 2003

Les alcaloïdes en tant que métabolite secondaire jouent un rôle écologique de défense contre des herbivores, ils trouvent cependant plusieurs applications pharmaceutiques chez l'homme. En effet, les alcaloïdes sont des substances particulièrement utilisées pour leurs activités pharmacologiques (**Bruneton, 1993**).

I.6.2. ACIDES GRAS

Ce sont des composés à chaînes hydrocarbonées non ramifiées, saturées ou non, presque tous de configuration cis, parmi les C16, C18, C20 et C22 rencontrés. Le Tableau IV regroupe quelques acides gras isolés du genre *Acacia*.

Tableau IV : Quelques acides gras isolés du genre *Acacia*

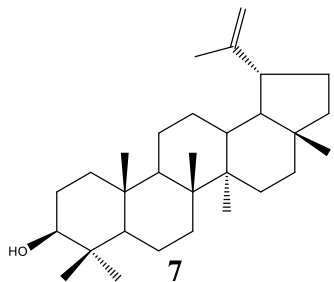
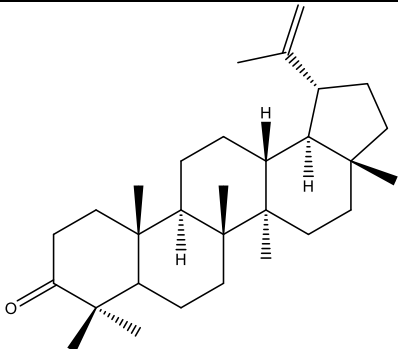
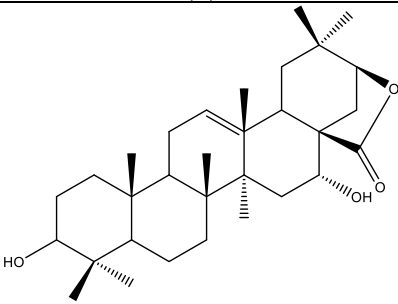
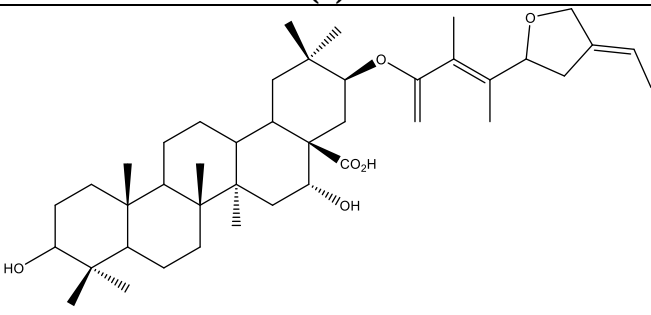
Structures	Noms	Source	Références
 (4)	Heptocosam-1,2,3,-triol	Bois <i>A nilotica</i>	Chaubal et al., 2006
 (5)	N-octacosanol	Bois <i>A raddiana</i>	Singh et Bhargava, 2013
 (6)	Triacontane	Bois <i>A raddiana</i>	Singh et Bhargava, 2013

Les acides gras sont une bonne source d'énergie, car ils possèdent les liaisons riches en énergie. Quand celles –ci sont rompues par action enzymatique, cela libère de l'énergie qui est alors disponible pour les cellules. Les acides gras ont un rôle structural dans la membrane cellulaire car ils sont incorporés en position 2 dans les phospholipides membranaires. Ils permettent d'assurer la fluidité membranaire et de maintenir l'équilibre entre les échanges externes et internes de la cellule **Singh et Bhargava, 2013**.

I.6.3. TRITERPENES

Les triterpénoïdes pentacycliques sont classés dans plusieurs groupes structuraux (**Mahato et Kundu, 1994**). Généralement hydroxylés sur le carbone C-3, ils peuvent aussi porter dans la molécule d'autres fonctions qui peuvent servir des points d'attaches de l'aglycone aux parties osidiques (**Mahato et al., 1992**). Généralement formés de cycles notés A, B, C, D et E, certains groupes sont constitués de cinq cycles à six atomes de carbones chacun, d'autres ont des cycles à cinq ou à sept atomes de carbone dans leur squelette (**Mahato et Kundu, 1994**). Le Tableau V donne les structures de quelques triterpènes pentacycliques.

Tableau V : Triterpènes pentacycliques isolés du genre *Acacia* **Jangade et al.,2014**

Noms	Structures	Sources	références
Lupéol	 7	Feuilles <i>A. nilotica</i>	Jangade et al.,2014
Lupenone	 (8)	Ecorces de <i>A. nilotica</i>	Ahmadu et al., 2010
Sapogenine-B	 (9)	Gousse de <i>A. sinuata</i>	Seigler.,2003
Acacigenin-B	 (10)		

I.6.4. SAPONINES

Les saponines sont une classe bien spécifique des métabolites secondaires hétérosidiques, très souvent retrouvées dans le règne végétal en particulier chez les dicotylédones (racines, fruits, écorces, tiges, feuilles ou graines) (**Sparg et al., 2004**). Celles-ci sont également synthétisées par certains organismes vivants d'origine animale et même marine où elles auraient un rôle de défense contre les agents pathogènes extérieurs (champignons, bactéries, insectes). Elles se composent d'une partie

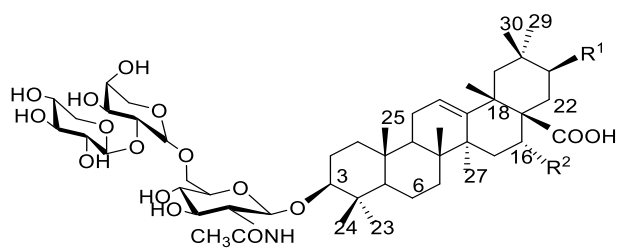
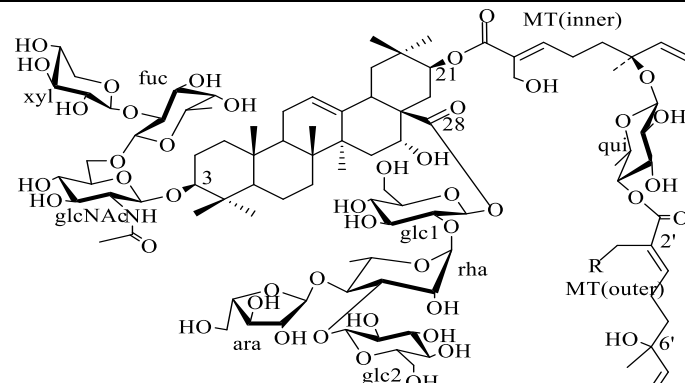
lipophile : la génine (ou aglycone) non polaire qui est lié à un ou plusieurs sucres encore appelé(s) partie hydrophile osidique (**Hostettmann et al., 1999**).

Prenant leur origine du latin "sapo" signifiant "savon" en raison de leurs propriétés moussantes en présence d'eau (**Vincken et al., 2007**), les saponines ont une structure formée de deux parties, une partie osidique formée d'oligosaccharides linéaires ou ramifiés contenant une à douze unités osidiques. La seconde partie qui détermine l'effet thérapeutique, permet de connaître à quel groupe appartient une saponine selon la nature de leur génine qui peut être soit triterpénique, soit stéroïdique dérivant tous deux synthétiquement de l'oxyde de squalène. Les saponines monodesmosidiques portent une seule chaîne osidique alors que celle portant deux chaînes osidiques sont dites saponines bidesmosidiques. l'évolution de la science, des nouvelles techniques chromatographiques et des techniques d'analyse ont vu le jour, permettant ainsi d'améliorer la recherche en phytochimie, ce qui a été mis en évidence des saponosides tridesmosidiques (trois chaînes) ou tétradesmosidiques (quatre chaînes) (**Kaipnazarov T.N et al., 2004**).

La partie osidique est liée à la partie triterpénique ou stéroïdique soit par une fonction ester, et/ou par une fonction éther, ou les deux à la fois. La partie osidique d'un bon nombre de saponines et même les fonctions hydroxyles libres des génines peuvent être substituées par certains acides aromatiques ou aliphatiques.

Quelques saponines isolées du genre *Acacia* sont présentés dans le Tableau VI.

Tableau VI : Quelques saponines isolées du genre *Acacia*

Noms	Structures	Sources	Références
Albiziatrioside A ($R_1=H$ et $R_2=H$) Acacioside A ($R_1=H$ et $R_2=OH$) Acacioside B ($R_1=OCOCH=CHPh$ et $R_2=OH$)	 (11)	<i>Acacia tenuifolia</i>	Youngwan et al., 2002)
Avicin D ($R=OH$) Avicin G ($R=H$)	 (12)		

I.6.5. CYCLITOLS

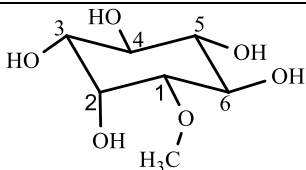
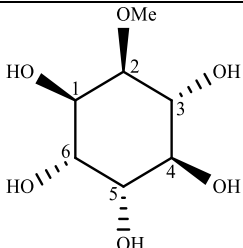
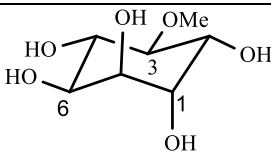
Par définition, les cyclitols sont des composés chimiques de type cycloalcane, dont au moins trois atomes de carbone du cycle sont porteurs d'un groupe hydroxyle (Al-Suod et al., 2016). Ils sont également appelés les polyols ou l'alcool de sucre, attirent l'attention puisqu'ils sont largement distribués dans le règne végétal et même dans d'autres cellules vivantes et affichent un large éventail d'activités biologiques telles antioxydantes, anticancéreuses, antidiabétiques et font aussi partie des osmoprotecteurs formés dans les plantes en réponse à un choc osmotique (Bialeski, 1994 ; Donahue et al., 2010 ; Loewus and Murthy, 2000 ; Merchant et al., 2006).

De nombreuses études récentes indiquent que le D-pinitol, 3- O –méthyl éther de D – *chiro* - inositol, possède un large spectre d'applications pharmacologiques. Il a été trouvé dans les plantes de *Pinaceae* et dans la famille des légumineuses. En particulier le soja qui contient en quantité élevée environ 1% du poids sec du tourteau de soja.

Les études antérieures ont démontré que le D-pinitol possède des propriétés analogues à l'insuline et peut être utile dans le traitement du diabète en réduisant le taux de glucose du sang chez la souris (Bates et al., 2000), le rat (Kim et al., 2005) et l' homme (Hernández-Mijares et al., 2013) et la capacité des *myo* inositol et D – *chiro* inositol à agir comme un nouveau médicament insulino-sensibilisant pour améliorer le taux d'ovulation ou améliorer la fertilité chez les femmes atteintes du syndrome des ovaires polykystiques (Costantino et al., 2009).

Quelques cyclitols isolés des familles de légumineuse sont présentés dans le Tableau VII.

Tableau VII : Cyclitols isolés des légumineuses

Structures et noms	Origine	Références
 D-(-)-bormesitol (1D-1-O-methyl-myoinositol) (13)	Graines de <i>Lathyrus odoratus</i>	(Obendorf et al., 2005)
 L-quebrachitol (14)	<i>Allophylus edulis</i>	(Jiang et al., 2014)
 3-O-methyl-chiro-inositol. (15)	Feuilles de <i>Aptenia cordifolia</i> ,	(DellaGreca et al., 2007)

1.6.6. FLAVONOÏDES

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques très largement distribués dans le règne végétal présents dans les plantes sous forme de mélange complexe de composés (Tsimogiannis et al., 2007), les flavonoïdes sont des substances généralement colorées répandus chez les végétaux. Ce sont des pigments responsables de la coloration des fleurs, des fruits et des feuilles (Mills and Bone, 2013). Ils sont universellement présents dans la cuticule foliaire et dans les cellules épidermiques des feuilles, et sont susceptibles d'assurer la protection des tissus contre les effets nocifs du rayonnement UV. Ils font partie de la classe des polyphénols, principaux métabolites secondaires des plantes. A l'état naturel les flavonoïdes se trouvent le plus souvent sous forme d'hétérosides (Bruneton, 1999). Du point de vue structurale, les flavonoïdes se répartissent en plusieurs classe de molécules. En effet plus de 6400 structures ont déjà été identifiées (Harborne and willams, 2000)

1.6.6.1. STRUCTURE ET CLASSIFICATION DES FLAVONOÏDES

Les flavonoïdes sont des dérivés du benzo-γ-pyrane (Rasha et al., 2016). Leur structure de base est celle du diphyllpropane à 15 atomes de carbone (C6- C3-C6), constitué de deux noyaux

aromatiques qui sont désignés par les lettres A et B, reliés par un hétérocycle oxygéné, qui porte la lettre C (**Ferreira et al., 2012 et Mierzaiak et al., 2014**). Les flavonoïdes peuvent être subdivisés en différents sous - groupes en fonction des carbones du cycle C sur lequel le cycle B est attaché et le degré d'insaturation et d'oxydation du cycle C. Les flavonoïdes dans lesquels l'anneau B est lié en position 3 à l'anneau C sont appelées isoflavones. Ceux dont le cycle B est lié en position 4 sont appelées néo flavonoïdes, tandis que ceux dans lesquels l'anneau B est lié en position 2 peuvent être subdivisé en plusieurs sous -groupes sur la base des caractéristiques structurales du cycle C. ces sous-groupes sont les flavones, les flavonols, les flavanones, les flavanonols, les flavanols, les anthocyanes et les chalcones (**panche et al., 2016**).

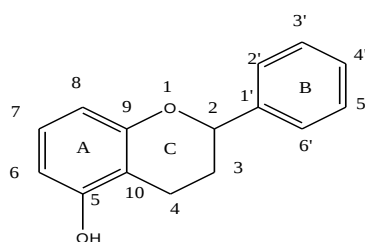


Figure 4 : Structure de base des flavonoïdes

Les flavonoïdes sont présents dans presque tous les organes de la plante et jouent un rôle important dans le système de défense comme antioxydants. Ces métabolites secondaires sont connus pour leurs diverses propriétés biologiques telles que les propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires, anti-bactériennes, anti-tumorales, antivirales et antiallergiques (**Andersson et al., 1996**).

1.6.6.2. BIOSYNTHESE DES FLAVONOIDES

Le mécanisme biogénétique qui conduit à la formation du squelette de base des flavonoïdes a été élucidé par plusieurs chercheurs. Ce squelette qui présente l'enchaînement $\text{Ar-C}_1\text{-C}_2\text{-C}_3\text{-Ar'}$ ou $\text{Ar-C}_1\text{-}\overset{\text{C}_3}{\text{C}_2}\text{-Ar}$ a une origine mixte. Il a longtemps été présenté comme provenant de la condensation de l'unité Ar-C-C-C avec trois unités d'acétyl CoA (**Schéma 1**). L'unité Ar-C-C-C dérive de l'acide cinnamique qui provient de la conversion de la phénylalanine grâce à l'enzyme phénylalanine ammonialyase. La première classe qu'on obtient est celle des chalcones qui se cyclise en flavanone. Par la suite, le squelette de base transposé ou non peut être métabolisé en différentes classes de flavonoïdes : aurone (jaune), 2,3-dihydroflavonol ou flavanonol, flavone (ivoire), anthocyanidine (rouge-bleu), flavonol (jaune), catéchine. Par des modifications supplémentaires à plusieurs étapes, résultant de l'oxydation, de la réduction, de l'hydroxylation, de la méthylation, de la prénylation, etc. (**Harbone et Williams, 2000**)

Les composés de chaque sous-classe se distinguent par le nombre, la position et la nature des substituants (groupements hydroxyles, méthoxyles, prényles et autres) sur les deux cycles aromatiques A et B et la chaîne en C3 intermédiaire.

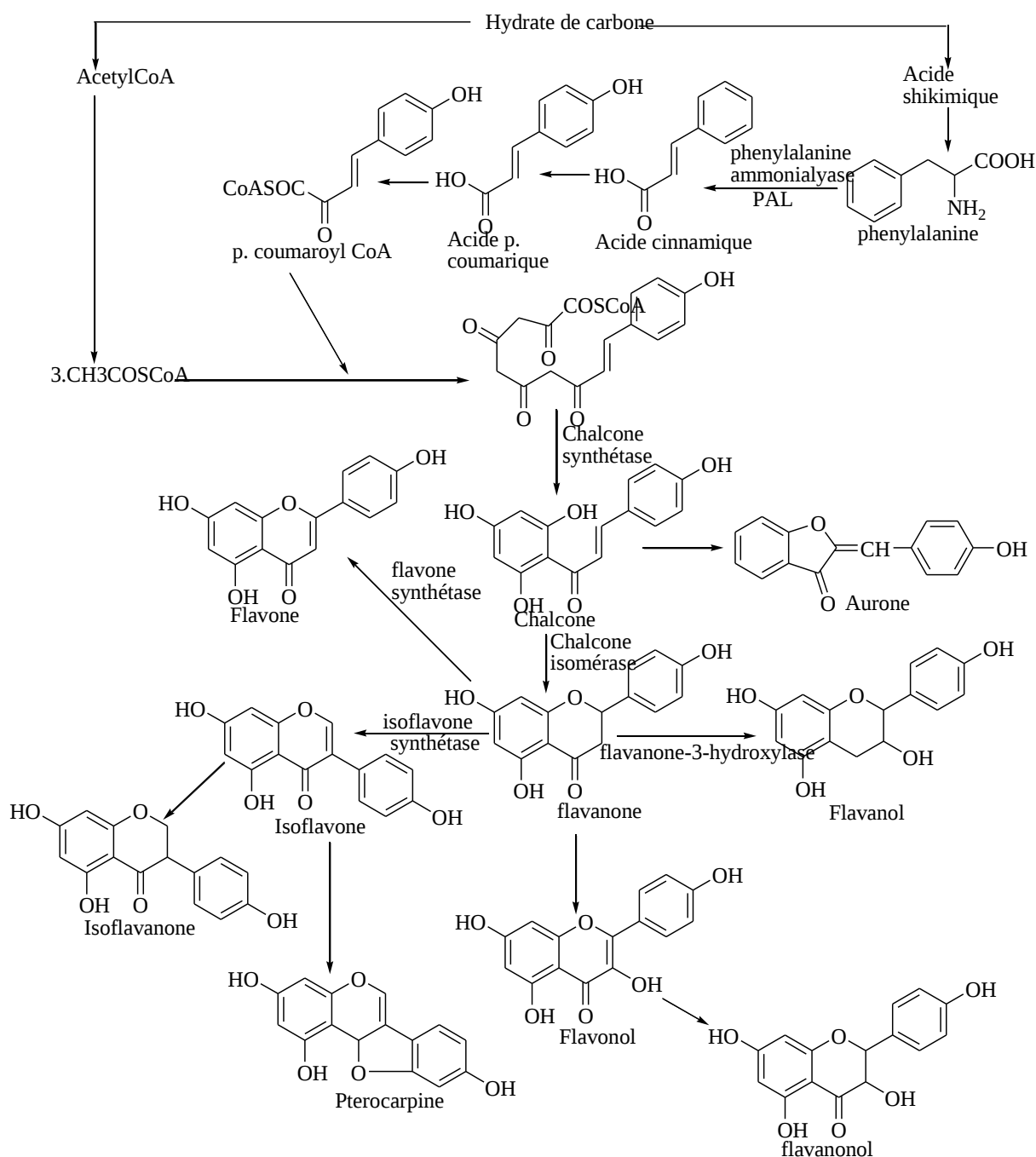


Schéma 1 : Voie de biosynthèse générale des squelettes de base des différentes classes de flavonoïdes (Harbone et williams, 2000).

I.7. DETERMINATION STRUCTURALE DES FLAVONOÏDES

L'ultraviolet (UV), la résonance magnétique nucléaire 1D (RMN ¹H et ¹³C) et 2D (COSY, HSQC, HMBC, TOCSY, NOESY) ainsi que la spectrométrie de masse (MS), font partie des méthodes physico-chimiques couramment utilisées dans l'élucidation de structure des flavonoïdes.

❖ La spectrométrie de masse

La spectrométrie de masse dans la détermination de la structure des flavonoïdes, a l'avantage sur les autres techniques dans la mesure où elle nécessite très peu de produit pour l'analyse. La technique a été très largement décrite (Markam *et al.*, 1975 et Pelter *et al.*, 1965).

Le spectre de masse d'un flavonoïde nous donne les informations suivantes ;
La masse moléculaire du composé ; la distribution des substituants sur les cycles A, B et C.
Les ions fragments importants résultent généralement d'une rupture de type retro Diels –Alder

❖ Spectroscopie ultra-violet (UV)

Les flavonoïdes sont considérés comme des pigments qui absorbent très fortement les radiations UV, par conséquent la spectroscopie visible reste un outil utilisé pour l'analyse structurale des flavonoïdes. Les flavones et flavonols sont caractérisés en majorité par deux bandes d'absorption majeures dans la région UV-Visible. Les flavones et les flavonols hautement oxygénés ont tendance à absorber vers les longueurs d'ondes les plus longues en entraînant un déplacement du spectre vers l'infrarouge. La méthylation ou la glycosylation des groupements hydroxyles des flavonoïdes résulte généralement d'un déplacement hypsochromique de la bande. Les spectres UV des flavonoïdes présentent deux bandes d'absorption principales dans la région 240-400 nm (Figure 5). La première bande (bande1) est située entre 300 et 395 nm et a été associée à l'absorbance de la partie cinnamoyle (cycle B) des flavonoïdes. La deuxième bande (entre 240 et 280) correspond à l'absorbance de la partie benzoyle des flavonoïdes ; c'est la bande II.

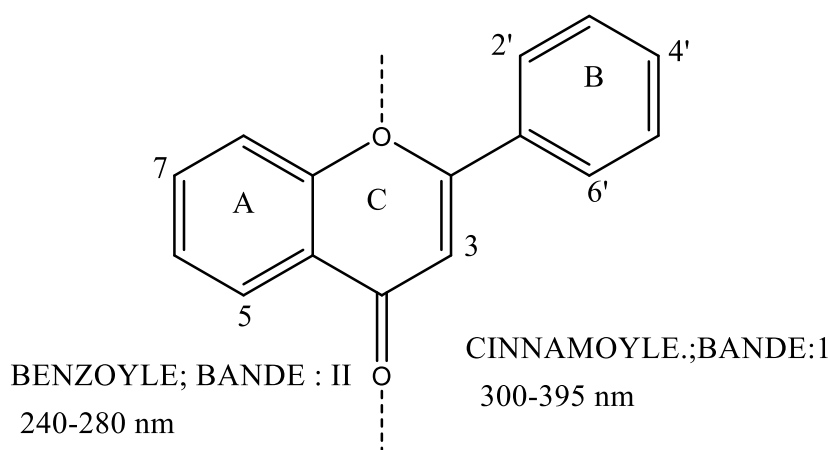


Figure 5 : Domaine d'absorption UV des flavonoïdes

Tableau VIII : Principales caractéristiques des spectres UV-visible des flavonoïdes (**Markham, 1982**).

Bande II	Bande I	Types de flavonoïdes
250 – 280	310 -350	Flavones
250 – 280	330 – 360	Flavonols substitué en C3
250 – 280	350 – 385	Flavonols
245 – 275	310 – 330	Isoflavones
275 – 295	(Épaulement pic à 320) 330 – 390 Epaulement	Isoflavones (5-desoxy-6 ,7-dioxygénés) Flavanones et tdihydroflavonols
230 – 270 Faible intensité	340 – 390	Chalcones
230 – 270	380 – 430	Aurones
270 – 280	465 – 560	Anthocyanes

❖ Spectroscopie Infrarouge (IR)

En général, le spectre infrarouge des flavonoïdes donne très peu d'informations comparées aux autres techniques spectrales. Il permet cependant de détecter les groupements hydroxyles (OH) autour de $3300\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$, la double liaison (C=C) $1700\text{--}1750\text{ cm}^{-1}$ et les carbonyles (C=O) entre $1615\text{--}1685\text{ cm}^{-1}$ (**Markham, 1982**). La position du OH sur la molécule détermine la fréquence et l'intensité de la bande correspondante. Plus ce groupement est impliqué dans les liaisons hydrogène intra ou intermoléculaires, plus la bande devient faible en intensité et apparaît à des nombres d'ondes faibles.

❖ Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

L'application des techniques de RMN 1D (^1H , ^{13}C , DEPT) et 2D (COSY, TOCSY, NOESY, HMBC, HSQC) permet de réaliser une élucidation structurale des flavonoïdes et d'assiéger complètement tous les carbones et protons de la molécule.

En général, le cycle A des flavonoïdes est hydroxylé en position 5 et 7. Les protons H-6 et H-8 apparaissent sous forme de doublets ($J = 2,5\text{ Hz}$) entre 5,7 et 6,5 ppm. Le signal du H-8 est toujours légèrement plus déblindé que celui du H-6. La présence d'une glycosylation en position 7 déplace les deux signaux d'environ + 0,2 ppm. Dans le DMSO, le déplacement chimique du proton de la fonction hydroxyle chélatée en 5 se situe entre 12 et 14 ppm, ce fort déblindage étant dû à une liaison hydrogène contractée avec la fonction carbonyle en position 4. Les protons du cycle B présentent habituellement des déplacements chimiques entre 6.5 et 8.1 ppm. Ces signaux peuvent apporter des informations sur le degré d'oxygénation du cycle B. Si le cycle B est oxygéné uniquement en position 4', on observera alors deux doublets ($J = 8,5\text{ Hz}$). Le doublet des protons équivalents H-3' et H-5' est toujours plus blindé (déplacement chimique compris entre 6,5 et 7,1 ppm) que celui des protons H-2' et H-6', quel que soit le type de flavonoïde. Par contre, le déplacement chimique du doublet associé aux protons H-2' et H-6' dépend du degré d'oxydation du cycle C. Le spectre de RMN des flavonoïdes oxygénés en position 3' et 4' est plus complexe car le cycle B comporte alors trois protons non-équivalents. Pour

les flavones et flavonols, le H-5' apparaît sous forme de doublets ($J=8,5$ Hz) entre 6,7 et 7,1 ppm, le H-6' sous forme de doublet dédoublé ($J = 2,5$ et $8,5$ Hz) et le H-2' sous forme de doublet ($J = 2,5$ Hz). Ces deux derniers ont souvent des déplacements chimiques proches voire identiques, entre 7,2 et 7,9 ppm. Dans le cas des flavonoïdes trihydroxylés sur le cycle B, les protons H-2' et H-6' sont magnétiquement équivalents. Il en résulte un unique singulet entre 6,5 et 7,5 ppm (Mabry et al., 1970). Certains déplacements chimiques sont caractéristiques du type de flavonoïdes étudié (Tableau IX). Par exemple, le proton H-2 d'une isoflavone apparaît sous forme de singulet entre 7,5 et 8,0 ppm, alors que le proton H-3 d'une flavone est en général plus blindé (environ 6,3 ppm). Le spectre de RMN ^1H des flavanones montre des signaux caractéristiques résultant des interactions entre H-2, H-3 *trans* et H-3 *cis*. Le proton H-2 apparaît comme un doublet dédoublé entre 5 et 6 ppm et les deux protons en position 3 apparaissent sous la forme d'un multiplet entre 2,5 et 3 ppm. La situation des dihydroflavonols est plus simple puisque seuls deux hydrogènes sont présents sur ces positions, chacun apparaissant sous la forme d'un doublet : H-2 à environ 5,2 ppm et H-3 à environ 4,2 ppm. Les protons des cycles A et B des aurones présentent des déplacements chimiques similaires à ceux des autres flavonoïdes. La seule différence provient du proton $=\text{C-H}$, résonnant entre 6,4 et 6,9 ppm. Sur le spectre de RMN ^1H des chalcones, les protons α et β de la double liaison apparaissent sous forme de doublets ($J=14-17$ Hz), respectivement entre 6,7 – 7,4 et 7,3 – 7,7 ppm. La RMN ^1H est aussi très utile dans la détermination des structures des flavonoïdes glycosylés. Par exemple, le proton anomérique du glucose a un déplacement chimique (environ 5,85 ppm) bien différent de celui du rhamnose (environ 4,2 ppm) Markham, 1982.

Tableau IX : Déplacements chimiques des différents types de protons présents dans les flavonoïdes (Markham, 1982).

^1H	δ , ppm
5-OH	12-14
Cycle B	6,5-8,1
Cycle A	5,7-6,9
H-4 anthocyanes	6,0-8,0
H-2 isoflavones	7,5-8
H-3 flavones	6,3 environ
H-2 flavanones	5,0-6,0
H-3 flavanones	2,5-3
Protons anomériques des sucres	4-6
Autres protons des sucres	3-4
Méthoxyles	3,5-4

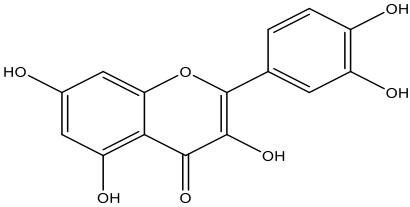
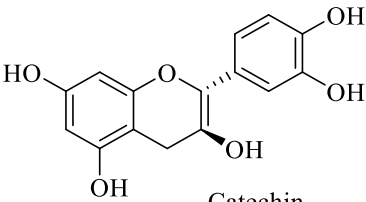
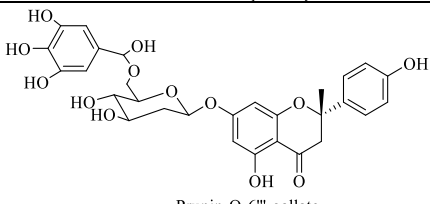
Le spectre de RMN ^{13}C des flavonoïdes est très utile dans leur détermination structurale. Les différents types de structures ne sont pas distinguables sur la base des déplacements chimiques des carbones aromatiques des cycles A et B. Par contre les déplacements chimiques des 3 carbones du cycle C sont souvent distinctifs.

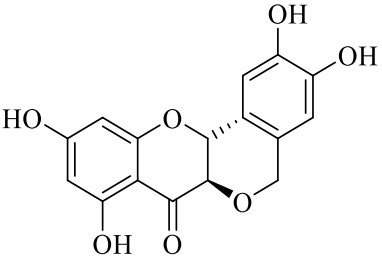
Le Tableau X résume les déplacements chimiques de ces 3 carbones pour les différents types structures.

Tableau X : Déplacements chimiques des atomes de carbone du cycle C des différents types des flavonoïdes (Heller et Forkman, 1988).

Type aglycone	C-2	C-3	>C=O
Chalcones	136,9-145,4 (C α)	116,6-128 (C β)	188,6-194
Flavanones	75,0-80,3	42,8-44,6	189,5-195,5
Flavones	160,5-165	103-111,8	176,3-184
Flavonols	145-150	136-139	172-177
Isoflavones	149,8-155,4	122,3-125,9	174,5-181
Aurones	146,1-147,7	111,6-111,9 (=CH)	182,5-182,7
Anthocyanes	155-168	136-158	135-144

Tableau XI : Flavonoïdes isolés des espèces du genre *Acacia*

Structures et noms	Espèces	Références
 QUERCETIN (16)	Fleurs <i>A. nilotica</i>	(Saleh et al., 2013)
 Catechin (17)		(Rather et al., 2015)
 Prunin-O-6''-gallate (18)	Fruits <i>A. farnesiana</i>	(Seigler, 2003)

 (+)-2,3-trans-crombeone (19)	Cœur du bois <i>A. carnei</i>	(Brandt et al., 1979)
--	--	---

CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSION

II.1. INVESTIGATION PHYTOCHIMIQUE DES ECORCES D'ACACIA SEYAL

Les écorces d'*Acacia seyal* ont été récoltées dans la région du Nord du Cameroun plus précisément dans la ville de Maroua en septembre 2023. Ces écorces ont été découpées, séchées à l'air libre puis broyées. La poudre obtenue (500 g) a subi trois (3) extractions au MeOH à température ambiante pendant 72 heures. Après filtration, le filtrat a été concentré à l'aide d'un évaporateur rotatif à l'issue duquel 15 g d'extrait brut de couleur rouge-orangé ont été obtenus. Cet extrait a subi une dissolution dans H₂O puis une extraction liquide-liquide à l'aide des solvants hexane et acétate d'éthyle pour donner des fractions à l'hexane (1,4 g) et à l'acétate d'éthyle (1 g) respectivement. La masse (1g) de l'extrait brut de la fraction à l'acétate d'éthyle a été fixée à une masse 10g de silice équivalente et avec lequel nous avons fait une CC. Pour l'élution, nous avons fait usage de cinq systèmes de solvants à savoir : Hex, Hex/AcOEt, AcOEt, AcOEt/MeOH, MeOH de polarités croissantes.

Au terme de notre processus nous avons isolé et purifié 3 composés indexés **ASE₁**, **ASE₂** et **ASE₃** à partir des techniques chromatographiques usuelles (CC, CCM). Le protocole récapitulatif est illustré par le Schéma 2 :

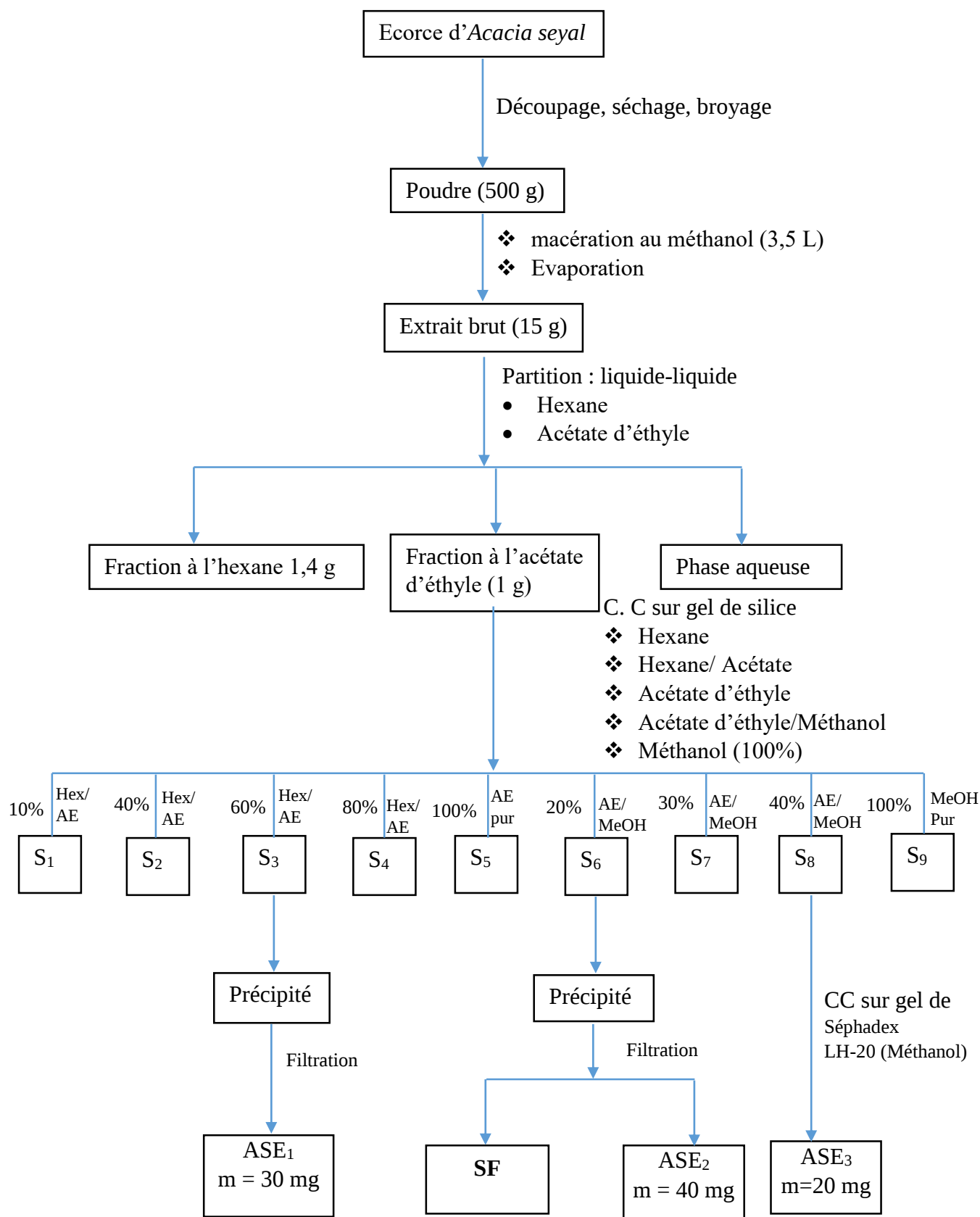


Schéma 2 : Protocole d'extraction de fractionnement et purification de l'extrait à l'acétate d'éthyle d'*Acacia seyal*

II.2. CARACTERISATION DES COMPOSES OBTENUS

Les produits isolés ont été caractérisés par les méthodes d'analyses spectroscopiques particulièrement, la RMN 1D (^1H et ^{13}C) et la RMN 2D (COSY ^1H - ^1H , HSQC et HMBC).

II.2.1. IDENTIFICATION DU COMPOSE ASE1

Le composé ASE₁ a été obtenu dans le système Hex/AcOEt (40/60). Il se présente sous forme de cristaux blancs solubles dans le DMSO. Il répond positivement au test au chlorure ferrique en donnant un complexe de coloration violette caractéristique des composés phénoliques et au test de Shinoda caractéristique des flavonoïdes. Et sa formule brute $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{O}_6$ a été déduite de l'analyse de ses spectres de RMN 1D et 2D, renfermant 11 degrés d'insaturations.

L'analyse de son spectre RMN ^1H révèle la présence d'un singulet d'un proton à δ_{H} 6,90 (1H, s) caractéristique du proton H-3 des flavones (**Mabry et al., 1970**). Le système AX de deux protons aromatiques méta-couplés à δ_{H} 6,20 (1H, d, 1,9 Hz) et 6,51 (1H, d, 1,9 Hz) attribuables aux protons H-6 et H-8 du cycle A des flavonoïdes. On observe également sur ce même spectre un système ABX de trois protons aromatiques à δ_{H} 6,94 (1H, d, 7,5 Hz) ; 7,57 (1H, dd, 1,9 ; 7,5 Hz) et 7,55 (1H, d, 1,9 Hz) caractéristiques d'un noyau aromatique B 1,3,4-trisubstitué des flavonoïdes. Le spectre de RMN ^1H nous montre un singulet fortement déblindé à 13,00 ppm (1H, OH) caractéristique du proton de l'hydroxyle chélaté en C-5. On observe également sur ce spectre un singulet de 3 protons δ_{H} 3,89 caractéristiques d'un méthoxyle aromatique.

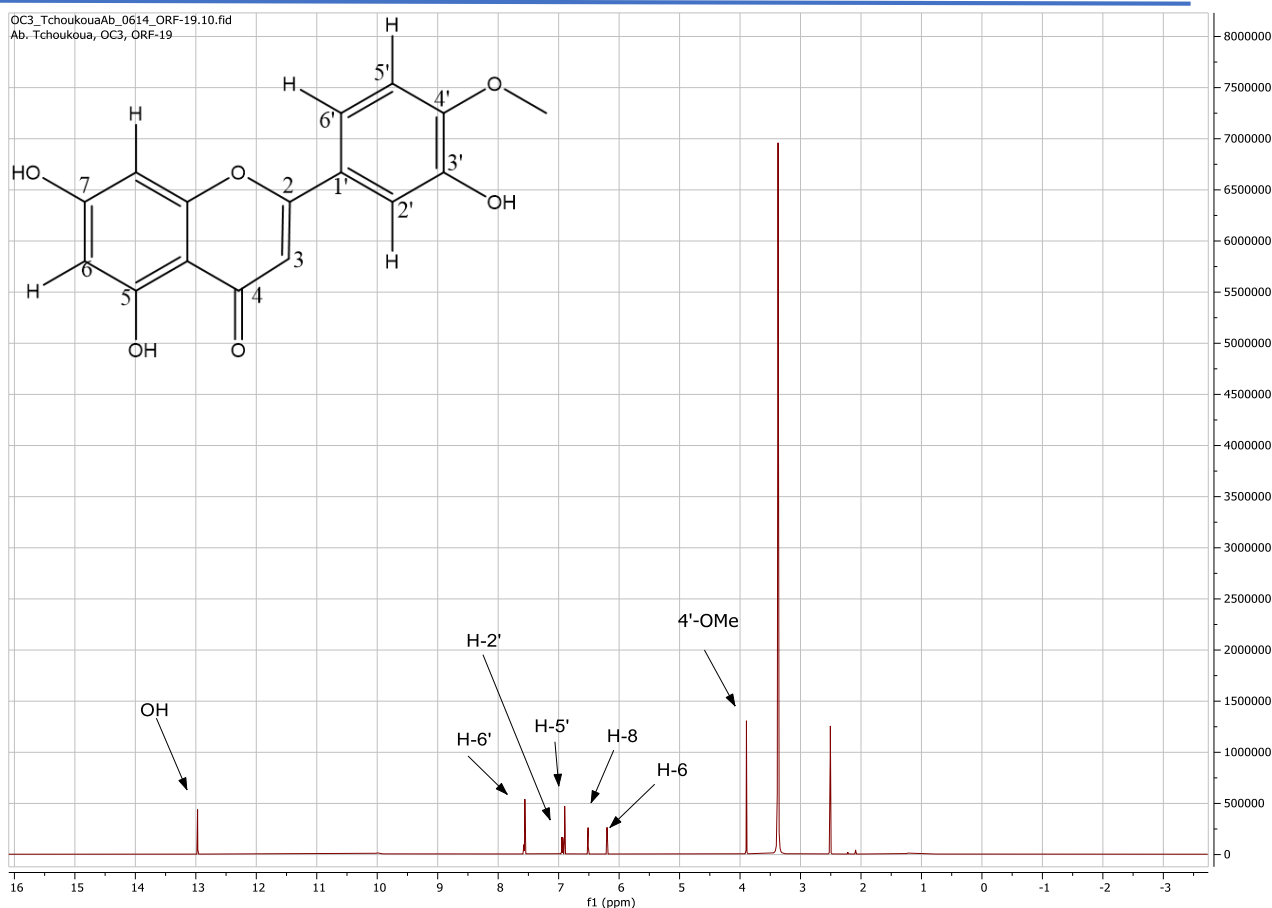


Figure 6 : Spectre RMN ^1H (500 MHz; DMSO- d_6) du composé ASE1

Son spectre de RMN ^{13}C complètement découplé présente 16 signaux tels qu'ils apparaissent dans la formule brute. L'analyse combinée des spectres RMN ^{13}C et HSQC permet de mettre en évidence 9 carbones quaternaires tous hybridés sp^2 parmi lesquels six oxygénés à 161,9 (C-5) ; 164,6 (C-7) ; 157,8 (C-8a) ; 182,1 (C-4) ; 151,2 (C-4') ; 148,5 (C-3') ; six carbones tertiaires à δ_{C} 99,3 (C-6) ; 94,5 (C-8) ; 103,7 (C-3) ; 116,2 (C-5') ; 120,8 (C-6') et 110,6 (C-2') et un méthoxyle à 56,4.

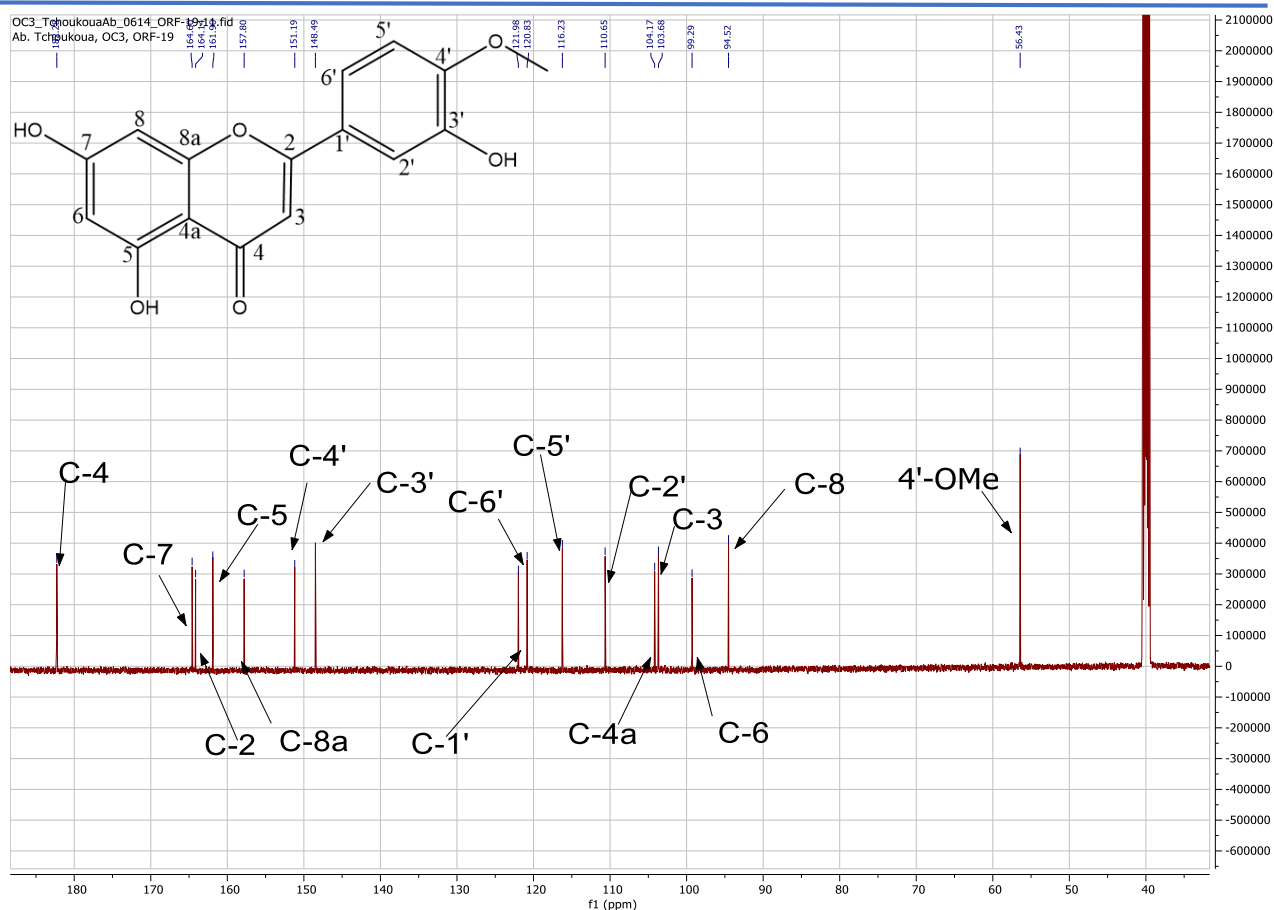


Figure 7 : Spectre RMN ^{13}C (125 MHz ; DMSO- d_6) du composé ASE1.

Le spectre COSY permet de montrer les corrélations proton – proton en ^3J , ^4J et même ^5J . on observe les corrélations entre δ_{H} 6,51 (H-8) et 6,20 (H-6) ; δ_{H} 6,94 (H-5') et 7,55 (H-2').

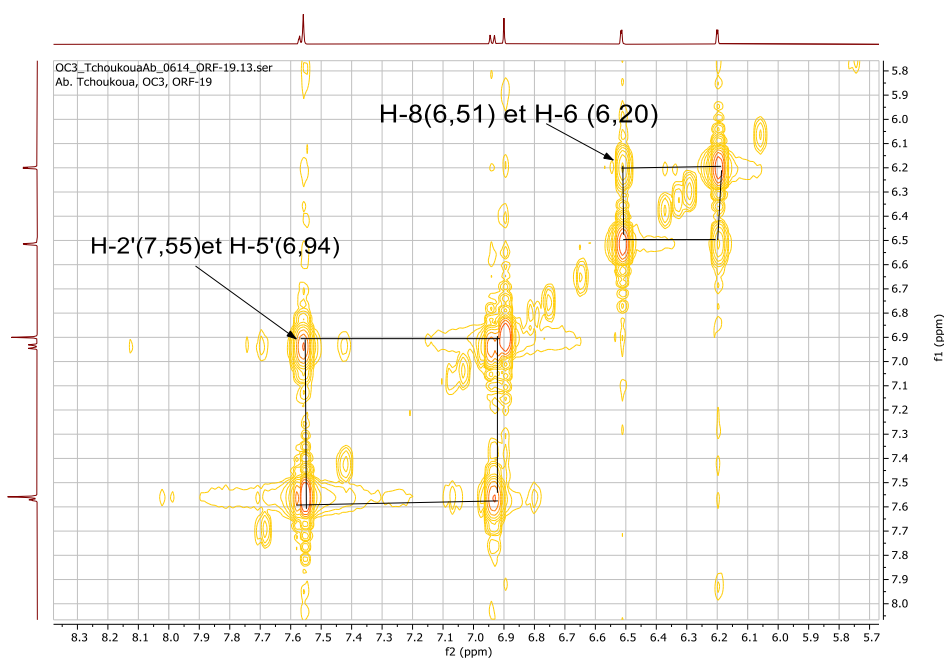
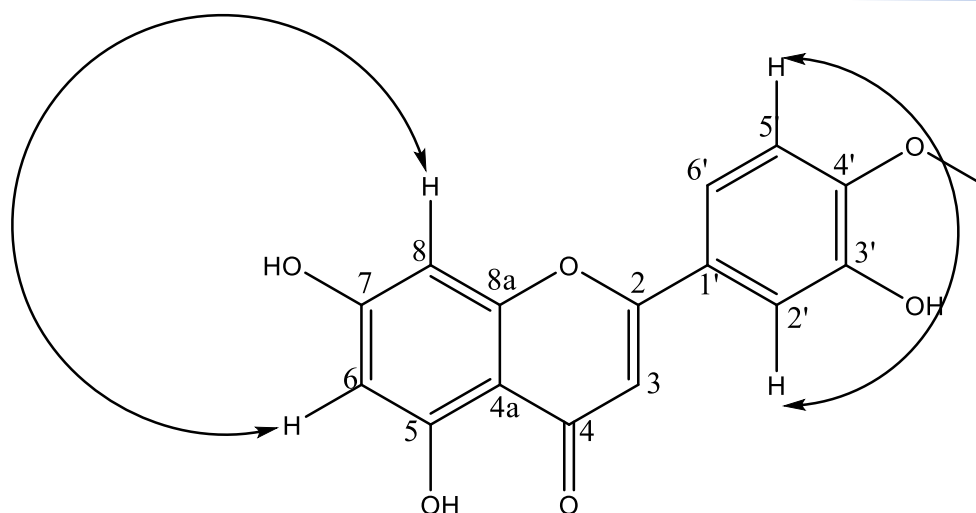


Figure 8 : Spectre COSY (500 MHz; DMSO- d_6) du composé ASE1



Le spectre HSQC enregistré dans le DMSO met en évidence le couplage entre le ^{13}C - ^1H qui lui est lié. Ainsi on observe que

Le proton à δ_{H} 6,94 (H-5') corrèle avec le carbone à δ_{C} 116,3 (C-5') ; le proton à δ_{H} 6,20 (H-6) corrèle avec le carbone à δ_{C} 99,3 (C-6) ; le proton à δ_{H} 6,90 (H-3) corrèle avec le carbone à δ_{C} 104,2 (C-3) ; le proton δ_{H} 3,89 (4'-OMe) à corrèle avec le carbone à δ_{C} 56,4 ('-OMe).

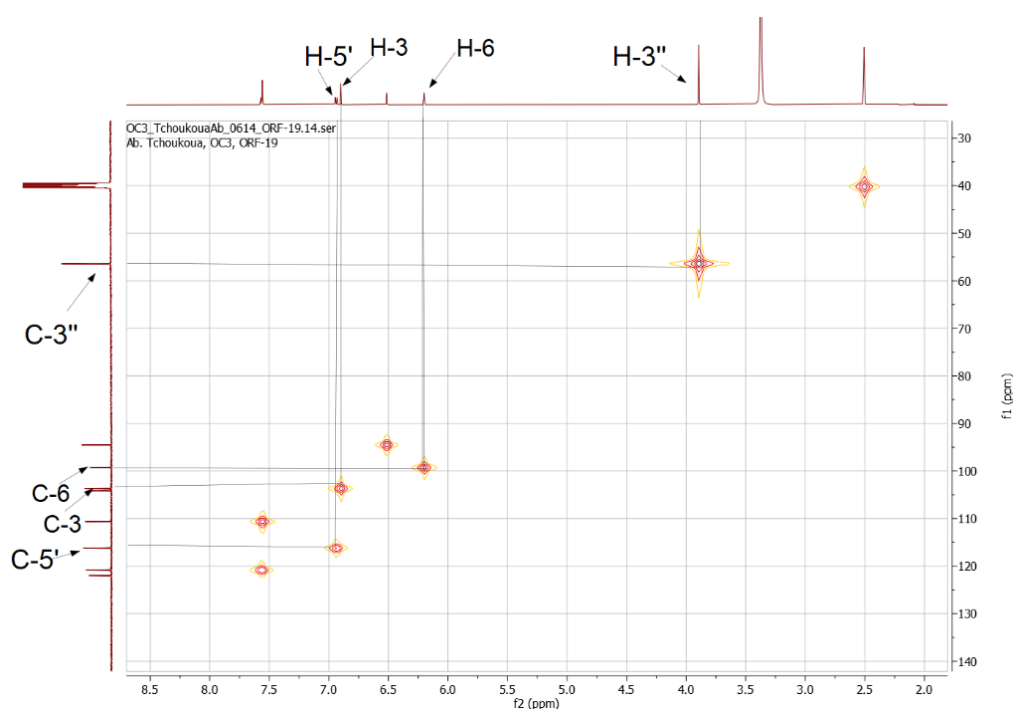
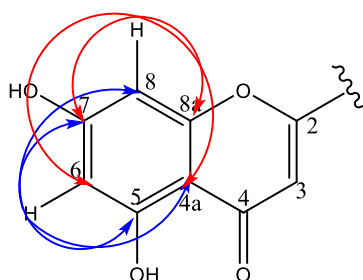


Figure 9 : Spectre HSQC (500 MHz; DMSO-d6) du composé ASE1

Le spectre HMBC qui montre les corrélations entre le proton et le carbone situés à trois liaisons (3J), parfois à quatre liaisons (4J) et quelques fois à deux liaisons (2J), nous a permis d'obtenir différentes sous-structures, celles-ci nous conduisant à une structure plus considérable

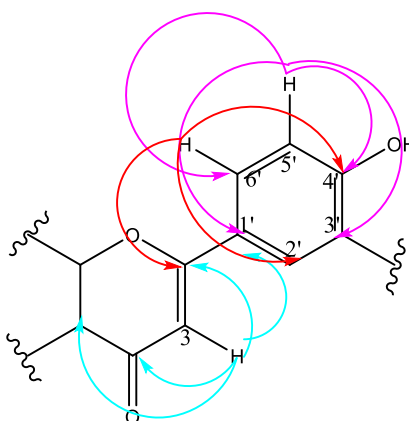
L'interprétation de ce spectre nous a permis d'observer un bon nombre de corrélations, que par la suite nous avons illustré sur des sous structures comme suit :

Sur ce spectre on observe d'une part les corrélations entre le proton à δ_H 6,20 (H-6) et les carbones à δ_C 164,7 (C-7); 94,5 (C-8); 161,9 (C-5) et 104,2(C-4a), les corrélations entre le proton à δ_H 6,51 (H-8) et les carbones à δ_C 99, 3 (C-6); 104,2 (C-4a); 164,7 (C-7) et 157,8 (C-8a) ce qui nous permet d'avoir la sous-structure (a) suivante :



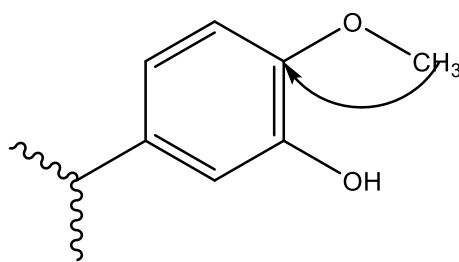
sous-structure a

d'autre part, les corrélations entre le proton à δ_H 6,94 (H-5') et les carbones à δ_C 122,0 (C-1'); 120,7 (C-6') ; 148,5 (C-3') et le δ_C 151,2(C-4') les corrélations entre le proton à δ_H 7,57 (H-6') et les carbones à δ_C 151,2 (C-4'); 120,8 (C-6'); 164,1(C-2);120,8 (C-6') ; le proton à δ_H 6,90 (H-3) et les carbones δ_C 182,1(C-4) ; 164,1 (C-2) ; 122,0 (C-1') ; 104,2 (C-4a) ce qui nous donne la sous-structure (b) ci-dessous et nous permet de dire que le cycle B est rattaché au cycle C au niveau de la liaison (C-1')-(C-2)



sous-structure b

En fin la corrélation entre le proton δ_H 3,89 (3'-OMe) et les carbones δ_C 148,5(C-3') d'où la sous-structure (c) suivante.



Sous structure c

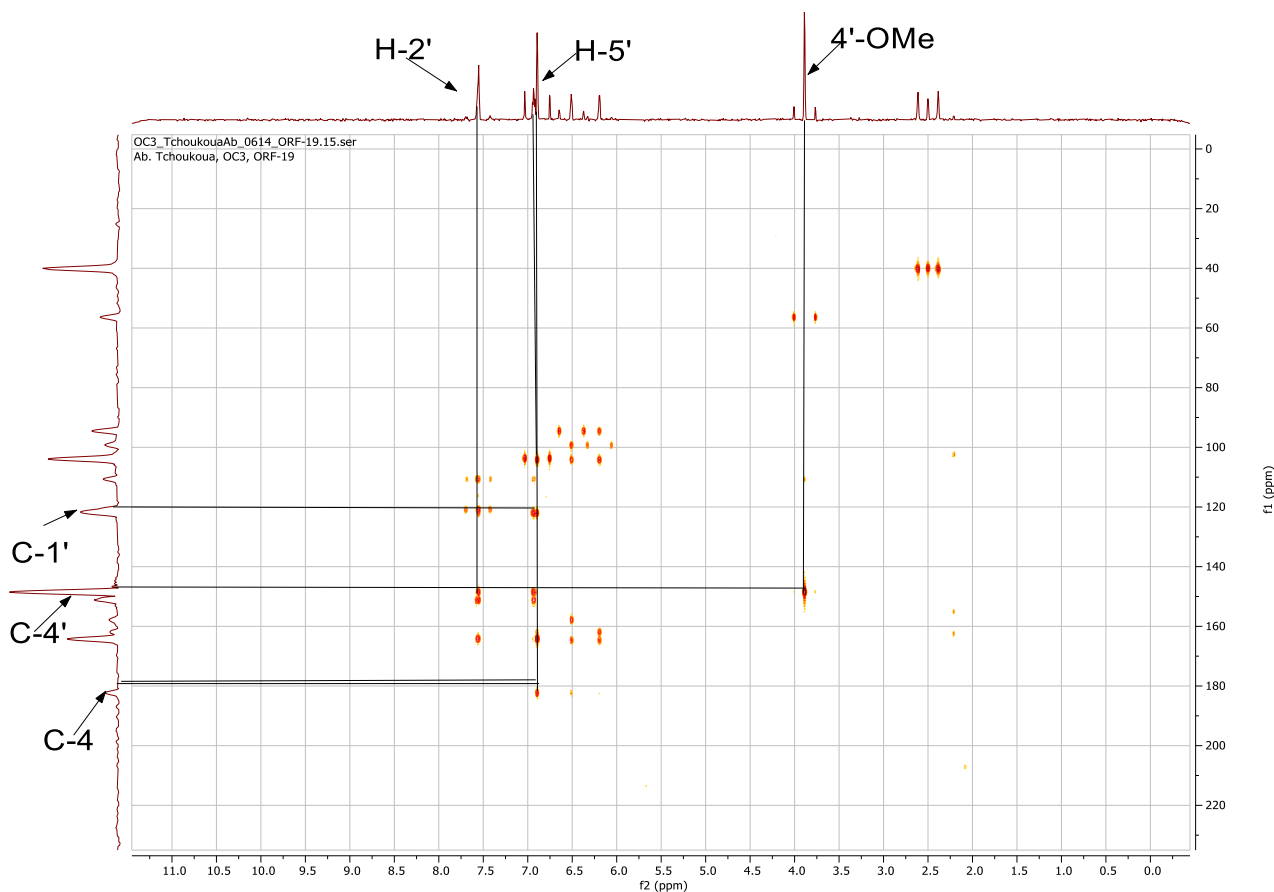


Figure 10 : Spectre HMBC (500 MHz; DMSO-d6) du composé ASE1

L'ensemble de toutes ces données nous a permis d'attribuer au composé ASE1 le nom isomère du diosmetin précédemment isolée de *salvia palaestina* L (**Mahmoud et al., 2014**) :

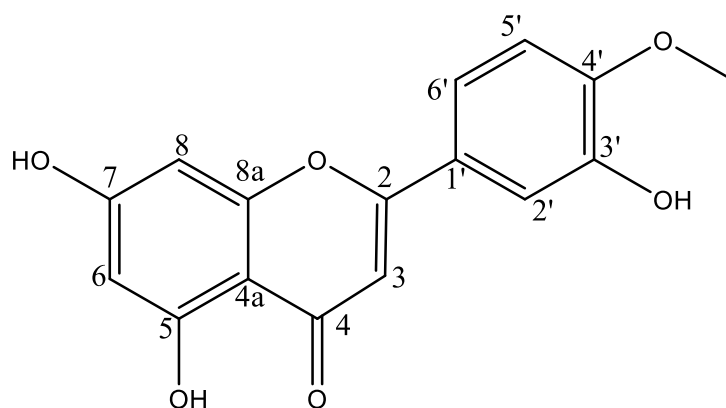


Tableau XII : Données spectrales RMN ^{13}C (DMSO, 500 HZ) de ASE1

N°	ASE ₁		Diosmetin (Lunesa c et al ., 2011)
	δ_c	δ_H (nH, m, J en Hz)	δ_c
1	-	-	-
2	164,1	-	163,2
3	103,7	6,90 (1H, s)	103,5
4	182,3	-	181,7
4a	104,2	-	103,6
5	161,9	OH	161,4
6	99, 3	6,20 (1H, d, 1,9)	98,9
7	164,6	OH	164,4
8	94,5	6,51 (1H, d, 1,9)	94,0
8a	157,8	-	157,3
1'	122,0	-	122,8
2'	110,6	7,56(2H, d,2,5)	128,2
3'	151,2	OH	114,5
4'OMe	56,4	3,89(3H,S)	55,5
4'	148,5	O-CH ₃	162,28
5'	116,2	6,94 (1H, d, 7,5)	114,5
6'	120,8	7,57 (dd,2,5 et 8,5)	128,2

II.2.2. IDENTIFICATION DU COMPOSE ASE2

Le composé ASE2 a été obtenu sous forme de cristaux blancs dans le système AcOEt/MeOH (80/20). Il répond positivement au test au chlorure ferrique en donnant une coloration violette caractéristique des composés phénoliques, au test de Shinoda caractéristique des flavonoïdes ainsi qu'au test de Molish caractéristique des sucres. l'analyse de ses spectres de RMN 1D et 2D, ont permis d'attribuer au composé ASE2 la formule brute $\text{C}_{24}\text{H}_{24}\text{O}_{12}$, renfermant 13 degrés d'insaturations.

L'analyse de son spectre de RMN ^1H révèle la présence d'un singulet d'un proton à δ_H 6,62 (1H, s) caractéristique du proton H-3 des flavones ; un singulet d'un proton à δ_H 6,22 (1H, s) attribuable au proton H-6 du cycle A des flavonoïdes, ce qui suggère que le cycle A est pentasubstitué ; un singulet fortement déblindé à 12,99 ppm (1H, OH) caractéristique du proton d'un groupement hydroxyle chélaté avec un groupement carbonyle ; un singulet intégrant pour 3 protons à δ_H 3,85 caractéristique d'un méthoxyle aromatique. On observe également un système ABX de trois protons aromatiques à δ_H 6,99 (1H, d, 7,5 Hz) ; 7,62 (1H, d, 1,9 Hz) et 7,75 (1H, s) caractéristiques d'un noyau aromatique B trisubstitué des flavonoïdes. En plus des signaux attribuables aux protons d'un flavonoïde, on observe des signaux d'un sucre entre 3.80 et 5.30 ppm et les protons du méthyle d'un groupement acétyle à δ_H 1,98.

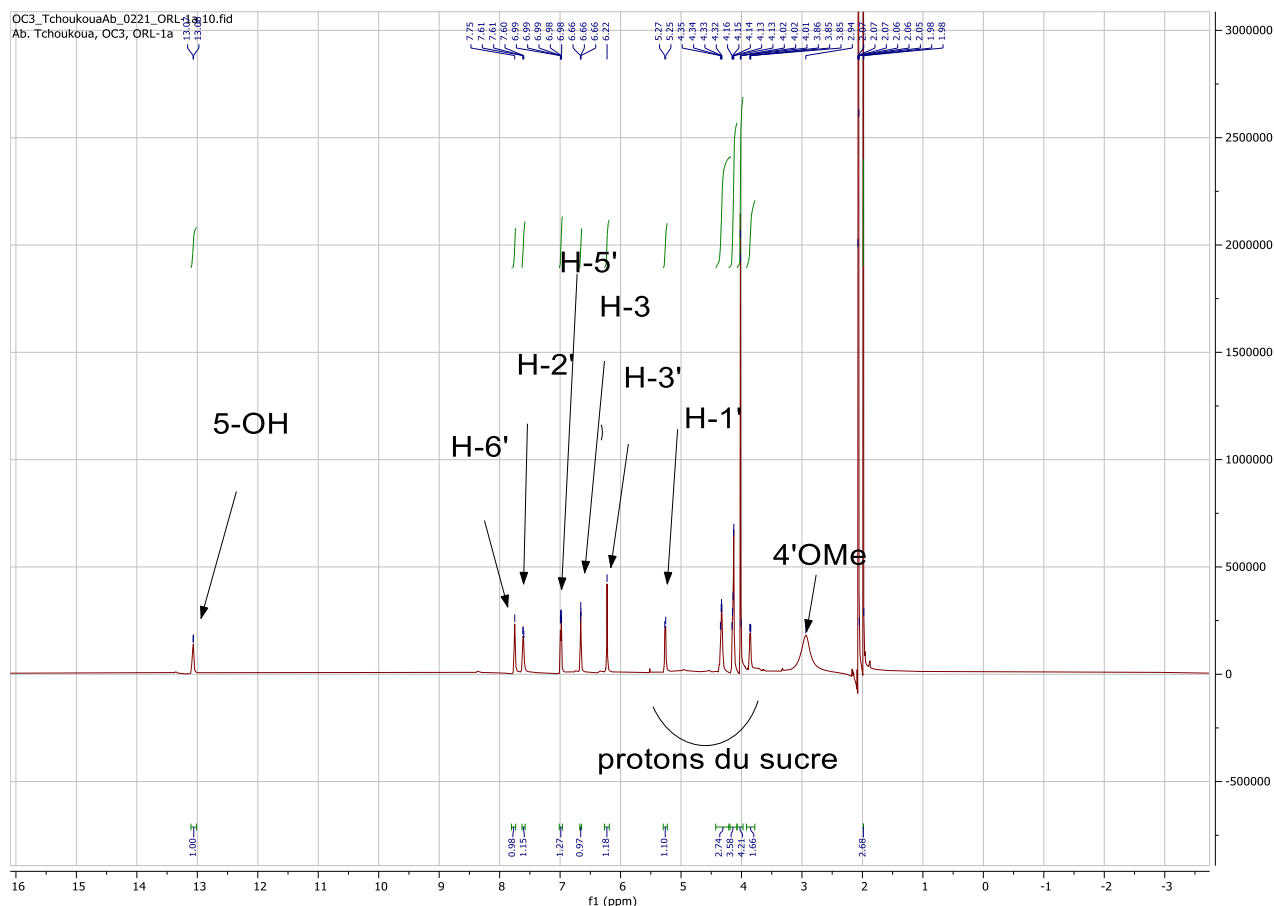


Figure 11 : Spectre proton (600 MHz ; acétone) du composé ASE2

En comparaison des données RMN ^1H et RMN ^{13}C nous pouvons conclure que le composé ASE1 diffère du composé ASE2 par une substitution en position 8. Contrairement à ASE1, ASE2 est substitué. Ceci se traduit par l'apparition du signal de H-6 sous forme de singulet au lieu du doublet comme dans ASE1. L'analyse des données de RMN ^{13}C et ^1H suggère que le proton H-8 serait substitué par un sucre. Le spectre RMN ^1H et H RMN ^{13}C couplé au spectre présente les signaux de cinq oxyméthines à $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$ 5,26/75,7, 4,12/69,2 ; 4,13/70,9 ; 3,85/74,6 ; 4,15/76,7, un signal d'un oxyméthylène $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$ à δ_{C} 4,33(2H)/63,8 correspondant à un fragment hexosyle caractéristique d'une unité C-glucosidique. On observe également les signaux d'un groupement acétoxyle à δ_{C} 170,0 et $\delta_{\text{C}}/\delta_{\text{H}}$ 19,8/1,98.

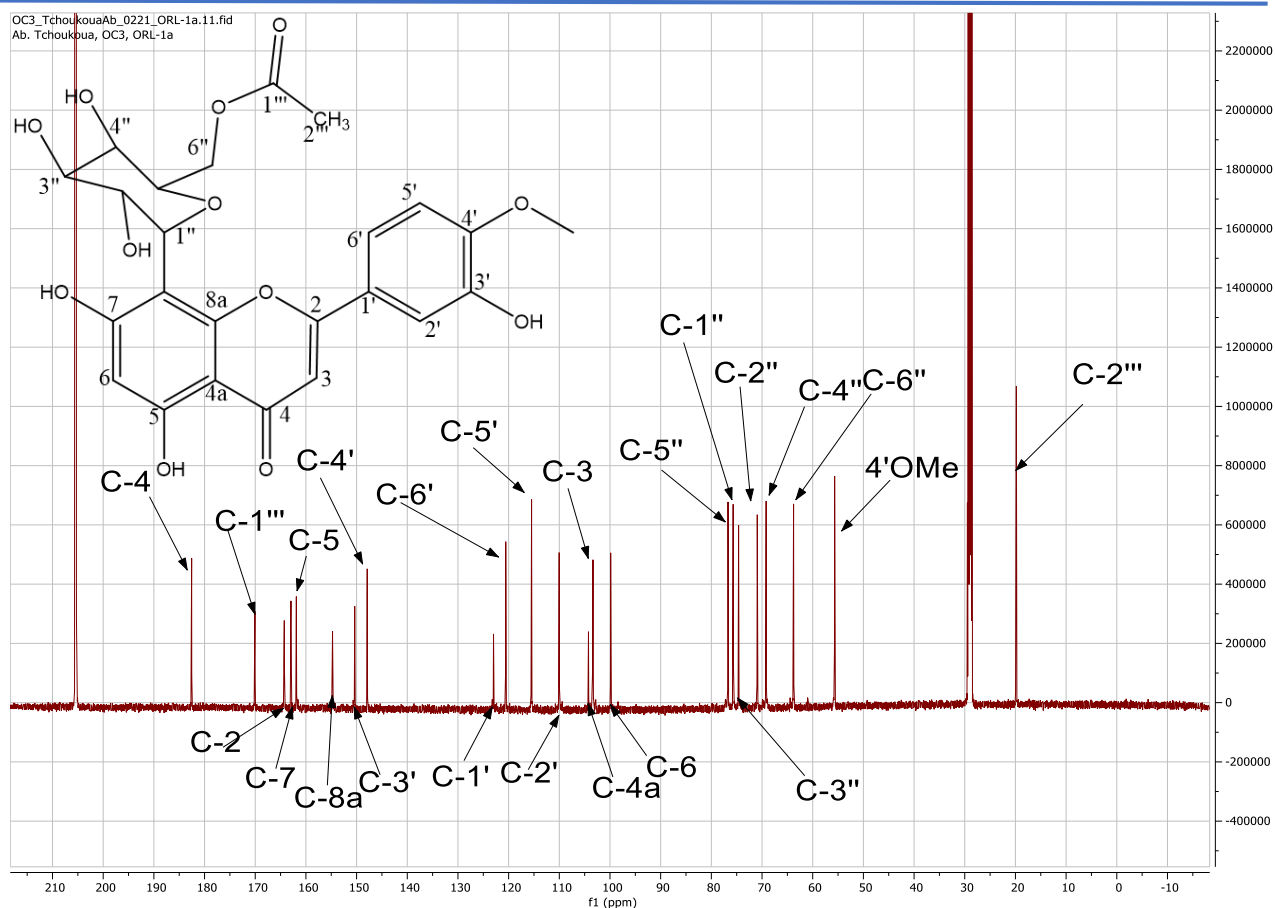


Figure 12 : Spectre RMN ^{13}C (150 MHz, Acetone- d_6) du composé ASE2

L'analyse de son spectre COSY, permet d'observer des corrélations entre les protons à δ_{H} 6,99 (H-5') /7,62 (H-6'), 7,75 (H-2') /7,61 (H-6') ; 4,13 (H-5'')/5,25 (H-1'') ; H-3''(3,85)/H-4''(4,12) ; 4,33 (H-6'')/4,33(H-6'') ; H-3''(3,85) /H-2''(4,13)

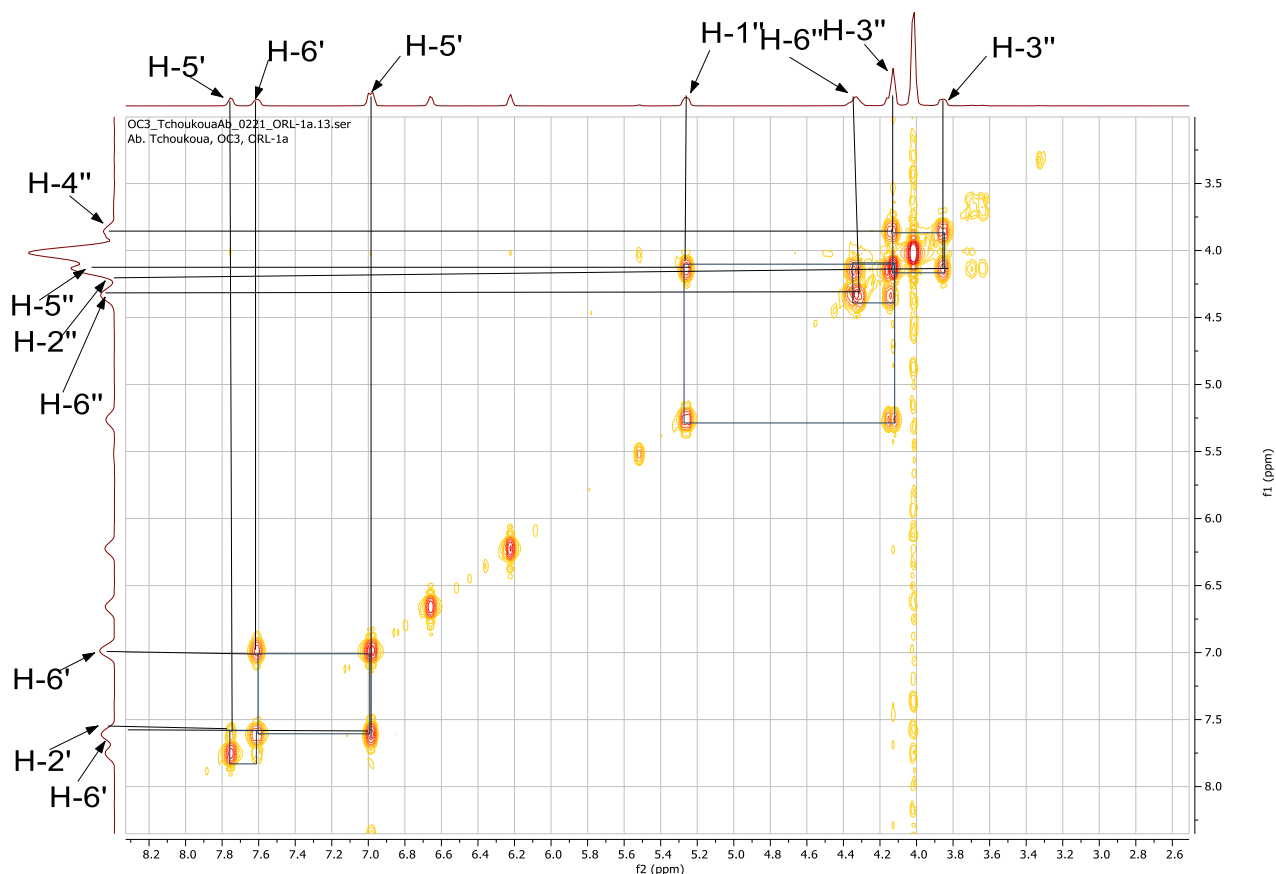
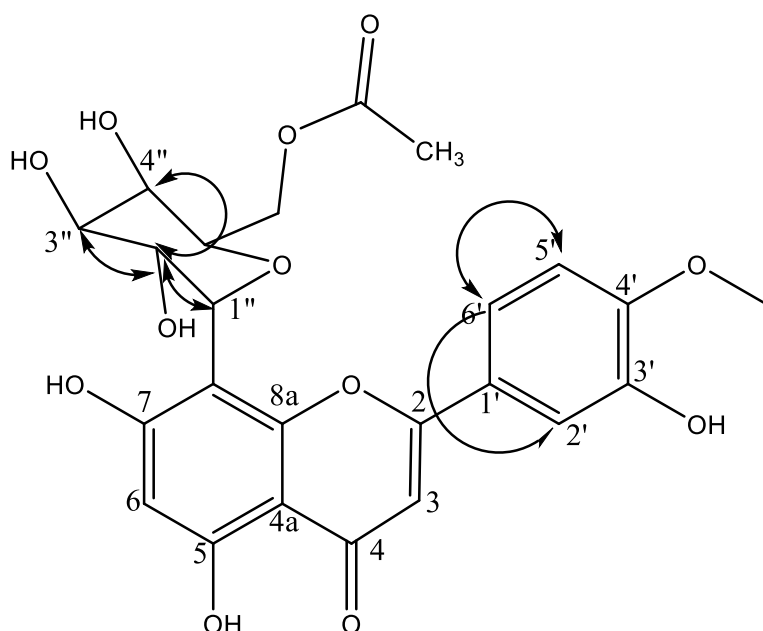


Figure 13 : Spectre COSY (600 MHz ; acétone) du composé ASE2



Les valeurs des RMN ^1H et RMN ^{13}C ont été attribuées sur la base des corrélations HSQC. Sur ce spectre on observe les corrélations entre le proton à δ_{H} 7,75 (H-2') et le carbone à δ_{C} 110,0 (C-2'); entre le proton à δ_{H} 7,61 (H-6') et le carbone à δ_{C} 120,6 (C-6') ; entre le proton à δ_{H} 6,99 (H-5') et

le carbone à δ_c 115,5 (C-5') ; entre le proton à δ_H 6,66 (H-3) et le carbone à δ_c 104,2 (C-4a) ; entre les protons à δ_H 6,22 (H-6) et le carbone δ_c 99,9(C-6) ; entre les protons à δ_H 5,25(H-1'') et le carbone à δ_c 75,7(C-1'') ; entre les protons à δ_H 4,33 (H-6''a, H-6''b) et le carbone à δ_c 63,8 (C-6'') ; entre le proton à δ_H 4,15 (H-5'') et le carbone à δ_c 76,7 (C-5'') ; entre le proton à δ_H 3,85 (H-3'') et le carbone à δ_c 74,6 (C-3'') entre le proton à δ_H 4,13 (H-2'') et le carbone à δ_c 70,9 (C-2''). Les valeurs du déplacement chimique du proton et le carbone à δ_H/δ_c 5,25/75,7 indiquent la présence d'un C-glucose.

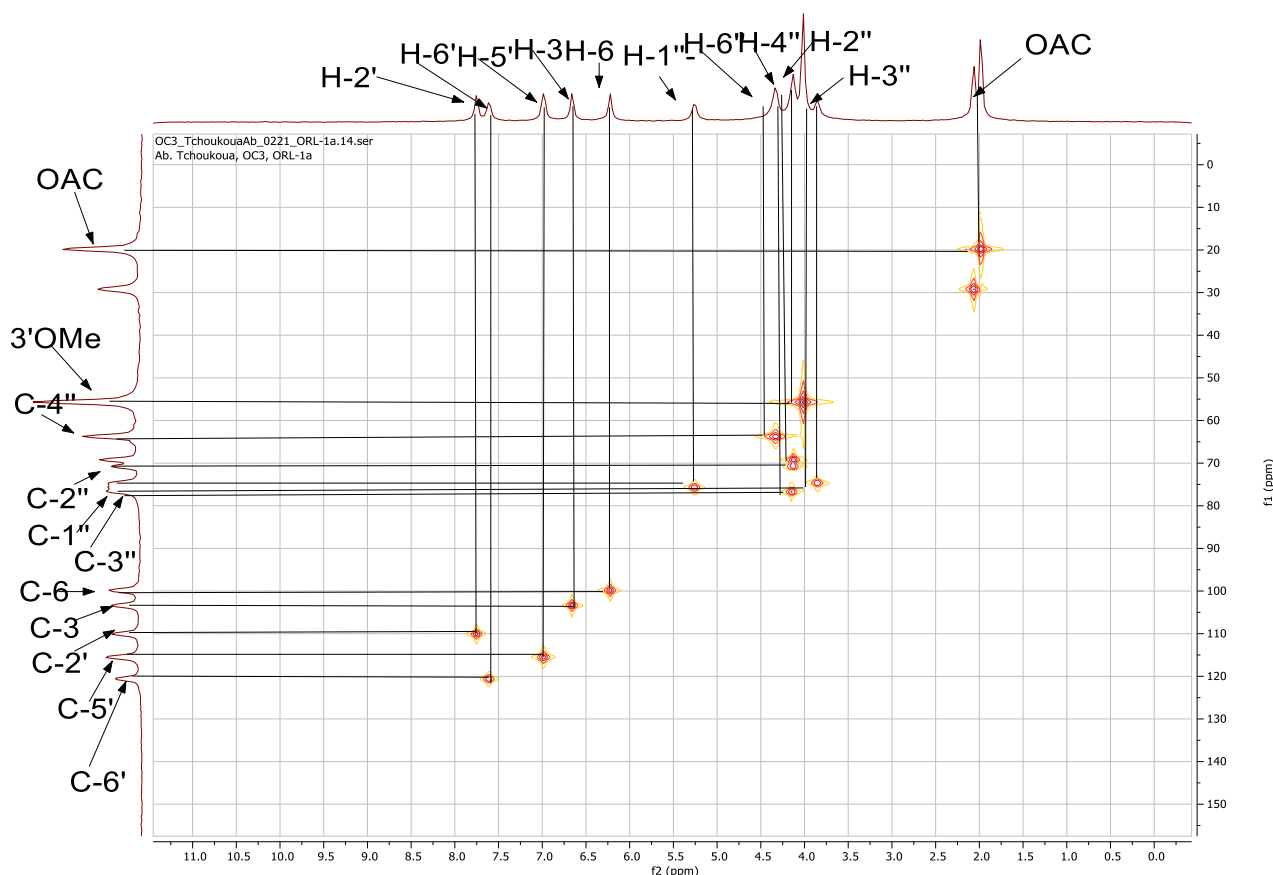


Figure 14 : Spectre HSQC (600 HZ ; acétone) du composé ASE2

La structure complète de ce composé a été confirmée d'après l'analyse de son spectre HMBC. Sur ce spectre on observe des corrélations entre le proton à δ_H 7,75 (H-2') et les carbones à δ_c 164,3(C-2) ; 150,4(C-3') ; 147,9(C-4') ; 120,6(C-6') entre le proton à δ_H 7,61(H-6') et les carbones à δ_c 164,3(C-2) ; 150,4(C-3') ; 110,0(C-2') ; entre le proton à δ_H 6,99(H-3) et les carbones à δ_c 150,4(C-3') ; 147,9(C-4') ; 123,0(C-1') ; 110,0(C-2') ; entre le proton à δ_H 6,22(H-6) et les carbones à δ_c 164,0(C-7) ; 161,9(C-5) ; 103,4 (C-3) ; 182,5(C-4) ; entre le proton à δ_H 5,25(H-1'') et les carbones à δ_c 70,7(C-2'') ; 103,4(C-3) ; 154,7(C-8a) ; 164,0(C-7) ; entre le proton à δ_H 1,98(H-2''') et les carbones à δ_c (19,8) ; entre le proton à δ_H 3,85(3'OMe) et les carbones à δ_c (3'OMe) ; ce qui suggère que le groupement glucosidique serait fixé en position 8 de la flavonoïde.

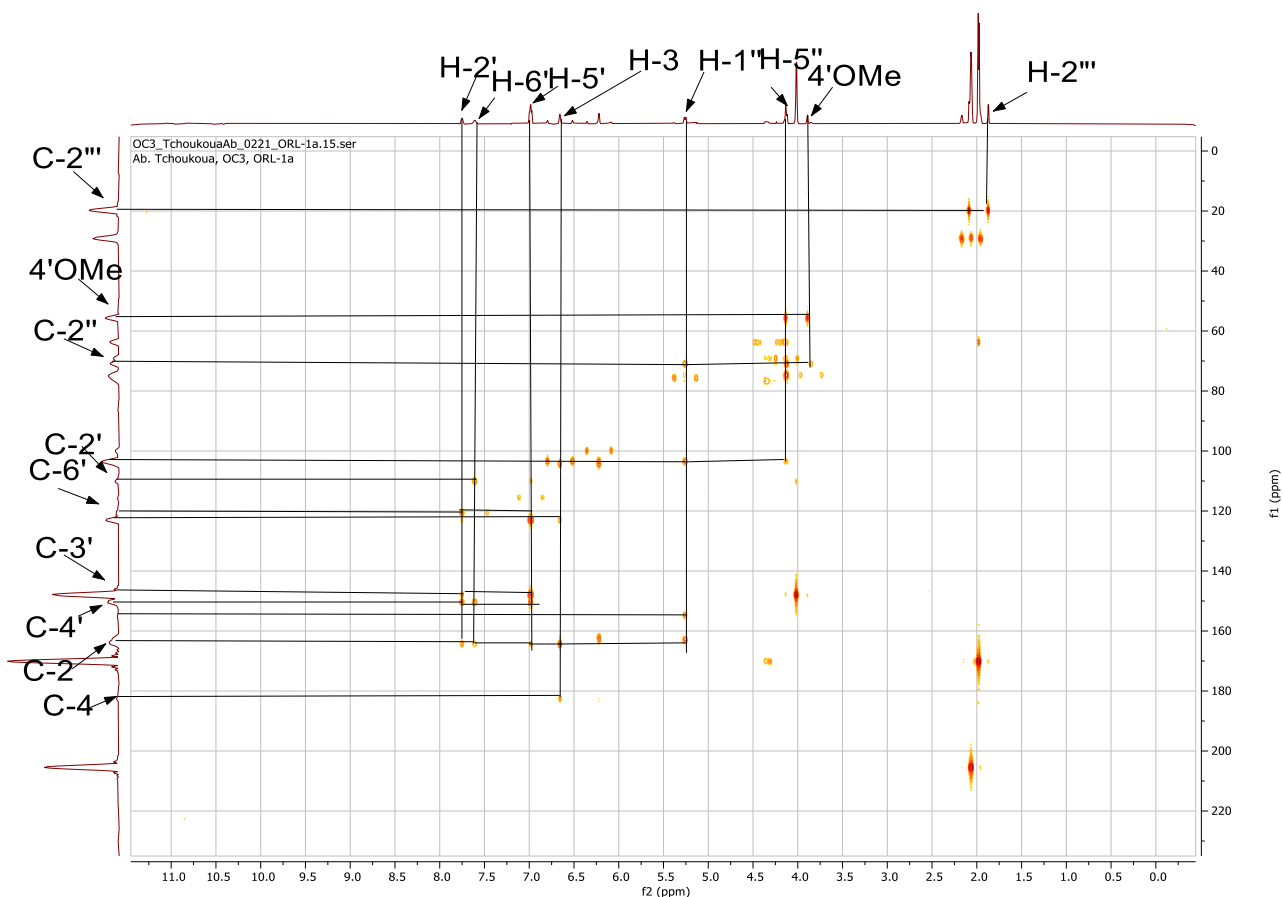
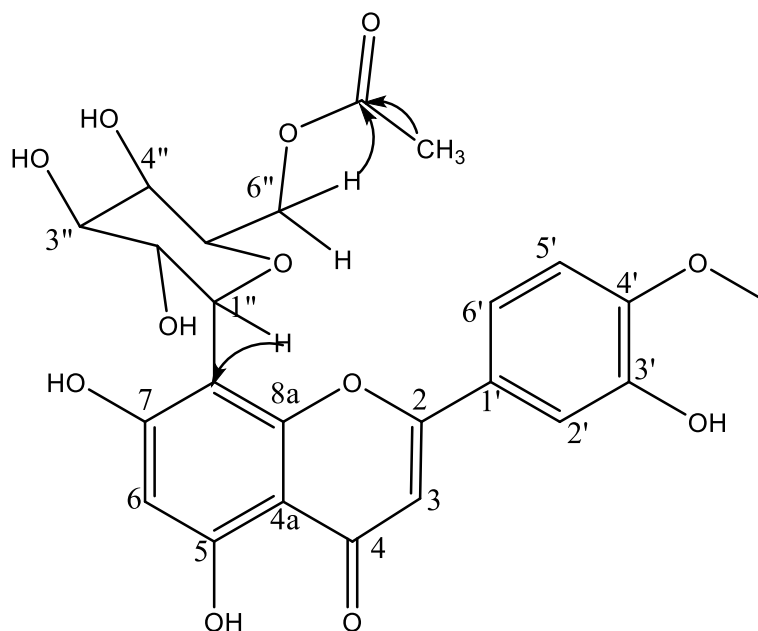


Figure 15 : Spectre HMBC (600 HZ ; acétone) du composé ASE2



La position du sucre a été déduite par la corrélation entre les carbones δ_c 103,4 et le carbone δ_c 74,6. L'ensemble de toutes ces données nous a permis de conclure qu'il s'agit d'un C-glucose d'où la structure de ASE2 est celle-ci ; déjà isolé.

L'ensemble de ces informations comparées aux données de la littérature nous a conduit à identifier ASE2 au 6''-O-acetylscoparoside. Précédemment isolée de (Bousquet et al., 1977).

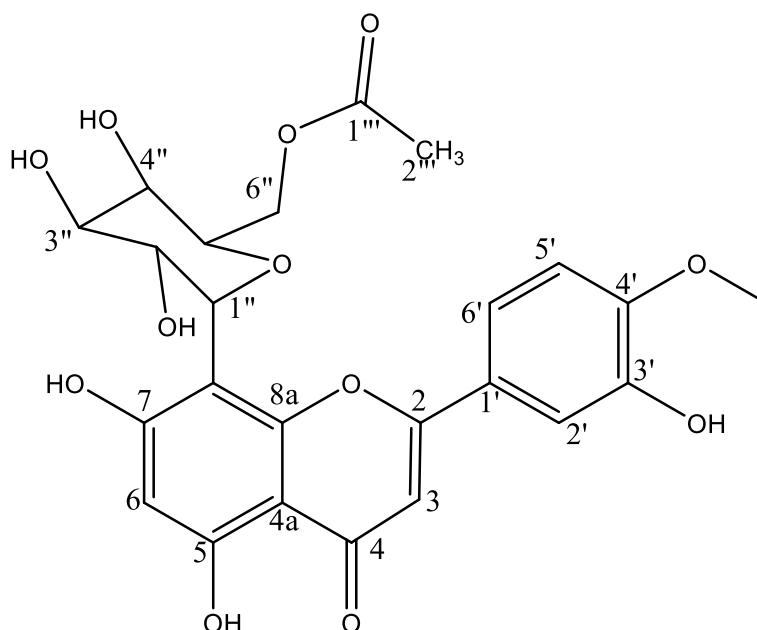
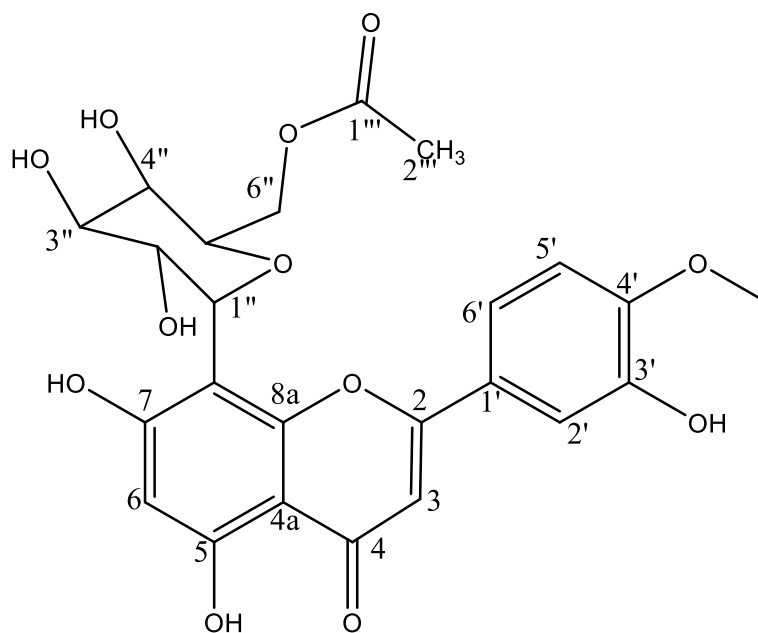
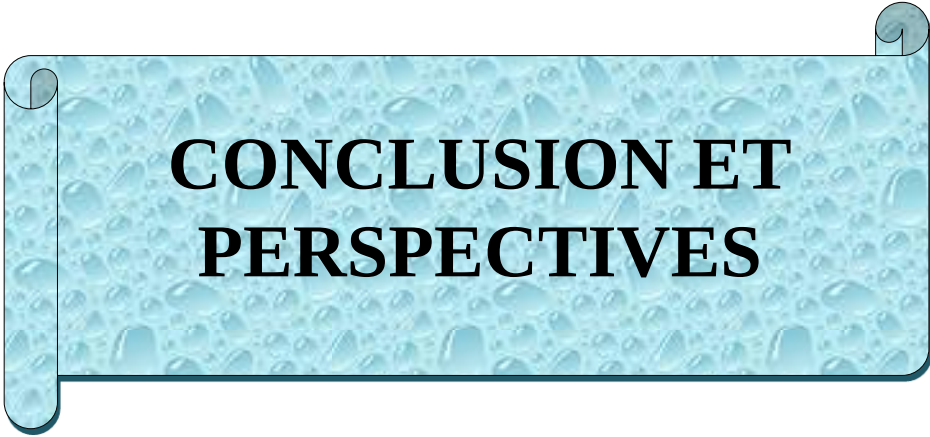


Tableau XIII : Données spectrale RMN ^{13}C (Acétone, 600 HZ) de ASE2.

N° carbone	ASE2	
	δ_{H} (nH, mult., J(Hz))	δ_{C}
1	-	-
2	-	164,3
3	6,66 (1H, s)	103,4
4	-	182,5
4a	-	104,2
5	OH	161,9
6	6,22 (1H, s)	99,9
7	-	164,0
8	-	103,4
8a	-	154,7
1'	-	123,0
2'	7,75 (1H, s)	110,0
3'	OH	150,4
4'	-	147,9
5'	6,99 (1H, d, 7,0)	115,5
6'	7,62 (1H, sl)	120,6
1''	5,26 (1H, d, 7,0)	75,7
2''	4,13	70,9
3''	3,85 (d, 7,0)	74,6
4''	4,12	69,2
5''	4,15	76,7
6''	4,33 4,33	63,8
1'''	-	170,1
2'''	1,98 (3H, s)	19,8
4'OMe	3,85 (3H, s)	55,7





CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Au terme de notre travail qui portait sur l'étude phytochimique de l'extrait de la fraction à l'acétate d'éthyle des écorces d'*Acacia seyal*, nous avons à l'aide des méthodes chromatographiques en phase liquide (CC, CCM,) isolé trois composés indexés ASE1, ASE2 et ASE3. Les structures de deux d'entre eux, notamment ASE1 et ASE2 ont été élucidées au moyen des techniques physicochimiques et spectroscopiques incluant la spectroscopie de résonance magnétique nucléaire à une et à deux dimensions. Ces composés ont été identifiés par comparaison de leurs données spectrales avec celles de la littérature. Ils appartiennent à différentes classes des flavonoïdes dont :

- Un flavonoïde : de type flavone
- Un glucoside de flavone.

Le composé ASE3 est en cours d'analyse.

Nous nous proposons en perspectives :

- D'étudier les fractions restantes
- D'étendre l'étude à d'autres parties (les racines, feuilles) de cette plante
- De soumettre les produits isolés aux tests d'activités biologiques (antimicrobienne et anticancéreuse) afin de confirmer ou d'infirmer les vertus thérapeutiques suggérées par les usages en médecine traditionnelle.

CHAPITRE III : MATERIEL ET METHODES

III.1. APPAREILLAGE ET MATEIEL VEGETAL

III.1.1. APPAREILLAGE

Lors de ce travail, le matériel végétal et l'extrait brut ont été pesés à l'aide d'une balance électronique de type DIGITAL SCALE. Une cuve de 5 L a été utilisée pour la macération. Après, macération nous avons utilisé un évaporateur de type Büchi pour concentrer. L'extrait brut obtenu a été par la suite partitionné à l'aide d'une ampoule à décanter de 2 L. La fraction à l'acétate d'éthyle obtenue a été fractionnée avec une colonne en verre fritté de 5 cm de diamètre et de 70 cm de hauteur lors de la chromatographie sur colonne. Les résultats obtenus ont été analysés avec un spectromètre de résonance magnétique nucléaire pour l'enregistrement des spectres.



Figure 16 : Evaporateur rotatif de marque Büchi.

III.1.2. MATERIEL VEGETAL

Les écorces d'*Acacia seyal* ont été récoltées dans la région du Nord Cameroun plus précisément dans la ville de Maroua en Septembre 2023.

III.2. EXTRACTION ET ISOLEMENT

III.2.1. EXTRACTION

Les écorces d'*Acacia seyal* ont été séchées pendant deux semaines et broyées pour donner une poudre de masse 500 g. Cette poudre a été extraite par macération au MeOH pendant 72 heures à température ambiante, Le filtrat obtenu a été évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif de type Büchi et a permis d'obtenir 15 g d'extrait brut. L'extrait brut obtenu a été dissout dans l'eau distillée et une partie liquide-liquide a été faite. En utilisant l'hexane et l'acétate d'éthyle, successivement ; nous avons obtenu 1 g de la fraction à l'acétate l'éthyle.

III.2.2 ISOLEMENT

1 g de la fraction à acétate ont été fixés sur 10 g de silice de type MERCK 60 de granulométrie variant de 0,040 à 0,063 mm de diamètre de porosité 230-400 MSH ASTM. Après évaporation complète du solvant, la poudre obtenue est montée dans une colonne en verre fritté contenant préalablement une bouillie de silice faite à l'hexane. Une élution a été faite en polarité croissante dans le système hexane, hexane/acétate d'éthyle, acétate d'éthyle/méthanol. Plusieurs sous-fractions ont été recueillies Sur la base de la CCM. Les résultats sont présentés dans le Tableau XIV.

Tableau XIV : Chromatogramme de dégrossissement de la fraction à l'acétate d'éthyle des écorces d'*Acacia seyal*

Système d'élution	Système ccm	Fraction	Observation
Hexane pure	Hexane pure	S0	Rien
Hexane /AcOEt 10%	Hexane/AcOEt 15%	S1	Trainée
Hexane/AcOEt 20%	Hexane /AcOEt 25%	S2	Mélange
Hexane /AcOEt 40%	Hexane /AcOEt 40%	S 3	Mélange
Hexane/AcOEt 60%	Hexane /AcOEt 65%	S4	ASE1
Hexane/AcOEt 80%	Hexane/AcOEt 85%	S5	Mélange
Hexane/AcOEt 100%	AcOEt/MeOH	S6	Trainé
AcOET /MeOH 10%	AcOEt / MeOH 15%	S7	Mélange
AcOEt/MeOH 20%	AcOEt/ MeOH + une goutte d'acide acétique 5%	S8	ASE2
AcOEt/MeOH 30%	AcOEt/ MeOH + une goutte d'acide acétique 5% + une goutte d'eau	S9	Mélange qui a subi une purification sur Séphadex (LH-20) MeOH Sous fraction F9' ASE3
AcOEt/MeOH 100%	AcOEt pure	S10	Trainée

III.2.3. TRAITEMENT DES DIFFERENTES SOUS FRACTIONS

❖ *Traitement de la sous fraction F4*

La CCM des séries F 4 montrent une tache sur la plaque chromatogramme et une tache à température ambiante dans l'hexane-acétate (60%). Il apparait un dépôt blanc, le produit est lavé à l'hexane et purifiés ASE1.

❖ *Traitement de la sous fraction F8*

La CC M des séries F8 montre une tache sur la plaque chromatographique et précipitent à température ambiante dans le système AcOEt/MeOH (20%). il apparait un dépôt blanc le produit est lavé à l'hexane et purifiés ASE2.

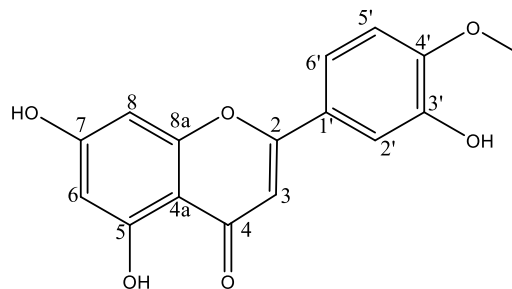
❖ *Traitement de la sous fraction F9*

Les séries F9 ont été purifiées grâce au séphadex ce qui nous conduit à la series F9' il apparait au siens de cette sous fraction après précipitation à la température ambiante un dépôt de couleur blanche le produit ASE3.

III.2.4. CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES ET SPECTROSCOPIQUES DES COMPOSES ISOLES

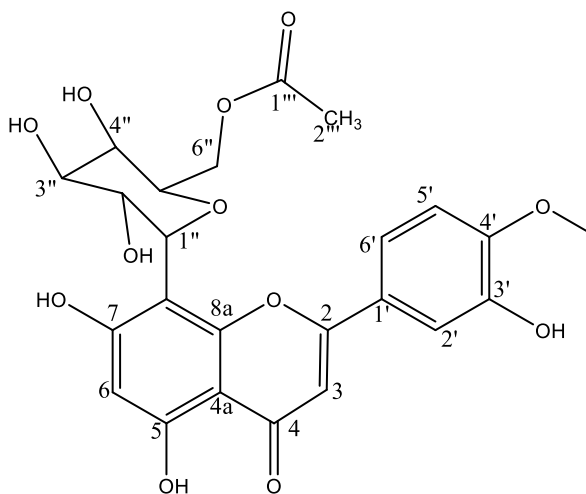
➤ **ASE1 :**

- Aspect physique : cristaux blancs
- Formule brute : $C_{16}H_{12}O_6$
- Solvant de solubilité : DMSO
- Test de SHINODA : Positif
- Test chlorure ferrique : violette



➤ **ASE2:**

- Aspect physique : cristaux blancs
- Formule brute : $C_{24}H_{24}O_{12}$
- Solvant de solubilité : MeOH
- Test de SHINODA : Positif
- Test chlorure ferrique : violette
- Test de molish : positif



ANNEXE

❖ TEST DE MOLISH (caractéristique des sucres)

Dans un tube à essai, dissoudre une petite quantité de produit dans le méthanol. Dissoudre 100 mg de α -naphtol dans 10 mL d'éthanol. Prélever 2 mL de cette solution et l'ajouter à la solution du produit puis homogénéiser. Faire couler doucement quelques gouttes d'acide sulfurique concentré sur le mélange. L'observation d'une coloration violette à l'interface indique la présence d'un sucre **(Rosine et Momo, 2009)**

❖ TEST DE SHINODA (caractéristique des flavonoïdes)

A une solution de produit à analyser, on ajoute quelques gouttes d'acide chlorhydrique concentré et quelques copeaux de magnésium. La présence des flavonoïdes se manifeste par l'effervescence suivie d'un changement brusque de couleur de la solution qui passe au rose **(Ciulel, 1982 ; Karumi et al., 2004)**



REFERENCES

Abdelrahman H. F., Krzywinski K. (2008). Environmental effects on morphology of *Acacia tortilis* group in the red sea hills, North-Eastern Sudan and South-Eastern Egypt. *Forest Ecology and Management*. 255. 254-263.

AgroBio. (2012). La production de semences de Fabacées ; Fiche Technique.

Ahmadu A., Abdulkarim A., Grougnet R., Myrianthopoulos V., Tillequin F., Magiatis P., Skaltsounis A. (2010). Two new peltogynoids from *Acacia nilotica* delile with kinase inhibitory activity. *Planta Med.* 76. 458–460.

Anderson C. M, Vonaesch P., Saffarién . A, Marteyn.S.B and Sansonetti.J.P.(2016). Shisonneri Encodes a Functional T6SS Used Interbacterial Competition and Niche Occupancy. *Cell Host and Microbe*. 21. 769-776.

Andrade C. A., Peitz C., Cunico M., Carvalho J. L. S., Abrahao W. M., Miguel M. D., Miguel O.G., Kerber V. A. (2005). Avaliação da atividade antibacteriana e triagem fitoquímica das flores de *Acacia podalyriifolia* don Leguminosae-Mimosoidea. *Brasílian Farmacognol-sy.* 15. 13-15.

Al-Suod H., Ligor M., RatSiu A.I., Ratiu K., Górecki R., Ogusław Buszewski B. (2016). A window on cyclitols: Characterization and analytics of inositols. *Journal science Direct.com* by Elsevier.

Bachaya H. A., Iqbal Z., Khan M. N., Sindhu Z. U., Jabbar A. (2009). Antihelminthic activity of *Ziziphus nummularia* (bark) and *Acacia nilotica* (fruit) against trichostrongylid nematodes of sheep. *Journal of Ethnopharmacology*.123. 325-329.

Bates S.H., Jones R.B., Bailey C.J. (2000). Insulin-like effect of pinitol. *British journal of surgery Pharmacol.* 130 (8). 1944–1948.

Bialeski R.L. (1994). Pinitol is a major carbohydrate in leaves of some coastal plants indigenous to New Zealand. *N. Z. Bangladesh Journal of Botany.* 32. 73–78.

Bousquet B., Tillequin M., Paris F. (1977). The C-flavonoside from *Sarothamunus scoparius* : isolation of a new compound 6''-O-acetylscopariside. *Lloydia.* 40. 591-592.

Bruneton J. (1993). Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales, (2ème éd.). Technique et documentation, rue Lavoisier Paris. 11 (229-236). 915-940.

Campbell J.A., Goheen S.C., Donald P. (2011). Recent trends for enhancing the diversity and quality of soybean products. In: Dora, Krezhova (Ed.), *Extraction and Analysis of Inositols and Other Carbohydrates from Soybean Plant Tissues*. Air Force E-publishing. 281–304.

- Chaubal R., Tambe A., Biswas S., Rojatkar S., Deshpande V., Deshpande N. (2006).** Isolation of new straight chain compounds from *Acacia nilotica*. Indian Journal of Medicinal Chemistry. 45. 1231-1233.
- Ciulel I. (1982).** Methodology for analysis of vegetable drugs. Edition I.P.A.C.Romania. 67.
- Costantino D., Minozzi G., Minozzi F., Guaraldi C. (2009).** Metabolic and hormonal effects of myo-inositol in women with polycystic ovary syndrome: a double-blind trial. European Review for Medical and Pharmacological Sciences.13. 105–110.
- Das S. N., Janardhanan K. P., Roy S. C. (1983).** Some observations on the ethnobotany of the tribes of totopara and adjoining area in *Jalpaiguri district*, W. Bengal. Journal of Economic Taxonomic Botany. 4. 453-74.
- DellaGreca M., Fiorentino A., Izzob A., Napolia F., Purcaroa R., and Zarrellia A. (2007).** Phytotoxicity of Secondary Metabolites from *Aptenia cordifolia*. *Chemistry & Biodiversity*. 4.
- Dieye P. I., Sarr S. O., (2021).** Lutte contre le COVID-19 : la phytothérapie africaine au secours de la médecine moderne en panne. *Afrique Science*. 18 (3). 13-21.
- Dike I. P., Obembe O. O., Adebeyi F. E., (2012).** Ethnobotanical survey for potential anti-malarial plants in South-Western Nigeria. *Journal of Ethnopharmacology*. 144. 618-626.
- El-Hallouty S. M., Fayad W., Meky N.H., Menshawi B. S., Wassel G. M., Hasabo A. A. (2015).** *In vitro* anticancer activity of some Egyptian plant extracts against different human cancer cell lines. *Journal of Pharmacology Technology Research*. 8. 267-27
- Fagg C. (2001).** *Acacia nilotica* pioneer dry land in Roshetko, Agroforestry Species and Technologies Arizona: Winrock International. 23-24.
- Ferreira F., Rius S. P. and Casati P. (2012).** Flavonoids : biosynthesis, biological function, and biotechnological applications. *Frontiers in plant science*. 3.1-15.
- Harborne J.B., Williams C.A. (2000).** Advances in flavonoid research since 1992. *Phytochemistry*. 55. 481-504.
- Hadjadj K., Benaissa M., Ouragh A., & Rahmoune A. (2019).** Importance des plantes médicinales pour la population rurale du parc national de djebel Aissa (sud-ouest Algerien). *Lejeunia revue de botanique*.199.

Heller W., et Forkman G., (1988). « The flavonoids: Advances in Research since 1980 ». Harborne J. B. Chapman and Hall, London. 138.

Hernández-Mijares A., Ba_nuls C., Peris J.E., Monzó N., Jover A., Bellod L., Victor V.M., Rocha M. (2013). A single acute dose of pinitol from a naturally-occurring food ingredient decreases hyperglycaemia and circulating insulin levels in healthy subjects. *Journal scienceDirect.Com* by Elsevier . 141.1267–1272.

Hostettmann K., Marston A. (1995). Saponins: Chemistry and pharmacology of Natural products.
Vincken J.P., Heng L., Groot A., Gruppen H. (2007) Saponins, classification and occurrence in the Plants Kingdom. *Phytochemistry*. 68. 275-297.

Jain A., Katewa S. S., Galav P. K., Sharma P., (2005). Medicinal plant diversity of Sitamata wild life Sanctuary Rajasthan. *Indian Journal of Ethnopharmacology*. 102.143-157.

Jangade N.M., Nagargoje P.B., Shirote P.J., (2014). Isolation, phytochemical and biological evaluation of *Acacia nilotica* (L) Willd leaf extract international journal of pharmacognosy. trends in phytochemical Research. 6.179–182

Jiagho E. R., Zapfack L., Banoho K. L. P. R., Demaze M. T., Corbonnois J., Tchawa P. (2017). Diversité de la flore ligneuse à la périphérie du Parc National de Waza (Cameroun). Document Généré. 1-9.

Jyh-Horng W., Yu-Tang T., Shih-Chang C., Sheng-Yang W., Yueh-Hsiung K., Lie-Fen S.,Shang-Tzen C. (2008). Effect of phytocompounds from the heartwood of *Acacia con-fusa* on inflammatory mediator production. *Journal Agricultural and Food Chemistry*. 56.1567-1573.

Katewa S. S., Choudhary B. L., Jain A., (2004). Folk herbal medicines from tribal areas of Rajasthan. *Indian Journal Ethnopharmacol.* 92. 41-46

Kjaerstad H. L., Mc Gill A., Palombo E. A. (2010). Antibacterial activity of *Acacia daviesii* (Bartolome): A new and rare species identified in North-Eastern Victoria, Australia, in:Gupta VK, Verma AK, Koul S, utilization and management of medicinal plants, Dehli.Daya Publishing House. 5. 308-319.

Kaipnazarov T.N., Uteniyazov K.K., Saatov Z. (2004). The structure of cyclostipuloside E from *Tragacantha Stipulosa* Boriss. In International conference on saponins. *Phytochemistry and application of plant saponins*. Pulaway: Institute of soil science and plant cultivation. 82.

- Lunesa C., Pinzon1*, Mylene M., Uy1, Kung Hong Sze2., Mingfu Wang3 and Ivan Keung Chu²** . (2011). Isolation and characterization of antimicrobial, anti-inflammatory and chemopreventive flavones from *Premna odorata* Blanco. *Journal of Medicinal Plants Research* 5. 2729-2735
- Guinko S. 1990.** Choix de quelques espèces ligneuses spontanées pour les programmes d'amélioration génétique et de reforestation, Document m00001/MET/SG/CNSF/T/90 du CNSF, Ouagadougou with type II diabetes mellitus: a randomized controlled study. *European Journal of clinical Nutrition*. 59. 456–458.
- Kone D. (2009).** Enquête ethnobotanique, de six plantes Médicinales maliennes-extraction, Identification d'alcaloïdes- caractérisation, quantification de polyphénols : Etude de leur activité Antioxydante. Thèse de doctorat de chimie organique, Université de Bamako. 97-115
- Kubmarawa D., Ajoku G. A., Enwerem N. M., Okorie D. A. (2007).** Preliminary phytochemical and antimicrobial screening of 50 medicinal plants from Nigeria. *Africa Journal Biotechnology*. 6.1690-1696.
- Loewus F.A., Murthy P.P.N. (2000).** Myo-Inositol metabolism in plants. *Journal science Direct*. Com by Elsevier. 150.1–19.
- Lorenzo, P., González L., Reigosa M. J. (2010).** The genus *Acacia* as invader: The characteristic case of *Acacia dealbata* Link in Europe. *Annals of Forest Science*. 67. 10.
- Mabry J., Markham R., Thomas M. (1970).** The systematic identification of flavonoids. Springer-verlay New York, Heidelberg, .p. 253-255.
- Malviya S., Rawat S., Kharia A., Verma M. (2011).** Medicinal attributes of *Acacia nilotica* Linn., a comprehensive review on ethnopharmacological claims. *International Journal*
- Markham K. R. (1982).** Technique of flavonoid Identification, Academic Press, London, Ultraviolet -Visible and proton magnetic resonance spectroscopy of flavonoids. In : Harborne JB, Mabry TJ, editors . *The flavonoids* (1st ed.). London: Chapman et Hall. 1975. 45-77.
- Mahmoud A AL-Qudah, Hala I. Al-Jaber, Musa H. Abu. Zarga, Sultan T. Abu Orabi. (2014).** *Phytochemistry* N°99. p.115-120.
- Mahato S.B., Kundu., (1994).** ¹³C NMR Spectra of Pentacyclic Triterpenoids. A Compilation and Some Salient Features. *Phytochemistry*, N° 37. p. 1517-1575.
- Mahato S.B., Nandy A.K., Gita R. (1992).** Triterpenoids. *Phytochemistry*, N° 31. p. 2199-2249.

- Mekbib S. B. (2007).** Identification of Citrus (*Citrus sinensis*) postharvest pathogens from Ethiopia and their control. Thesis University of Pretoria, South Africa. p. 20-28.
- Merchant A., Tausz M., Arndt S.K., Adams M.A. (2006).** Cyclitols and carbohydrates in leaves and roots of 13 Eucalyptus species suggest contrasting physiological responses to water deficit plant, cell Environment. 29. 2017–2029.
- Mierziak. J , kostyn. K . and kulma. A (2014).** Flavonoids as important molecules of plant interactions with the environment. Molecules.16240-16265.
- Mills S. and Bone. K (2013).** Principals of herbal pharmacology in principal and practice of phytotherapy, modern herbal medicine. 2nd ed USA : Churchill Livingstone.
- Noumi Z. (2010).** Structures du peuplement, réponses et effets biologiques et environnementaux. Ouvrage publié avec le soutien de Roselt. 251.
- Obendorf R.L., McInnis C.E., Horbowicz M., Keresztes I., and Lahutad L.B. (2005).** Molecular structure of lathyritol, a galactosylbornesitol from *Lathyrus odoratus* seeds, by NMR. Carbohydrate Research. 340. 1441–1446.
- Okpanachi A. O., Adelaiye A. B., Dikko A. A. U., Kabiru M., Mohammed A., Tanko Y. (2010).** Evaluation of the effect of aqueous-methanolic stem bark extract of *Acacia polyacantha* on blood glucose levels of alloxan induced diabetic Wistar rats. International Journal of Ani-mal and Veterinary Advances. 2. 59-62.
- Orwa C., Mutua A., Kindt R., Jamnadass R., Simons A. (2009).** Agroforestry data base: a tree reference and selection guide version 4.0, <http://www.worldagroforestry.org/af/treedb/> (consulté en Novembre 2018)
- Ouedranogo S., Yoda J., Traore T. K ., Nitiema M.,Sombie B.C. , Diawara H. Z., Yameogo J. B.G., Djande A.,Belemnaba L., Kini F.B., Ouedraogo S. et Semde R. (2021).** Production de matière premières et fabrication des médicaments à base de plante médicinale. *Journal of biological Chemistry*. p.28.
- Panche A. N, Diwan A. D. and Chandra S. R (2016).** Flavonoids :overview.journal of nutritional science, 5. 47. Days Inventory Outstanding : 101017/ Jewish world news. 41.
- Parrotta J. A., (2002).** *Albizia lebbek* Benth. In: tropical tree seed manual. Washington, DC: USA Forest Service. 274-276.

- Pelter. A, Stainton P. and Barber M. (1965).** The mass spectra of oxygen heterocycles II The mass spectral of some flavonoids. *Journal of Heterocyclic Chemistry*. 2(3).
- Rajvaidhya S., Nagori B. P., Singh G. B. K., Dubey B. K., Desai P., Alok S., Jain S. (2012).** A review on *Acacia arabica* an Indian medicinal plant. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*. 3.1995-2005.
- Rather L.J., Shahid-ul-Islam., Mohammad F., (2015).** *Acacia nilotica* (L.): A review of its traditional uses, phytochemistry and pharmacology. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*. 2352-5541.
- Rao.v, kiran.S. D, Rohini. And P, Bhagyasree.P. (2017).** Flavonoid: A review on Naringenin. *Journal of pharmacognosy and phytochemistry*. 6(5). 2778-83.
- Rasha. R, Latif. A.E.and Mansour. R. M.A. (2016).** New flavone glycoside from *Stellaria pallid* (Dumort.) and biological activities. *International journal of pharmaceutical sciences review and Research*. 36(2).77-8.
- Rosine C., et Momo D. (2009).** Évaluation de l'activité antidermatophytique des extraits au méthanol et fractions d'*Acalyphamma hirtum* (melastomatacees). Université de Dschang – Master en biochimie clinique et pharmacologie
- Satish A. B., Kelkar T. S. (2012).** *Acacia Nilotica* Linn.: A comprehensive review on morphology, ethnobotany. *Phytochemistry and Pharmacological Evaluation*. 5. 40-60.
- Saatov Z. (2004).** The structure of cyclostipuloside E from *Tragacantha stipulosa* Boriss. In: International conference on saponins. *Phytochemistry and application of plant saponins*. Pulaway: Institute of soil science and plant cultivation. P. 82.
- Saleh M.S., Abd El-Baset Y.A., El-Badry Kh. (2013).** Dyeing of cationized cotton fabrics with natural dye extracted from *Acacia*. *international journal of textile science*. volume 2, p. 30–35.
- Seigler D. S., (2003).** *Phytochemistry of Acacia sensu lato*. Department of Plant Biology, University of Illinois, 265 Morrill Hall, Urbana IL 61801, USA. *Biochemical Systematics and Ecology*, N° 31, p.845-873.
- Singh R., Bhargava S., (2013).** Isolation of 3,7-Dihydroxy-4-methoxy-3-(4'-hydroxybenzyl) chroman along with other polyphenolic compounds from *Acacia raddiana*. *International Journal of Green and Herbal Chemistry*, N° 2, p.312-315.

Sparg S.G., Light M.C., Van staden J. (2004). Biological activities and distribution of plant saponins. *Journal Ethnopharmacology*.N°94, pp 219-234.

Tsimogiannis. D, samiotaki . M, Panayotou. G. and Oreopoulou. V. (2007). Characterization of Flavonoids subgroups and Hydroxy substitution by HPL-MS/MS. *Molecules*.N° 12.p.593-606.

Wallace J. M. (2002). Nutritional and botanical modulation of the inflammatory cascade: eicosanoids, cyclooxygenase and lipoxygenase as an adjunct in cancer therapy. *Tetrahedron*,.N°1.P.7-37

Wara I. 1979 Régression de la gomnteraieet désertijication au Manga (Niger). ENDA, Dakar.

Youngwan S., Jeannine H., Abdel-Kader M., Malone S., Derveld I., Hermus A., Werkhoven M. C.M., Wisse J.H., Mamber S.W., Dalton J.M., Kingston D.G.I. (2002). Bioactive Saponins from *Acacia tenuifolia* from the Suriname Rainforest. *Journal of Natural Products*. 65.170-174.