

REPUBLIQUE DU CAMEROUN
Paix – Travail – Patrie

UNIVERSITE DE YAOUNDE I

ECOLE NORMALE SUPERIEURE

DEPARTEMENT DE CHIMIE

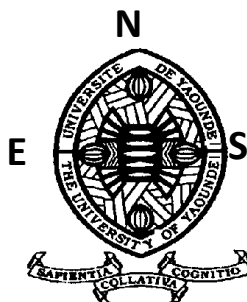
REPUBLIC OF CAMEROON

Peace – Work – Fatherland

THE UNIVERSITY OF YAOUNDE I

HIGHER TEACHER TRAINING COLLEGE

DEPARTMENT OF CHEMISTRY



**ETUDE CHIMIQUE DE L'EXTRAIT AU
CHLORURE DE METHYLENE/METHANOL
(1:1) DES TIGES DE *Sanchezia nobilis*
(ACANTHACEAE)**

*Mémoire Présenté et soutenu publiquement en accomplissement
partiel des conditions requises en vue de l'obtention du Diplôme de
Professeur de l'Enseignement Secondaire Deuxième Grade (D.I.P.E.S. II)
en Chimie*

Par :

SAHADIO MEKUEKO Armand Romeo

Licencié en Chimie

Matricule : CM04-10SCI1149

Sous la direction de :

WAFO Pascal

Maître de Conférences

(ENS-UYI)

Année 2016

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A mon père J. MEKUEKO ;

A ma mère B. ZANGUE.

Remerciements

Ces remerciements s'adressent aux personnes qui de près ou de loin m'ont encadré, évalué, soutenu et supporté au cours de ces deux années de D.I.P.E.S II. Je pense ici particulièrement :

Au Professeur **P. WAFO** pour m'avoir permis d'effectuer ce mémoire sous sa direction. Merci pour la qualité de l'encadrement et la pédagogie dont il a fait preuve du début à la fin. Vos qualités humaines et intellectuelles inépuisables, nous ont permis de mener à bout ce travail ;

Aux Professeurs **S. KOUAM, B. LENTA, G. KAPCHE**, nous avons été très touchés par la spontanéité avec laquelle vous avez accepté de nous recevoir au sein de vos laboratoires ;

A tous les enseignants de l'Ecole Normale Supérieure de Yaoundé en particuliers ceux des Départements de Chimie, de Physique et des Sciences de l'Education pour la qualité de la formation qu'ils m'ont donnée. Soyez assuré de toute ma gratitude ;

A mes aînés de Laboratoire : **D. NGANTENG, T. MAFFO, R. MELONG, J. ATEBA et J. NGANTCHOU** pour leur conseil et leur soutien ;

J'exprimer également ma gratitude à mes camarades du laboratoire : **S. KEUBENG, L. TCHEUZEU, S. MADOPSI, C. TEGASNE, R. OHANDJA, M. FEUTIE, B. YAKAM**, pour l'esprit d'équipe et l'entraide dont ils ont fait preuve ;

A mes frères et sœurs **A. NGNINTEZEM, M. DJUIFFOUO, B. NGEUMNE, U. TAMOMENE**, merci pour le soutien tant matériel que moral et pour votre marque d'affection ;

Un merci particulier à toute ma famille et à tous mes proches en qui j'ai trouvé un soutien multiforme et constant, et ce malgré la distance ;

Enfin, à la 55^{ème} promotion des élèves professeurs de l'Ecole Normale Supérieure de Yaoundé option chimie, ceux avec qui nous avons partagé les joies, les peines et les doutes du quotidien, je suis heureux de vous avoir rencontré.

Sommaire

Dédicaces	i
Remerciements	ii
Sommaire	iv
Résumé	vi
Abstract	vii
Abréviations et Acronymes	viii
Liste des figures.....	x
Liste des tableaux	xi
INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : REVUE LITTERATURE	4
1-Aperçu botanique des Acanthaceae	4
1.1-Aperçu sur la famille.....	4
1.2-Aperçu sur le genre <i>Sanchezia</i>	4
1.3-Aperçu sur l'espèce <i>Sanchezia nobilis</i>	5
2-QUELQUES USAGES DE <i>SANCHEZIA NOBILIS</i>	6
3- TRAVAUX CHIMIQUES ANTERIEURS	6
3.1-Les flavonoïdes	7
3.1.1-Définition et activité biologique.....	7
3.1.2-Quelques flavonoïdes glycosilés isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	8
3.2- Les lignanes et les néo-lignanes.....	9
3.2.1-Définition et activité biologique.....	9
3.2.2- Quelques lignanes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	13
3.3-Les alcools.....	16
3.3.1- Les alcools matsutake : Définition et activité biologique	16
3.3.1.1-Quelques alcools matsutake isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	16
3.3.2-Les alcools benzyliques : Définition et activité biologique	17
3.3.2.1-Quelques alcools benzyliques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	18
3.3.3-Les alcools cinnamiques : Définition et activité biologique	18
3.3.3.1-Quelques alcools cinnamiques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	19
3.4-Les triterpènes	20
3.4.1-Définition et activités biologiques	20
3.4.2-Quelques triterpènes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.....	21
3.5-Les phytostérols	23

3.5.1-Définition et activités biologiques	23
3.5.2-Quelques stéroïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	25
3.6- Les alcaloïdes	26
3.6.1- Définition et activités biologiques.....	26
3.6.2-Quelques alcaloïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	27
4-ETUDES PHARMACOLOGIQUES ANTERIEURES.....	29
Chapitre II : RESULTATS ET DISCUSSION	31
I-INTRODUCTION	31
II- RESULTATS DES TESTS CARACTERISTIQUES DES CLASSES DE COMPOSES	33
III- IDENTIFICATION DES COMPOSES ISOLEES.....	33
III.1- Identification du composé SNB6	33
III.2- Identification du composé SNT1	37
III.3- Identification du composé SNT2	42
Chapitre III : PARTIE EXPERIMENTALE	30
1- APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETAL.....	44
1.1- Appareillage	44
1-2 Matériel végétal.....	44
2-EXTRACTION ET ISOLEMENT DES PRODUITS.....	44
2.1-Extraction	44
2.2-Isolement et purification des composés de l'extrait à l'hexane.....	46
2.3-Isolement et purification des composés de l'extrait au DCM	46
3-Caractéristiques physicochimiques et spectroscopiques des composés isolés.....	48
3.1- Caractéristiques de SNT1.....	48
3.2- Caractéristiques de SNB6	49
3.3- Caractéristiques de SNR02 :	49
3.4- Caractéristiques de SNT2 :	49
4- RESULTATS DES TESTS CARACTERISTIQUES DES CLASSES DE COMPOSES.....	49
INTERET PEDAGOGIQUE.....	51
CONCLUSION ET PERSPECTIVES	45
BIBLIOGRAPHIE	55

Résumé

Le présent travail porte sur l'extraction, l'isolement, la purification et la caractérisation des métabolites secondaires de l'extrait au chlorure de méthylène/méthanol (1 :1) des tiges de *Sanchezia nobilis*, une plante ornementale de la famille des Acanthaceae.

De ce travail, nous avons isolé grâce aux différentes techniques chromatographiques usuelles (CC et CCM) quatre composés. Grâce aux techniques spectroscopiques usuelles (RMN 1D, 2D, ¹H et ¹³C), par comparaison aux échantillons disponibles et par comparaison aux données décrites dans la littérature, trois de ces composés ont été identifiés à un acide gras, au lupéol et au mélange de β -sitostérol et de stigmastérol.

Mots clés : *Sanchezia nobilis*, Acanthaceae, acide gras, lupéol, β -sitostérol et stigmastérol.

Abstract

The present work deals with the extraction, isolation, purification and characterization of secondary metabolites from an extract of the roots of *Sanchezia nobilis*, a decorative plant belonging to the Acanthaceae family.

From dichloromethane/methanol (1:1) extract, we isolated thanks to the common chromatographic methods namely column chromatography and thin layer chromatography, four compounds.

On the basis of spectroscopic methods of analysis (RMN 1D, 2D, ^1H and ^{13}C), by comparison with the available specimen and by comparison with data from the literature, three of these compounds were identified as fat acid, lupeol and mixture of β -sitosterol and stigmastérol.

Key words: *Sanchezia nobilis*, Acanthaceae, fat gras, lupeol, β -sitosterol and stigmastérol.

Abréviations et Acronymes

AE	:	Acétate d'Ethyle
CC	:	Chromatographie sur Colonne
CCM	:	Chromatographie sur Couche Mince
Cm	:	Centimètre
<i>COSY</i>	:	<i>Correlation Spectroscopy</i>
¹³ C	:	Carbone 13
<i>d</i>	:	Doublet
<i>dd</i>	:	Doublet Dédoublé
<i>DEPT</i>	:	<i>Distortionless Enhancement by Polarisation Transfer</i>
<i>ESI</i>	:	<i>Ionisation par électrospray (electrospray ionization)</i>
Fig.	:	Figure
Glc	:	Glucopyranose
Hex	:	Hexane
<i>HMBC</i>	:	<i>Heteronuclear Multiple Bond Correlation</i>
<i>HSQC</i>	:	<i>Heteronuclear single Quantum Coherence</i>
Hz	:	Hertz
¹ H	:	Proton
<i>J</i>	:	constante de couplage
<i>m</i>	:	multiplet


m/z :	rapport masse/charge atomique
MHz :	Mégahertz
mL :	Millilitre
mm :	Millimètre
nm :	Nanomètre
pg :	picogramme
ppm :	partie par million
RMN :	Résonance Magnétique Nucléaire
s :	singulet
t :	triplet
Tab. :	Tableau
TMS :	TétraMéthylsilane
UV :	Ultraviolet
Xyl :	xylopyranose
δ_c :	déplacement chimique du carbone
δ_H :	déplacement chimique du proton

Liste des figures

Figure 1. Feuilles de <i>Sanchezia nobilis</i> (SAHADIO Roméo © 2016).....	5
Figure 2. Tiges de <i>Sanchezia nobilis</i> (SAHADIO Roméo © 2016)	5
Figure 3. Fleurs de <i>Sanchezia nobilis</i> (SAHADIO Roméo © 2016).....	6
Figure 4. Biosyntheses des lignanes	11
Figure 5. Protocole d'extraction et de purification des composés	32
Figure 6. Spectre RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz) de SNB6	34
Figure 7. Spectre RMH ^{13}C (CDCl_3 , 75 MHz) de SNB6	35
Figure 8. Spectre COSY de SNB6.....	36
Figure 9. Quelques taches de corrélations entre les protons de SNB6 données par le COSY.	36
Figure 10. Spectre RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz) de SNT1.....	38
Figure 11. Spectre RMH ^{13}C (CDCl_3 , 75 MHz) de SNT1	39
Figure 12. DEPT 135 de SNT1	40
Figure 13. CCM comparative de SNT2	42

Liste des Tableaux

Tableau 1. Quelques flavonoïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.....	8
Tableau 2. Quelques lignanes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.....	14
Tableau 3. Alcools matsutake isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	16
Tableau 4. Alcools benzylique isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.....	18
Tableau 5. Alcools cinnamiques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.....	19
Tableau 6. Quelques triterpènes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	21
Tableau 7. Quelques stéroïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	25
Tableau 8. Quelques alcaloïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae	27
Tableau 9. Quelques tests effectués sur l'extrait brut des tiges de <i>S. nobilis</i>	33
Tableau 10. Comparaison des données RMN ¹ H et ¹³ C de SNT1 à celles de la littérature.....	41
Tableau 11. Chromatogramme de l'extrait à l'hexane des tiges de <i>S.nobilis</i>	46
Tableau 12. Chromatogramme de l'extrait au DCM des tiges de <i>S.nobilis</i>	47
Tableau 13. Quelques tests effectués sur l'extrait brut des tiges de <i>S. nobilis</i>	50



INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCTION

Les plantes sont depuis l'origine de l'humanité, une source essentielle de médicaments pour l'Homme (Lhuillier 2007). Il se trouve cependant que dans l'utilisation de ces plantes, les populations soient confrontées aux questions de dose, de toxicité et de mode d'administration. Dans la médecine conventionnelle, les médicaments utilisés jusqu'ici éprouvent des résistances face aux agents pathogènes et ces médicaments ne sont pas toujours accessibles à tous. C'est pour cela que l'ethnobotanique et l'ethnopharmacologie s'emploient à recenser partout dans le monde, des plantes réputées actives et dont il appartient à la recherche moderne de préciser les propriétés et valider les usages (Serge *et al.* 2007).

Notre travail s'inscrit dans le cadre de la recherche de molécules d'origine végétale jouissant d'activités biologiques. Et dans le but de poursuivre ce programme, nous nous sommes intéressés dans le cadre de l'initiation à la recherche pour l'obtention du Diplôme de Professeur d'Enseignement Secondaire Deuxième Grade (D.I.P.E.S II), à l'étude chimique des tiges de l'espèce *Sanchezia nobilis*, plante appartenant à la famille des Acanthaceae.

Motivation : *Sanchezia nobilis* est une plante nouvellement introduite dans la flore camerounaise et d'après la littérature, elle n'a pas encore fait l'objet d'études poussées.

Problématique : Etant donné que la composition d'une plante en métabolites secondaires dépend de la nature du climat et du sol, on ne sait pas ce qu'il en sera pour *Sanchezia nobilis* au Cameroun.

Question de recherche : Quelle est la composition en métabolites secondaires de *Sanchezia nobilis* au Cameroun ?

Objectif général : Contribuer à une meilleure connaissance chimique de cette plante au Cameroun.

Objectifs opérationnels : Pour y arriver, nous allons récolter *Sanchezia nobilis*, l'extraire, le séparer, le purifier, le caractériser et évaluer si possible les activités biologiques.

Ce travail sera présenté selon le plan qui suit :

- Le premier chapitre est consacré aux études antérieures incluant : La présentation botanique de la famille des Acanthaceae et l'espèce *Sanchezia nobilis* appartenant à cette dernière.
- le deuxième chapitre sera consacré à la présentation et à la discussion des résultats.
- Le troisième chapitre est consacré à la partie expérimentale.

Enfin une conclusion générale qui résume l'ensemble de résultats obtenus.



Chapitre I :
REVUE DE LA
LITTERATURE

1-Aperçu botanique des Acanthaceae

1.1-Aperçu sur la famille

Les Acanthaceae sont une famille tropicale large et diversifiée. Elle contient des plantes herbacées, des arbustes, des lianes, ou des plantes grimpantes et, rarement, des arbres, quelques espèces étant épiphytes. (Trease & Evans 1983).

Les feuilles sont opposées ou simples, usuellement avec des marges entières ou ondulées (Wasshausen & Wood 2004).

Leurs fleurs sont hermaphrodites bisexuées, irrégulières ou bilabiées, solitaires, en cymes ou en racèmes. Les fleurs individuelles sont généralement sous tendues par des bractées et des bractéoles grandes et pétaloïdes (Wasshausen & Wood 2004).

Les fruits sont en capsule loculicide à déhiscence élastique. Ils ont de très gros embryons dans la graine, et pas d'albumen. La paroi de la graine est couverte de poils ou d'écaillés qui deviennent collantes ou visqueuses en milieu humide. (Wasshausen & Wood 2004).

On rencontre principalement cette famille en Asie du Sud-Est, Indonésie et Malaisie, ainsi qu'en Afrique et en Amérique Centrale. Seules quelques espèces se trouvent dans les régions tempérées.

Cette famille contient 240 genres et 3250 espèces (Wasshausen & Wood 2004). Nous pouvons citer entre autre les genres *Acanthus*, *Fittonia*, *Jacobinia*, *Justicia*, *Nelsonia*, *Ritonia*, et *Sanchezia* auquel appartient notre espèce.

1.2-Aperçu sur le genre *Sanchezia*

Ce sont des arbustes ou des plantes grimpantes, avec des tiges généralement glabres. Les fleurs sont solitaires, usuellement larges et visibles, avec des couleurs allant du jaune à l'orange en passant par le rouge et le pourpre. (Wasshausen & Wood 2004).

On estime à 50 le nombre d'espèces contenu dans ce genre (Leonard & Smith 1964) parmi lesquelles nous pouvons citer *S. parvibracteata*, *S. putumayensis*, *S. lutea*, *S. villosa*, et *Sanchezia nobilis* qui fera l'objet de notre étude.

1.3-Aperçu sur l'espèce *Sanchezia nobilis*

Sanchezia nobilis est un arbuste pouvant atteindre 1.3 à 2.4 mètre de hauteur.

Les feuilles sont simples, persistantes, ovées ou lancéolées, variées en forme et en taille, avec des bords légèrement dentées (figure 1). Elles sont veinées de blanc et mesurent 7 à 9 cm de long et 4 à 6 cm de large. (Mohamed et al. 2006)



Figure 1. Feuilles de *Sanchezia nobilis* (SAHADIO Roméo © 2016)

Les tiges sont droites, vivaces, rondes au niveau de leur parties supérieure et quadrangulaires au niveau de leur parties inférieures (figure 2). Elles atteignent 0.5 à 1 m de long et 0.5 à 2 cm de diamètre. (Mohamed et al. 2006)

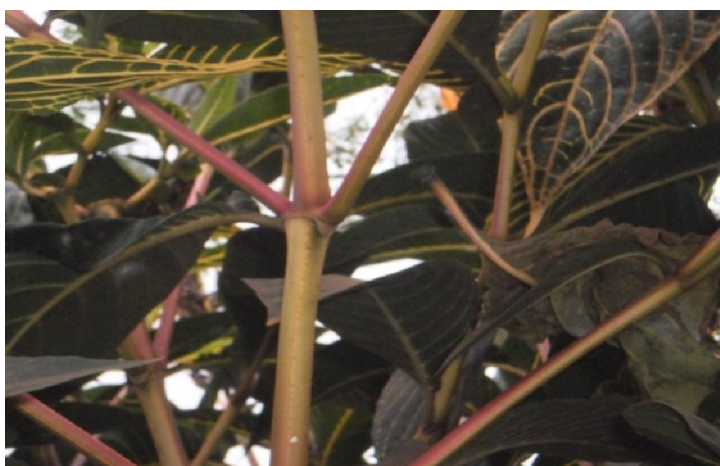


Figure 2. Tiges de *Sanchezia nobilis* (SAHADIO Roméo © 2016)

Les fleurs sont arrangées en grappe formant une inflorescence dans laquelle la croissance évolue du bas vers le haut (figure 3). Elles sont hermaphrodites, sessiles, petites, irrégulières, zygomorphes et mesurent à peu près 2.5 à 3.5 cm de long. Elles ont une odeur faible caractéristique, avec un goût légèrement amer. (Mohamed et al. 2006)



Figure 3. Fleurs de *Sanchezia nobilis* (SAHADIO Roméo © 2016)

2- QUELQUES USAGES DE *SANCHEZIA NOBILIS*

Sanchezia nobilis est largement utilisée comme une plante ornementale.

Elle est également une plante médicinale très importante avec plusieurs usages dans la pharmacopée naturelle :

- ❖ En Thaïlande, les racines de *Sanchezia nobilis* sont utilisées pour traiter l'impuissance sexuelle et pour augmenter le désir sexuel (Philipine Medicinal Plants 2015).
- ❖ Hawaii, à Fidji et en nouvelle Calédonie, les feuilles de *Sanchezia nobilis* sont traditionnellement utilisées pour soigner les plaies (Shuaib et al. 2015).

3- TRAVAUX CHIMIQUES ANTERIEURS

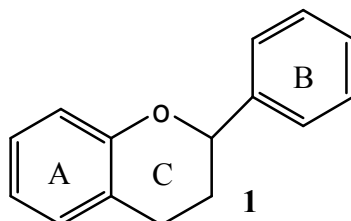
Etant donné que les plantes du genre *Sanchezia* n'ont pas encore fait l'objet de beaucoup d'études, nous avons étendu la littérature aux autres genres de la famille des Acanthaceae.

Ainsi, les résultats des études chimiques effectuées par plusieurs chercheurs sur cette famille ont conduit à l'isolement et à la caractérisation des métabolites secondaires appartenant à la classe : des alcaloïds, des glycosides, des flavonoïdes, des triterpenoïdes, des carbohydrates, de stéroïdes, des composés phénoliques, des saponins, des tannins (Weniger et al.1984, White 1986, Abu Shuaib Rafshanjani et al. 2015), des alcools et des lignanes (Ahmed et al. 2013, Ahmed et al. 2014).

3.1-Les flavonoïdes

3.1.1-Définition et activité biologique

Le terme « flavonoïde » désigne une très large gamme de composés naturels appartenant à la famille des polyphénols. Ils sont groupés en plusieurs classes qui incluent les flavonols, les flavones, les flavanols, les isoflavones et les anthocyanes. Tous les flavonoïdes (plus de 4000) possèdent le même élément structural de base, à savoir l'enchaînement C₆-C₃-C₆ appelé 2-phénylchromane (1) (Bruneton 1999).



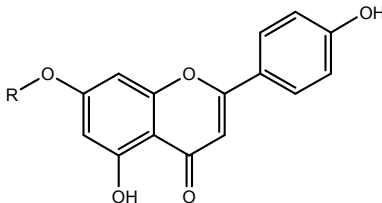
La principale propriété initialement reconnue aux flavonoïdes est d'être "veino-actifs", c'est-à-dire capables de diminuer la perméabilité des capillaires sanguins et de renforcer leur résistance (Bruneton 1999). La plupart des flavonoïdes sont in vitro, antimutagènes ; à contrario, quelques flavonols sont sur les mêmes modèles mutagènes et un petit nombre d'entre eux sont anti cancérogènes et inhibiteurs de la croissance des cellules tumorales in vitro (Bruneton 1999).

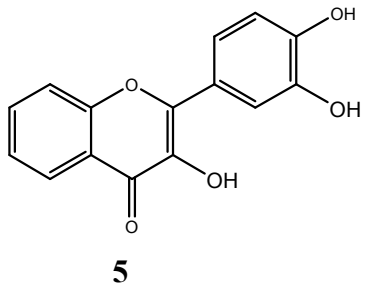
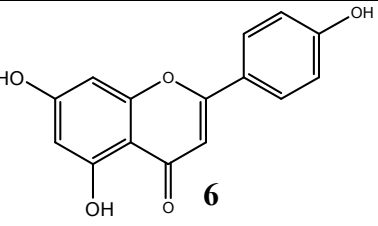
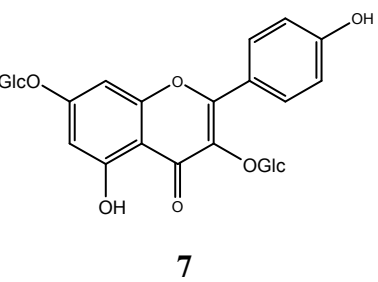
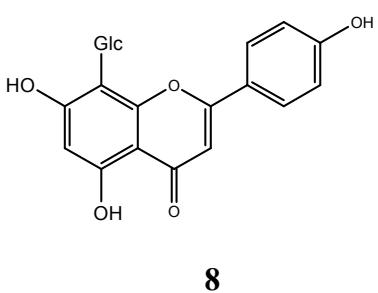
Comme autres propriétés, Les Flavonoïdes peuvent être des : antispasmodiques, hypocholestérolémiants, diurétiques, (Bruneton 1999), analgésiques (Gonzalez-Trujano et al. 2007).

3.1.2-Quelques flavonoïdes glycosilés isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Le tableau suivant donne quelques flavonoïdes issus des espèces de la famille des Acanthaceae (Tableau1).

Tableau 1. Quelques flavonoïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.

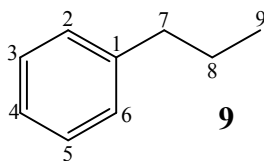
Espèce	Flavonoïdes isolés		Source	Référence
	Structure	Nom		
<i>Sanchezia nobilis</i>		R=glucopyranoside :A pigenine-7-O-β- glucopyranoside (2)	Parties aériennes	Ahmed et al. 2014
		R=gentiobioside : Apigenine-7-O-β- gentiobiose (3)		
		R=glucurono- pyranoside : Apigenine-7-O-β- glucurono-pyranoside (4)		

<i>Justicia cataractae</i>	 <p style="text-align: center;">5</p>	3',4'- Dihydroxyflavonol	Parties aériennes	Wang et <i>al.</i> 2004
<i>Justicia gendarussa</i>	 <p style="text-align: center;">6</p>	Apigenine	Parties aériennes	Wahi et <i>al.</i> 1974
<i>Justicia spicigera</i>	 <p style="text-align: center;">7</p>	Kaempferitrine	Parties aériennes	Fang et <i>al.</i> 2005
<i>Justicia gendarussa</i>	 <p style="text-align: center;">8</p>	Vitexine	Parties aériennes	Wahi et <i>al.</i> 1974

3.2- Les lignanes et les néo-lignanes

3.2.1-Définition et activité biologique

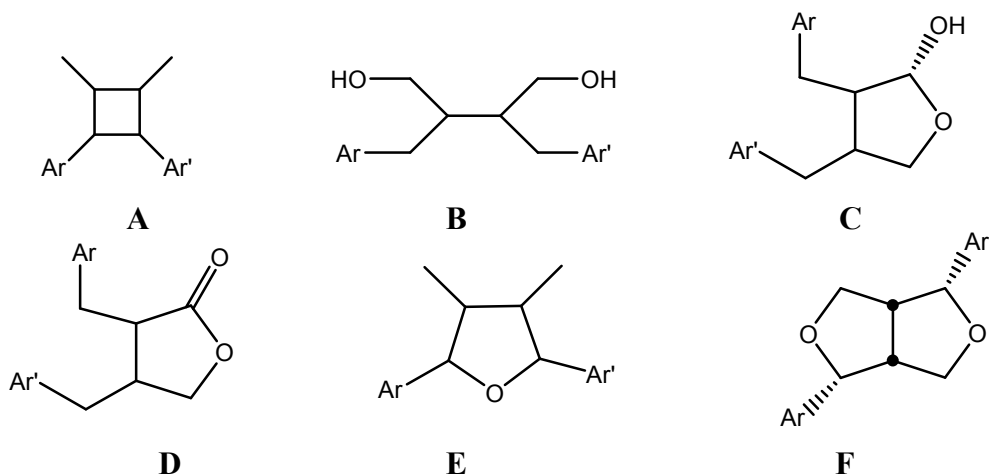
Le terme lignane désigne habituellement des composés dimères de deux unités de phénylpropanoïdes (9) (C6-C3) liés au niveau des carbones centraux (C-8 et C-8') de leur chaîne latérale (**Bruneton 1993**).



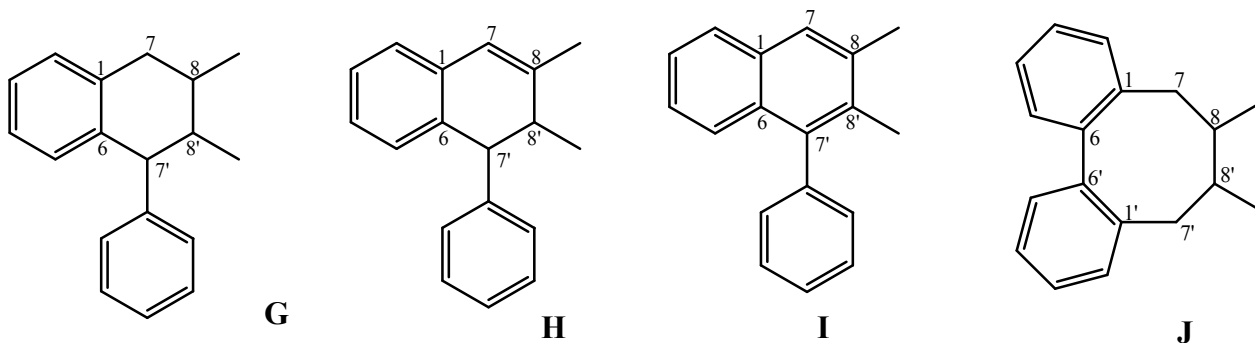
Tout dimère naturel de ces deux unités issu d'une jonction autre que celle C-8-C-8' appartient à la classe des néolignanes (**Bruneton** 1993).

Sur la base des caractéristiques structurales, on distingue six groupes structuraux fondamentaux de lignanes (**Bruneton** 1993).

- A. les 1,4-diaryl-2,3-diméthylcyclobutanes
- B. les 2,3-dibenzylbutan-1,4-diols
- C. les 3,4-dibenzyl- γ -butyrolactols
- D. les γ -butyrolactone lignanes
- E. les 2,5-diaryl-3,4-diméthyltétrahydrofuranes
- E. les 2,6-diaryl-3,7-dioxabicyclo[3.3.0]octanes



En outre, les cyclisations internes résultant de la formation des liaisons C-6-C-7' ou C-6-C-6' donnent naissance à deux classes de composés communément appelés cyclolignanes. La première (C-6-C-7') renferme les tétrahydronaphtalènes (**G**), les dihydronaphtalènes (**H**) et les dérivés du naphtalène (**I**) tandis que la deuxième classe (C-6-C-6') est constituée des dérivés dibenzocyclooctène (**J**) (**Bruneton** 1993).



***Biosynthèse des lignanes**

Les lignanes dériveraient du couplage sélectif et stéréospécifique de deux carbones centraux de la chaîne latérale des composés cinnamyles (13). Ces derniers proviennent de l'acide shikimique (10) via la phénylalanine (11) ou la tyrosine (12) (figure 4) (Bruneton 1993).

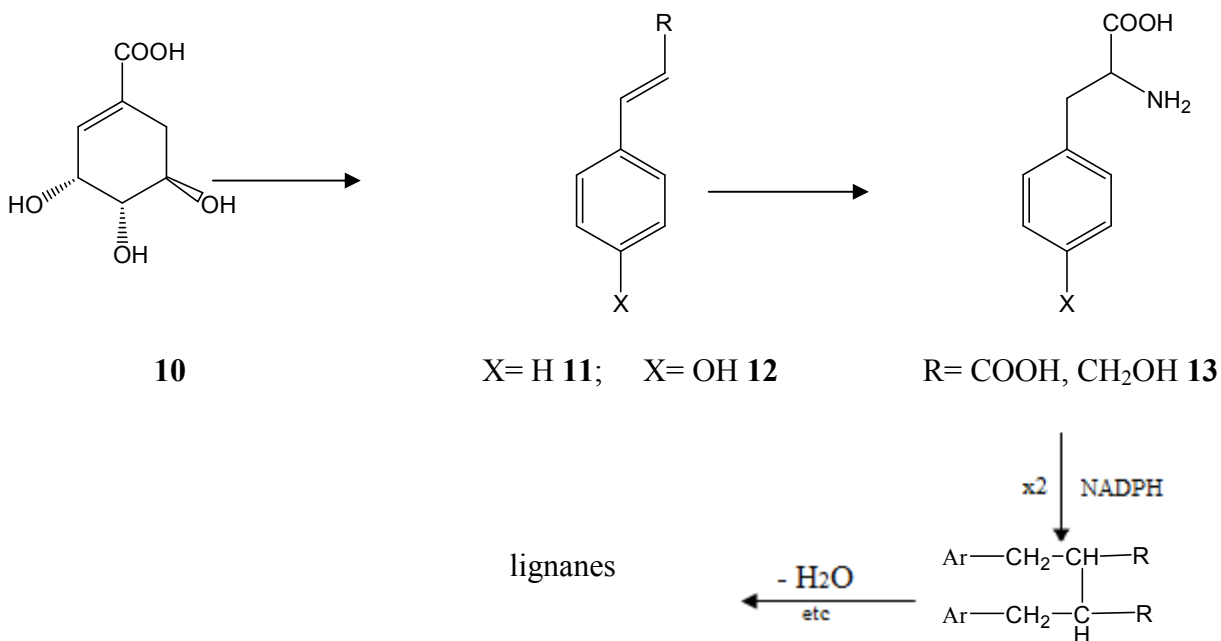
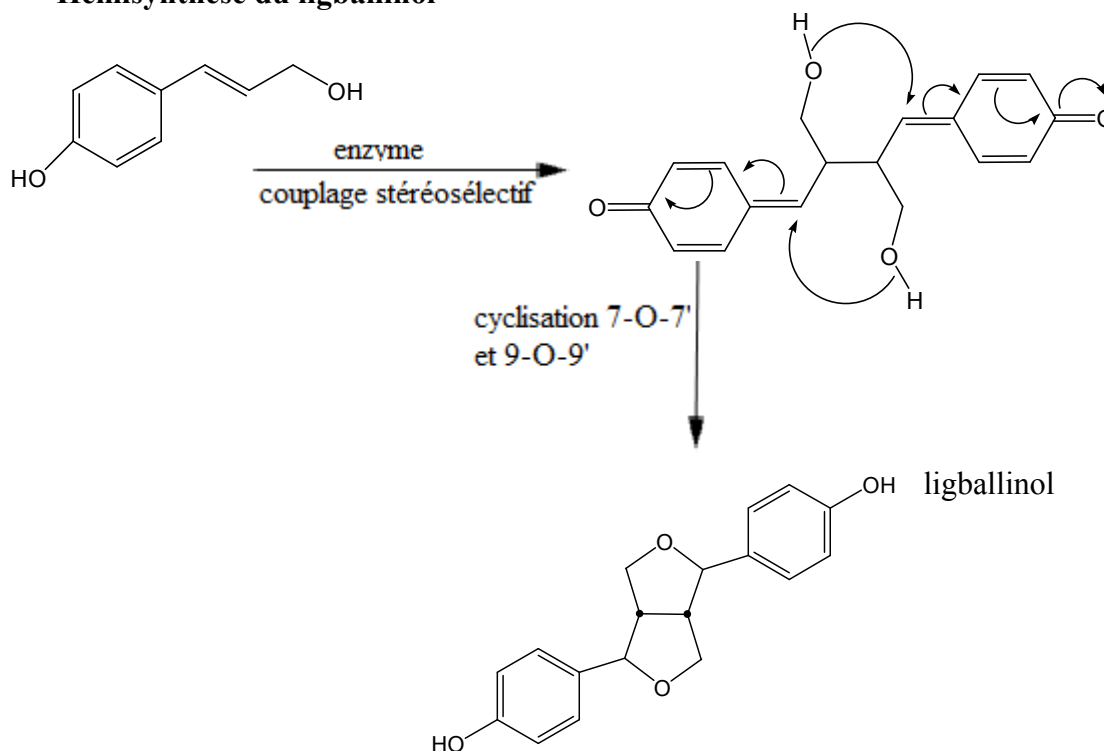


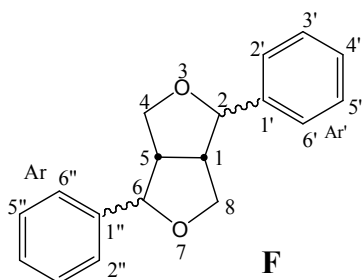
Figure 4. Biosyntheses des lignanes

***Hémisynthèse du ligballinol**



***Quelques propriétés des lignanes du type 2,6-diaryl-3,7-dioxabicyclo[3.3.0]octanes**

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons aux lignanes du groupe (F). Les lignanes appartenant à ce groupe sont appelés 2,6-diaryltétrahydrofurofuranoïdes ou 2,6-diaryl-3,7-dioxabicyclo[3.3.0]octane. (Bruneton 1993). Le système de numérotation est le suivant :

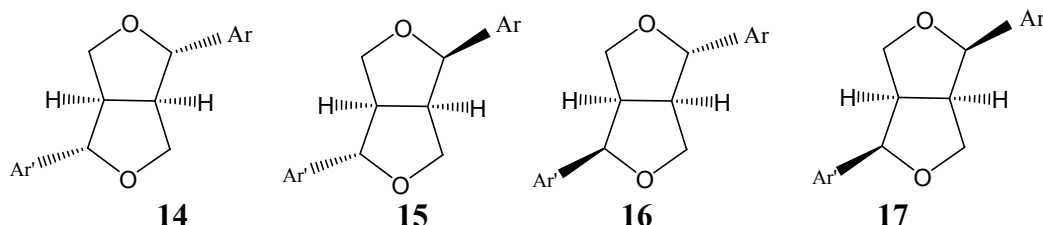


Suivant l'orientation des deux groupements aryles, les composés du groupe F peuvent être subdivisés en quatre sous-groupes :

- Les tétrahydrofurofuranoïdes symétriquement substitués et ayant les groupements aryles identiques **10**, **13** (Ar = Ar').
- Les tétrahydrofurofuranoïdes symétriquement substitués et ayant les groupements aryles différents **11**, **12** (Ar ≠ Ar').

Dans les deux premiers sous groupes, la stéréochimie est identique autour des carbones 2 et 6. Ces composés sont appelés soit diéquatoriaux (**10**), soit diaxiaux (**13**).

Dans les deux seconds sous-groupes, la configuration absolue autour de C-2 et C-6 est opposée. Ils sont appelés épi-isomères.



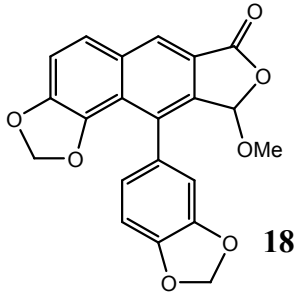
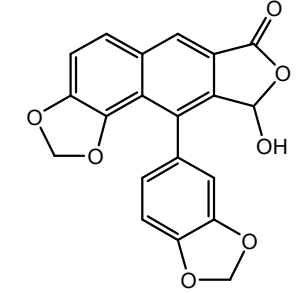
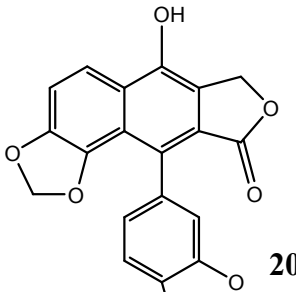
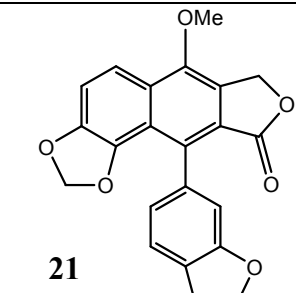
Les lignanes constituent une classe abondante de métabolites secondaires, qui suscitent un intérêt croissant, en raison de leurs activités biologiques, par exemple anti-tumorale, antimitotique, et antivirale (MacRae & Towers 1984, Ayres & Loike 1990). Il existe des travaux qui ont mis en évidence des propriétés insecticides (Gao *et al.* 2004, Kozawa *et al.* 1982, Harmatha & Nawrot 1984), antifongique (Belmares *et al.* 1979, Gang *et al.* 1999), ou encore antibactérienne (Markkanen *et al.* 1981, McRae & Towers 1984) des lignanes. Ils possèdent également des propriétés antioxydantes (Kitts *et al.* 1999, Fauré *et al.* 1990).

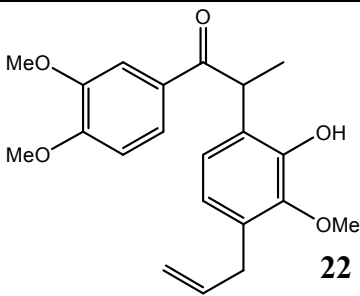
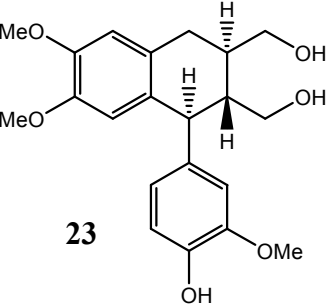
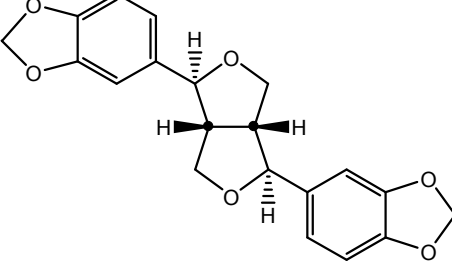
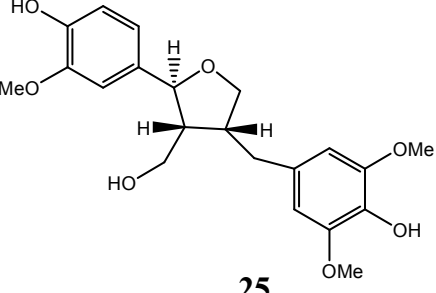
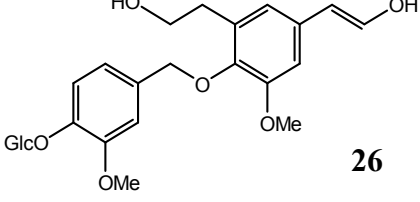
Le rôle des néo-lignanes comme facteur de croissance n'est pour l'heure pas prouvé, mais il apparaît que le DCG (glucopyranosyl deshydrodiconiferyl) (**26**) possède une activité sur la division cellulaire végétale (Binns *et al.* 1987). Par contre, un rôle dans les interactions plantes/microorganismes (notamment *Agrobacterium tumefaciens*) a été démontré (Lynn *et al.* 1987). Ainsi, le DCG agit en tant qu'inducteur des gènes de virulence d'*Agrobacterium tumefaciens* et augmente l'efficacité de transformation génétique de certaines plantes.

3.2.2- Quelques lignanes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Les exemples lignanes isolés de quelques espèces de la famille des Acanthaceae sont donnés dans le tableau 2.

Tableau 2. Quelques lignanes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèce	Triterpènes isolés		Source	Référence
	Structure	Nom		
<i>Justicia neesii</i>	 <p>18</p>	Jusmicranthine méthyle éther	Parties aériennes	Rajase- khar & Subbaraju, 2000
<i>Justicia neesii</i>	 <p>19</p>	Jusmicranthine	Parties aériennes	Rajase- khar & Subbaraju, 2000
<i>Justicia procumbens</i>	 <p>20</p>	Taiwanine E	Parties aériennes	Chang et al. 2000
<i>Justicia purpurea</i>	 <p>21</p>	Taiwanine E méthyle éther	Parties aériennes	Kavitha et al. 2003

<p><i>Justicia patentiflora</i></p>	 <p>22</p>	<p>Carinatone</p>	<p>Parties aériennes</p>	<p>Susplu-gas et al. 2005</p>
<p><i>Justicia flava</i></p>	 <p>23</p>	<p>(+)- Isolariciresinol</p>	<p>Parties aériennes</p>	<p>Küpeli et al. 2003</p>
<p><i>Justicia purpurea</i></p>	 <p>24</p>	<p>Sesamine</p>	<p>Parties aériennes</p>	<p>Kavitha et al. 2003</p>
<p><i>Justicia glauca</i></p>	 <p>25</p>	<p>Justiciresinol</p>	<p>Parties aériennes</p>	<p>Subba- raju et al. 1991</p>
<p><i>Sanchezia nobilis</i></p>	 <p>26</p>	<p>4-O-β- glucopyranosyl deshydrodiconi- feryl</p>	<p>Parties aériennes</p>	<p>Ahmed et al. 2014</p>

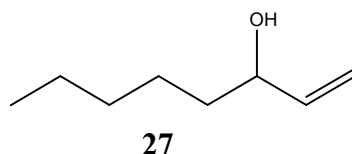
3.3-Les alcools

Un alcool est un composé organique de formule générale R-O-H dans lequel un l'hydroxyde « -OH » est fixé sur un atome de carbone saturé (hybridé sp³) du groupement alkyle R. Ces composés sont abondants dans la nature notamment dans la structure des sucres. On les retrouve aussi dans l'industrie pétrochimique.

Les études chimiques effectuées sur les espèces de la famille des acanthacea ont conduit à l'isolement et à la caractérisation d'un certain nombre d'alcools tels que : les alcools matsutake (Ahmed et al. 2013), les alcools benzyliques et les alcools cinnamiques (Ahmed et al. 2014).

3.3.1- Les alcools matsutake : Définition et activité biologique

L'alcool matsutake ou le 1-octèn-3-ol (27) encore appelé alcool champignon (1-octen-3-ol, Mushroom alcohol, 3-octenol, 3391-86-4. Consulté le 11/05/2016), est un alcool secondaire dérivant du 1-octène. Il existe sous deux énantiomères à savoir: le (R)-(-)-1-octèn-3-ol et le (S)-(+)-1-octèn-3-ol.



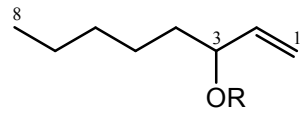
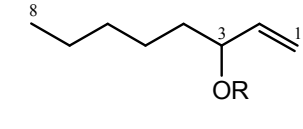
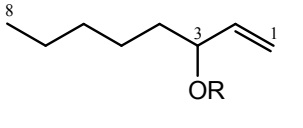
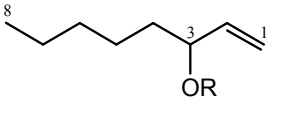
Cet alcool est d'une toxicité modérée avec une dose létale de 340 mg/kg (Octenol Fact Sheet 2007). Des études menées ont montré que cet alcool perturbe l'homéostasie de la dopamine et est un agent environnemental probable impliqué dans la maladie de Parkinson (Inamdar et al. 2013).

3.3.1.1-Quelques alcools matsutake isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Le tableau suivant donne les alcools matsutake isolés (Tableau 3).

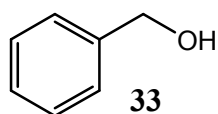
Tableau 3. Alcools matsutake isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèce	Alcools matsutake isolés		Source	Référence
	Structures	Nom		
<i>Sanchezia nobilis</i>	<p>28: R = H</p>	1-octen-3-ol	Parties aériennes	Ahmed et al. 2013

<i>Sanchezia nobilis</i>	 <p>29: R = Glc</p>	3-O-β-glucopyranosyl-1-octen-3-ol	Parties aériennes	Ahmed et al. 2013
	 <p>30: R = Glc-(6→1)-Glc</p>	3-O-β-glucopyranosyl-(1→6)-β-glucopyranosyl-1-octen-3-ol		
	 <p>31: R = Glc-(6→1)-Ara</p>	3-O-β-arabinopyranosyl-(1→6)-β-glucopyranosyl-1-octen-3-ol		
	 <p>32: R = Glc-(6→1)-Glc-(6→1)-Ara</p>	3-O-β-arabinopyranosyl-(1→6)-β-glucopyranosyl-(1→6)-β-glucopyranosyl-1-octen-3-ol		

3.3.2-Les alcools benzyliques : Définition et activité biologique

L'alcool benzylique (**33**) est un liquide incolore, peu volatil, d'odeur douce et aromatique. On le retrouve naturellement dans de nombreux végétaux et aliments (Nair B 2001).



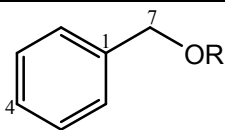
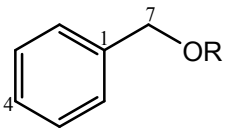
Par voie orale, l'alcool benzylique est un irritant digestif et, à forte dose, un dépresseur du système nerveux central (SNC). Par voie respiratoire, il agit essentiellement

sur le SNC. Localement, l'effet irritant est modéré pour la peau mais peut être sévère pour l'œil (Santé et sécurité au travail, 2014).

3.3.2.1-Quelques alcools benzyliques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

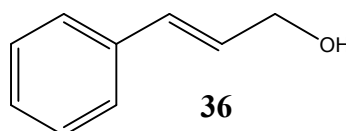
Le tableau suivant donne les alcools benzyliques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae (Tableau 4).

Tableau 4. Alcools benzyliques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèce	Alcools benzyliques isolés		Source	Référence
	Nom	Structure		
<i>Sanchezia nobilis</i>	alcool 7-O-β-glucopyranosyl benzylique	 <p>34: R= Glc</p>	Parties aériennes	Ahmed et al. 2014
	alcool 7-O-β-apiofuranosyl-(1 → 6)-O-β-glucopyranosyl benzylique	 <p>35: R= Glc-(6→1)-Apio</p>		

3.3.3-Les alcools cinnamiques : Définition et activité biologique

L'alcool cinnamique (36) est un composé organique que l'on trouve sous une forme estérifiée dans le storax, le balsamier du Pérou, et les feuilles de la cannelle. Il a une odeur caractéristique décrite comme « bonbon, balsamine, jacinthe, épicée, vigoureuse, pulvérulente, cinnamique » (Cinnamyl alcohol 2015).

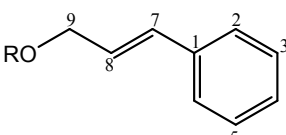
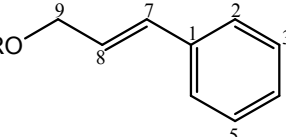
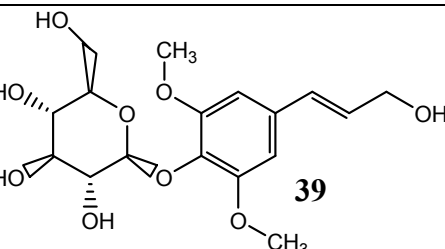


Cet alcool est reconnu pour avoir un effet sensibilisant sur certaines personnes (IFRA RIFM QRA Information Booklet V6.0, 2011) et de ce fait, a fait l'objet d'une restriction par l'IFRA (International Fragrance Association).

3.3.3.1-Quelques alcools cinnamiques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Le tableau suivant donne les alcools cinnamiques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae (tableau 5).

Tableau 5. Alcools cinnamiques isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèce	Alcools cinnamiques isolés		Source	Référence
	Nom	Structure		
<i>Sanchezia nobilis</i>	l'alcool 9-O-β-glucopyranosyl trans-cinnamyl	 <p>37: R = Glc</p>	Parties aériennes	Ahmed et al. 2014
	l'alcool 9-O-β-xylopyranosyl- (1 → 6) -O-β-glucopyranosyl- (1 → 6) -O-β-glucopyranosyl trans-cinnamyl	 <p>38: R = Glc-(6→1)-Glc-(6→1)-Xyl</p>		
	syringine	 <p>39</p>		

3.4-Les triterpènes

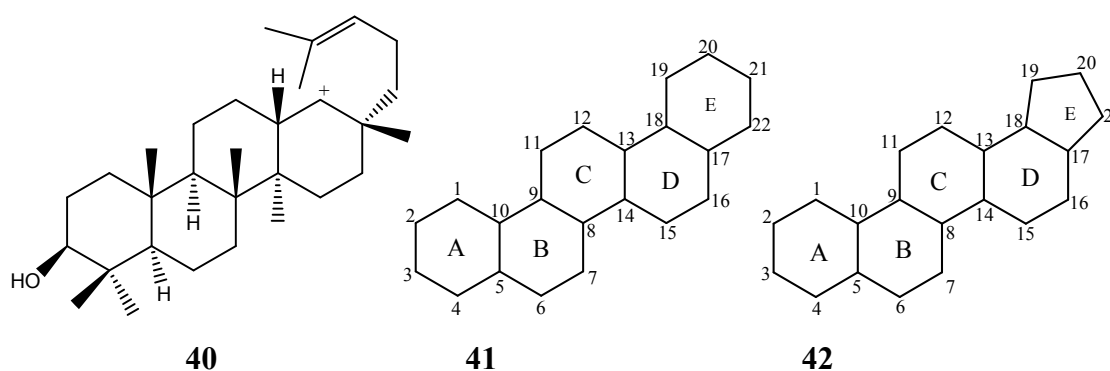
3.4.1-Définition et activités biologiques

Le terme terpène est attribué à tous les composés possédant une structure moléculaire construite à base d'un monomère à 5 carbones appelé isoprène (C_5H_8). Ces composés sont majoritairement d'origine végétale.

Leur classification est basée sur le nombre de répétitions de l'unité de base isoprène (**Bruneton 1999, Deye et al. 1991, Manitto1981**). C'est ainsi que l'on distingue : les hémiterpènes (C_5), les monoterpènes (C_{10}), les sesquiterpènes (C_{15}), les diterpènes (C_{20}), les sesterpènes (C_{25}), les triterpènes (C_{30}), les tetraterpènes (C_{40}) et polyterpènes.

Les triterpènes sont issus de la cyclisation du 3S-2,3-époxy-squalène, ou plus rarement du squalène lui-même (**Manitto1981, Deye et al. 1991, Bruneton 1999**). Les différences majeures sont d'ordre stéréochimiques ayant trait à la conformation adoptée par l'époxy-squalène avant la cyclisation initiale. Le cation formé (**40**) lors de cette cyclisation peut ensuite subir une série de déplacements 1, 2 de protons et de méthyles conduisant aux différents squelettes tétra et pentacycliques qui caractérisent ce groupe de substances naturelles (**Manitto1981, Deye et al. 1991, Bruneton 1999**).

Lorsqu'ils sont pentacycliques, les triterpènes peuvent avoir deux structures de bases différentes : l'une à cinq cycles de 6 atomes (**41**) et l'autre, quatre cycles de 6 atomes plus un cycle de 5 atomes (**42**) comme ci-dessous indiqué.



L'intérêt thérapeutique des triterpènes représente un enjeu capital dans le domaine de la recherche des substances naturelles. Les propriétés pharmacologiques diverses (**Manitto 1981, Bruneton 1999**) attribuées à ces composés ont permis leur classement en tant qu'un groupe de métabolites secondaires de grande importance.

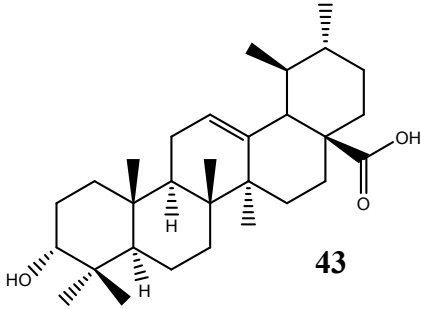
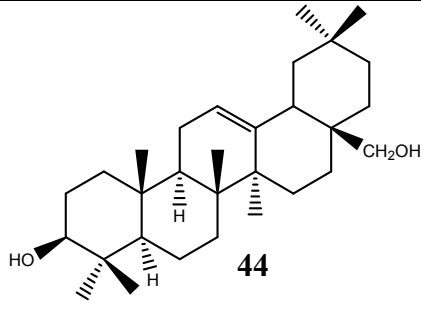
Ces composés manifestent entre autres :

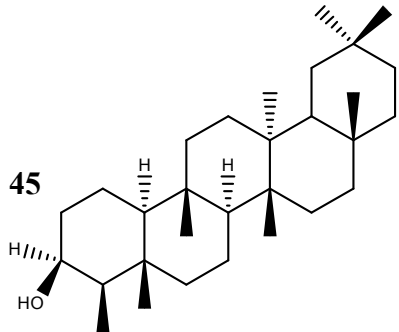
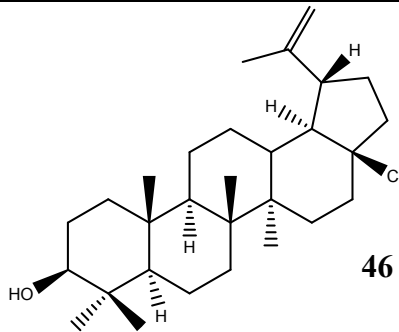
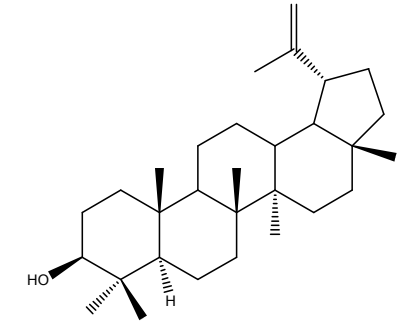
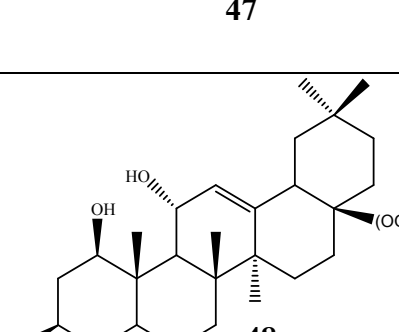
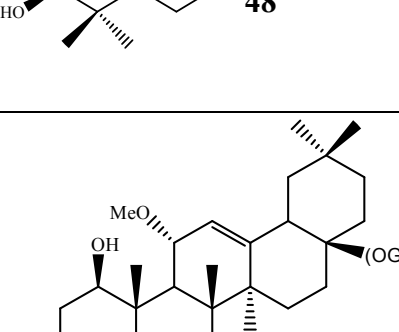
- des potentialités thérapeutiques dans les différents domaines : cytostatiques, anti-inflammatoires, analgésiques, insecticides, molluscicides,etc. (Manitto 1981, Bruneton 1999)
- un intérêt thérapeutique concernant l'extraction des molécules bioactives, pour l'obtention des formes galéniques simples ou pour celle de préparation phytothérapeutique. (Manitto 1981, Bruneton 1999)

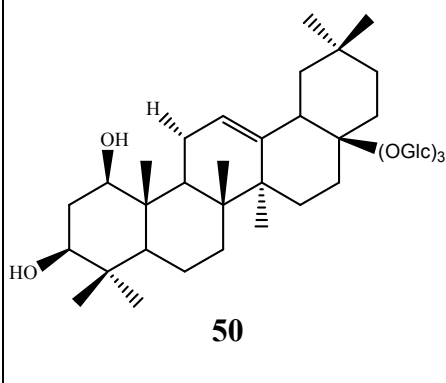
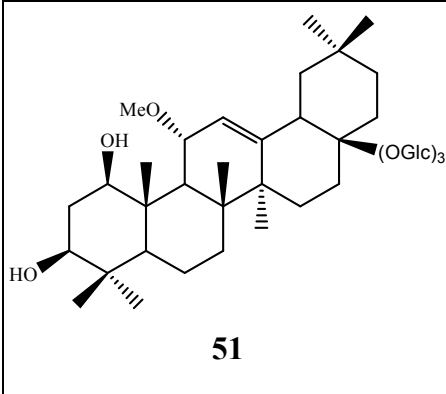
3.4.2-Quelques triterpènes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Les exemples de triterpènes isolés de quelques espèces de la famille des Acanthaceae sont donnés dans le tableau 6.

Tableau 6. Quelques triterpènes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèces	Triterpènes isolés		Source	Références
	Structure	Nom		
<i>Brillantaisia palisatii</i>	 <p style="text-align: center;">43</p>	Acide-3-épi-ursolique	Parties aériennes	Luciane et <i>al.</i> 2003
	 <p style="text-align: center;">44</p>	Erythrodiol		

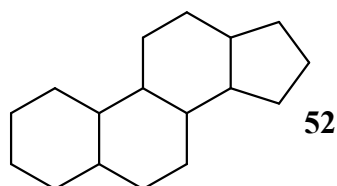
<i>Justicia acuminatissima</i>	 45	β -friedelinol	Parties aériennes	Geone et al. 2014
	 46	Acide betulinique		
<i>Hemigraphis hirta</i> T.anders	 47	lupéol	Parties aériennes	Khurshid et al. 2002
<i>Justicia betonica</i>	 48	Justicioside A	Parties aériennes	Kanchana-poom et al. 2004
	 49	Justicioside B		

<i>Justicia betonica</i>	 <p>50</p>	Justicioside C	Parties aériennes	
	 <p>51</p>	Justicioside D		

3.5-Les phytostérols

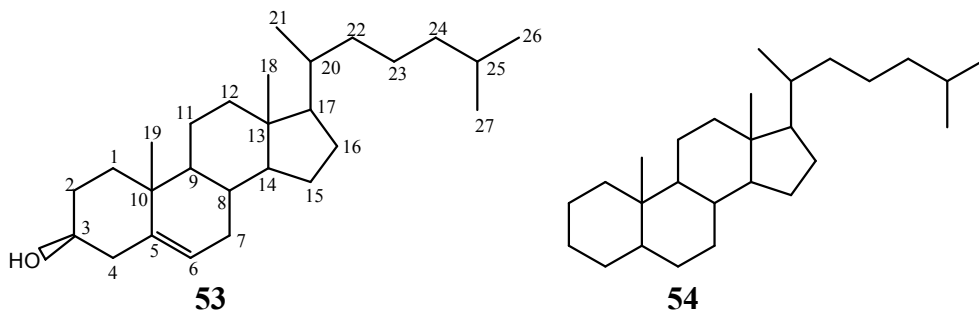
3.5.1-Définition et activités biologiques

Ce sont des stéroïdes issus des végétaux et sont des composés de structure tétracyclique contenant le noyau perhydrocyclopentanophénanthrène (52). L'unité structurale est fortement marquée chez les stéroïdes (Bruneton 1993).



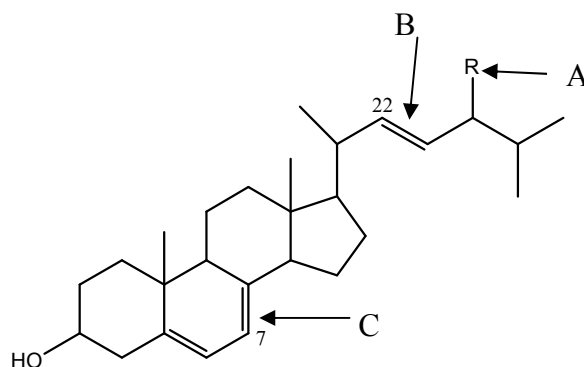
Les phytostérols sont des 3-monohydroxystéroïdes possédant 27, 28, ou 29 atomes de carbones. Tous les composés naturels ont un hydroxyle 3β et presque tous ont une ou plusieurs doubles liaisons se trouvant habituellement en position 5, 7 ou 22 (Bruneton 1993).

Les phytostérols dérivent du cholestérol (53) qui est un alcool secondaire éthylénique en C-27 dérivant d'un carbure appelé cholestane (54) (Bruneton 1993).



On peut avoir trois modifications possibles (**Bruneton** 1993):

- A. un groupe alkyle supplémentaire en C-24 (CH₃, C₂H₅)
- B. une double liaison supplémentaire en C-22
- C. une double liaison supplémentaire en C-7



Comme principaux représentants de ces groupes, on peut noter :

1. β -sitostérol : A (R= C₂H₅), B et C saturés
2. stigmastérol : A (R= C₂H₅) et B, C saturé
3. ergostérol : A (R= CH₃), B et C

Les stérols jouent des rôles très important dans notre organisme à savoir :

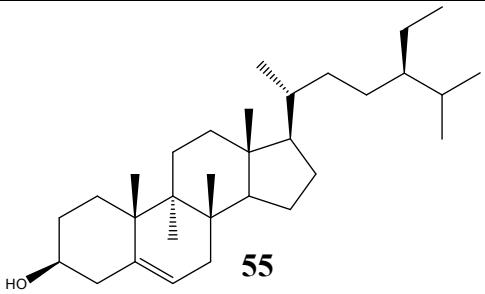
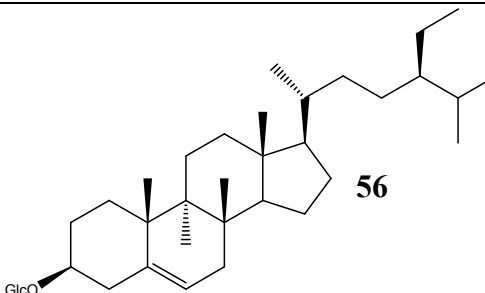
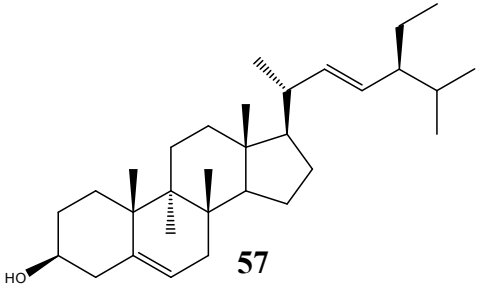
- Dans la voie digestive, les phytostérols inhibent l'absorption du cholestérol en se fixant sur ses transporteurs intestinaux (**Vergès**, 2009), ce qui permet de réduire son absorption de l'ordre de 10 à 15% (**Law**, 2000 ; **Katan et al**, 2003) conduisant à une diminution du risque de maladies cardiovasculaires d'environ 25% (**Law**,2000).

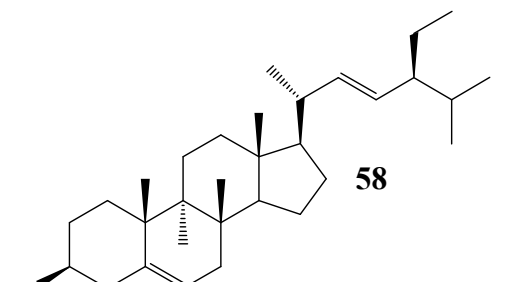
- Certains dérivés mono ou dihydroxylés du cholestérol ont présenté des activités anti-tumorales sélectives à des concentrations micromolaires sur des cellules cultivées in vivo (Beek & Crastes, 1988)

3.5.2-Quelques stéroïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Le tableau suivant (7) donne quelques stéroïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae.

Tableau 7. Quelques stéroïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèces	Stéroïdes isolés		source	Référence
	Structure	Nom		
<i>Justicia acuminatissima</i>	 <p>55</p>	β -sitostérol	parties aériennes	Geone et <i>al.</i> 2014
	 <p>56</p>	Glucoside de β - sitostérol		
<i>Justicia acuminatissima</i>	 <p>57</p>	stigmasterol	parties aériennes	Geone et <i>al.</i> 2014

		<p>Glucoside de stigmastérol</p>		
--	---	--	--	--

3.6- Les alcaloïdes

3.6.1- Définition et activités biologiques

Le terme d'alcaloïde a été introduit par W. Meisner au début du XIXème. La définition admise des alcaloïdes est celle donnée par Winterstein et Trier en 1910.

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 propriétés physiologiques prononcées même à faible dose (**Bruneton 1999, Zenk & Juenger 2007**).

Représentant un groupe fascinant de produits naturels, ils constituent un des plus grands groupes de métabolites secondaires avec près de 10 000 à 12 000 différentes structures (**Roberts & Wink 1999 ; Stöckigt *et al.* 2002**).

Du point de vue structural, on distingue plusieurs types d'alcaloïdes par lesquels nous pouvons citer : les alcaloïdes pyrrolizidiniques, les alcaloïdes tropaniques (les plus abondants), et les alcaloïdes quinoléiques.

Si dans les plantes, les alcaloïdes en tant que composés du métabolisme secondaire jouent un rôle écologique de défense contre des herbivores, ils trouvent cependant plusieurs applications pharmaceutiques chez l'homme (**McCalley 2002**), (**Stöckigt *et al.* 2002**) :

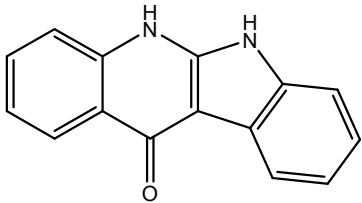
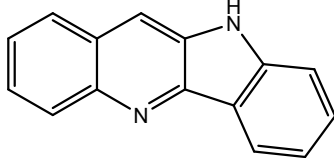
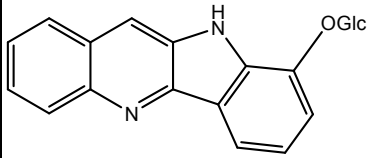
- Antitumoraux : vincalécoblastine, vincristine, taxol, camptothécine
- Antalgiques : morphine, codéine
- Spasmolytiques : tubocurarine et papaverine,
- Vasodilatateurs : vincamine et ajmalicine,
- Emétiques : émétine,
- Antitussifs : codéine,

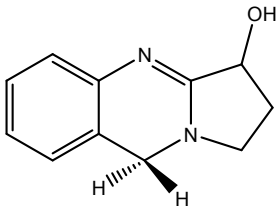
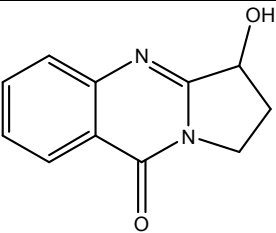
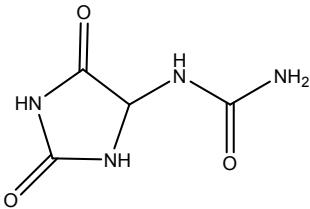
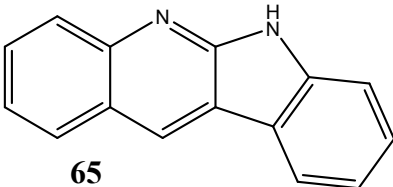
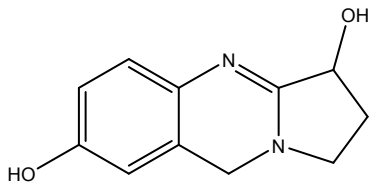
- Antiarythmiques : quinidine et ajmaline,
- Antipaludiques : quinine
- Ils sont également des agents de traitement de la maladie d'Alzheimer : galanthamine.

3.6.2-Quelques alcaloïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Les exemples d'**alcaloïdes** isolés de quelques espèces de la famille des Acanthaceae sont donnés dans le tableau 8.

Tableau 8. Quelques alcaloïdes isolés des espèces de la famille des Acanthaceae

Espèces	Triterpènes isolés		Source	Références
	Structure	Nom		
<i>Justicia betonica</i>	 <p>59</p>	5H, 6H- Quinindolin- 11-one	Parties aériennes	Subbaraju et <i>al.</i> 2004
	 <p>60</p>	10H- Quindoline		
	 <p>61</p>	Jusbetonine		

	 <p style="text-align: center;">62</p>	Vasicine		
<i>Justicia adhatoda</i>	 <p style="text-align: center;">63</p>	Vasicinone	Parties aériennes	Rachana et <i>al.</i> 2011
<i>Justicia spicigera</i>	 <p style="text-align: center;">64</p>	Allantoine	Parties aériennes	Niu et <i>al.</i> 2010
<i>Justicia betonica</i>	 <p style="text-align: center;">65</p>	6H- Quinindoline	Parties aériennes	Subbaraju et <i>al.</i> 2004
<i>Justicia adhatoda</i>	 <p style="text-align: center;">66</p>	Vasicino	Parties aériennes	Rachana et <i>al.</i> 2011

4 - ETUDES PHARMACOLOGIQUES ANTERIEURES

Des études menées sur la fraction méthanolique des feuilles de *Sanchezia nobilis* ont montré une cytotoxicité élevée sur les cellules du cancer des seins (MCF-7) et une cytotoxicité modérée sur les cellules du cancer maligne (SK-MEL-5). Cet extrait méthanolique a également montré une activité antioxydante significative, comparable à la quercetine qui est un médicament standard (Paydar et al. 2013).

Lors d'une étude menée sur l'extrait éthanolique de *Sanchezia nobilis* et ses fractions (fraction au chloroforme, à l'acétate d'éthyle et à l'éther de pétrole), la fraction au chloroforme a montré une activité antimicrobienne et antifongique significative sur les bactéries pathogéniques et les champignons. La même fraction a également montré une activité insecticide modérée sur l'insecte *Tribolium castaneum*, activité qui était une fois de plus appréciable par rapport à celle des deux autres fractions (à l'acétate d'éthyle et à l'éther de pétrole) (Shuaib et al. 2014).

Les fractions à l'hexane et à l'acétate des feuilles de *Sanchezia nobilis* ont également montré des activités cytotoxiques significatives comparées au sulfate de vincristine qui est un médicament standard pris comme référence (Shuaib et al. 2015).



Chapitre II :
RESULTATS ET
DISCUSSION

I- INTRODUCTION

Les tiges de *Sanchezia nobilis* ont été récoltées en Juin 2015 à Manjo dans le Département du Mungo, Région du Littoral-Cameroun et ont été finement découpées, séchées puis broyées. La poudre obtenue (2400g) a été extraite par macération dans le système chlorure de méthylène/méthanol (1/1) pendant 48 heures à température ambiante.

Après filtration du macérât, l'évaporation du solvant sous pression réduite nous a donné 79,7 g d'extrait brut. Une partie de cet extrait (76,7g) a été solubilisée successivement à l'hexane et au chlorure de méthylène pour donner respectivement 12 et 2,1g d'extrait (figure 5) qui a ensuite été chromatographié sur colonne. Quant à l'autre partie de l'extrait (3g), elle a été conservée comme témoin et pour les tests des classes de composés.

A la suite de la chromatographie, nous avons donc obtenu quatre composés indexés SNR02, SNB6, SNT2 et SNT1. Seuls les composés SNB6, SNT1 et SNT2 ont été identifiés sur la base des données spectroscopiques, physicochimiques et par comparaison aux échantillons disponibles. La figure 5 résume le protocole d'extraction, de séparation et de purification des composés de l'extrait étudié.

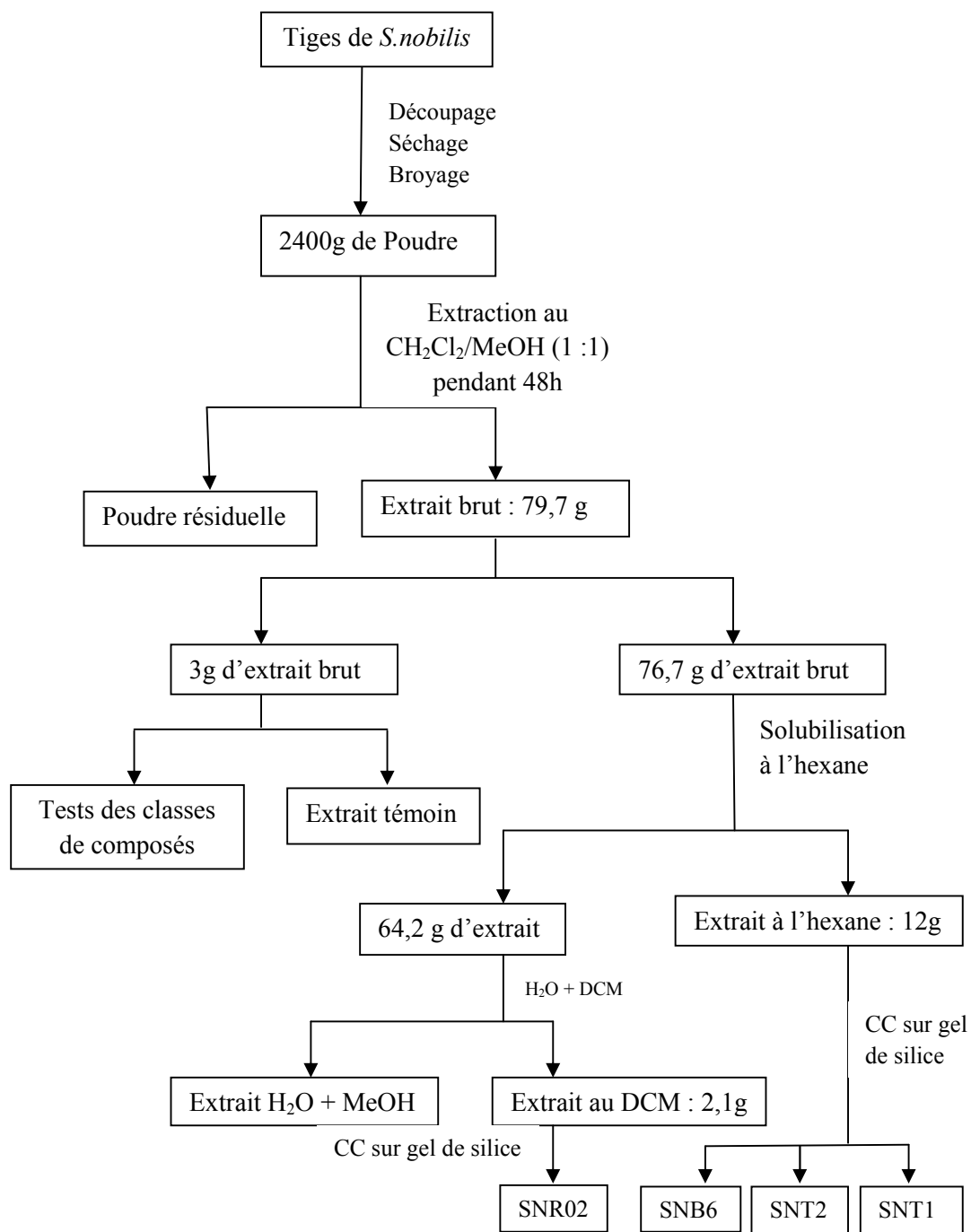


Figure 5. Protocole d'extraction et de purification des composés

II- RESULTATS DES TESTS CARACTERISTIQUES DES CLASSES DE COMPOSES

Nous avons effectué sur la base de la littérature, quelques tests des classes de composés sur l'extrait brut. (Tableau 9).

Tableau 9. Quelques tests effectués sur l'extrait brut des tiges de *S. nobilis*

Constituants phytochimiques	Réactifs utilisés	Résultats
Phénol	FeCl ₃	+
Triterpènes et stérols	CH ₂ Cl ₂ , anhydride acétique, H ₂ SO ₄ conc.	+
Alcaloïdes	EtOH, réactif de Meyer, acide sulfonique.	+
Flavonoïdes	EtOH, copeaux de Mg, HCl.	+

Légende : + ⇔ positif

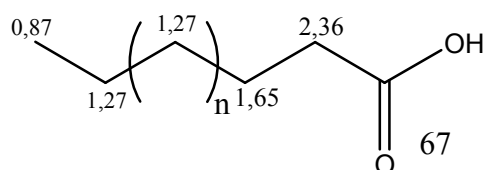
III- IDENTIFICATION DES COMPOSES ISOLEES

Les structures des composés ont été établies grâce à l'analyse de leurs données spectrales et par comparaison avec celles de la littérature. Seuls les composés SNB6, SNT2 et SNT1 ont été identifiés.

III.1- Identification du composé SNB6

SNB6 se présente sous forme d'une poudre blanche qui précipite dans le méthanol et est soluble dans le chloroforme.

L'ensemble des données structurales (¹³C, ¹H, COSY) du composé SNB6 nous permet d'attribuer à ce composé la formule générale 67 qui est celle d'un acide gras.



En effet sur le spectre de RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz, fig.6), nous observons :

- Un signal à δ_{H} 2,36 correspondant aux protons d'un groupement méthylène en α d'un carbonyle (Yang et al. 2009);
- Un signal à δ_{H} 1,56 correspondant aux protons d'un groupement méthylène en β d'un carbonyle (Yang et al. 2009);
- Un signal très intense à δ_{H} 1,27 correspondant aux protons des groupements méthylènes aliphatiques (Yang et al. 2009);
- Un signal à δ_{H} 0,87 correspondant aux protons d'un groupement méthyle aliphatique (Yang et al. 2009).

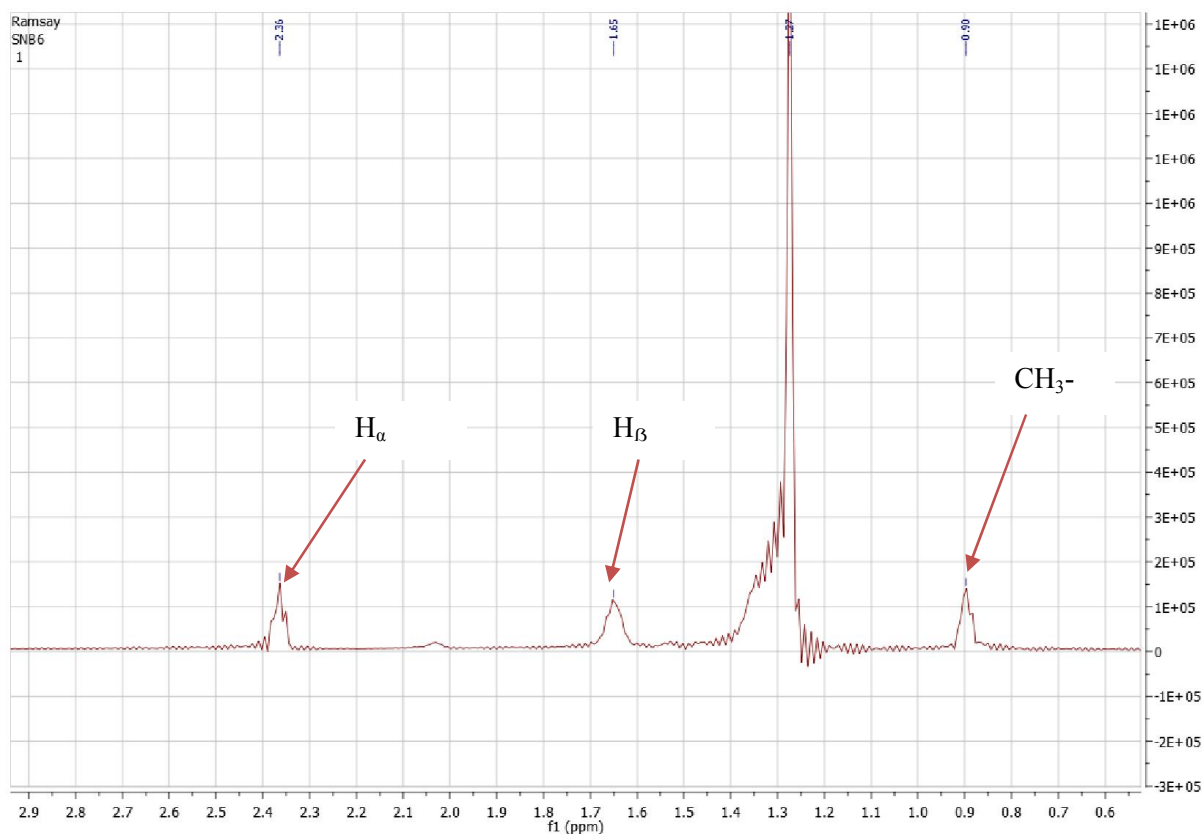


Figure 6. Spectre RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz) de SNB6

De même, son spectre de RMN ^{13}C (CDCl_3 , 75 MHz, fig.7) nous montre :

- Un signal à δ_{C} 180,0 correspondant au groupement carbonyle des acides carboxyliques (Yang et al. 2009);
- Un signal à δ_{C} 34,1 correspondant à un groupement méthylène en α d'un carbonyle (Yang et al. 2009);

- Un signal à δ_c 32,0 correspondant à un groupement méthylène en β d'un carbonyle (Yang et al. 2009);
- Un signal très intense avec des déplacements chimiques compris entre δ_c 29,7 et 29,1 correspondant aux groupements méthylènes aliphatique (Yang et al. 2009);
- Un signal à δ_c 24,7 et 22,7 correspondant également aux groupements méthylènes aliphatiques (Yang et al. 2009);
- Un signal à δ_c 14,1 correspondant à un groupement méthyle aliphatique (Yang et al. 2009).

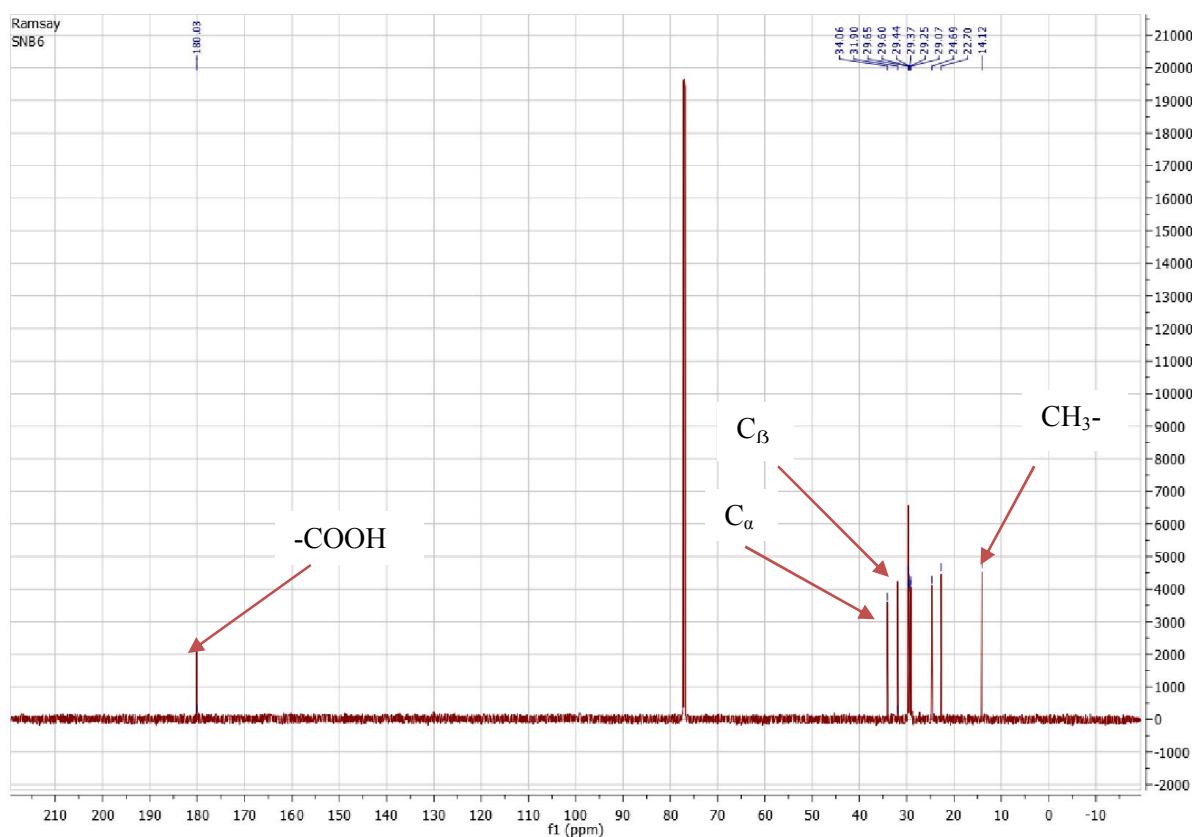


Figure 7. Spectre RMH ^{13}C (CDCl₃, 75 MHz) de SNB6

Son spectre COSY (CDCl₃, 300 MHz, fig.8) nous montre des taches de corrélation entre δ_H 2,36 et 1,65 ; entre δ_H 1,27 et 1,65 d'une part et entre δ_H 1,27 et 0,87 d'autre part.

La figure 8 nous montre quelques taches de corrélation

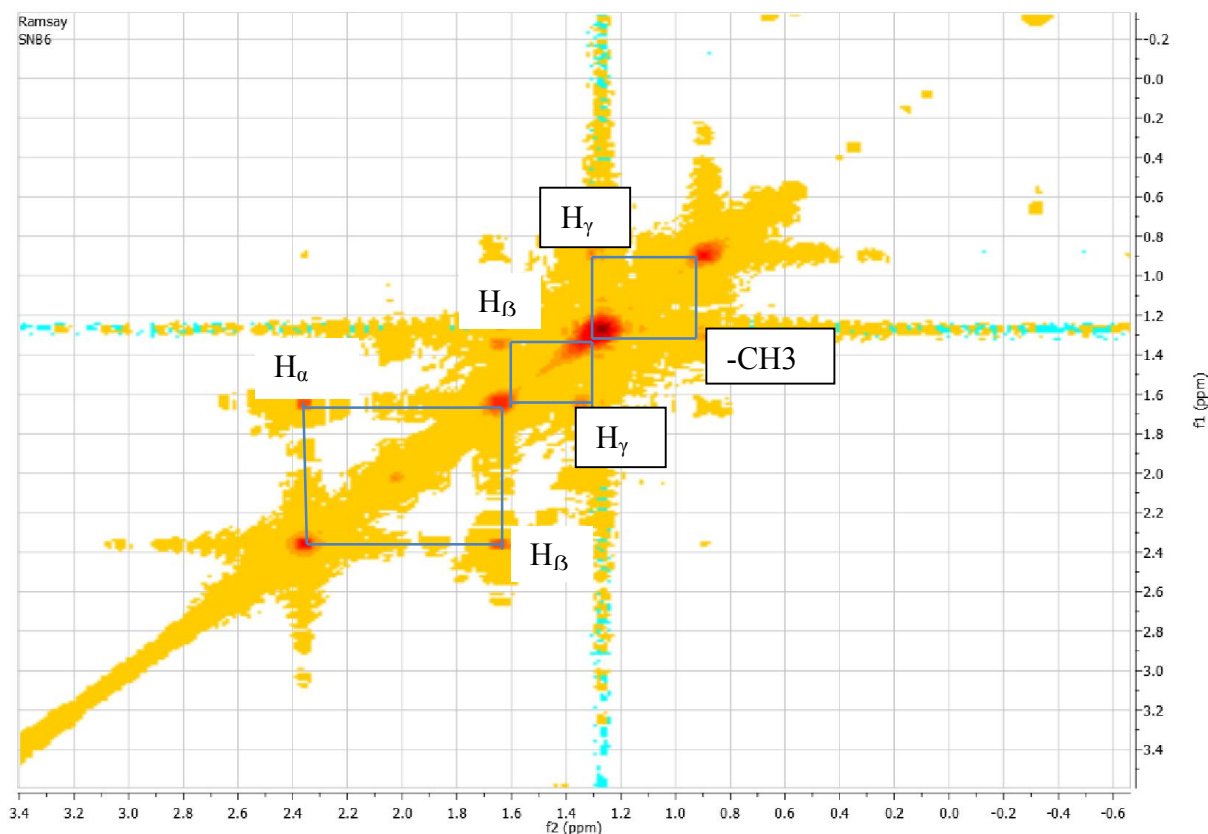


Figure 8. Spectre COSY de SNB6

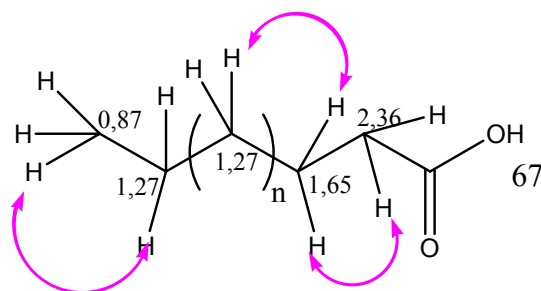


Figure 9. Quelques taches de corrélations entre les protons de SNB6 données par le COSY.

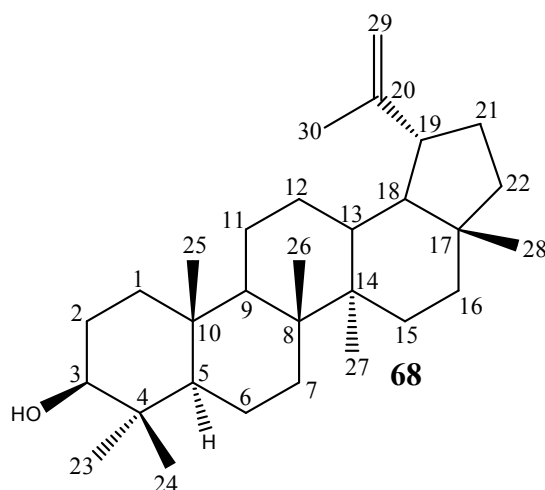
Les acides gras jouent de nombreux rôles dans le monde vivant. Ils constituent des réserves intracellulaires d'énergie, des matériaux de structure (couches de protection de cellules, composants des membranes biologiques), et des molécules précurseurs d'activité biologique (hormones stéroïdes, médiateurs extracellulaires et messagers intracellulaires, vitamines liposolubles...).

Les acides gras polyinsaturés (AGPI) sont nécessaires au fonctionnement optimal du cerveau. Une carence alimentaire qui modifie la composition membranaire notamment en AGPI ω -3 (ou oméga3) est source de dysfonctionnement au niveau métabolique, physiologique et comportemental (Lavialle & Layé 2010).

III.2- Identification du composé SNT1

Le composé SNT1 est une poudre blanche qui précipite dans le méthanol et est soluble dans le chloroforme. Il répond positivement au test de Liebermann Burchard avec une coloration rouge violacée, caractéristique des triterpènes.

L'ensemble des données structurales (^{13}C , ^1H , DEPT) du composé SNT1 nous permet d'attribuer à ce composé la structure 68 qui est celle du lupéol.



En effet, sur le spectre de RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz, fig.10) nous pouvons observer :

- Six signaux de trois proton chacun, apparaissant en singulet, à δ_{H} 0,72 ; 0,80 ; 0,83 ; 0,87 ; 1,01 et 1,07 correspondant aux protons de six groupes méthyles liés à des carbones quaternaires (Khurshid 2002);
- Un signal d'un proton à δ_{H} 3,23 (*dd*, $J_1 = 5,1\text{Hz}$ et $J_2 = 10,8\text{Hz}$) caractéristique d'un proton lié à un carbone oxygéné (Khurshid 2002);
- Deux protons résonant respectivement à δ_{H} 4,61 (*m*) et δ_{H} 4,73 (*d*, $J = 2,1\text{Hz}$), caractéristiques des protons géminés portés par un carbone sp^2 terminal (Khurshid 2002).

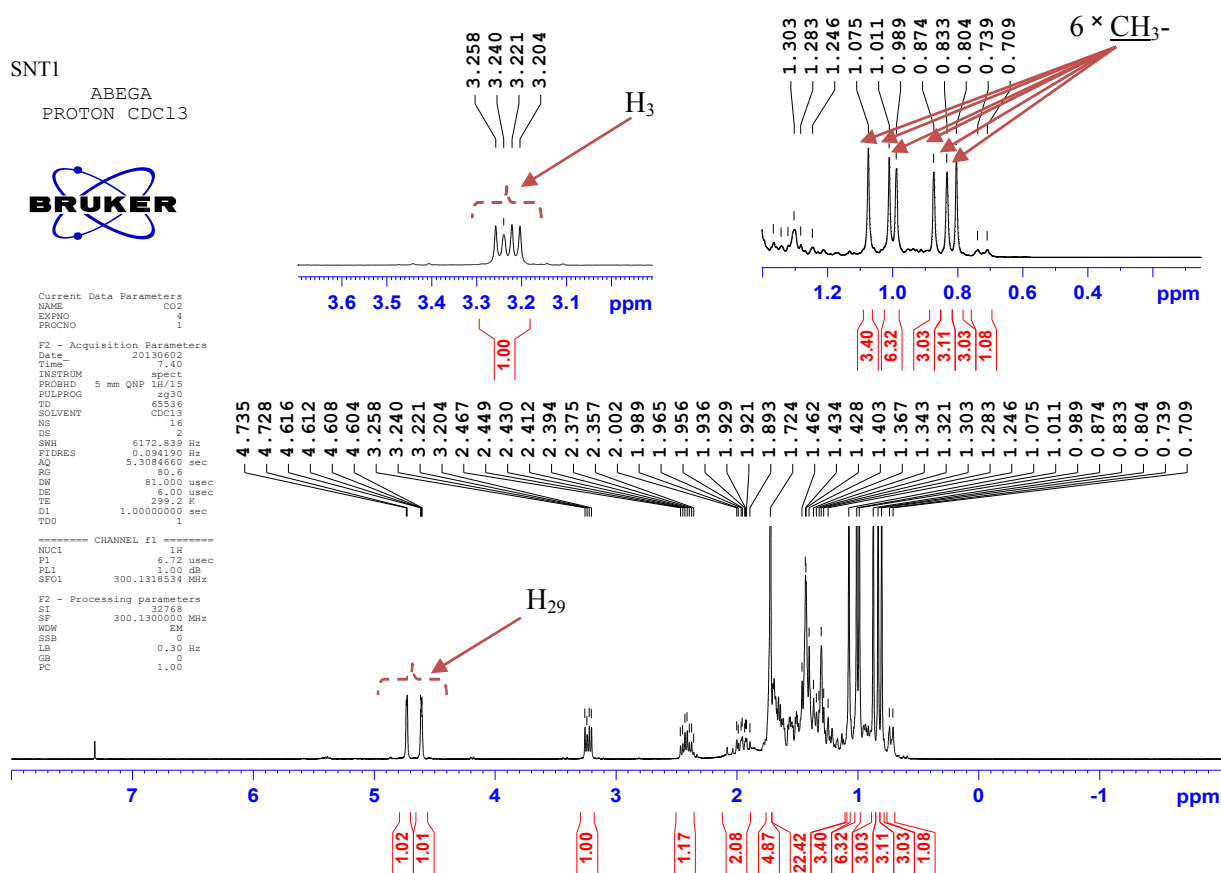


Figure 10. Spectre RMN ^1H (CDCl_3 , 300 MHz) de SNT1

Le spectre de RMN ^{13}C (CDCl_3 , 75 MHz, fig. 11) nous montre :

- Trente signaux, donc 30 atomes de carbone, ce qui confirme la présence d'un squelette triterpénique (Mahato & Kundu 1994) ;
- Deux signaux à δ_c 150,9 et 109,4 caractéristiques des carbones de la double liaison terminale d'un squelette de type lup-20(29)-ène (Mahato & Kundu 1994) ;
- Le signal à δ_c 79,02 est en général caractéristique du carbone C-3 lié à un groupe hydroxyle dans les triterpènes (Mahato & Kundu 1994) ;

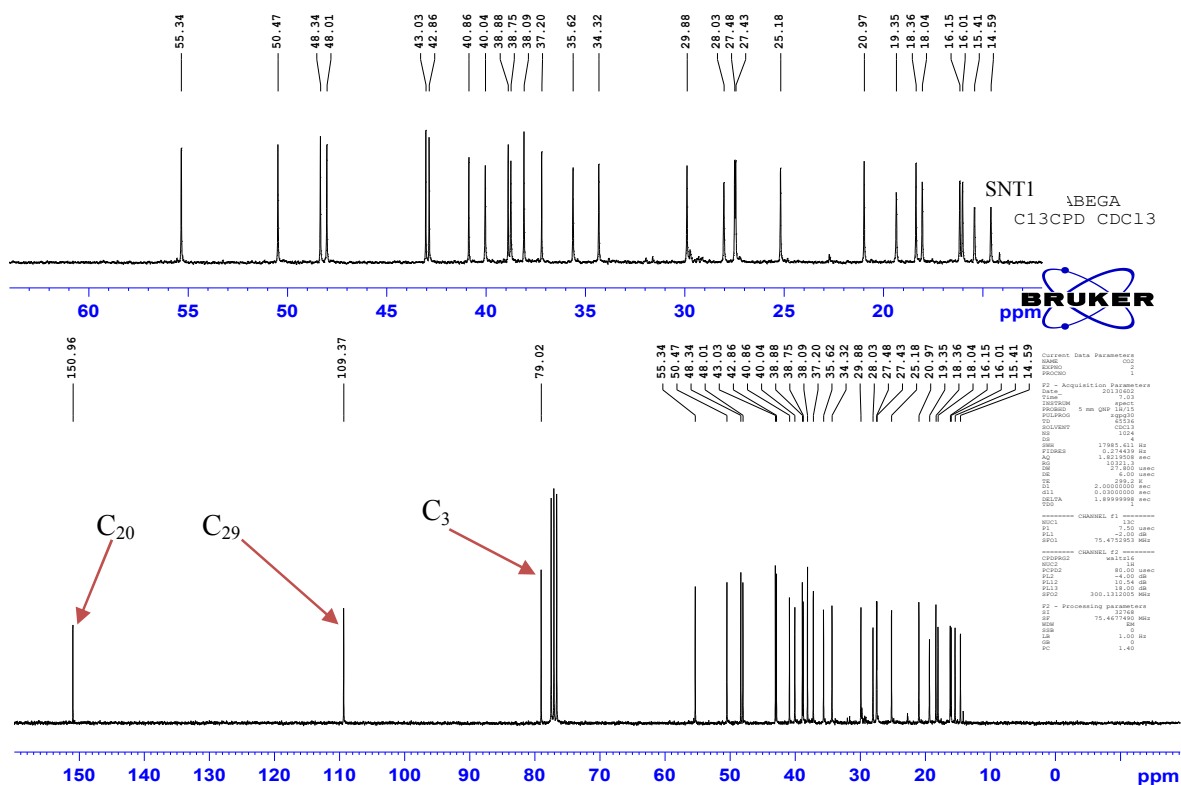


Figure 11. Spectre RMH ¹³C (CDCl₃, 75 MHz) de SNT1

Le spectre DEPT 135 (CDCl₃, 75MHz, fig. 12) confirme :

- La présence de six carbones méthyles à des champs forts entre δ_c 14,4- 19,3 et un septième à δ_c 28,0 ;
- Un groupe méthylène terminal à δ_c 109 ,4.

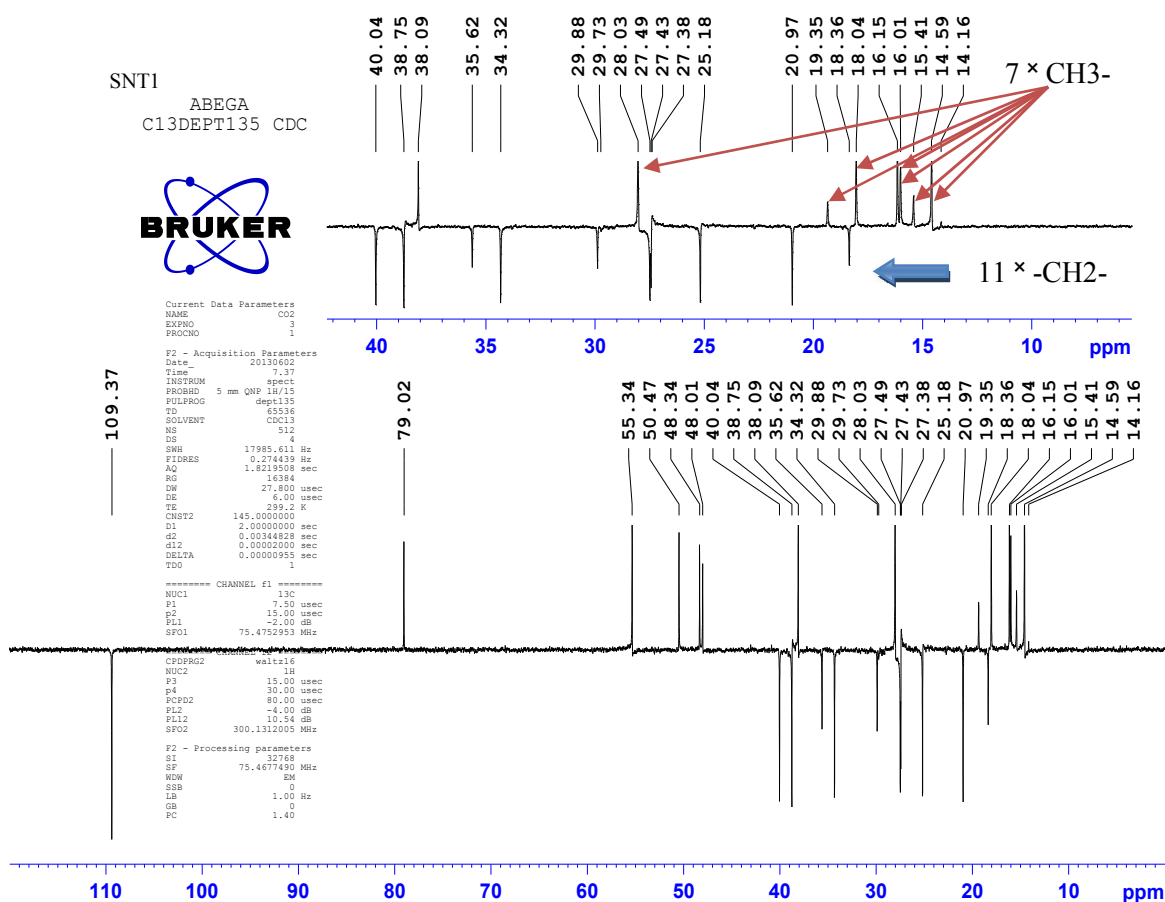


Figure 12. DEPT 135 de SNT1

L'ensemble de ces données, comparées avec celles de Sakakibara (1983) et de Khurshid (2002) (tableau 10), confirme bien que SNT1 est le lup-20(29)-ène-3β-ol (37).

Le lupéol est un composé pharmacologiquement actif qui possède diverses vertues médicales notamment anti-inflammatoires, mais aussi anti-protazoaires et antimicrobiennes (Margareth & Miranda 2009), et agit efficacement comme inhibiteur du cancer de la prostate et de la peau. (Saleem et al. 2004, Nigam et al. 2007, Prasad et al. 2008).

Ceci justifierait le fait qu'à Hawaii, à Fidji et en nouvelle Calédonie, *Sanchezia nobilis* soit traditionnellement utilisé pour soigner les plaies (Shuaib et al. 2015).

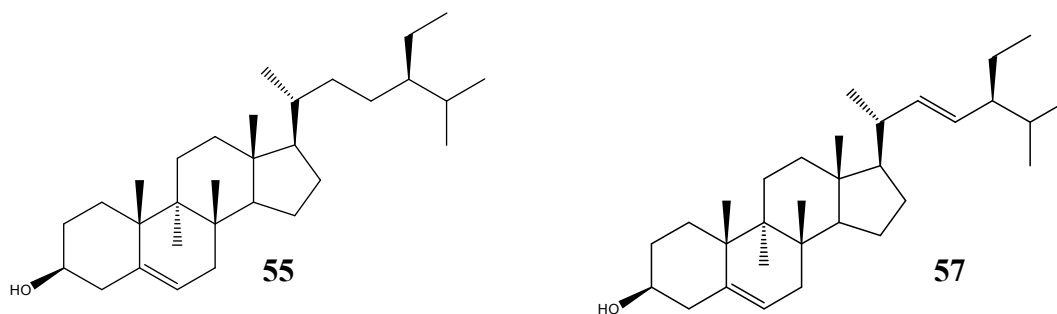
Tableau 10. Comparaison des données RMN ¹H et ¹³C de SNT1 à celles de la littérature

No d'attribution des carbones	Spectres RMN ¹³ C		Spectres RMN ¹ H	
	Lupéol (Sakakibara 1983)	SNT1 (CDCl ₃ , 75 MHz)	Lupéol (Khurshid 2002)	SNT1 (CDCl ₃ , 300 MHz)
1	38,7	38,7	0,90 (2H ; t)	
2	27,3	27,5	1,54 (2H ; q)	
3	78,9	79,0	3,20 (1H ; dd)	3,23 (1H ; dd)
4	38,8	38,9		
5	55,2	55,3	0,68 (1H ; d)	0,72 (1H ; d)
6	18,3	18,4	1,39 (2H ; q)	
7	34,2	34,3	1,47 (2H ; m)	
8	40,8	40,9		
9	50,4	50,5	1,26 (1H ; d)	
10	37,1	37,2		
11	20,9	21,0	1,24 (2H ; q)	
12	25,1	25,2	1,06 (2H ; q)	
13	38,0	38,1	1,67 (1H ; t)	
14	42,8	42,9		
15	27,4	27,4	1,69 (2H ; t)	
16	35,5	35,6	1,68 (2H ; t)	
17	42,9	43,0		
18	48,2	48,3	1,37 (1H ; t)	
19	47,9	48,0	2,38 (1H ; m)	2,41 (1H ; m)
20	150,9	150,9		
21	29,8	30,0	1,33 (2H ; m)	
22	40,0	40,0	1,20 (2H ; m)	
23	28,0	28,0	0,95 (3H ; s)	0,99 (3H ; s)
24	15,3	15,4	0,77 (3H ; s)	0,80 (3H ; s)

25	16,1	16,1	0,84 (3H ; s)	0,87 (3H ; s)
26	15,9	16,0	1,04 (3H ; s)	1,07 (3H ; s)
27	14,5	14,6	0,97 (3H ; s)	1,01 (3H ; s)
28	18,0	18,0	0,80 (3H ; s)	0,83 (3H ; s)
29	109,3	109,4	4,58 (1H ; m) 4,70 (1H ; d)	4,61 (1H ; q) 4,73 (1H ; d)
30	19,3	19,3	1,69 (3H ; s)	1,72 (3H ; s)

III.3- Identification du composé SNT2

Le composé SNT2 précipite dans le méthanol sous forme d'aiguilles blanchâtres et répond positivement au test de Liebermann Burchard avec une coloration allant du bleu au vert foncé, caractéristique des stérols. Il a été identifié au mélange de β -sitostérol (**55**) et de stigmastérol (**57**) par comparaison avec un échantillon disponible au laboratoire.



En effet, son chromatogramme obtenu après plusieurs CCM (à plusieurs systèmes de solvants et à des polarités différentes), montre le même rapport frontal avec celui du témoin (figure 13).

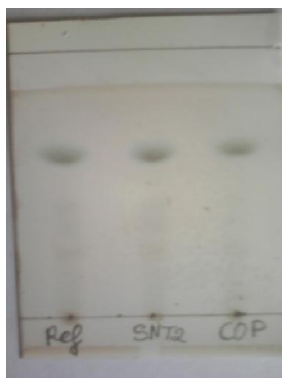


Figure 13. CCM comparative de SNT2

Le β -sitostérol et le stigmastérol sont des matières premières aisément valorisables par des procédés biotechnologiques. Elles demeurent indispensables pour couvrir les besoins de l'industrie pharmaceutique en médicaments stéroïdiques (contraceptifs, anabolisants, anti-inflammatoires,...) (Bruneton 1993).



Chapitre III :

PARTIE
EXPERIMENTALE

1- APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETAL

1.1- Appareillage

Les pesés de masses ont été effectuées sur une balance électronique de marque COBOS, modèle D-6000 SX, de précision 1/10.

La concentration des extraits et différentes fractions chromatographiques a été réalisée à l'aide d'un évaporateur rotatif de marque HEIDOLPH VV2000.

Le gel de silice utilisé pour la chromatographie sur colonne (CC) est de fabrication MERCK avec une granulométrie comprise entre 0,063 et 0,200 mm.

Les analyses chromatographiques sur couche mince (CCM) ont été réalisées sur des plaques de gel de silice de marque MERCK, type TLC silica 60 F254 sur feuilles d'aluminium de 0,2 mm d'épaisseur, et de dimensions 20x20 cm.

Les différents spots en CCM ont été visualisés sous une lampe UV de type BENDA Ultravioletstrahler D-69168 Wiesloch opérant aux longueurs d'ondes 254 et 366 nm, puis révélées par pulvérisation à l'acide sulfurique dilué à 50% suivi de la calcination dans une étuve de marque MEMMERT.

Les spectres de RMN ^1H et ^{13}C ont été enregistrés dans le chloroforme sur un appareil de marque BRUKER opérant aux fréquences 300 MHz pour le ^1H et 75 MHz pour le ^{13}C . Les déplacements chimiques sont donnés par rapport au TMS ($\delta = 0$) en ppm, et les constantes de couplage J sont exprimées en Hertz (Hz).

1-2 Matériel végétal

Les tiges de *Sanchezia nobilis* ont été récoltées en Juin 2015 à Manjo dans le Département du Mungo, Région du Littoral-Cameroun.

2-EXTRACTION ET ISOLEMENT DES PRODUITS

2.1-Extraction

Les tiges de *Sanchezia nobilis* ont été finement découpées, séchées puis broyées. La poudre obtenue (2400 g) a été extraite par macération dans le système chlorure de méthylène/méthanol (1/1) pendant 48 heures à température ambiante.

Après filtration du macérât, l'évaporation du solvant sous pression réduite nous a donné 79.7g d'extrait brut. Une partie de cet extrait (76,7g) a été solubilisée successivement à l'hexane et au chlorure de méthylène pour donner respectivement 12 et 2,1g d'extrait (figure 5) qui a ensuite été chromatographié sur colonne. Quant à l'autre partie de l'extrait (3g), elle a été conservée comme témoin et pour les tests des classes de composés.

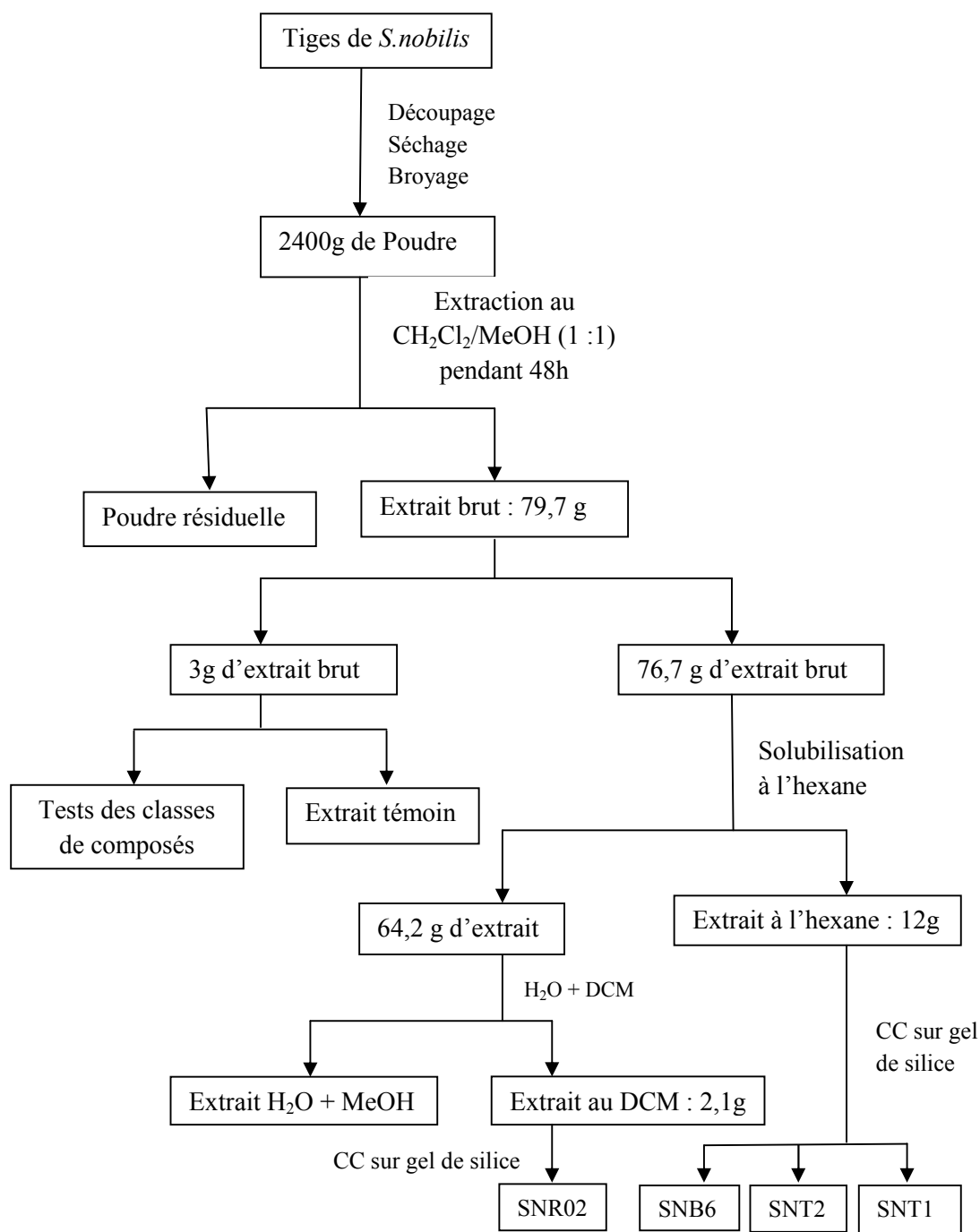


Figure 5. Protocole d'extraction et de purification des composés

2.2-Isolement et purification des composés de l'extrait à l'hexane

Les 12g d'extrait à l'hexane obtenus ont été fixés sur la même quantité de silice puis, séparés par chromatographie sur colonne de gel de silice. L'élution s'est faite successivement à l'hexane 100%, au mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, et à l'acétate d'éthyle 100%.

Des fractions de 200 ml ont été recueillies, évaporées et regroupées sur la base de la CCM analytique comme l'indique le tableau 11.

Tableau 11. Chromatogramme de l'extrait à l'hexane des tiges de *S.nobilis*

Eluant	Fractions	Observations
Hex 100%	1 - 10	Mélange de produits contenant majoritairement SNB6
Hex/AE 2,5%	11 - 28	Mélange de produits contenant SNT1 en trace
Hex/AE 5%	29 - 30	Mélange de produits contenant majoritairement SNT1
Hex/AE 7,5%	31 - 40	Mélange de produits contenant SNT2 en trace
Hex/AE 10%	41 - 56	Mélange de produits contenant majoritairement SNT2
Hex/AE 60%	57 - 62	contiennent une poudre blanche qui précipite dans le MeOH et l'acétone
AE 100%	63	Mélange de produits huileux

2.3-Isolement et purification des composés de l'extrait au DCM

L'extrait au chlorure de méthylène (2,1g) a été fixé sur une même quantité de silice puis, séparés par chromatographie sur colonne de gel de silice. L'élution s'est faite successivement au mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, au chlorure de

méthylène 100%, au mélange chlorure de méthylène-méthanol de polarité croissante et enfin au méthanol 100%.

Des fractions de 200 ml ont été recueillies, évaporées et regroupées sur la base de la CCM analytique comme l'indique le tableau 12.

Tableau12. Chromatogramme de l'extrait au DCM des tiges de *S.nobilis*

Eluant	Fractions	Observations
Hex/AE 15%	1 - 3	Mélange de produits
Hex/AE 17,5%	4 - 10	Mélange de produits contenant SNR02 en trace
Hex/AE 20%	11 - 18	Mélange de produits contenant majoritairement SNR02
Hex/AE 22,5%	19 - 22	Mélange de produits contenant SNR02 en trace
Hex/AE 30%	23 - 24	Mélange de produits
DCM 100%	25 - 29	Mélange de produits
DCM/MeOH 5%	30 - 32	Mélange de produits
DCM/MeOH 7,5%	33 - 35	contient une poudre blanche soluble dans le MeOH et qui précipite dans l'acétone.
DCM/MeOH 10%	36 - 37	Mélange de produits
DCM/MeOH 12.5%	38 - 43	Mélange de produits
DCM/MeOH 20%	44 - 45	Mélange de produits
MeOH 100%	46 - 50	Mélange de produits

Traitement des Fractions

➤ Obtention de SNT1

Les fractions 29- 30 sont récupérées avec de l'hexane à 100%, et on observe immédiatement un précipité qui se forme. Après avoir lavé et essoré ce précipité, il donne une poudre blanche que nous avons indexé SNT1.

➤ Obtention de SNB6

Les fractions 1 – 10 ont un aspect flou. Lorsqu'on y ajoute un peu de méthanol, on observe la formation d'un précipité qui, lavé et essoré, se présente sous forme d'une poudre blanche que nous avons indexé SNB6.

➤ Obtention de SNR02

Les fractions 11- 18 laissées à température ambiante, laissent apparaître un précipité blanc qui est récupéré et lavé avec du méthanol. La poudre obtenue est indexée SNR02.

➤ Obtention de SNT2

Les fractions 41- 56, récupérées à l'aide de l'hexane et laissées à l'air libre pendant quelques heures, laissent apparaître des produits solides sous forme d'aiguilles blanchâtres, qui sont filtrés avec du méthanol à 100% puis indexés SNT2.

3-Caractéristiques physicochimiques et spectroscopiques des composés isolés

3.1- Caractéristiques de SNT1

- **Nom** : lupéol (37) ;
- **Aspect physique** : Solide ;
- **Formule brute** : $C_{30}H_{50}O$;
- **Point de fusion** : 216°C (Connolly & Hill 1991);
- **Test caractéristique** : Liberman Burchard ;
- **Spectre de RMN 1H** :

($CDCl_3$, 300 MHz), δ_H 0,72 (1H, d, J = 9) ; 0,80 (3H,s) ; 0,83 (3H,s) ; 0,78(3H, s); 0,99 (3H, s); 1,01 (3H, s); 1,07 (3H, s); 1,28-1,46 (22H); 1,72 (3H, s); 1,94 (2H, m); 2,41 (1H, m); 3,32 (1H, dd, $J_1 = 5,1$, $J_2 = 10,8$); 4,61 (1H, q, J = 1,2); 4,73 (1H, d, J = 2,1);

➤ **Spectre RMN ¹³C:**

(CDCl₃, 75 MHz), δ_C 14,6; 15,4; 16,0; 16,1; 18,0; 18,4; 19,3; 21,0; 25,2; 27,4; 27,5; 28,0; 29,9; 34,3; 35,6; 37,2; 38,1; 38,7; 38,9; 40,0; 40,9; 42,9; 43,0; 48,0; 48,3; 50,5; 55,3; 79,0; 109,4; 150,9.

3.2- Caractéristiques de SNB6

- **Classe** : acide gras (35)
- **Aspect physique** : poudre blanche
- **Spectre de RMN ¹H** :

(CDCl₃, 300 MHz), δ_H 0,87; 1,27; 1,65; 2,36.

➤ **Spectre RMN ¹³C**

(CDCl₃, 75 MHz), δ_C 13,8 ; 22,7 ; 24,6 ; 29,1 ; 29,3 ; 29,4 ; 29,4 ; 29,6 ; 29,7 ; 31,9 ; 34,1 ; 180,1.

3.3- Caractéristiques de SNR02 :

- **Aspect physique** : poudre blanche ;
- **Solubilité** : méthanol, chloroforme.

3.4- Caractéristiques de SNT2 :

- **Aspect physique** : poudre blanche ;
- Mélange de β-sitostérol et de stigmastérol ;
- **Classe** : stérols ;
- **Solubilité** : acide acétique, éther, éthanol ;

4- RESULTATS DES TESTS CARACTERISTIQUES DES CLASSES DE COMPOSES

Nous avons effectué sur la base de la littérature, quelques tests des classes de composés sur l'extrait brut. (Tableau 13).

Tableau 13. Quelques tests effectués sur l'extrait brut des tiges de *S. nobilis*

Test	Réactifs	Tube de référence	Tube extrait + solvant	Tube extrait + solvant + réactif	Conclusion
Phénol	FeCl ₃	FeCl ₃ + solvant (EtOH) => coloration jaune	Extrait + EtOH => vert clair	Extrait + EtOH + FeCl ₃ => vert foncé	positif
Triterpènes et stérols	CH ₂ Cl ₂ , anhydride acétique, H ₂ SO ₄ conc.	CH ₂ Cl ₂ + anhydride acétique + H ₂ SO ₄ conc => incolore	Extrait + CH ₂ Cl ₂ => jaune vert	Extrait + CH ₂ Cl ₂ + anhydride acétique + H ₂ SO ₄ conc => verdâtre	positif
alcaloïdes	EtOH, réactif de Meyer, acide sulfonique.	EtOH + réactif de Meyer + acide sulfonique => incolore	Extrait + EtOH => jaune vert	Extrait + EtOH + réactif de Meyer + acide sulfonique => précipité	positif
Flavonoïdes	EtOH, copeaux de Mg, HCl.	EtOH + Mg + HCl => jaune vert	Extrait + EtOH => jaune vert	Extrait + EtOH + Copeaux de Mg + HCl => vert	positif

Intérêt pédagogique

Il est question ici d'établir un lien entre le présent mémoire et son apport pour notre future carrière d'enseignant. En effet, les différentes étapes liées à la rédaction de ce mémoire sont d'un grand intérêt pédagogique pour le futur enseignant que nous sommes car, de la partie théorique aux travaux de laboratoire en passant par la discussion des résultats, le futur enseignant s'habitue aux multiples exercices qui lui permettront de mieux élaborer les leçons, et surtout de relier la théorie à la pratique.

La rédaction du mémoire passe par une exploitation efficace des documents scientifiques spécialisés, et une collecte des données scientifiques pertinentes. Ceci nous a permis d'améliorer nos capacités de modélisation et de compréhension en profondeur des phénomènes et notre goût pour la recherche et la lecture, qualités indispensables pour la préparation d'un bon cours. En outre, cet exercice nous permet de maîtriser l'outil informatique avec notamment des logiciels tels que MS Word pour la conception des fiches de préparation de cours et les épreuves, Paint pour le dessin technique, et ChemDraw pour dessiner les structures des molécules.

L'analyse et la discussion de nos résultats avec notre encadreur, nos aînés de laboratoire, et même nos camarades nous ont permis de développer l'esprit d'équipe, d'analyse, de comparaison, ainsi que l'esprit critique qui sont des qualités indispensables pour tout enseignant. Sur le plan éthique et déontologique, ces échanges nous ont permis de cultiver un savoir être, le respect et l'acceptation d'autrui, qui sont des conditions nécessaires pour une parfaite cohésion dans le milieu professionnel et dans les salles de classe.

Ce travail de laboratoire nous a permis de nous familiariser avec le matériel et les différentes techniques à utiliser dans un laboratoire (extraction, distillation, chromatographie, ...). La rigueur et la précision dans les manipulations nous ont permis d'acquérir des connaissances qui seront efficacement employées lors des expériences en laboratoire. Ceci nous serait très utile pour les cours de travaux pratiques de chimie tels que : la séparation des constituants d'un mélange vue en classe de quatrième ; les expériences d'identification des ions vues en classe de seconde, ainsi que la préparation des solutions diluées et les dosages acido-basiques vus en classe de terminale. Nous avons aussi développé l'aptitude à adapter

certaines matériels de récupération à certaines fins. Ceci nous a permis de développer déjà certaines solutions au problème de manque de matériels de laboratoire que pourrait rencontrer l'enseignant sur le terrain.

Notre séjour au laboratoire nous a également édifiés sur les risques et les mesures de prévention ainsi que les procédures d'urgence, notamment celles qui doivent être prise en cas de danger dans un laboratoire. Une fois sur le terrain nous pourrons donc aisément informer les élèves sur les règles de sécurité, les obligations et interdictions applicables dans le laboratoire, et l'emplacement des dispositifs de sécurité.



CONCLUSION ET
PERSPECTIVES

Notre étude a porté sur l'étude chimique de l'extrait au chlorure de méthylène/méthanol (1 :1) des tiges de *Sanchezia nobilis*, une plante de la famille des Acanthaceae.

Ces travaux ont conduits à l'isolement de quatre composés indexés SNR02, SNB6, SNT2 et SNT1.

Grâce aux techniques spectroscopiques usuelles (RMN 1D, 2D, ^1H et ^{13}C), par comparaison à des échantillons disponibles et par comparaison aux données décrites dans la littérature, SNB6, SNT1 et SNT2 ont été identifiés respectivement à un acide gras, au lupeol et aux mélange de β -sitostérols et de stigmastérol.

Dans la suite de nos travaux, nous nous proposons :

- De parachever l'élucidation des structures du composé restants (SNR02);
- De poursuivre l'étude des fractions restantes ;
- D'effectuer des tests biologiques sur les différents produits et extraits obtenus afin de proscrire ou recommander l'utilisation de cette plante dans la pharmacopée naturelle ;
- D'étendre enfin notre étude sur les autres parties de l'espèce *Sanchezia nobilis*.

Bibliographie

Ahmed E., Khaled M., Enaam Y., Mahmoud H., (2013). Matsutake alcohol glycosides from *Sanchezia nobilis*. *Chemistry of natural compounds* 48, 930-931.

Ahmed E., Khaled M., Enaam Y., Mahmoud H., (2014). Cinnamyl alcohol, benzyl alcohol, and flavonoid glycosides from *Sanchezia nobilis*. *Chemistry of natural compounds* 50, 823-824.

Ayres D., Loïke J., (1990). Lignans: Chemical, Biological and Clinical Properties, 402 pages *Cambridge University Press*, United Kingdom.

Beek J., Crastes d., (1988). Activité biologique des oxystérols. Paris: Edition *Institut National de la Santé et de la Recherche Médicale*, Pp 23-40.

Belmares H., Barrera A., Castillo E., Ramos L., Hernandez F., Hernandez V., (1979). New rubber antioxidants and fungicides derived from *Larrea tridentate* (creosote bush). *Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development* 18(3), 220-226.

Binns A., Chen R., Wood H., Lynn D., (1987). Cell division promoting activity of naturally occurring dehydrodiconiferyl glucosides : do cell wall components control cell division. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 84 (4), 980-984.

Bruneton J., (1999). Pharmacognosie, Phytochimie des Plantes médicinales, 3^{ème} édition. Rue Lavoisier, France : Technique et Documentation, pp 1120.

Bruneton J., (1993). Pharmacognosie, phytochimie des plantes médicinales, 2^{ème} édition. Rue Lavoisier, France : Technique et Documentation, pp 532-605.

Chang S., Wang D., Wu C., Shiah S., Kuo Y., Chang C., (2000). Cytotoxicity of extractives from *Taiwania cryptomerioides* heartwood. *Phytochemistry* 55, 227-232.

Cinnamyl alcohol, (2015). [En ligne] sur <http://www.Thegoodscentcompany.com> (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30).

Comité français de la Pharmacopée « Plantes médicinales et huiles essentielles » – CP022015013. CP02 Séance n°5 du 27 janvier 2015 en salle 1 (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30)

Connolly J., Hill R., (1991). Dictionary of triterpenoids. Di- and higher terpenoids. *Chapman & hall, Cambridge, Great Britain*, 2. 1460

Dey P., Harborne J., (1991). Methods in plant biochemistry. Terpenoids. *Academic press*7.

Fang S., Rao Y., Tzeng Y., (2005). Inhibitory effects of flavonol glycosides from *Cinnamomum osmophloeum* on inflammatory mediators in LPS/IFN-gammaactivated murine macrophages. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*13, 2381-2388.

Faure M., Lissi E., Torres R., Videla L., (1990). Antioxidant activities of lignans and flavonoids. *Phytochemistry* 29(12), 3773-3775.

Gang D., Kasahara H., Xia Z., Vander M., Bauw G., Boerjan W., Van Montagu M., Davin L., Lewis N., (1999). Evolution of plant defense mechanisms. Relationships of phenylcoumaran benzylic ether reductases to pinoresinol-lariciresinol and isoflavone reductases. *Journal of Biological Chemistry* 274 (11),7516-7527.

Gao R., Gao C., Tian X., Yu X., Di X., Xiao H., Zhang X., (2004). Insecticidal activity of deoxypodophyllotoxin isolated from *Juniperus sabina L*, and related lignans against larvae of *Pieris rapae L*. *Pest Management Science* 60 (11), 1131-1136.

Geone M., Viviane G., Débora A., Jacqueline A., Humberto D., Denise C., Dorila P., Antônio F., (2014). Anti-inflammatory and antimicrobial activities of steroids and triterpenes isolated from aerial parts of *justicia acuminatissima* (Acanthaceae). *International journal of pharmacy and pharmaceutical Sciences* 6, 75-81.

Gonzalez M., Pena E., Martinez A., Moreno J., Guevara P., DecigaCampos M., Lope F., (2007). Evaluation of the antinociceptive effect of *Rosmarinus officinalis L*. Using three different experimental models in rodents. *Journal of Ethnopharmacology*111, 476 -482.

Harmatha J., Nawrot J., (1984). Comparison of the feeding deterrent activity of some sesquiterpene lactones and a lignan lactone towards selected insect storage pests. *Biochemical Systematics and Ecology* 12(3), 95-98.

IFRA RIFM QRA Information Booklet V6.0. (2011). [En ligne] sur <http://www.rifm.org/doc/Food20&20Chem20Tox20RIFM20Spec20Suppl20122007.pdf>.

(Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30)

Inamdar A., Hossain M., Bernstein A., Miller G., Richardson J., Bennett J., (2013). Fungal-derived semiochemical 1-octen-3-ol disrupts dopamine packaging and causes neurodegeneration. *Proceedings of the National Academy of Sciences* **110** (48), 19561. doi:10.1073/pnas.1318830110.

Katan M., Grundy S., Jones P., Law M., Miettinen T., Paoletti R., (2003). Efficacy and safety of plant stanols and sterols in the management of blood cholesterol levels, *Mayo Clinical proceedings* 78, 965-978.

Kavitha J., Gopalaiah K., Rajasekhar D., Subbaraju V., (2003). Juspurpurin, an unusual secolignan glycoside from *Justicia purpurea*. *Journal of Natural Products* 66, 1113-1115.

Khurshida A., Harun R., Aziz A., Abdullahil B., Golam S., (2002). Chemical constituents of *Hemigraphis hirta T. anders* (Acanthaceae). *Pakistan journal of biological Science* 9, 1264-1266.

- Kitts D., Yuan Y., Wijewickreme A., Thompson L.,** (1999). Antioxidant activity of the flaxseed lignan secoisolariciresinol diglycoside and its mammalian lignan metabolites enterodiol and enterolactone. *Molecular and Cellular Biochemistry* 202(1-2), 91-100.
- Kozawa M., Baba K., Matsuyama Y., Kido T., Sakai M., Takemoto M.,** (1982). Components of the Root of *Anthriscus sylvestris Hoffm.* II. Insecticidal Activity. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin* 30(5), 2885-2888.
- Küpeli E., Erdemoglu N., Yesilada E., Sener B.,** (2003). Antiinflammatory and antinociceptive activity of taxoids and lignans from the heartwood of *Taxus baccata*L. *Journal of Ethnopharmacology* 89, 265-270.
- Lavialle M., Layé S.,** (2010). Acides gras polyinsaturés (Omega 3, Omega 6) et fonctionnement du système nerveux central. *Innovations Agronomiques* 10, 25-42.
- Law M.,** (2000). Plant sterol and stanol margarines and health. *British Medical Journal* 320, 861-864.
- Lhuillier A.,** (2007). Contribution a l'étude phytochimique de quatre plantes malgaches : *Agauria salicifolia Hook.f ex Oliver*, *Agauria polyphylla Baker* (Ericaceae), *Tambourissatrichophylla Baker* (Monimiaceae) et *Embelia concinna Baker* (Myrsinaceae). Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, p 1.
- Luciane F., Felipe T., Sidnei B., Fabio D.,** (2003). Dirhamnosyl flavonoid and other constituents from *Brillantaisia palisatii*. *Quimica Nova* 26, 922-923.
- Lynn D., Chen R., Mannning K., Wood H.,** (1987). The structural characterization of endogenous factors from *Vinca roseacrown* gall tumors that promote cell division of tobacco cells. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 84 (2), 615-619.
- Margareth B., Mranda J.,** (2009). Biological activities of lupeol, *International Journal of Biomedical and Pharmaceutical Sciences* 3(1), 46-66.
- Markkanen T., Makinen M., Maunuksela E., Himanen P.,** (1981). Podophyllotoxin lignans under experimental antiviral research. *Drugs under Experimental and Clinical Research* 7(1), 711-718.
- Manitto P.,** (1981). Biosynthesis of natural products. P 238.
- McCalley D.,** (2002). Analysis of the Cinchona alkaloids by high-performance liquid chromatography and other separation techniques Review. *Journal of Chromatography A* 967, 1-19.
- McRae D., Towers G.,** (1984). Biological activities of lignans. *Phytochemistry* 23(6), 1207-1220.
- Mohamed M., Bahait A., El Khanadly K., Abd Allah A.,** (2006). Macro and MicroMorphology of *Sanchezia nobilis* fam. *Acanthaceae* cultivated in Egypt. *Bulletin of Pharmaceutical Science* 29 (2), 300-327.

Nair B., (2001). Final Report on the Safety Assessment of Benzyl Alcohol, Benzoic Acid, and Sodium Benzoate. *International Journal of Toxicology* 20(3), 23-50.

Nigam N., Prasad S., Shukla Y., (2007). Preventive effects of lupeol on DMBA induced DNA alkylation damage in mouse skin. *Food and Chemical Toxicology* 45, 2331-2335.

Niu C., Chen W., Wu H., Cheng K., Wen Y., Lin K., Cheng J., (2010). Decrease of plasma glucose by allantoin, an active principle of yam (*Dioscorea* spp.), in streptozotocinInduced Diabetic Rats. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 58, 12031-12035.

Octenol Fact Sheet: 1-Octen-3-ol (069037) & R-(-)-1-Octen-3-ol (069038) Fact Sheet. (2007). [En ligne] sur <http://www.EPAfactsheet1-Octen-3-ol>. (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30).

Paydar M., Yi W., Moharam B., Won F., Chung Y., (2013). In vitro Anti-oxidant and Anti-cancer Activity of Methanolic Extract from *Sanchezia speciosa* leaves. *Pakistan Journal of Biological Sciences* 16 (20), p1212.

Philippine Medicinal Plants, (2015). Family. Acanthaceae, *Sanchezia speciosa* Leonard. [En ligne] sur <http://www.stuartxchange.com/Sanchezia> (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30).

Prasad S., Kalra N., Singh M., Shukla Y., (2008). Protective effects of lupeol and mango extract against androgen induced oxidative stress in Swiss albino mice. *Asian Journal of Andrology* 10, 313-318.

Rachana, Sujata B., Mamta P., Manoj K. P., Sonam S., (2011). Review and future perspectives of using vasicine, and related compounds. *Indo Global Journal of Pharmaceutical Sciences* 1, 85-98.

Rajasekhar D., Subbaraju G., (2000). Juscicranthin, a new aryl-naphthalide lignan from *Justicia nesii*. *Fitoterapia* 71, 598-599.

Roberts M., Wink M., (1999). Alkaloids - Biochemistry, Ecology, and Medicinal Applications. *Book Reviews / Phytochemistry* 52, 1177 – 1180.

Sakakibara J., Jaiya T., Fukuda H., Tohki B., (1983). 6- β -hydroxyusolic acid and other triterpenoids of *Enkianthus cernus*. *Phytochemistry* 22, 2553- 2555.

Saleem M., Afaq F., Adhami V., Mukhtar H., (2004). Lupeol modulates NF-KappaB and PI3K/Akt pathways and inhibits skin cancer in CD-1mice. *Oncogene* 23, 5203-5214.

Santé et sécurité au travail, (2014). [En ligne] sur <http://www.inrs.fr/fichetox> (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30)

Serge. M, Dijoux F, Anne M. M. (2007): Thèse doctorat.

SERME L., (2001). Etude de l'action de l'extrait aqueux des feuilles de *Odontonema strictum* (Acanthaceae) sur la pression artérielle sanguine du rat WISTAR. Thèse de Doctorat, université de Ouagadougou, p 23.

SHASHI B., ASISH P. (1994). ¹³C NMR spectra of pentacyclic triterpenoids, a compilation and some salient features. *Phytochemistry* 37(6), pp 1517-1575.

Shuaib A., Shumaia P., Abdul Md., Tahmida S., (2015). Preliminary phytochemical screening and cytotoxic potentials from *Sanchezia speciosa*. *International Journal of Advances in Scientific Research* 1(3), 145- 150.

Shuaib A., Shumaia P., Abdul Md., Saha M., Afia A., (2014). In vitro antibacterial, antifungal and insecticidal activities of ethanolic extract and its fractionates of *Sanchezia speciosa*. *International Research Journal of Pharmacy* 5(9).

Stöckigt J., Sheludk Y., Unger M., Gerasimenko I., Warzecha H., Stöckigt D., (2002). High-performance liquid chromatographic, capillary electrophoretic and capillary electrophoretic–electrospray ionisation mass spectrometric analysis of selected alkaloid groups. *Review Journal of Chromatography A* 967, 85–113.

Subbaraju G., Kumar K., Raju B., Pillai K., Reddy M., (1991). Justiciresinol, a new furanoid lignan from *Justicia glauca*. *Journal of Natural Products* 6, 1639-1641.

Subbaraju G., Kavitha J., Rajasekhar D., Jimenez J., (2004). Jusbetonin, the first indolo [3,2-b] quinoline alkaloid glycoside, from *Justicia betonica*. *Journal of Natural Products* 67, 461-462.

Susplugas S., Van N., Bignon J., Thoison O., Kruczynski A., Sévenet T., Guéritte F., (2005). Cytotoxic aryl naphthalene lignans from a Vietnamese Acanthaceae, *Justicia patentiflora*. *Journal of Natural Products* 68, 734-738.

Trease G., Evans W., (1983). Order and families of plants, in pharmacognosy, 12th ed., Oxford, Great Britain. Pp219-223.

US FDAs Center for Food Safety and Applied Nutrition. "[US FDA/CFSAN - EAFUS List](#)". Archived from [the original](#) on 21 February 2008. Retrieved 2008-03-16 (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30).

Vergès B., (2009). Les phytostérols : quels bénéfices? Quels risques ? *Médecine des Maladies Métaboliques* 3, 589-593.

Wahi S., Wahi A., Kapoor R., (1974). Chemical study of the leaf of *Justicia gendarussa* Burm. *JRIM* 9, 65-66.

Wang S., Dusting G., Woodman O., Maya C., (2004). Selective vasodilator and chronotropic actions of 3,4-dihydroxyflavonol in conscious sheep. *European Journal of Pharmacology* 491, 43-51.

Wasshausen D., Wood J., (2004). Acanthaceae of Bolivia. *Contributions from the United States National Herbarium* 49, p 152.

Weniger B., Savar H., Daguihl R., (1984). Tri phytochimique des plantes de la liste TRAMIL. TRAMIL 1. Port au prince, Haïti.

White F., (1986). La végétation de l'Afrique : Mémoire accompagnant la carte de l'Afrique, Unesco/Aetfat/Unso. Pp384.

["1-Octen-3-ol, Mushroom alcohol, 3-Octenol, 3391-86-4"](#). (Consulté le 11 Mai 2016 à 19h30).

Yang N., Tao W., Duan J., (2009). Three new lipids from the seed of *Trogopterus xanthipes*. *Journal of chemical research*, 423-426.

Zenk M., Juenger M., (2007). Evolution and current status of the phytochemistry of nitrogenous compounds. *Phytochemistry Review* 68, 2757 – 2772.