

REPUBLIQUE DU CAMEROUN

Paix– Travail – Patrie

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT
SUPERIEUR

UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I

ÉCOLE NORMALE SUPERIEURE

REPUBLIC OF CAMEROON

Peace– Work – Fatherland

MINISTRY OF HIGHER EDUCATION

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

HIGHER TEACHER TRAINING COLLEGE



DEPARTEMENT DE CHIMIE

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

ETUDE CHIMIQUE DE L'EXTRAIT A L'ACETATE
D'ETHYLE DES ECORCES DU TRONC DE *FICUS*
PLATYPHYLLA (MORACEAE)

*Mémoire rédigé, présenté et soutenu en exigences des conditions requises pour l'obtention
du Diplôme de Professeur de l'Enseignement Secondaire 2^{ème} Grade (DIPES II)*

Par:

TEGASNE Catherine

Matricule : 04Y184

Master en Chimie

Sous la direction de :

KAPCHE W. F.G. Deccaux

Maître de Conférences

Année 2016

CERTIFICATION

Je soussigné, **Pr KAPCHE. W. F. G. D**, certifie que les travaux effectués par l'étudiante **TEGASNE Catherine**, matricule **04Y184**, portant sur **L'ETUDE CHIMIQUE DE L'EXTRAIT A L'ACETATE D'ETHYLE DES ECORCES DUTRONC DE *Ficus platyphylla* (Moraceae)**, sont ses propres travaux et ont été faits sous ma supervision au Laboratoire de Chimie Organique de l'Ecole Normale Supérieure de l'Université de Yaoundé I.

KAPCHE.W. F. G. Deccaux
Maître de Conférences
Département de Chimie
E.N.S.- UYI

DEDICACES

A WAIGMENE Rachel

A WIDI Marthe

A SEPELNA Nativia Mystère-Aimée

REMERCIEMENTS

Le présent travail doit sa réussite à l'apport de plusieurs personnes que je tiens sincèrement à remercier.

Au Professeur D. W. G. KAPCHE de l'Ecole Normale Supérieure de l'Université de Yaoundé I, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe de recherche et confié le sujet de ce mémoire ainsi que pour ses encouragements et ses conseils judicieux qui ont été très déterminants pour la réalisation de ce travail.

Au Professeur C. FON ABI, Chef de Département de Chimie Organique de l'Ecole Normale Supérieure de l'Université de Yaoundé I, pour les efforts qu'il consent à la bonne marche du Département et sa disponibilité.

A tous les enseignants du Département de Chimie Organique de l'Ecole Normale Supérieure de l'Université de Yaoundé I, et en particulier aux Professeurs S. F. KOUAM, P. WAFFO pour les enseignements qu'ils m'ont dispensés.

A tous mes aînés de laboratoire et en particulier à R. MELONG pour ses conseils.

A C. AWE pour son assistance constante et sa contribution.

A ma sœur E. FRIDA pour son encouragement et l'intérêt constant qu'elle a montré envers mon travail.

A mes frères R. TAINE, T. BAHANE, S. LEWA, G. DJESSANG, R. WAPELWA, F. DARBAWA et A. PELWANG en témoignage de toute mon affection

A mes amis C. MVONDO, S. KEUBENG, L. TCHEUZE, C. VANDI pour leur soutien moral.

A mes camarades de laboratoire M. MFETIE, R. HOHANDJA, D. MAKOU DJOU, B. YAKAM pour l'esprit d'équipe.

SOMMAIRE

DEDICASES	i
REMERCIEMENTS	ii
SOMMAIRE	iii
LISTE DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES	v
LISTE DES SCHEMAS	vi
LISTE DES FIGURES	vii
LISTE DES TABLEAUX	viii
RESUME	ix
ABSTRACT	x
INTRODUCTION	1
I-1 Généralités sur les <i>Moraceae</i>	4
I-2 Généralités sur le genre <i>Ficus</i>	4
I-3 La répartition géographique du genre <i>Ficus</i> au Cameroun.	5
Les plantes du genre <i>Ficus</i> sont utilisées à de nombreuses fins	11
I-5 Quelques usages des plantes du genre <i>Ficus</i>	11
I-6- Travaux chimiques antérieurs sur le genre <i>Ficus</i>	12
I-6-1. Les alcaloïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	13
I-6-2- Les stéroïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	15
I-6-3 Les terpénoïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	18
I-6-4 Les flavonoïdes	21
II- RESULTATS ET DISCUSSION	33
II-1- Introduction	33
II-2- ELUCIDATION DES STRUCTURES	35
II-2-1 Elucidation de la structure de FPEAET2	35
II-2-2 Elucidation de la structure FPEAET1	44
II-3 INTERET PEDAGOGIQUE	48
CONCLUSION	49
III-1- APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETAL	50
III-1-1- Appareillage	50
Les masses des matériels, extraits et produits sont prises sur balance électronique WERKER, type 242.	50
III-2 Matériel végétal	50
III-3 Extraction	50
III-4 Isolement des métabolites secondaires	51
III-4-1 Isolement et purification des métabolites des écorces du tronc de <i>Ficus Platyphylla</i>	51

III-5 Caractéristiques physico-chimiques des composés isolés	53
III-6- Tests caractéristiques des composés isolés.....	55
III-6-1- Test au chlorure ferrique	55
III-6-2- Test de Shinoda	55
BIBLIOGRAPHIE.....	56

LISTE DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES

AE	: Acétate d'éthyle
CC	: Chromatographie sur colonne
CCM	: Chromatographie sur couche mince
CoA	: Coenzyme A
COSY	: Correlation spectroscopy
d	: <i>Doublet</i>
dd	: Doublet dédoublé
DEPT	: Distorsionless Enhancement by Polarization Transfer
EI	: <i>Electronique impact</i>
Fig	: Figure
FP	: <i>Ficus platyphylla</i>
Hex	: Hexane
HMBC	: Heteronuclear Multiple Bond Connectivity
HMQC	: Heteronuclear Multiple Quantum Coherence
J (Hz)	: Constante de couplage en Hertz
m	: <i>multiplet</i>
ppm	: Partie Par Million
RMN	: Résonance Magnétique Nucléaire
RMN ¹³ C	: Résonance Magnétique Nucléaire du carbone -13
RMN ¹ H	: Résonance Magnétique Nucléaire du proton
RMN-2D	: Résonance Magnétique Nucléaire à deux dimensions
s	: <i>singulet</i>
t	: <i>triplet</i>
TOF MS EI	: Time of Flight Mass Spectrometry Electronic Impact
UV	: Ultraviolet
δ (ppm)	: déplacement chimique en ppm

LISTE DES SCHEMAS

Schéma 1 : Biosynthèse de quelques classes de flavonoïdes.....	26
Schéma 2 : Principales bandes d'absorption ultraviolette des flavonoïdes.....	28
Schéma 3 : Protons du cycle A.....	29
Schéma 4 : Proton du cycle C.....	30
Schéma 5 : Déplacements chimiques des protons du cycle B et des hydroxyles de quelques flavonoïdes.....	31
Schéma 6 : Protocole d'extraction et d'isolement des composés des écorces du tronc de <i>Ficus Platyphylla</i>	34

LISTE DES FIGURES

Figure : 1 Quelques parties de <i>Ficus platyphylla</i> . (A et B : arbres, C : feuilles et D : fruits).....	10
Figure : 2 Spectre de masse TOF MS EI de FPEAET2.....	35
Figure : 3 Spectre RMN ^1H (300MHz, Acetone-d6) de FPEAET2.....	37
Figure : 4 Spectre RMN ^{13}C (75MHz, Acetone-d6) de FPEAET2.....	38
Figure : 5 Spectre DEPT 135 (Acetone-d6) de FPEAET2.....	39
Figure : 6 Spectre HMQC (Acetone-d6) de FPEAET2.....	39
Figure : 7 Spectre HMBC (Acetone-d6) de FPEAET2.....	40
Figure : 8 Spectre de RMN ^1H (300MHz, Acetone-d6) de FPEAET1.....	44
Figure : 9 Spectre RMN ^{13}C (75MHz, Acetone-d6) de FPEAET1.....	45
Figure : 10 Spectre DEPT 135 (75MHz, Acetone-d6) de FPEAET1.....	46

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Quelques espèces de <i>Ficus</i> rencontrées au Cameroun.....	5
Tableau 2 : Quelques alcaloïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	14
Tableau 3 : Quelques stéroïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	16
Tableau 4 : Quelques terpénoïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	19
Tableau 5 : Classification structurale des flavonoïdes.....	22
Tableau 6 : Quelques flavonoïdes isolés du genre <i>Ficus</i>	23
Tableau 7 : Déplacements chimiques des carbones centraux de quelques flavonoïdes.....	32
Tableau 8 : Données spectrales de RMN ¹³ C de FPEAET2 comparées à celles de la (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (64).....	41
Tableau 9 : Données spectrales de RMN ¹ H (300MHz Acetone-d6) et RMN ¹³ C (75MHz Acetone-d6) et des corrélations importantes ² J, ³ J (HMBC) du (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol. (FPEAET2, 64).....	43
Tableau 10 : Données spectrales de RMN ¹³ C de FPEAET1 comparées à celles de la 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (65).....	47
Tableau 11 : Chromatogramme de l'extrait à l'acétate d'éthyle des écorces du tronc de <i>Ficus platyphylla</i>	52
Tableau 12 : Chromatogramme des fractions C, D, E, F issus du flash de l'extrait à l'acétate d'éthyle des écorces du tronc de <i>Ficus platyphylla</i>	53

RESUME

Dans ce mémoire nous présentons l'isolement et l'identification de quelques métabolites secondaires d'une plante médicinale camerounaise de la famille des *Moraceae*, *Ficus platyphylla*. Les décoctions de cette plante sont largement utilisées en médecine naturelle pour le traitement entre autres de la levure, la diarrhée, le paludisme, les fibromes...

De l'extrait à l'acétate d'éthyle des écorces du tronc de cette plante nous avons isolés grâce aux méthodes chromatographiques (CC, CCM, analytique et chromatographie flash) quatre composés. Deux de ces composés ont été identifiés comme la (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol et la 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' ; 6,7] flavonol, grâce aux analyses spectroscopiques (Spectrométrie de masse, RMN 1D et 2D), méthodes chimiques et par comparaison de leurs données spectrales à celle de la littérature.

Mots clés : *Moraceae*, *Ficus platyphylla*, métabolites secondaires, acétate d'éthyle.

ABSTRACT

In this work, we report the isolation and identification of some secondary metabolites isolated from a Cameroonian medicinal plant *Ficus platyphylla* (*Moraceae*). Decoction of this plant is largely used in folk medicine for the treatment of various diseases such as fungal infection, diarrhea, malaria, fibroids...

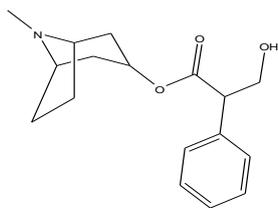
From the ethyl acetate extracts of the stem bark of this plant, we isolated four compounds by means of chromatographic methods (CC, flash chromatography, analytic and preparative). Two of these compounds were identified as: (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2",2"-dimethylpyrano [5",6" : 6,7] dihydroflavonol and 5,4'-dihydroxy-2",2"-diméthylpyrano[5",6" ;6,7] flavonol using spectroscopic analysis (1H-NMR, 13C-NMR, 2D NMR, MS, UV and IR), chemical analysis and by comparison of their to those reported in their literature.

Keywords: Moraceae, *Ficus platyphylla*, secondary metabolites, ethyl acetate.

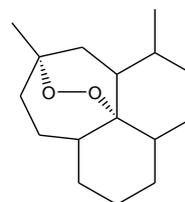
Depuis des siècles, la médecine et les substances naturelles sont étroitement liées par l'utilisation des médicaments naturels.

De nos jours les substances naturelles constituent 50% des médicaments cliniques, les plantes y représentent en bonne place 25%, de plus 60 à 75% des antibiotiques et anticancéreux proviennent également des plantes. Cependant 80% de la population des pays en voie de développement font recours à la médecine naturelle pour leurs soins de santé primaires (ceci d'une part en raison des vertus thérapeutiques des plantes et d'autre part en raison de la limitation des moyens économiques pour l'accès aux soins de santé moderne) et 80% de médicaments naturels sont issus des extraits des plantes (Tan et al. 2001).

Les études chimiques pharmacologiques et cliniques de certains extraits de plantes ont conduit à la production de quelques médicaments à l'instar de l'atropine **1** isolé d'atropa beladonna et utilisé comme antidote contre les venins de certains serpents (Chippaux 2002) et l'artémisine **2** doué des propriétés antiplasmodiales et isolé d'*Artémisia annua*. (Privette et al. 2008).



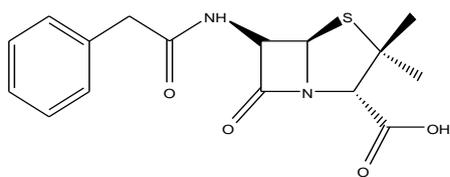
1



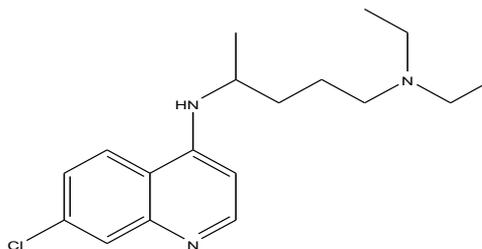
2

Ce faisant on constate qu'en dépit des nombreuses solutions proposées par les laboratoires pharmaceutiques nous faisons face à un épineux problème :

- La lutte contre de nombreuses maladies a conduit à des chimiorésistances développées par les agents pathogènes tels que les virus, bactéries, champignons...etc, à l'égard des médicaments disponibles sur le marché et l'émergence des nouvelles souches de microbes et virus (WHO 1996). Parmi ces médicaments nous pouvons citer entre autre la pénicilline **3** utilisée comme antibiotique et la chloroquine **4** utilisée comme antipaludéen



3



4

Ce besoin a obligé les scientifiques à chercher des nouveaux métabolites secondaires pouvant être utilisés comme agent pharmaceutique. Les laboratoires de Chimie Organique de l'Ecole Normale Supérieure, dans le même ordre d'idée fait de la chimie des substances naturelles un de ses axes privilégiés de recherche et notre équipe s'intéresse particulièrement à la famille des *Moraceae*.

Dans l'optique d'apporter notre contribution dans ce vaste champ de recherche, nous avons entrepris dans le cadre de notre initiation à la recherche et de l'accomplissement partiel en vue de l'obtention du Diplôme de Professeur d'Enseignement Secondaire Deuxième Grade (D.I.P.E.S.II), l'étude phytochimique d'une plante médicinale du Cameroun *Ficus platyphylla* appartenant à la famille des *Moraceae*. Ce travail est motivé par :

- L'existence de très peu de travaux pharmacologiques et chimiques sur *Ficus platyphylla*.
- Les usages traditionnelles de *Ficus platyphylla* dans le traitement d'un bon nombre de maladies telles que : les levures, le paludisme, la diarrhée et les fibromes. (Audu 1989, Wakeel et al. 2004).

L'objectif général étant de contribuer à une meilleure connaissance chimique de cette plante.

Afin d'atteindre notre objectif Spécifique, nous avons formulé un certain nombre d'hypothèses de travail : isoler, purifier, identifier ou caractériser les métabolites secondaires des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*.

Le présent document résumant l'essentiel de nos travaux se subdivise en trois chapitres :

Dans le premier chapitre, nous procéderons à une étude bibliographique sur les *Moraceae* en général et sur le genre *Ficus* en particulier.

Le deuxième chapitre présentera les résultats obtenus lors de nos investigations, leur discussion suivis de la conclusion générale et des perspectives.

Dans le troisième chapitre, nous décrivons le matériel et la méthodologie utilisée de cette étude.

Nous présenterons enfin la bibliographie consultée

I-APERÇU BOTANIQUE

I-1 Généralités sur les *Moraceae*

Le nom *Moraceae* vient du mot latin « *Morus* » qui veut dire mûrier. (Berhaut 1979) Les moracées font partie de l'embranchement des phanérogames, du sous-embranchement des angiospermes de la classe des dicotylédones, de la sous classe des monochlamidées et de l'ordre des urticales. (Berhaut 1979) Cette famille est constituée des arbres, des arbustes, d'herbes ou des lianes dioïques ou monoïques avec ou sans latex, avec des feuilles stipulées ou disposées en spirales (<http://fr.wikipedia.org/wiki/Moraceae> consulté le 12 octobre 2015 à 15h).

Les fruits sont des alkènes ou des drupes renferment une seule graine pauvre en albumen et souvent avec un embryon courbé. (Aubreville 1964)

Les *Moraceae* sont généralement rencontrées dans les régions tropicales, les forêts denses humides et les marécages. On dénombre environ 60 genres et près de 1400 espèces dont 13 genres au Cameroun réparties en 99 espèces. (Aubreville 1964) Les genres *Morus*, *Dorstenia*, *Artocarpus* et *Ficus* (qui fait objet de notre étude) sont les plus répandus.

I-2 Généralités sur le genre *Ficus*

Les *Ficus* constituent un groupe de plantes de la famille des *Moraceae* ce sont les arbustes les arbres ou les lianes. Le genre *Ficus* comprend environ 800 espèces parmi lesquelles 181 espèces africaines. On dénombre environ 60 espèces au Cameroun. (Aubreville 1954) Les feuilles sont caduques alternées, lobées rugueuses sur la face inférieure et lisse sur la face supérieure. (Aubreville 1954)

Les fleurs sont souvent de deux variétés : les fleurs à graine qui produisent les graines sont le plus souvent pédiculées avec un pédicule relativement courbe et les fleurs à la galle qui sont d'ordinaire plus longues, pédiculées et sont le lieu d'incubation des larves des graines de figes. (Aubreville 1954)

Les fruits encore appelés figes sont formés d'un réceptacle plus ou moins charnu. Ces fruits sont sucrés et comestibles. Ils sont solitaires ou groupés par paire aux aisselles des feuilles ou juste en dessous. (Aubreville 1964)

I-3 La répartition géographique du genre *Ficus* au Cameroun.

Le tableau 1 présente quelques espèces de *Ficus* rencontrés au Cameroun.

Tableau 1: Quelques espèces de *Ficus* au Cameroun. (Aubreville 1964)

Espèce	Auteur	Aspect	Lieux géographiques
<i>F. mucoso</i>	Ficalho	Arbre	Barnenda (Ndop et Bada) ; Mbanga (Mujuka) ; Yokadouma ; Nkongsamba (Nlohé) ; Yaoundé; Mélong (chute d'Ekoum) ; Limbé ; Dschang.
<i>F. asperifolia</i>	Miquel	Arbuste	Edéa; Eséka; Bafia; Kribi; Abong-Bang; Mbalmayo; Melong.
<i>F. capreaefolia</i>	Delide	Arbuste	LogoneBirni ; Garoua ; Sanaga (PongoSongo)
<i>F. gnaphalocarpa</i> (Miquel)	c.c. Berg	Arbre	Ngaoundére ;Kousseri ; Garoua ; Maroua ; Founiban ; Mt Mbapit.
<i>F. exasperate</i>	Vahl	Arbreou Arbuste	Bertoua; Batouri ; Yaoundé; Doume; Lomie; Kumba; Limbe, Douala; Nanga-Eboko. :
<i>F. sur</i>	Forssköf	Arbre	Edea ; Bertoua ; Douala ; Melong ; Tibati ; Nkongsamba.
<i>F. vogeliana</i> (Miquel)	Miquel	Arbre	Kribi ; Bipindi ; Kumba ; Nanga-Eboko ; Bafoussam ; Bakundu.
<i>F. cyathistipula</i>	Warburg	Arbuste	Mt Cameroun; Limbe; Bertoua ; Mt Eloudem ; Yaoundé ; Nkongsantba.
<i>F. destipulata</i>	De Widelman	Arbuste	Ekuk (22 km d'Ebowa).
<i>F. sulcostata</i>	De Widelman	Arbuste	Kadei ; Batouri.
<i>F. lyrata</i>	Warburg	Arbuste	Mt Cameroun ; Kumba.
<i>F. sagitifolia</i>	Mildbread et	Arbre	Nkoum près d'Akwaya.

	Burret		
<i>F. subsagittifolia</i>	Mildbread ex C.C Berg	Arbuste	Kribi (Longi) ; Ebolowa; Yaoundé; Nanga-Eboko.
<i>F. wildemaniana</i>	Warburg ex DC Wildeman et Durand	Arbuste	Nkolbisson ; Mintoum II ; Djoum.
<i>F. ousbia</i>	C.C. Berg	Arbre	Foumban (Mt Mbepit).
<i>F. chlamydocarpa</i>	Mildbread et Burret	Grand Arbre	Bamboutos ; Nkambé ; Mt Cameroun ; Bafang (Fotouni).
<i>F. artocarpus</i>	De Warburg	Arbre	Mt Cameroun ; Bibundi ; Bagang- Fokam ; Yokadouma ; Bangwa ; Foumban ; Tibati ; Yaoundé ; Ebolowa.
<i>F. macrosperma</i>	Mildbread et Burret	Arbre	Mt Cameroun ; Bibundi ; Limbe; Batouri ; Bamenda ; Bali-Nguemba ; Bipindi.
<i>F. dryepontiana</i>	Gentil ex De Wildeman	Arbuste	Mt Cameroun ; Bibundi ; Ndikinimeki ; Yokadouma ; Limbé.
<i>F. conravui</i>	Warburg	Arbuste	Fontem ; Bangwa ; Nkolbisson ; Bengbis.
<i>F. canptonreura</i>	Mildbread	Arbuste	Ebolowa; Eseka; Foumban; Kribi; Edea; Nkongsamba; Mt Cameroun; Abong-Bang.
<i>F. pringheimiana</i>	Braum& K. Schumann	Arbuste	Kribi ; roule Lolodorf ; Nkoemvone ; Edea ; Mumdemba; Lolodorf.
<i>F. preussi</i>	Warburg	Arbuste	Melong; Nyong; Sangmelima; Yokadouma; Bipindi.
<i>F. adscodita</i>	C.C Berg	Arbuste	Ndikinimeki ; Ebone ; Dibombe.
<i>F. inbellata</i>	Vahl	Arbre	Yokadouma ; Deng-Deng ; Maroua. .
<i>F. polita</i>	Vahl	Arbre	Mt Cameroun; Garoua; Mokolo; Kumba.

<i>F. bubu</i>	Warburg	Arbre	Yokadouma ; Lokomo ; Ebolowa.
<i>F. ouata</i>	Vahl	Arbuste	Dschang ; Bafang ; Limbé ; Bayangam ; Nkongsamba ; Meiganga ; Maroua ; Bipindi.
<i>F. adolfi-friderici</i>	Mildbread	Arbuste	Kumba ; Ndikinimeki.
<i>F. pouisi</i>	Lebrun & Boutique &S.Leonard	Arbre	Ebolowa ; Kribi ; Edea.
<i>F. leonensis</i>	Hutchinson	Arbre	Kribi.
<i>F. ceadrydum</i>	Mildbread		Mt Cameroun; Fouban; Nkogham; Bamenda.
<i>F. elasticoides</i>	De Wildeman	Arbre	Yokadouma.
<i>F. burretiana</i>	Mildbread& Hutchinson	Arbre	Entre Bangué et Yokadouma.
<i>F. lutea</i>	Vahl	Arbuste	Ebolowa; Makak; Kribi; Limbe; Bagangte; Bipindi; Ngaoundere.
<i>F. saussurean</i>	A.P. De Candole	Arbuste	Ebolowa ; Batouri ; Doumé ; Fouban ; Banyo ; Nkongsamba ; Limbé.
<i>F. thonningii</i>	Blume	Arbre ou Arbuste	Buea ; Maroua ; Ngaoundéré ; Mt Cameroun.
<i>F. kamerunensis</i>	Mildbread& Burret	Arbre ou Arbuste	Nkolbisson ; Kumba ; Djoum ; Bakundu Sud; Nanga-Eboko ; Yokadouma ; Mbalmayo.
<i>F. lingual</i>	Warburg ex de Witdbread&Bur ret	Arbuste	Ebolowa ; Nkolbisson ; Obala ; Messamena ; Bertoua ; Bipindi.
<i>F. natalensis</i>	Hochstelter	Arbuste	Bertoua ; Bipindi ; Melong ; Betare-Oya ; Foubot ; Sangmelima ; Lac Bameildjin ; Ntem.

<i>F. mallotoides</i>	Mldbracs & Hutchinson	Arbre	Nkolbisson ; Nanga-Eboko ; Yokadouma.
<i>F. barteri</i>	Sprague	Arbuste	Kribi ; Mouloundou ; Lom et Djerem:
<i>F. pseudomangifera</i>	Hutchinson	Arbre	Lomié ; Ayos ; Kadei ; Obala ; Mvangane:
<i>F. kamerunensis</i>	Warburg	Arbuste	Kribi (entre Kribi et Bipindi).
<i>F. vallis-choudae</i>	Delide	Arbre	Route Meiganga ; - Batouri ; Lac Baleng ; Yaoundé ; Bagangté ; Foubot.
<i>F. dicranostyla</i>	Mildbread	Arbre ou Arbuste	Yokadouma ; Lomié ; Bipindi.
<i>F. ingens</i> (Miquel)	Miquel	Arbre	Mokolo ; Ngaoundéré ; Garoua ; Bamaye près de Garoua.
<i>F. varufolia</i>	Wartwrg	Arbre	Yokadourna ; Lomié ; Bipindi.
<i>F. cordata</i>	Thunberg	Arbre	Mokolo ; Garoua ; Poli; Bamaye près de Garoua.
<i>F. trichopoda</i>	Baker	Arbre	Garoua; Foubot; Banyo.
<i>F. arbutifolia</i> (Miquel)	Miquel	Arbre	Mokolo; Waza; Maroua; Garoua; Lagdo; Tinguélin.
<i>F. populifolia</i>	Vahl	Arbre	Swa près de Mokolo ; Maroua.
<i>F. platyphylla</i>	Delide	Arbre	Garoua ; Maroua ; Kousséri ; Pitoa ; Bafoussam.
<i>F. jansu</i>	Boutique	Arbre	Bagangté ; Bayangam.
<i>F. mecurvata</i>	De Wildeman	Arbre	Limbe ; Yokadouma.

I-4 Généralités sur *Ficus platyphylla* (<http://benaz1.e-monsite.com>)

Ficus platyphylla est un arbre ou épiphyte, de 10-20 m de haut à fut droit atteignant 2m de diamètre trapu à la base, à cime étalée et assez dense. C'est un arbre rapidement reconnaissable par ses grandes feuilles vertes plus ou moins brillantes aux nervures jaunâtre avec des écorces lisses ou écailleuses, gris jaunâtre ou rouille à tranche rose à rouge exsudant abondamment du latex.

Les feuilles sont alternées disposées en spirale elliptiques largement ovales de 10-25, à sommet arrondi, (l'un des deux lobes pouvant recouvrir à l'autre), plus ou moins pubescentes devenant glabres au-dessus.

Les rameaux sont très épais (1-2 cm de diamètre), marron ou rouille, pubescent sur les cicatrices stipulaires. Les Pétioles sont épais, de 4-12 cm de long.

Les nervations sont pennées, saillantes, palmées à la base à 3-5 nervures basales à 8-15 paires de nervures secondaires alternées.

Les figes sont solitaires ou disposées par 2(-5) à l'aisselle ou sous les nouvelles feuilles au bout des branches globuleuses (pédoncule de 1-2,5mm de long) de 1-1,5(-2) cm de diamètre souvent rougeâtres à maturité.

Plante des savanes soudaniennes à guinéennes sur tous types de sol. Ils sont repartis du Sénégal au Cameroun, jusqu'en Somalie.

La figure 1 nous présente l'arbre (tronc), les feuilles et les fruits de cette plante.



A



B



C



D

**Figure 1 : Quelques parties de *Ficus platyphylla*. (A et B : arbres, C : feuilles et D : fruits
Photo TEGASNE, avril 2015)**

Les plantes du genre *Ficus* sont utilisées à de nombreuses fins.

I-5 Quelques usages des plantes du genre *Ficus*

Dans la pharmacopée traditionnelle

Les *Ficus* jouent un très grand rôle dans la vie quotidienne des êtres vivants. Ils sont exploités dans plusieurs domaines tels que l'alimentation, l'artisanat, la médecine alternative.

Au Sénégal, les feuilles, les écorces, les racines de *Ficus* sont utilisées pour le traitement de plusieurs maladies. Par exemple :

Le décocté des racines de *Ficus exasperatavalh* est utilisé contre la blennorragie. (Senghor 1979)

Le décocté du fruit du *Ficus capensisthum* est donné en boisson aux femmes stériles et le macéré de ses racines est donné en boisson lors des accouchements difficile. (Senghor 1979)

Au Cameroun Les feuilles de *Ficus gnaphalocarpa* réduites en cendre sont utilisées pour le traitement de la jaunisse, pour stimuler la sécrétion de la bile et neutraliser les morsures de serpents. (Arbonnier 1974)

- Le latex de *Ficus gnaphalocarpa* est utilisé pour le traitement de la dysenterie et des coliques. (Arbonnier 1974)

Au Taiwan les rhizomes de *Ficus beecheyana* sont utilisés pour le traitement des rhumatismes et du diabète. (Lee et al. 2004)

Au Togo, les racines de *Ficus Platyphylla* sont utilisées pour soigner la stérilité féminine.

- Les décoctions des feuilles de *Ficus platyphylla* avec des coques d'arachides macérées dans l'eau sont utilisées contre la lèpre.
- Les rameaux sont utilisés contre le paludisme et les convulsions infantiles. (Audu 1989)

Les bourgeons terminaux sont des antidotes des poisons de flèches. ([http://benaz 1.e-monsite.com](http://benaz1.e-monsite.com), Audu 1989)

Au Cameroun, et surtout dans la partie septentrionale les écorces de *Ficus platyphylla* sont utilisées contre les levures et la ménorragie. (Enquête ethnobotanique)

- Les fruits sont également des galactagogues. (Enquête ethnobotanique)

Sur le plan culinaire et alimentaire

Au Cameroun, Les feuilles de *Ficus Platyphylla* sont consommées en légumes, les fruits verts sont des condiments et à maturité on les consomme directement. (Enquête ethnobotanique)

Sur le plan agricole et pastoral

Au Cameroun Les arbres de *Ficus platyphylla* sont souvent protégés à proximité des villages pour leur ombrage et les feuilles sont consommées par les ovins et les caprins. (Enquête ethnobotanique)

Dans l'usage domestique, artisanal, et industriel

Au Cameroun sur le plan artisanal, le bois de *Ficus mucoso* est très souvent utilisé pour la fabrication des outils, des pilons et des poutres (Aubreville 1964)

- Les feuilles de *Ficus platyphylla* sont utilisées pour la teinture verte et les écorces pour le tannage des cuirs. (Enquête ethnobotanique)

- Le latex de *Ficus platyphylla* est utilisé comme glu pour piéger les oiseaux. (Enquête ethnobotanique)

Le genre *Ficus* est largement utilisé en médecine conventionnelle, c'est en raison de cette utilisation que les chercheurs ont isolés plusieurs métabolites secondaires. Nous allons présenter quelques métabolites déjà isolé de cette plante.

I-6- Travaux chimiques antérieurs sur le genre *Ficus*

Les travaux chimiques antérieurs effectués sur les espèces du genre *Ficus* ont permis d'isoler un certain nombre de métabolites secondaires appartenant à plusieurs classes notamment :

- Les alcaloïdes
- Les stéroïdes
- Les terpenoïdes.
- Les flavonoïdes

I-6-1. Les alcaloïdes isolés du genre *Ficus*

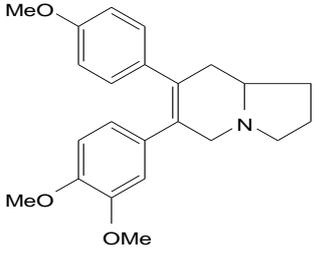
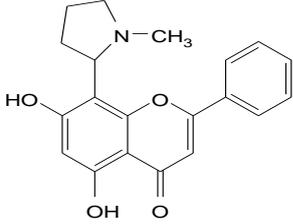
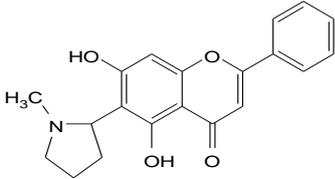
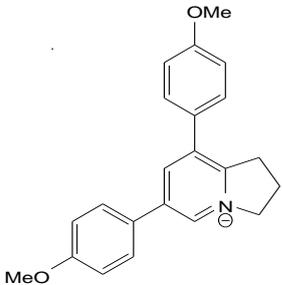
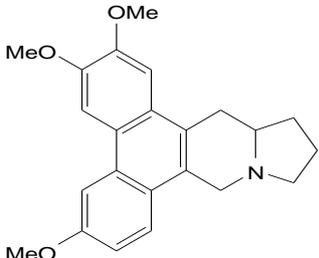
Les alcaloïdes sont des substances naturelles réagissant comme des bases et doués à faible dose des propriétés pharmacologiques importantes. (Johns et *al.* 1965)

Les alcaloïdes sont classés en trois grands groupes :

- Les alcaloïdes vrais, pour qui l'azote est inclus dans le système hétérocyclique et qui biogénétiquement deviennent des acides aminés
- Les protoalcaloïdes qui sont des amines simples dont l'azote n'est pas inclus dans le système hétérocyclique.
- Les pseudos alcaloïdes qui présentent toutes les caractéristiques des alcaloïdes vrais à la seule différence qu'ils ne dérivent pas des acides aminés. (Bruneton 1993)

En plus de l'indole isolé par Gibernau et *al.* (1997) de *Ficus carica*, la plupart des alcaloïdes jusqu'ici rencontrés dans le genre *Ficus* appartient à la classe des alcaloïdes de type phénantro-indolizidiques. (Tableau 2)

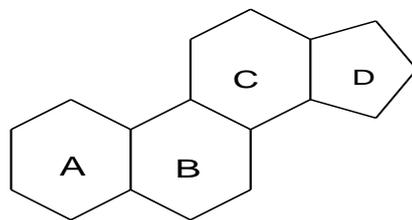
Tableau 2 : Quelques alcaloïdes isolés du genre *Ficus*.

Structures	Noms	Sources	Références
 <p>5</p>	Hispidine	<i>Ficus hispida</i>	(Tabopda 2003)
 <p>6</p>	Ficine	<i>Ficus pantoniana</i>	(Johns et al. 1965)
 <p>7</p>	Isofine		
 <p>8</p>	Ficuseptine	<i>Ficus septica</i>	(Beat et al. 1990)
 <p>9</p>	Antofine		

I-6-2- Les stéroïdes isolés du genre *Ficus*

Les stéroïdes sont les métabolites secondaires les plus répandus chez les végétaux. On les trouve aussi chez les animaux. Parmi eux, on trouve les composés aussi importants que les hormones de reproduction (progestérone, œstradiol, testostérone), les corticoïdes (cortisone, tétrahydrocortisol) sécrétés par les glandes surrénales, les glucosides cardiotoniques, les amines stéroïdiques et les acides biliaires. (Bruneton 1993)

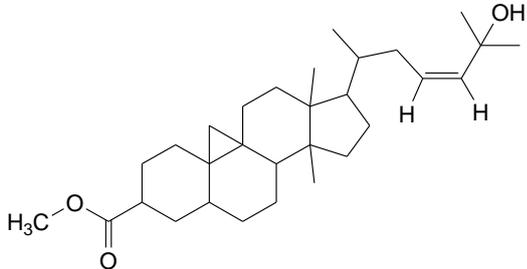
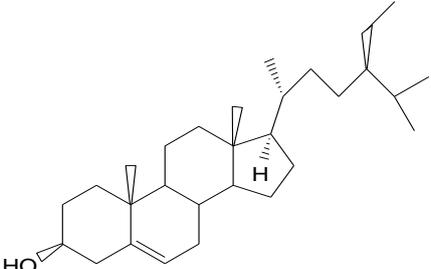
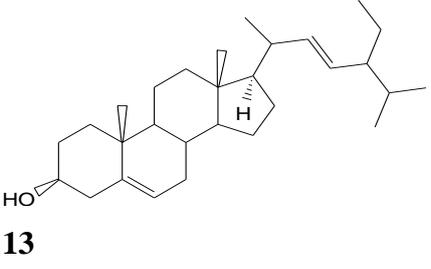
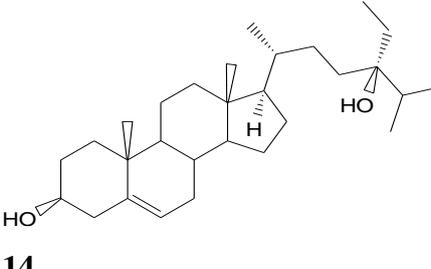
Le nom stéroïde est donné à tous les composés dont le squelette de base comporte le noyau perhydrocyclopentanophénanthrène. (Bruneton 1993)

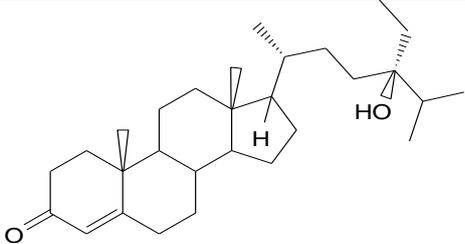
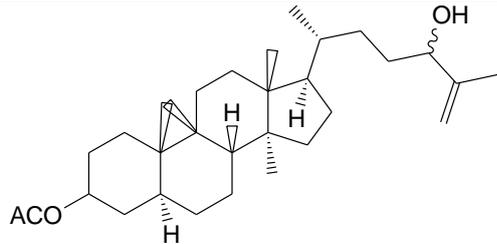
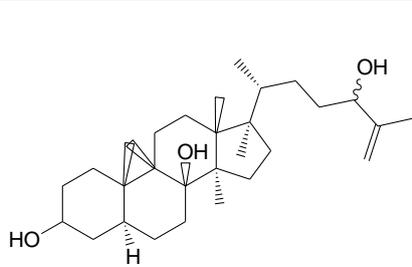
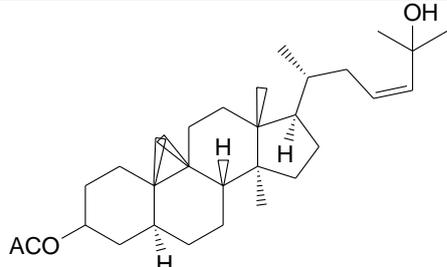


10

Les stéroïdes naturels portent tous un 3β -hydroxyle et au moins une double liaison carbone-carbone se trouvant habituellement en C₅, C₇ ou C₂₂. Ils dérivent aussi du même précurseur que les triterpènéstétracycliques qui ont perdu au moins 3 méthyles en position 4 et 14. (Tableau 3)

Tableau 3 : Quelques stéroïdes isolés du genre *Ficus*

Structures	Noms	Sources	Références
<p>11</p> 	<p>3β-acetoxycycloart-23-ène-25-ol</p>		
<p>12</p> 	<p>β-sitostérol</p>	<p><i>Ficus pumila</i></p>	<p>(Kitajima et al. 1998)</p>
<p>13</p> 	<p>Stigmastérol</p>		
<p>14</p> 	<p>(24S)-stigmast-5-ène-3β,24-diol</p>		

 <p>15</p>	<p>(24S)-24-hydroxystigmast-4-ene-3-one</p>	<p><i>Ficus pumila</i></p>	<p>(Kitajima et al. 1998)</p>
 <p>16</p>	<p>(24RS)-3β-acetoxycloart-25-en-24-ol</p>		
 <p>17</p>	<p>(24RS)-cycloart-25-en-3β-24 diol</p>		
 <p>18</p>	<p>(23Z)-3β-acetoxycycloart-23-en-25-ol</p>		

I-6-2-1 Les intérêts des stéroïdes

L'intérêt que le chimiste accorde aux stéroïdes réside non seulement dans leur diversité structurale et dans de nombreuses synthèses organiques auxquelles elles se prêtent, mais aussi et surtout à leur utilisation dans l'industrie pharmaceutique.

Les sitostérols et les stigmastérols par exemple sont des matières premières pour la production des médicaments stéroïdiques (contraceptifs, anabolisants, anti-inflammatoires). (Bruneton 1993)

Le β -sitostérol très abondant dans les végétaux joue un rôle essentiel dans la régulation du taux de cholestérol sanguin ; il atténue l'hypertrophie bénigne de la prostate et est très actif contre le venin du serpent. Par ailleurs, c'est un puissant anti-inflammatoire et analgésique. (Walter et *al.* 2000)

L'ergostérol se transforme facilement en vitamines D2 anti-rachitique par simple irradiation. (Walter et *al.* 2000)

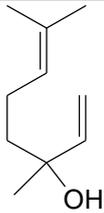
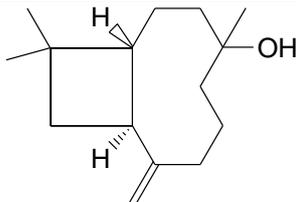
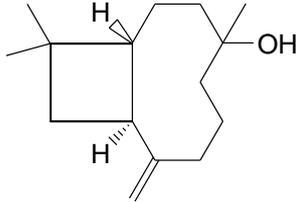
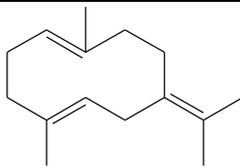
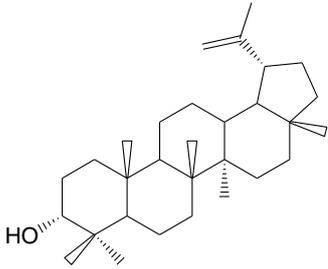
I-6-3 Les terpénoïdes isolés du genre *Ficus*

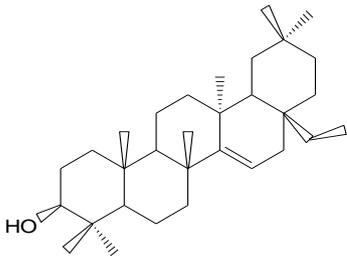
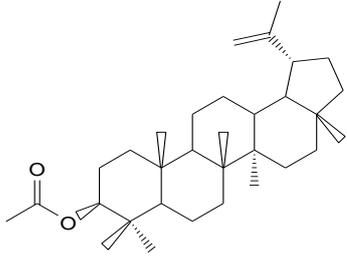
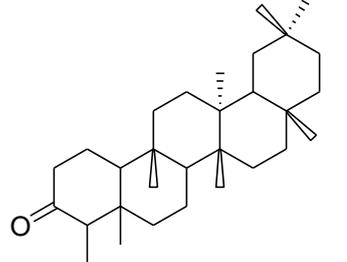
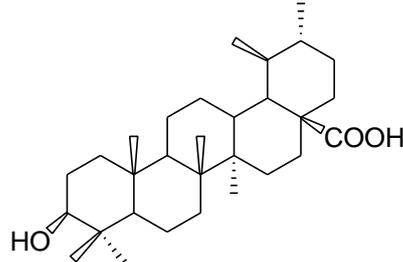
Les terpénoïdes sont les composés répandus dans le règne végétal et ayant un squelette décomposable en unités isopréniques. C'est ainsi qu'une classification en fonction du nombre d'unités isopréniques nous donne les classes suivantes :

- Les monoterpènes (C₁₀)
- Les sesquiterpènes (C₁₅)
- Les diterpènes (C₂₀)
- Les sesterpènes (C₂₅)
- Les triterpènes (C₃₀)
- Les tétraterpènes (C₄₀)
- Les polyterpènes pour ceux dont le nombre de carbones est supérieur à 40. (Connolly et *al.* 1991)

Des terpénoïdes isolés du genre *Ficus*, les triterpènespentacycliques sont en grand nombre. (Tableau4)

Tableau 4 : Quelques terpénoïdes isolés du genre *Ficus*

Classes	Structures	Noms	Sources	Réf
Monoterpénoïdes	 <p>19</p>	Linadol	<i>Ficus carica</i> (feuille)	
Sesquiterpénoïdes	 <p>20</p>	Transcaryophyllène		Gibernau et al. 1997
	 <p>21</p>	Hydroxycaryophyllène		
	 <p>22</p>	Germacrene		
Triterpénoïdes	 <p>23</p>	Lupeol	Ecorces du tronc de <i>Ficus polita</i>	(Kamga et al. 2010)

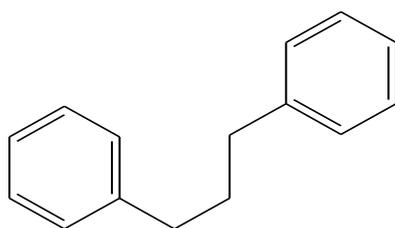
Triterpénoïdes	 24	Taxaxerol		
	 25	Acétate de lupeol	<i>Ficus microcarpa</i>	(Yi-Ming 2005)
	 26	Frideline		
	 27	Acide ursoline		

I-6-3-1 les intérêts des triterpènes

Les triterpènes sont d'une grande importance biologique chez les végétaux et chez l'homme. En effet, chez les végétaux, ils luttent contre les microorganismes, favorisent la germination et la croissance. Ils défendent les plantes contre certaines agressions extérieures en agissant comme des herbicides et contre la prédation par les herbivores. (Patocka2003) Chez les hommes, les triterpènes ont une activité cytotoxique, antifongique, antiulcéreuse, antivirale, analgésique et aussi contre les maladies cardiovasculaires. (Patocka 2003) Il a été démontré qu'en plus de posséder une certaine activité antivirale et anti-inflammatoire, la bétuline est utilisée dans les produits cosmétiques protégeant la peau et les cheveux contre les rayons UV. L'intérêt majeur de la bétuline vient du fait que certains de ses dérivés comme l'acide bétulinique sont efficaces dans la prévention et le traitement du cancer de la peau. Il présente également une activité anti-VIH. (Patocka 2003)

I-6-4 Les flavonoïdes

Les flavonoïdes constituent un grand groupe de composés responsables de la coloration des plantes, des fruits et parfois des feuilles des plantes. Les flavonoïdes se subdivisent en une douzaine de classe. Leur squelette de base comporte quinze atomes de carbone. Ils ont une origine biosynthétique commune et possèdent de ce fait le même élément structural de base à savoir l'enchânement C6-C3-C6 analogue au diphenylpropane .



28

I-6-4-1- Classification structurale

Les flavonoïdes peuvent être regroupés en plusieurs classes de composés différents selon le degré d'oxydation du noyau pyramique (Harkat 2008). Le tableau 5 présente quelques classes de flavonoïdes.

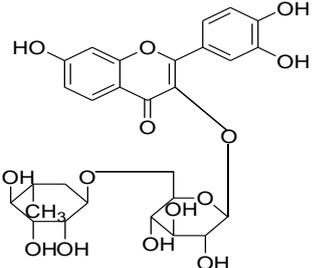
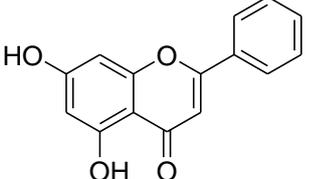
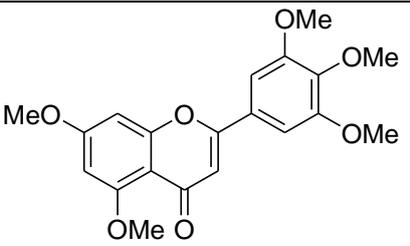
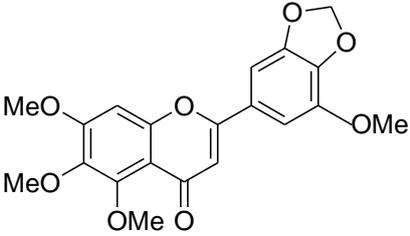
<p>R=H, flavone R=OH, flavon-3-ol 29</p>	<p>R=H, flavone R=OH, dihydroflavonol 30</p>	<p>calcine 31</p>
<p>Aurore 32</p>	<p>R=H, flavane R=OH, flavan-3-ol 33</p>	<p>Anthocyane 34</p>

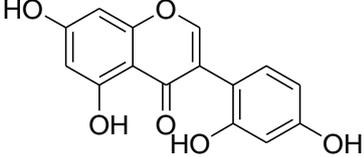
Tableau 5 : Classification structurale des flavonoïdes

I-6-4-2- Les flavonoïdes isolés du genre *Ficus*

De nombreux flavonoïdes ont été isolés du genre *Ficus* le tableau 6 présente quelques uns d'entre eux

Tableau 6 : Quelques flavonoïdes isolés du genre *Ficus*

Structures	Noms	Sources	Références
 <p style="text-align: center;">35</p>	Rutine	<i>Ficus carica</i>	(Johns et al. 1965)
 <p style="text-align: center;">36</p>	Chrysin	<i>Ficus pantoniana</i>	(Gibernau et al. 1997)
 <p style="text-align: center;">37</p>	5, 7,3',4',5'- Pentamethoxyflavone	<i>Ficus maxima</i>	
 <p style="text-align: center;">38</p>	5,6,7,5'-tetramethoxy- 3',4'- methylenedioxyflavone	<i>Ficus maxima</i>	(Diaz et al. 1997)

 <p style="text-align: center;">39</p>	Lutéoline	<i>Ficus clamydocarpa</i>	
 <p style="text-align: center;">40</p>	2-hydroxy-génisteine	<i>Ficus ovata</i> (Ecorces du tronc)	(Kuate et al. 2008)

I-6-4-3- Activités biologiques des flavonoïdes

On attribue aux flavonoïdes d'une manière générale les propriétés biologiques variées. Parmi celle-ci, la propriété "vitamine P" occupe une place de choix. Elle se traduit par le fait que plusieurs flavonoïdes sont des veino-actifs car ils ont la propriété de diminuer la perméabilité des capillaires sanguins, renforçant ainsi leur résistance. (Bruneton 1993) Les flavonoïdes sont également doués des propriétés anti-inflammatoires (Williams et al. 1999), ce qui est compatible avec leur interaction *in vitro* dans le métabolisme de l'acide arachidonique (Sackeyfio et al. 1986, Williams et al. 1995). Ils peuvent être aussi antitumoraux (Li et al. 1990), antioxydants (Gabrielska et al., 1997), antibactériens (Kaneda et al., 1991), oestrogéniques (Wilcox et al. 1990) et ou anti-oestrogéniques (Kitaoka et al. 1998), antiallergiques (Yamamota et al. 1984), antiradicalaires (Baumann et al. 1993), analgésiques (Parantainen et al. 1993), phytoalexines (Bruneton 1993), antispasmodiques (Bruneton 1993), antithrombiques (Oien et al. 1976), hépatoprotecteurs (Oien et al. 1976).

I-6-4-4- Biosynthèse des flavonoïdes

Les flavonoïdes représentent un grand groupe de composés naturels importants non seulement par le nombre de molécules concernées et par leurs propriétés physiologiques, mais également par leur origine biosynthétique mixte c'est-à-dire à la fois schikimique et acétate polymalonique (Schijlen et al. 2004).

L'étape clé de la formation des flavonoïdes est la condensation catalysée par la chalcone syntaxe de trois molécules de malonylCoA⁴¹, précurseur du noyau A et d'un acide hydrocinnamique, en général le para-coumarylSCoA⁴², précurseur du noyau B et de la chaîne en C-3. Le produit de la réaction est la chalcone⁴³, précurseur de toutes les autres classes de flavonoïdes. Cette biosynthèse implique un ensemble complexe de réactions comprenant des hydroxylations, les méthylations, les cyclisations, les oxydations, les réductions, etc... Le schéma 7 présente la biosynthèse des différentes classes de flavonoïdes (Schijlen et al. 2004).

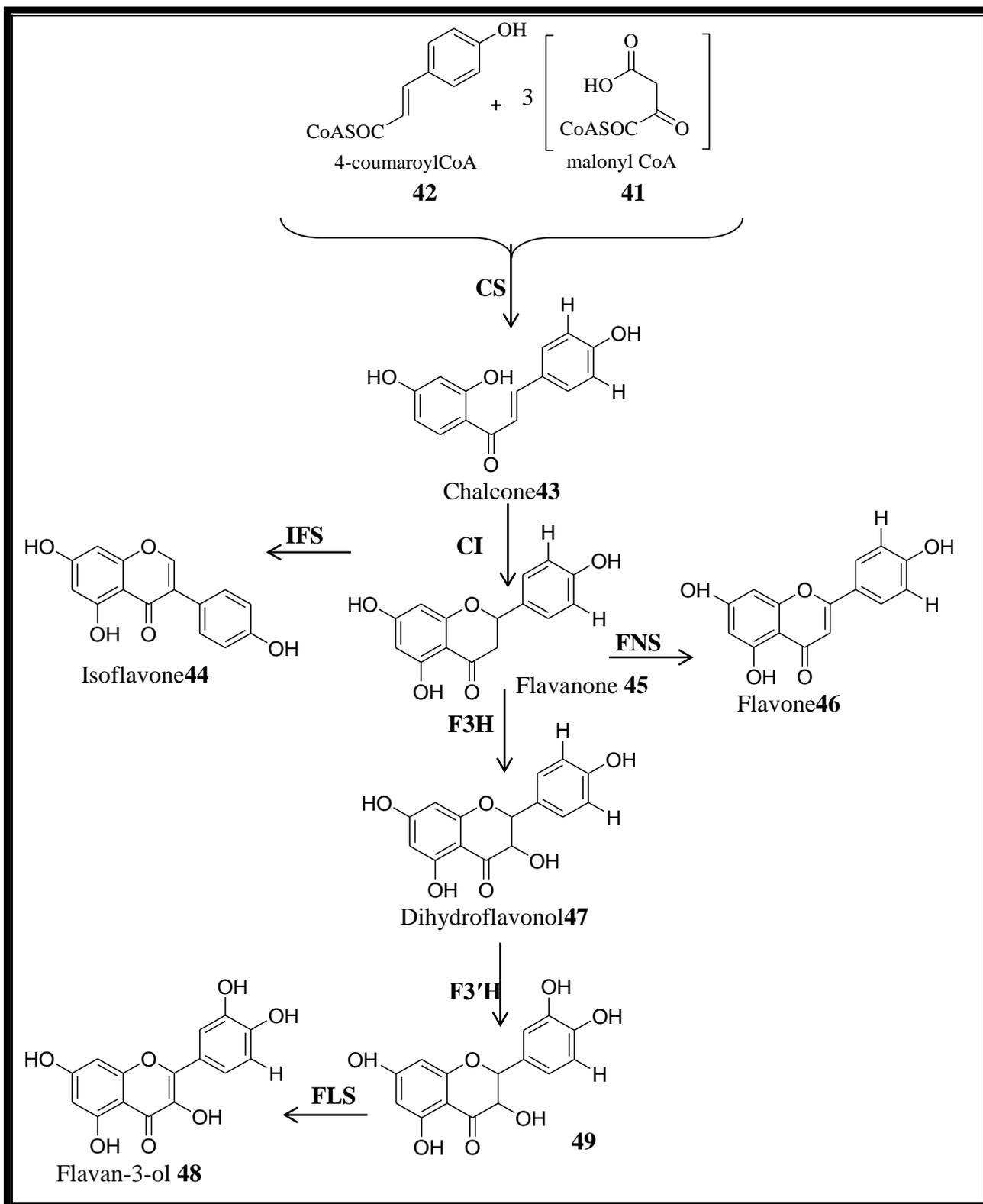


Schéma 1 : Biosynthèse des quelques classes de flavonoïdes

Abréviations: **CS**, calcine synthase; **CI**, calcine isomérase; **IFS**, isoflavonesynthase; **FNS**, flavonesynthase; **F3H**, flavanone 3-hydroxylase, **F3'H**, flavonoïde 3'-hydroxylase; **FLS**, flavonolsynthase.

I-6-4-5- Spectroscopie des flavonoïdes

L'ultraviolet (UV), l'infrarouge (IR), la résonance magnétique nucléaire du proton (RMN ^1H), du carbone 13 (RMN ^{13}C), a deux dimensions (RMN 2D) ainsi que la spectrométrie de masse (SM) sont des méthodes physico-chimiques d'analyses couramment utilisées dans l'élucidation structurale des flavonoïdes.

Alors que la RMN du ^1H , permet grâce aux déplacements chimiques des protons du cycle C et de leur constante de couplage, de savoir à quelle classe de flavonoïdes (flavone, flavanone, flavane, et isoflavane) nous avons à faire, la RMN du ^{13}C permet entre autre de distinguer les flavonoïdes et les isoflavonoïdes possédant dans leur structure une fonction carbonyle de ceux qui en sont dépourvus. Le nombre et la position des groupements hydroxyles peuvent être déterminés grâce à la spectroscopie UV, tandis que la SM facilite la localisation des substituants sur les différents cycles. Les techniques de RMN 2D de plus en plus utilisées ont l'avantage par rapport aux précédentes de faciliter la résolution des problèmes structuraux aussi complexes que ceux relatifs à l'attribution sans ambiguïté des différents signaux de spins, ou à la détermination exacte d'un ou de plusieurs substituants sur un cycle.

Cependant nous allons nous attarder sur l'UV, la RMN du ^1H et la RMN du ^{13}C .

I-6-4-5-1 L'ultraviolet

La spectrométrie ultraviolette est l'une des techniques communément utilisée pour la caractérisation des flavonoïdes car elle nécessite qu'une faible quantité de matière. De plus l'utilisation de réactifs spécifiques pouvant réagir avec un ou plusieurs groupes fonctionnels sur les flavonoïdes entraînant ainsi des modifications sur le spectre peuvent fournir des informations structurales convenables.

La plupart des flavonoïdes présentent deux maximums d'absorption maximale (schéma 8) ; une entre 240 et 295nm (bande) associée au chromophore benzoyle (cycle A) et une autre entre 300 et 400nm (bande I) associée au chromophore cinnamoyle (cycle B) et dont les intensités dépendent du degré de la structure. En effet, dans les flavones et les flavonols par exemple où les cycles A et B sont conjugués, les deux bandes sont intenses alors que dans les isoflavones, les flavanones et les dihydroflavonols où la conjugaison est faible, la bande I est

ou C-8 dans les flavones 5, 7,8 ou 5, 6,7- tiroxygénés ; ce problème est facilement résolu lorsqu'on fait le spectre du flavonoidetriméthylsilylé en 7,8 ou 6,7. Dans ce cas le proton en H-3 apparait dans les champs plus faibles, H-8 dans les champs plus fort alors que le proton H-6 reste inchangé.

Le proton en C-2 des isoflavones, en position β de la fonction cétone en C-4 et adjacent à l'oxygène du cycle pyranne, apparait entre 7,6 et 7,8 ppm dans le CCl_4 , alors que le proton benzylique des aurores apparait comme singulet entre 6,5 et 6,7 ppm.

Flavones, Flavonols et isoflavones Flavanones et Dihydroflavonols

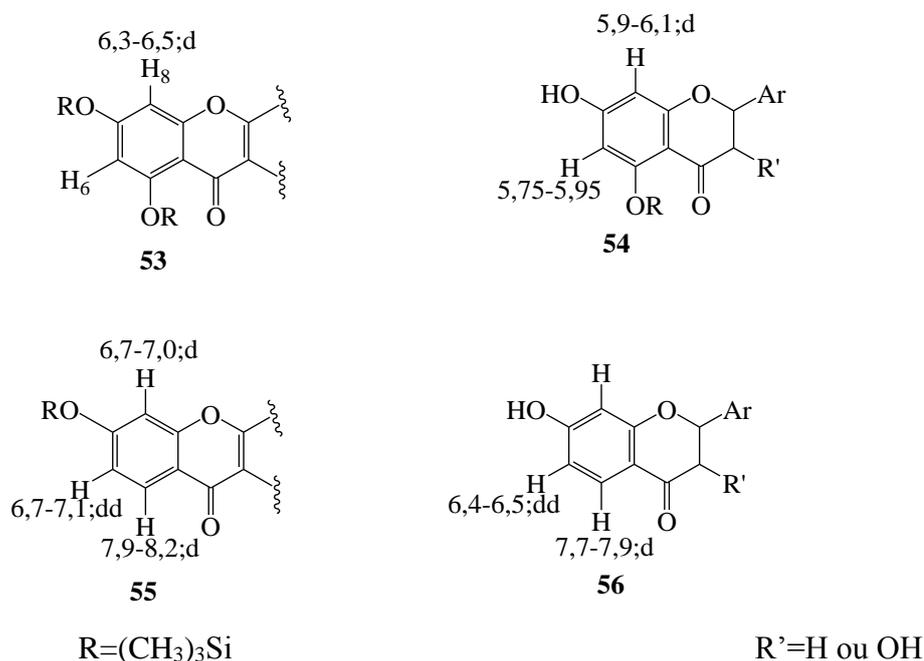


Schéma 3 : Protons du cycle A

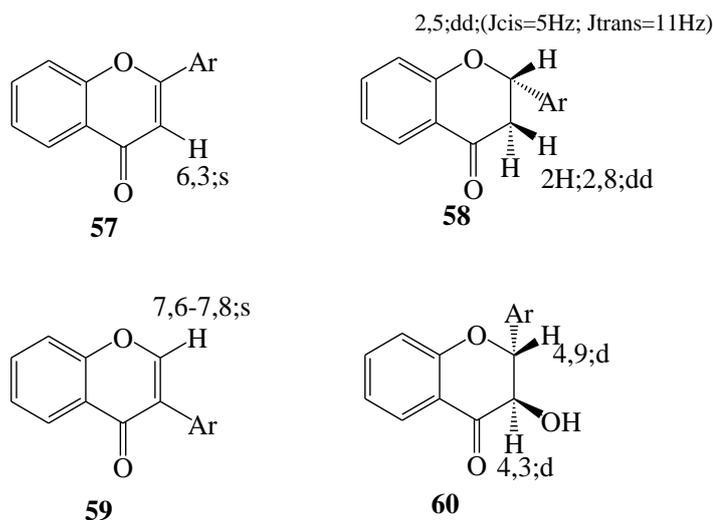


Schéma 4 : Proton du cycle C

- **Protons du cycle B des hydroxyles et des méthoxyles**

Le cycle B des flavonoïdes dérive biogénétiquement de l'acide shikimique et les motifs 4'-oxygénés, 3',4',5'-trioxygénés se rencontrent couramment dans les flavonoïdes.

Dans les flavonoïdes 4'-oxygénés les protons H-2', H-3' et H-6' donnent des paires de doublets avec une constante de couplage $J=8,5\text{Hz}$. Les protons H-2' et H-6' apparaissent dans les champs plus faibles entre 7,1 et 8,1 ppm alors que les protons H-3' et H-5' apparaissent dans les champs plus forts entre 6,5 et 7,1 ppm.

Dans les isoflavones, les flavones et les dihydroflavonols 3',4'-dioxygénés, les protons H-2', H-5', et H-6' apparaissent sous forme de multiplets complexe entre 6,7 et 7,1ppm, alors que dans les flavones, flavonols, chalcones et aurores, les déplacements chimiques se présentent tels que consignés dans le schéma 5.

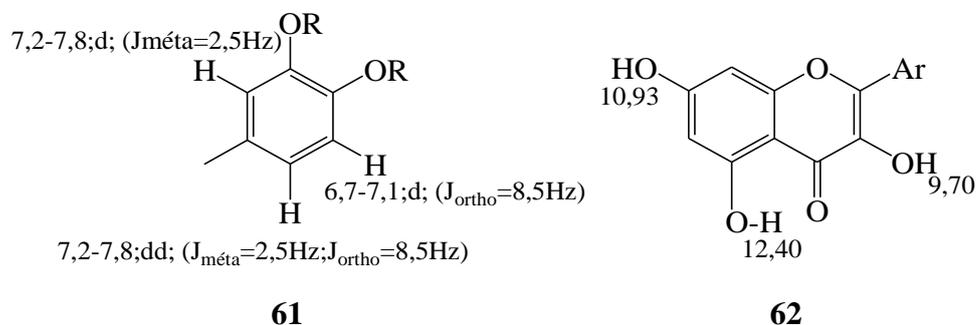


Schéma 5 :Déplacements chimiques des protons du cycle B et des hydroxyles de quelques flavonoïdes

Dans les flavonoïdes 3', 4',5'-trioxygénés, les protons H-2' et H-6' sont équivalents et apparaissent sous forme de singulet de deux protons.

Les protons des méthoxyles (OCH₃) apparaissent entre 3,5 et 4,1 ppm alors que ceux des hydroxyles (OH) apparaissent entre 9,5 et 13 ppm.

I-6-4-5-3- LA RMN DU ¹³C (Mabry et al. 1970, Markam et al. 1975, Markam 1982).

La RMN du ¹³C est très pratique pour différencier les classes de flavonoïdes. En effet, les déplacements chimiques des carbones centraux C-2, C-3 et C-4 (tableau 7) sont d'une utilité considérable pour la détermination de la classe de flavonoïde étudiée.

Tableau 7 :Déplacements chimiques des carbones centraux de quelques flavonoïdes

Classes	C-2	C-3	C-4
Flavones	160,5-165,5 ; s	103,9-112,5 ; d	176,3-183,5 ; d
Flavonol	145,4-147,1 ; s	133,5-141,4 ; s	172,4-176,7 ; s
Isoflavones	149,8-155,4 ; d	119,3-125,9 ; s	174,5-180,6 ; s
Dihydroflavonols	78,3-83,6 ; d	70,9-72,5 ; d	189,7-198,4 ; s
Flavanones	75,0-80,3 ; d	42,0-44,8 ; t	189,5-196,7 ; s
Isoflavanones	71,5-71,7 ; d	50,9-51,5 ; d	190,4-190,6 ; s
Catechines	78,1-81,2 ; d	65,1-66,6 ; d	28,0-28,1 ; t
Isoflavanes	69,6-70,3 ; d	31,4-32,5 ; d	30,1-31,5 ; t
Chalcones	136,5-145,8 ; d Carbone β	116,6-128,1 ; d Carbone α	188,6-195,0 ; s C=O
Aurores	146,1-147,7 ; S	111,6-128,1 ; d (=CH-)	182,5-182,7 ; s C=O

Les usages ethnopharmacologiques des espèces du genre *Ficus* ainsi que les travaux chimiques et biologiques déjà effectués dans la littérature nous ont motivé à étudier *Ficus platyphylla* une plante utilisée dans la médecine naturelle.

II- RESULTATS ET DISCUSSION

II-1- Introduction

Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* ont été récoltées en Avril 2015 à Yagoua (département du Mayo Danay) dans la région de l'extrême nord du Cameroun. Des échantillons ont été déposés à l'herbier national du Cameroun sous le numéro 36705/HNC. Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* ont été découpées, séchées et broyées, puis extraits par macération au MeOH à température ambiante pendant 48h. Après filtration, la solution résultante a été concentrée sous évaporateur rotatif pour conduire à un extrait brut.

L'extrait brut des écorces a subi une solubilisation différentielle à l'acétate d'éthyle pour conduire à une fraction. Cette fraction a subi un dégrossissement par chromatographie flash sur gel de silice, élue à l'aide d'un mélange de solvants constitué d'hexane et d'acétate d'éthyle de polarité croissante, pour conduire à 8 fractions indexées de A à H. Les fractions C à F ont été regroupées et par la suite soumises à des chromatographies répétées sous colonne ouverte de gel de silice éluées au mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante. Toutes ces opérations ont permis d'obtenir 4 composés purs, notés FPEAET1, FPEAET2, FPEAET3, FPEAET4, comme l'indique le schéma 6.

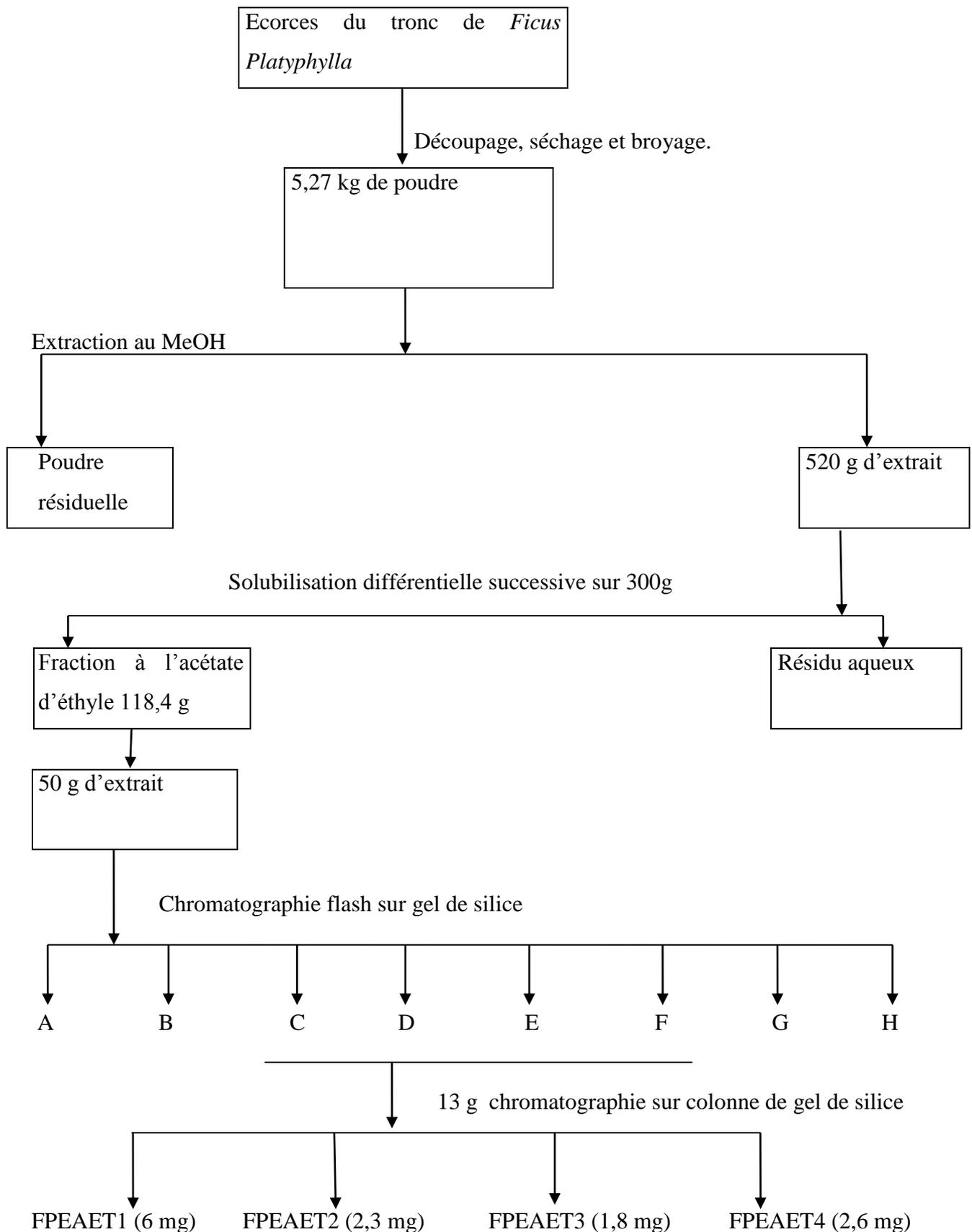


Schéma 6 : Protocole d'extraction et d'isolement des composés des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*

II-2- ELUCIDATION DES STRUCTURES

L'étude phytochimique de *Ficus platyphylla* nous a permis d'isoler 4 produits indexés FPEAET1, FPEAET2, FPEAET3, FPEAET4.

Deux de ces composés (FPEAET1, FPEAET2) ont été identifiés sur la base de leurs données spectrales et physiques.

II-2-1 Elucidation de la structure de FPEAET2

Le composé FPEAET2 se présente sous forme de poudre jaune claire dans le mélange hexane-acétate d'éthyle (75/25). Il est visible à l'UV 365 et 254 nm. Il réagit positivement au test du chlorure ferrique $FeCl_3$ (couleur bleue) caractéristique des hydroxyles phénoliques et au test de Shinoda (couleur rose) caractéristique des flavonoïdes.

Son spectre de masse à haute résolution TOF EI (fig1) montre le pic de l'ion moléculaire à m/z 353.9804 correspondant à la formule brute $C_{20}H_{17}O_6$ (cal 353,9801) renfermant 12 degrés d'insaturations.

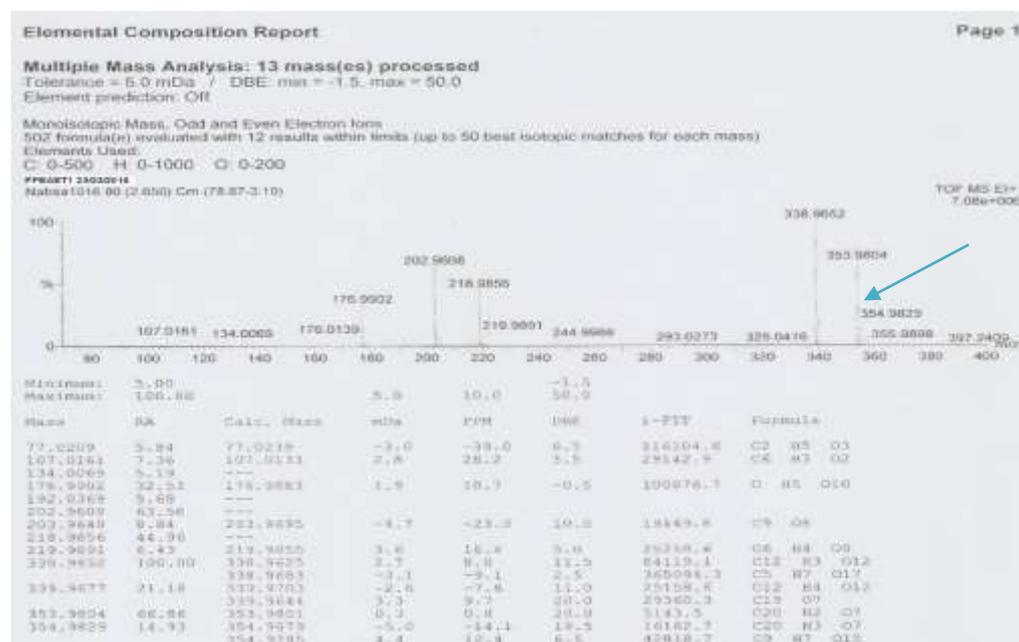
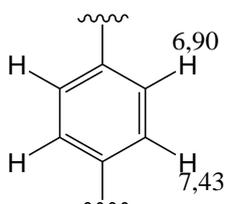


Figure 2 : Spectre de masse à haute résolution TOF EI de FPEAET2

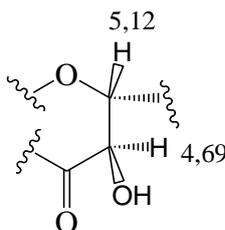
L'analyse détaillée du spectre de RMN ^1H (300MHz, acetone- d_6 , fig3, tableau 9) montre :

- les signaux d'un système AA'BB' de quatre protons aromatiques résonnant à δ_{H} 6,90(2H ; d ; J=8,6Hz) et δ_{H} 7,43(2H ; d ; J=8,6Hz) attribuable à un noyau aromatique paradisubstitué formant très probablement le cycle B. d'où la sous structure 1.



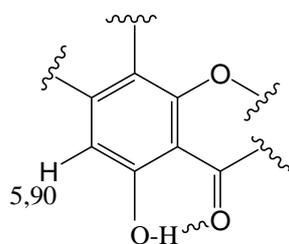
1

- les signaux d'un système AB de deux protons résonnant à δ_{H} 4,69(1H ; d ; J=11,6Hz) et 5,12(1H ; d ; J=11,6Hz) caractéristique des protons H₃ et H₂ des dihydroflavonols d'où la sous structure 2.

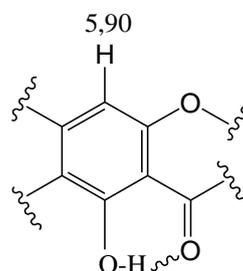


2

- le signal d'un proton résonnant dans les champs faible à 12,90 ppm attribuable au proton d'hydroxyle chélaté en position péri par rapport au carbonyle appartenant très probablement au cycle A et un singulet d'un proton aromatique à δ_{H} 5,90 attribuable au proton H-6 ou H-8 du cycle A substitué d'un flavonoïde d'où les sous structures 3 et 4.



3



4

-On observe également les signaux de deux protons oléfinique de configuration cis résonnant à δ_H 5,66(1H ; d ; J=10,1Hz) et 6,60 (1H ; d ; J=10,1Hz) d'une part et d'autre part celui d'un singulet intense résonnant à 1,44(6H ; s) attribuable à un groupement gem-diméthyle ; cet ensemble de signaux nous suggère un système 2,2-diméthylpyranne dont la sous structure 5.

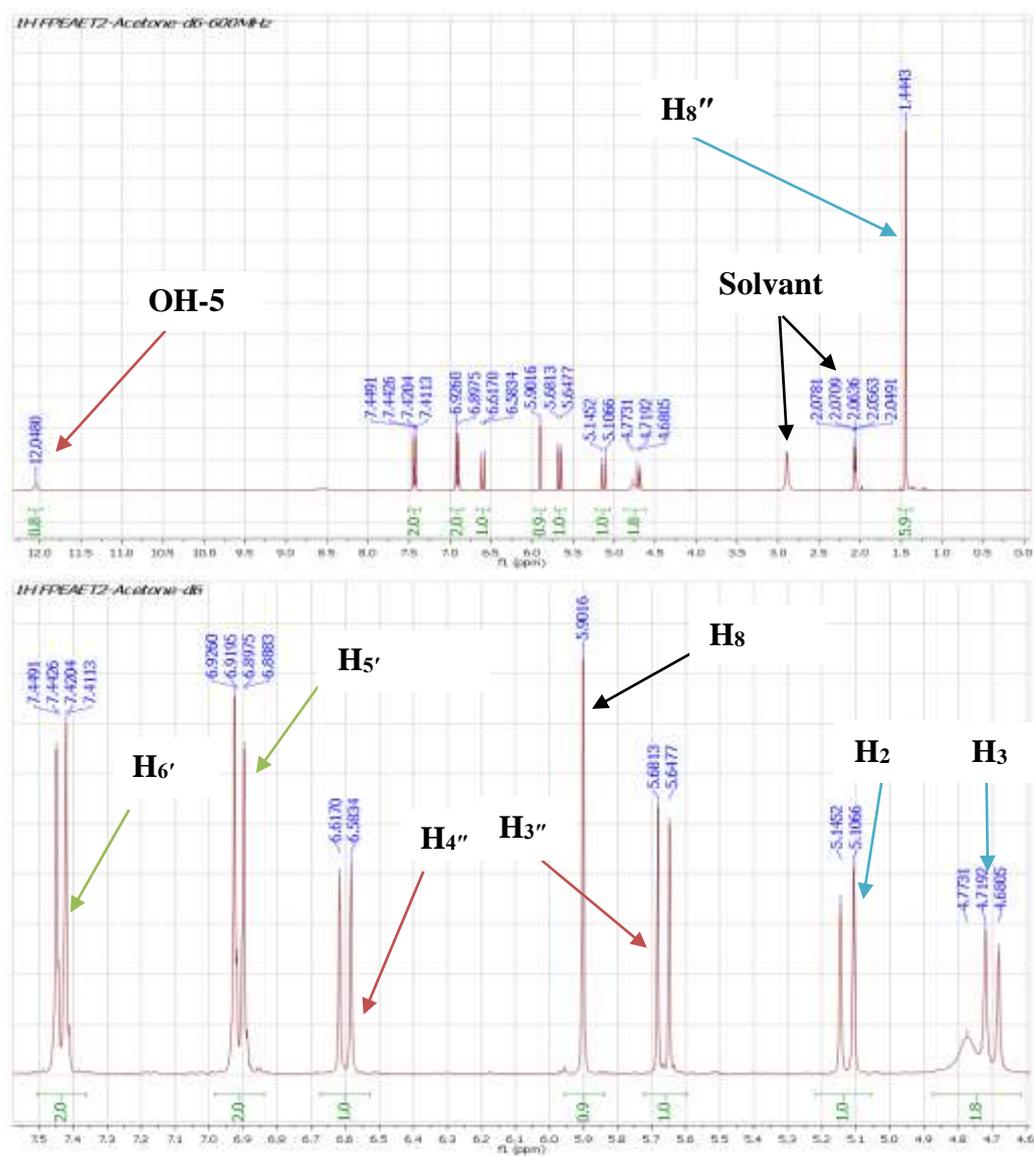
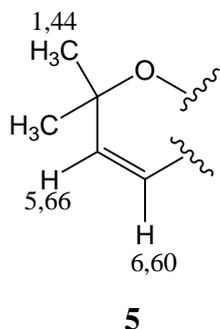


Figure 3 : Spectre de RMN 1H (300MHz, Acetone-d₆) de FPEAET2

Sur son spectre de RMN ^{13}C (75MHz, Acetone- d_6 , fig 4, tableau 9) on observe 20 signaux de carbone. Parmi lesquels les carbones C-2, C-3, C-4 caractéristique d'un dihydroflavonol.

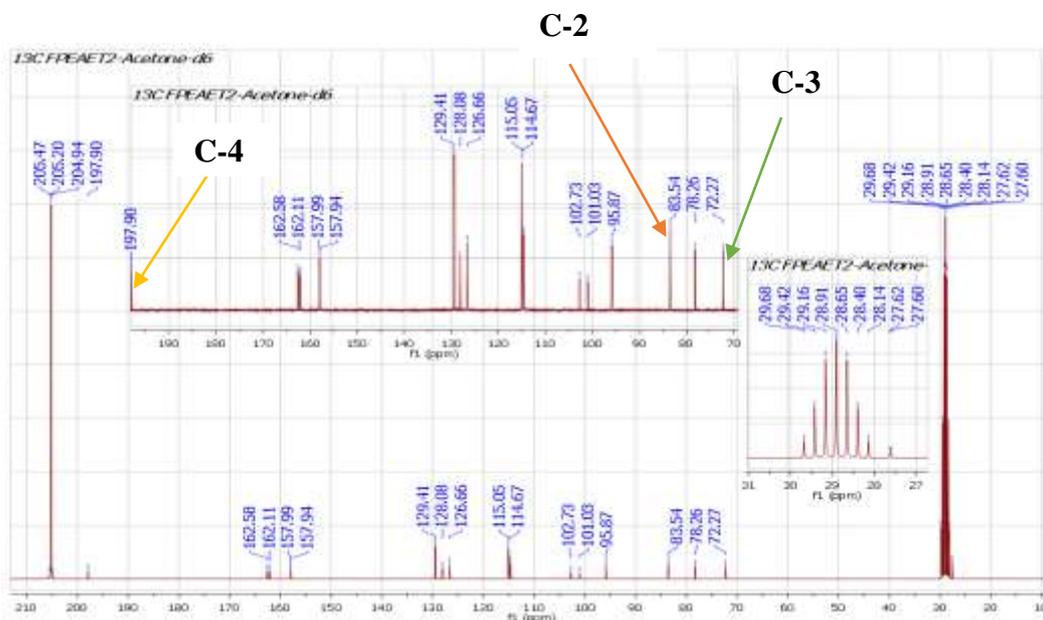


Figure 4 : Spectre de RMN ^{13}C (75MHz, Acetone- d_6) de FPEAET2

- L'analyse couplé de spectre RMN ^{13}C (75MHz, Acetone- d_6 , fig 4, tableau 9) et DEPT 135 (Acetone- d_6 fig 5) permet de distinguer entre eux : neuf carbones quaternaires dont un carbonyle chélaté à δ_{C} 198 et quatre carbones oxygénés apparaissant à δ_{C} 157,7 (C-5) ; δ_{C} 158 (C-4') ; δ_{C} 162,1(C-7) et δ_{C} 159,4(C-9)
- Deux méthyles à δ_{C} 27,6
- Neuf méthines dont deux résonnant à δ_{C} 83,5 et 72,3 caractérisant respectivement les carbones C-2 et C-3 des dihydroflavonols (Marbry et al., 1970) et deux autres résonnant à δ_{C} 126,7 et δ_{C} 114,7 attribuable aux carbones C-3" et C-4" respectivement.

Le cycle B étant paradisubstitué, le groupement 2,2-diméthylpyranne ne peut être fixé que sur le cycle A en position 6,7 (arrangement linéaire) ou 7,8 (arrangement angulaire) (Agrawal 1989).

Les valeurs des déplacements chimiques observés à δ_{C} 102,7 et δ_{C} 95,9 ne peuvent être assignées respectivement qu'aux carbones C-6 et C-8 lorsque C-8 porte un atome d'hydrogène. (Agrawal 1989). Une preuve supplémentaire est apportée par le spectre HMQC (fig 5) de FPEAET2 où on observe une corrélation directe entre le proton δ_{H} 5,90

et le carbone à δ_C 95,9 et les protons δ_H 5,12, 4,69, 7,43, 6,90 et les carbones δ_C 83,5, 72,3, 129,4, et 6,90 respectivement.

De plus, on observe sur le spectre HMBC (fig6) de ce composé des corrélations entre le proton δ_H 5,90 et les carbones à δ_C 126,1 (C-7) et 162,6 (C-9) confirmant qu'il est porté par le carbone C-8. On observe également sur ce même spectre des corrélations entre les protons à δ_H 5,66(H-3'') et 6,60(H-4'') et le carbone résonnant à 102,7 (C-6).

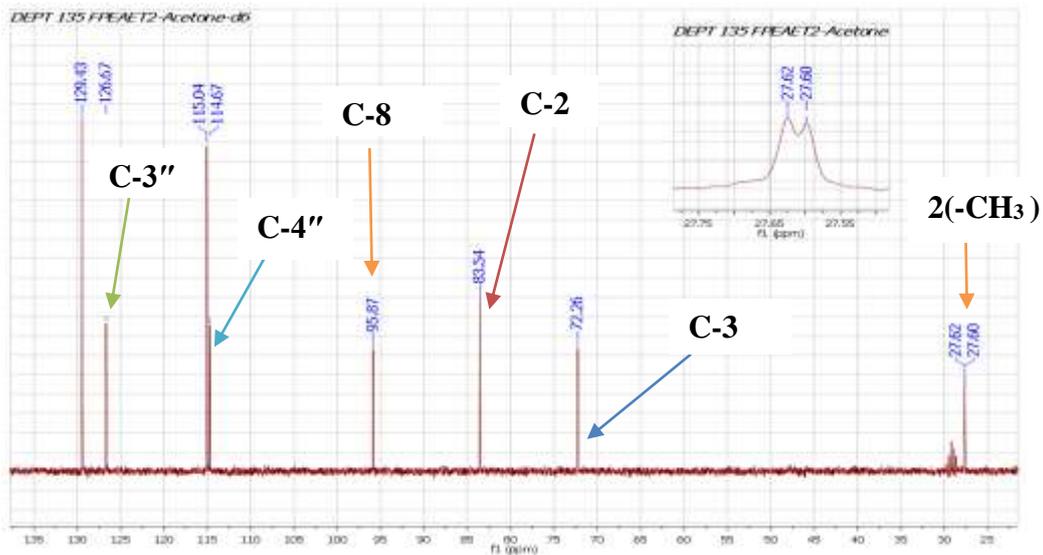


Figure 5 : Spectre DEPT 135 (75 MHz Acetone-d6) de FPEAET2

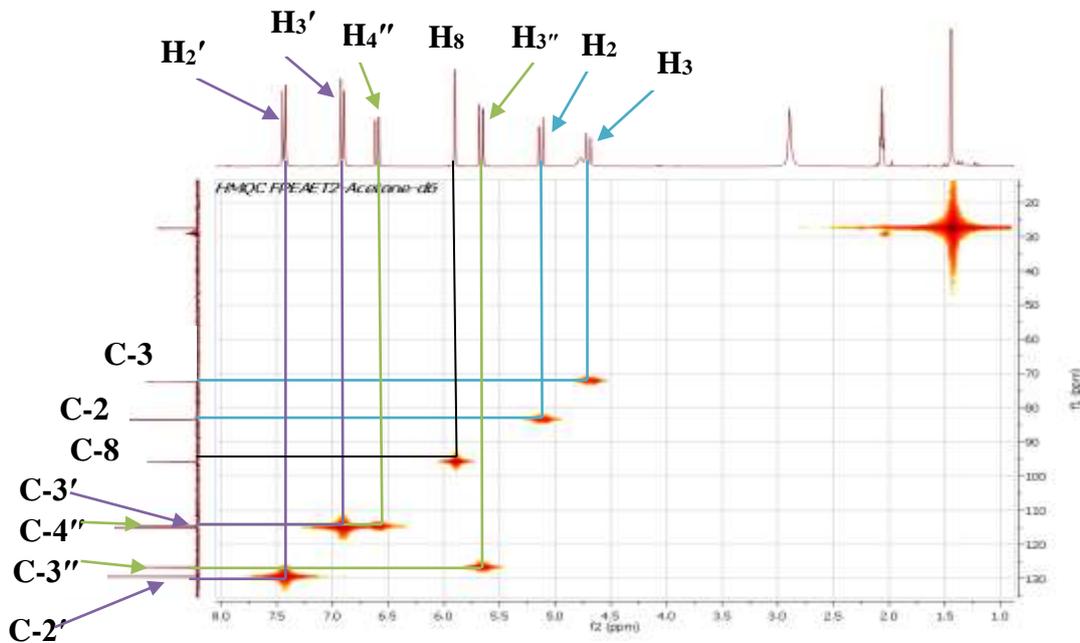


Figure 6 : Spectre HMQC (Acetone-d6) de FPEAET2

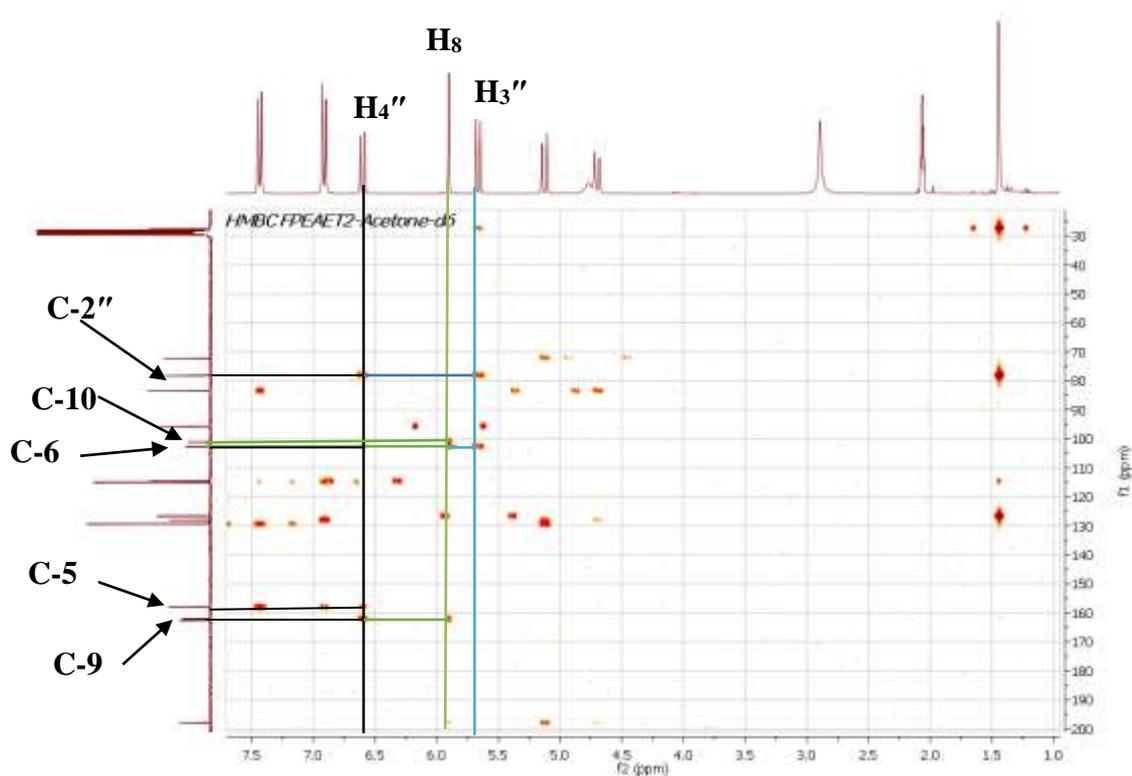


Figure 7 : Spectre HMBC (Acetone-d6) de FPEAET2

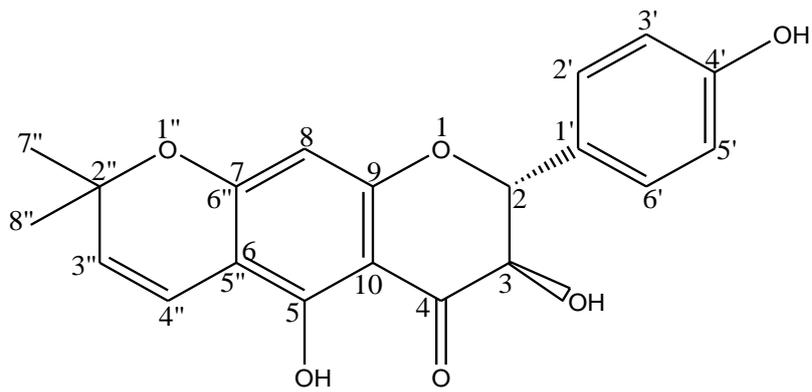
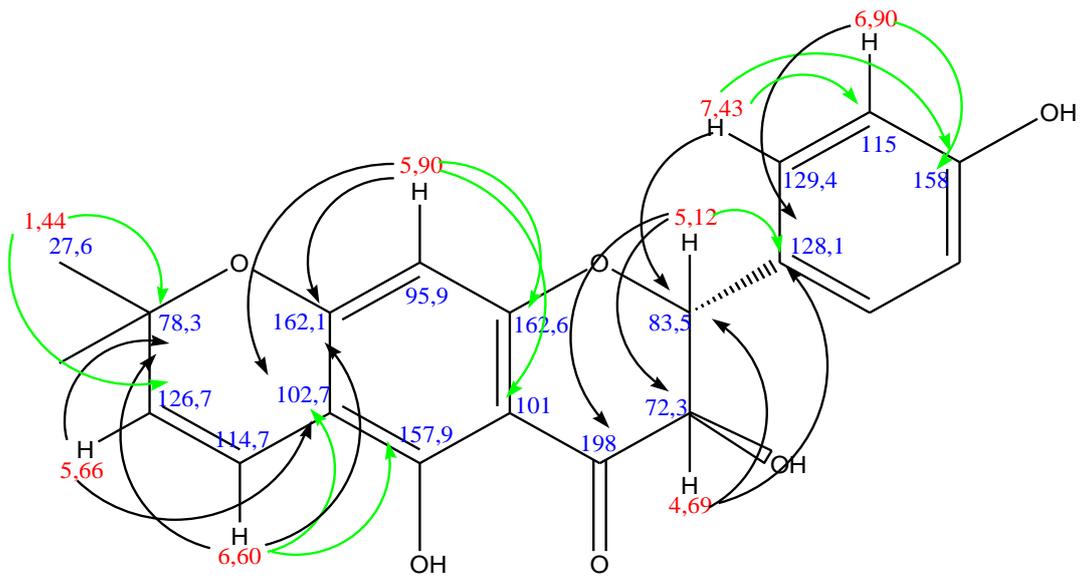
D'autres corrélations importantes relevées sur ce spectre HMBC sont indiqués dans le tableau 9.

Les configurations absolues des carbones C-2 et C-3 ont été déduites par comparaison avec les autres dihydroflavonols de configuration connue (Kengap 2012). Toutes ces informations nous indiquent que ces carbones seraient tous de configuration R.

Sur la base de toutes les données spectrales de FPEAET2 et de la comparaison avec celle décrite par (Kengap 2012), nous avons attribué à ce composé la structure (**63**) qui est celle du (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol.

Tableau 8 : Données spectrales de RMN ¹³C de FPEAET2 comparées à celles de la (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (**63**)

Position	δ _C (m) (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (Kengap 2012)	δ _C (m) FPEAET2	δ _H (m; Jen Hz) (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (Kengap 2012)	δ _H (m; J FPEAET2en Hz)
2	83,5(d)	83,5(d)	5,13(d;11,4)	5,12(d ; 11,6)
3	72,3(d)	72,3(d)	4,70(d; 11,4)	4,69(d ; 11,6)
4	198,0(s)	198,0(s)	–	–
5	157,8(s)	157,9(s)	–	–
6	103,0(s)	102,7(s)	–	–
7	162,0(s)	162,1(s)	–	–
8	95,9(d)	95,9(d)	5,90 (s)	5,90 (s)
9	162,5(s)	162,6(s)	–	–
10	101,0(s)	101,0(s)	–	–
1'	128,1(s)	128,1(s)	–	–
2'	129,4(d)	129,4(d)	7,43(d; 8,6)	7,43(d; 8,6)
3'	115,1(d)	115,0(d)	6,91(d ; 8,7)	5,90 (s)
4'	157,9(s)	158,0(s)	–	–
5'	115,1(d)	115,0(d)	6,91(d ; 8,7)	5,90 (s)
6'	129,4(d)	129,4(d)	7,43(d; 8,6)	7,43(d; 8,61)
2''	78,2(s)	78,3(s)	–	–
3''	126,7(d)	126,7(d)	5,66(d ; 10,0)	5,66(d; 10,1)
4''	114,7(d)	114,7(d)	6,60(d ; 10,0)	6,60(d; 10,1)
7''	27,6(q)	27,6(q)	1,45(s)	1,44(s)
8''	27,6(q)	27,6(q)	1,45(s)	1,44(s)
OH-3	–	–	4,77(s)	4,77(s)
OH-5	–	–	12,04(s)	12,04(s)
OH-4'	–	–	8,55(s)	8,56(s)



63

Tableau 9 : données spectrales de RMN ^1H (300MHz Acetone- d_6) et RMN ^{13}C (75MHz Acetone- d_6) et des corrélations importantes ^2J , ^3J (HMBC) du (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol. (FPEAET2, 64)

Position	δ_{H} (m ; J en Hz)	δ_{C} (m)	HMBC (H-C)
2	5,12(1H ; d ; J=11,6)	83,5 d	72,3 ; 128,1 ; 198
3	4,69(1H ; d ; J=11,6)	72,3 d	83,5 ; 128,1
4	–	198 s	–
5	–	157,9 s	–
6	–	102,7 s	–
7	–	162,1 s	–
8	5,90 (1H;s)	95,9 d	101; 102,7; 162,1;162,6
9	–	162,6 s	–
10	–	101 s	–
1'	–	128,1 s	–
2'	7,43(1H;d;J=8,6)	129,4 d	–
3'	6,90(1H;d;J=8,6)	115,0 d	115; 128,1; 158
4'	–	158 s	–
5'	6,90(1H;d;J=8,6)	115 d	–
6'	7,43(1H;d;J=8,6)	129,4 d	83,5; 115; 129,4; 158
2''	–	78,3 s	–
3''	5,66(1H;d;J=10,1)	126,7 d	78,3; 102,7
4''	6,60(1H;d;J=10,1)	114,7 d	78,3; 102,7; 157,9; 162,1
7''	1,44(3H;s)	27,6 q	78,3; 126,7
8''	1,44(3H;s)	27,6 q	–
OH-3	4,77(1H;br s)	–	–
OH-5	12,04(1H ; br s)	–	–
OH-4'	8,56(1H ; br s)	–	–

II-2-2 Elucidation de la structure FPEAET1

Le composé FPEAET1 se présente sous forme de poudre jaune dans le mélange hexane/acétate d'éthyle (70/30). Il est soluble dans l'hexane et insoluble dans l'acétone. Il est visible à la radiation UV 365 nm et 254 nm. Il réagit positivement (couleur bleu) au test du chlorure ferrique FeCl_3 caractéristique des hydroxyles phénoliques et au test de shinoda (couleur rose) caractéristique des flavonoïdes.

Son spectre de masse haute résolution TOF EI montre le pic de l'ion moléculaire à m/z 352,0947 correspondant à la formule brute $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{O}_6$ (calc. 352,0980) renfermant 13 degrés d'insaturation.

Les spectres de RMN ^1H (Acetone- d_6 300MHz fig8, tableau 10) et de RMN ^{13}C (Acetone- d_6 75MHz fig 9, tableau 10), de FPEAET1 sont presque superposables à ceux du composé (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol. (FPEAET2, 63) les seules différences observées sont :

- l'absence des signaux du système AB de deux protons à δH 5,12 (1H ; d ; $J=11,6\text{Hz}$) et δH 4,69 (1H ; d ; $J=11,6\text{ Hz}$) sur le spectre de RMN ^1H de FPEAET1.

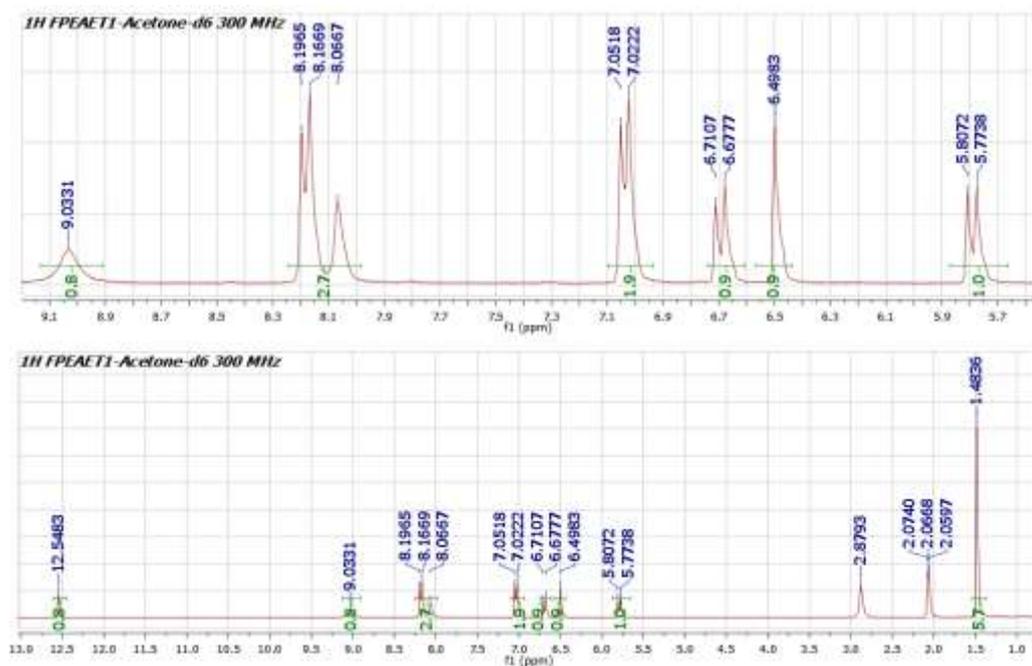


Figure 8 : Spectre de RMN ^1H (300MHz, Acetone- d_6) de FPEAET1

- La présence sur le spectre de RMN ^{13}C de FPEAET1 des signaux de deux carbones quaternaires oxygénés résonnant à δC 146,4 et 135,9 caractéristique respectivement des

carbones C-2 et C-3 des flavonols (Marbry et al. 1970) et qui remplacent les signaux des carbones résonnant à δ_C 83,5 et δ_C 72,3 observés sur les spectres de RMN ^{13}C et du DEPT 135 du(2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol. (FPEAET2,63).

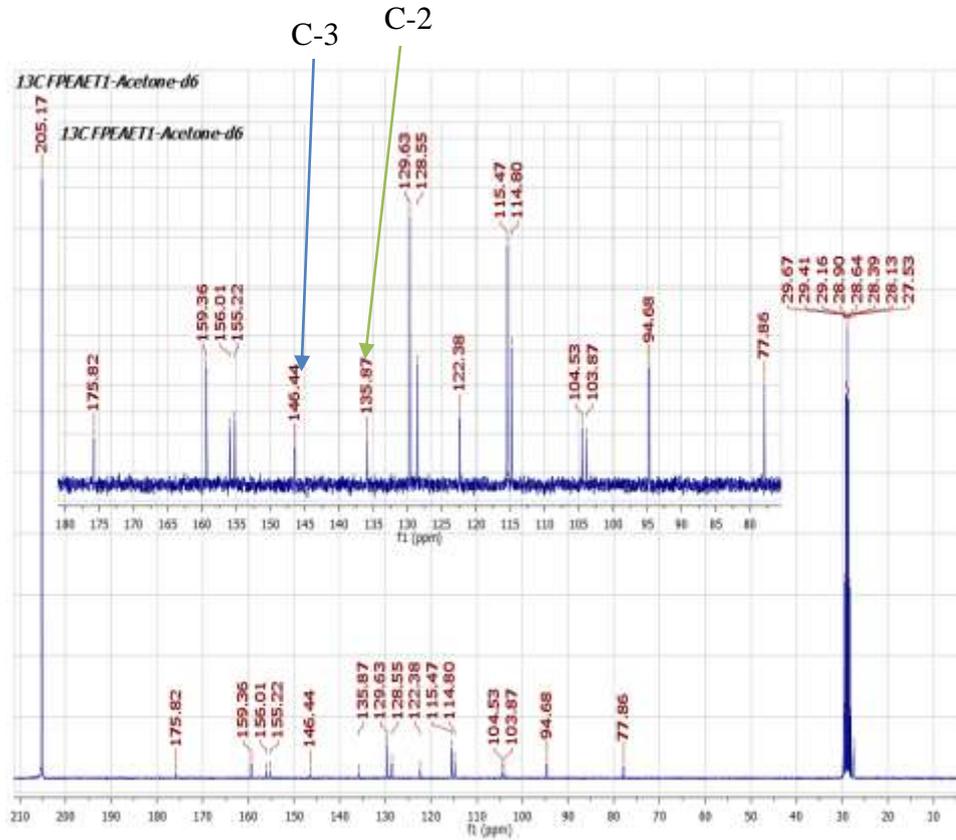


Figure 9 : Spectre RMN ^{13}C (75MHz, Acetone-d6) de FPEAET1

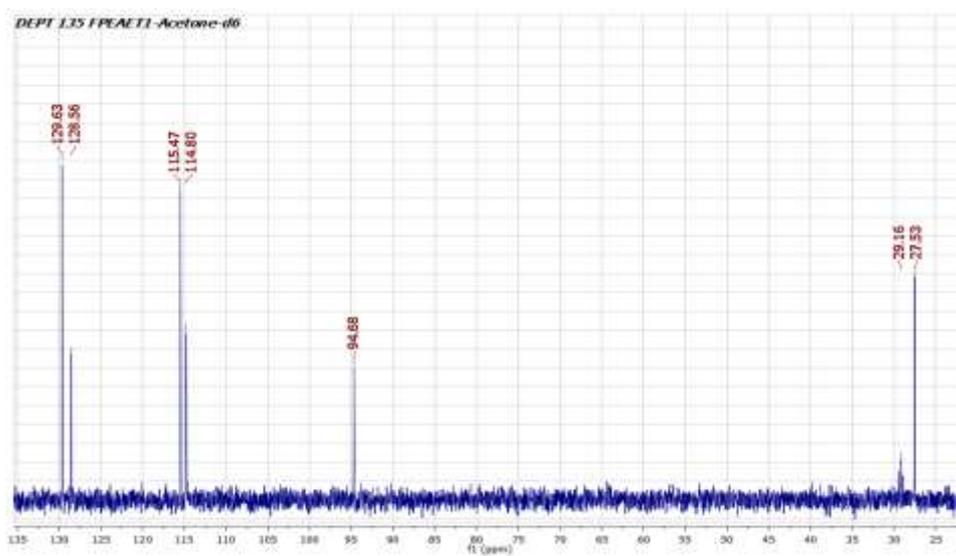
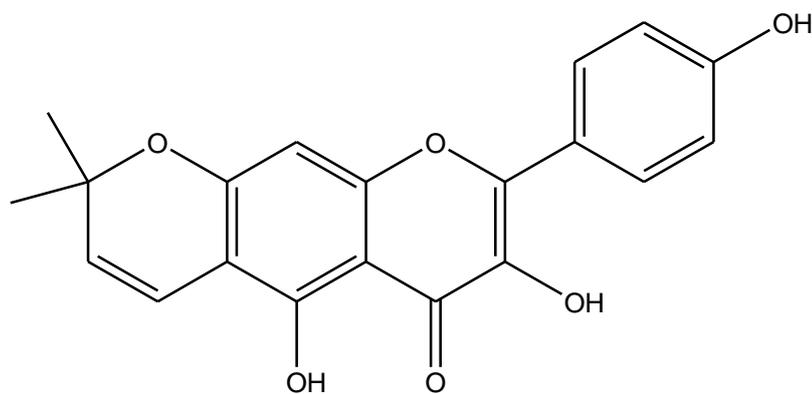


Figure 10 : Spectre DEPT 135 (75MHz, Acetone-d6) de FPEAET1

La comparaison des données spectrales de FPEAET1 avec celles de la littérature (Herz et Bruno 1987) permet d'identifier le composé FPE₁ au 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano[5'',6'' ;6,7] flavonol (**64**)



64

Tableau 10 : données spectrales de RMN ¹³C de FPEAET1 comparées à celles de la 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (**64**)

Position	δ_C (m) 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (Herz et Bruno, 1987)	δ_C (m) FPEAET1	δ_H (m; J en Hz) 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (Herz et Bruno, 1987)	δ_H (m; J en Hz) FPEAET1
2	146,4(s)	146,4(s)	–	–
3	135,9(s)	139,9(s)	–	–
4	175,8(s)	175,8(s)	–	–
5	155,2(s)	155,2(s)	–	–
6	104,5(s)	104,5(s)	–	–
7	156,0(s)	159,4(s)	–	–
8	94,7(d)	94,7(d)	6,45(s)	6,49(s)
9	159,4(s)	159,4(s)	–	–
10	103,9(s)	103,9(s)	–	–
1'	122,4(s)	122,4(s)	–	–
2'	129,6(d)	129,6(d)	8,17(d ; 8,9)	8,18(d ; 8,9)
3'	115,5(d)	115,5(d)	7,03(d ; 8,9)	7,03(d ; 8,9)
4'	157,9(s)	156(s)	–	–
5'	115,5(d)	115,5(d)	7,03(d ; 8,9)	7,03(d ; 8,9)
6'	129,6(d)	129,6(d)	8,18(d ; 8,9)	8,18(d ; 8,9)
2''	77,9(s)	77,9(s)	–	–
3''	128,5(d)	128,4(d)	5,78(d ; 10,02)	5,79(d ; 10,02)
4''	114,8(d)	114,8(d)	6,69(d ; 9,9)	6,69(d ; 9,9)
7''	27,6(q)	27,6(q)	1,48(s)	1,48(s)
8''	27,6(q)	27,6(q)	1,48(s)	1,48(s)
OH-3	–	–	9,04(s)	9,03(s)
OH-5	–	–	12,55(s)	12,54(s)
OH-4'	–	–	8,06(s)	8,06(s)

II-3 INTERET PEDAGOGIQUE

L'étude phytochimique que nous avons entreprise sur les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* a conduit à l'isolement et à la purification de 4 composés indexés FPEAET1, FPEAET2, FPEAET3, FPEAET4.

Durant cette phase de laboratoire nous avons identifiés deux flavonoïdes la (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2",2"-diméthylpyrano [5",6" : 6,7] dihydroflavonol et la 5,4'-dihydroxy-2",2"diméthylpyrano [5",6" ; 6,7] flavonol, contenant des groupements alcool, Ceci peut faire l'objet d'étude sur les alcools et la nomenclature également.

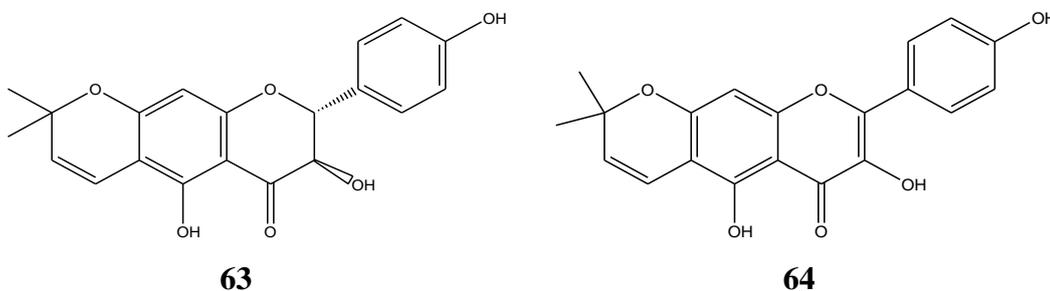
Les techniques de laboratoire (chauffage, extraction, filtration, distillation, chromatographie, refroidissement, séchage) apprises pour la rédaction de notre mémoire seront mises à profit pendant les séances de travaux pratiques, de même que les règles de sécurité dans un laboratoire.

Par ailleurs, ce mémoire nous a permis d'avoir une connaissance avancé dans la maîtrise de l'outil informatique et de la recherche de l'information qui sont des qualités indispensable pour les futurs enseignants. En tant qu'éducateur, nous devons montrer aux apprenants l'utilité de l'outil informatique qui leurs permettra de faire des recherches.

Les travaux de mémoire sont d'une importance capitale dans la formation des élèves professeurs à l'école normale supérieure. Il est donc souhaitable que tous les étudiants du département de chimie, même ceux de troisième année rédigent un mémoire de fin de formation.

Le présent travail a porté sur l'étude chimique des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*. Cette plante largement utilisée en médecine traditionnelle Africaine dans le traitement de plusieurs infections, a été choisie sur la base des données chimiotaxonomiques et ethnopharmacologiques.

Au terme de notre investigation, nous avons isolé et purifié au moyen de diverses méthodes chromatographique (CC, CCM, chromatographie préparative et chromatographie flash) 4 métabolites secondaires. Deux de ces composés (FPEAET1 et FPEAET2) ont été identifiés et appartiennent à la classe des flavonoïdes : la (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (**63**) et la 5,4'-dihydroxy-2'',2''-diméthylpyrano [5'',6'' : 6,7] flavonol (**64**).



Les composés isolés ont été identifiés au moyen des techniques physicochimiques et spectroscopiques, incluant la spectrométrie de masse (MS) et la spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (RMN) à une et à deux dimensions (RMN ¹H, RMN ¹³C, DEPT 135, HMQC, HMBC, COSY).

Au vu des résultats obtenus, nous estimons que nos objectifs ont été atteints.

Nous nous proposons dans le futur d'identifier les deux autres composés.

III-1- APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETAL

III-1-1- Appareillage

Les masses des matériels, extraits et produits sont prises sur balance électronique WERKER, type 242.

Les spectres de masse en impact électronique sont enregistrés sur un spectromètre de marque FINNIGAN. MAT 95 (70 eV).

Les spectres de RMN sont enregistrés sur un spectromètre BRÜKER avance 300 MHz

L'évaporation s'est faite sur un évaporateur rotatif de type BUCHI.

L'isolement et la purification des composés ont été faits par chromatographie. Nous avons effectué des chromatographies flash sous vide, sur colonne ouverte de gel de silice, des chromatographies préparatives et sur couches minces. Le gel de silice de granulométrie 0,063-0,200µm a été utilisé comme phase stationnaire. Les dimensions des colonnes ont été choisies en fonction de la quantité d'extrait à séparer. Les différents éluant utilisés ont été adaptés aux phases stationnaires en fonction de la polarité des composés à séparer.

Les chromatographies analytiques sur couche minces ont été réalisées sur des plaques de gel de silice sur feuilles d'aluminium de 0,2mm d'épaisseur.

Les plaques CCM ont été révélées, soit par utilisation de la lumière ultraviolette (254 et 365 nm) de marque VL-6. LC 24 watt, soit après pulvérisation à l'aide d'une solution d'acide sulfurique diluée à 10% suivi du chauffage à l'étuve.

III-2 Matériel végétal

Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* ont été récoltées en Avril 2015 à Yagoua (Département du Mayo Danay) dans la région de l'Extrême Nord du Cameroun. Des échantillons ont été déposés à l'herbier national du Cameroun sous le numéro 36705/HNC

III-3 Extraction

Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* ont été découpées, séchées et broyées pour donner 5,27 kg de poudre d'écorces du tronc. Cette poudre a été extraite par macération au MeOH à température ambiante pendant 48 h. Après filtration la solution résultante a été

concentrée sous évaporateur rotatif pour conduire à 520 g d'extrait de couleur marron des écorces du tronc.

III-4 Isolement des métabolites secondaires

III-4-1 Isolement et purification des métabolites des écorces du tronc de *Ficus Platyphylla*.

300 g de l'extrait au MeOH des écorces du tronc a subi une solubilisation différentielle à l'acétate d'éthyle pour conduire à une fraction de 118,4 g. 50 g de cette fraction a été soumise à une chromatographie flash sur gel de silice éluée à l'aide d'un mélange de solvants constitué d'hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante. Ce qui a permis d'obtenir 8 fractions à savoir : (A, B, C, D, E, F, G, H)

Tableau : 11 Chromatogramme de l'extrait à l'acétate d'éthyle des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*.

Eluant	Fractions	Observations
Hexane pur	1-3 (A)	Trainée
Hex-AE 5%	4-6 (B)	Trainée
Hex-AE 10%	7-9 (C)	Plusieurs taches
Hex-AE 20%	10-12 (D)	Plusieurs taches
Hex-AE 30%	13-15 (E)	Plusieurs taches
Hex-AE 50%	16-18 (F)	Plusieurs taches
Hex-AE 75%	19-21 (G)	Trainée
AE 100%	22-24 (H)	Trainée

Les fractions C, D, E, F ont été regroupées sur la base de la CCM analytique puis soumises à une chromatographie sur colonne de gel de silice de granulométrie (0,063-0,200) et éluée avec le mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, comme le montre le tableau ci-dessous :

Tableau 12 : Chromatogramme des fractions C, D, E, F issus du flash de l'extrait à l'acétate d'éthyle des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*.

Eluant	Fractions	Observations
Hexane pur	1-10	Trainée
Hex-AE 10%	11-22	Flacon 6 et 7 contiennent un dépôt de poudre blanche qui se dissout dans le chlorure. Visible à l'UV 254nm.
Hex-AE 15%	23-33	Flacon 25 contient une poudre blanche sous forme de paillettes. Donne une tache visible à l'UV 365nm, est visible à l'acide sulfurique dilué à 10%
Hex-AE 25%	34-40	Flacon 38 contient une poudre jaune visible à l'UV 254 et 365nm et à l'acide sulfurique dilué à 10%
Hex-AE 30%	40-50	Flacon 45 et 46 contiennent une poudre jaune qui donne une tache visible à l'UV 254 et 365nm et à l'acide sulfurique dilué à 10%
Hex-AE 40%	51-60	Mélange de plusieurs produits
Hex-AE 45%	61-70	Trainée
Hex-AE 50%	71-80	Trainée
AE 100%	81	Trainée

- Obtention de FPEAET1

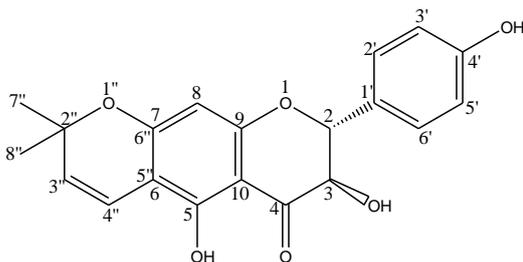
Les flacons 45 et 46 contiennent une poudre jaune dans le mélange hexane-acétate d'éthyle (70/30), soluble dans l'acétone. Après filtration et essorage nous avons obtenu 6mg du produit indexé FPEAET1

- Obtention de FPEAET2

Le contenu du flacon 38FPEAET2 se présente dans le mélange Hexane-acétate d'éthyle (75/25) sous forme de poudre jaune claire soluble dans l'acétone. Après lavage nous avons obtenu 2,3mg de composé pur.

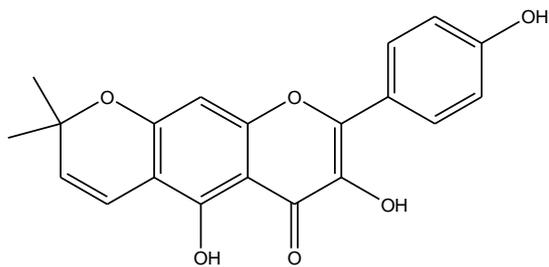
III-5 Caractéristiques physico-chimiques des composés isolés

- FPEAET2 ou (2R, 3R)-5,4'-dihydroxy-2'',2''-dimethylpyrano [5'',6'' : 6,7] dihydroflavonol (63).



- Formule brute: C₂₀H₁₈O₆
- Aspect physique : poudre jaune claire
- Spectre UV λ_{max}nm : 254 et 365
- Spectres de RMN ¹H (300MHz, Acétone-d₆) et RMN ¹³C (75MHz, Acétone-d₆) : voir tableau 9, page 43
- Test de Shinoda : couleur rose
- Test au chlorure ferrique : couleur bleue

- FPEAET1 ou 5,4'-dihydroxy-2",2"-diméthylpyrano [5",6" ; 6,7] flavonol (64)



- Formule brute: $C_{20}H_{16}O_6$
- Aspect physique : poudre jaune
- Spectre UV $\lambda_{max}nm$: 254 et 365
- Spectres de RMN 1H (300MHz, Acétone-d6) et RMN ^{13}C (75MHz, Acétone-d6) : voir tableau **10**, page 47
- Test de Shinoda : couleur rose
- Test au chlorure ferrique : couleur bleue

FPEAET3

- Aspect physique : poudre blanche
- Spectre UV $\lambda_{max}nm$: 254 et 365

FPEAET4

- Aspect physique : poudre blanche
- Spectre UV $\lambda_{max}nm$: 254 et 365

III-6- Tests caractéristiques des composés isolés

III-6-1- Test au chlorure ferrique

A une solution méthanolique de produit, ajouter quelques gouttes d'une solution de chlorure ferrique. La présence des phénols se manifeste par un changement de coloration suite à la formation d'un ion complexe $[\text{Fe}(\text{ArO})_6]^{3-}$ de couleur violette ou bleue (N'guessan et al. 2009)

III-6-2- Test de Shinoda

A une solution alcoolique du produit à analyser, on ajoute quelques gouttes d'acide chlorhydrique concentré et quelques copeaux de magnésium. La présence des flavonoïdes se manifeste par une effervescence suivie d'un changement de couleur de la solution qui devient rose ou pourpre.

Agrawal P. K. **1992** NMR spectroscopy in the structural elucidation of oligosaccharides and glycosides. *Phytochemistry***31**, 3307-3330.

Arbonnier M. **1974** "Arbres, arbustes et lianes des zones sèches d'Afrique de l'Ouest" Ed. Muséum national d'histoire naturelle, 411.

Aubreville A. **1954** "Flore frontière Soudano-Guinéenne", Ed. Sociétés d'édition géographique, maritime et coloniale, Paris 17^e 332-342.

Aubreville A. **1964** "Flore du Cameroun Moraceae 28", Ed. Muséum national d'histoire naturelle, Paris 5^e. 4, 13, 114, 204, 206.

Audu J.A. **1989** "Medicinal herbs and their uses in Bauchi State". The Nigeria Field 54 (part 3-4), 157-169.

Baumann J., Von Bruchhausen F., Wurm G. **1990** Flavonoids and related compounds as inhibitors of arachidonic acid peroxidation. *Prostaglandins***20**, 627-639.

Beat B., Clemens A. J., Erdelmeier A.D., Wright T.R., Otto S. **1990** An antimicrobial alkaloid from *Ficus septica***29** (10), 327-330.

Berhaut J. **1979** Flore illustrée du Sénégal, Ed. Imprimerie Maison neuve S. A. France Tome VI. 403-469.

Boiteau P., Pasick B., Ratsimanaga A.R. **1964** "Les Terpenoïdes en physiologie animale et végétale". Gautier Villards 55 quai des grands Augustin. Paris, 80-85.

Bruneton J. **1993** "Pharmacognosie, phytochimie et plantes médicinales". 2^e Edition, technique documentation Lavoisier, Ed Paris. 625-642, 816-822.

Chippaux J.P. **2002** "Venins de serpents et envenimations" IRD Ed; France **2**, 38.

Connolly J. D., Hill R.A. **1991** "Terpenoids in methods in plant biochemistry". *Triterpenoids*. Elsevier **7**, 241-244.

Diaz M. G., Arruda A. C., Arruda M.S.P. and Muller A.H. **1997** Methoxyflavones from *Ficus maxima*. *Phytochemistry***45** (8), 1697-1699.

Dutta A.C. **1991** Botanic for degree students 5th Edition Calculate Oxford university press. 697

Gabrielska J., Oszmianski J., Zylka R., Komorowska R. **1997** Antioxidant activity flavones from *Scutellaria baicalensis* in lecithin liposomes. *Zeitschrift für Naturforschung* **52c**: 817-823.

Gibernau M., Buser H.R., Frey J.E., Hossaert-McKey M. **1997** Volatile compounds from extracts of figs of *Ficus carica*. *Phytochemistry* **45** (8), 241-244.

Herz W., Bruno M. **1987** Flavonoids inositol esters and pentalactone homologues from *Marshallia tenuifolia*. *Phytochemistry* **26**, 1175-1180.

<http://fr.wikipedia.org/wiki/moraceae> consulté le 12 octobre 2015 à 15h.

<http://benaz.1.e-monsite.com/blog/description-et-utilisation-de-Ficus-platyphylla-del-moraceae-dicotyledones.html>

Johns S. R., Russel J. H., Hefferman M. L. **1965** Ficine, A novel flavonoidal alkaloid from *Ficus pantoniana*. *Tetrahedron letter* **24**, 1987-1991.

Kaneda N., Pezzuto J. M., Soejarto D. D., Kinhom A. D., Reutrakul A. D. **1991** New cytotoxic flavonoids from *Muntingia calabura*. *Journal of Natural Products* **54**, 196-206.

Kengap T.R. **2012** Terpenoïdes et flavonoïdes à activités hépatomotrice, antioxydante et antimicrobienne de *Ficus cordata* Thunberg et *Ficus conraui* Warburg (*Moraceae*). Thèse de Doctorat/PhD en Chimie Organique, Faculté des Sciences, Université de Yaoundé I Cameroun. 91-105.

Kerharo J. **1974** "la pharmacopée Sénégalaise traditionnelle, plantes médicinales et toxiques" Ed. Vigot-frère Paris. 587-594.

Kitajima J., Kimizuka K. and Tanaka Y. **1998** New stérols and triterpenoïdes of *Ficus pumila* fruit. *Chem. Pharm. Bull.* **46**, 1401-1411

Kitaoka M., Kadokawa H., Sugano M., Ichikawa K., Taki M., Takaishi S., Iijima Y., Tsutsumi S., Boribon M., Akiyama T. **1998** Prenylflavonoïdes: A new class of non-steroidal phytoestrogen (part I). Isolation of 8-isopentenyl naringin and an initial study on its structure-activity-relationship. *Plantamedica* **64**, 511-515.

Kuete V., Nana F., Ngameni B., Maveng A. T., Keumedjio F., Ngadjui B. T. **2009** Antimicrobial activity of the crude extract, fractions and compound from stem bark of *Ficus ovate* (*Moraceae*). *Journal of Ethnopharmacology* **124**, 556-561.

Kuete V., Ngameni B., Simo C. C. F., Kengap R. T., Ngadjui B. T., Meyer J. J. M., Lall N., Kuate J. R. **2008** Antimicrobial activity of the crude extract, fractions and compound from *Ficus* *shlamydocarpa* and *Ficus* *cordata* (Moraceae). *Journal of Ethnopharmacology***120**, 17-24.

Lee C. K., Lu C. K., Kuo Y. H., Chen J. Z., Sun G. Z. **2004** New prenylated flavones from the roots of *Ficus* *beecheana* *Journal of the Chinese chemical society***51**, 437-441.

Senghor L. S. **1979** 'Flore illustrée du Sénégal, Tome VI, 257, Dakar.

Li S.Y., The B.S., Seow W.K., Thong Y.H. **1990** Effects of the plant flavonoids baobuoside-1 on cancer cells line in vitro. *Cancers letters***53**, 175-185.

Mabry T. J., Markham K. R., Thomas M. B. **1970** "The Systematic Identification of Flavonoids" Springer Verlag, Berlin-New-York. 77-121.

Markham K. R. **1982** "Techniques of flavonoids identification". Academic Press, London-New-York. 39-88.

N'guessan K., Kadja B., Zirihi G. N., Traoré D., Aké-Ass L. **2009** Screening phytochimique de quelques plantes médicinales ivoiriennes utilisées en pays Krobo (Agboville, Côte-d'Ivoire). *Sciences and nature***6**, 1-15.

Oien H. G., Ham E. A., Zanetti E., Ulm E. H., Kuehl F. A. J. **1976** A 15-hydroxyprostaglandin dehydrogenase specific for prostaglandin A in rabbit kidney. *Proceedings of the National Academy of Science USA***73**, 1107-1111.

Parantainen J., Vapaatalo H. **1983** Prostaglandins and migraine. *Trends pharmacology of Science***4**, 379-381.

Patocka J. **2003** Biologically active pentacyclitriterpènes and their current medicine signification. *Journal of applied Biomédecine***1**, 7-12.

Privette L. M., Weier J. F., Nguyen H. N., Yu X., Petty E. M. **2008** Absence or low function of CHFR general in breast cells sets stage for anormal cell division and cancer. *Neoplasia***10**, 643-652.

Sackeyfio A. C., Lugeleka O. M. S. **1986** The anti-inflammatory effect of a crude extracts of the root bark of *Ficus* *elastic* in the rat. *International Archieve of the Pharmacodynamy and Therapia***281**, 169-176.

Sandjo L.P. **2009** Sphingolipides, Triterpenoides et autres métabolites secondaires des espèces sauvage et cultivée de *Triumfetta cordifolia* A. Rich. (Tiliaceae); Transformations chimiques et évaluation biologique de quelques composés isolés. Thèse de Doctorat/PhD en Chimie Organique, Faculté des Sciences, Université de Yaoundé I Cameroun. 114-151.

Schijlen E. G. W. M., Ric de Vos C. H., Van Tunen A. J., Bovy A. G. **2004** Modification of flavonoid biosynthesis in crop plants. *Phytochemistry* **65**, 2631-2648.

Tabopda K.T. **2003**. Caractérisation et activités biologiques des composés de *Piper umbellatum* (Piperaceae), *Terminalia superba* (Combretaceae) et *Elephantopus mollis* (Asteraceae). Thèse de Doctorat troisième cycle en Chimie Organique, Université de Yaoundé I, Cameroun. 94-122.

Tan R.X., Zhou W.X. **2001** Endophytes: a rich source of functional metabolites. *Natural Products Reports* 448-459.

Tene M. **1999** Contribution à l'étude phytochimique de quelques plantes antiparasitiques de la pharmacopée Camerounaise: *Cylicodiscus gabunensis*; *Myrica arborea* et *Hellastipulosa*. Thèse de Doctorat troisième cycle en Chimie Organique, Université de Yaoundé I – Cameroun. 8-12.

Wakeel O. K., Aziba P. I., Ashorobi R. B., Umukoro S., Aderibigbe A. O. and Awe E. O. **2004** Neuropharmacological activities of *Ficus platyphylla* stem bark in mice. *African Journal of Biomedical research* **7**, 75-78.

Walter W. B., Maria M. M., Bertina M., Nuno A.P. **2000** Plant Natural products active against snakebite, the molecular approach. *Phytochemistry* **55**, 463-682.

WHO **1996**. Guidelines for the assessment of herbal medicines. WHO expert committee on specification for pharmaceutical preparation. *Technical report series* **9**, 97-118.

Wilcox G., Wahlquist M. L., Burger H. G., Medley G. **1990** Oestrogenic effects of plant foods in menopausal women. *British Journal of Medicine* **301**, 905-906.

Williams C. A., Harborne J. B., Geiger H., Houtt J. R. S. **1999** The flavonoid of *Tamacetum parthenium* and *T. vulgare* and anti-inflammatory properties. *Phytochemistry* **52**, 417-423.

Yamamoto S., Yoshimoto T., Furukawa M., Horie F., Watanabe-Kohno S. **1984**Arachidonate 5-lipoxygenase and its new inhibitors. *Journal of Allergy and Clinical Immunology***74**, 349-352.

Yi-Ming C., Jang-Yang C., Ching-Chuan K., Chi-Yen C., Yueh-Hsiung K. **2005**Cytotoxic triterpenes from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Phytochemistry***66**, 495-501.