

UNIVERSITE DE YAOUNDE I  
UNIVERSITY OF YAOUNDE I

FACULTE DES SCIENCES  
FACULTY OF SCIENCE



DEPARTEMENT DE CHIMIE ORGANIQUE  
DEPARTMENT OF ORGANIC CHEMISTRY

LABORATOIRE DE CHIMIE DES SUBSTANCES NATURELLES  
LABORATORY OF NATURAL PRODUCTS CHEMISTRY

**Etude phytochimique de trois plantes médicinales du Cameroun à activités antimicrobiennes: *Ficus polita* Vahl, *Ficus exasperata* Vahl (Moraceae) et *Albizia ferruginea* (Guil. & Perr.) Benth. (Fabaceae), et quelques transformations chimiques sur l'acide bétulinique.**

*THÈSE*

Présentée et soutenue en vue de l'obtention du Doctorat/Ph.D

en Chimie Organique

Spécialité: Substances naturelles

par

**KAMGA Justin**

Matricule: 00Z126

DEA en Chimie Organique

Sous

La direction de

**NGADJUI TCHALEU Bonaventure**

Professeur

Année 2015



RÉPUBLIQUE DU CAMEROUN  
Paix - Travail - Patrie

UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I  
B.P. 337 Tél/Fax : 22 22 13 20  
E-Mail : [uyi@uycdc.uninet.cm](mailto:uyi@uycdc.uninet.cm)

DIRECTION DES AFFAIRES ACADEMIQUES  
ET DE LA COOPERATION

Division de l'Enseignement et des  
Personnels Enseignants

Service des Programmes et des Diplômes

N° \_\_\_\_\_ /UYI/VREPOTIC/DAAC/DEPE/SB



REPUBLIC OF CAMEROON  
Peace-Work-Fatherland

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

DEPARTMENT OF ACADEMIC AFFAIRS AND  
COOPERATION

P.O. Box 337 Tél/Fax : 22 22 13 20  
e-mail : [uyi@uycdc.ininet.cm](mailto:uyi@uycdc.ininet.cm)

Sub-Department of Teaching and Teaching Staff

Programme and Certification Service

Yaoundé, le 01<sup>er</sup> JUIN 2015

LE RECTEUR

A  
Monsieur le Doyen de la Faculté des  
Sciences  
A l'attention de Monsieur le  
Coordonnateur du CFRD/STG

**Objet : Autorisation de soutenance  
de thèse de Doctorat Ph./D.**

Monsieur Le Doyen,

Suite à votre correspondance relative à l'objet repris en marge,

J'ai l'honneur d'autoriser Monsieur **KAMGA Justin** matricule **00Z126** à soutenir sa thèse de Doctorat/Ph.D. intitulée : « **Etude phytochimique de trois plantes à activités antimicrobienne : Ficus pilota, Ficus exasperata (Moraceae) et Albizia ferrugina (Mimosoideae). Quelques transformations chimiques sur l'acide bétulinique** » au Département de Chimie Organique devant le jury composé ainsi qu'il suit:

**Président :** Augustin E. NKENGFAK, Pr., UYI ;  
**Rapporteur :** Bonaventure T. NGADJUI, Pr., UYI ;  
**Membres :** WANDJI Jean, Pr., UYI ;  
GHOGOMOU TIH Raphael, Pr., UYI ;  
PENLAP BENG Véronique, MC., UYI ;  
TENE Mathieu, MC., Université de Dschang.

Veuillez agréer, Monsieur le Doyen, l'expression de mes sentiments distingués.

Copie : CFRD/STG



Le Recteur de l'Université de Yaoundé I

Pr. Maurice Aurélien Tossou

REPUBLIQUE DU CAMEROUN  
*Paix-Travail-Patrie*

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

CENTRE DE RECHERCHE ET DE FORMATION  
DOCTORALES EN SCIENCES TECHNOLOGIQUES  
ET GEOSCIENCE

BP 812 Yaoundé  
Email : [crfd\\_stg@uy1.uninet.cm](mailto:crfd_stg@uy1.uninet.cm)  
[Secrétariat@uy1researchstg.cm](mailto:Secrétariat@uy1researchstg.cm)  
Site web : [www.uy1researchstg.cm](http://www.uy1researchstg.cm)



REPUBLIC OF CAMEROON  
*Peace-Work-Fatherland*

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

POSTGRADUATE SCHOOL OF  
SCIENCE, TECHNOLOGY AND  
GEOSCIENCES

P.O. Box 812 Yaoundé  
Email : [crfd\\_stg@uy1.uninet.cm](mailto:crfd_stg@uy1.uninet.cm)  
[Secrétariat@uy1researchstg.cm](mailto:Secrétariat@uy1researchstg.cm)  
Site web : [www.uy1researchstg.cm](http://www.uy1researchstg.cm)

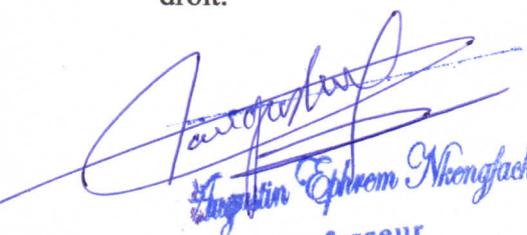
UNITE DE RECHERCHE DE FORMATION DOCTORALES EN CHIMIE  
ET APPLICATIONS  
DOCTORAL RESEARCH UNIT FOR CHEMISTRY AND APPLICATION

**ATTESTATION DE CORRECTION**

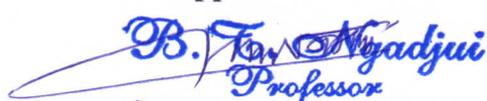
Je soussigné, **NKENGFAK E. Augustin**, professeur au Département de Chimie Organique de l'Université de Yaoundé I, et président du jury de soutenance de la thèse de Doctorat/Ph.D de **M. KAMGA Justin**, matricule **00Z126**, atteste que la dite thèse intitulée «Étude Phytochimique de trois Plantes Médicinale du Cameroun à Activités Antimicrobienne: *Ficus polita*, *Ficus exaspérata* (Moraceae) et *Albizia ferruginea* Guill. & Perr. (Fabaceae), et quelques transformations chimiques sur l'acide bétulinique» a effectivement été corrigée conformément aux remarques et suggestion faites par les membres du jury.

En foi de quoi, la présente attestation lui est délivrée pour servir et valoir ce que de droit.

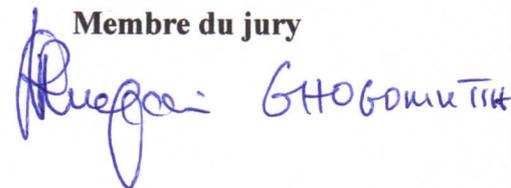
Fait à Yaoundé, le 24 JUN 2015

  
Professeur  
Président du jury

Rapporteur

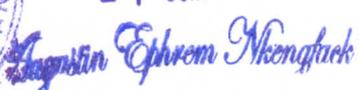
  
Professeur  
University of Yaounde I

Membre du jury

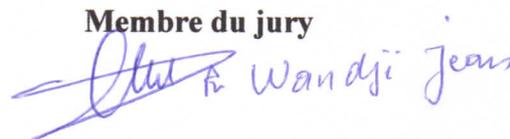


  
Chef de Département

24 JUN 2015

  
Professeur

Membre du jury





## LISTE PROTOCOLAIRE DES ENSEIGNANTS DE LA FACULTE DES SCIENCES

<b>UNIVERSITE DE YAOUNDE I</b> <b>FACULTE DES SCIENCES</b> Division de la Programmation et du Suivi des Activités Académiques		<b>THE UNIVERSITY OF YAOUNDE I</b> <b>FACULTY OF SCIENCE</b> Division of Programming and Follow-up of Academic Affairs
<b>LISTE DES ENSEIGNANTS PERMANENTS</b>	<b>LIST OF PERMENENT TEACHING STAFF</b>	

**ANNEE ACADEMIQUE 2014/2015**

*(Par Département et par Grade)*

**DATE D'ACTUALISATION: 10 Février 2015**

### ADMINISTRATION

**DOYEN : BILONG Paul, Professeur**

**VICE DOYEN / DPSAA : NJOPWOUO Daniel, Professeur**

**VICE DOYEN / DSSE : DONGO ETIENNE, Professeur**

**VICE DOYEN / DRC : ESSIMBI ZOBO Bernard, Professeur**

**Chef Division Affaires Académiques, Scolarité et Recherche : ABOSSOLO Monique,**  
 Chargée de Cours

**Chef Division Administrative et Financière : NDOYE FOE Marie C. F., Chargée de Cours**

<b>1- DEPARTEMENT DE BIOCHIMIE (BC) (41)</b>			
N°	NOMS ET PRENOMS	GRADE	OBSERVATIONS
1	AMVAM ZOLLO PAUL HENRY	Professeur	RECTEUR UN
2	MBACHAM Wilfried	Professeur	En poste
3	MOUNDIPA FEWOU PAUL	Professeur	<b>Chef de Département</b>
4	OBEN Julius ENYONG	Professeur	Cood. Du CRFD/STG
5	BENG née NINTCHOM PENLAP Véronique	Maître de Conférences	En poste
6	BOUDJEKO Thadée	Maître de Conférences	En poste
7	FEKAM BOYOM Fabrice	Maître de Conférences	En poste
8	FOKOU Elie	Maître de Conférences	En poste
9	KANSCI Germain	Maître de Conférences	En poste
10	MINKA Samuel	Maître de Conférences	En poste
11	NGUEFACK Julienne	Maître de Conférences	En poste
12	ACHU Merci BIH	Chargé de Cours	En poste
13	ATOGHO Barbara Mma	Chargée de Cours	En poste
14	BELINGA née NDOYE FOE Marie Florentine	Chargée de Cours	<b>Chef DAF / FS</b>
15	BIGOGA JUDE Daiga	Chargé de Cours	En poste
16	DEMMANO Gustave	Chargé de Cours	En poste
17	DJOKAM TAMO Rosine	Chargée de Cours	En poste
18	DJUIDJE NGOUNOUE Marcelline	Chargée de Cours	En poste
19	EFFA ONOMO Pierre	Chargé de Cours	En poste
20	EVEHE BEBANDOUÉ Marie-Solange	Chargée de Cours	En poste
21	EWANE CECILE Anne	Chargée de Cours	En poste
22	MOFOR née TEUGWA Clotilde	Chargée de Cours	IA4/ MINESUP
23	NGONDI Judith Laure	Chargée de Cours	En poste
24	NJAYOU Frédéric Nico	Chargé de Cours	En poste
25	Palmer MASUMBE NETONGO	Chargé de Cours	En poste
26	TCHANA KOUATCHOUA Angèle	Chargée de Cours	En Poste
27	WAKAM née NANA Louise	Chargée de Cours	En poste
28	AKINDEH MBUH NJI	Assistant	En poste
29	BEBBE FADIMATOU	Assistante	En poste

30	BEBOY EDZENGUELE Sara Nathalie	Assistante	En poste
31	DAKOLE DABOY Charles	Assistant	En poste
32	DJUIKWO NKONGA Ruth Viviane	Assistante	En poste
33	DONGMO LEKAGNE Joseph Blaise	Assistant	En poste
34	FONKOUA Martin	Assistant	En poste
35	KOTUE KAPTUE Charles	Assistant	En poste
36	LUNGA Paul KEILAH	Assistant	En poste
37	MANANGA Marlyse Josephine	Assistante	En poste
38	MBONG ANGIE MOUNGANDE Mary Ann	Assistante	En poste
39	MBOUCHE FANMOE Marcelline Joelle	Assistante	En poste
40	PECHANGOU NSANGOU Sylvain	Assistant	En poste
41	TIENTCHEU DJOKAM Leopold	Assistant	En poste
<b>2- DEPARTEMENT DE BIOLOGIE ET PHYSIOLOGIE ANIMALE (B.P.A) (45)</b>			
1	BILONG BILONG Charles Félix	Professeur	<b>Chef de Département</b>
2	DIMO Théophile	Professeur	En Poste
3	FOMENA Abraham	Professeur	En poste
4	KAMTCHOUING Pierre	Professeur	En Poste
5	MIMPFUNDI REMY	Professeur	En Poste
6	NGASSAM Pierre	Professeur	En Poste
7	NJIOKOU Flobert	Professeur	En Poste
8	NOLA Moïse	Professeur	En poste
9	TCHUEM TCHUENTE Louis	Professeur	<i>Coord. Progr. MINSANTE</i>
10	DJIETO Lordon Champlain	Maître de Conférences	En poste
11	DZEUFJET DJOMENI Paul Désiré	Maître de Conférences	En poste
12	ESSOMBA née NTSAMA MBALLA	Maître de Conférences	<i>Chef dépt. FMSB</i>
13	FOTO MENBOHAN Samuel	Maître de Conférences	<i>CT2 MIN. ENERGIE</i>
14	KAMGANG René	Maître de Conférences	<i>C.S. MINRESI</i>
15	NJAMEN Dieudonné	Maître de Conférences	En poste
16	TAN Paul	Maître de Conférences	En Poste
17	ZEBAZE TOGOUET Serge Hubert	Maître de Conférences	En poste
18	AJEAGAH Gidéon AGHAINDOUM	Chargé de Cours	En poste
19	ALENE Désirée Chantal	Chargée de Cours	En poste
20	BELLET EDIMO Oscar Roger	Chargé de Cours	En poste
21	BILANDA Danielle Claude	Chargé de Cours	En poste
22	DJIOGUE Sefirin	Chargé de Cours	En poste
23	GOUNOUE KAMKUMO Raceline Epse FOTSING	Chargée de Cours	En poste
24	JATSA MEGAPTCHE Hermine	Chargée de Cours	En poste
25	KEKEUNOU Sévilor	Chargé de Cours	En poste
26	LEKEUFACK FOLEFACK Guy Benoît	Chargé de Cours	En poste
27	MAHOB Raymond Joseph	Chargé de Cours	En poste
28	MEGNEKOU Rosette	Chargée de Cours	En poste
29	MONY NTONE Ruth	Chargée de Cours	En poste
30	NGUEGUIM TSOFAK Florence	Chargée de Cours	En poste
31	NGUEMBOCK	Chargé de Cours	En poste
32	TOMBI Jeannette ADU Zéphyrin	Chargé de Cours	En poste
33	ATSAMO ALBERT Donatien	Assistant	En poste
34	ETEME ENAMA Serge	Assistant	En poste
35	KANDELA KAVAYE Antoine	Assistant	En poste
36	KOGA MANG DOBARA	Assistant	En poste
37	MBENOUN MASSE Paul Serge	Assistant	En poste
38	MECHI DONFACK Mireille Flore	Assistante	En poste
39	MOUGANG NGAMENI Luciane Marlyse	Assistante	En poste
40	MVEYO NDANKEU Yves Patrick	Assistant	En poste
41	NGOUATEU KENFACK Omer BEBE	Assistant	En poste
42	NJUA Clarisse YAFI	Assistante	En poste
43	OBI OBEN Esther	Assistante	En poste

44	TADU Zéphirin	Assistant	En poste
45	YEDE	Assistant	En poste
<b>3- DEPARTEMENT DE BIOLOGIE ET PHYSIOLOGIE VEGETALE (B. P. V) (27)</b>			
1	YOUMBI Emmanuel	Professeur	<b>Chef de Dept.</b>
2	AMBANG Zachée	Maître de Conférences	<b>Vice-Doyen/FSE</b>
3	BELL Joseph Martin	Maître de Conférences	En poste
4	DJOCGOUE Pierre François	Maître de Conférences	En poste
5	KENGNE NOUMSI Ives Magloire	Maître de Conférences	En poste
6	MOSSEBO Dominique Claude	Maître de Conférences	En poste
7	NDONGO BEKOLO	Maître de Conférences	<i>CE/MINRESI</i>
8	ZAPFACK Louis	Maître de Conférences	En poste
9	ANGONI Hyacinthe	Chargé de Cours	En poste
10	BIYE Elvire Hortense	Chargée de Cours	En poste
11	MALA Armand William	Chargé de Cours	En poste
12	MBARGA BINDZI Marie Alain	Chargé de Cours	<i>Insp. académ. N°1 MINESUP</i>
13	MBOLO Marie	Chargée de Cours	En poste
14	NGODO MELINGUI Jean Baptiste	Chargé de Cours	En poste
15	NGONKEU MAGAPTCHE Eddy Leonard	Chargé de Cours	En poste
16	NGOUO Lucas Vincent	Chargé de Cours	En poste
17	NSOM ZAMO Annie Claude	Chargée de Cours	<i>Expert national./ UNESCO</i>
18	TONFACK Libert Brice	Chargé de Cours	En poste
19	TSOATA Esaïe	Chargé de Cours	En poste
20	DJEUANI Astride Carole	Assistante	En poste
21	GONMADGE Christine	Assistante	En poste
22	MAHBOU SOMO TOUKAM Gabriel	Assistant	En poste
23	MAFFO MAFFO Nicole Liliane	Assistante	En poste
24	NGALLE Hermine BILLE	Assistante	En poste
25	NNANGA MEBENGA Ruth Laure	Assistante	En poste
26	NOUKEU KOUOKAM Armelle	Assistante	En poste
27	ONANA Jean Michel	Assistant	En poste
<b>4- DEPARTEMENT DE CHIMIE INORGANIQUE (C.I.) (37)</b>			
1	KETCHA MBADCAM Joseph	Professeur	<b>Chef de Département</b>
2	NDIFON Peter TEKE	Professeur	<i>CT MINRESI</i>
3	NGAMENI Emmanuel	Professeur	<i>Doyen/UDs</i>
4	NJOPWOUO Daniel	Professeur	<b>Vice-Doyen / DPSAA</b>
5	AGWARA ONDOH Moïse	Maître de Conférences	<i>Insp Génér. MINPMEA</i>
6	AVOM Jérôme	Maître de Conférences	<i>Directeur au IAI Gabon</i>
7	BABALE née DJAM DOUDOU	Maître de Conférences	<i>Chargée mission P.R.</i>
8	DJOUFAC WOUMFO Emmanuel	Maître de Conférences	En poste
9	ELIMBI Antoine	Maître de Conférences	En poste
10	GHOGOMU Paul MINGO	Maître de Conférences	<i>Directeur Cabinet PM</i>
11	LAMINSI Samuel	Maître de Conférences	En poste
12	MELO née CHINJE Uphie F.	Maître de Conférences	<i>Directrice Mipromalo</i>
13	NANSEU Charles Péguy	Maître de Conférences	En poste
14	NDIKONTAR Maurice KOR	Maître de Conférences	<i>Vice-Doyen/UBda</i>
15	NENWA Justin	Maître de Conférences	En poste
16	NGOMO Horace MANGA	Maître de Conférences	<i>S.G. MINESUP</i>
17	YOUNANG Elie	Maître de Conférences	En poste
18	ACAYANKA Elie	Chargé de Cours	En poste
19	BAIZOUMI ZOUA	Chargé de Cours	<i>Chef Cellule MINTOUR</i>
20	CHEUMANI YONA Arnaud Maxime	Chargé de Cours	En poste
21	EMADACK Alphonse	Chargé de Cours	En poste

22	GWET Simon Pierre	Chargé de Cours	En poste
23	KAMGANG YOUBI Georges	Chargé de Cours	En poste
24	KEUMEGNE MBOUGUEM Jean claude	Chargé de Cours	En poste
25	KONG SAKEO	Chargée de Cours	<i>C. M. au P. M.</i>
26	NJIOMOU Chantale épouse DJANGANG	Chargée de Cours	En poste
27	NJOYA Dayirou	Chargé de Cours	En poste
28	NYAMEN Linda Dyorisse	Chargée de Cours	En poste
29	PABOUDAM GBAMBIE Awawou	Chargé de Cours	En poste
30	SIGNING Pierre	Chargé de Cours	En poste
31	TCHAKOUTE KOUAMO Hervé	Chargé de Cours	En poste
32	BELIBI BELIBI Placide Désiré	Assistant	En poste
33	KENNE DEDZO Gustave	Assistant	En poste
34	MBEY Jean Aimé	Assistant	En poste
35	NCHIMI NOMO Katia	Assistant	En poste
36	NDI Julius SAMI	Assistant	En poste
37	NDOSIRI Bridget NDOYE	Assistante	En poste
<b>5- DEPARTEMENT DE CHIMIE ORGANIQUE (C.O.) (3)</b>			
1	DONGO Etienne	Professeur	<i>Vice Doyen/DSSE</i>
2	GHOGOMU TIH Raphaël	Professeur	En poste
3	MBAFOR Joseph	Professeur	En poste
4	NGADJUI TCHALEU Bonaventure	Professeur	En poste
5	NGOUELA Silvère Augustin	Professeur	<i>Chef de dépt. Chimie/U. Ds</i>
6	NKENGFACK Augustin Ephraïm	Professeur	<b>Chef de Département</b>
7	NYASSE Barthélemy	Professeur	<i>V.R/UBda</i>
8	PEGNYEMB Dieudonné Emmanuel	Professeur	<i>Directeur MINESUP</i>
9	WANDJI Jean	Professeur	En poste
10	Alex de Théodore ATCHADE	Maître de Conférences	<i>Chef Service Rect. UYI</i>
11	FOLEFOC Gabriel NGOSONG	Maître de Conférences	<i>VD/UB</i>
12	KEUMEDJIO Felix	Maître de Conférences	En poste
13	KOUAM Jacques	Maître de Conférences	En poste
14	MBAZOA née DJAMA Céline	Maître de Conférences	En poste
15	NOUNGOUE TCHAMO Didérot	Maître de Conférences	En poste
16	TCHOUANKEU Jean-Claude	Maître de Conférences	<i>DAAC-UYI</i>
17	TIH née NGO BILONG E. Anastasie	Maître de Conférences	En poste
18	YANKEP Emmanuel	Maître de Conférences	En poste
19	AMBASSA Pantaleon	Chargé de Cours	En poste
20	EYONG Kenneth OBEN	Chargée de Cours	En poste
21	FOTSO WABO Ghislain	Chargé de Cours	En poste
22	KENMOGNE Marguerite	Chargée de Cours	En poste
23	MKOUNGA Pierre	Chargée de Cours	En poste
24	NGO MBING Josephine	Chargée de Cours	<i>Chef Celule. MINRESI</i>
25	NGONO BIKOBO Dominique Serge	Chargé de Cours	En poste
26	NOTE LOUGBOT Olivier Placide	Chargé de Cours	<i>C.E.As./ MINESUP</i>
27	OUAHOUE WACHE Blandine Marlyse	Chargée de Cours	En poste
28	TABOPDA KUATE Turibio	Chargé de Cours	En poste
29	TAGATSING FOTSING Maurice	Chargé de Cours	En poste
30	ZONDENGOUNBA Ernestine	Chargée de Cours	En poste
31	KAMTO Eutrophe Le Doux	Assistant	En poste
32	NGNINTEDO Dominique	Assistant	En poste
33	NGOMO Orléans	Assistante	En poste
<b>6- DEPARTEMENT D'INFORMATIQUE (IN) (28)</b>			
1	TCHUENTE Maurice	Professeur	<i>PCA UB</i>
2	ATSA ETOUNDI Roger	Maître de Conférences	<b>Chef de Département/Chef Div. MINFOPRA</b>

3	FOTSO Pauline Laure	Maître de Conférences	<i>Vice-Recteur UDs</i>
4	FOUDA NDJODO Marcel	Maître de Conférences	<i>IA1 MINESUP/ Chef Dpt ENS</i>
5	NDOUNDAM René	Maître de Conférences	En poste
6	CHEDOM FOTSO Donatien	Chargé de Cours	En poste
7	KOUOKAM KOUOKAM Etienne Appolin	Chargé de Cours	En poste
8	MELATAGIA YONTA Paulin	Chargé de Cours	En poste
9	MOTO PONG Serge Alain	Chargé de Cours	En poste
10	TINDO Gilbert	Chargé de Cours	En poste
11	TSOPZE Norbert	Chargé de Cours	En poste
12	WAKU KOUAMOU Jules	Chargé de Cours	En poste
13	ABESSOLO ALO'O Gislain	Assistant	En poste
14	AMINOU Halilou	Assistant	En poste
15	BAYEM Jacques Narcisse	Assistant	En poste
16	DJAM Xaviera Youth KIMBI	Assistante	En poste
17	DJOUWE MEFFEJA Merline	Assistante	En poste
18	DOMGA KONGUEM Rodrigue	Assistant	En poste
19	EBELE Serge	Assistant	En poste
20	HAMZA Adamou	Assistant	En poste
21	KAMDEM KENGNE Christiane	Assistante	En poste
22	KAMGUEU Patrick Olivier	Assistant	En poste
23	KENFACK DONGMO Clauvice Viliane	Assistante	En poste
24	MAKEMBE S. Fritz Oswald	Assistant	En poste
25	MEYEMDOU Nadège Sylvianne	Assistante	En poste
26	MONTHÉ DJIADEU Valéry Martial	Assistant	En poste
27	JIOMEKONG AZANZI Fidel	Assistant	En poste
28	TAPAMO KENFACK Hyppolite	Assistant	En poste
<b>7- DEPARTEMENT DE MATHÉMATIQUE (MA) (37)</b>			
1	BEKOLLE David	Professeur	<i>Vice-Recteur U N</i>
2	BITJONG NDOMBOL	Professeur	<i>DIPD UY II</i>
3	DOSSA COSSY Marcel	Professeur	En poste
4	NGUETSENG Gabriel	Professeur	<i>Chef des Stages IUT-Bois, UYI</i>
5	NOUTCHEGUEME Norbert	Professeur	En poste
6	EMVUDU WONO Yves S.	Maître de Conférences	<i>Chef Cellule MINESUP</i>
7	NKUIMI JUGNIA Célestin	Maître de Conférences	En poste
8	NOUNDJEU Pierre	Maître de Conférences	En poste
9	TCHAPNDA NJABO Sophonie Blaise	Maître de Conférences	En poste
10	TONGA Marcel	Maître de Conférences	En poste
11	WAMON François	Maître de Conférences	<b><i>Chef de Département.</i></b>
12	AGHOUKENG JIOFACK Jean Gerard	Chargé de Cours	En poste
13	AYISSI Raoult Domingo	Chargé de Cours	En poste
14	CHENDJOU Gilbert	Chargé de Cours	En poste
15	FOMEKONG Christophe	Chargé de Cours	En poste
16	KIANPI Maurice	Chargé de Cours	En poste
17	KIKI Maxime Armand	Chargé de Cours	En poste
18	MBAKOP Guy Merlin	Chargé de Cours	En poste
19	MBANG Joseph	Chargé de Cours	En poste
20	MBEHOU Mohamed	Chargé de Cours	En poste
21	MBELE BEDIMA Martin	Chargé de Cours	En poste
22	MBIANDA Gilbert	Chargé de Cours	En poste
23	MENGUE MENGUE David Joe	Chargé de Cours	En poste

24	NGUEFACK Bertrand	Chargé de Cours	En poste
25	NGUIMTSA Charles	Chargé de Cours	En poste
26	POLA DOUNDOU Emmanuel	Chargé de Cours	En poste
27	TAKAM SOH Patrice	Chargé de Cours	En poste
28	TCHANGANG Roger Duclos	Chargé de Cours	En poste
29	TCHOUNDJA Edgar Landry	Chargé de Cours	En poste
30	TIAYA TSAGUE N. Anne- Marie	Chargée de Cours	En poste
31	BOGSO Antoine M	Assistant	En poste
32	DJIADU NGAHA Michel	Assistant	En poste
33	DOUANLA YONTA Herman	Assistant	En poste
34	MBIAKOP Hilaire George	Assistant	En poste
35	NIMPA PEFOUNKEU Romain	Assistant	En poste
36	TANG AHANDA Barnabé	Assistant	<i>Chef Serv. MINPLAMAT</i>
37	TETSADJIO TCHILEPECK Mesmin Erick	Assistant	En poste

#### 8- DEPARTEMENT DE MICROBIOLOGIE (MB) (13)

1	ETOA François-Xavier	Professeur	<i>Chef de Département, CT/PM</i>
2	ESSIA NGANG Jean Justin	Maître de Conférences	<i>Chef Div. Recherche IMPM</i>
3	NWAGA Dieudonné M.	Maître de Conférences	En poste
4	BODA Maurice	Chargé de Cours	En poste
5	BOUGNOM Blaise Pascal	Chargé de Cours	En poste
6	BOYOMO ONANA	Chargé de Cours	En poste
7	ENO Anna Arey	Chargée de Cours	En poste
8	ESSONO OBOUGOU Germain Gabriel	Chargé de Cours	En poste
9	NYEGUE Maximilienne	Chargée de Cours	En poste
10	RIWOM Sara Honorine	Chargée de Cours	En poste
11	SADO KAMDEM Sylvain Leroy	Chargé de Cours	En poste
12	NJIKI BIKOÏ Jacky	Assistante	En poste
13	TCHIKOUA Roger	Assistant	En poste

#### 9- DEPARTEMENT DE PHYSIQUE (PH) (40)

1	ESSIMBI ZOBO Bernard	Professeur	<i>VD/DRC-FS-UYI</i>
2	KOFANE Timoléon Crépin	Professeur	<i>Chef de Département</i>
3	NDJAKA Jean Marie Bienvenu	Professeur	En poste
4	NJOMO Donatien	Professeur	En poste
5	TABOD Charles TABOD	Professeur	<i>Doyen/UBda</i>
6	WOAFO Paul	Professeur	En poste
7	BEN-BOLIE Germain Hubert	Maître de Conférences	En poste
8	EKOBENA FOUHA Henri Paul	Maître de Conférences	<i>Chef Div. UN</i>
9	NJANDJOCK NOUCK Philippe	Maître de Conférences	<i>Chef Serv. MINRESI</i>
10	NOUAYOU Robert	Maître de Conférences	En poste
11	OUMAROU BOUBA	Maître de Conférences	<i>Recteur UYII</i>
12	PEMHA Elkana	Maître de Conférences	En poste
13	TCHAWOUA Clément	Maître de Conférences	En poste
14	ZEKENG Serge Sylvain	Maître de Conférences	En poste
15	BIYA MOTTO Frédéric	Chargé de Cours	<i>Dir. Gén. B. MEKIM</i>
16	BODO Bernard	Chargé de Cours	En poste
17	DJUIDJE KENMOE Germaine épse ALOYEM KAZE	Chargée de Cours	En poste
18	EDONGUE HERVAIS	Chargé de Cours	En poste

19	EYEBE FOU DA Jean-Sire	Chargé de Cours	En poste
20	FEWO Serge Ibraïd	Chargé de Cours	En poste
21	FOUEDJIO David	Chargé de Cours	En poste
22	HONA Jacques	Chargé de Cours	En poste
23	MBANE BIOUELE	Chargé de Cours	En poste
24	MBONO SAMBA Yves Christian U.	Chargé de Cours	En poste
25	NANA NBENDJO Blaise	Chargé de Cours	En poste
26	NDOP Joseph	Chargé de Cours	En poste
27	OBONOU MARCEL	Chargé de Cours	En poste
28	SAIDOU	Chargé de Cours	En poste
29	SIEWE SIEWE Martin	Chargée de Cours	En poste
30	SIMO Elie	Chargée de Cours	En poste
31	TABI Conrad Bertrand	Chargée de Cours	En poste
32	TCHOFFO Fidèle	Chargé de Cours	En poste
33	VONDOU Derbetini Appolinaire	Chargé de Cours	En poste
34	WAKATA née BEYA Annie Sylvie	Chargée de Cours	<i>Chef Serv. MINESUP</i>
35	WOULACHE Rosalie Laure	Chargée de Cours	En poste
36	ABDOURAHIMI	Assistant	En poste
37	CHAMANI Roméo	Assistant	En poste
38	ENYEGUE A NYAM Francoise épouse BELINGA	Assistante	En poste
39	MBINACK Clément	Assistant	En poste
40	MBOUSSI NKOMIDIO Aïssatou	Assistante	En poste
<b>10- DEPARTEMENT DE SCIENCES DE LA TERRE (S.T.) (44)</b>			
1	BILONG PAUL	Professeur	<i>Doyen /Chef de Département</i>
2	BITOM Dieudonné Lucien	Professeur	<i>Doyen / UN</i>
3	NZENTI Jean-Paul	Professeur	En poste
4	FOUATEU Rose épouse YONGUE	Maître de Conférences	En poste
5	KAMGANG Pierre	Maître de Conférences	En poste
6	MEDJO EKO Robert	Maître de Conférences	<i>D.I.P.D. UYI</i>
7	MVONDO ONDOA Joseph	Maître de Conférences	En poste
8	NDAM NGOUPAYOU Jules-Remy	Maître de Conférences	En poste
9	NDJIGUI Paul-Désiré	Maître de Conférences	<i>Chef de service de maintenance/UYI</i>
10	NGOS III Simon	Maître de Conférences	<i>D.A.A.C. /UM</i>
11	NJILAH Isaac KONFOR	Maître de Conférences	En poste
12	NKOUMBOU Charles	Maître de Conférences	En poste
13	TEMDJIM Robert	Maître de Conférences	En poste
14	YENE ATANGANA Joseph Q.	Maître de Conférences	<i>Chef Div. MINFOF</i>
15	ABOSSOLO née ANGUE Monique	Chargée de Cours	Chef DAASR
16	BEKOA Etienne	Chargé de Cours	En poste
17	BISSO Dieudonné	Chargé de Cours	<i>Directeur Projet Barrage Memve'ele</i>
18	EKOMANE Emile	Chargé de Cours	<i>Chef Serv. MINMIDT</i>
19	ESSONO Jean	Chargé de Cours	<i>C.E.A MINMIDT</i>
20	GANNO Sylvestre	Chargé de Cours	En poste
21	GHO GOMU Richard TANWI	Chargé de Cours	En poste
22	LAMILLEN BILLA Daniel	Chargé de Cours	En poste
23	LIENOU Gaston	Chargé de Cours	En poste
24	MBIDA AYEM L.	Chargé de Cours	<i>C.S/ LABOGENIE</i>
25	MINYEM Dieudonné-Lucien	Chargé de Cours	En poste
26	MOUAFO Lucas	Chargé de Cours	En poste
27	MOUNDI Amidou	Chargé de Cours	<i>Inspecteur 1 MINMIDT</i>

28	NGO BELNOUN Rose Noël	Chargée de Cours	En poste
29	NGO BIDJECK Louise Marie		
30	NGUETCHOUA Gabriel	Chargé de Cours	En poste
31	NJOM Bernard de Lattre	Chargé de Cours	En poste
32	NYECK Bruno	Chargé de Cours	<i>S/Dir. MINMIDT</i>
33	ONANA Vincent	Chargé de Cours	En poste
34	TCHAKOUNTE Jacqueline ép. NOUMBEM	Chargée de Cours	<i>CEA MINRESI</i>
35	TCHOUANKOUE Jean-Pierre	Chargé de Cours	En poste
36	ZO'O ZAME Philémon	Chargé de Cours	<i>S. G. MINTP</i>
37	ANABA ONANA Achille Basile	Assistant	En poste
38	BINELI BETSI Thierry Olivier	Assistant	En poste
39	FUH Calixtus	Assistant	<i>S.E./MINIMDT</i>
40	METANG Victor	Assistant	En poste
41	NOMO NEGUE Emmanuel	Assistant	En poste
42	TCHAPTCHET TCHATO De Presquidoux	Assistant	En poste
43	TEHNA Natanael	Assistant	<i>C.S/ MINMIDT</i>
44	TEMGA Jean Pierre	Assistant	En poste

### Répartition chiffrée des enseignants permanents par Département (10 Février 2015)

Département	Nombre d'enseignants				
	Pr	MC	CC	ASS	TOTAL
<b>BC</b>	4 (0)	7 (2)	16 (10)	14 (6)	<b>41 (18)</b>
<b>BPA</b>	9 (0)	8 (0)	15 (7)	13 (5)	<b>45 (12)</b>
<b>BPV</b>	1 (0)	7 (0)	11 (3)	8 (6)	<b>27 (9)</b>
<b>C.I.</b>	3 (0)	13 (2)	14 (3)	6 (2)	<b>37 (7)</b>
<b>C.O.</b>	9 (0)	9 (1)	12 (6)	3 (0)	<b>33 (7)</b>
<b>IN</b>	1 (0)	4 (1)	7 (0)	16 (5)	<b>28 (6)</b>
<b>MA</b>	5 (0)	6 (0)	19 (1)	7 (1)	<b>37 (2)</b>
<b>MB</b>	1(0)	2 (0)	7 (3)	3 (0)	<b>13 (3)</b>
<b>PH</b>	6 (0)	8 (0)	21 (3)	5 (2)	<b>40 (5)</b>
<b>ST</b>	3 (0)	11 (1)	22 (3)	7 (0)	<b>44 (5)</b>
<b>TOTAL</b>	<b>43 (0)</b>	<b>76 (8)</b>	<b>144 (40)</b>	<b>82 (27)</b>	<b>346 (75)</b>

Soit un total de : 345 (74) dont :

- Professeurs 43 (0)
- Maîtres de Conférences 75 (7)
- Chargés de Cours 144 (40)
- Assistants 82 (27)

- ( ) = Nombre de femmes.

Le Doyen de la Faculté des Sciences

Pr. Paul BILONG

## **DEDICACES**

Je dédie affectueusement ce travail à:

Mon regretté père, Yomgne Pierre.

## REMERCIEMENTS

J'adresse toute ma profonde gratitude au Professeur B. T. NGADJUI qui a dirigé cette thèse de bout en bout, et qui n'a cessé de m'encourager dans les moments difficiles.

J'adresse toute ma profonde gratitude au Professeur S. KIRMIZIGÜL et au Docteur N. B. SARIKAHYA qui m'ont accueilli dans leur équipe de recherche en Turquie dans le cadre de la bourse TÜBITAK. Qu'elles trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude. Qu'elles soient assurées de mon profond respect et de ma vive reconnaissance pour m'avoir fait bénéficier de leurs expériences et de leurs rigueurs scientifiques et professionnelles.

Au Professeur A. E. NKENGFACK, Chef de Département de Chimie Organique de la Faculté des Sciences pour les efforts qu'il consent à la bonne marche du Département et pour ses incessants encouragements.

A tous les membres du jury qui malgré leurs occupations, ont accepté de juger ce travail.

Ma profonde reconnaissance va à Monsieur A. TZUDIE pour le soutien moral et financier.

Mes remerciements vont aussi à l'endroit de ma chère maman MOKAM Séraphine qui n'a jamais cessé de me témoigner son amour et m'apporter ses précieux conseils.

Je remercie très chaleureusement ma tendre épouse Mme KAMGA née FEZEU MOTA M. Fezette et mon fils KAMGA WABO A. Mathys pour toute l'affection et pour les soutiens multiples.

Je remercie également le *Centre for International Co-operation in Science (CICS)* à travers la *Research Training Fellowship for Developing Country Scientists (RTFDCS)* et *The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TÜBITAK)* pour avoir respectivement financé mes séjours en Inde et en Turquie.

Je remercie également l'Honorable KOUINCHE Albert à travers le subside octroyé aux Doctorants dans le *Programme d'Assistance aux Doctorants (PAD-2015)* du département du Koung-Khi.

J'exprime ma profonde gratitude à tous les Enseignants du Département de Chimie Organique de l'Université de Yaoundé I pour leur encadrement sans fin.

Une grande reconnaissance va au Professeur B. NGAMENI et aux Docteurs L. P SANDJO., P. AMBASSA, T. TABOPDA, K. I. SIMO, G. W. FOTSO, T. R. KENGAP, F. C. SIMO et K. P. AWOUSSONG pour les multiples discussions enrichissantes que nous avons menées dans le cadre de la recherche.

J'exprime également ma reconnaissance à tous les étudiants de l'équipe de recherche du Professeur B. T. NGADJUI pour leur esprit d'équipe et les discussions constructives dans le domaine de la recherche.

Je témoigne ma gratitude à tous mes camarades du Département de Chimie Organique de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé I pour toutes les discussions constructives.

Pour leur soutien permanent et sans faille, je tiens à remercier de tout cœur mes frères, mes sœurs, ma belle-famille ainsi que tous les membres de ma famille.

Je tiens à remercier Monsieur V. NANA pour sa disponibilité et la sympathie qu'il a toujours exprimée lors de la récolte de mes différents échantillons pour la recherche.

J'exprime toute ma gratitude à tous(tes) mes amis(es) et tous ceux qui, de près ou de loin, matériellement ou moralement ont consentis leurs efforts nécessaires à l'aboutissement de ce travail.

# SOMMAIRE

<b>LISTE PROTOCOLAIRE DES ENSEIGNANTS DE LA FACULTE DES SCIENCES..</b>	<b>i</b>
<b>DEDICACES .....</b>	<b>ix</b>
<b>REMERCIEMENTS.....</b>	<b>x</b>
<b>SOMMAIRE .....</b>	<b>xii</b>
<b>LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES .....</b>	<b>xiv</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX .....</b>	<b>xvi</b>
<b>LISTE DES SCHEMAS.....</b>	<b>xviii</b>
<b>LISTE DES FIGURES.....</b>	<b>xix</b>
<b>RESUME.....</b>	<b>xxii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xxiv</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I .....</b>	<b>3</b>
<b>REVUE DE LA LITTERATURE.....</b>	<b>3</b>
<b>I.1 APERÇU BOTANIQUE, ETHNOBOTANIQUE ET QUELQUES USAGES DE <i>F. POLITA</i>; <i>F. EXASPERATA</i> ET <i>A. FERRUGINEA</i> .....</b>	<b>4</b>
I.1.1- GENERALITES SUR LES PLANTES DE LA FAMILLE DES MORACEAE .....	4
I.1.2 APERÇU BOTANIQUE ET ETHNOBOTANIQUE SUR LES ESPÈCES DU GENRE <i>FICUS</i> .....	4
I.1.3 APERCU BOTANIQUE ET ETHNOBOTANIQUE DES ESPECES DU GENRE <i>ALBIZIA</i> .....	14
<b>I.2 TRAVAUX CHIMIQUES ANTERIEURS SUR LES ESPECES DES GENRES <i>FICUS</i> ET <i>ALBIZIA</i> .....</b>	<b>19</b>
I.2.1 LES ALCALOÏDES .....	19
I.2.2 LES FLAVONOÏDES .....	21
I.2.3 LES STEROÏDES .....	23
I.2.4 LES TOCOPHEROÏDES .....	25
I.2.5 LES COUMARINES.....	26
I.2.6 LES TRITERPENES.....	28
I.2.7 LES CÉRAMIDES ET LES CÉRÉBROSIDES.....	34
I.2.7.3 Biosynthèse des céramides. ....	36
I.2.8 LES SAPONINES .....	39
<b>CHAPITRE II.....</b>	<b>45</b>
<b>RESULTATS ET DISCUSSION .....</b>	<b>45</b>
<b>II.1 ETUDE PHYTOCHIMIQUE .....</b>	<b>46</b>
II.1.1 MATERIEL VEGETAL .....	46
II.1.2 EXTRACTION ET SEPARATION DES METABOLITES SECONDAIRES .....	46
II.1.3 CARACTERISATION DES COMPOSES ISOLES DES TROIS PLANTES .....	56
<b>II.2 TRANSFORMATIONS CHIMIQUES .....</b>	<b>137</b>
II.2.1 Réaction de benzylolation de l'acide bétulinique ou HABA (110) .....	137
II.2.2 Réaction d'acétylation de l'acide bétulinique ou AAB (111) .....	139
II.2.3 Réaction d'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique ou HABA <sub>1</sub> (112) .....	141
<b>II.3 ACTIVITÉS ANTIMICROBIENNES DES EXTRAITS ET DES PRODUITS NATURELS. ....</b>	<b>145</b>
II.3.1 Résultats .....	145
II.3.2 Discussion .....	147
II.3.3 Conclusion.....	148

<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>149</b>
<b>CHAPITRE III .....</b>	<b>155</b>
<b>MATERIELS ET METHODES .....</b>	<b>155</b>
III.1- APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETAL.....	156
III.1.1- APPAREILLAGE .....	156
III.1.2- MATERIEL VEGETAL.....	157
III.2- EXTRACTION ET ISOLEMENT DES PRODUITS.....	157
III.2.1- ECORCES DU TRONC DE <i>FICUS POLITA</i> .....	157
III.2.2 RACINES DE <i>FICUS POLITA</i> .....	158
III.2.3 ECORCES DU TRONC DE <i>FICUS EXASPERATA</i> .....	160
III.2.4 RACINES DE <i>FICUS EXASPERATA</i> .....	162
III.2.5 RACINES DE <i>ALBIZIA FERRUGINEA</i> .....	163
III.3-CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES COMPOSES ISOLES .....	165
III.4 METHODES D'ÉVALUATION DES ACTIVITES ANTIMICROBIENNES DES EXTRAITS BRUTS, FRACTIONS ET COMPOSES ISOLES .....	176
III.4.1MATERIEL .....	176
III.4.2 METHODES.....	177
III.4.3 ÉVALUATION DES ACTIVITÉS ANTIMICROBIENNES DES EXTRAITS, FRACTIONS ET PRODUITS DE <i>F. POLITA</i> ET <i>A. FERRUGINEA</i> .....	177
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>179</b>
<b>ANNEXE .....</b>	<b>194</b>
1- TEST DE PHENOLS (AU CHLORURE FERRIQUE) .....	195
2- TEST DE MOLISH (CARACTERISTIQUES DES SUCRES) .....	195
3- TEST DE LIEBERMANN-BURCHARD (CARACTERISTIQUES DES TRITERPENES ET DES STEROLS).....	195
4- TEST DE SHINODA (CARACTERISTIQUES DES FLAVONOÏDES).....	195
5- TEST DE ZIMMERMANN-REINHARDT (CARACTERISTIQUES DES GROUPEMENTS CARBONYLES).....	195
<b>LISTE DE PUBLICATIONS .....</b>	<b>197</b>

## LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES

A.	<i>Albizia</i>
AE	Acétate d'Ethyle
APCI	Atmospheric Pressure Chemical Ionisation
CC	Chromatographie sur Colonne
CCM	Chromatographie sur Couche Mince
CMI	Concentration Minimale Inhibitrice
CMM	Concentration Minimale Microbicid
CoA	Coenzyme A
COSY	Correlation Spectroscopy
<i>d</i>	Doublet
<i>dd</i>	Doublet Dedoublé
<i>ddd</i>	Doublet de Doublet Dédoublé
DCM	Dichlorométhane
DEPT	Distortionless Enhancement by Polarization Transfert
DMSO	Diméthylsulfoxyde
ESI	Electrospray Ionisation
<i>F.</i>	<i>Ficus</i>
HEX	Hexane
H <sub>z</sub>	Hertz
HMBC	Heteronuclear Multiple Bond Coherence
HSQC	Heteronuclear Single Quantum Connectivity
HPLC	High Pressure Liquid Chromatography
IE	Impact Electronique
IR	Infra Rouge
<i>J</i>	Constante de Couplage en Hertz
MTT	bromure de 3-(4,5-diméthylthiazol-2-yl)-2,5-diphényltétrazolium
MPLC	Medium Pressure Liquid Chromatography
<i>m</i>	Multiplet
MHz	Méga Hertz
NOESY	Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
Pf	Point de Fusion
ppm	Partie par million

Pyr	Pyridine
q	Quadruplet
RC	Référence cybernétique
RDA	Retro Diels-Alder
RMN <sup>13</sup> C	Resonance Magnétique Nucléaire du Carbone-13
RMN <sup>1</sup> H	Resonance Magnétique Nucléaire du Proton
s	Singulet
SM	Spectrométrie de Masse
t	Triplet
UV	Ultra-Violet
(ppm)	Déplacement Chimique en ppm
max	Longueur d'onde maximale
WHO	World Health Organisation

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau I: Répartition géographique de quelques espèces du genre <i>Ficus</i> au Cameroun .....	6
Tableau II: Quelques alcaloïdes isolés des plantes des genres <i>Ficus</i> et <i>Albizia</i> . .....	20
Tableau III: Quelques flavonoïdes isolés des genres <i>Ficus</i> et <i>Albizia</i> . .....	23
Tableau IV: Quelques stéroïdes isolés des genres <i>Ficus</i> et <i>Albizia</i> . .....	24
Tableau V: Quelques tocophéroïdes isolés de <i>Ficus microcarpa</i> (Yi-Ming et al., 2003).....	25
Tableau VI: Quelques coumarines isolées du genre <i>Ficus</i> .....	27
Tableau VII: Différents groupes structuraux des triterpènes pentacycliques (Mahato et Kundu, 1994; Wafo et al, 2010; Kamdem et al., 2011). .....	30
Tableau VIII: Quelques triterpènes isolés des genres <i>Ficus</i> et <i>Albizia</i> . .....	32
Tableau IX: Quelques céramides et cérébrosides isolés des genres <i>Ficus</i> et <i>Albizia</i> .....	39
Tableau X: Quelques saponines isolés des genres <i>Ficus</i> et <i>Albizia</i> . .....	43
Tableau XI: Regroupement des différents composés isolés des écorces, racines de <i>F. polita</i> , <i>F. exasperata</i> et <i>A. ferruginea</i> .....	57
Tableau XII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (125 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de RFE <sub>4</sub> comparées à celles de l'acétate de lupéol (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Sapaluk et al, 2010). .....	60
Tableau XIII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (75 MHz, CD <sub>3</sub> OD) de FEE <sub>5</sub> comparées à celles de la 16-hydroxylupeol (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Juceni et al, 2007).....	65
Tableau XIV: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FPO <sub>6</sub> comparées à celles de la bétuline (100 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Sapaluk et al, 2010). .....	69
Tableau XV: Données spectrales de RMN <sup>1</sup> H (200 MHz, Pyr) et de RMN <sup>13</sup> C (50 MHz, Pyr) de RFE <sub>6</sub> comparées à celles de l'acide bétulinique (400 MHz, et 100 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Baek et al, 2010) .....	72
Tableau XVI: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (100 MHz, CD <sub>6</sub> CO) de FEE <sub>3</sub> comparées à celles du taraxerol (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Babalola et al, 2013).....	75
Tableau XVII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FPO <sub>8</sub> comparées à celles de l'acide oleanolique (100 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Baek et al, 2010).....	79
Tableau XVIII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FPO <sub>2</sub> comparées à celles de l'euphol 3-O-cinnamate (100 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Gewali et al, 1990).....	86
Tableau XIX: Données spectrales de RMN <sup>13</sup> C (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FPO <sub>9</sub> comparées à celles du taraxerol (100 MHz, CDCl <sub>3</sub> , Hernandez-Chavez et al, 2012).....	90

Tableau XX: Données spectrales de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) et RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de RFE <sub>2</sub> comparées à celles du bergapten (400 MHz et 100 MHz, $\text{CDCl}_3$ , Muller et <i>al</i> , 2004).....	94
Tableau XXI: Données spectrales de RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FEE <sub>1</sub> comparées à celles du lichexanthone (62,83 MHz, $\text{CDCl}_3$ , Jimenez et <i>al</i> , 1989).....	98
Tableau XXII: Données spectrales de RMN $^{13}\text{C}$ (150 MHz, $\text{CD}_3\text{OD}$ ) de FPO <sub>11</sub> comparées à celles du trans-piceid (125 MHz, $\text{CD}_6\text{CO}$ , Moreno-Labanda et <i>al</i> , 2004).....	102
Tableau XXIII: Données spectrales de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ); RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) et HMBC de AF <sub>5</sub> .....	111
Tableau XXIV: Données spectrales de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ); RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) et HMBC de AFS <sub>1</sub> , et RMN $^{13}\text{C}$ (125 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ , Gafur et <i>al.</i> , 1997) du Julibroside A <sub>3</sub> . ....	117
Tableau XXV: Données spectrales de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ); RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) et HMBC de AF <sub>7</sub> , RMN $^{13}\text{C}$ (125 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) du Julibroside A <sub>1</sub> (Gafur et <i>al.</i> , 1997).....	122
Tableau XXVI: Données RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{DMSO-d}_6$ ) et RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{DMSO-d}_6$ ) de FPOE <sub>1</sub> .....	130
Tableau XXVII: Données spectrales de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ); de RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) et HMBC de AF <sub>2</sub> .....	136
Tableau XXVIII: Concentration minimale inhibitrice ( <i>CMI</i> ), concentration minimale microbicide ( <i>CMM</i> ) de l'extrait brut, des fractions, de l'Euphol-3-O-cinnamate (FPO <sub>2</sub> , 98) et du trans-Piceid (FPO <sub>11</sub> , 102).....	146
Tableau XXIX: Concentration minimale inhibitrice ( <i>CMI</i> ) des composés étudiés (AF <sub>2</sub> et AFS <sub>1</sub> ) et la tétracycline contre les souches bactériennes testées. ....	147
Tableau XXX: Chromatogramme de l'extrait au mélange $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$ (1: 4) des écorces du tronc de <i>F. polita</i> . ....	157
Tableau XXXI: Chromatogramme de l'extrait au $\text{MeOH}$ des racines de <i>F. polita</i> . ....	159
Tableau XXXII: Chromatogramme de l'extrait au mélange $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$ (1:1) des écorces du tronc de <i>F. exasperata</i> . ....	161
Tableau XXXIII: Chromatogramme de l'extrait au mélange $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$ (1:1) des écorces du tronc de <i>F. exasperata</i> . ....	162
Tableau XXXIV: Chromatogramme de l'extrait au $\text{MeOH}$ des racines de <i>A. ferruginea</i> . ....	163

## LISTE DES SCHEMAS

Schéma 1: Position systématique de <i>F. polita</i> et <i>F. exasperata</i> .....	5
Schéma 2: Position systématique de <i>Albizia ferruginea</i> .....	14
Schéma 3: Biosynthèse des flavan-3-ol. Cas de la (-)-épicatchine.....	22
Schéma 4: Biosynthèse des céramides et cérébrosides (Sandjo, 2013) .....	37
Schéma 5: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des écorces de <i>F. polita</i> .....	47
Schéma 6: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des racines de <i>F. polita</i> .....	49
Schéma 7: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des écorces de <i>F. exasperata</i> .....	51
Schéma 8: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des racines de <i>F. exasperata</i> .....	53
Schéma 9: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des racines d' <i>A. ferruginea</i> .....	55
Schéma 10: Fragmentation de FPO <sub>8</sub> ou de l'acide oléanolique .....	79
Schéma 11: Quelques corrélations importantes du spectre NOESY de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	127
Schéma 12: Quelques corrélations importantes du spectre HMBC de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	128
Schéma 13: Fragmentation de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107).....	129
Schéma 14: Benzylolation de l'acide bétulinique ou HABA (110) .....	137
Schéma 15: Mécanisme de réaction de benzylolation de l'acide bétulinique ou HABA (110)	137
Schéma 16: Acétylation de l'acide bétulinique ou AAB (111).....	139
Schéma 17: Mécanisme de synthèse de AAB ou de l'acétylation de l'acide bétulinique (111). .....	139
Schéma 18: Oxadiazolation de HABA <sub>1</sub> ou de l'acétate de l'acide bétulinique (112).....	142
Schéma 19: Proposition de mécanisme de HABA <sub>1</sub> ou de la transformation de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique (112). .....	142

## LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Parties de <i>Ficus polita</i> Vahl (RC consulté le 27 Février 2012) .....	9
I.1.2.4 ASPECT BOTANIQUE DE <i>FICUS EXASPERATA</i> VAHL.....	10
Figure 2: Parties de <i>Ficus exasperata</i> Vahl (Photo: KAMGA, Novembre 2010 au Mont-Eloundem, Région du centre Cameroun).....	10
Figure 4: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (500 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de RFE <sub>4</sub> ou acétate de lupéol (90).....	58
Figure 5: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (125 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de RFE <sub>4</sub> ou acétate de lupéol (90).....	59
Figure 6: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (300 MHz; MeOD) de FEE <sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91).....	63
Figure 7: Spectre HMBC (MeOD) de FEE <sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91) .....	63
Figure 8: Spectre de DEPT 135° (75 MHz; MeOD) de FEE <sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91)...	64
Figure 9: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (300 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>6</sub> / FEE <sub>4</sub> de la bétuline (92) .....	66
Figure 10: Spectre de HMBC ( $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>6</sub> / FEE <sub>4</sub> ou de la bétuline (92) .....	67
Figure 11: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (75 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>6</sub> / FEE <sub>4</sub> ou de la bétuline (92) ....	68
Figure 12: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (200 MHz, Pyr) de RFE <sub>6</sub> ou de l'acide betulinique (93) .....	70
Figure 13: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (50 MHz, Pyr) de RFE <sub>6</sub> ou de l'acide betulinique (93).....	71
Figure 14: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, acétone-d <sub>6</sub> ) de FEE <sub>3</sub> /FPO <sub>5</sub> ou de l'acide ursolique (71).....	73
Figure 15: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, acétone-d <sub>6</sub> ) de FEE <sub>3</sub> / FPO <sub>5</sub> ou de l'acide ursolique (71).....	74
Figure 16: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>8</sub> /FEE <sub>7</sub> ou de l'acide oléanolique (95).....	77
Figure 17: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>8</sub> /FEE <sub>7</sub> ou de l'acide oléanolique (95).....	78
Figure 18: spectre RMN $^{13}\text{C}$ (APT, 75 MHz, Pyr) de FEE <sub>8</sub> ou de l'acétate de -amyrine (97) .....	81
Figure 19: spectre de RMN $^1\text{H}$ (300 MHz, Pyr) de FEE <sub>8</sub> ou de l'acétate de -amyrine (97) .	82
Figure 20: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (300 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>2</sub> ou de l'euphol 3-O-cinnamate (98).....	83
Figure 21: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (75 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>2</sub> ou de l'euphol 3-O-cinnamate (98).....	84
Figure 22 : Spectre HMBC ( $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>2</sub> ou euphol 3-O-cinnamate (98) .....	85
Figure 23: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (300 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de FPO <sub>9</sub> /FEE <sub>10</sub> ou du taraxérol (100)...	88

Figure 24: Spectre de COSY (300 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FPO <sub>9</sub> /FEE <sub>10</sub> ou du taraxérol (100) .....	89
Figure 25: Spectre de RMN <sup>13</sup> C (75 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FPO <sub>9</sub> /FEE <sub>10</sub> ou du taraxérol (100) ....	89
Figure 26: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de RFE <sub>2</sub> ou du bergaptène (34) .....	93
Figure 27: Spectre de NOESY (100 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de RFE <sub>2</sub> ou du bergaptène (34) .....	93
Figure 28: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FEE <sub>1</sub> ou du lichenxanthone (101) ....	95
Figure 29: Spectre RMN <sup>13</sup> C (100 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de FEE <sub>1</sub> ou du lichenxanthone (101) .....	96
Figure 30: Spectre HMBC (CDCl <sub>3</sub> ) de FEE <sub>1</sub> ou du lichenxanthone (101) .....	97
Figure 31: Spectre RMN <sup>1</sup> H (600 MHz, CD <sub>3</sub> OD) de FPO <sub>11</sub> ou du trans-piceid (102) .....	99
Figure 32: Spectre HMBC (CD <sub>3</sub> OD) de FPO <sub>11</sub> ou du trans-piceid (102) .....	100
Figure 33: Spectre RMN <sup>13</sup> C (150 MHz, CD <sub>3</sub> OD) de FPO <sub>11</sub> ou du trans-piceid (102) .....	101
Figure 34: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, CDCl <sub>3</sub> ) de AF <sub>1</sub> / RFE <sub>5</sub> ou du spinastérol (103)	104
Figure 35: Spectre de RMN <sup>1</sup> H de FPO <sub>10</sub> /FEE <sub>11</sub> /RFE <sub>7</sub> ou du 3-O- -D-glucopyranoside de - sitostérol (400 MHz, CDCl <sub>3</sub> , 23) .....	105
Figure 36: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>5</sub> ou du julibroside A <sub>2</sub> (104) .....	107
Figure 37: Spectre de RMN <sup>13</sup> C (100 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>5</sub> ou du julibroside A <sub>2</sub> (104) .....	107
Figure 38: Spectre de HMBC (C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>5</sub> ou du julibroside A <sub>2</sub> (104) .....	109
Figure 39: Spectre ROESY (400 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>5</sub> ou du julibroside A <sub>2</sub> (104) .....	110
Figure 40: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AFS <sub>1</sub> ou du julibroside A <sub>3</sub> (105) ....	114
Figure 41: Spectre de RMN <sup>13</sup> C (100 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AFS <sub>1</sub> ou du julibroside A <sub>3</sub> (105) ...	114
Figure 42: Spectre HMBC (C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AFS <sub>1</sub> ou du julibroside A <sub>3</sub> (105) .....	116
Figure 43: Spectre RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>7</sub> ou du julibroside A <sub>1</sub> (106) .....	120
Figure 44: Spectre de RMN <sup>13</sup> C (100 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>7</sub> ou du julibroside A <sub>1</sub> (106) .....	120
Figure 45: Spectre de HSQC (C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>7</sub> ou du julibroside A <sub>1</sub> (106) .....	121
Figure 46: Spectre de HMBC (C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>7</sub> ou du julibroside A <sub>1</sub> (106) .....	121
Figure 47: Spectre de masse HRESI-MS FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	124
Figure 48: Spectre IR de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	125
Figure 49: Spectre RMN <sup>1</sup> H (400MHz, DMSO-d <sub>6</sub> ) de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	126
Figure 50: Spectre RMN <sup>13</sup> C (APT, 100MHz, DMSO-d <sub>6</sub> ) de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .	126
Figure 51: Spectre HMBC (DMSO-d <sub>6</sub> ) de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	127
Figure 52: Spectre de COSY (DMSO-d <sub>6</sub> ) de FPOE <sub>8</sub> ou Politamide (107) .....	128
Figure 53: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>3</sub> ou de la 4',7-dihydroxyflavan-3,4- diol (108) .....	131
Figure 54 : Spectre de HRESI de AF <sub>2</sub> ou de albiziaflavane A (109) .....	132
Figure 55: Spectre de RMN <sup>1</sup> H (400 MHz, C <sub>5</sub> D <sub>5</sub> N) de AF <sub>2</sub> ou de albiziaflavane A (109) ...	133

Figure 56: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (100 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de $\text{AF}_2$ ou de albiziaflavane A (109) .	133
Figure 57: Spectre de HMBC ( $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de $\text{AF}_2$ ou de albiziaflavane A (109).....	134
Figure 58: Spectre de ROESY (400 MHz, $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de $\text{AF}_2$ ou de albiziaflavane A (109).....	135
Figure 59: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (400 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de HABA ou de la réaction de benzylation de l'acide bétulinique (110). .....	138
Figure 60: Spectre de HMBC de HABA ou de la réaction de benzylation de l'acide bétulinique (110). .....	138
Figure 61: Spectre de masse en APCI de AAB ou de la réaction de l'acétylation de l'acide bétulinique (111). .....	140
Figure 62: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (500 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de AAB ou de la réaction de l'acétylation de l'acide bétulinique (111). .....	141
Figure 63: Spectre de masse en ESI de $\text{HABA}_1$ ou de la réaction de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique (112). .....	143
Figure 64: Spectre de RMN $^1\text{H}$ (500 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de réaction de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique ou $\text{HABA}_1$ (112).....	144
Figure 65: Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ (125 MHz, $\text{CDCl}_3$ ) de $\text{HABA}_1$ ou de la réaction de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique (112). .....	144

## RESUME

Le présent travail porte sur l'étude phytochimique de trois plantes du Cameroun: *Ficus polita* Vahl, *Ficus exasperata* Vahl (Moraceae) et *Albizia ferruginea* Guill. & Perr. (Fabaceae), les transformations chimiques effectuées sur l'acide bétulinique et à l'évaluation des activités antimicrobiennes de l'extrait, fractions et de certains métabolites secondaires isolés de *Ficus polita* Vahl et *Albizia ferruginea* Guill. & Perr.

Les composés ont été isolés par des méthodes chromatographiques usuelles (CC, chromatographie flash) et caractérisés par des analyses spectroscopiques usuelles telles que la RMN <sup>1</sup>H et <sup>13</sup>C (1D et 2D), la spectrométrie de masse, l'IR et l'UV. Des trois plantes, nous avons isolé vingt-six métabolites secondaires dont, deux dérivés décrits ici pour la première fois. Il s'agit d'une cérébroside: la (2R,9Z)-2-hydroxy-N-[(1S,2S,3R,4S)-1-[(*-D*-glucopyranosyloxy)methyl]-2,3,4-trihydroxyoctacosan-1-yl]-9-pentadecenamamide nommé politamide et d'une flavonoïde, la (2R, 3R, 4R)-4-(4-hydroxyphenyl)-4-méthoxychroman-3,7,8-triol appelé albiziaflavane A. Les vingt-quatre autres composés obtenus se subdivisent en treize triterpènes pentacycliques: acétate de lupéol, lupéol, 16-hydroxylupéol, bétuline, acide bétulinique, -amyrine, -amyrine, acide ursolique, acide oléanolique, acétate de -amyrine, euphol-3-O-cinnamate, friedelan-3-one et le taraxérol; trois stéroïdes: mélange de -sitostérol et stigmastérol, 3-O- *-D*-glucopyranoside de -sitostérol et le spinastérol; trois saponines: julibrosides A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> et A<sub>3</sub>; deux coumarines: psoralène et bergaptène; deux flavanes dont la 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol; un stilbène: trans piceid; une xanthone: lichenxanthone.

Les transformations chimiques effectuées sur l'acide bétulinique ont permis d'obtenir trois dérivés dont un nouveau à savoir la 3 -acétoxy-28-(1'',3'',4''-oxadiazole)lup-20(29)-ène et les autres étant nommés la 3 -hydroxylup-20(29)-èn-28-oate de benzyle et l'acétate de l'acide bétulinique.

L'activité antimicrobienne des composés isolés de *A. ferruginea* et l'extrait au méthanol des racines, des fractions et certains composés isolés de *F. polita* ont été évaluées. Les résultats obtenus ont permis de montrer que le trans-piceid, l'euphol-3-O-cinnamate, l'albiziaflavane A et julibroside A<sub>3</sub> ont une activité antimicrobienne sélective faible ou modérée. En effet, le trans-piceid a présenté la plus grande activité inhibitrice (CMI 64 µg/mL) identique à l'antibiotique de référence chez *Pseudomonas aeruginosa*.

**Mots clés:** *Ficus polita*, *Ficus exasperata*, *Albizia ferruginea*, politamide, (2R, 3R, 4R)-2-(4-hydroxyphenyl)-4-methoxychroman-3,7,8-triol, 3 $\beta$ -acétoxy-28-(1'',3'',4''-oxadiazole)lup-20(29)-ène, 3 $\beta$ -hydroxylup-20(29)-èn-28-oate de benzyle, activité antimicrobienne.

## ABSTRACT

The first part of this work concerns the phytochemical study of three Cameroonian plants: *Ficus polita* Vahl, *Ficus exasperata* Vahl (Moraceae) and *Albizia ferruginea* Guill. & Perr. (Fabaceae). Next is the chemical transformations of some derivatives of betulinic acid and finally with evaluation of the antimicrobial activity of the extract, fractions and secondary metabolites isolated from *Ficus polita* Vahl and *Albizia ferruginea* Guill. & Perr.

The first chapter is the literature survey of the genera *Ficus* and *Albizia*.

The second chapter describes the isolation, the purification of compounds from the three plants, their characterisation. The compounds were isolated by usual chromatographic methods (CC, flash chromatography) and characterised by routine spectroscopic techniques including  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$  (1D and 2D) NMR, mass spectrometry, IR and UV spectroscopy. Twenty-six compounds have been obtained and the structure have been completely elucidated with two described for the first time. These new compounds include a cerebroside: (2R, 9Z)-2-hydroxy-N-[(1S,2S,3S,4S)-1-[( $\beta$ -D-glucopyranosyl)methyl]-2,3,4-trihydroxyoctacosan-1-yl]-9-pentamide for which the trivial name politamide has been given; and a flavonoid: (2R,3R,4R)-4-(4-hydroxyphenyl)-4-methoxychroman-3,7,8-triol called albiziaflavane A. The twenty-four other compounds comprise thirteen pentacyclic triterpenoids: (lupeol acetate, lupeol, 16-hydroxylupeol, betulin, betulinic acid,  $\beta$ -amyrin,  $\beta$ -amyrin, ursolic acid, oleanolic acid,  $\beta$ -amyrin acetate, euphol-3-O-cinnamate, fridelan-3-one, and taraxerol), four sterol derivatives ( $\beta$ -sitosterol, stigmasterol,  $\beta$ -sitosteryl 3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside and spinasterol), three saponins (julibroside A<sub>1</sub>, julibroside A<sub>2</sub> and julibroside A<sub>3</sub>), two coumarines (psoralen and bergapten), two flavanes (4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol), a stilben (trans-piceid) and a xanthone (lichexanthone).

In addition to the phytochemical aspect, three derivatives of betulinic acid were made, one new: 3 $\beta$ -acetoxy-28-(1'',3'',4''-oxadiazole)lup-20(29)-en and the other benzyl 3 $\beta$ -hydroxylup-20(29)-en-28-oate, acetate of betulinic acid are known compounds.

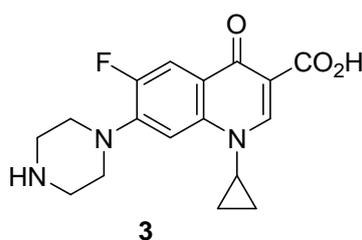
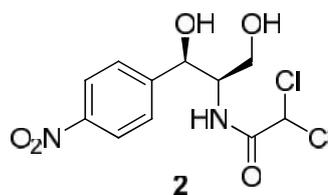
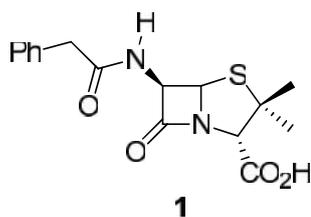
The antimicrobial activities of compounds from *A. ferruginea* and of the methanol extract from the roots of *F. polita*, fractions, and some compounds isolated from it have been evaluated. The results show that trans-piceid, euphol-3-O-cinnamate, albiziaflavane A and julibroside A<sub>3</sub> show weak or moderate selective activities. In fact trans-piceid presented the highest inhibitory activity (MIC 64  $\mu\text{g/mL}$ ) similar to that of the reference antibiotic on *Pseudomonas aeruginosa*.

Chapter three presents the experimental condition used for extraction, the isolation of natural products, synthesis, physical and spectroscopic data as well as the methods of evaluation of the antimicrobial activities of different samples tested.

**Key words:** *Ficus polita*, *Ficus exasperata*, *Albizia ferruginea*, politamide, (2R, 3R, 4R)-2-(4-hydroxyphenyl)-4-methoxychroman-3,7,8-triol, 3 $\beta$ -acetoxy-28-(1'',3'',4''-oxadiazole)lup-20(29)-en, benzyl 3 $\beta$ -hydroxylup-20(29)-en-28-oate, antimicrobial activity.

## INTRODUCTION GENERALE

Selon l'organisation mondiale de la santé (OMS), les maladies infectieuses sont la première cause de décès dans le monde avec plus de 50 % de décès enregistrés dans les pays des régions tropicales (WHO, 1996). Dans les pays en développement, les maladies infectieuses à l'instar de la fièvre typhoïde, la syphilis, la méningite, la tuberculose, les mycoses, les infections gastro-intestinales etc..., continuent de faire des victimes en grand nombre (Flahaut et Zylberman, 2008). La découverte de la pénicilline (1) par Alexander Fleming en 1929 a ouvert une nouvelle ère pour la médecine. Ce composé naturel produit par le champignon *Penicillium notatum*, était toxique pour les bactéries, mais pouvait s'utiliser sans risque chez les humains (Doucet, 1998). Cette découverte a motivé les chercheurs à trouver d'autres composés naturels ou synthétiques pour combattre d'autres agents pathogènes. On peut citer entre autres le chloramphénicol (2) (Govendir, 2011) isolé de la bactérie *Streptomyces venezuelae* et utilisé contre les infections bactériennes, de même que la ciprofloxacine (3) (Drusano et al., 1986) qui est un composé de synthèse.



Ce faisant, on constate qu'en dépit de nombreuses solutions proposées par les laboratoires pharmaceutiques, le traitement des infections microbiennes est rendu compliqué à cause de la résistance des micro-organismes aux antibiotiques couramment utilisés et à l'émergence de nouvelles souches bactériennes (WHO, 1996). Il est donc nécessaire de rechercher de sources naturelles de nouveaux principes plus actifs.

Le choix de ces trois plantes a été motivé par le fait que les espèces du genre *Ficus* et *Albizia* sont douées de propriétés antimicrobiennes, antioxydantes et antitumorales (Berhaut, 1979; Mandal et Kumar, 2002; Liu et al., 2009; Tamokou et al., 2012) mais aussi parcequ'au

début de nos travaux, ces trois plantes n'avaient fait l'objet d'aucune étude phytochimique et/ou pharmacologique et présentaient des similarités en pharmacopée traditionnelle. C'est pour cela que nous avons entrepris dans le cadre de nos travaux, de recherche dont l'objectif général est de mener une étude chimique et biologique sur trois plantes médicinales : *Ficus polita* Vahl, *Ficus exasperata* Vahl et *Albizia ferruginea* Guil. & Perr. dans le souci de les valoriser à travers la recherche de nouveaux composés à potentiel thérapeutique antimicrobienne probable d'une part, et d'autre part de standardiser à moyen terme certains extraits bruts actifs.

Les objectifs spécifiques étant :

- d'isoler, purifier et caractériser les métabolites secondaires des trois plantes;
- d'évaluer les activités antimicrobiennes des extraits et de certains de leurs métabolites secondaires isolés;
- d'effectuer quelques transformations chimiques sur les composés isolés.

Ce travail s'articulera autour de trois chapitres:

- ✚ Le premier chapitre sera consacré aux études phytochimiques et biologiques antérieures sur les espèces des genres *Ficus* et *Albizia*, ainsi que leurs usages en pharmacopée traditionnelle;
- ✚ Le second chapitre présentera d'abord les résultats de l'étude phytochimique des extraits de *Ficus polita* Vahl, *Ficus exasperata* Vahl et *Albizia ferruginea* Guil. & Perr., ensuite les transformations chimiques réalisées sur l'acide bétulinique et enfin de l'évaluation des activités antimicrobiennes des extraits, fractions et de quelques métabolites secondaires obtenus de *Ficus polita* Vahl et *Albizia ferruginea* Guil. & Perr.;
- ✚ Le troisième chapitre est consacré aux méthodes expérimentales utilisées dans ce travail et nous terminons le document par une présentation de la bibliographie consultée.



**CHAPITRE I**  
**REVUE DE LA LITTÉRATURE**

## **I.1 APERÇU BOTANIQUE, ETHNOBOTANIQUE ET QUELQUES USAGES DE *F. POLITA*; *F. EXASPERATA* ET *A. FERRUGINEA***

### **I.1.1- GENERALITES SUR LES PLANTES DE LA FAMILLE DES MORACEAE**

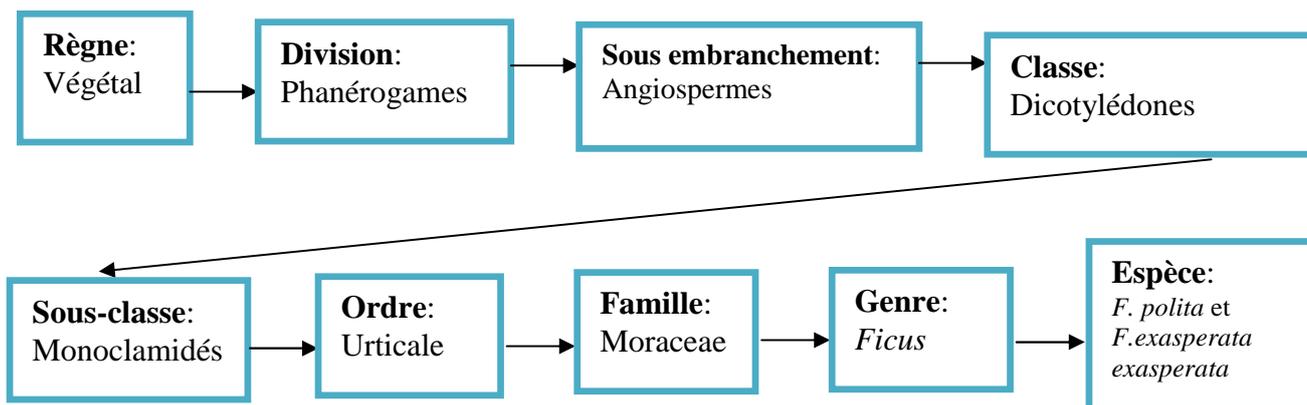
La famille des Moraceae appartient au règne végétal, à l'embranchement des phanérogames, au sous-embranchement des angiospermes, à la classe des dicotylédones, à la sous-classe des monochlamydées et à l'ordre des urticales (Czarnik, 1996). Cette famille est constituée d'arbres, d'arbustes ou d'herbes dioïques ou monoïques avec ou sans latex (Adam, 1971; Hijman et *al.*, 1985), et son nom provient du genre Murier ou *Murus* en latin et *Moreas* en grec (Berhaut, 1979). Les feuilles des Moraceae sont disposées en spirales ou distiques, à nervation pennée, palmée ou radiale (De La Mensbruge, 1966). Ces feuilles sont alternes et rarement opposées (Adam, 1971). Les plantules des Moraceae se caractérisent par leurs premières feuilles simples à limbe en général dentés, opposés ou sub-opposés (De La Mensbruge, 1966). Les fleurs unisexuées sont dioïques ou monoïques, disposées en cime et rapprochées en épis, en capitules ou en disques. Les fruits se présentent sous forme de drupe, avec périanthes et réceptacles unis ou bisexués et déhiscent. Ils contiennent les graines qui renferment ou non des endospermes. Leurs embryons sont variés et les cotylédons égaux ou inégaux (Sabatié, 1985).

La famille des Moraceae compte environ 60 genres et 1400 espèces réparties dans les zones tropicales (Hijman et *al.*, 1985). Elle est présente au Cameroun avec 13 genres et 99 espèces (Hijman et *al.*, 1985). Parmi les genres les plus répandus, on peut citer entre autres: *Morus*, *Artocapus*, *Dorstenia* et *Ficus* (De La Mensbruge, 1966; Berg et *al.*, 1985).

### **I.1.2 APERÇU BOTANIQUE ET ETHNOBOTANIQUE SUR LES ESPÈCES DU GENRE *FICUS***

#### **I.1.2.1 POSITION SYSTÉMATIQUE DE *F. POLITA* ET *F. EXASPERATA***

Le genre *Ficus* de la famille des Moraceae, appartient à l'ordre des urticales, à la sous-classe des monochlamidés (plantes à fleurs incomplètes) et de la classe des dicotylédones. Ces derniers appartiennent à la division (embranchement) des phanérogames, au sous-embranchement des angiospermes (plantes à ovules protégées), qui rejoignent le règne végétal. Le schéma 1 ci-dessous donne la position systématique de *F. polita* et *F. exasperata* (Berhaut, 1979).



**Schéma 1: Position systématique de *F. polita* et *F. exasperata***

### **I.1.2.2 GÉNÉRALITÉS SUR LE GENRE FICUS ET REPARTITION GÉOGRAPHIQUE**

Le genre *Ficus* est représenté dans toutes les régions tropicales et subtropicales du globe. Les variétés cultivées comme plantes ornementales ont généralement une taille inférieure à 1 m, et celles rencontrées dans leur milieu naturel ont plusieurs mètres de haut (Bailey, 1958). Les *Ficus* regroupent les arbres, les buissons et les lianes. La forme et la taille des feuilles, la disposition des tiges et l'allure générale de la plante varient énormément selon les espèces. Des entailles faites au tronc des *Ficus* laissent souvent couler un abondant latex laiteux (Aubreville, 1954). Les feuilles sont caduques, alternées, lobées, rugueuses sur la face inférieure et lisses sur la face supérieure (Aubreville, 1954). Les fleurs sont de deux variétés : les fleurs à graines et les fleurs à galle (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, 1954).

On dénombre 800 à 1000 espèces de *Ficus* dont environ 181 espèces sont recensées en Afrique et environ 60 au Cameroun (Aubreville, 1954). Le **tableau I** suivant illustre la localisation de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun.

**Tableau I: Répartition géographique de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun (Aubreville, 1954).**

	<b>Espèces</b>	<b>Auteurs</b>	<b>Aspects</b>	<b>Localisation</b>
01	<i>F. abscondita</i>	C.C. Berg	Arbres	Ndikiniméki, Nkongsamba, Loum
02	<i>F. abutilifolia</i>	Miquel	Arbre	Maroua, Mokolo, Kaélé
03	<i>F. adolfi-frideri</i>	Mildbread	Arbustes epiphytes	Kumba, Ndikiniméki
04	<i>F. adolfi-friderici</i>	Mildbread	Arbustes epiphytes	Kumba, Ndikiniméki
05	<i>F. artocarpoides</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Mont Cameroun, Limb <sup>2</sup> é, Yokadouma
06	<i>F. asperifolia</i>	Miquel	Arbuste	Edéa, Abong Mbang, Bafia
07	<i>F. barteri</i>	Sprague	Arbres epiphytes ou terrestres	Kribi, Ebolowa, Moloundou
08	<i>F. barteri</i>	Sprague	Arbres epiphytes ou terrestres	Kribi, Ebolowa, Moloundou
09	<i>F. benamina*</i>	Linn	Arbres	Yaoundé, Bertoua
10	<i>F. bubu*</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Yokadouma, Moloundou
11	<i>F. burretiana</i>	Mildbread & Hutchinson	Arbustes epiphytes	Yokadouma
12	<i>F. camptoneura*</i>	Mildbread	Arbustes epiphytes	Ebolowa, Buéa, Ambam, Kumba
13	<i>F. capreaefolia</i>	Delite	Arbuste	Logone et Chari, Bénoué, Djerem, Sanaga
14	<i>F. conraui*</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Fontem, Yaoundé, Bertoua, Bengbis
15	<i>F. cordata*</i>	Thunberg	Arbre	Mokolo, Garoua
16	<i>F. cordata*</i>	Thunberg	Arbre	Mokolo, Garoua
17	<i>F. craterostoma</i>	Mildbread & Burret	Arbres	Ambam, Bertoua, Yaoundé
18	<i>F. craterostoma</i>	Mildbread & Burret	Arbres epiphytes	Ambam, Bertoua, Yaoundé
19	<i>F. cyathistipula</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Bertoua, Limbé, Yaoundé, Lomié
20	<i>F. densestipulata</i>	De Wildeman	Arbres epiphytes ou terrestres	Ebolowa
21	<i>F. dicranostyla</i>	mildbraed	Arbre ou arbuste	Mokolo, Maroua, Mora
22	<i>F. dryepontiana</i>	Gentil	Arbustes epiphytes	Yaoundé, Yokadouma, Limbé
23	<i>F. elasticoides</i>	De Wildeman	Arbustes epiphytes	Yokadouma

**Tableau I: Répartition géographique de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun (Aubreville, 1954), (Suite).**

	<b>Espèces</b>	<b>Auteurs</b>	<b>Aspects</b>	<b>Localisation</b>
24	<i>F. exasperata*</i>	Vahl	Arbre ou arbuste	Bertoua, Batouri, Yaoundé, Douala, Doumé
24	<i>F. glumosa*</i>	Delile	Arbre ou arbuste	Mokolo, Doumé, Bankim
26	<i>F. gnaphalocapa*</i>	Miquel	Arbre	Ngaoundéré, Méganga, Banyo, Foubot, Maroua, Garoua
27	<i>F. ingens</i>	Miquel	Arbre	Ngaoundéré, Meiganga, Garoua, Mokolo
28	<i>F. jansii</i>	Boutique	Arbre	Bangwa, Bayangam
29	<i>F. kamerunensis</i>	Mildbread & Burret	Arbuste ou arbre epiphyte	Yaoundé, Kumba, Bipindi
30	<i>F. kimuenzensis</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Kribi, Bipindi
31	<i>F. leonensis</i>	Hutchinson	Arbres epiphytes ou terrestres	Kribi
32	<i>F. linga</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Bertoua, Makak, Yokadouma
33	<i>F. louisii</i>	Lebrun	Arbustes epiphytes	Ebolowa, Kribi
34	<i>F. lutea*</i>	Vahl	Arbres epiphytes ou terrestres	Kribi, Bangwa, Ngaoundéré, Limbé, Buéa, Douala, Tibati, Bayangam
35	<i>F. lyrata</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Kumba, Limbé
36	<i>F. macrosperma</i>	Mildbread & Burret	Arbustes epiphytes	Batouri, Yokadouma, Ebolowa, Yaoundé, Bamenda, Bipindi
37	<i>F. mallotoides</i>	Mildbread & Hutchinson	Arbustes epiphytes	Yaoundé, Nanga-Eboko, Yokadouma
38	<i>F. mallotoides</i>	Mildbread & Hutchinson	Arbustes epiphytes	Yaoundé, Nanga-Eboko, Yokadouma
39	<i>F. mucoso*</i>	Ficalho	Arbre	Bamenda, Limbé, Yaoundé, Mélong
40	<i>F. natalensis</i>	Hochsteller	Arbres	Ngaoundéré, Mbalmayo, Yaoundé, Sangmélima
41	<i>F. natalensis</i>	Hochsteller	Arbres	Ngaoundéré, Mbalmayo, Yaoundé
42	<i>F. oreodryadum</i>	Mildbraed	Petits arbres ou arbustes epiphytes	Mont Cameroun, Fouban
43	<i>F. oresbia</i>	C.C. Berg	Arbres	Fouban
44	<i>F. ottoniifolia</i>	Miquel	Arbustes epiphytes	Bamenda, Bafang, Fouban, Yokadouma
45	<i>F. ovata*</i>	Vahl	Arbustes epiphytes	Mont Cameroun, Bayangam,

**Tableau I: Répartition géographique de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun (Aubreville, 1954), (Fin).**

	<b>Espèces</b>	<b>Auteurs</b>	<b>Aspects</b>	<b>Localisation</b>
46	<i>F. platyphalla</i>	Delile	Arbre	Kousseri, Garoua, Mokolo
47	<i>F. populifolia</i>	Vahl	Arbre	Mokolo, Maroua
48	<i>F. preussii</i>	Warburg	Arbres epiphytes	Mélong, Kumba, Abong Mbang
49	<i>F. pringsheimiana</i>	Braun & K. Schumann	Arbustes epiphytes	Kribi, Limbé, Foumban
50	<i>F. pseudomargifera</i>	Hutchinson	Petits arbres ou arbustes epiphytes	Sangmélima, Batouri, Ayos
51	<i>F. pseudomargifera</i>	Hutchinson	Petits arbres ou arbustes epiphytes	Sangmélima, Batouri, Ayos
52	<i>F. recurvata</i>	De Wildeman	Arbre	Limbé, Yokadouma
53	<i>F. sagittifolia</i>	Milbresd & Burret	Arbres épiphytes	Nkomo
54	<i>F. saussureana*</i>	A.P. de Candolle	Petits arbres ou arbustes epiphytes	Yokadouma, Ebolowa, Foumban, Banyo
55	<i>F. subcostata</i>	De Wildeman	Petits arbres ou arbustes epiphytes	Mindourou, Batouri
56	<i>F. subsagittifolia</i>	Milbresd	Arbustes epiphytes	Kribi, Yaoundé
57	<i>F. sur</i>	Forsskal	Arbre	Eséka, Edéa, Yaoundé, Dschang, Yoko
58	<i>F. thonningii*</i>	Blume	Arbuste ou arbre epiphyte	Buéa, Bagangté, Bayangam, Maroua
59	<i>F. trichopoda</i>	Baker	Arbre	Garoua, Banyo, Bamenda, Tibati
60	<i>F. umbellata</i>	Vahl	Petits arbres ou arbustes epiphytes	Yokadouma, Maroua
61	<i>F. vallis-choudae</i>	Delite	Arbre	Lac Baleng, Bagangté, Batouri, Mokolo
62	<i>F. variifolia</i>	Warburg	Arbre	Yokadouma, Bipindi
63	<i>F. verruculosa</i>	Warburg	Arbuste	Bamenda, Bagangté, Loum, Babadjou, Foumban
64	<i>F. vogeliana</i>	Miquel	Arbre	Kribi, Bafoussam, Limbé, Kumba
65	<i>F. wildemaniana</i>	Warburg	Arbustes epiphytes	Yaoundé, Djoum
66	<i>F. chlamydocarpa*</i>	Mildbread & Burret	Arbustes epiphytes	Dschang, Mont Bamboutos, Bafang
67	<i>F. polita*</i>	Vahl	Arbustes epiphytes	Mokolo, Garoua, Kumba, Yaoundé

N.B : \* indique les espèces ayant déjà fait l'objet d'une étude phytochimique au Cameroun.

### I.1.2.3 ASPECT BOTANIQUE DE *FICUS POLITA* VAHL

*Ficus polita* Vahl connu sous le nom vernaculaire de «Litadji» chez les «Foufouldé», est un arbuste épiphyte ou étrangleur ou arbre de 10 à 12(20) mètres de haut, à fût généralement court et trapu, à cime arrondie et dense, souvent avec des racines aériennes qui pendent du tronc et des branches. Son écorce est lisse, grise à brun pâle, à tranche rose pâle à rougeâtre, exsudant du latex abondant qui est blanc et très gluant (Berg, 1990).

Ses rameaux sont plus ou moins épais (0,2-0,5 cm de diamètre), plus ou moins glabre, marron ou rouille, lenticellés (Berg, 1990).

Ses feuilles sont alternes, disposées en spirale, plus ou moins coriaces, glabres, luisantes au dessus, elliptiques ou largement ovales à sommets en pointe acuminée assez à base plus ou moins cordée. Les nervures pennées, assez saillantes, palmées à la base, de 3 à 7 nervures basales remontant le long du bord du limbe, de 5 à 9 paires de nervures secondaires alternes ou sub-opposées se raccordant (Berg, 1990).

Les figes solitaires ou par 2 à 4 à l'aisselle des cicatrices foliaires sur les branches âgées ou sur les éperons ligneux apparaissant sur le tronc ou les grosses branches, globuleuses ou obovoïdes, longuement pédonculées de 2,5-4 cm de diamètre (Berg, 1990).

La fructification se passe plutôt en début de saison sèche. *Ficus polita* Vahl généralement plantée est retrouvée dans les savanes et galeries forestières soudaniennes et guinéennes sur tout type de sol. Elle est répartie du Sénégal en Afrique australe en passant par le Cameroun (Berg, 1990). La **figure 1** ci-dessous montre quelques parties de cette plante.



Tronc



Rameaux portant des feuilles et figes



Feuilles

**Figure 1 : Parties de *Ficus polita* Vahl (RC consulté le 27 Février 2012)**

#### I.1.2.4 ASPECT BOTANIQUE DE *FICUS EXASPERATA* VAHL

*Ficus exasperata* Vahl connu sous le nom de «Sand paper tree» ou «Ibbigoki» chez les «Peul», est un Arbuste ou arbre de taille moyenne, caducifolié, dioïque, atteignant 20 à 30 m de haut. Son écorce externe est lisse, gris-vert pâle et brunâtre, l'écorce interne de cette espèce est blanche, crème et brune pâle, sans latex, mais sécrétant un jus non laiteux, translucide et visqueux à la coupe (Berg, 1991). Ses Feuilles sont presque distiques et alternes, parfois presque opposées, simples. Ses stipules libres peuvent atteindre 0,5 cm de long ; elles sont couvertes de poils raides, caduques ; le pétiole est long de 0, 5 à 6 cm avec un limbe ovale ou obovale (Berg, 1991).

*Ficus exasperata* Vahl est une figue renfermant les fleurs, par groupes de 1 à 2 soit à l'aisselle des feuilles, soit juste en dessous des feuilles, soit sur le vieux bois, globuleuse à obovoïde de 1 à 3 cm de diamètre. Ses fleurs sont souvent roses, violacées, jaunes, oranges ou rouges à maturité. De plus elles sont unisexuées ; les fleurs mâles ont un périanthe de 3 à 6 lobes et de 1 à 3 étamines ; de même les fleurs femelles ont 4 à 6 pétales. Ses fleurs femelles donnent des graines et des galls distinctes. Ses pédoncules sont largement ovales (Berg, 1991).

*Ficus exasperata* est une plante terrestre qui se trouve en Afrique tropicale, en Asie tropicale, en Australie et en Amérique tropicale. Elle est souvent confondue avec *Ficus asperifolia* car les deux espèces ont des feuilles scabres. *Ficus exasperata* Vahl se distingue par son limbe ayant une symétrie plus uniforme et 3 à 4 paires de nervures latérales proéminentes recourbées vers le haut, tandis que celui de *Ficus asperifolia* tend à être asymétrique et à avoir 6 à 8 nervures latérales moins saillantes (Berg, 1991). La **figure 2** ci-dessous montre quelques parties de cette plante.



(a) Partie aérienne



(b) Racines

**Figure 2: Parties de *Ficus exasperata* Vahl (Photo: KAMGA, Novembre 2010 au Mont-Eloundem, Région du centre Cameroun).**

### I.1.2.5 QUELQUES USAGES DES ESPÈCES DU GENRE *FICUS*

Les plantes du genre *Ficus* présentent des usages multiples aussi bien en pharmacopée traditionnelle que dans l'alimentation et l'artisanat, ceci, en fonction de la région où l'on se trouve.

Dans la pharmacopée traditionnelle sénégalaise, la macération des écorces de *Ficus exasperata* Vahl est administrée en boisson contre la blennorragie et le décocté est bu contre les hémorroïdes (Berhaut, 1979). Pour soigner la toux et les angines, on emploie le jus de feuilles de *Ficus exasperata* Vahl écrasées avec un demi-citron (Berhaut, 1979). Le décocté du suc des feuilles de *Ficus exasperata* Vahl est donné en lavement contre les douleurs intestinales, les coliques et comme antipoison. Les feuilles servent d'hémostatique (moyens mis en usage pour arrêter un écoulement sanguin) et de cicatrisant. Pour cela, on les froisse et on fait couler le suc sur la plaie, qu'on recouvre ensuite d'une feuille. La pulpe des feuilles incorporée à l'huile de palme est appliquée sur les plaies lépreuses et sur tout le corps en cas de démangeaisons. Le macéré de l'écorce est donné par voie orale contre la blennorragie et la décoction est donnée en boisson contre les hémorroïdes (Berhaut, 1979). De même, de l'extrait au méthanol des écorces du tronc de *Ficus exasperata*, un sphingolipide nouveau à savoir le Fucusamide, a montré une activité faible sur *Escherichia coli* avec une CMI= 312,5 µg/ mL, tandis que deux coumarines isolées (Furanocoumarines) de la même plante, ont montré une activité significative sur *Bacillus cereus*, *Candida albicans* et *Microsporium audouinii* avec une CMI= 9,76 µg/ mL (Dongfack et al., 2012). Aussi, Amponsah (2012) rapporte que les extraits des feuilles et écorces du tronc, et de même que quelques composés isolés de *F. exasperata* présentent des activités antimicrobienne, anti-inflammatoire et antioxydante.

Au Ghana, les fibres d'écorces de *Ficus polita* Vahl étaient autrefois utilisées pour la fabrication des pagnes. De même, son écorce est utilisée en pratique magico-religieuse pour apporter de la chance à la pêche (Berg, 1990).

La décoction des fruits de *Ficus capensis* Thunb est donnée en boisson aux femmes stériles et celle des racines facilite l'accouchement (Berhaut, 1979). Le macéré des écorces de cette plante est administré en bains aux nouveau-nés et aux enfants rachitiques ou fiévreux tandis que la décoction des tiges feuillées est utilisée en boissons comme antidysentérique (Berhaut, 1979). De même, au Sénégal, les écorces de *Ficus sycomorus* Linn. sont utilisées en décoction ou en infusion contre la toux et les douleurs de poitrine chez les enfants, et contre les inflammations des glandes. Leurs feuilles associées à celle de *Ficus bidelia* constituent un

antivenimeux. La décoction des feuilles de *Ficus dicrasnotyla* Mild est donnée aux enfants en boisson et en bain comme somnifère (Berhaut, 1979).

Les fruits de *Ficus carica* Linn. sont utilisés en médecine traditionnelle indienne dans le traitement de la lèpre, des saignements de nez. Ils sont considérés comme aphrodisiaque et interviennent dans le traitement de diverses inflammations, des paralysies, des maladies du foie et des douleurs thoraciques. Le latex est utilisé comme expectorant, diurétique, vermifuge et intervient dans le traitement de l'anémie. Les feuilles sont utilisées comme antidiabétique, vermifuge. Les graines sont utilisées pour l'extraction des huiles comestibles et lubrifiants (Chawla et al., 2012).

En médecine traditionnelle vietnamienne, chinoise et taïwanaise, les rhizomes de *Ficus beecheyana* sont utilisés contre le diabète et les rhumatismes (Ching-Kuo et al., 2004). De même *Ficus thumberjii*, y est utilisée contre les inflammations de la peau et les légers maux de dos (Jitajima et al., 1994).

Le latex de *Ficus leprieurii* Miq. est employé comme anti-odontalgique pour les dents cariées (Berhaut, 1979).

Les écorces de *Ficus thonningii* Blume pilées et réduites en poudre sont employées pour traiter les blessures et une décoction des écorces est utilisée contre les rhumes et les affections de la gorge (Berhaut, 1979). De plus, ses feuilles sont utilisées au Sénégal contre la malaria et la fièvre jaune (Berhaut, 1979).

Les feuilles de *Ficus gnaphalocarpa*, réduites en cendre, sont utilisées pour le traitement de la jaunisse, pour stimuler la sécrétion biliaire et pour neutraliser les morsures des serpents. La décoction des écorces de son tronc est utilisée pour le traitement de la toux, contre les inflammations de la gorge et les douleurs thoraciques. Son latex est utilisé dans le traitement de la dysenterie et des coliques (Arbonier, 1961).

La décoction des feuilles de *Ficus phatyphyta* avec les coques d'arachide macérées dans l'eau, est utilisée contre l'épilepsie et l'aménorrhée au Sénégal (Kerhara, 1974).

*Ficus racemosa* est comestible. L'intérieur des écorces est gratté, puis utilisé pour soigner la diarrhée. La sève lutte contre les oreillons, la gonococcie et la galle. Les feuilles trempées dans le lait et mélangées avec du miel lutte contre les petits boutons de la peau. Les racines sont utilisées pour traiter la dysenterie, la diarrhée, le diabète sucré de type I. Le latex de cette plante a une activité protectrice contre les blessures du foie et une activité anti-inflammatoire (Kerhara, 1974). De plus, des études scientifiques indiquent que *Ficus racemosa* possède différentes propriétés biologiques telles que celle d'être hépatoprotectrice,

chimio-préventive, antipyrétique et antidiurétique. L'écorce est astringente, et est utilisée pour le traitement de l'asthme, la ménorragie et la bronchite (Hossain et *al.*, 2011).

*Ficus benjamina* bien qu'étant utilisée comme plante d'intérieur dans bon nombre de maisons européennes (Seraia et *al.*, 2008), est aussi utilisée en médecine traditionnelle pour le traitement de la peau et certains troubles respiratoires. L'extrait de fruit de *F. benjamina* est également connu pour posséder une activité antitumorale et une activité antibactérienne significative (Parveena et *al.*, 2009). De plus, *Ficus benjamina* est aussi malheureusement responsable des intoxications, car d'après une étude du centre antipoison de Lille, elle serait la plante d'intérieur à grand risque d'intoxication car la quantité de sève sujette à une intoxication après ingestion ne dépasse pas celle contenue dans une feuille chez l'enfant (Bessot et *al.*, 1993).

*Ficus chlamydocarpa* est utilisée au Cameroun pour le traitement des filaires et de la tuberculose (Kuete et *al.*, 2008).

Certains *Ficus*, à savoir *F. racemosa*, *F. religiosa* et *F. benghalensis*, sont des ingrédients importants dans de nombreuses formulations de traitement traditionnels. Les écorces, les feuilles, les fruits et le latex sont considérés comme très efficaces dans les traitements divers, tels que le diabète, les maladies de la peau, les ulcères, la dysenterie, diarrhée, les maux d'estomac, et sont également considérés comme agents carminatif, astringents, anti-inflammatoires, anti-oxydants et anticancéreux (Baby et *al.*, 2010). De plus, *F. religiosa* est utilisée en médecine traditionnelle pour un large éventail de maladies du système nerveux central, le système endocrinien, le tractus gastro-intestinal, le système reproducteur, le système respiratoire et les troubles infectieux (Damanpreet et *al.*, 2011). De plus, *Ficus religiosa* est considérée comme convulsant (Singh et *al.*, 2009).

En Inde, en Chine et au Sri-Lanka, les fruits, les graines, les tiges et les écorces de *Ficus hispida* sont pris comme anti-émétique c'est-à-dire empêchant le vomissement (Sergio et *al.*, 2002).

C'est certainement à cause de la très grande utilisation des plantes du genre *Ficus* que plusieurs chercheurs s'y sont intéressés ces dernières années pour rechercher les principes actifs et justifier ou confirmer l'utilisation empirique de ces plantes.

### I.1.3 APERCU BOTANIQUE ET ETHNOBOTANIQUE DES ESPECES DU GENRE *ALBIZIA*

*Albizia ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. connu sous le nom vernaculaire de «Egouvouss» chez les «Ewondo» ou «Asseng Essak» chez les «Bulu», est une plante de la famille des Fabaceae, appartenant à l'ordre des fabales, à la classe des magnoliopsida et à la sous-classe des rosidea. Ceux-ci appartiennent à la division des magnoliophyta et rejoint le règne végétal. Le schéma 2 ci-dessous donne la position systématique de *Albizia ferruginea* (Parrotta, 2002).

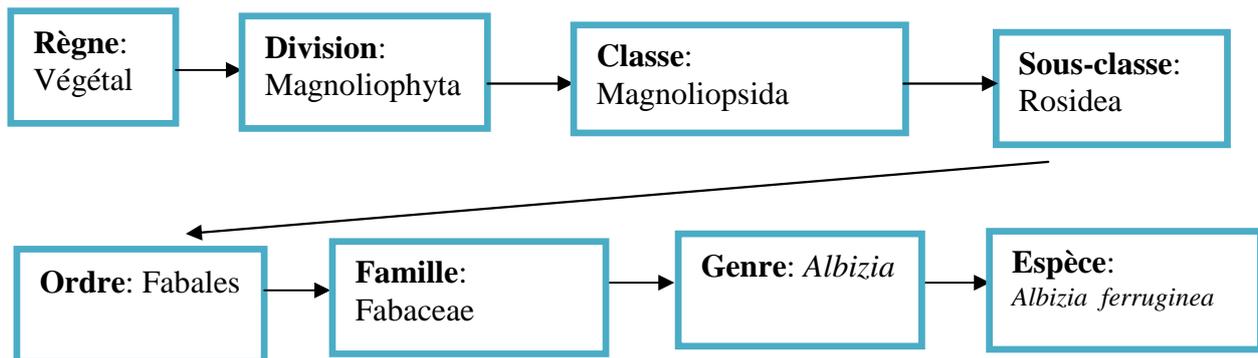


Schéma 2: Position systématique de *Albizia ferruginea*

#### I.1.3.1 GENERALITES SUR LES FABACEAE

La famille des légumineuses (Fabaceae) est la troisième plus grande famille de plantes à fleurs avec plus de 18.000 espèces décrites. Il n'est dépassé en taille que par la famille des orchidées (Orchidaceae, avec environ 20.000 espèces) et la famille du tournesol (Asteraceae, avec environ 24.000 espèces) (Parrotta, 2002). La famille inclut des herbes, des arbustes, des arbres, des lianes et des vignes répartis à travers le monde, en particulier dans la forêt tropicale. Le fruit est techniquement appelé une légumineuse ou pod. Il est composé d'un seul carpelle portant semence qui se fend le long de deux coutures. Les fruits de légumineuses viennent dans une grande variété de formes et de tailles, y compris les gousses indéhiscentes qui ne se fendent pas (Parrotta, 2002). Les feuilles sont généralement alternes et composées. Dans les Mimosoideae (comportant le genre *Albizia*) et Caesalpinioideae, elles sont communément bipinnates (par exemple, *Acacia*, *Mimosa*, *Albizia*). Les bords des feuilles sont entiers ou parfois dentelés. De nombreuses espèces ont des feuilles avec des structures qui attirent les fourmis qui protègent la plante contre les insectes herbivores (une forme de mutualisme). Dans certains *Acacia*, les stipules creux modifiés sont habitées par des fourmis (Hélène et al., 2006).

Les fleurs ont toujours cinq sépales généralement fusionnés et cinq pétales libres. Ils sont généralement hermaphrodites, et ont une courte hypanthe, généralement en forme de tasse. Il y'a normalement dix étamines et un ovaire supérieur allongé, avec un style incurvé. Ils sont généralement disposés en inflorescences. Les Fabaceae sont généralement des plantes entomophiles (c'est à dire qu'elles sont pollinisées par les insectes), et les fleurs sont généralement voyantes pour attirer les pollinisateurs (Hélène et *al.*, 2006).

Les fruits de la famille des Fabaceae ont des ovaires qui se développent le plus souvent dans les légumineuses. Un légume est un simple fruit sec qui, généralement, s'ouvre le long d'une couture sur deux côtés. Un nom commun pour ce type de fruit est un "pod", même si cela peut également être appliqué à un peu d'autres types de fruits. (Gurcharan, 2004).

Beaucoup de bactéries hôtes de Fabaceae dans leurs racines ont des structures appelées nodules racinaires. Ces bactéries, appelées rhizobiums, ont la possibilité de prendre de l'azote gazeux ( $N_2$ ) de l'air et de le convertir en une forme d'azote qui est utilisable à la plante hôte ( $NO_3$  ou  $NH_3$ ). Ce processus est appelé fixation de l'azote. La légumineuse, agissant comme un hôte et le rhizobium agissant en tant que fournisseur de nitrate utilisable, les deux formant une relation symbiotique (Gurcharan, 2010).

Il y a trois sous-familles dans la famille des Fabaceae (=Légumineuseae), qui sont Papilionoideae, Caesalpinioideae et Mimosoideae. Les membres de la sous-famille des Mimosoideae ont des fleurs à symétrie radiale, petites corolles discrètes et de nombreuses étamines voyantes. Cette sous-famille comprend *Acacia*, *Calliandra* (houppette), *Samanea* (monkeypod), *Prosopis* (Mesquite) et *Albizia* ou arbre de soie (Parrotta, 2002).

### **I.1.3.2 APERÇU BOTANIQUE SUR LE GENRE *ALBIZIA***

Le genre *Albizia* comprend environ 150 espèces, surtout des arbres et arbustes indigènes aux régions tropicales et subtropicales d'Asie et d'Afrique (Gurcharan, 2010). Les feuilles sont bipennées avec des tracts dans de nombreuses paires. Les fleurs sont dans les têtes globuleuses ou de pointes. Les étamines sont allongées, généralement blanc. Les corolles sont en forme d'entonnoir. Le fruit est indéhiscent et largement linéaire (Migahid, 1989).

### **I.1.3.3 APERÇU BOTANIQUE SUR *ALBIZIA FERRUGINEA***

*Albizia ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. est un grand arbre caducifolié atteignant 45 à 50 m de haut ; son fût est dépourvu de branches jusqu'à 22 à –30 m de haut, rectiligne et cylindrique, peut atteindre 100 ou 130 cm de diamètre. Il est dépourvu de contreforts ou

parfois avec des contreforts petits, épais, jusqu'à 1,5 m de haut ; son écorce est brun jaunâtre à gris foncé, rugueuse et écailleuse. Son écorce interne est fibreuse, jaunâtre à brun orangé, avec des bandes plus foncées et une gomme claire ou couleur de miel ; son cime en forme de dôme, est fortement branchue, avec des branches assez étalées et de jeunes rameaux à pubescence dense de couleur rouille (Twum-Ampofo, 2008).

Les feuilles sont alternes, composées et bipennées avec 3 à 7 paires de pennes. Les stipules sont subulées, caduques. Les pétioles de 3 à 4cm de long, avec une glande sessile au milieu de la face supérieure. Les rachis de 4 à 15 cm de long, à pubescence rouille. Les folioles sont au nombre de 6 à 14 paires par penne. Les sessiles sont elliptiques à oblongues, légèrement obliques, de 1 à 2,5 cm × 0,5 à 1 cm, arrondies à l'apex, densément pubescentes en dessous (Twum-Ampofo, 2008).

Les fleurs sont bisexuées, régulières, de 5-cm. Elles sont blanches à jaunes, sous-tendues par des bractéoles jusqu'à 7 mm de long. Les pédicelles atteignent jusqu'à 3 mm de long. Les calices de 3 à 6 mm de long, avec un long tube et des lobes courts, à pubescence dense de couleur rouille à l'extérieur. Les corolles de 9 à 13 mm de long, avec un tube d'environ 6 mm de long, à pubescence rouille à l'extérieur. Les étamines nombreuses, de 3 à 5,5 cm de long, unies en tube sur leur moitié inférieure. Les ovaires d'environ 3 mm de long, s'amincissent graduellement en un style jusqu'à 3 cm de long (Twum-Ampofo, 2008).

Les fruits sous formes de gousses oblongues sont aplaties de 15 à 24 cm × 3 à 5 cm, glabres, veinées transversalement, brun jaunâtre à maturité, s'ouvrent par 2 valves papyracées et renferment une dizaine de graines (Twum-Ampofo, 2008).

Les graines sont sphériques à ellipsoïdes aplaties, de 7 à 10 mm × 4,5 à 8 mm (Twum-Ampofo, 2008). Le plantule à germination épigée et l'hypocotyle de 4 à 6 cm de long. Les cotylédons d'environ 1 cm de long, sont épais et charnus, arrondis, précocement caducs. Les 2 premières feuilles sont opposées dont l'une composée pennée et l'autre composée bipennée (Twum-Ampofo, 2008).



Arbre



Feuilles

**Figure 3: Parties de *A. ferruginea* (Photo: KAMGA, Février 2013 à Mvolyé, Région du centre Cameroun**

#### **I.1.3.4 QUELQUES USAGES DES ESPECES DUGENRE *ALBIZIA***

Une revue de la littérature actuelle a révélé que certaines plantes appartenant au genre *Albizia* ont de grandes vertus médicinales (Lu et al., 2006). En effet:

Le bois d'*Albizia ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. est connu sous les noms commerciaux d'Iatandza (Gabon), Awiemfosamina (Ghana) et Musase (Liberia). Il est employé pour la construction, la parqueterie légère et lourde, les escaliers, les meubles, l'ébénisterie, la menuiserie, le tournage, les ustensiles (par ex. mortiers), la sculpture, les bois lamellés-collés et les placages. Il convient également pour la charpente, les bois de mine, la carrosserie, les jouets et articles de fantaisie, les instruments de musique, les traverses de chemin de fer et la caisserie. Dans le sud-est de la République Démocratique du Congo, il est couramment utilisé pour la production de charbon de bois (Twum-Ampofo, 2008).

*Albizia ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. est planté comme arbre d'ombrage ornemental et comme arbre d'alignement. Sa litière de feuilles améliore le sol, et il fait l'objet d'essais en agroforesterie pour l'ombrage et le paillage. Son feuillage est brouté par les chèvres. Les feuilles sont parfois employées pour le lavage des vêtements. Les fleurs produisent un nectar qui est récolté par les abeilles. Les rameaux sont utilisés comme baguettes pour allumer le feu (Twum-Ampofo, 2008). L'écorce de *A. ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. est employée en médecine traditionnelle. Ainsi, une décoction est administrée pour traiter la dysenterie, les affections bronchiales et les douleurs causées par la fièvre, et en application externe elle sert à soigner les plaies, les boutons et autres affections de la peau. On l'emploie aussi comme vermifuge. Une macération d'écorce est absorbée par voie buccale et appliquée comme lotion pour soigner la jaunisse. Des décoctions de feuilles sont employées par voie externe pour traiter les maux de tête, et en lotion ou en inhalation de vapeur contre la fièvre (y compris le paludisme) et les maux de dents ; on les applique aussi en lotion pour tuer les poux de tête. Une macération de feuilles est administrée en lavement pour provoquer l'avortement. L'écorce est également employée en médecine vétérinaire. Au Cameroun, l'écorce des racines et la gomme provenant de l'écorce du tronc sont employées dans la préparation de poison de flèches. Les feuilles servent de poison de pêche en Centrafrique (Twum-Ampofo, 2008).

Une étude récente a montré que l'extrait méthanolique des feuilles de *Albizia ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. possède une activité anti-typhoïde et ne possède pas d'effet de toxicité aiguë sur des animaux (souris) avec une dose de 5000mg/kg. Ainsi, l'extrait des feuilles de la plante a exhibé une activité inhibitrice contre *Salmonella typhi* avec une CMI de

1000µg/ml. prouvant que cet extrait est efficace comme anti-typhoïde mandataire, contre *Salmonella typhi* sur des souris infectées par des parasites typhoïde (Sarkiyayi et al., 2011).

Ce faisant, des études phytochimiques sur les espèces des genres *Ficus* et *Albizia* montrent qu'elles possèdent plusieurs classes de métabolites secondaires.

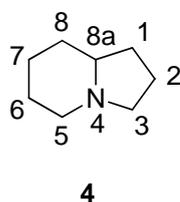
## I.2 TRAVAUX CHIMIQUES ANTERIEURS SUR LES ESPECES DES GENRES *FICUS* ET *ALBIZIA*

Les études chimiques antérieures effectuées sur les espèces du genre *Ficus* et *Albizia* ont permis d'isoler des métabolites secondaires appartenant à plusieurs classes dont les principales sont :

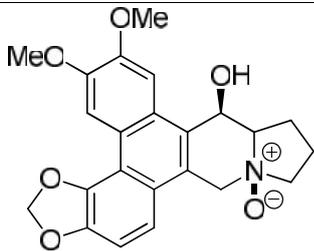
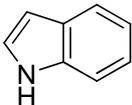
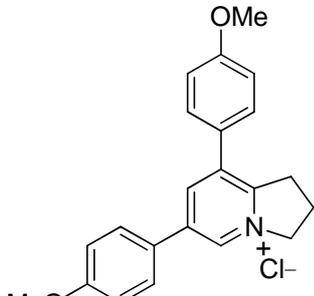
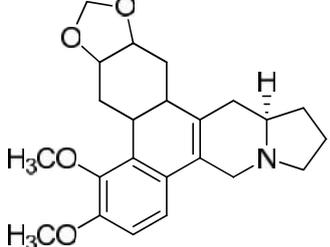
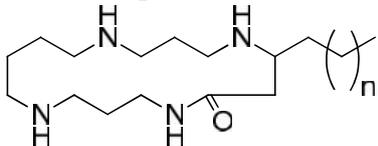
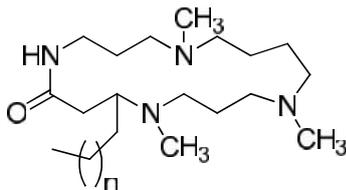
- Les alcaloïdes
- Les flavonoïdes
- Les stéroïdes
- Les tocophéroïdes
- Les coumarines
- Les triterpénoïdes
- Les céramides
- Les saponines

### I.2.1 LES ALCALOÏDES

Le terme alcaloïde désigne les substances naturelles réagissant comme des bases (Bruneton, 1993). On peut aussi considérer les alcaloïdes comme des composés organiques d'origine naturelle, azoté, plus ou moins basique et doué à faible dose, de propriétés pharmacologiques marquées. La plupart des alcaloïdes sont issus biogénétiquement des acides aminés en C<sub>4</sub> (ornithine) et C<sub>5</sub> (lysine) (Bruneton, 1993). Les alcaloïdes isolés du genre *Ficus* sont en majorité de type phénanthroindolizidinique (**4**) (Baumgartner et *al.*, 1990; Damu et *al.*, 2005; Sanchez et *al.*, 2002), tandis que ceux isolés du genre *Albizia* sont de type spermine et sont caractérisés par la présence d'un cycle lactame macrocyclique, formée par combinaison de la base avec des acides gras à longue chaîne ou l'acide cinnamique et ses dérivés (Hesse et *al.* , 2001). Le **tableau II** suivant donne quelques alcaloïdes isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.



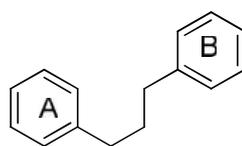
**Tableau II: Quelques alcaloïdes isolés des plantes des genres *Ficus* et *Albizia*.**

Structures	Activités biologiques	Sources et références
 <p>(5) Ficuseptine N</p>	<p>Activités cytotoxiques significatives contre les lignées cellulaires L-1210, P-388, A549 and HCT-8</p>	<p><i>Ficus septica</i> (Damu et al., 2009)</p>
 <p>(6) Indole</p>		<p><i>F. carica</i> (Johns et al., 1965)</p>
 <p>(7) Ficuseptine</p>		<p><i>F. septica</i> (Baumgartner et al., 1990)</p>
 <p>(8) Ficuseptine A</p>		<p><i>F. septica</i> (Amoora et al., 2005)</p>
 <p>(9) n = 11 Budmunchiamine L4 (10) n = 13 Budmunchiamine L 5</p>	<p>Inhibe l'enzyme plasmepsine II paludéen</p>	<p><i>A. adinocephala</i> (Ovenden et al., 2002)</p>
 <p>(11) n = 9=budmunchiamine A (12) n =7=budmunchiamine B (13) n =11=budmunchiamine C</p>	<p>Activités bactéricide et antiplaquettaires</p>	<p><i>A. amara</i> (Mar et al., 1991)</p>

Les alcaloïdes présentent des activités biologiques importantes : cytotoxiques, antibactériennes, antifongiques, anti-inflammatoires...etc (Bruneton, 1993).

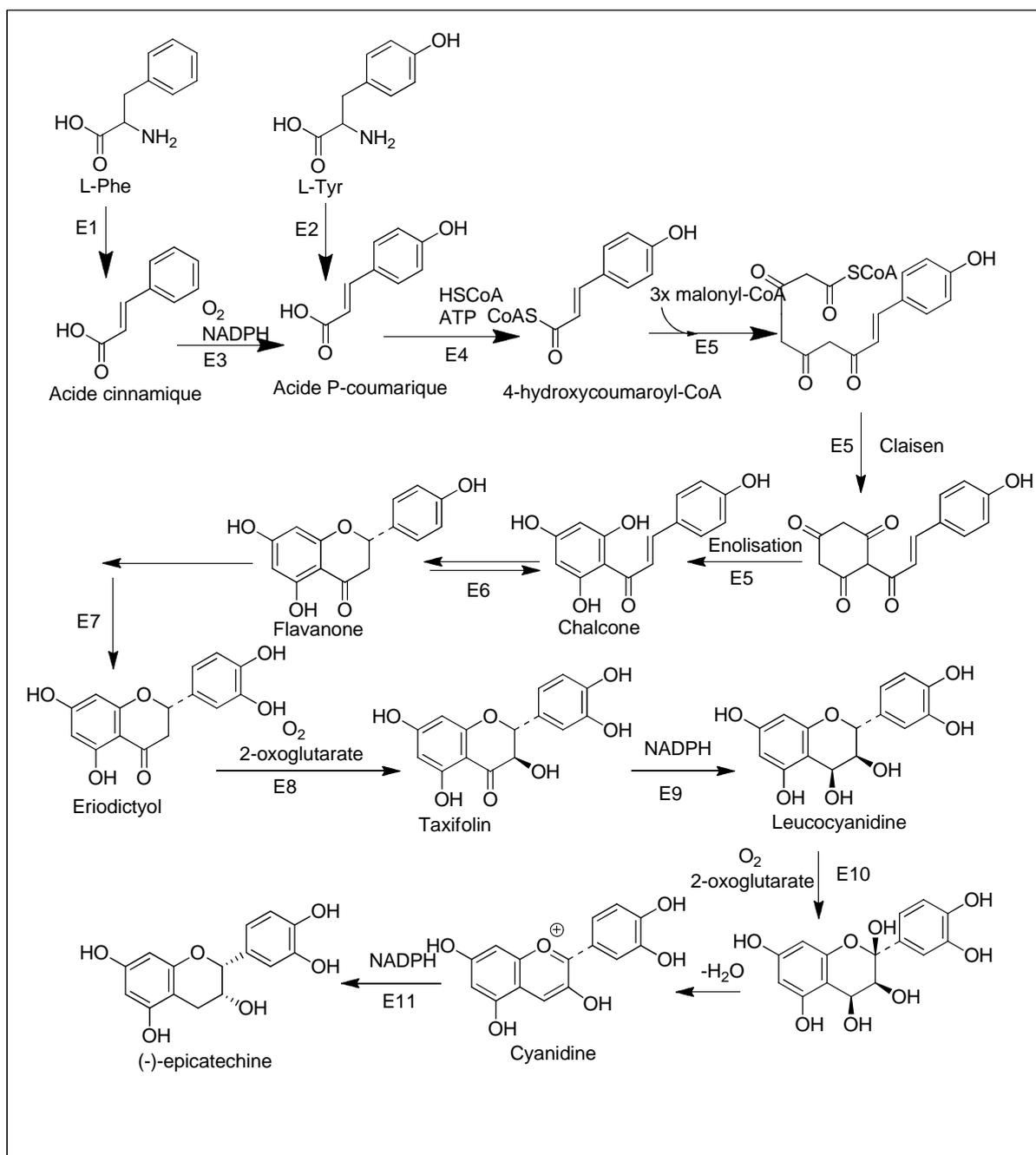
## I.2.2 LES FLAVONOÏDES

Les flavonoïdes constituent un groupe de composés responsables de la coloration des fleurs, des fruits et parfois des feuilles (Bruneton, 1993). Ils comptent une douzaine de classe, ce qui pourrait expliquer leur grande répartition dans le règne végétal. Le squelette de base comporte quinze atomes de carbone. Ils ont une origine biosynthétique commune et possède de ce fait le même élément structural de base à savoir, l'enchaînement C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> correspondant à la diphenylpropane **14** (Bruneton, 1993).



**14**

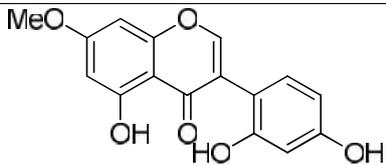
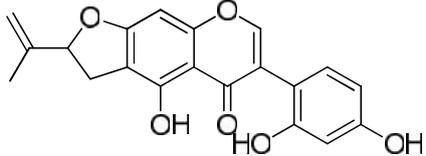
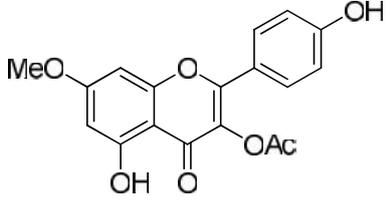
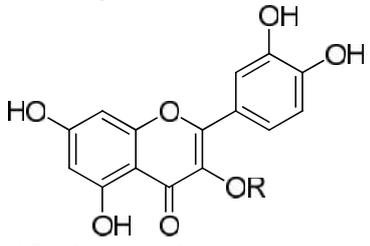
Les flavonoïdes constituent un groupe de produits naturels jouant un rôle important dans la croissance, le développement et la défense de la plante contre les effets néfastes des microorganismes (Dixon et Steele, 1999; Gonzalez et Rosazza, 2004). Ils sont également des composants importants dans l'alimentation de l'homme où ils interviennent comme des antioxydants en captant les radicaux libres provenant des peroxydes (Gonzalez et Rosazza, 2004; Pietta 2000). Biosynthétiquement, les flavonoïdes dérivent de la condensation de la P-coumaryl CoA (noyau B) et de trois unités de malonyl CoA (noyau A) sous l'action d'une enzyme, la chalcone synthétase (CHS) (Bruneton, 1993; Gonzalez et Rosazza 2004). Le P-coumaryl CoA dérive de l'acide shikimique qui se transforme en phénylalanine puis en acide cinnamique sous l'action de la phénylalanine ammonialyase (Pietta 2000; Woheller et Forkmann, 1998). La cyclisation de la chalcone fournit le cycle central pyranique C. Les autres classes de flavonoïdes proviennent de diverses réactions enzymatiques. Le **schéma 3** résume la biosynthèse des flavan-3-ol (Chemler et *al.*, 2007).



**Schéma 3: Biosynthèse des flavan-3-ol. Cas de la (-)-épicatchine**

Abbreviation: E1, phenylalanine ammonia-lyase (PAL), E2, tyrosine ammonia-lyase (TAL), E3, cinnamate 4-hydroxylase, E4, 4-coumaroyl: CoA-ligase, E5, chalcone synthase (naringenin-chalcone synthase), E6, chalcone isomerase, E7, Flavonoid 3'-hydroxylase, E8, flavonone 3-hydroxylase, E9, dihydroflavanol 4-reductase, E10, anthocyanidin synthase (leucoanthocyanidin dioxygenase), E11, anthocyanidin reductase. HSCoA, Coenzyme A. L-Tyr, L-tyrosine, L-Phe, L-phenylalanine.

**Tableau III: Quelques flavonoïdes isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.**

Structures	Activités biologiques	Sources et références
 <p>(15) 5,2',4'-trihydroxy-7-methoxyisoflavone</p>	Activité antimicrobienne	<i>Ficus ovata</i> (Kueté et al., 2009)
 <p>(16) 6,7-(2-isopropenyl)-5,2',4'-trihydroxyisoflavone</p>		
 <p>(17) 3-acetyl-5,4'-dihydroxy-7-methoxyflavone</p>		<i>Ficus hirta</i> (Ji et al., 2010)
 <p>(18) R= -L-rhamnopyranoside = quercetine  (19) R= -D-glucopyranoside= isoquercetine</p>	Activité sédatrice	<i>Albizia julibrissin</i> (Kang et al., 2000)

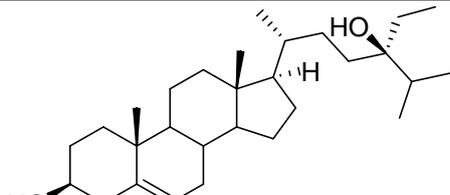
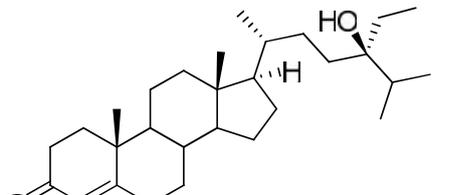
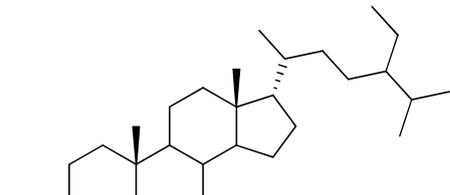
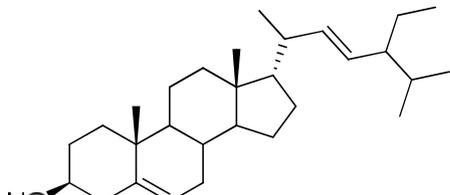
Les flavonoïdes sont des composés doués de propriétés anti-allergiques, hépatoprotectrices, antispasmodiques, diurétiques, antibactériennes, antivirales et rarement cytostatiques (Bruneton, 1993). La principale activité attribuée aux flavonoïdes est celle de la « vitamine P ». Potentiellement veino-actifs, ils diminuent la perméabilité capillaire et renforcent leur résistance (Bruneton, 1993).

### I.2.3 LES STEROÏDES

Les stéroïdes forment un groupe de métabolites secondaires très répandu chez les végétaux comme chez les animaux. Ils se trouvent dans les végétaux sous forme libre, d'ester ou d'éther (Bruneton, 1993). Parmi eux, on retrouve les composés importants tels que les

hormones de reproduction, les corticoïdes, les glucosides cardiotoniques, les amines stéroïdiennes et les acides biliaires (Bruneton, 1993). Les stéroïdes sont biosynthétisés par voie mévalonique. La synthèse débute avec l'acétyl CoA et aboutit au squalène, lequel est par la suite cyclisé (Bruneton, 1993). Le **tableau IV** suivant donne quelques stéroïdes isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.

**Tableau IV: Quelques stéroïdes isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.**

Structures	Sources et références
 <p data-bbox="188 817 614 884"><b>(20)</b> (24S)-stigmast-5-en-3,24-diol</p>	<i>Ficus pumila</i> (Kitajima et al., 1998)
 <p data-bbox="188 1108 638 1176"><b>(21)</b> (24S)-24-hydroxystigmast-4-en-3-one</p>	
 <p data-bbox="188 1444 558 1556"><b>(22)</b> R=H -sitostérol <b>(23)</b> R= Glc Glucoside de - sitostérol</p>	Racines de <i>F. beecheyana</i> (Lee et al., 2004)
 <p data-bbox="188 1780 422 1809"><b>(24)</b> stigmastérol</p>	Racines de <i>F. beecheyana</i> (Lee et al., 2004)

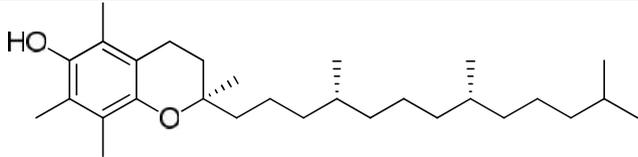
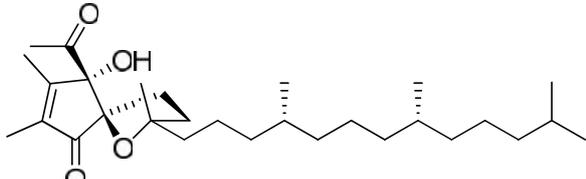
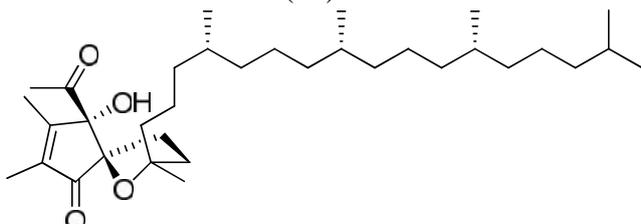
Les stéroïdes présentent plusieurs propriétés pharmacologiques. C'est ainsi que le - sitostérol (**22**) et le stigmastérol (**24**) sont des matières premières dans la production des médicaments stéroïdiens (contraceptifs, anti-inflammatoire, anabolisant, etc.) (Bruneton,

1993). Le  $\alpha$ -sitostérol (22) joue un rôle essentiel dans la régulation du taux de cholestérol sanguin, il atténue l'hypertrophie bénigne de la prostate et est très réactif contre le venin du serpent (Welter et al., 2000).

## I.2.4 LES TOCOPHEROÏDES

Dans ce groupe on distingue principalement les tocophérols qui sont des dérivés prénylés du benzodihydropyrane à chaîne latérale saturée et d'autres dérivés tels que les tocospiro (Bruneton, 1993). Les tocophéroïdes constituent ce que certains appellent la vitamine E qui est un antioxydant naturel et qui s'oppose aux phénomènes oxydatifs. Le **tableau V** suivant nous donne quelques tocophéroïdes isolés de *Ficus microcarpa*.

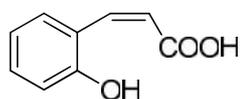
**Tableau V: Quelques tocophéroïdes isolés de *Ficus microcarpa* (Yi-Ming et al., 2003)**

Structures	Noms
 <p>(25)</p>	-tocophérol
 <p>(26)</p>	-tocospiro A
 <p>(27)</p>	-tocospiro B

L'acétate de  $\alpha$ -tocophérol est utilisé pour le traitement et la prévention de la carence en vitamine E (Bruneton, 1993). Il est aussi proposé comme adjuvant du régime diététique chez les patients atteints d'hyperlipoprotéinémie et ne justifiant pas un traitement hypolipidémiant (Bruneton, 1993). Dans l'industrie agro-alimentaire, les tocophérols sont autorisés comme anti-oxygènes (Bruneton, 1993).

## I.2.5 LES COUMARINES

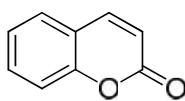
Le mot coumarine dérive de « coumarou », nom vernaculaire Sud-Américain tiré de *Dypteryx odorata* Willd encore appelé fève de Tonka d'où fût isolée la première coumarine en 1820 (Bruneton, 1993). Les coumarines sont les 2H-1-benzopyran-2-one qui sont des lactones des acides *O*-hydroxy-2-cinamique **28** (Bruneton., 1993).



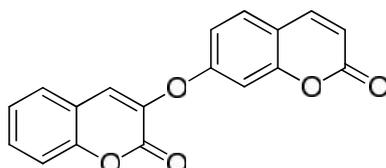
**28**

On les retrouve dans un grand nombre de familles de plantes parmi lesquelles les Astéraceae, les Rutaceae et les Moraceae (Bruneton, 1993). Il existe 4 grandes classes de coumarines :

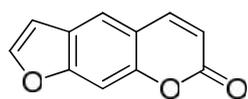
- Les coumarines simples (**29**)
- Les dimères de coumarines (**30**)
- Les furanocoumarines (**31**)
- Les pyranocoumarines (**32**)



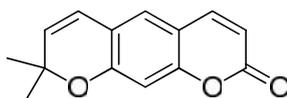
**29**



**30**



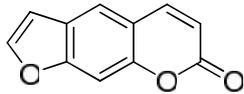
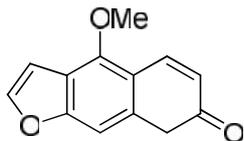
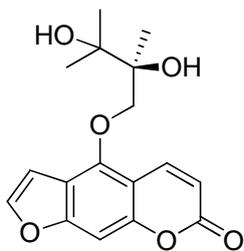
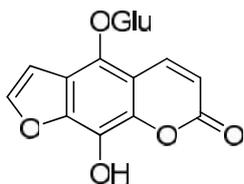
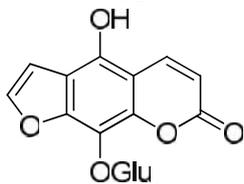
**31**



**32**

La plupart des coumarines déjà isolées du genre *Ficus* appartiennent à la classe des furanocoumarines dont quelques-unes sont représentées dans le **tableau VI** suivant.

**Tableau VI: Quelques coumarines isolées du genre *Ficus***

Structures	Sources et références
 <p>(33) Psoralène</p>	<i>Ficus carica</i> (Shai et al., 2001)
 <p>(34) Bergaptène</p>	<i>Ficus carica</i> (Shai et al., 2001)
 <p>(35) Oxypeucedanine hydrate</p>	<i>Ficus exasperata</i> (Dongfack et al., 2012)
 <p>(36) 5-O- -D-glucopyranosyl-8-hydroxypsoralène</p>	<i>Ficus ruficaulis</i> (Mau-Sun et al., 2005)
 <p>(37) 8-O- -D-glucopyranosyl-5-hydroxypsoralène</p>	

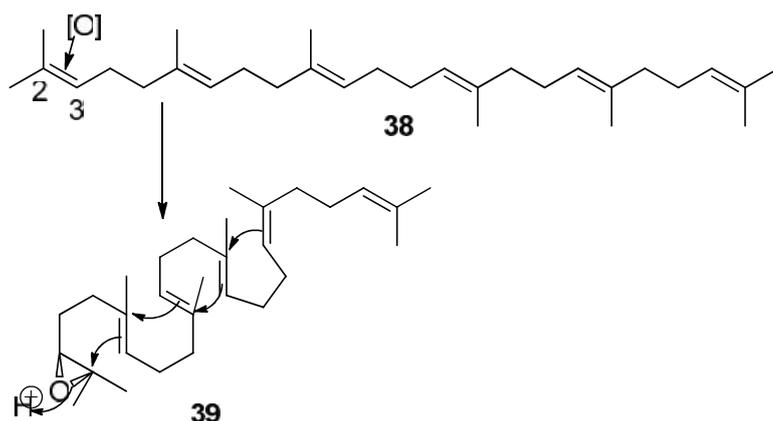
Les coumarines et les furanocoumarines sont sédatives (Ambassa, 2007). Elles produisent des effets spasmodiques, bactériostatiques et anticoagulants (Bruneton, 1993,

O’Kennedy, 1997). Elles sont hyperthermisantes et hypotensives (O’Kennedy, 1997). Elles élargissent les vaisseaux, calment la douleur ; ce sont des adjuvants utilisés comme additifs dans l’alimentation et les produits cosmétiques (O’Kennedy, 1997). La toxicité des coumarines et des furanocoumarines s’expriment par voie transcutanée (Cardose et al., 2002). En effet, les furanocoumarines telles que le psoralène (**33**) et le bergaptène (**34**) sont des composés photosensibles utilisés couramment dans le traitement du psoriasis, du vitiligo et d’autres maladies de la peau (Ambassa, 2007 ; Cardose et al., 2002 ). Certains de ces composés peuvent interagir avec l’ADN de l’épiderme, absorbant l’énergie (Cardose et al., 2002). Cette utilisation ne va pas sans inconvénient. En effet l’injection ou l’application de ces composés peut provoquer des enflures, des rougeurs, des lésions de l’épiderme et dans certains cas le cancer de la peau (Cardose et al., 2002). Généralement, la quantité de psoralène (**33**) et de bergaptène (**34**) est utilisée comme index de phototoxicité d’une plante (Cardose et al., 2002). Baskin et *al.* ont démontré que les dérivés du psoralène ont des propriétés antibactériennes et antifongiques (Ambassa, 2007).

## **I.2.6 LES TRITERPENES**

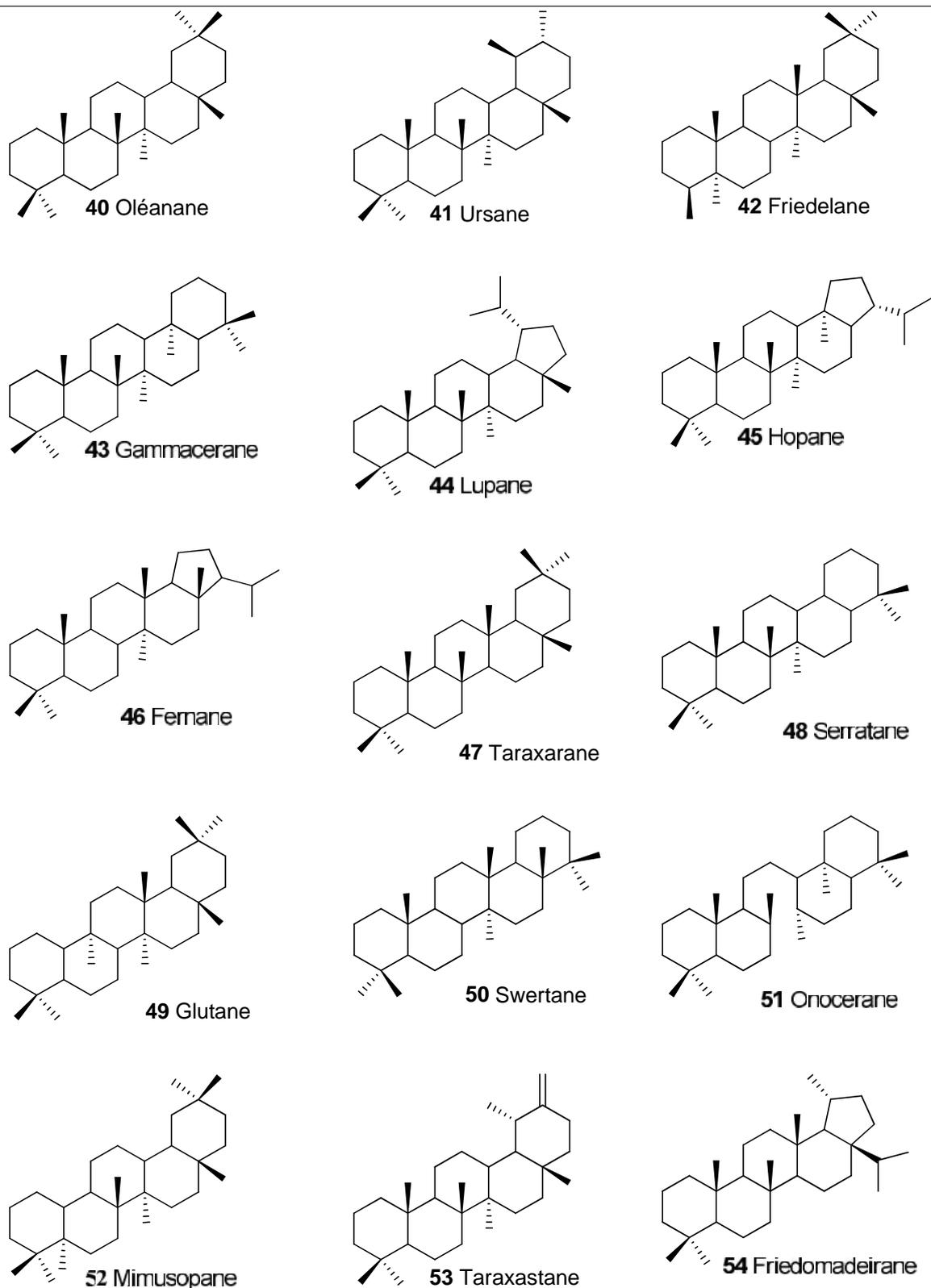
Les triterpènes constituent une classe importante de terpenoïdes avec plus de 4000 composés regroupés dans au moins 40 types squelettiques (Seigler, 1998). Suivant l’échelle de distribution de la flore marine et terrestre, ils sont aussi biosynthétisés par des bactéries non photosynthétiques et sont également retrouvés dans des échantillons géologiques. En dépit de l’ubiquité, seules les plantes supérieures ont une capacité considérable à produire des triterpènes. Dans les plantes et les animaux, les triterpènes sont des constituants importants des membranes cellulaires et des précurseurs des stéroïdes (Mahato et *al.*, 1997).

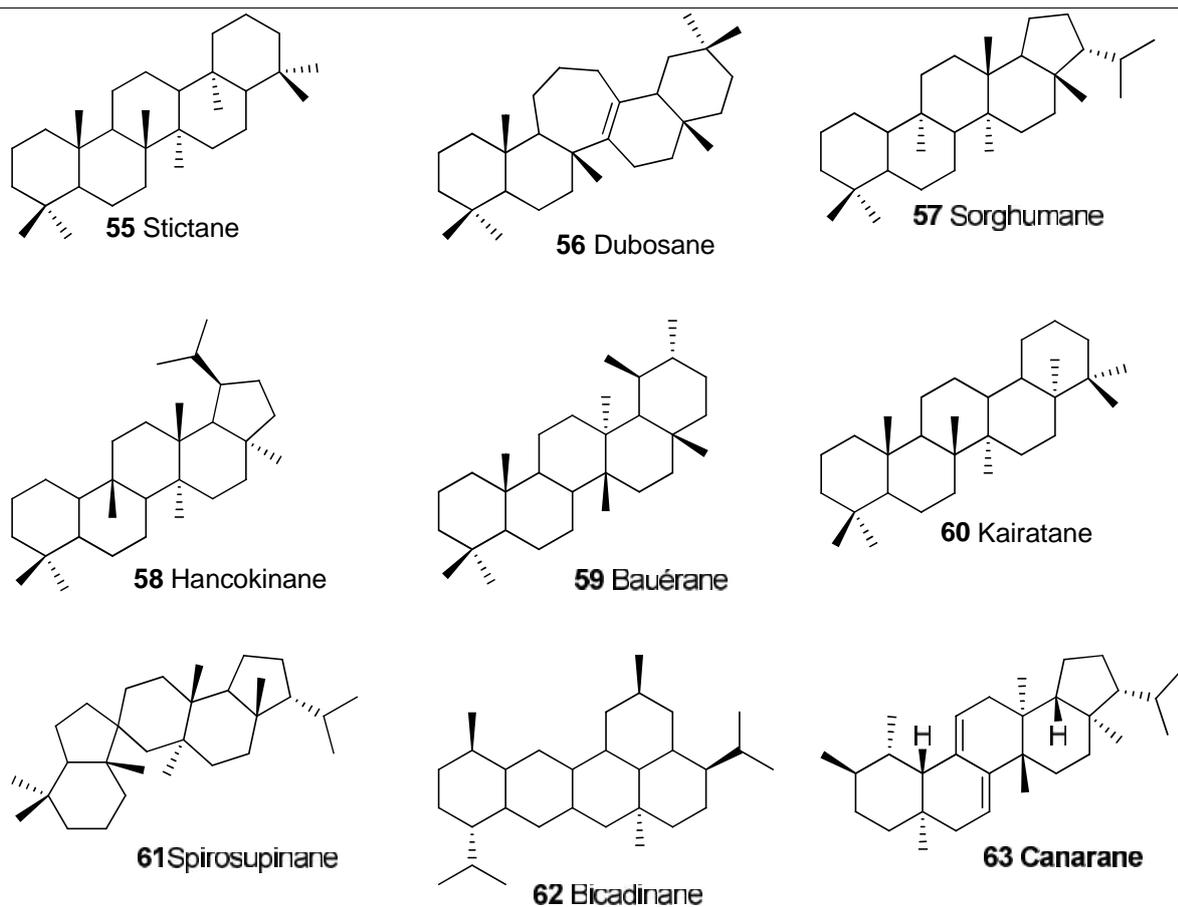
Les triterpènes sont des composés en C<sub>30</sub> issus de la cyclisation du squalène (**38**) ou du 3S-2,3-époxy-squalène **39** (Bruneton, 1993). Ils sont presque toujours hydroxylés en C<sub>3</sub> du fait de l’ouverture de l’époxyde et présentent une forte unité structurale (Bruneton, 1993). Les différences majeures sont d’ordre configurationnels et liés à la conformation adoptée par l’époxy-squalène ou du squalène avant la cyclisation (Bruneton., 1993), et ils sont des composés offrant une grande gamme de substances naturelles, ceci dû à leur origine biosynthétique



La cyclisation ou non du squalène donne différentes sous-classes. C'est ainsi qu'il existe les triterpènes acycliques, monocycliques, bicycliques, tricycliques, tétracycliques, pentacycliques. Ces cyclisations, lorsqu'elles sont incomplètes donnent lieu aux triterpènes monocycliques, bicycliques ou aux triterpènes tétracycliques et lorsqu'elles sont complètes, on obtient des triterpènes pentacycliques (Wansi, 2000). La plupart des triterpènes isolés du genre *Ficus* appartiennent à la classe des triterpènes pentacycliques. Ces derniers sont classés en 24 groupes structuraux qui sont illustrés dans le **tableau VII** et tous ces groupes sont formés de cinq cycles généralement notés A, B, C, D et E (Mahato et Kundu 1994, Wafo et *al.*, 2010).

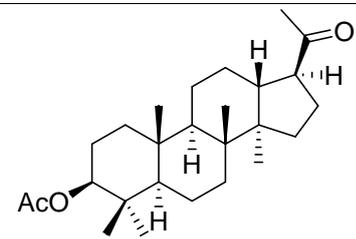
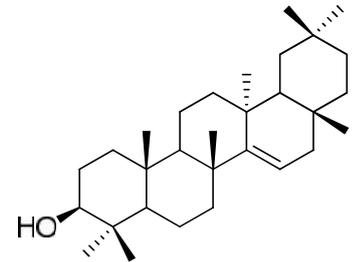
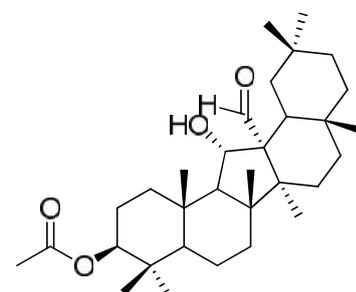
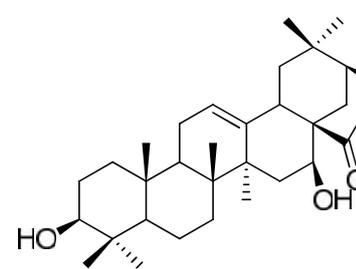
**Tableau VII: Différents groupes structuraux des triterpènes pentacycliques (Mahato et Kundu, 1994; Wafo et al., 2010; Kamdem et al., 2011).**

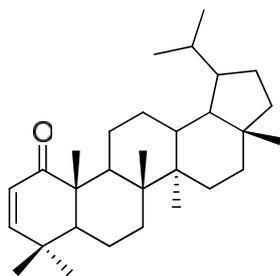




Le **tableau VIII** suivant présente quelques triterpènes pentacycliques isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.

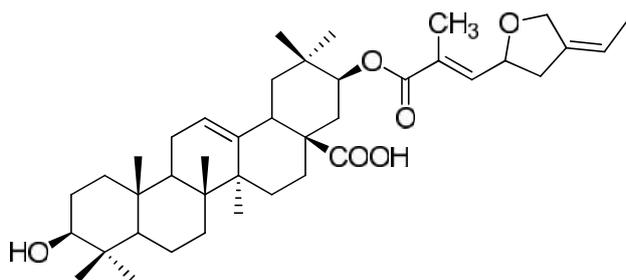
Tableau VIII: Quelques triterpènes isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.

Structures	Sources et références
 <p>(64) 3 -acetoxy-22,23,24,25,26,27-hexanor-dammaran-20-one</p>	<p><i>Ficus pumila</i> (Katajima et al., 1999)</p>
 <p>(65) Taraxerol</p>	<p><i>Ficus macrocarpa</i> (Chiang et al., 2005)</p>
 <p>(66) 3 -acetoxy-11 -hydroxy-11(12f13)abeooleanan-12-al</p>	<p><i>Ficus microcarpa</i> (Yi-Ming et al., 2002)</p>
 <p>(67) Acide lactone acacique</p>	<p><i>Albizia versicolor</i> (Rukunga et Waterman, 2001)</p>



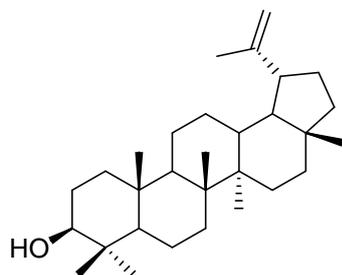
(68) Lupenone

*Albizia versicolor*  
(Rukunga et  
Waterman, 2001)



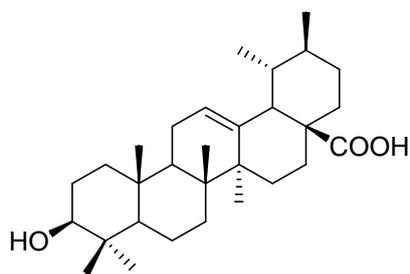
(69) Acide 21-[4-(ethylidene)-2-tétrahydrofuranmethacryloyl] mechaerinique

*Albizia julibrissin* (Woo  
et  
Kang, 1984)



(70) Lupéol

*Albizia adianthifolia*  
(Tamokou et *al.*, 2012)  
Activites anti-oxydant et  
antimicrobienne



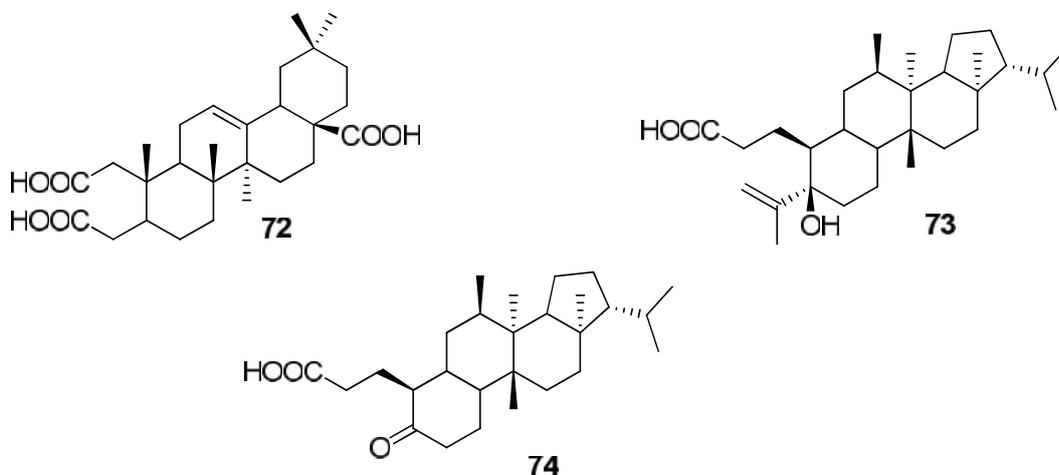
(71) Acide ursolique

*Ficus macrocarpa*  
(Chiang et *al.*, 2005)

Les triterpènes jouent un rôle important dans la physiologie des plantes. Ils présentent des activités antibactériennes, anti-inflammatoires, cytotoxiques, antiulcéreuses, antivirales,

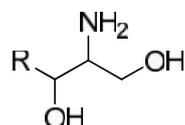
antifongiques (Bass, 1985). Il a été prouvé que l'acide ursolique (**71**) est un agent anti-inflammatoire, antiarthritique, antiulcéreux et hypolipidémiques (Bass, 1985).

L'activité biologique des triterpènes pentacycliques à cycle A séco tel que l'acide 2,3-sécooléan-12-ène-2,3,28-trioïque (**72**) a été étudiée par Bass et à l'issue de ces travaux, il a été démontré que ces composés constituent des défenses pour les plantes contre les prédateurs et les microorganismes pathogènes (Bass, 1985). Ce sont également des antibactériens, des anti-inflammatoires. Ils ont des propriétés antiseptiques, cytotoxiques et sont des agents toniques (Bass, 1985). Les acides dorsténiques A (**73**) et B (**74**) ont montré une activité cytotoxique sur les cellules promyélocytiques leucémiques (Jung, 2004).



### I.2.7 LES CÉRAMIDES ET LES CÉRÉBROSIDES

Les céramides et les cérébrosides sont des composés de la famille des sphingolipides. Les sphingolipides sont des lipides complexes dérivés des sphinganine ou des sphing-4-énines, plus connus sous le nom de sphingosines. Ces deux derniers dérivent eux-mêmes de la condensation d'un acide gras et de la sérine (Fahy et *al.*, 2005). Les sphinganine et les sphingosines ont pour formule semi-développée générale.



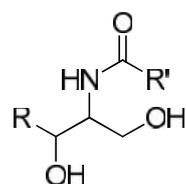
R= chaîne acyle saturée ou non

Ils existent environ neuf sous-classes de sphingolipides: les sphing-4'-énines ou sphingosines, les céramides, les phosphosphingolipides, les glycosphingolipides neutres, les glycosphingolipides acides, les glycosphingolipides basiques et les glycosphingolipides amphotères. Les arsénosphingolipides et les sphingolipides sont les constituants essentiels des membranes cellulaires. Ils jouent un rôle de messenger qui régule la prolifération, la survie et la

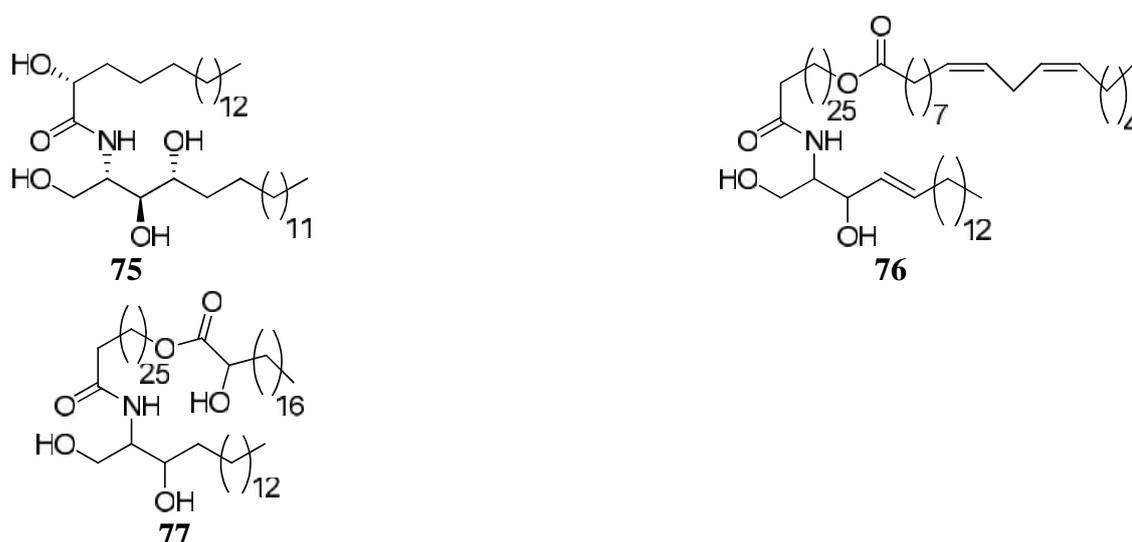
mort de la cellule (RC consultée le 2 avril 2009). Elles trouvent leurs applications dans les produits cosmétiques, ceci dans le but de prévenir et d'atténuer le vieillissement cutané. (Coderch et al., 2003). Les cérebrosides quant à eux présentent un large spectre d'action lié à la nature amphipathique de la molécule (Tan et al., 2003).

### I.2.7.1 Les Céramides

Les céramides sont des précurseurs des sphingolipides (RC consultée le 2 avril 2009 à 9h20). Ils sont composés d'une base sphingosine à longue chaîne et d'un acide gras lié par une liaison amide à l'azote de cette base (RC consultée le 2 avril 2009 à 9h20). La formule générale des céramides est:



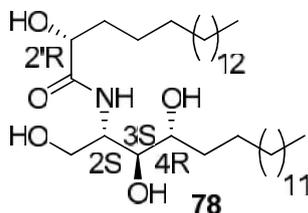
Le groupe N-acyl de l'acide gras peut être non-hydroxylé ou -hydroxylé (75). Il peut contenir un groupe hydroxyle terminal, lequel est libre ou estérifié par un acide linoléique (76) ou par un acide hydroxylé en position-2 (77). Les bases du règne animal diffèrent de celles du règne végétal par la présence d'un groupe hydroxyle en position-4 (RC consultée le 2 avril 2009 à 9h20)



### I.2.7.2 Nomenclature des céramides

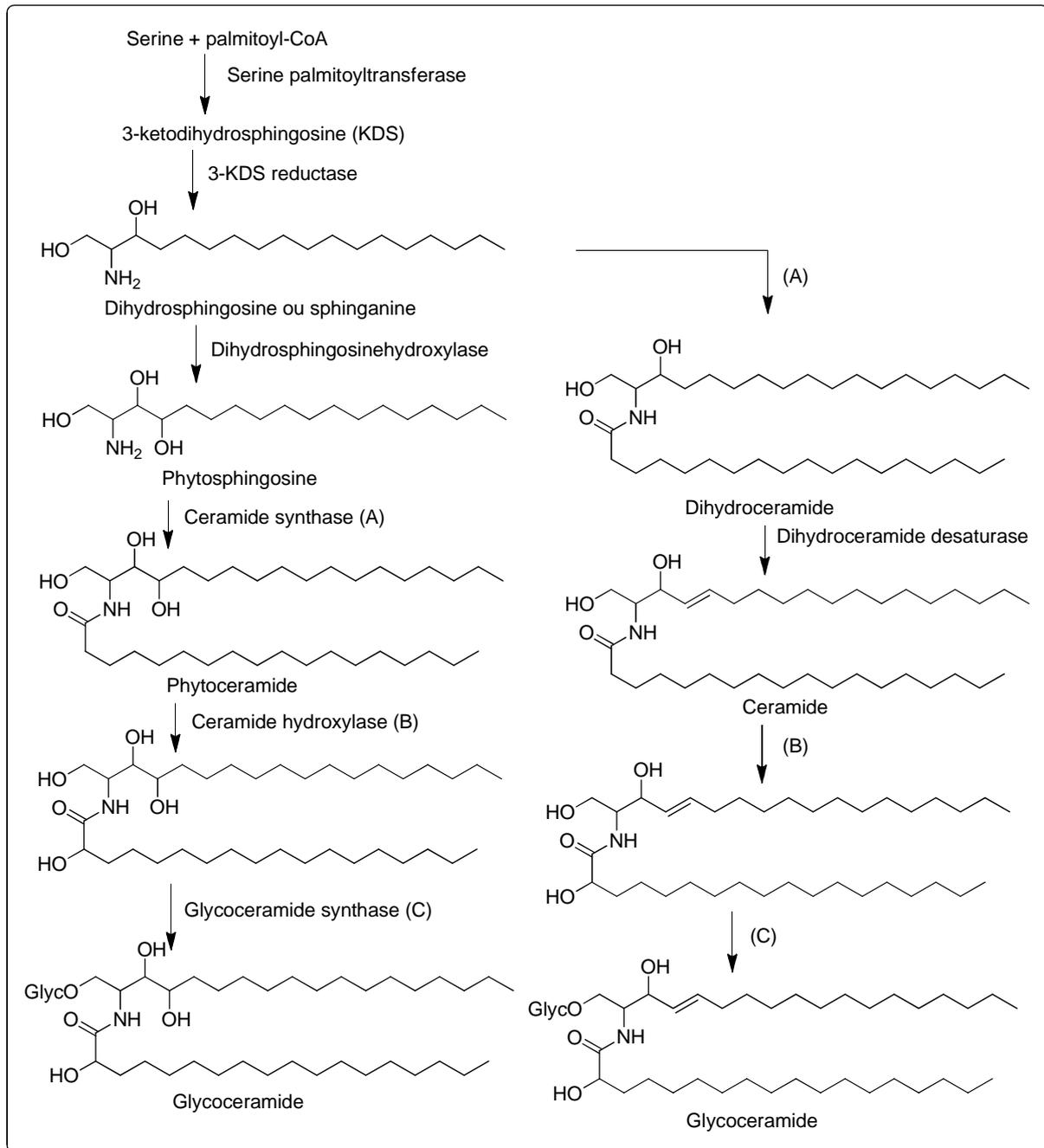
Les céramides sont nommées en considérant la chaîne amino-alcool comme chaîne principale et celle de l'acide gras comme substituant. Par exemple une céramide contenant la (2R)-2-hydroxyoctadécanoïque comme acide gras et la (2S,3S,4R)-2-aminooctadécane-1,3,4-triol comme sphinganine sera nommée (2S,3S,4R)-2-[(2R)-2'-

hydroxyoctadecanoylamino]octadecane-1,3,4-triol ou encore (2*S*,3*S*,4*R*)-2*N*-[(2*R*)-2'-hydroxyoctadecanoyl]octadecane-1,3,4-triol (**78**) (Ishii et al., 2006; Li Guan et al., 2006).



### I.2.7.3 Biosynthèse des céramides.

La biosynthèse des céramides débute par la condensation du palmitoyl-coenzyme A avec la sérine pour donner la 3-cétodihydrosphingosine. Cette réaction est catalysée par la sérine palmitoyltransferase. Par la suite, la 3-cétodihydrosphingosine est réduite en dihydrosphingosine. La dihydrosphingosine ou sphingonine subit une acétylation catalysée par la dihydrocéramide synthase pour donner la dihydrocéramide. La réaction finale est catalysée par la dihydrocéramide désaturase pour donner la céramide (**Schéma 4**) (Hanada et al., 2005; Li Guan et al., 2006 et Beckmann et al., 2003).



**Schéma 4: Biosynthèse des céramides et cérébrosides (Sandjo, 2013)**

#### I.2.7.4 Intérêt biologique des céramides

Biologiquement, certaines céramides jouent un rôle important dans le fonctionnement des cellules car ils servent de texture des membranes cellulaires et par conséquent, agissent comme médiateurs biologiques des processus tels que l'activation, l'agglutination, la communication intracellulaire (Barrett et *al.*, 2000). Ils interviennent entre autre dans la régulation de la différenciation cellulaire et de l'apoptose (processus par lequel une cellule provoque activement sa propre mort), ainsi que dans la transformation et la prolifération des cellules (RC consultée le 2 avril 2009 à 9h20). Ce processus de mort auto-programmée est

normal dans le cadre d'un développement régulier de l'organisme puisqu'il assure l'homéostasie des tissus. Mais en cas de dérèglement du système cellulaire, l'apoptose peut entraîner des pathologies graves telles que le cancer, le diabète, les neuropathies, la maladie d'Alzheimer, la maladie de Parkinson et les athéroscléroses (RC consultée le 2 avril 2009 à 9h20). Les céramides sont également utilisées dans le but de prévenir ou d'atténuer le vieillissement cutané (RC consultée le 2 avril 2009 à 9h).

De par leur implication dans le cancer, les sphingolipides et les céramides ont particulièrement attiré l'attention des chercheurs. Les céramides fonctionnent comme des suppresseurs de tumeurs, induisant des réponses antiprolifératives et proapoptotiques dans une grande variété de cellules cancéreuses (RC consultée le 3 avril 2009 à 11h).

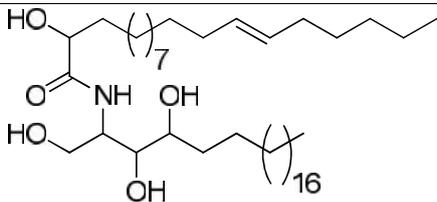
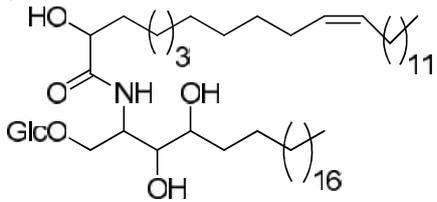
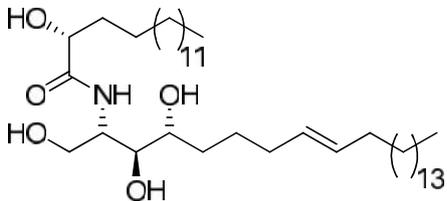
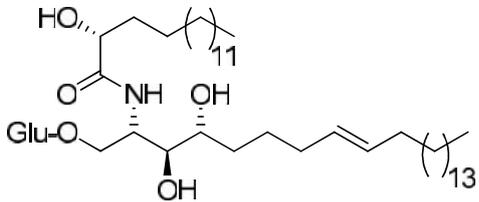
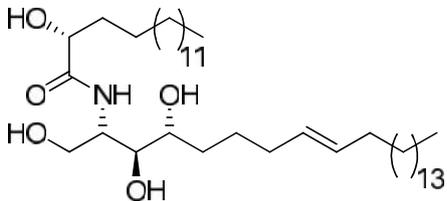
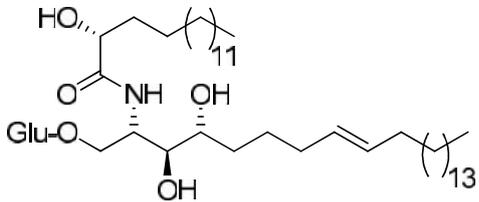
### **I.2.7.5 Identification des céramides.**

Le spectre de RMN  $^1\text{H}$  présente généralement un doublet intégrant un proton lié à l'azote vers  $\delta_{\text{H}}$  7,50 à 8,70 avec une constante de couplage de 8,8 Hz, ceci lorsque le solvant de dissolution ne contient pas de trace d'eau deutérée. Celui-ci est échangeable à l'eau lourde et correspond au proton porté par l'azote de l'amide. Ce spectre de RMN  $^1\text{H}$  présente également le triplet vers  $\delta_{\text{H}}$  0,8 intégrant 6 protons qui sont attribuables aux méthyles terminaux ainsi qu'un singulet large entre  $\delta_{\text{H}}$  1,20 et 1,40 qui est la séquence successive des méthylènes. Un multiplet est observé entre  $\delta_{\text{H}}$  2,20 et 2,00 représentant les protons en position allylique au cas où la molécule a des doubles liaisons ou en position  $\alpha$  du carbonyle. Dans le cas où le composé a une double liaison de configuration *cis*, deux multiplets presque confondus sont observés autour de  $\delta_{\text{H}}$  5,40 et très distincts autour  $\delta_{\text{H}}$  5,70 et 5,45 si elle est de configuration *trans* (Sandjo, 2013).

Le spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  exhibe deux pics très voisins ou chevauchants vers  $\delta_{\text{C}}$  130,0 pour la double liaison *cis* et à  $\delta_{\text{C}}$  134,0 et 136,0 si elle est *trans*. Ce même spectre montre deux carbones caractéristiques autour de  $\delta_{\text{C}}$  54,0 et 175,5 correspondant respectivement au carbone aliphatique lié à l'azote et au carbonyle de la fonction amide. On observe aussi le signal caractéristique de la succession de méthylènes entre  $\delta_{\text{C}}$  29,0 et 33,0 ainsi qu'un signal à  $\delta_{\text{C}}$  14,4 attribuable aux méthyles terminaux (Sandjo, 2013).

Le tableau **IX** ci-dessous montre quelques sphingolipides isolées des espèces des genres *Ficus* et *Albizia*.

**Tableau IX: Quelques céramides et cérébrosides isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.**

Structures	Activités biologiques	Sources et références				
 <p>(79) Ficusamide</p>	Activités inhibitrices modérées in vitro contre les cellules cancéreuses humaines A549.	<i>Ficus elastica</i> (Mbosso et al., 2012)				
 <p>(80) Ficososide</p>			 <p>(81) (2S, 3S, 4R, 8E)-2-[(2'R)-hydroxyhexadecanoylamino-8-tetra-cosene-1, 3, 4-triol</p>		<i>Albizia julibrissin</i> (Kang et al., 2007)	 <p>(82) 1-O- -D- glucopyranosyl-(2S, 3S, 4R, 8E)-2-[(2'R)-hydroxyhexadecanoylamino-8-tetra-cosene-1, 3, 4-triol</p>
 <p>(81) (2S, 3S, 4R, 8E)-2-[(2'R)-hydroxyhexadecanoylamino-8-tetra-cosene-1, 3, 4-triol</p>		<i>Albizia julibrissin</i> (Kang et al., 2007)				
 <p>(82) 1-O- -D- glucopyranosyl-(2S, 3S, 4R, 8E)-2-[(2'R)-hydroxyhexadecanoylamino-8-tetra-cosene-1, 3, 4-triol</p>		<i>Albizia julibrissin</i> (Kang et al., 2007)				

### I.2.8 LES SAPONINES

Le nom « saponine » dérive du mot latin «sapo», qui signifie savon, parce que ces composés moussent une fois agités avec de l'eau. Ils se composent d'une partie lipophile, la génine (ou aglycones) non polaire lié à un ou plusieurs sucres, encore appelé(s) partie hydrophile osidique (Hostettmann et al., 1999). Cette combinaison d'éléments structuraux polaires et non polaires explique leur comportement moussant en solution aqueuse. De même, les saponines sont des métabolites secondaires hétérosidiques présents dans de nombreuses plantes et quelques organismes marins où ils auraient un rôle de défense contre des agents pathogènes extérieurs (champignons, bactéries, insectes), (Hostettmann et al., 1999).

Les saponines monodesmosidiques portent une seule chaîne osidique alors que celles portant deux chaînes osidiques sont des saponines bidesmosidiques. La partie osidique est formée d'oligosaccharides linéaires ou ramifiés, contenant une à douze unités osidiques. Fondamentalement, on distingue les saponines stéroïques et les saponines triterpéniques dérivant tous deux biosynthétiquement de l'oxyde de squalène (39). Elle est liée à la partie triterpénique soit par une fonction ester, et/ou par une fonction éther, ou les deux à la fois.

### I.2.8.1 Identification des saponines

Les méthodes spectroscopiques (spectrométrie de masse et spectroscopie de RMN 1D & 2D) permettent d'établir rigoureusement la structure des saponines.

#### I.2.8.1.1 Spectrométrie de masse

Parmi les méthodes analytiques, la spectrométrie de masse occupe une place de choix grâce à ses caractéristiques (sensibilité, limite de détection ou variété des applications).

##### *Techniques utilisées et étapes dans l'obtention d'un spectre de masse*

##### Préparation et introduction de l'échantillon

Le composé doit être à l'état vapeur; idéal donc pour les gaz et liquides dont la tension de vapeur est assez grande. Le gaz est introduit dans la chambre d'ionisation par un tube muni d'une fuite. La pression dans le réservoir est environ de  $10^{-2}$  torr et à la source de  $10^{-6}$  à  $10^{-8}$  torr. Si le composé est un liquide ou un solide volatil, l'injection est directe, mais le composé doit être chauffé pour être vaporisé et le chauffage doit être contrôlé pour éviter la pyrolyse.

##### Mode d'ionisation

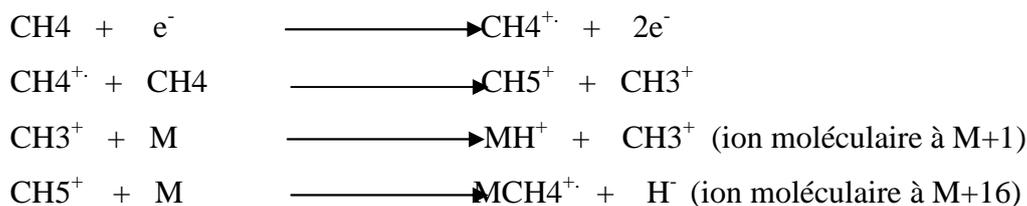
##### a) Impact électronique (IE)

Cette méthode est la plus utilisée et donne le plus grand nombre de fragments.



##### b) Ionisation chimique (IC)

Ici, la substance à analyser est injectée dans la source avec un large excès de méthane ou autre hydrocarbure de faible masse molaire. L'hydrocarbure est ionisé en premier et ionise ensuite la substance par transfert de charge.



### c) Bombardement par atomes rapides (FAB)

Un faisceau d'atomes neutres comme le Xe ou Ar est dirigé sur un solide provoquant sa désorption et son ionisation. Ce type d'ionisation donne peu de fragments, mais un ion moléculaire intense et est surtout utilisé pour l'analyse des molécules de poids moléculaire élevé. On observe généralement l'ion correspondant au poids moléculaire plus un proton  $[M+H]^+$ . D'autres ions adduits peuvent se former lorsqu'il existe des impuretés de sel ou par addition de chlorure de sodium NaCl ou chlorure de potassium KCl et on obtient respectivement  $[M+Na]^+$  et  $[M+K]^+$ . Ces informations permettent de déduire la masse du composé étudié (Noté, 2009).

#### I.2.8.1.2 La résonance magnétique nucléaire

Les techniques de RMN 1D ( $^1H$  et  $^{13}C$ ) et 2D (COSY, HSQC, HMBC, TOCSY, NOESY et/ou ROESY) permettent d'élucider de manière fiable les structures des saponines et d'assigner complètement tous les protons et carbones de la molécule. Si la détermination de la génine ne pose plus aujourd'hui un problème majeur, celle des chaînes glycosidiques qui lui sont attachées est souvent difficile. Ceci est dû au fait que plusieurs carbohydrates, qui ne diffèrent que par leur stéréochimie, présentent des données spectrales très similaires. Par conséquent, la détermination de la structure d'une chaîne glycosidique devient difficile à cause de la similarité des structures des monosaccharides constituant cette chaîne et de l'existence des multiples points de jonction.

Ainsi, la détermination facile des structures des oligosaccharides et donc de celle du saponoside basée sur la méthodologie proposée par Agrawal (1992) repose sur un certain nombre de questionnements:

- Quel est le nombre de sucres présents dans la molécule ?
- Quelle est la configuration de chaque anomère ?
- Quels sont les sucres qui sont liés les uns aux autres ?
- Existe-t-il des substituants, si oui, en quelles positions sont-ils attachés sur les sucres ?
- A quelle position de la génine la chaîne oligosaccharide est-elle rattachée ?

Cette démarche est basée sur la recherche d'une information structurale en s'appuyant sur des méthodes de RMN appropriées.

#### ➤ Détermination du nombre de sucres et de la configuration absolue des anomères.

Les valeurs des déplacements chimiques des  $^1H$  et  $^{13}C$  et les constantes de couplage sont suffisantes pour avoir le nombre de sucres présents dans la molécule et quelle est la configuration de chaque anomère.

### - Spectres de RMN $^1\text{H}$ et $^{13}\text{C}$

Généralement, les spectres RMN  $^1\text{H}$  montrent clairement la présence des protons anomériques dans la zone 4,3-5,9 ppm, les doublets de méthyles des désoxy-6-hexoses dans la zone 1,4-1,8 ppm et des méthyles singulets des groupements acétomido entre 2,0-2,2 ppm. Les valeurs élevées des constantes de couplage ( $J > 7,0$  Hz) observées pour les protons anomère de D-glucose, D-fucose et D-xylose est caractéristique pour la configuration  $\beta$ , tandis que les petites valeurs ( $J \sim 1-1,5$  Hz) observées pour le L-rhamnose suggère la configuration  $\alpha$ .

Pour l'analyse de RMN  $^{13}\text{C}$ , les carbones anomériques résonnent dans la zone 90-112 ppm. Cela, permet d'avoir une estimation de nombre de sucres présents dans la molécule. Aussi, l'observation d'une résonance entre 52 et 58 ppm fait généralement référence à la présence d'un groupe acétamido (Kaouadji et al., 1990; Yoshinari et al., 1990). L'absorption dans la zone 170-176 ppm révèle la présence d'un groupe carbonyle appartenant à un acétamidoglucose et/ou d'un groupe carboxylique appartenant à l'acide glucuronique.

#### ➤ Détermination de la séquence des sucres et points de jonction.

Une fois que chaque résidu de sucre a été identifié et sa configuration déterminée, tout ce qui reste à faire pour déterminer la structure de l'oligosaccharide est d'identifier les liaisons interglycosidique et donc leur séquence.

#### - NOESY (Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy)

L'expérience NOE (Nuclear Overhauser Enhancement) qui dépend de la proximité des protons, peut être précieuse pour attribuer les signaux d'un sucre et même pour donner sa configuration. Les signaux de corrélation sont observés dans un spectre NOESY entre les paires de protons qui sont proches dans l'espace. En général, on observe des corrélations 1,3-diaxiales et équatoriale-axiales entre les paires de protons dans le résidu pyranosyl. Par exemple, pour un résidu  $\beta$ -glucopyranosyl, la corrélation est observée entre H-1 et H-3 (H-5). Alors que pour un  $\alpha$ -glucopyranosyl, la corrélation est observée entre H-1 et H-2. Par ailleurs, si l'on observe une corrélation entre les protons H-3 et H-4, on est en droit de penser qu'il s'agit d'un  $\beta$ -galactopyranosyl en lieu et place d'un  $\beta$ -glucopyranosyl. Le NOESY intermoléculaire ou interglycosidique peut être déterminante pour identifier les points de jonctions des sucres et leur séquence. Lorsqu'on observe une corrélation NOESY entre le proton anomère et un proton appartenant à un autre sucre, ces deux protons définissent la liaison entre les deux sucres. Les connectivités NOE sont le plus souvent observées entre le proton anomère et le proton relié à l'atome de carbone de la liaison avec la génine.

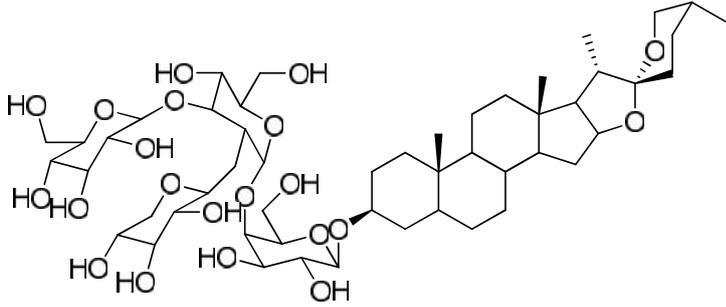
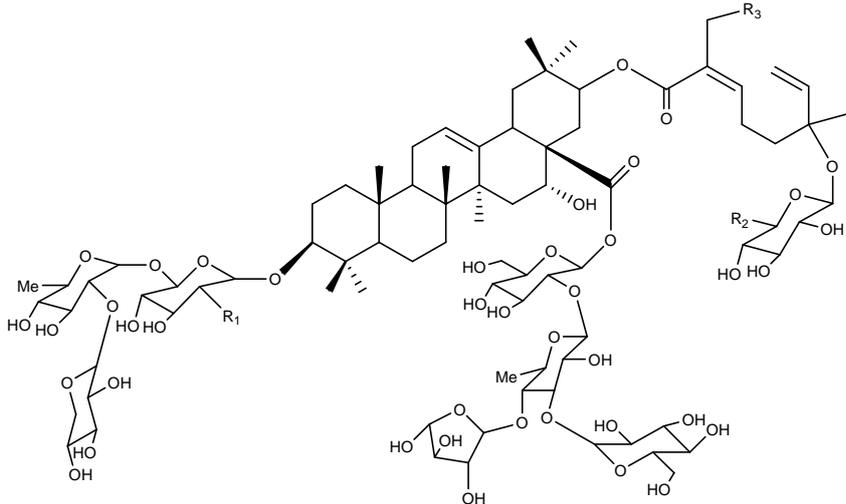
- **HMBC** (Heteronuclear Multiple Bond Correlation)

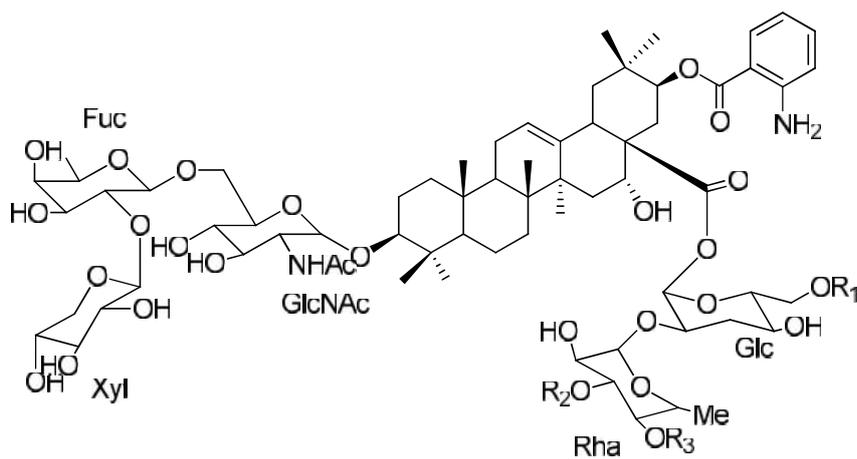
L'expérience HMBC est une méthode très sensible pour l'établissement des liaisons glycosidiques. Elle permet d'observer des corrélations  $^3J_{C,H}$  entre, soit le proton anomère d'un sucre et un carbone d'un autre, soit aussi entre le proton anomère d'un sucre et un carbone de la génine, et vis versa. Elle permet ainsi d'identifier les liaisons entre les sucres, donc leur séquence et le point d'attache de cette séquence sur la génine.

Cette démarche sera utilisée dans l'identification des saponosides isolés dans cette thèse.

Les saponines isolées du genre *Albizia* ont pour aglycone l'acide oléanolique (Lacaille-Dubois et al., 2011). Le **tableau X** ci-dessous montre quelques saponines isolées des espèces des genres *Ficus* et *Albizia*.

**Tableau X: Quelques saponines isolés des genres *Ficus* et *Albizia*.**

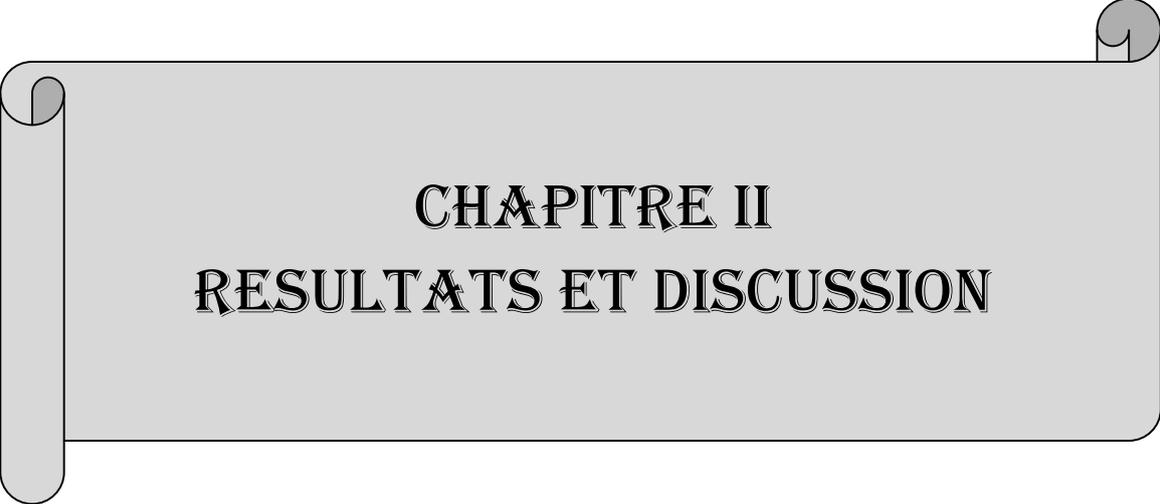
Structures	Activités biologiques	Sources et références
 <p>(83) Dongnoside E</p>	Activité cytotoxique	<i>Ficus glumosa</i> (Nana et al., 2012)
	Activités significatives sur des lignées cellulaires cancéreuses in vitro contre PC-3M-1E8, HeLa et MDA-MB-435	<i>Albizia julibrissin</i> (Lu et al., 2006)
<p>Julibroside J<sub>29</sub> (84)</p> <p>Julibroside J<sub>30</sub> (85)</p> <p>Julibroside J<sub>31</sub> (86)</p>	<p>R<sub>1</sub> NHAc</p> <p>R<sub>2</sub> Me</p> <p>R<sub>3</sub> OH</p> <p>R<sub>1</sub> NHAc</p> <p>R<sub>2</sub> H</p> <p>R<sub>3</sub> OH</p> <p>R<sub>1</sub> O-glc</p> <p>R<sub>2</sub> Me</p> <p>R<sub>3</sub> OH</p>	



Activités  
anti-  
tumorale  
contre les  
lignées  
cellulaires  
cancéreuses  
KB et  
MCF7

*Albizia  
grandibra  
cteata*  
(Krief et  
*al.*, 2005)

	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>
(87) grandibracteoside A	H	H	Xyl
(88) grandibracteoside B	Glc	H	Xyl
(89) grandibracteoside C	H	Glc	Araf



**CHAPITRE II**  
**RESULTATS ET DISCUSSION**

## **II.1 ETUDE PHYTOCHIMIQUE**

### **II.1.1 MATERIEL VEGETAL**

#### **II.1.1.1 Ecorces du tronc et racines de *Ficus polita* Vahl.**

Les écorces du tronc et les racines de *F. polita* ont été récoltées en Mai 2007 au quartier Nlongkak-Yaoundé (Région du Centre, Cameroun) et identifiées par M. Nana Victor de l'Herbier National du Cameroun où un échantillon botanique est conservé et enregistré sous le N° 39955/HNC.

#### **II.1.1.2 Ecorces du tronc et racines de *Ficus exasperata* Vahl.**

Les écorces du tronc et les racines de *F. exasperata* ont été récoltées en Novembre 2010 au Mont-Eloundem (Yaoundé -Région du Centre, Cameroun) et identifié par M. Nana Victor de l'Herbier National du Cameroun où un échantillon botanique est conservé et enregistré sous le N° 43998/HNC.

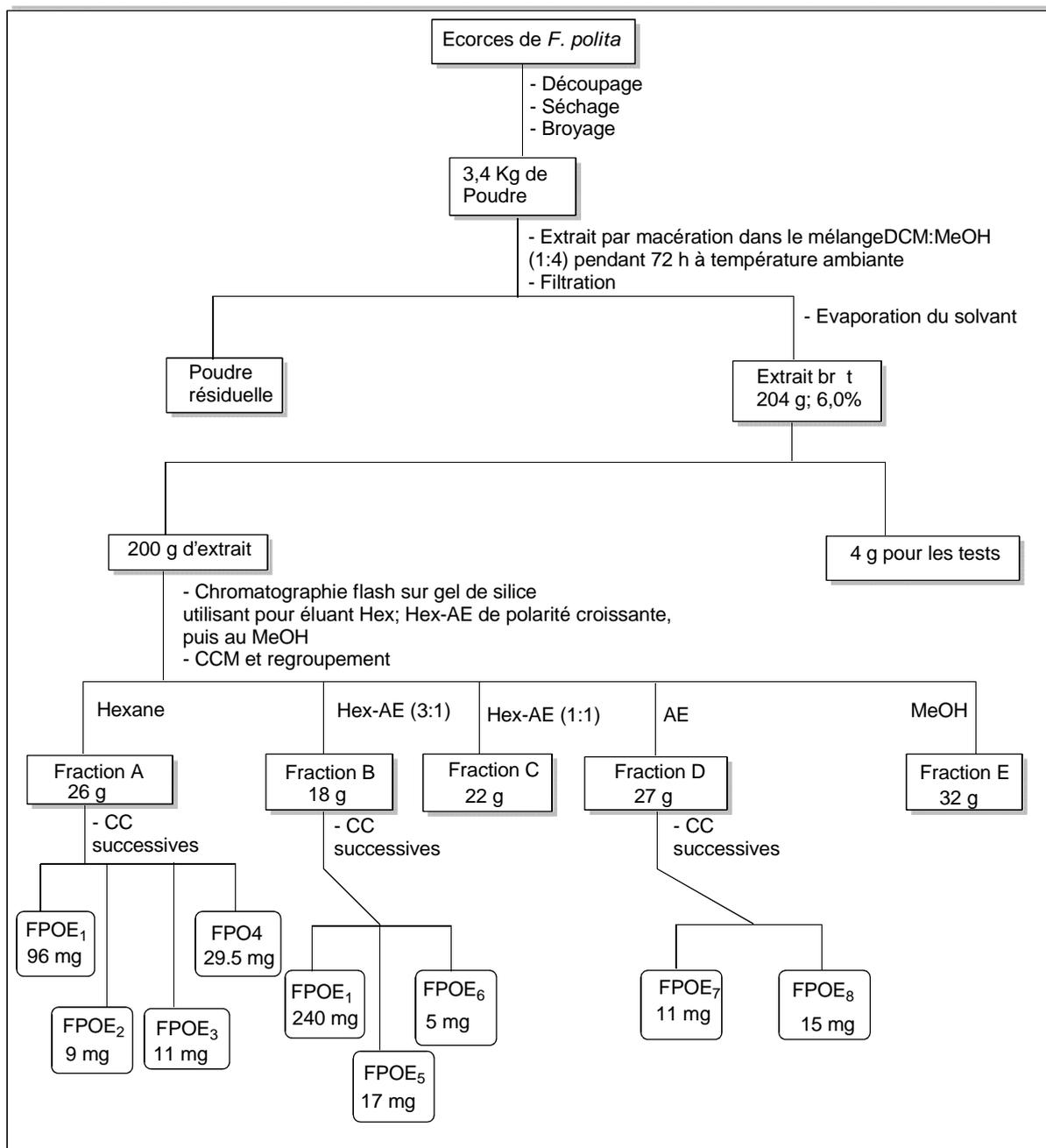
#### **II.1.1.3 Racines d'*Albizia ferruginea* (Guil. & Perr.) Benth.**

Les racines de *A. ferruginea* ont été récoltées en Février 2013 à Mvolyé (Yaounde - Région du Centre, Cameroun) et identifié par M. Nana Victor de l'Herbier National du Cameroun où un échantillon botanique est conservé et enregistré sous le N° 49871/HNC.

## **II.1.2 EXTRACTION ET SEPARATION DES METABOLITES SECONDAIRES**

### **II.1.2.1 Extraction des écorces du tronc de *F. polita***

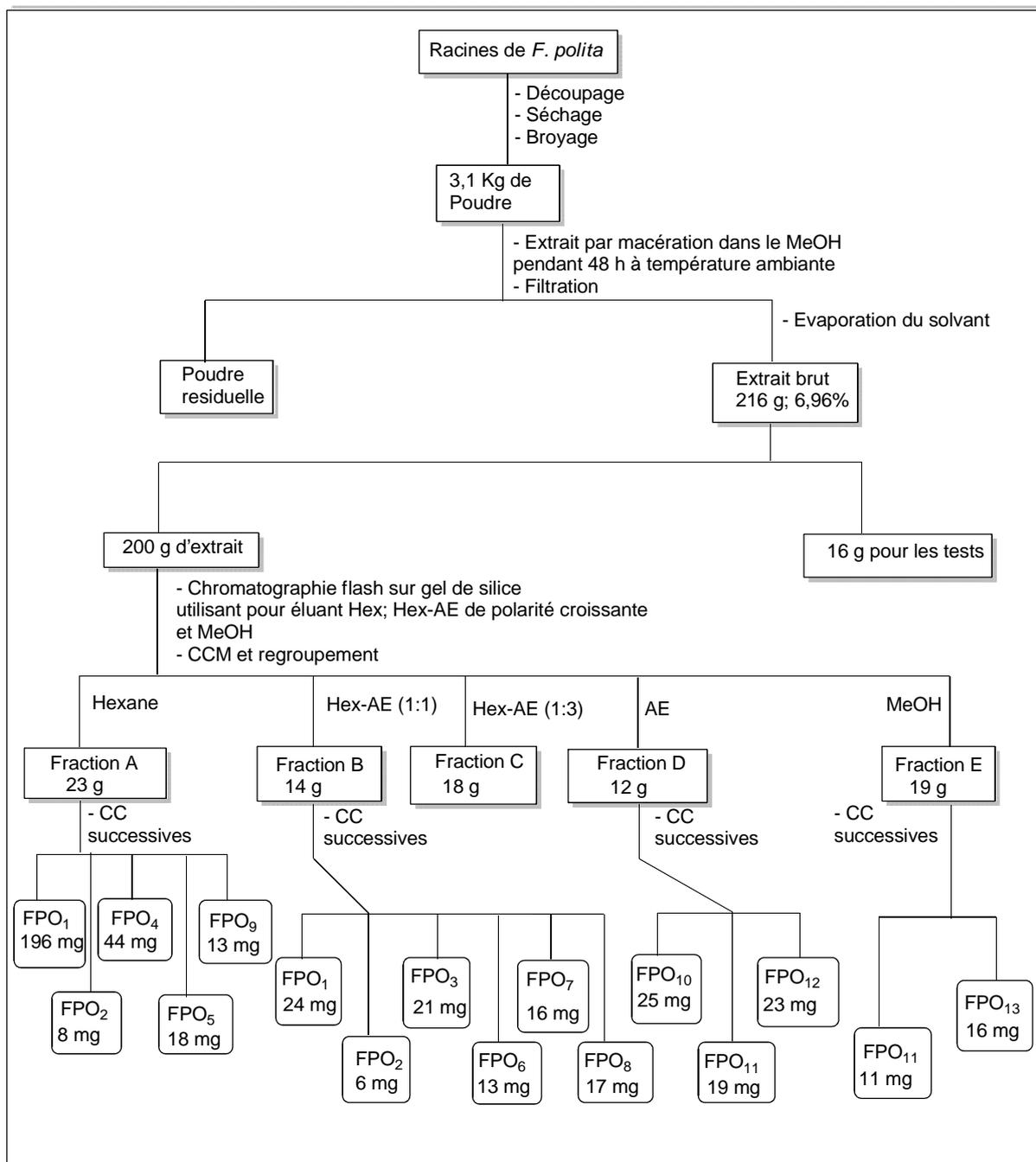
Les écorces du tronc de *F. polita* ont été découpées, séchées puis broyées. Cette poudre a été extraite par macération à température ambiante en deux temps au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1: 4) pendant 72 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, l'extrait brut a été fixé sur gel de silice puis soumise à une chromatographie «flash» éluée à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, puis au méthanol. Les fractions issues de cette chromatographie «flash» ont ensuite été soumises aux chromatographies successives sur colonne pour donner 8 produits indexés de FPOE<sub>1</sub> à FPOE<sub>8</sub> (schéma 5).



**Schéma 5: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des écorces de *F. polita***

### **II.1.2.2 Extraction des racines de *F. polita***

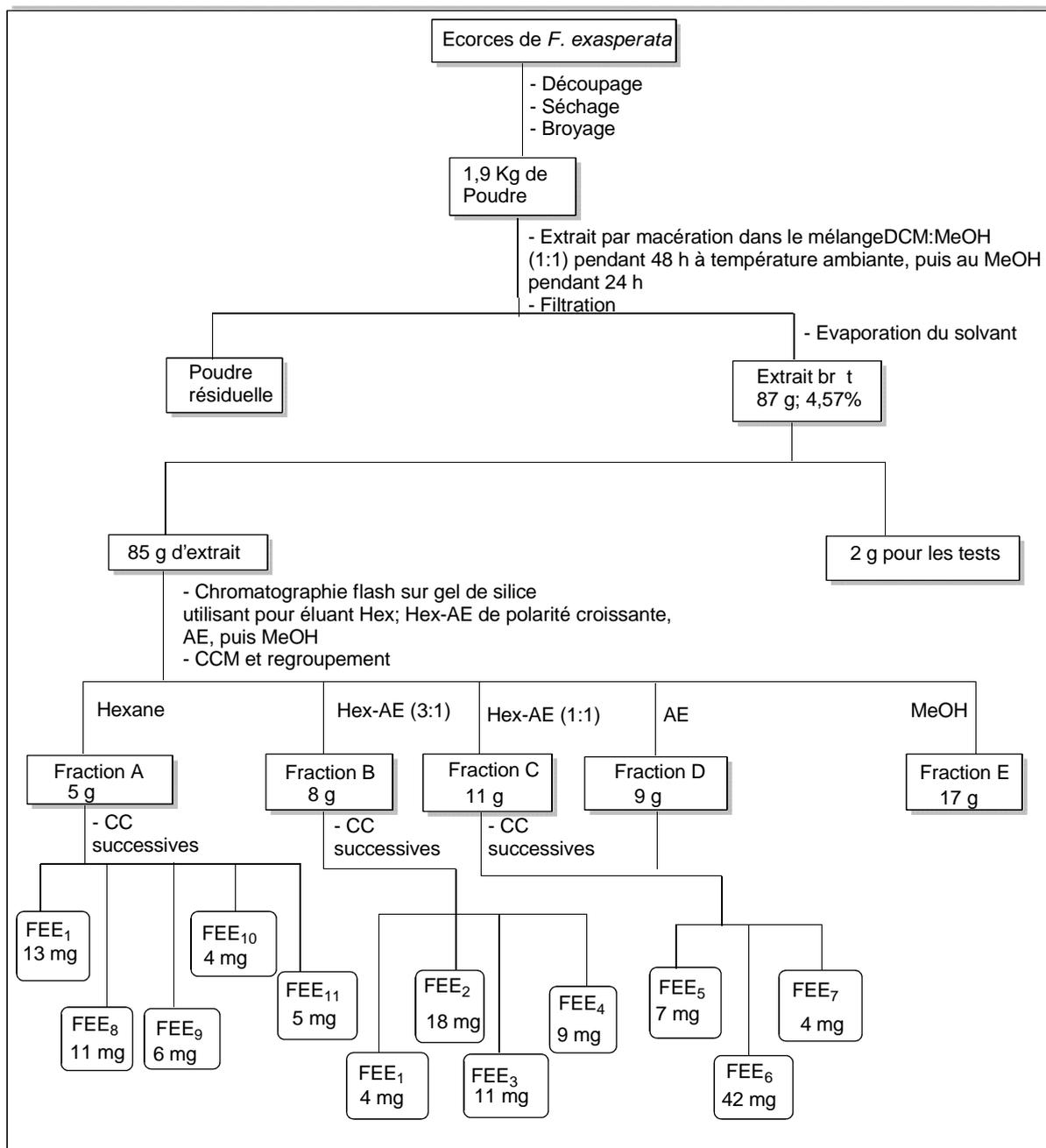
Les racines de *F. polita* découpées, séchées puis broyées, a été extraite par macération à température ambiante au méthanol pendant 48 heures. L'extrait brut a ainsi été obtenu après évaporation du solvant sous pression réduite. Cet extrait brut a été fixé sur gel de silice puis soumis à une chromatographie «flash» éluée à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, puis au méthanol. Ces extraits ont été mélangés sur la base de la C.C.M. analytique. La purification des fractions résultantes par chromatographies successives sur colonne et comme adsorbant le gel de silice a permis d'isoler 13 composés indexés de FPO<sub>1</sub> a FPO<sub>13</sub> (schéma 6).



**Schéma 6: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des racines de *F. polita***

### **II.1.2.3 Extraction des écorces du tronc de *Ficus exasperata***

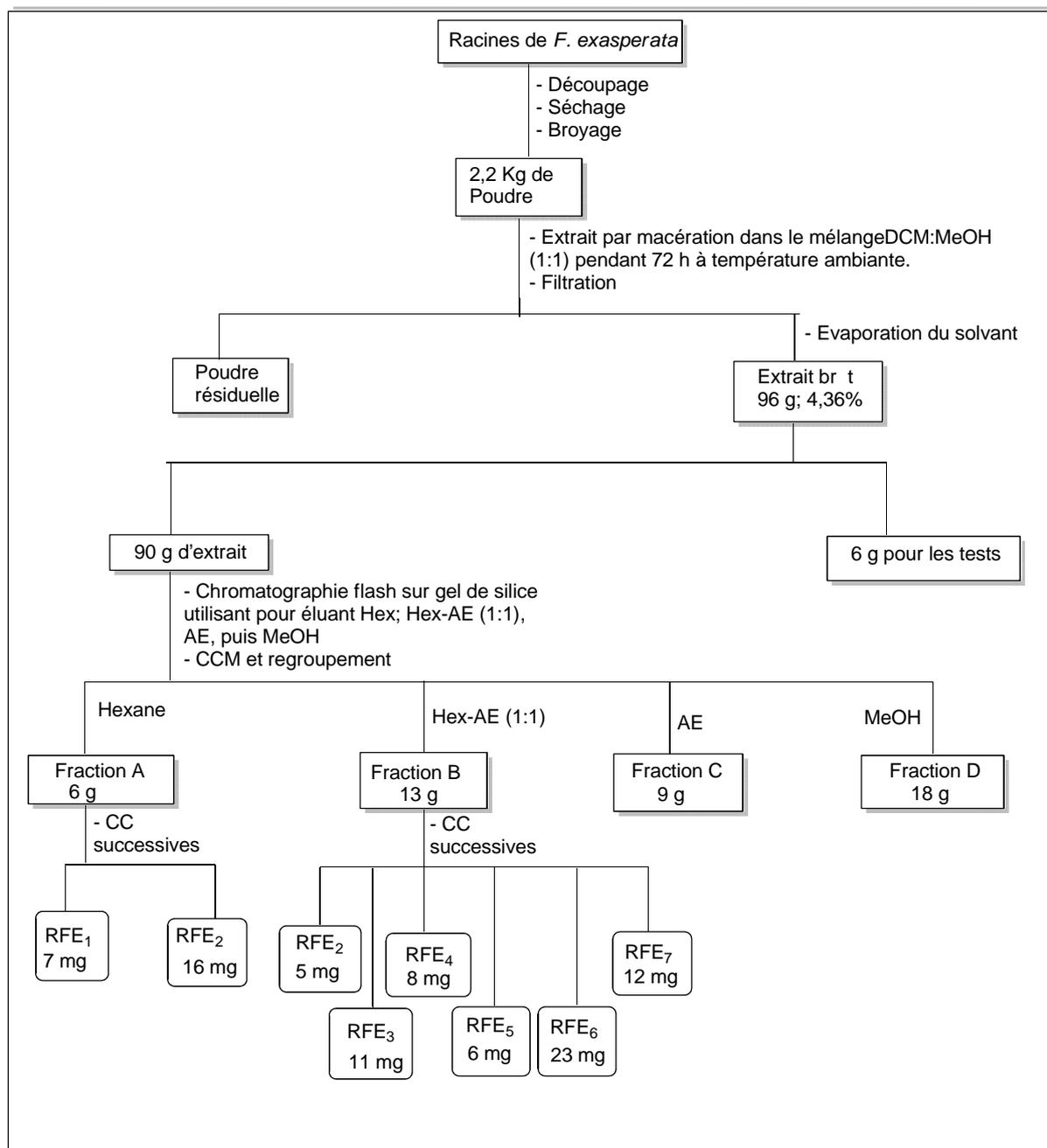
Les écorces du tronc de *F. exasperata* ont été découpées, séchées puis broyées. La poudre résultante a été extraite par macération à température ambiante au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1:1) pendant 48 heures, puis au méthanol pendant 24 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, l'extrait brut résultant a été fixé sur gel de silice puis soumis à une chromatographie «flash» éluée à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante et du méthanol. Les fractions issues de cette chromatographie «flash» ont ensuite été soumises aux chromatographies successives sur colonne pour donner 11 produits indexés de FEE<sub>1</sub> à FEE<sub>11</sub> (schéma 7).



**Schéma 7: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des écorces de *F.exasperata***

#### **II.1.2.4 Extraction des racines de *F. exasperata***

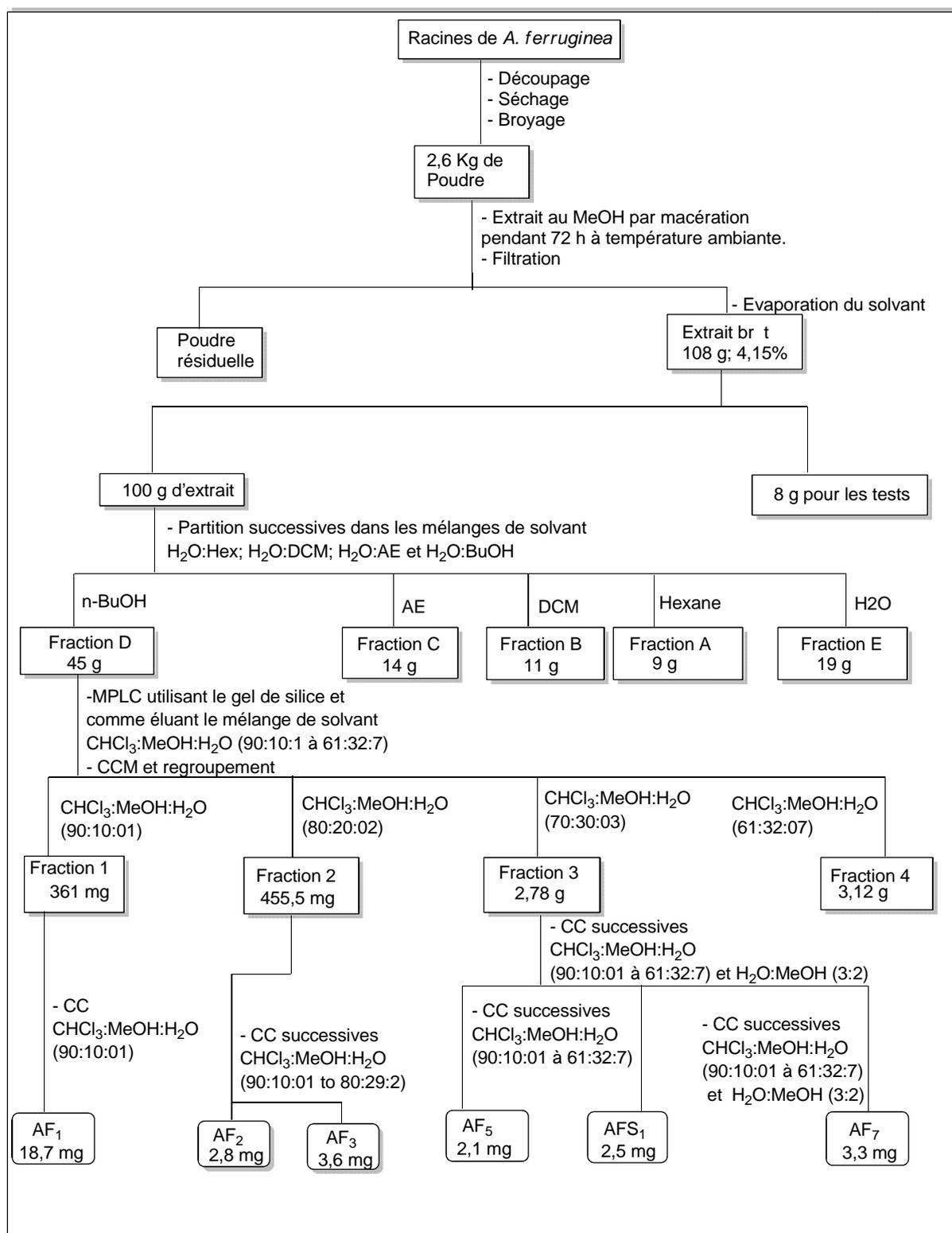
Les racines de *F. exasperata* ont été découpées, séchées puis broyées. Cette poudre a été extraite par macération à température ambiante au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1:1) pendant 72 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, l'extrait brut résultant a été fixé sur gel de silice puis soumis à une chromatographie «flash» éluée à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante et du méthanol. Les fractions issues de cette chromatographie «flash» ont ensuite été soumises aux chromatographies successives sur colonne pour donner 7 produits indexés de RFE<sub>1</sub> à RFE<sub>7</sub> (schéma 8).



**Schéma 8: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des racines de *F. exasperata***

### **II.1.2.5 Extraction des racines de *A. ferruginea* (Guil. & Perr.) Benth.**

Les racines de *A. ferruginea* ont été découpées, séchées puis broyées. La poudre résultante a été extraite par macération à température ambiante au MeOH pendant 72 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, l'extrait brut a été soumis à une partition dans les mélanges de solvant eau-hexane, eau-chlorure de méthylène, eau- acétate d'éthyle et enfin eau-butanol. Les fractions issues de cette partition ont ensuite été soumises aux chromatographies successives sur colonne pour donner 6 produits indexés de AF<sub>1</sub>, AF<sub>2</sub>, AF<sub>3</sub>, AFS<sub>1</sub>, AF<sub>5</sub> et AF<sub>7</sub> (schéma 9).



**Schéma 9: Protocole d'extraction et d'isolement des métabolites secondaires des racines d'*A. ferruginea***

### II.1.3 CARACTERISATION DES COMPOSES ISOLEES DES TROIS PLANTES

L'étude phytochimique des écorces du tronc et des racines de *F. polita*, *F. exasperata* et des racines de *A. ferruginea*, nous a permis d'isoler 21, 18 et 6 métabolites secondaires, respectivement. Ces composés ont été regroupés en 26 composés comme l'indique le tableau **XI**, et ont été caractérisés sur la base de leurs données spectroscopiques et physiques ou par comparaison de leurs données spectroscopiques et physiques avec celles de la littérature. Ces différents composés ont été regroupés en huit classes structurales: 13 triterpènes pentacycliques, 3 stéroïdes, 3 saponines, 1 céramide, 2 coumarines, 1 xanthone, 1 stilbène et 2 flavonoïdes.

**Tableau XI: Regroupement des différents composés isolés des écorces, racines de *F. polita*, *F. exasperata* et *A. ferruginea*.**

No	Racines de <i>F. polita</i>	Ecorces du tronc de <i>F. polita</i>	Ecorces du tronc de <i>F. exasperata</i>	Racines de <i>F. exasperata</i>	Racines de <i>A. ferruginea</i>	Noms des composés isolés
1	FPO <sub>1</sub>	FPOE <sub>1</sub>	FEE <sub>2</sub>	--/--	--/--	-sitostérol et stigmastérol
2	FPO <sub>2</sub>	--/--	--/--	--/--	--/--	Euphol-3-O-cinnamate
3	FPO <sub>3</sub>	FPOE <sub>2</sub>	--/--	--/--	--/--	-amyrine
4	FPO <sub>4</sub>	FPOE <sub>4</sub>	--/--	--/--	--/--	Lupeol
5	FPO <sub>5</sub>	--/--	FEE <sub>3</sub>	--/--	--/--	Acide ursolique
6	FPO <sub>6</sub>	--/--	FEE <sub>4</sub>	--/--	--/--	Bétuline
7	FPO <sub>7</sub>	FPOE <sub>6</sub>	FEE <sub>6</sub>	RFE <sub>6</sub>	--/--	Acide betulinique
8	FPO <sub>8</sub>	--/--	FEE <sub>7</sub>	--/--	--/--	Acide oleanolique
9	FPO <sub>9</sub>	FPOE <sub>5</sub>	FEE <sub>10</sub>	--/--	--/--	Taraxerol
10	FPO <sub>10</sub>	FPOE <sub>7</sub>	FEE <sub>11</sub>	RFE <sub>7</sub>	--/--	Glucopyranoside de -sitostérol
11	FPO <sub>11</sub>	--/--	--/--	--/--	--/--	trans-Piceid
12	--/--	--/--	--/--	RFE <sub>1</sub>	--/--	Psoralène
13	--/--	--/--	--/--	RFE <sub>2</sub>	--/--	Bergaptène
14	--/--	--/--	--/--	RFE <sub>3</sub>	--/--	Friedelanone
15	--/--	--/--	--/--	RFE <sub>4</sub>	--/--	Acétate de lupéol
16	--/--	FPOE <sub>3</sub>	--/--	RFE <sub>5</sub>	AF <sub>1</sub>	Spinastérol
17	--/--	--/--	FEE <sub>1</sub>	--/--	--/--	Lichen xanthone
18	--/--	--/--	FEE <sub>5</sub>	--/--	--/--	16-hydroxylupéol
19	--/--	--/--	FEE <sub>8</sub>	--/--	--/--	Acétate de -amyrine
20	--/--	FPOE <sub>8</sub> *	--/--	--/--	--/--	Politamide
21	--/--	--/--	--/--	--/--	AF <sub>2</sub> *	Albiziaflavane A
22	--/--	--/--	--/--	--/--	AF <sub>3</sub>	4',7-

						dihydroxyflavan-3 ;4-diol
23	--/--	--/--	--/--	--/--	AFS <sub>1</sub>	Julibroside A <sub>2</sub>
24	--/--	--/--	--/--	--/--	AF <sub>5</sub>	Julibroside A <sub>3</sub>
25	--/--	--/--	--/--	--/--	AF <sub>7</sub>	Julibroside A <sub>1</sub>
26	--/--	--/--	FEE <sub>9</sub>	--/--	--/--	-amyrine

\* Dérivés nouveaux

## II.1.3.1 CARACTERISATION DES TRITERPENOÏDES

### II.1.3.1.1 Identification de RFE<sub>4</sub> ou acétate de lupéol (90)

RFE<sub>4</sub> a été obtenu sous forme de cristaux blancs dans le mélange hexane – DCM (85:15) et fond entre 190-192 °C. Il réagit positivement avec le réactif de Liebermann-Burchard caractéristique des triterpènes. Il présente en spectrométrie de masse l'ion moléculaire [M]<sup>+</sup> à m/z 468 dont une analyse combinée avec les spectres de RMN permet de lui attribuer la formule brute C<sub>32</sub>H<sub>52</sub>O<sub>2</sub> présentant 7 insaturations.

Sur le spectre de RMN <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 4**), on observe:

- Les signaux de 8 méthyles dont 6 angulaires à  $\delta_{\text{H}}$  0,79; 0,84; 0,85; 0,93; 0,98; 1,01; un signal à 1,68 ppm attribué au méthyle vinylique. Et enfin à  $\delta_{\text{H}}$  2,02 un singulet de trois protons attribuable aux protons H<sub>2</sub>' (Supaluk et al., 2010).
- Le signal à  $\delta_{\text{H}}$  4,46 (dd;  $J_1 = 5,7 \text{ Hz}$  et  $J_2 = 10,3 \text{ Hz}$ ) est celui du proton H-3 des triterpènes acétylés en C<sub>3</sub> (Supaluk et al., 2010).
- A 4,68 et 4,57 ppm deux singulets d'un proton chacun attribuables aux protons du méthylène terminal.

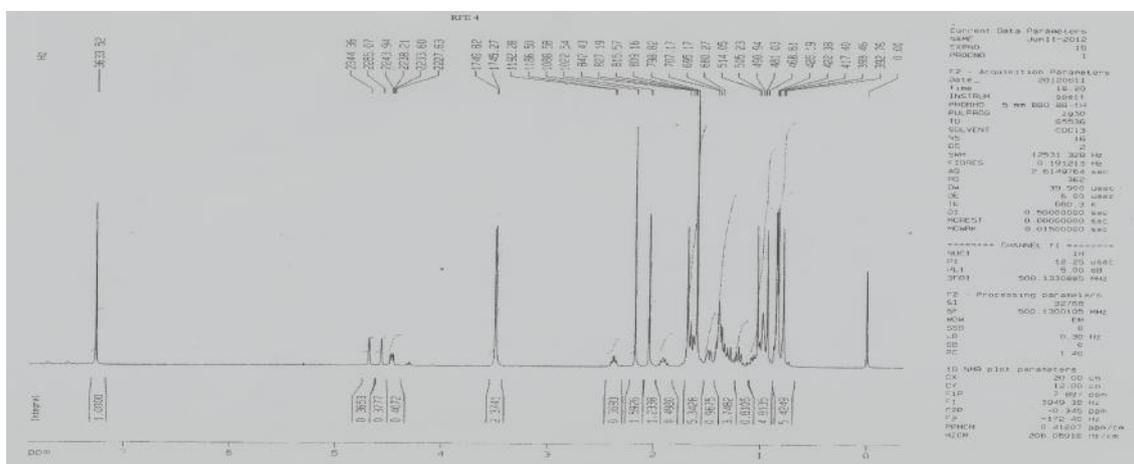
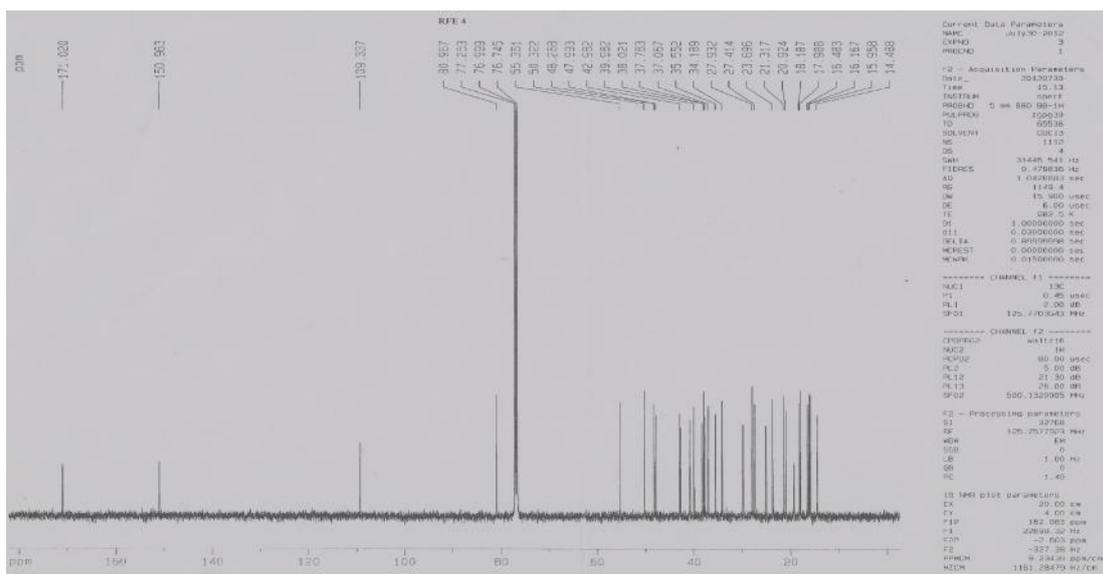


Figure 4: Spectre de RMN <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de RFE<sub>4</sub> ou acétate de lupéol (90).

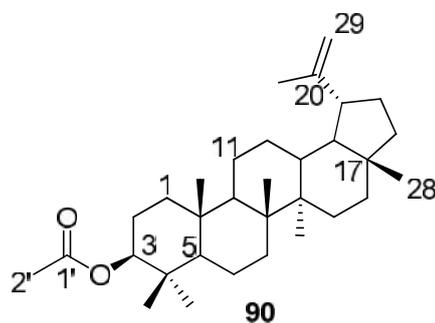
Sur le spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (125 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , **figure 5**) on observe :

- A  $\delta_{\text{C}}$  150,9 et 109,3 les signaux caractéristiques des carbones C-20 et C-29 des lup-20(29)-ènes (Sharma et *al.*, 2010).
- Les signaux d'un oxyméthine à  $\delta_{\text{C}}$  80,9 caractérisant le carbone C<sub>3</sub> des triterpènes acétylés de la série lup-20(29)-ène (Mahato et *al.*, 1994).
- A  $\delta_{\text{C}}$  171,0 le signal d'un carbonyle de type ester lié à l'oxyméthine en position trois de la série lup-20(29)-ène.



**Figure 5: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (125 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de RFE<sub>4</sub> ou acétate de lupéol (90)**

L'ensemble de toutes ces données comparées à celles décrites dans la littérature nous permet d'attribuer à RFE<sub>4</sub> la structure (90) qui est celle de l'acétate de lupéol (Supaluk et *al.*, 2010).



**Tableau XII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (125 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de RFE<sub>4</sub> comparées à celles de l'acétate de lupéol (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Sapaluk et *al.*, 2010).**

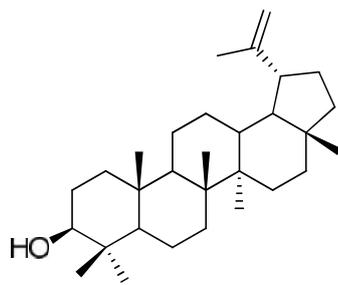
N <sup>o</sup>	RMN <sup>13</sup> C de RFE <sub>4</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Sapaluk et al., 2010)	N <sup>o</sup>	RMN <sup>13</sup> C de RFE <sub>4</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Sapaluk et al., 2010)
1		38,3	16	35,6	35,5
2	23,7	23,7	17		42,9
3	80,9	80,9	18	47,9	48,0
4	37,8	37,7	19	48,3	48,2
5	55,4	55,3	20	150,9	150,9
6		18,1	21		29,8
7	34,2	34,2	22	39,9	39,9
8		40,8	23	27,9	28,2
9	50,3	50,3	24	15,9	15,9
10	37,1	37,0	25	16,1	16,1
11	20,9	21,9	26	16,5	16,4
12		25,0	27	14,5	14,5
13	38,0	38,0	28	17,9	17,9
14	42,9	42,8	29	109,3	109,3
15	27,4	27,4	30	19,2	19,0
			31	171,0	171,0
			32	21,3	21,3

### II.1.3.1.2 Identification de FPO<sub>4</sub> ou lupéol (70)

Il a été obtenu sous forme de cristaux blancs dans le mélange hexane – acétate d'éthyle (19:1) et fond entre 220–222 °C. Il réagit positivement avec le réactif de Liebermann – Burchard caractéristique des triterpènes. Il présente en spectrométrie de masse l'ion moléculaire [M]<sup>+</sup> à m/z 426 dont une analyse combinée avec les spectres de RMN permet de lui attribuer la formule brute C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O présentant 6 insaturations.

Les spectres RMN <sup>1</sup>H et RMN <sup>13</sup>C sont pratiquement superposables avec ceux de l'acétate de lupéol. En effet, sur le spectre de RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>), de FPO<sub>4</sub> on observe sensiblement les mêmes signaux. La seule différence réside au niveau de la présence du doublet dédoublé à δ<sub>H</sub> 3,15 (1H; J = 4,7 et 11,4 Hz) attribuable au proton géminé au groupement hydroxyle en position C-3 d'un squelette triterpénique (Supaluk et al., 2010), avec disparition du signal à δ<sub>H</sub> 4,46 (dd; J<sub>1</sub> = 5,7 Hz et J<sub>2</sub> = 10,3 Hz) du proton H-3 des triterpènes acétylés en C-3 (Supaluk et al., 2010). Tandis que sur le spectre de RMN <sup>13</sup>C de FPO<sub>4</sub>, on observe la disparition du signal du carbonyle de type ester à 171,0 ppm. Les autres signaux étant pratiquement identiques.

L'ensemble de toutes ces données permet d'attribuer à FPO<sub>4</sub> la structure (70) qui est celle du lupéol (Mahato et Kundu, 1994). *Baek* et al. (2010) ont montré que le lupéol possède une activité anticancéreuse sur ACAT-1 et ACAT-2 avec des valeurs respectives de 89,3 plus ou moins 3,7% et 44,3 plus ou moins 2,1% avec des concentrations de 50 µg/mL.



70

### II.1.3.1.3 Identification de FEE<sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91)

FEE<sub>5</sub> est obtenu sous forme de cristaux blancs dans le mélange hexane – acétate d'éthyle (17/3). Il est soluble dans l'acétone, et fond entre 218-219°C, il répond positivement au test de Liebermann – Burchard (Juceni et *al.*, 2007), ce qui nous suggère que FEE<sub>5</sub> est un triterpène.

Sur son spectre de RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, MeOD, **figure 6**), on observe :

- Les signaux de 7 méthyles donc 6 angulaires à  $\delta_{\text{H}}$  0,79 (2CH<sub>3</sub>) ; 0,83 (1 CH<sub>3</sub>) ; 0,90 (1 CH<sub>3</sub>) ; 0,99 (2 CH<sub>3</sub>) et un signal à 1,72 ppm attribué au méthyle vinylique. Ce proton apparaissant à 1,72 attribuable au méthyle vinylique est justifié par le spectre COSY (**figure 2e**) où l'on observe des couplages entre ce dernier (H-<sub>30</sub>) et les protons H-<sub>29a</sub> et H-<sub>29b</sub>.
- Le signal à  $\delta_{\text{H}}$  3,15 (dd;  $J_1= 5,4$  Hz et  $J_2= 10,8$  Hz) est celui du proton H<sub>3</sub> des triterpènes hydroxylés en C<sub>3</sub> (Juceni et *al.*, 2007). Ceci est supporté par les données du spectre HMBC (**figure 7**) où l'on observe des corrélations longues distances entre les protons à 0,79 ppm (H-<sub>23</sub>) et les carbones à 78,2 ppm (C-<sub>3</sub>), 55,5ppm (C-<sub>6</sub>) et le proton à 1,05 ppm (H-<sub>24</sub>) et les Carbones à 78,2 ppm et à 55,5 ppm.
- Le signal à 3,56 ppm (dd ;  $J=4,8$  et  $11,1$  Hz) est attribuable à un oxyméthine. La confirmation est faite à l'aide des données du spectre HMBC (**figure 7**) où l'on observe des corrélations longues distances entre le proton à 0,83 ppm (H<sub>28</sub>) et les carbones à 76,2 ppm (C<sub>16</sub>), 37,7ppm (C<sub>22</sub>). Ce qui témoigne que l'oxyméthine est fixé sur le carbone 16 du lup-20(29)-ène.
- A 4,62 et 4,73 ppm deux singulets d'un proton chacun attribuables aux protons du méthylène terminal (Juceni et *al.*, 2007).

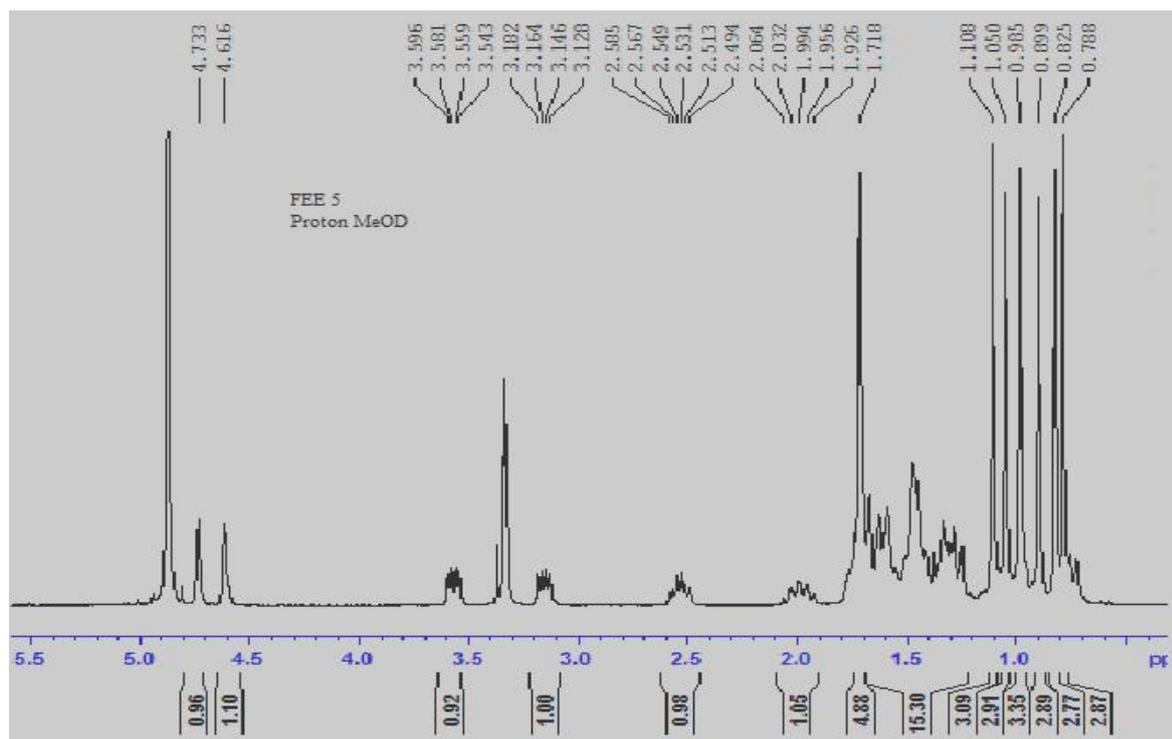


Figure 6: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz; MeOD) de FEE<sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91)

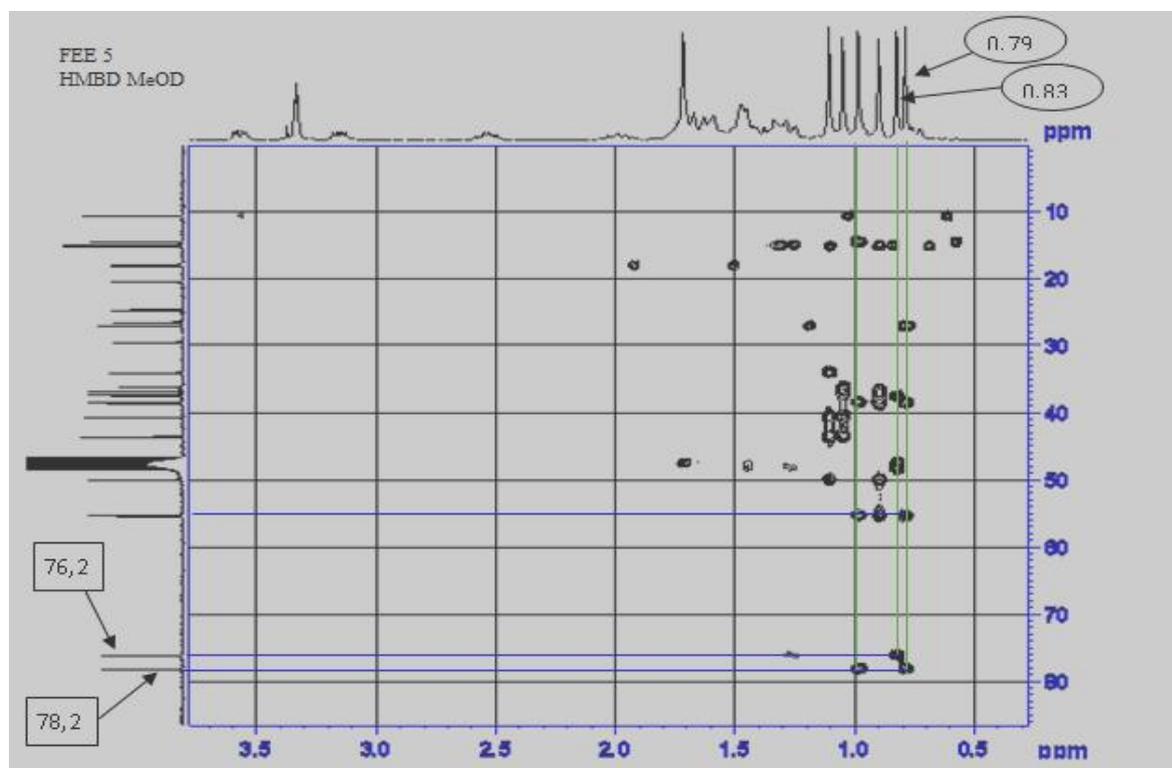


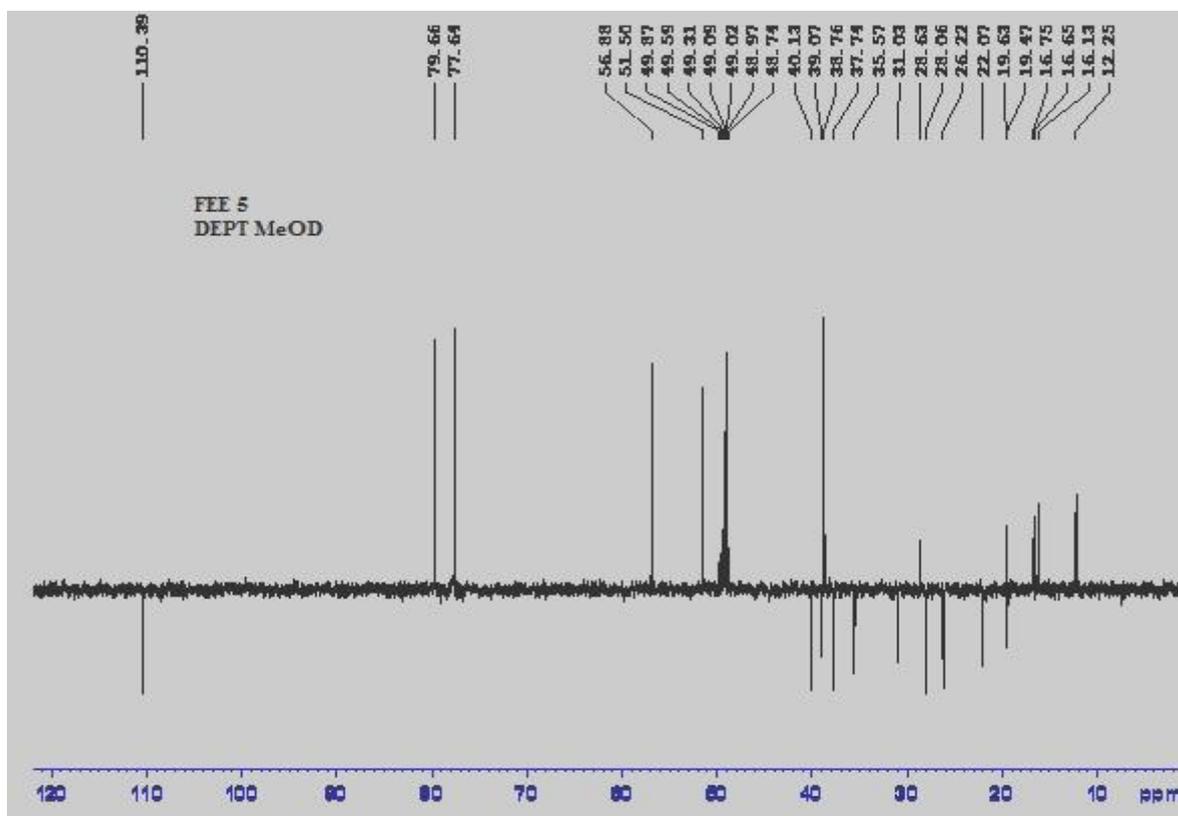
Figure 7: Spectre HMBC (MeOD) de FEE<sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91)

Sur le spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (75 MHz, MeOD) complètement découplé de FEE<sub>5</sub> on observe :

- A  $\delta$  150,0 et 110,4 les signaux caractéristiques des carbones C<sub>-20</sub> et C<sub>-29</sub> des lup-20(29)-ènes (Juceni et al., 2007).
- Les signaux de 2 oxyméthines à  $\delta$  79,7 et 77,7 caractérisant respectivement les carbones C<sub>-3</sub> et C<sub>-16</sub> des triterpènes hydroxylés de la série lup-20(29)-ène (Mahato et al., 1994).

Sur le spectre DEPT 135° (**figure 8**) on observe :

- les signaux de cinq méthines résonnant respectivement à : 39,1; 49,0; 49,3; 51,5; 57,0ppm.
- A  $\delta$  12,3 ; 16,1 ; 16,7 ; 16,8; 19,5 ; 19,6 et 28,6 des signaux attribuables aux carbones des Sept méthyles.

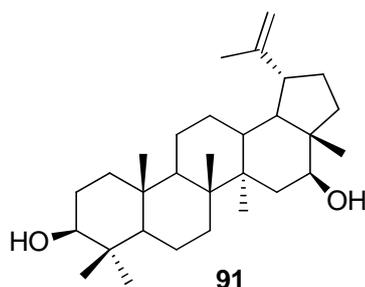


**Figure 8:** Spectre de DEPT 135° (75 MHz; MeOD) de FEE<sub>5</sub> ou du 16-hydroxylupéol (91)

L'analyse du spectre de RMN du  $^{13}\text{C}$  complètement découplé et de celui du DEPT 135° de FEE<sub>5</sub> révèle la présence de trente atomes de carbone dont sept carbones primaires, dix carbones secondaires, cinq carbones tertiaires et six carbones quaternaires. De plus, les 2

oxyméthines ajoutent deux atomes d'oxygène. Cette analyse supplémentaire permet d'attribuer à FEE<sub>5</sub> la formule brute C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub> renfermant 6 insaturations.

Toutes ces données spectrales comparées à celles décrites dans la littérature nous ont permis d'attribuer à FEE<sub>5</sub> la structure (**91**) qui est celle du 16-hydroxylupéol (Mahoto et Kundu., 1994). **Uddin** et *al.* (2011) ont montré que la 16-hydroxylupeol possède des activités antioxydante et antimicrobienne.



**Tableau XIII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CD<sub>3</sub>OD) de FEE<sub>5</sub> comparées à celles de la 16-hydroxylupeol (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Juceni et *al.*, 2007).**

N°	RMN <sup>13</sup> C de FEE <sub>5</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Juceni et al., 2007)	N°	RMN <sup>13</sup> C de FEE <sub>5</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Juceni et al., 2007)
1	38,7	38,9	16	77,6	76,9
2	28,0	27,4	17	48,7	48,6
3	79,6	78,8	18		47,7
4	38,7	38,9	19		47,6
5	55,9	55,4	20	150,0	149,8
6		18,4	21		30,0
7		34,3	22	37,7	37,8
8		41,0	23	28,0	28,0
9	51,5	50,0	24	16,6	15,9
10	37,7	37,1	25	16,1	16,1
11	19,7	20,9	26	16,1	16,1
12		24,9	27	16,1	16,1
13	37,7	37,3	28	12,2	11,8
14		44,1	29	110,4	109,6
15	35,6	35,9	30	19,4	19,4

#### II.1.3.1.4 Identification de FPO<sub>6</sub>/ FEE<sub>4</sub> ou de la bétuline (92)

Le composé FPO<sub>6</sub> précipite (cristaux blancs) dans le mélange Hex – AE (17/3) et fond entre 251-252°C. Il répond positivement au test de Libermann – Burchard caractéristique des triterpènes (Supaluk et *al.*, 2010).

Sur le spectre de RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 9**), on observe :

- Les signaux de 7 méthyles dont 6 angulaires à  $\delta_{\text{H}}$  0,80 ; 0,87 ; 1,01 ; 1,02 ; 1,06, 1,43 et un signal à 1,73 ppm attribué au méthyle vinylique. Ce proton apparaissant à 1,73 ppm est attribuable au méthyle vinylique est justifié par le spectre HMBC où l'on observe des corrélations entre ce dernier ( $\text{H}_{-30}$ ) et les atomes de carbone  $\text{C}_{-29}$  et  $\text{C}_{-19}$ .
- Le signal à  $\delta_{\text{H}}$  3,23 (dd;  $J_1= 5,4 \text{ Hz}$  et  $J_2= 10,8 \text{ Hz}$ ) est celui du proton  $\text{H}_{-3}$  des triterpènes hydroxylés en  $\text{C}_3$  (Juceni et al., 2007). Ceci est supporté par les données du spectre HMBC (**figure 10**) où l'on observe d'une part des corrélations longues distances entre le proton à  $\delta_{\text{H}}$  0,87 ( $\text{H}_{-23}$ ) et les carbones à  $\delta_{\text{C}}$  79,0 ( $\text{C}_{-3}$ ),  $\delta_{\text{C}}$  55,3 ( $\text{C}_{-5}$ ) et d'autre part des corrélations longues distances entre le proton à  $\delta_{\text{H}}$  0,80 ( $\text{H}_{-24}$ ) et les Carbones à  $\delta_{\text{C}}$  79,0 ( $\text{C}_{-3}$ ) et à  $\delta_{\text{C}}$  55,3 ( $\text{C}_{-5}$ ).
- Le signal à  $\delta_{\text{H}}$  3,84 (d,  $J=10,8 \text{ Hz}$ ) est attribuable à un oxyméthine en  $\text{C}_{-28}$  (Sharma et al., 2010).
- A  $\delta_{\text{H}}$  4,63 et 4,73 deux singulets d'un proton chacun attribuables aux protons du méthylène terminal.

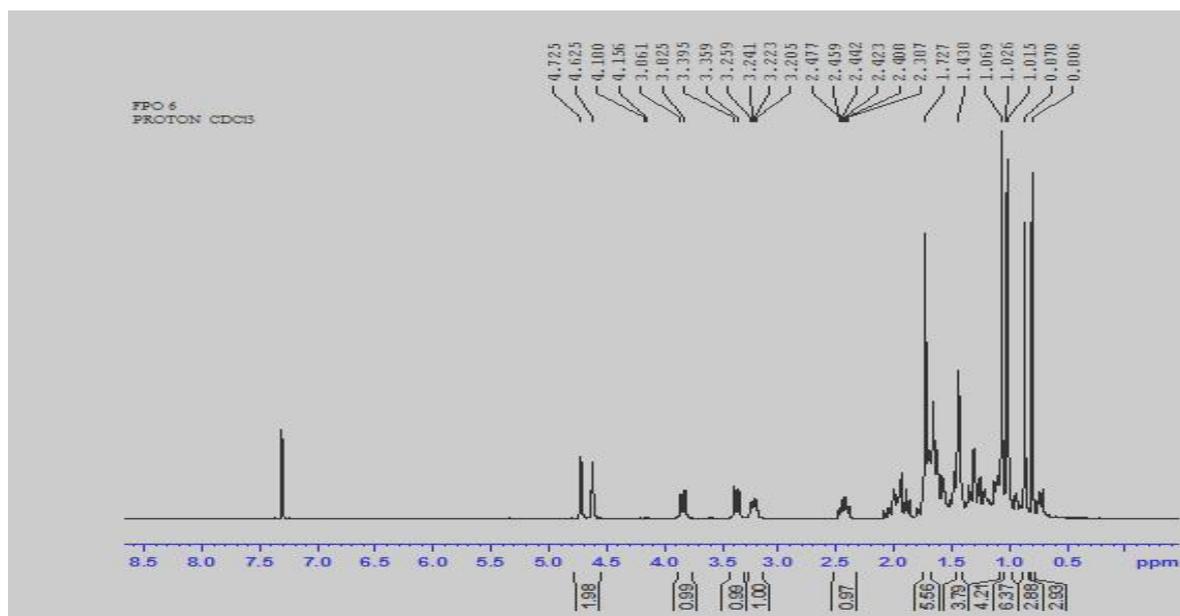
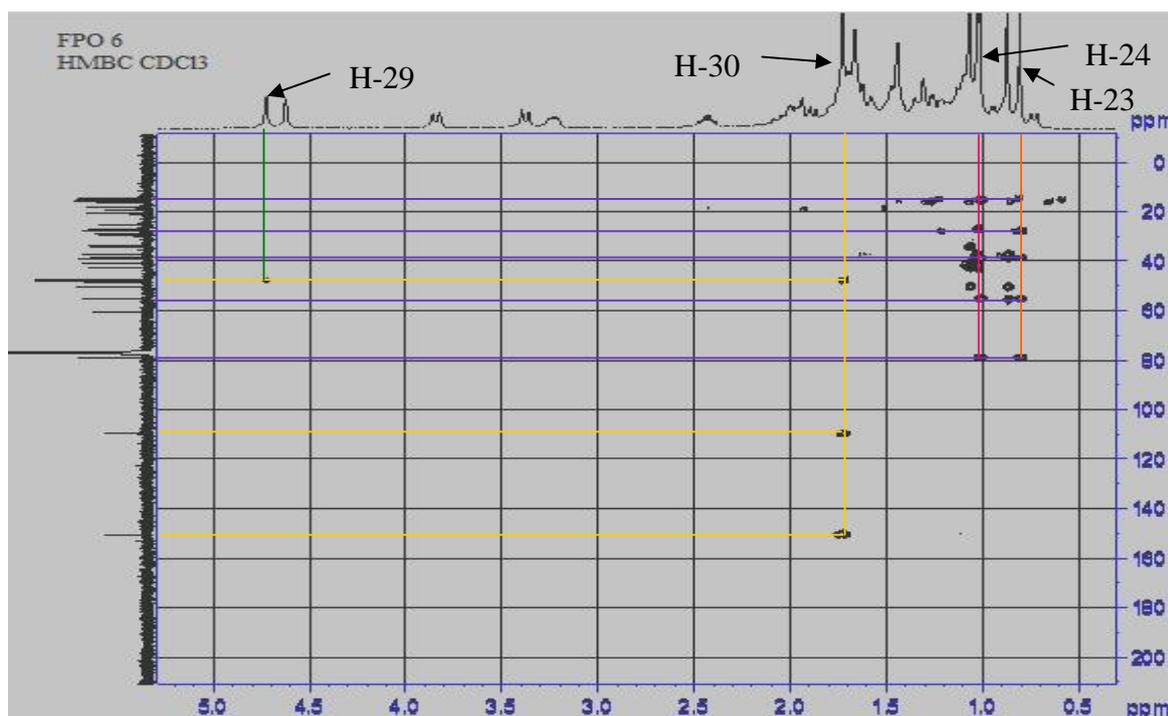


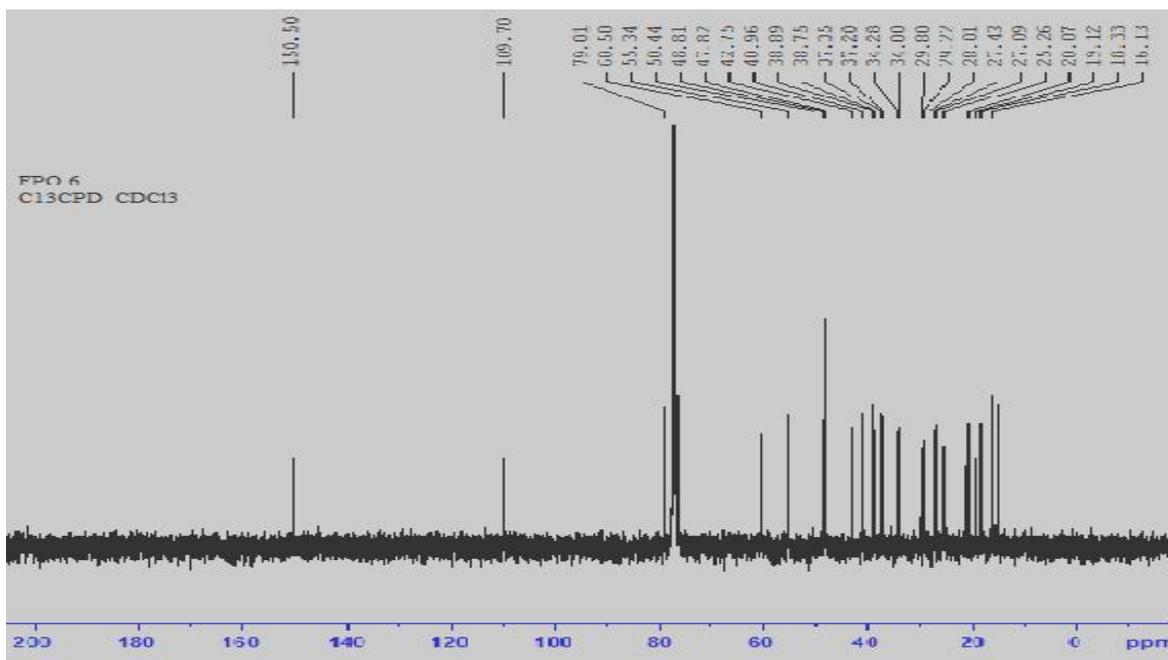
Figure 9: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FPO<sub>6</sub>/ FEE<sub>4</sub> de la bétuline (92)



**Figure 10: Spectre de HMBC (CDCl<sub>3</sub>) de FPO<sub>6</sub>/ FEE<sub>4</sub> ou de la bétuline (92)**

Sur Le spectre de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 11**) on observe :

- A  $\delta_c$  150,5 et 109,7 les signaux caractéristiques des carbones C-20 et C-29 des lup-20(29)-ènes (Sharma et al., 2010).
- Les signaux de 2 oxyméthines à  $\delta_c$  79,0 et 60,6 caractérisant respectivement les carbone C-3 et C-28 des triterpènes hydroxylés de la série lup-20(29)-ène (Mahoto et al., 1994).
- A  $\delta_c$  16,1 ; 18,3 ; 19,1 ; 20,9 ; 25,3 ; 27,4 et 28,0 des signaux attribuables aux carbones des Sept méthyles.

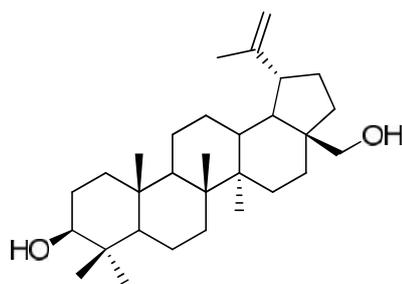


**Figure 11: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FPO<sub>6</sub>/ FEE<sub>4</sub> ou de la bétuline (92)**

Sur le spectre DEPT 135° (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) on observe :

- Un pic caractéristique à  $\delta_{\text{C}}$  109,7 attribuable au carbone éthylénique C-29 des lup-20(29)-ènes (Sharma et al., 2010).
- On observe à  $\delta_{\text{C}}$  79,0 le signal d'un oxyméthine caractéristique des triterpènes hydroxylés en C-3 (Sharma et al., 2010).
- On observe aussi à  $\delta_{\text{C}}$  60,6 en phase négative sur le spectre DEPT un signal attribuable à un carbone  $\text{sp}^3$  oxygéné, ce qui confirme l'information selon laquelle un groupe hydroxyle est fixé en C-28 (Sharma et al., 2010).

Toutes ces données comparées à celles décrites dans la littérature nous ont permis d'attribuer au composé FPO<sub>6</sub> la formule brute  $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}_2$  renfermant 6 insaturations. Sa structure est celle du lup-20(29)-èn-3, 28-diol ou bétuline récemment isolé des écorces de *Bétula utilis* (Sharma et al., 2010). Sapaluk et al. (2010) a montré que la bétuline possède une activité anti-microbienne.



92

**Tableau XIV: Données spectrales de RMN  $^{13}\text{C}$  (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{FPO}_6$  comparées à celles de la bétuline (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , Sapaluk et al., 2010).**

N <sup>o</sup>	RMN $^{13}\text{C}$ de $\text{FPO}_6$	RMN $^{13}\text{C}$ (Sapaluk et al., 2010)	N <sup>o</sup>	RMN $^{13}\text{C}$ de $\text{FPO}_6$	RMN $^{13}\text{C}$ (Sapaluk et al., 2010)
1	38,7	38,6	16		29,1
2	27,4	27,3	17	47,8	47,7
3	79,0	78,9	18	47,8	47,7
4	39,0	39,3	19	48,8	48,7
5	55,3	55,2	20	150,5	150,4
6	18,3	18,2	21	29,7	29,7
7	34,3	34,2	22	34,0	33,9
8	40,9	40,9	23	28,0	27,9
9	50,4	50,3	24		15,3
10	37,4	37,3	25	16,1	16,0
11	20,7	20,8	26		15,9
12	25,3	25,2	27		14,7
13	37,2	37,1	28	60,5	60,5
14	42,7	42,7	29	109,7	109,6
15	27,1	27,2	30	19,0	19,0

### II.1.3.1.5 Identification de RFE<sub>6</sub>/ FEE<sub>6</sub>/ FPO<sub>7</sub> ou de l'acide betulinique (93)

RFE<sub>6</sub> est obtenu sous forme de cristaux blancs dans le système Hex-AcOEt (17/3). Il est soluble dans la pyridine et fond entre 316-318°C. Le test de Liebermann-Burchard donne une coloration violette, ce qui nous suggère que RFE<sub>6</sub> est un triterpène (Supaluk et al, 2010). Une analyse combinée des spectres RMN <sup>13</sup>C, RMN <sup>1</sup>H et de DEPT 135° permet de lui attribuer la formule brute C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub> renfermant sept insaturations.

Les spectres RMN <sup>1</sup>H et RMN <sup>13</sup>C de RFE<sub>6</sub> et FPO<sub>6</sub> sont pratiquement superposables. En effet, sur le spectre de RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, Pyr), de RFE<sub>6</sub> on observe sensiblement les mêmes signaux. La seule différence se situe au niveau de la disparition du signal à  $\delta_{\text{H}}$  3,84 (d,  $J=10,8$  Hz) sur le spectre RMN <sup>1</sup>H de RFE<sub>6</sub> et attribuable à un oxyméthine en C-28 et l'apparition d'un doublet dédoublé d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  2,68, attribuable au proton H-18 déblindé par un groupement attracteur (COOH) (Furuya et al., 1987). Tandis que sur le spectre de RMN <sup>13</sup>C de RFE<sub>6</sub>, on observe la disparition du signal du carbone de l'oxyméthylène à 60,6 ppm, et l'apparition d'un signal à 178,7 attribuable à un carbonyle de type acide en C<sub>28</sub> des triterpènes de la série des lup-20(29)-ènes (Mahato et Kundu 1994). Les autres signaux étant pratiquement identiques.

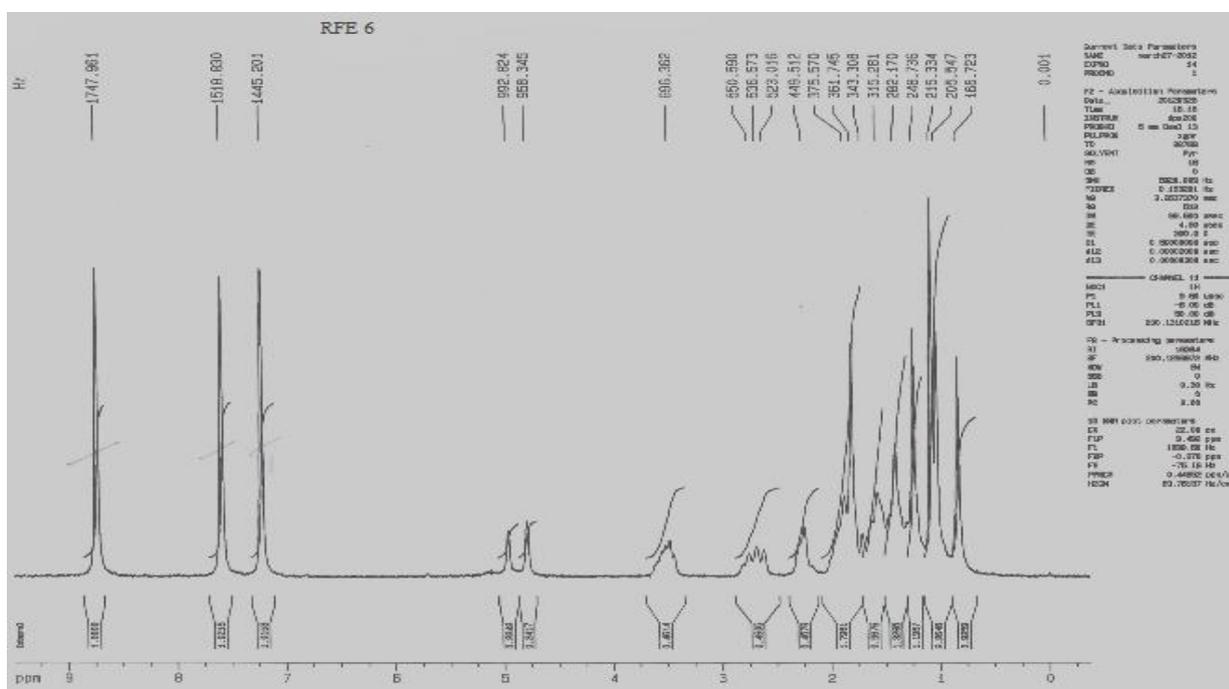
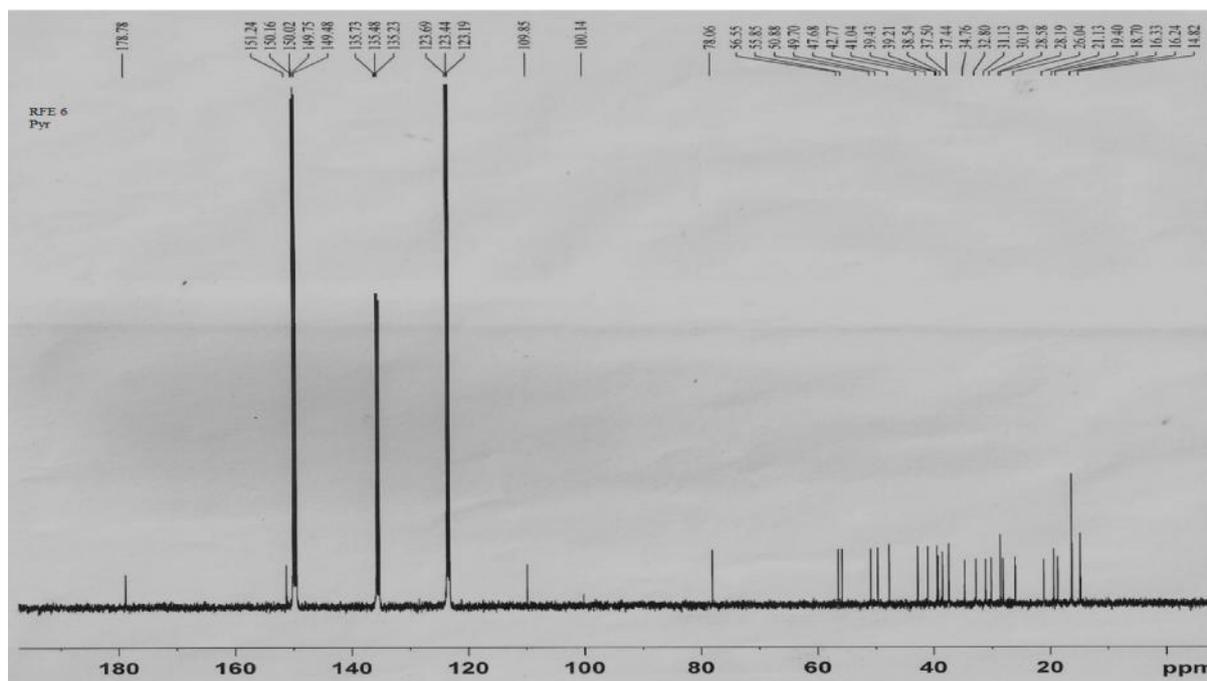
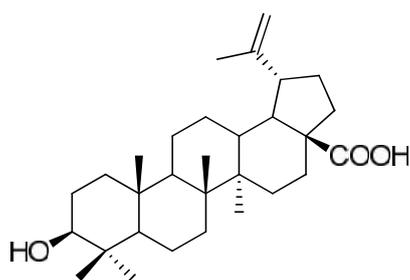


Figure 12: Spectre de RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, Pyr) de RFE<sub>6</sub> ou de l'acide betulinique (93)



**Figure 13: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (50 MHz, Pyr) de RFE<sub>6</sub> ou de l'acide betulinique (93)**

Ces données physiques et spectroscopiques comparées à celles décrites dans la littérature (Mahato et Kundu 1994) nous permettent d'identifier RFE<sub>6</sub> à l'acide bétulinique récemment isolé de *Betula utilis* (Sharma et al., 2010) et possède une activité anti-cancereuse sur ACAT-1 et ACAT-2 avec des valeurs respectives de 61,2 plus ou moins 3,4% et 55,5 plus ou moins 0,3% (Baek et al., 2010).



**93**

**Tableau XV: Données spectrales de RMN <sup>1</sup>H (200 MHz, Pyr) et de RMN <sup>13</sup>C (50 MHz, Pyr) de RFE<sub>6</sub> comparées à celles de l'acide bétulinique (400 MHz, et 100 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Baek et al., 2010)**

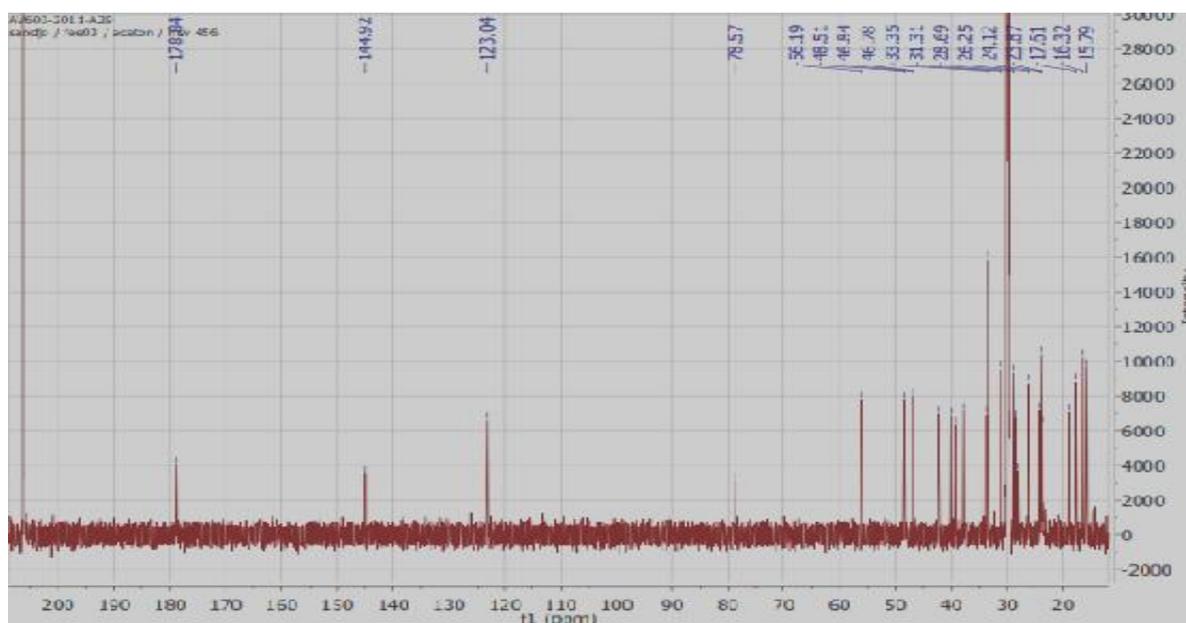
N <sub>o</sub>	RMN <sup>1</sup> H RFE <sub>6</sub> H	RMN <sup>1</sup> H H (Ref.)	RMN <sup>13</sup> C RFE <sub>6</sub> c,	RMN <sup>13</sup> C c (Ref.)	N <sub>o</sub>	RMN <sup>1</sup> H RFE <sub>6</sub> H	RMN <sup>1</sup> H H (Ref.)	RMN <sup>13</sup> C RFE <sub>6</sub> c	RMN <sup>13</sup> C c (Ref.)
1	0,93	0,95 1,68	39,2	39,2	16	1,57	1,55 2,02	32,8	32,8
2	1,81	1,84	26,6	28,2	17	----	----	56,6	56,6
3	3,48	3,45	78,0	78,1	18	2,68	3,56	47,7	47,7
4	----	----	41,0	39,5	19	3,48	3,53	49,7	49,7
5	----	0,80	55,8	55,9	20	-----	----	151,2	151,3
6	1,41 1,57	1,41 1,55	18,2	18,7	21	1,24 1,88	1,27 1,84	30,2	30,2
7		1,39	34,8	34,8	22	1,57 2,25	1,55 2,23	37,4	37,5
8	----	----	39,4	41,1	23	1,24	1,22	28,2	28,6
9	----	1,36	50,9	50,9	24	----	1,00	16,2	16,3
10	----	----	37,4	37,6	25	----	0,82	16,3	16,4
11	1,41	1,41	21,1	21,1	26	1,08	1,06	16,3	16,4
12	1,88	1,19 1,92	26,0	26,1	27	1,03	1,05	14,8	14,8
13	----	1,54	38,5	38,6	28	----	-----	178,8	178,8
14	----	-----	42,8	42,8	29	4,79 4,96	4,76 4,96	109,9	109,9
15	2,25	1,51 2,23	31,1	31,1	31	1,71	1,78	19,4	19,4

### II.1.3.1.6 Identification de FEE<sub>3</sub>/ FPO<sub>5</sub> ou de l'acide ursolique (71)

FEE<sub>3</sub> est obtenu sous forme de cristaux blancs dans le méthanol et fond entre 270-272°C (Uddin *et al.*, 2011). Il présente en spectrométrie de masse en impact électronique l'ion moléculaire à m/z 456 dont une analyse à haute résolution permet de lui attribuer la formule brute C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub> renfermant 7 insaturations.

Son spectre de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, acétone-d<sub>6</sub>, **figure 14**) présente:

- un signal à  $\delta_c$  178,8 correspondant à un carbonyle d'acide carboxylique;
- deux signaux à 123,0 et 144,9 ppm attribuables respectivement aux carbones C-<sub>12</sub> et C-<sub>13</sub> des oléfiniques suggérant un squelette de type urs-12-ène (Uddin *et al.*, 2011);
- un signal à  $\delta_c$  78,6 attribuable au carbone des triterpènes hydroxylés en C-<sub>3</sub>.



**Figure 14: Spectre de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, acétone-d<sub>6</sub>) de FEE<sub>3</sub>/FPO<sub>5</sub> ou de l'acide ursolique (71)**

Le spectre de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, acétone-d<sub>6</sub>, **figure 15**) présente:

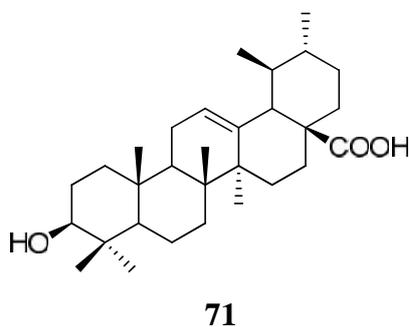
- 5 singulets de 3 protons chacun à  $\delta_H$  0,80; 0,81; 0,93; 0,98 et 1,17 caractérisant les 5 groupements méthyles angulaires;
- 2 doublets de 3 protons chacun à  $\delta_H$  0,77 et 0,88 correspondant respectivement aux protons des carbones C-<sub>29</sub> et C-<sub>30</sub>;
- un signal intégrant pour un proton à  $\delta_H$  3,13 attribuable au proton du carbone C-<sub>3</sub> d'un triterpène hydroxylé en C-<sub>3</sub>;

- un doublet mal résolu d'un proton à  $\delta$  5,24 caractéristique du proton H-12 des urs-12-ènes (Uddin et *al.*, 2011).



**Figure 15: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz, acétone- $d_6$ ) de FEE $_3$ / FPO $_5$  ou de l'acide ursolique (71).**

L'ensemble de toutes ces données spectrales comparées à celles de la littérature nous a permis d'attribuer à FEE $_3$ /FPO $_5$  la structure (71) qui est celle de l'acide ursolique précédemment décrit par Seebacher et *al.* (2003). Il a été démontré par Babalola et Shode (2013) que l'acide ursolique possède des activités anti-inflammatoire, anti-microbienne, anti-HIV et anti-cancéreuse.



**Tableau XVI: Données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, CD<sub>6</sub>CO) de FEE<sub>3</sub> comparées à celles du taraxerol (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Babalola et al., 2013).**

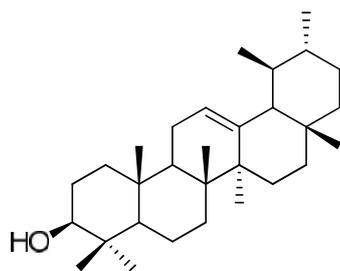
N <sup>o</sup>	RMN <sup>13</sup> C de FEE <sub>3</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Ref)	N <sup>o</sup>	RMN <sup>13</sup> C de FEE <sub>3</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Ref)
1		38,4	16	24,1	24,9
2	28,7	28,1	17	46,3	48,0
3	78,6	78,1	18		53,5
4		38,4	19		39,5
5	56,2	55,8	20		39,1
6		18,8	21	31,3	31,1
7	33,4	33,6	22		37,3
8		40,0	23	28,7	28,8
9	46,8	48,3	24	15,8	15,7
10		37,4	25	16,3	16,6
11	23,8	23,6	26	17,5	17,4
12	123,0	125,6	27	23,8	23,8
13	144,9	139,7	28	178,8	180,0
14		42,5	29	17,5	17,5
15	28,7	28,7	30		21,4

#### II.2.1.7- Identification de FEE<sub>9</sub> ou de l' -amyrine (94)

Ce composé est obtenu sous forme de cristaux blancs dans le mélange Hex-AE (19:1) et fond entre 186-187 °C. Il est soluble dans le chloroforme. Il répond positivement au test de Liebermann-Burchard en donnant une coloration rouge violacée, ce qui suggère que c'est un triterpène.

Les données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz) de FEE<sub>3</sub> présentent des similitudes avec celles de FEE<sub>9</sub>. La différence majeure observée est l'absence du signal à  $\delta$  178,8 sur le spectre de RMN <sup>13</sup>C de FEE<sub>9</sub> qui est remplacé par un signal d'un méthyle supplémentaire à  $\delta$  28,1.

L'ensemble de toutes ces données comparées à celles de la littérature nous a permis d'attribuer à FEE<sub>9</sub> la structure (94) qui est celle de -amyrine déjà décrit par **Mahato** et **Kundu** en 1994.



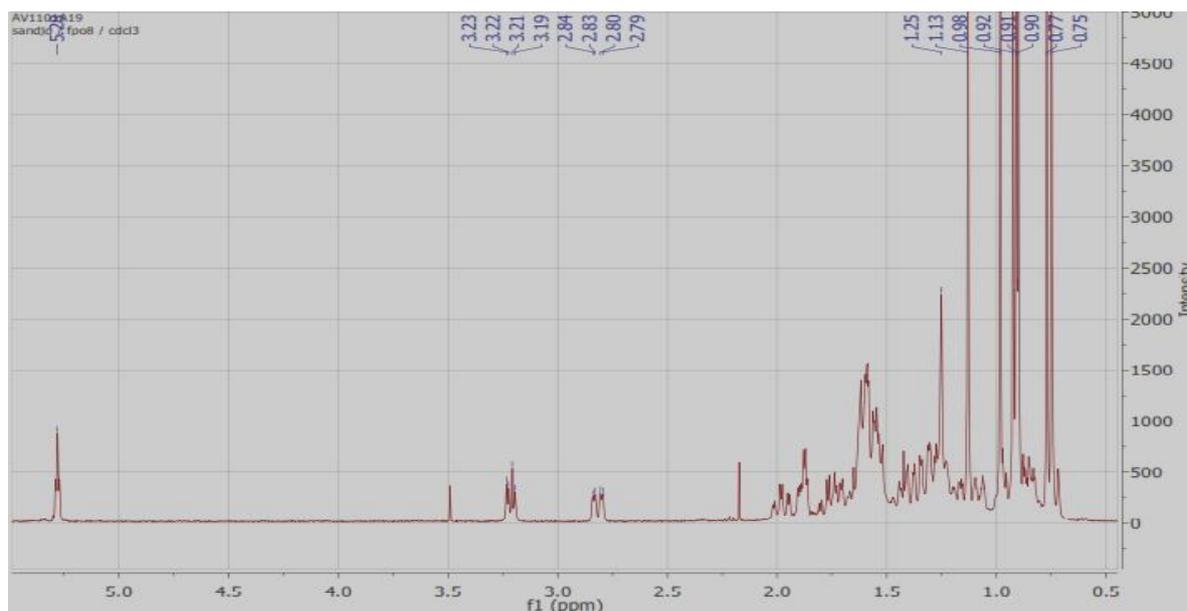
94

### II.1.3.1.8 Identification de FPO<sub>8</sub>/ FEE<sub>7</sub> ou de l'acide oléanolique (95).

FPO<sub>8</sub> est obtenu sous forme de cristaux blancs dans le système Hex-AE (9 :1). Il est soluble dans le méthanol et fond entre 196-198 °C (Baek et al, 2010). Le test de Liebermann-Burchard donne une coloration violette, ce qui suggère que FPO<sub>8</sub>/ FEE<sub>7</sub> serait un triterpène.

L'analyse minutieuse du spectre de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 16**) de FPO<sub>8</sub> montre la présence de:

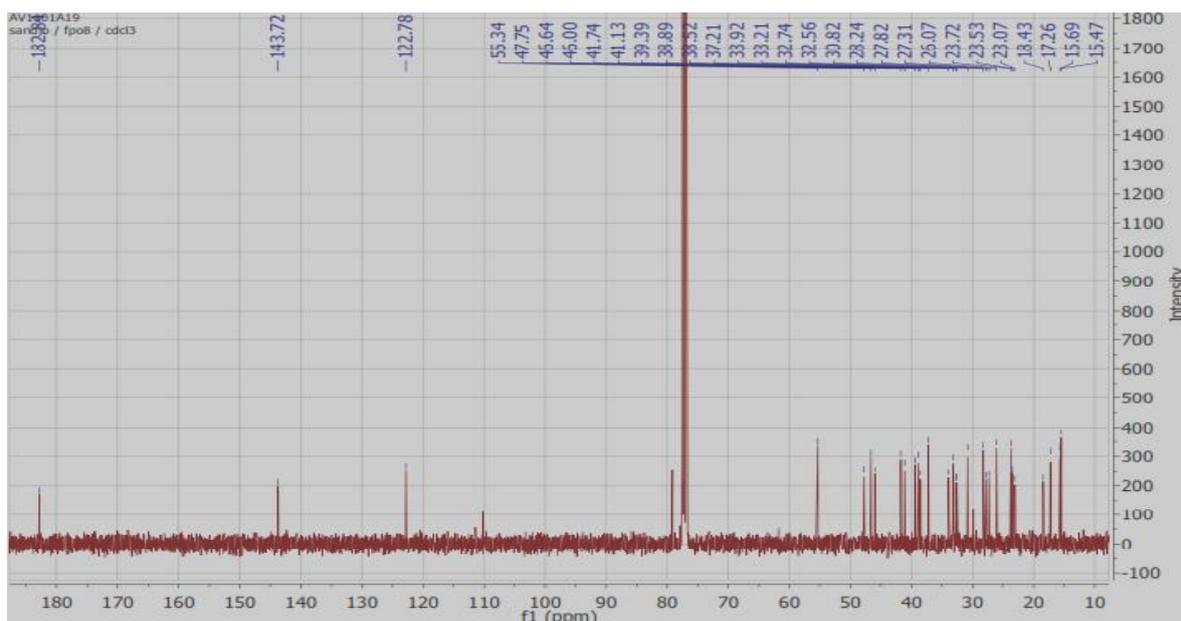
- 7 singulets intenses de 3 protons chacun entre  $\delta_{\text{H}}$  0,75 et 1,25
- Un doublet dédoublé mal résolu à  $\delta_{\text{H}}$  2,00 caractéristique d'un signal du proton H<sub>18</sub> d'un oléan-12-ène (Furuya et al., 1987). D'autre part, le déplacement chimique élevé de ce proton H<sub>18</sub> nous suggère la présence d'un groupement attracteur d'électrons en  $\delta_{\text{H}}$  de ce dernier. On observe en plus :
  - Un doublet dédoublé à  $\delta_{\text{H}}$  3,21 attribuable au proton de l'oxyméthine en position 3 ;
  - Un proton oléfinique à  $\delta_{\text{H}}$  5,23 caractéristique du proton H<sub>12</sub> des oléan-12-ènes (Furuya et al., 1987).



**Figure 16: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{FPO}_8/\text{FEE}_7$  ou de l'acide oléanolique (95).**

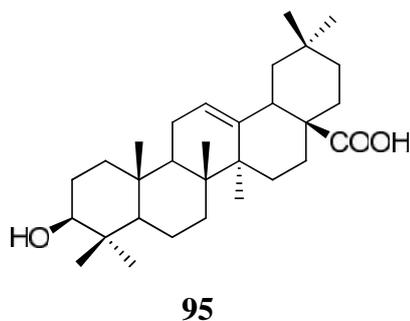
Ces informations sont confirmées par le spectre de RMN du  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , **figure 17**) où l'on observe respectivement à  $\delta_{\text{C}} 122,8$  et  $\delta_{\text{C}} 143,7$  les signaux des carbones  $\text{C}_{-12}$  et  $\text{C}_{-13}$  des oléan-12-ènes (Mahato et Kundu, 1994).

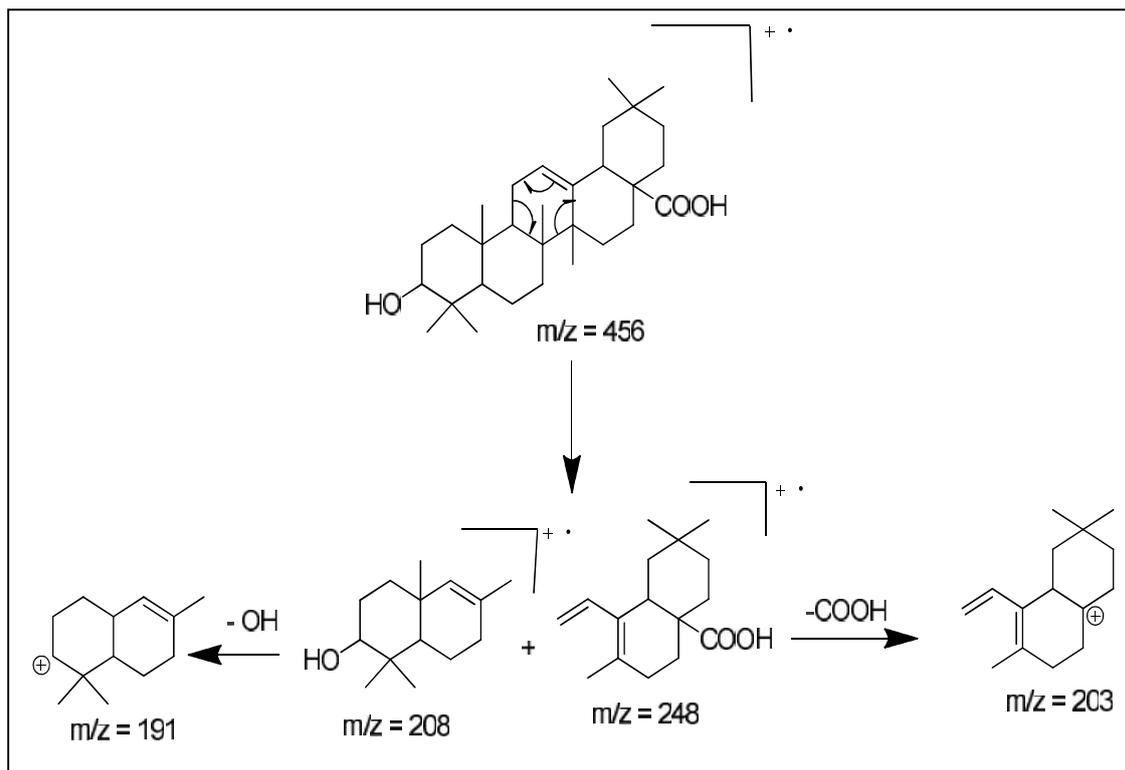
Sur ce spectre, nous remarquons à  $\delta_{\text{C}} 182,8$  le signal du carbonyle d'un acide suggérant la présence d'un groupement carboxyle dans le squelette de  $\text{FPO}_8$ . La position de ce groupement a été déduite de l'étude du spectre de masse de ce composé où l'on observe à  $m/z$  248 ion fragment confirmant sa présence en position 17 du squelette de base du dérivé  $\text{FPO}_8$ . Cet ion fragment est issu de la fragmentation de type Rétro Diels-Alder du cycle C. L'existence d'un ion fragment à  $m/z$  203 traduit la perte du groupe carboxyle par l'ion fragment à  $m/z$  248. Outre cet ion fragment, on observe d'autres ions fragments importants à  $m/z$  208 et 191 (**schéma 10**).



**Figure 17: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{FPO}_8/\text{FEE}_7$  ou de l'acide oléanolique (95).**

Toutes ces données physiques et spectroscopiques comparées à celles décrites dans la littérature (Wang et *al.*, 1998) nous permette d'identifier  $\text{FPO}_8$  à l'acide oléanolique(95). Ce composé possède une activité anti-cancéreuse ACAT-1 et ACAT-2 avec des valeurs respectives de 52,5 plus ou moins 0,7% et 22,0 plus ou moins 2,6% (Baek et *al.*, 2010)





**Schéma 10: Fragmentation de FPO<sub>8</sub> ou de l'acide oléanolique**

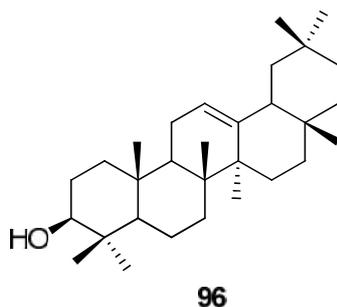
**Tableau XVII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de FPO<sub>8</sub> comparées à celles de l'acide oléanolique (100 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Baek et al., 2010).**

N°	RMN <sup>13</sup> C de FPO <sub>8</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Baek et al., 2010)	N°	RMN <sup>13</sup> C de FPO <sub>8</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Baek et al., 2010)
1	38,9	38,9	16	23,7	23,8
2	28,2	28,3	17	46,6	46,7
3	78,6	78,1	18	41,7	42,2
4	39,4	39,4	19	46,0	46,3
5	55,3	55,3	20	30,8	31,0
6	18,4	18,8	21		43,2
7	33,9	33,3	22	33,2	33,2
8	39,4	39,8	23	28,2	28,6
9	47,8	48,1	24	15,7	16,1
10	37,2	37,4	25	15,4	15,5
11		23,8	26	17,2	17,4
12	122,8	122,6	27	26,0	26,2
13	143,7	144,8	28	182,8	180,2
14	41,7	42,1	29	33,2	33,3
15	28,2	28,1	30	23,7	23,8

### II.1.3.1.9 Identification de FPO<sub>3</sub> ou du $\alpha$ -amyrine (96)

Le composé FPO<sub>3</sub> est obtenu sous forme de poudre blanche dans le mélange hexane-acétate d'éthyle (19 :1). Il est soluble dans le chloroforme et répond positivement au test de Liebermann-Burchard, ce qui suggère que FPO<sub>3</sub> est un triterpène.

En comparant FPO<sub>3</sub> à un échantillon authentique déjà isolé dans notre laboratoire, nous avons attribué à ce composé la structure (96) qui est celle de la  $\alpha$ -amyrine précédemment décrit par Mahato et Kundu (1994).



### II.1.3.1.10 Identification de FEE<sub>8</sub> ou de l'acétate de $\alpha$ -amyrine (97)

Le composé FEE<sub>8</sub> précipite sous forme de poudre blanche dans le mélange Hex-AE (9:1). Il est soluble dans l'acétone et donne une coloration rouge qui vire au violet en présence du réactif de Liebermann-Burchard, caractéristique des triterpènes (Fabihi et al., 2012). Son spectre de masse en IE montre le pic de l'ion moléculaire [M<sup>+</sup>] à m/z 468 compatible avec la formule brute C<sub>32</sub>H<sub>52</sub>O<sub>2</sub> qui renferme 7 insaturations, ce qui nous permet de suggérer que notre composé est un triterpène pentacyclique avec cinq des sept insaturations correspondant aux cinq cycles.

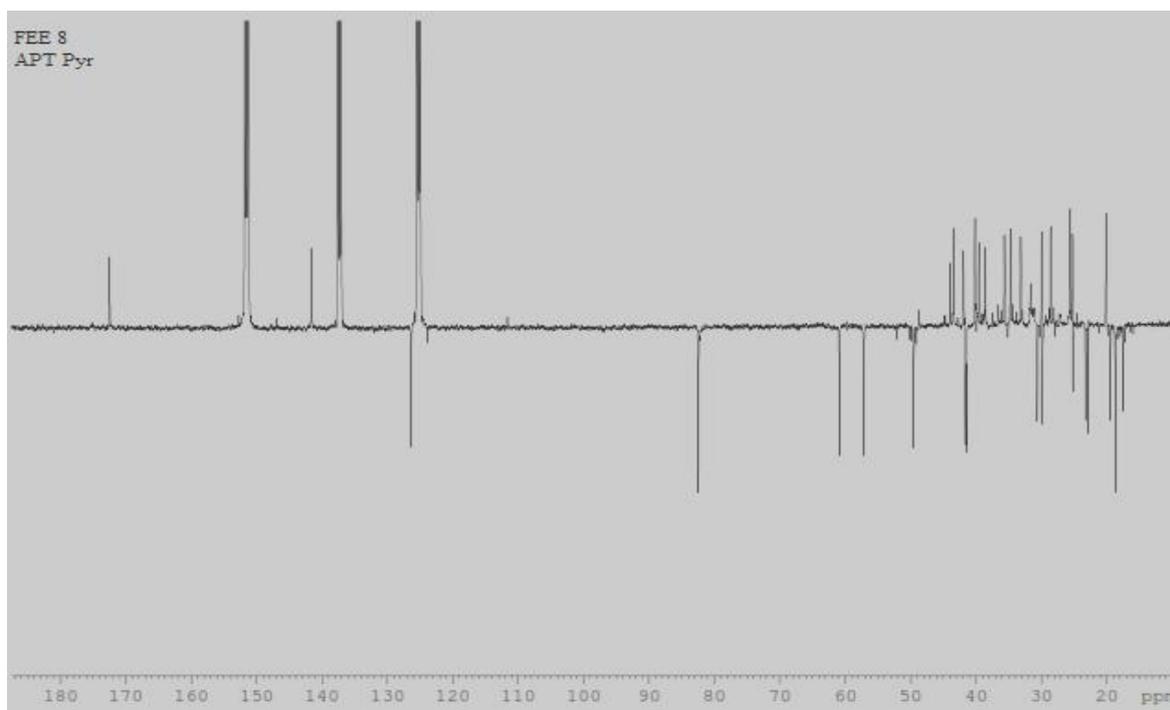
Sur le spectre IR, on observe une bande de vibration à 1755 cm<sup>-1</sup>, bande attribuable au groupement carbonyle (C=O) de type ester.

Sur son spectre RMN<sup>13</sup>C (APT, 100 MHz, Pyr, **figure 18**), nous observons effectivement 32 atomes de carbones dont :

- huit carbones quaternaires parmi lesquels, celui du carbone des esters à  $\delta$  C 172,0; un carbone sp<sup>2</sup> d'une double liaison à  $\delta$  C 142,0 et les six autres à  $\delta$  C 42,5; 40,4; 39,7; 38,6; 34,6 et 31,7
- cinq méthynes dont un oxygéné à  $\delta$  C 82,0 caractéristique des triterpènes acétylés en C-3 (Fabihi et al., 2012); un hybridé sp<sup>2</sup> à  $\delta$  C 126,0 et les autres hybridé sp<sup>3</sup> à  $\delta$  C 61,0; 57,5 et 50,0;

- dix méthylènes à  $\delta_c$  20,4; 25,5; 25,8; 28,6; 30,2; 30,2; 31,0; 31,7 et 41,5;
- neuf méthyles à  $\delta_c$  17,6; 18,8; 18,8; 19,4; 23,0; 23,1; 25,3; 31,0 et 31,1.

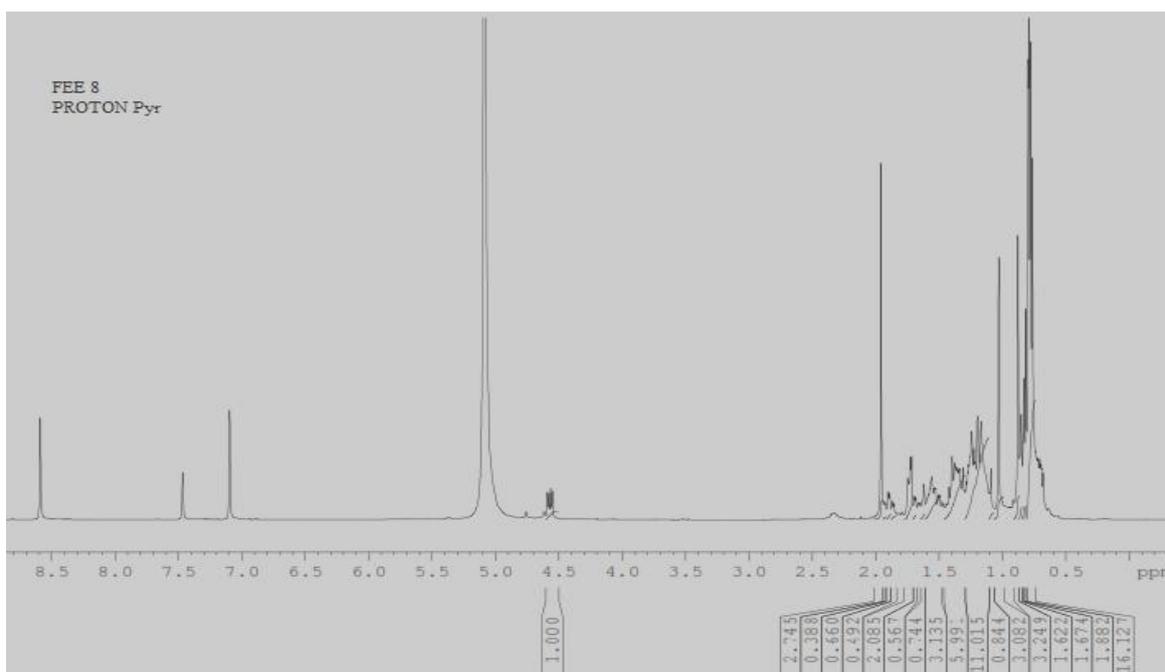
Les signaux de carbone à  $\delta_c$  142,0 et 126,0 et la présence de deux paires de méthylènes ayant sensiblement le même déplacement chimique corroborent avec l'hypothèse selon laquelle FEE<sub>8</sub> est un triterpène de la série oléan-12-ène (Fabihi et *al.*, 2012).



**Figure 18:** spectre RMN <sup>13</sup>C (APT, 75 MHz, Pyr) de FEE<sub>8</sub> ou de l'acétate de -amyrine (97)

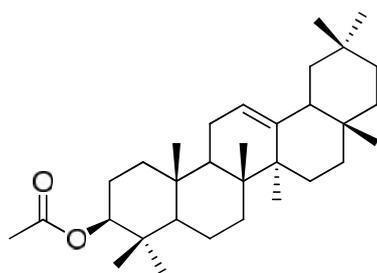
L'analyse de son spectre RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, Pyr, **Figure 19**) présente:

- Un large triplet mal résolu à  $\delta_H$  5,20 attribuable à un proton vinylique voisin d'un méthylène et dont le signal correspondant apparaît à  $\delta_H$  1,80. Ce proton à  $\delta_H$  5,20 est caractéristique du proton H<sub>12</sub> des triterpènes de la série oléan-12-ène (Fabihi et *al.*, 2012);
- Un multiplet d'un proton à  $\delta_H$  4,52, correspondant au proton de l'oxyméthine en C-3. La nature plus déblindée de ce signal est compatible avec la présence d'un groupement acétyle en cette position. La présence de ce groupement acétoxy est justifiée sur le spectre RMN <sup>1</sup>H par le signal du méthyle correspondant qui apparaît à  $\delta_H$  2,00 sous forme d'un singulet.



**Figure 19:** spectre de RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz, Pyr) de FEE<sub>8</sub> ou de l'acétate de -amyrine (97)

Ces données comparées à celles de la littérature, nous permettent d'attribuer à FEE<sub>8</sub> la structure **97** qui est celle de l'acétate de -amyrine déjà décrit par **Mahato** et **Kundu** (1994). Il a été démontré par **Watcho** et *al.* (2012) que ce composé favorise l'augmentation de l'érection du pénis, ainsi que la durée de l'éjaculation.



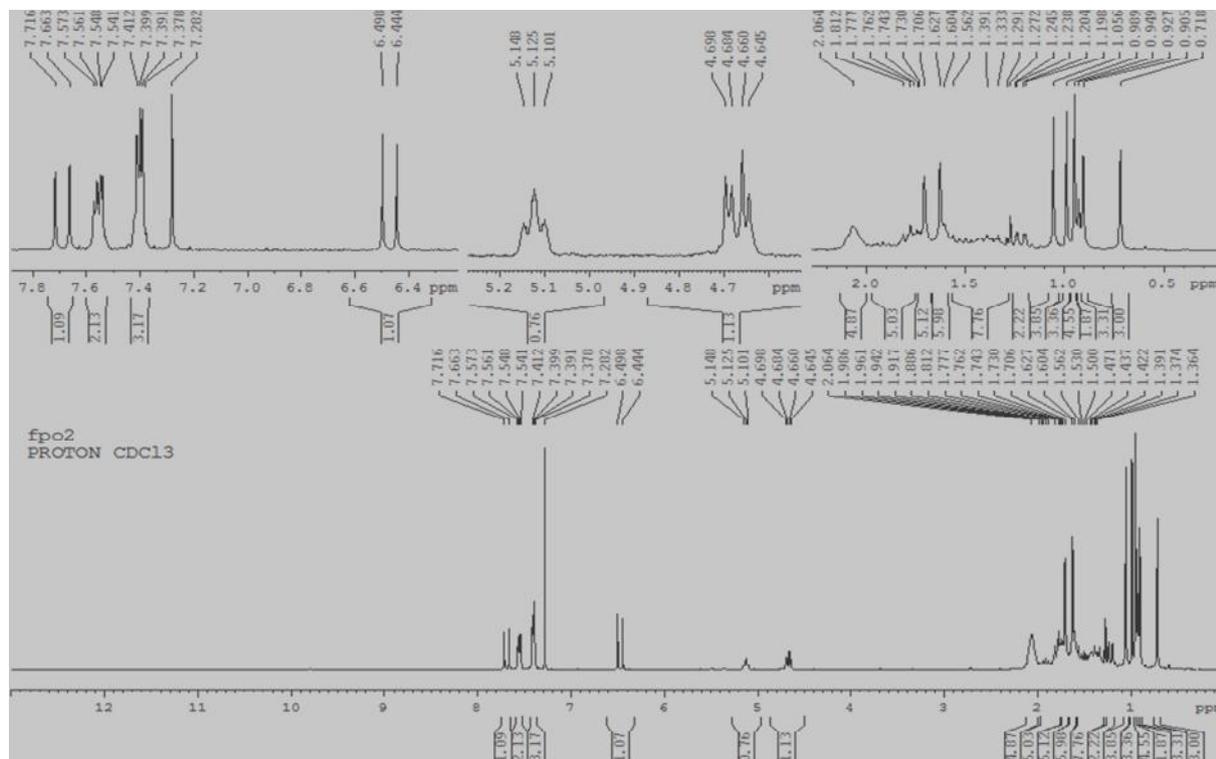
**97**

#### II.1.3.1.11 Identification de FPO<sub>2</sub> ou de l'euphol-3-O-cinnamate (98)

Le Composé FPO<sub>2</sub> a été obtenu sous forme de cristaux blancs dans le mélange de solvant Hex -AE (95 :05). Il est soluble dans le chloroforme et fond entre 110-111°C.

Son spectre de RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 20**), montre les signaux de trois groupes méthyles angulaires à  $\delta_{\text{H}}$  : 0,72 (3H, s, H-18), 1,06 (3H,s, H-19) et 0,91 (3H, s, H-30) et deux groupes méthyles vicinaux à  $\delta_{\text{H}}$  : 0,99 (3H, s, H-29) et 0,95 (3H, s, H-28). En plus, on observe deux méthyles vinyliques à  $\delta_{\text{H}}$  : 1,71 (3H, s, H-26) et 1,63 (3H, s, H-27) suggérant

qu'on a un squelette de type lanostane ou euphane (Gewali et *al.*, 1990). De plus, son spectre de RMN  $^1\text{H}$  montre également le signal de deux doublets à  $\delta_{\text{H}}$ : 6.47 (1H, d, J= 16,2 Hz) et 7.69 (1H, d, J= 15,9 Hz) correspondant aux protons en  $\beta$ , des carbones insaturés. La valeur de la constante de couplage (J= 16 Hz) indique que la double liaison est de stéréochimie trans.



**Figure 20: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{FPO}_2$  ou de l'euphol 3-O-cinnamate (98)**

Sur son spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , **figure 21**), nous observons 39 atomes de carbones dont :

- neuf carbones quaternaires parmi lesquels, celui du carbone des esters à  $\delta_{\text{C}}$  166,8;
- Six signaux des carbones oléfiniques dont ceux à  $\delta_{\text{C}}$  118,9 et 144,3 des carbones insaturés en  $\beta$ , et ceux à  $\delta_{\text{C}}$  134,5 ; 134,6 ; 125,3 et 130,9 attribuables respectivement aux carbones en positions 8, 9, 24 et 25 des squelettes de type lanostane ou euphane (Gewali et *al.*, 1990).
- douze méthynes dont un oxygéné à  $\delta_{\text{C}}$  81,0 attribuable au carbone en position 3. Le déplacement chimique élevé de ce carbone est justifiée par la présence du groupe cinnamate. On observe également cinq signaux caractéristiques à  $\delta_{\text{C}}$  128.0 (C-2'' et C-6''), 128,8 (C-3'' et C-5'') et 130.1 et attribuables aux carbones hybrides  $\text{sp}^2$  du noyau aromatique

- dix méthylènes à  $\delta$  18,2; 21,0; 24,3; 24,9; 26,4; 28,2; 30,8; 31,0 ; 35,3 et 36,4
- huit méthyles à  $\delta$  15,8; 16,7; 17,6; 18,6; 19,2; 24,3; 25,7; et 28,0

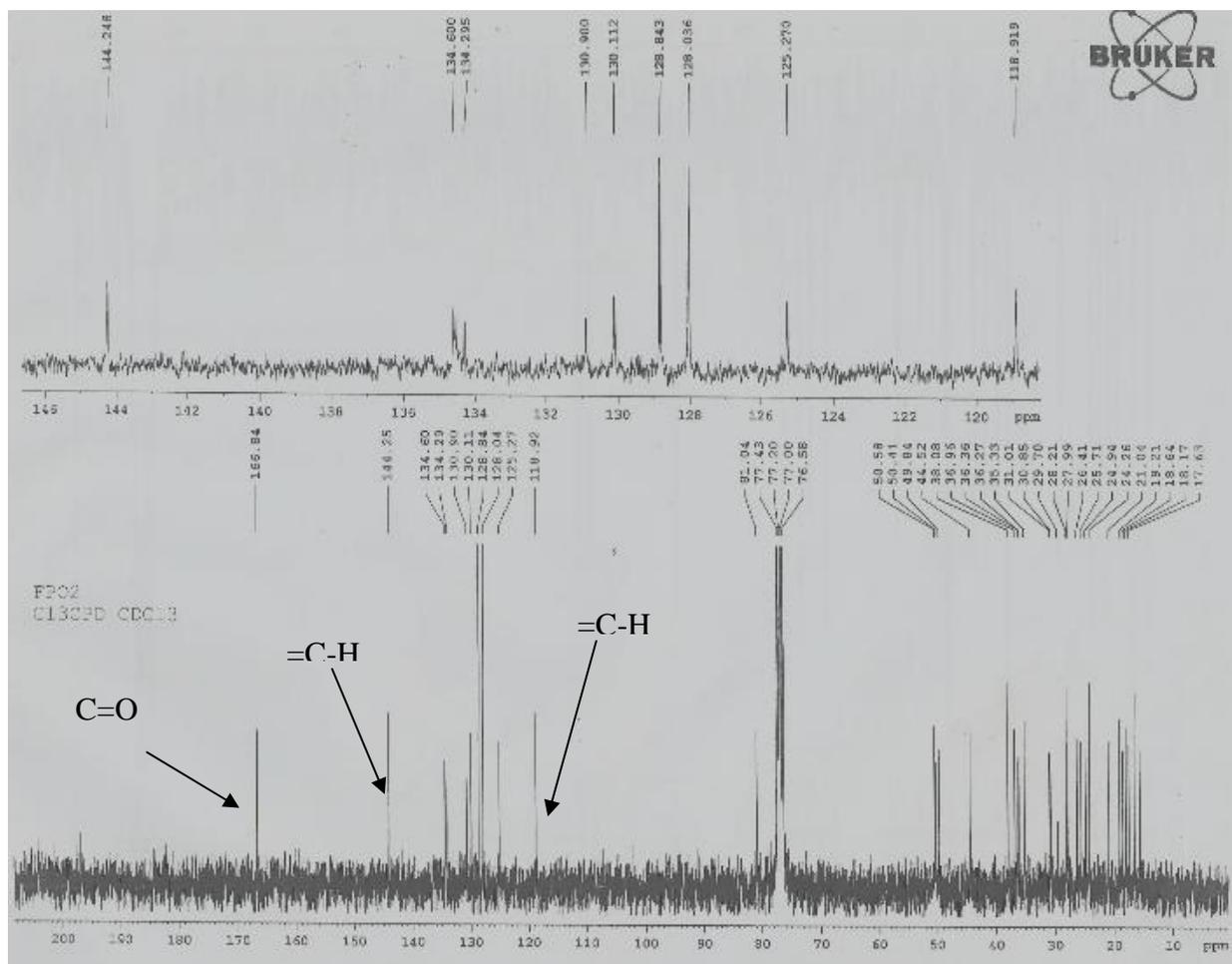


Figure 21: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{FPO}_2$  ou de l'euphol 3-O-cinnamate (98).

- Sur son spectre HMBC (Figure 22), nous observons des corrélations longues distances d'une part entre les protons à  $\delta$  1,06 (3H, s, H-19) et les carbones à  $\delta$  50,6 (C-5) ; 134,5 (C-9) et d'autre part à  $\delta$  0,91 (3H, s, H-30) et les carbones à  $\delta$  44,5 (C-13); 49,8 (C-14) et 134,6 (C-8) suggérant que la double liaison est fixée entre les carbones 8 et 9 du squelette de type euphane (Gewali et *al.*, 1990). De plus, on observe des corrélations en HMBC entre les protons des carbones insaturés en  $\delta$  6,47 et 7,69 et le carbonyle à  $\delta$  166,8.

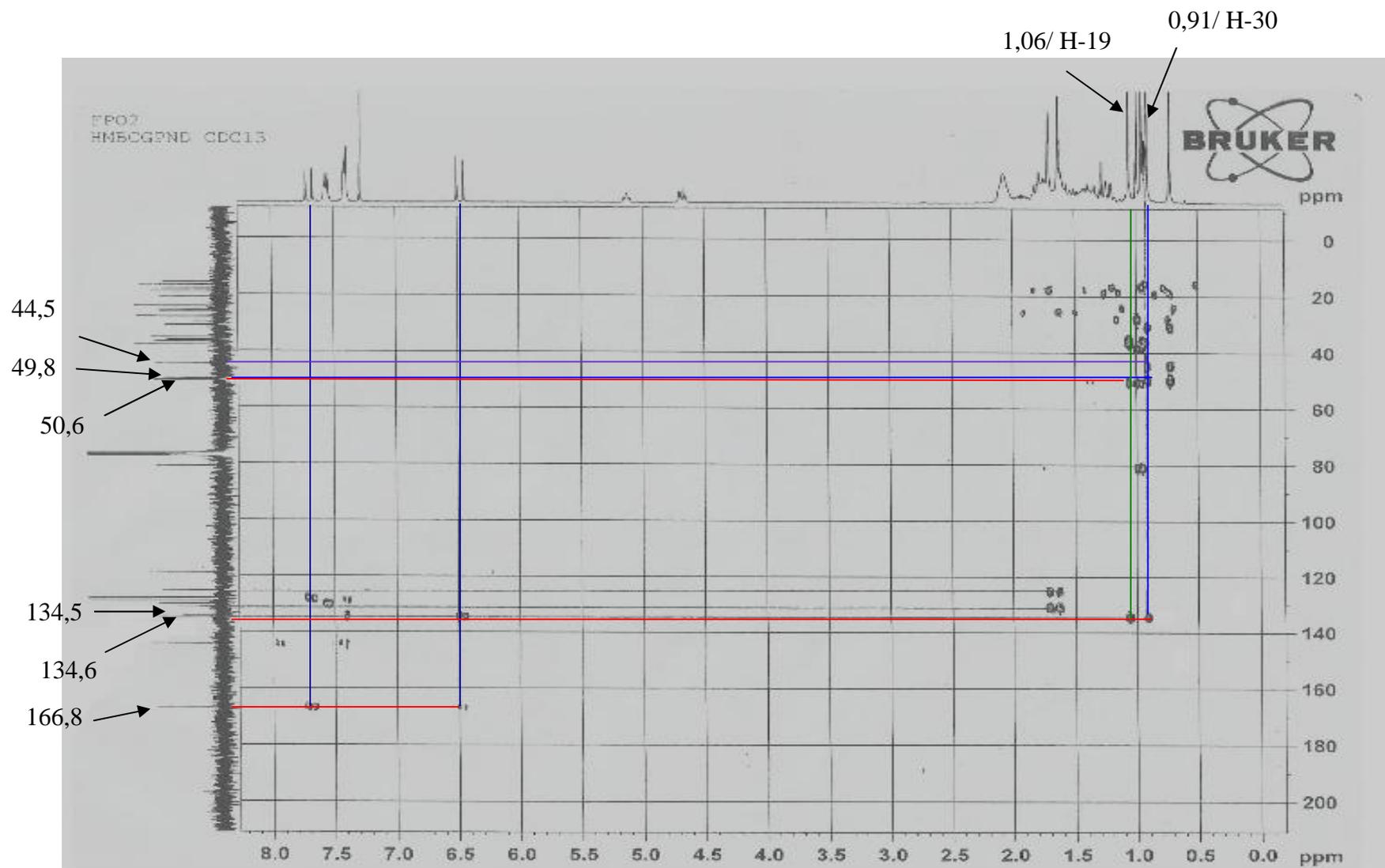
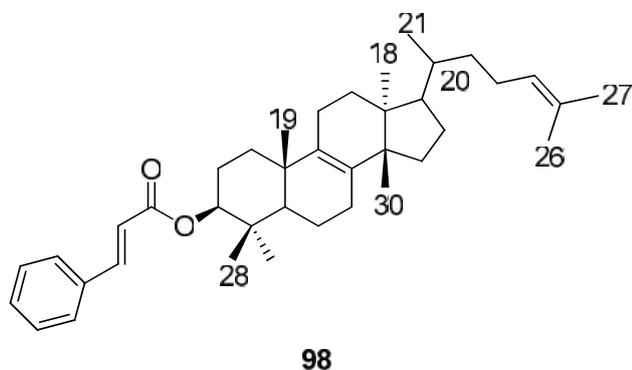


Figure 22 : Spectre HMBC (CDCl<sub>3</sub>) de FPO<sub>2</sub> ou euphol 3-O-cinnamate (98)

Toutes ces données comparées à celles de la littérature, nous permettent d'attribuer à FPO<sub>2</sub> la structure (98) qui est celle de l'euphol 3-O-cinnamate, déjà isolé de *Euphorbia antiquorum* par Gewali et al. (1990).



**Tableau XVIII: Données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de FPO<sub>2</sub> comparées à celles de l'euphol 3-O-cinnamate (100 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Gewali et al., 1990).**

N°	RMN <sup>13</sup> C de FPO <sub>2</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Ref)	N°	RMN <sup>13</sup> C de FPO <sub>2</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Ref)
1	38,0	36,5	16	30,8	31,3
2	26,4	26,3	17		51,3
3	81,0	82,6	18	16,7	17,1
4		39,7	19	19,2	21,8
5	50,6	52,7	20		37,4
6	18,2	20,4	21	19,2	20,4
7	28,2	29,1	22	36,4	37,0
8	134,6	136,2	23	24,9	25,9
9	134,5	135,2	24	124,3	126,9
10		38,8	25	130,9	131,6
11	21,0	23,0	26	18,6	18,3
12	28,2	32,4	27	25,7	27,2
13	44,5	45,6	28		29,6
14	49,8	51,6	29	16,7	17,0
15	31,0	31,9	30		26,1
				166,8	168,3
				118,9	120,5
				144,3	145,8
					135,6
				128,0	129,5
				128,8	130,4
				130,1	131,6

### II.1.3.1.12 Identification de RFE<sub>3</sub> ou de la friedelanone (99)

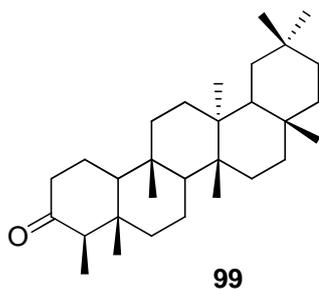
RFE<sub>3</sub> se présente sous forme de cristaux blancs dans le mélange Hex-AE (85:15). Il est soluble dans le chloroforme et fond entre 260-262°C. Il donne une coloration rouge violacée en présence du réactif de Libermann Burchard; ce qui suggère que RFE<sub>3</sub> est un triterpène (Boiteau et *al.*, 1964). RFE<sub>3</sub> donne également un test positif au test de Zimmermann caractéristique des triterpènes avec un groupe 3-oxo (Ali et *al.*, 2001).

Son spectre de masse en IE montre le pic de l'ion moléculaire à m/z 426, compatible avec la formule brute C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O renfermant 6 insaturations.

Sur le spectre de RMN <sup>1</sup>H, on observe huit signaux de méthyles dont sept singulets entre  $\delta_{\text{H}}$  0,65 et 1,28 ainsi qu'un doublet d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  0,95 de constante de coupage  $J = 6,0$  Hz attribuable au proton d'un méthyle en position 4 du squelette d'une friedelane (Shamma et *al.*, 1962). On observe en plus, un quadruplet à  $\delta_{\text{H}}$  2,37 attribuable au proton H<sub>4</sub>.

L'absence du signal d'un singulet entre  $\delta_{\text{H}}$  3,3 et 3,7 caractéristique du proton H<sub>3</sub> suggère qu'il y a eu une oxydation en position C<sub>3</sub>, cette information est confirmée par le spectre de masse où l'on observe des ions fragments à m/z à 205 et 273 et le spectre de RMN <sup>13</sup>C qui montre un signal à  $\delta_{\text{C}}$  213,3 caractéristique du carbone C<sub>3</sub> de la friedelan-3-one (Sengupta et *al.*, 1997).

Toutes ces données physiques et spectroscopiques comparées à celles de la littérature, nous permettent d'identifier RFE 3 à la friedelan-3-one (Shamma et *al.*, 1969; Shamma et *al.*, 1962; Haway et *al.*, 1969).



### II.1.3.1.13 Identification de FPO<sub>9</sub>/FEE<sub>10</sub> ou du taraxérol (100)

FPO<sub>9</sub> est un solide blanc dans le mélange Hex-AE (8 : 2). Il fond entre 279-280°C. Il est soluble dans le chloroforme et est positif au test de Libermann Burchard caractéristique des triterpènes (Hernandez-Chavez et *al.*, 2012). Sur son spectre de masse en IE, on observe le pic de l'ion moléculaire à m/z 426. Cette information, couplée aux données de RMN nous suggère la formule brute C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O renfermant 6 degrés d'insaturations.

L'analyse de son spectre RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , figure 23) présente:

- Un signal d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  5,55 (dd,  $J = 3,3$  et  $8,1$  Hz) caractéristique du proton  $\text{H}_{-15}$  des triterpènes de la série taraxar-14-ène (Hernandez-Chavez *et al.*, 2012)
- Un doublet dédoublé d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  3,21 (dd,  $J = 4,8$  et  $10,5$  Hz,  $\text{H}_{-3}$ ), correspondant au proton de l'oxyméthine en C-3.
- On observe également un proton à  $\delta_{\text{H}}$  1,95 (dd,  $J = 3,0$  et  $14,7$  Hz,  $\text{H}_{-16\text{b}}$ ) qui serait le proton du méthylène lié au carbone vinylique en C-15. Ceci se confirme par le spectre COSY où l'on observe une corrélation entre ce proton à  $\delta_{\text{H}}$  1,95 et le proton vinylique à  $\delta_{\text{H}}$  5,55.

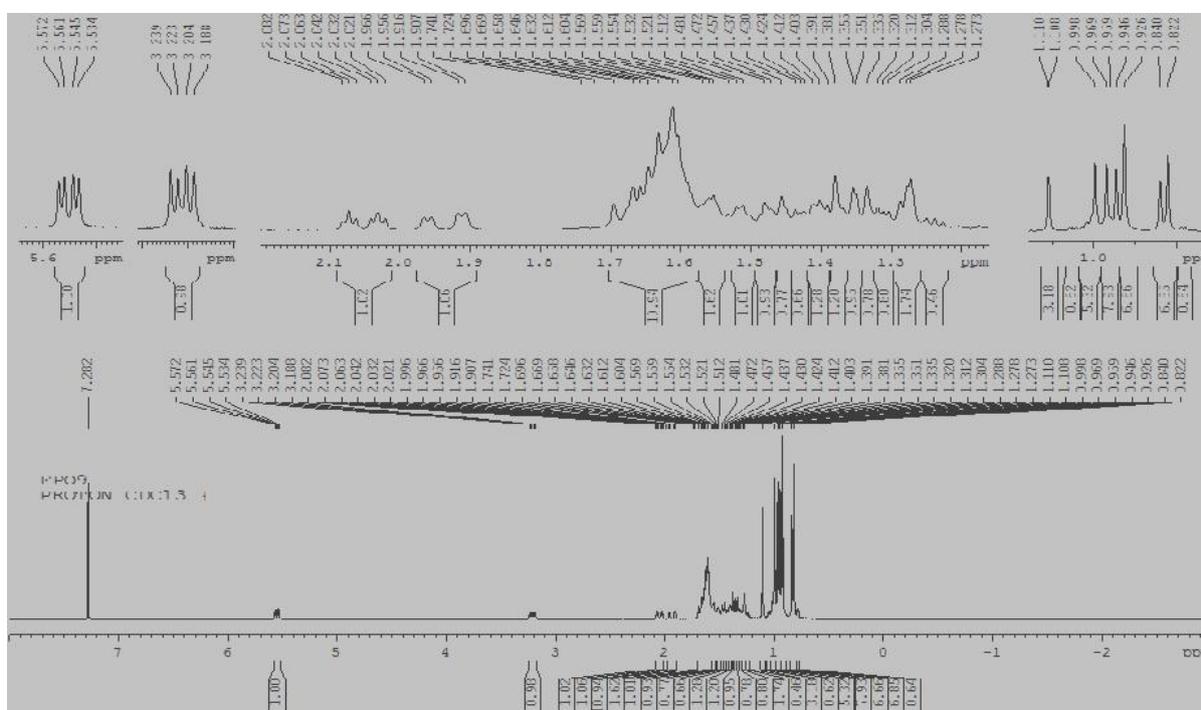
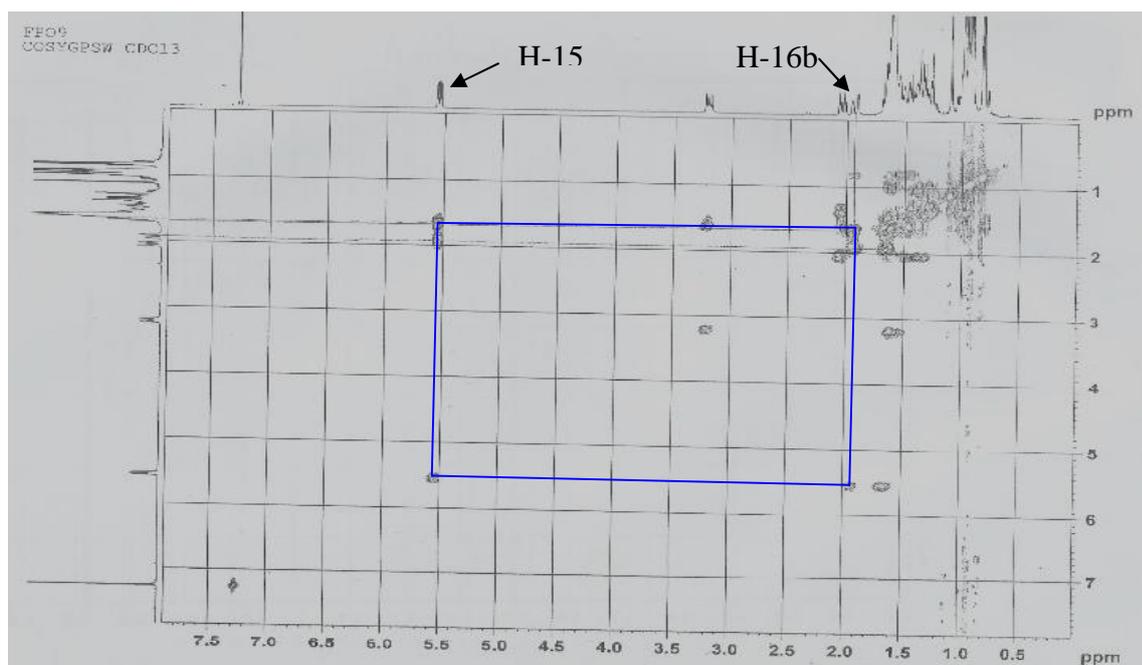


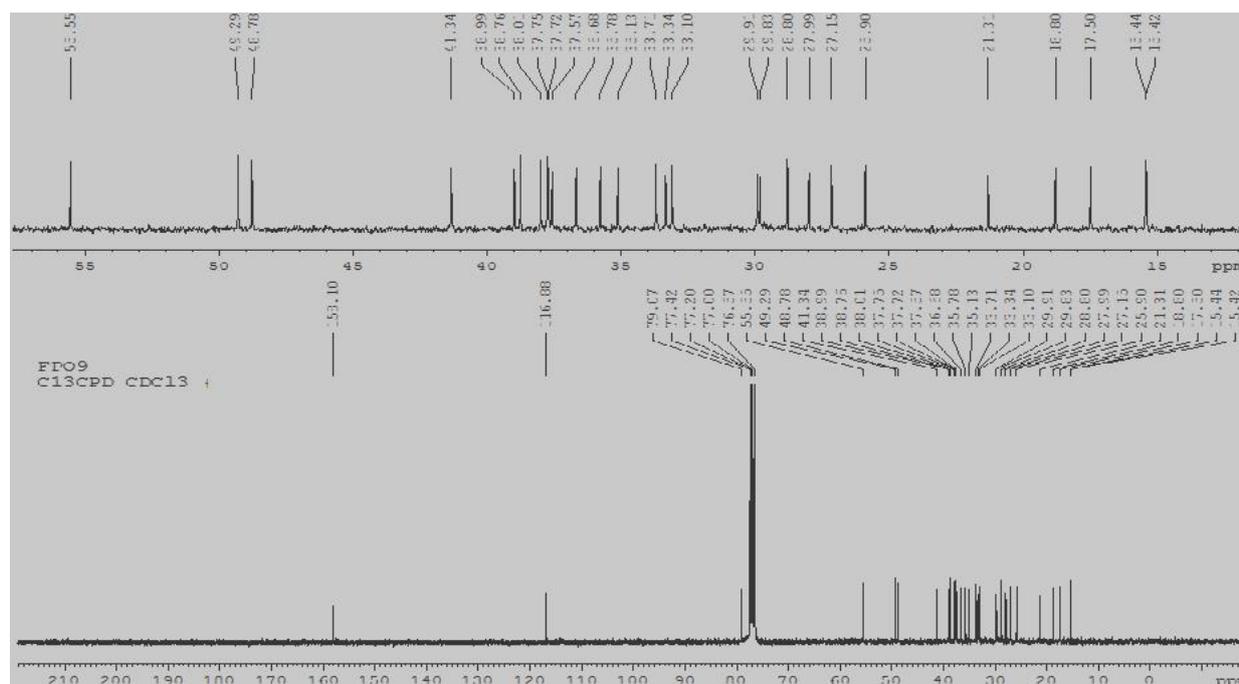
Figure 23: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{FPO}_9/\text{FEE}_{10}$  ou du taraxérol (100)



**Figure 24: Spectre de COSY (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FPO<sub>9</sub>/FEE<sub>10</sub> ou du taraxérol (100)**

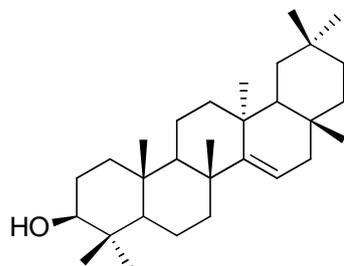
Sur son spectre RMN<sup>13</sup>C (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , figure 25) on observe des signaux caractéristiques notamment :

- deux signaux de carbones  $\text{sp}^2$  à 116,9 et 158,1 ppm caractéristiques des triterpènes de la série des taraxer-14-ènes (Hernandez-Chavez et *al.*, 2012 ; Khan et *al.*, 1999).
- un oxyméthine à  $\delta_c$  79,1 attribuable au carbone C-3



**Figure 25: Spectre de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FPO<sub>9</sub>/FEE<sub>10</sub> ou du taraxérol (100)**

Ces données spectrales comparées à celles de la littérature nous permettent d'identifier **FPO<sub>9</sub>/FEE<sub>10</sub>** au **taraxérol (100)** déjà isolé de *Cupania dentate* et possède une activité anti-giardiale avec une IC<sub>50</sub> de 16,11 µg/mL (Hernandez-Chavez et al., 2012).



**100**

**Tableau XIX: Données spectrales de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de FPO<sub>9</sub>, comparées à celles du taraxérol (100 MHz, CDCl<sub>3</sub>, Hernandez-Chavez et al., 2012).**

N <sup>o</sup>	RMN <sup>13</sup> C de FPO <sub>9</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Hernandez-Chavez et al, 2012)	N <sup>o</sup>	RMN <sup>13</sup> C de FPO <sub>9</sub>	RMN <sup>13</sup> C (Hernandez-Chavez et al, 2012)
1	38,0	38,0	16	36,7	36,6
2	27,1	27,1	17	37,8	37,7
3	79,1	79,1	18	49,3	49,2
4	39,0	39,0	19	41,3	41,3
5	55,6	55,5	20	28,8	28,8
6	18,8	18,8	21	37,8	37,7
7	35,1	35,1	22	33,1	33,1
8	38,8	38,7	23	27,9	28,0
9	48,8	48,7	24		15,4
10	37,6	37,5	25		15,4
11		17,5	26	29,8	29,8
12	35,8	35,8	27	25,9	25,9
13	37,7	37,6	28	29,9	29,9
14	158,1	158,1	29	33,7	33,3
15	116,9	116,9	30	21,3	21,3

### II.1.3.2 CARACTERISATION DES COUMARINES

Au cours de nos travaux sur *Ficus exasperata*, deux coumarines ont été isolées.

#### II.1.3.2.1 Identification de RFE<sub>1</sub> ou du psoralène (33)

RFE<sub>1</sub> a été isolé sous forme d'aiguilles blanchâtres dans le mélange Hex-DCM (80 : 20). Il est soluble dans le chloroforme et fond entre 163-164 °C. Il répond positivement au test des coumarines (Liu et *al.*, 2004). Son spectre de masse EI-MS montre le pic de l'ion moléculaire [M]<sup>+</sup> à m/z 186 compatible avec la formule brute C<sub>11</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> et renfermant 9 degrés d'insaturations.

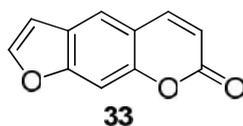
Sur son spectre UV, on observe des maxima à 320, 290 et 240 nm caractéristiques des coumarines oxygénés en C-7. Son spectre IR montre une bande de vibration intense à  $\nu_{\max}$  1700-1725 cm<sup>-1</sup> caractéristique de la  $\gamma$ -lactone de la coumarine (Liu et *al.*, 2004).

Sur son spectre de RMN <sup>13</sup>C (75 MHz, CDCl<sub>3</sub>), on observe un signal à  $\delta_{\text{C}}$  165,5 caractéristique d'un carbonyle conjugué et de deux autres signaux à  $\delta_{\text{C}}$  144,5 et 114,8 attribuables respectivement aux carbones C-2, C-4 et C-3 de la coumarine.

Sur son spectre de RMN <sup>1</sup>H (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>), on observe :

- Deux singulets bien distincts intégrant chacun un proton à  $\delta_{\text{H}}$  7,70 et 7,49;
- Deux protons aromatiques formant un système AB à  $\delta_{\text{H}}$  7,81 (d,  $J= 9,8 \text{ Hz}$ ) et 6,39 (d,  $J= 9,8 \text{ Hz}$ ) caractéristiques des protons H<sub>4</sub> et H<sub>3</sub> des coumarines (Liu et *al.*, 2004).
- Un doublet d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  7,61 ( $J= 2,8 \text{ Hz}$ ), ainsi qu'un doublet dédoublé d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  6,84 ( $J=2,2$  et  $0,8 \text{ Hz}$ ), attribuables respectivement aux protons H<sub>2'</sub> et H<sub>3'</sub> d'un noyau furanique ortho di-substitué. Le proton H<sub>3'</sub> montre ainsi un couplage inter noyau furanique avec le proton H<sub>8</sub>. Ceci explique le fait que ce dernier apparaisse sous forme d'un singulet large.

Ces données spectrales permettent d'attribuer à RFE<sub>1</sub>, la structure **33** qui est celle du psoralène déjà isolé de *Psoralea carylifolia* par *Liu et al.* en **2004**.



### II.1.3.2.2 Identification de RFE<sub>2</sub> ou du bergaptene (34)

RFE<sub>2</sub> est obtenu sous forme de cristaux blancs dans le système Hex.-DCM 25%. Il est soluble dans le chloroforme et fond entre 188-190°C. Son spectre de masse EI-MS montre le pic de l'ion moléculaire [M]<sup>+</sup> à m/z 216 dont l'analyse à haute résolution (m/z 216,0400) permet de lui attribuer la formule brute C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub> comportant 9 insaturations.

Son spectre IR, présente entre autre la bande de vibration à 1732 cm<sup>-1</sup> caractéristique du groupement carbonyle de la  $\gamma$ -lactone (Swain et *al.*, 1991; Franke et *al.*, 2001) ainsi que des bandes à 1625 et 1581 cm<sup>-1</sup> correspondants à la fréquence vibrationnelle de valence de la double liaison d'un système aromatique et non aromatique respectivement.

Son spectre UV montre des maxima d'absorption à  $\lambda_{\text{max}}$ : 221 et 310 nm caractérisants les furanocoumarines linéaires oxygénés en C<sub>5</sub> (Franke et *al.*, 2001).

L'analyse du spectre de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>, figure 26) du composé permet de relever la présence de deux doublets d'un proton chacun (système AB) à  $\delta_{\text{H}}$  6,28 ( $d, J = 12 \text{ Hz}$ ) et à  $\delta_{\text{H}}$  8,15ppm ( $d, J = 12 \text{ Hz}$ ) caractéristique respectivement des protons H<sub>3</sub> et H<sub>4</sub> d'une coumarine (Swain et *al.*, 1991; Franke et *al.*, 2001). De plus, on observe sur ce même spectre, les signaux caractéristiques des protons H<sub>2'</sub> et H<sub>3'</sub> d'une furanocoumarine linéaire notamment un doublet d'un proton à  $\delta_{\text{H}}$  7,60 ( $J = 2,5 \text{ Hz}$ ) attribuable au proton H<sub>2'</sub> et un doublet dédoublé mal résolu à  $\delta_{\text{H}}$  7,03 ( $J = 2,5 \text{ Hz}$  et  $J = 1 \text{ Hz}$ ) issu d'un couplage inter noyau entre le proton H<sub>3'</sub> et le proton H<sub>8</sub>. Le singulet observé à  $\delta_{\text{H}}$  7,14 correspond au signal du proton en position 8 de la furanocoumarine et l'autre singulet à  $\delta_{\text{H}}$  4,27 est attribuable au signal d'un méthoxyl situé probablement en position 5. Position qui est confirmée par le spectre NOESY (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>, figure 27) qui présente des corrélations entre les protons du méthoxyl et le proton H<sub>3'</sub>.

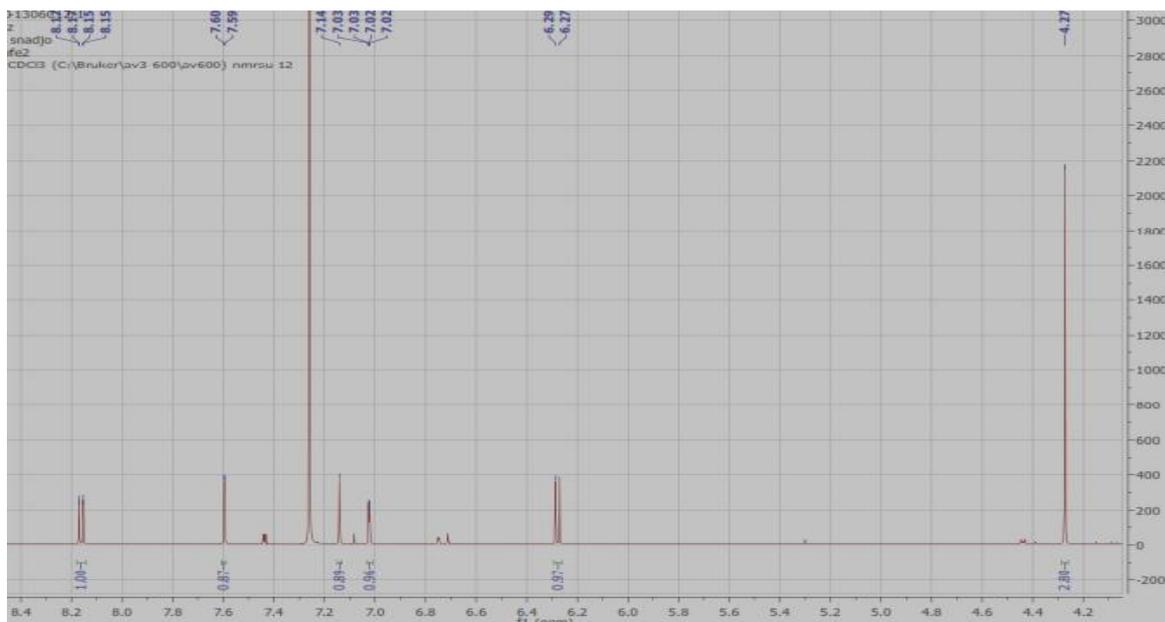


Figure 26: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{RFE}_2$  ou du bergaptène (34)

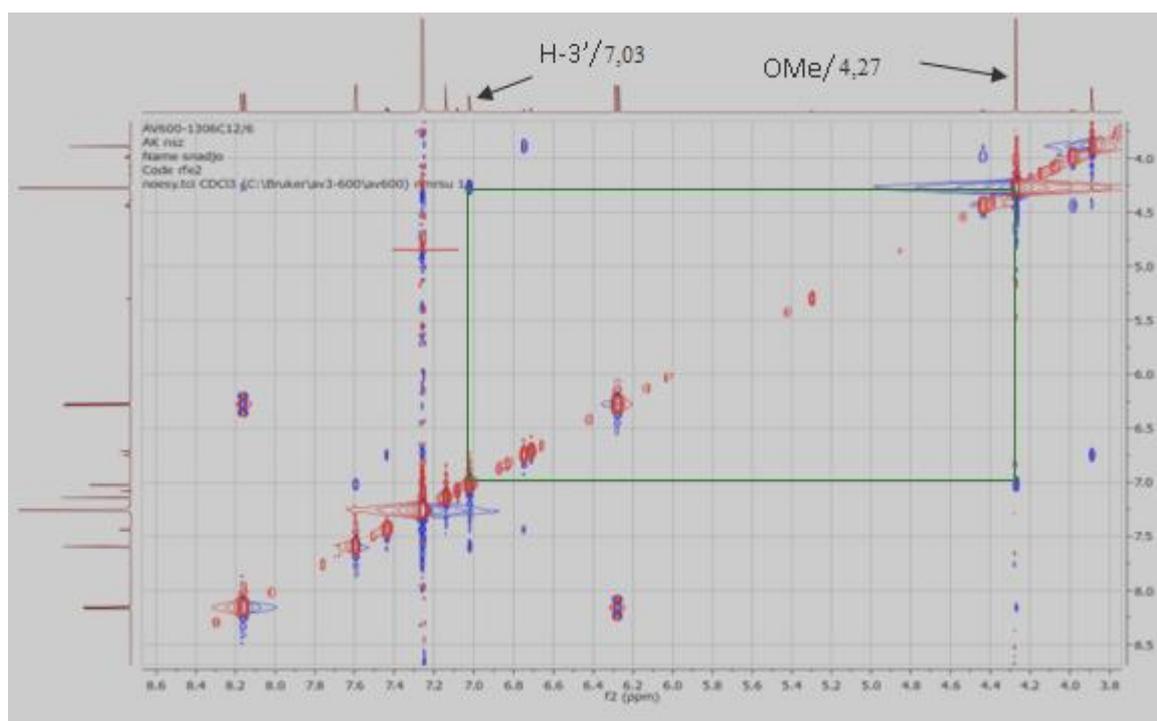
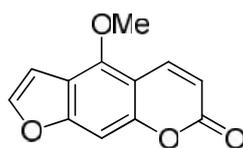


Figure 27: Spectre de NOESY (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{RFE}_2$  ou du bergaptène (34)

Ces données sont compatibles avec celles du bergaptène ou 4-méthoxy-7H-furo[3,2-g]benzopyran-7-one déjà isolé des rhizomes de *Dorstenia brasiliensis* par **Kuster** et al. (1994). De plus, il a été démontré par **Luszczki** et al. (2010) que le bergaptène possède une activité très faible sur l'effet anticonvulsant chez les souris avec l'induction d'électro-choc maximal.



34

**Tableau XX: Données spectrales de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) et RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de RFE<sub>2</sub> comparées à celles du bergapten (400 MHz et 100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , Muller *et al.*, 2004).**

N°	RMN $^1\text{H}$ de RFE <sub>2</sub>	RMN $^1\text{H}$ (Ref)	RMN $^{13}\text{C}$ de RFE <sub>2</sub>	RMN $^{13}\text{C}$ (Ref)
2			161,3	160,3
3			112,6	112,6
4	6,28	6,26	139,3	139,6
4a	8,16	8,16	106,4	106,4
5			149,6	149,7
6				114,6
7			158,4	158,3
8	7,14	7,16	93,9	94,0
8a			152,7	152,7
2'	7,60	7,60	144,8	144,9
3'	7,02	7,01	105,1	105,2
1''	4,27	4,26	60,1	60,4

### II.1.3.3 CARACTERISATION DE LA XANTHONE ET DE LA STILBENE

Au cours de nos travaux sur *Ficus exasperata* Vahl, une seule xanthone indexée FEE<sub>1</sub> et une seule stilbène ont été isolées.

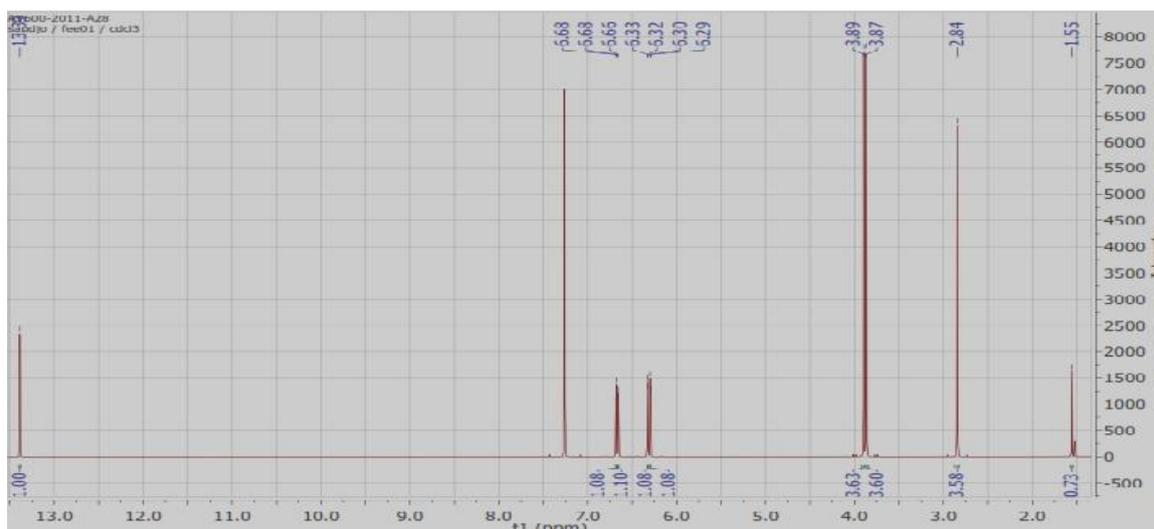
#### II.1.3.3.1 Identification de FEE<sub>1</sub> ou du lichenxanthone (101)

Isolé sous forme de cristaux jaunes orangés dans le mélange de solvant Hex-AE (97,5-2,5), le composé FEE<sub>1</sub> est soluble dans le DCM et fond à 195°C (Jimenez *et al.*, 1989). L'étude des spectres de RMN de FEE<sub>1</sub> nous a permis de lui attribuer la formule brute C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub> renfermant 10 degrés d'insaturations.

Sur son spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , **figure 28**), on observe:

- Un singulet de trois protons à  $\delta_{\text{H}}$  2,84 correspondant aux protons d'un méthyle lié à un noyau aromatique ;
- Deux singulets de trois protons à  $\delta_{\text{H}}$  3,87 et  $\delta_{\text{H}}$  3,89 correspondant aux protons de deux groupements méthoxyl;

- Deux systèmes AB de quatre protons aromatiques H-2 et H-4 d'une part apparaissant respectivement à  $\delta_{\text{H}}$  6,29 et 6,32 ; et H-5 et H-7 d'autre part apparaissant respectivement à  $\delta_{\text{H}}$  6,88 et 6,66 Les constantes de couplages  $J$  de (2 à 4Hz) nous suggèrent que ces protons sont tous disposés en méta sur deux noyaux aromatiques;
- Un singulet d'un proton chélaté fortement déblindé à  $\delta_{\text{H}}$  13,40

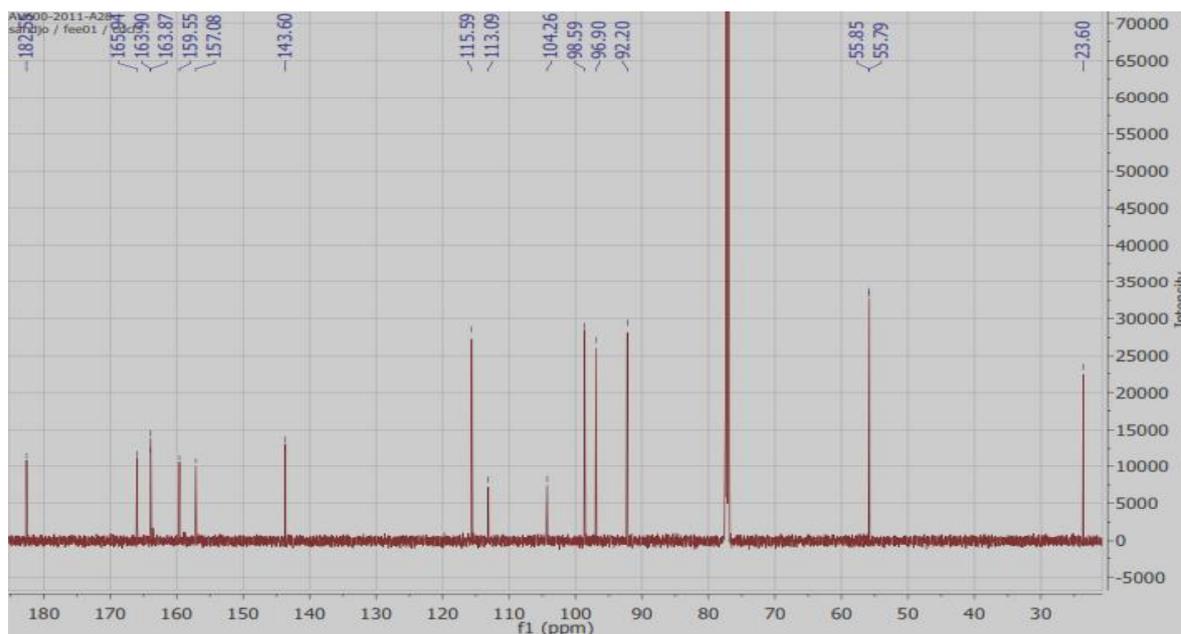
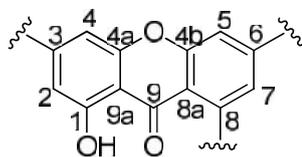


**Figure 28: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FEE<sub>1</sub> ou du lichenxanthone (101)**

Sur son spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , **figure 29**), on observe :

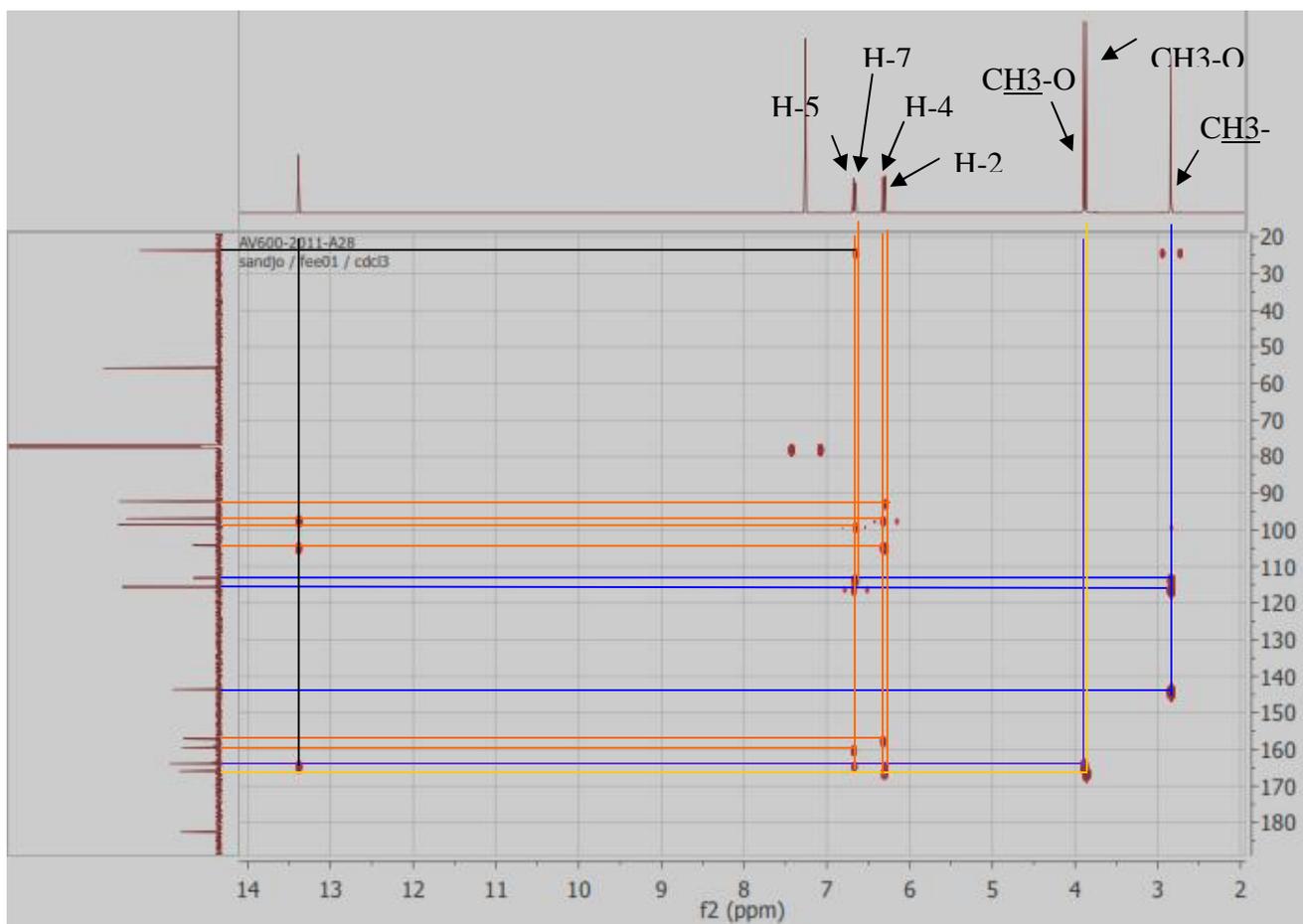
- Un méthyle à  $\delta_{\text{C}}$  23,6 lié à un noyau aromatique;
- Deux méthoxyl respectivement à  $\delta_{\text{C}}$  55,8 et 55,9;
- Un ensemble de quatre carbones  $\text{sp}^2$  aromatiques portant chacun un proton à  $\delta_{\text{C}}$  92,2, 96,9, 98,6 et 115,6. Tout ceci se justifie par son spectre HMQC où l'on observe des corrélations directes hydrogène-carbone à  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  2,84/23,6, 3,87/55,9, 3,89/55,8, 6,29/96,9, 6,32/92,2, 6,66/115,6 et 6,68/98,6.
- Un ensemble de trois carbones  $\text{sp}^2$  non hydrogénés et non oxygénés à  $\delta_{\text{C}}$  104,3 (C-9a), 113,1 (C-8a) et 143,7 (C-8);
- Un ensemble de cinq carbones  $\text{sp}^2$  oxygénés à  $\delta_{\text{C}}$  157,1 (C-4a); 159,6 (C-4b); 163,98 (C-1); 163,9 (C-6) et 165,9 (C-3).

Toutes ces informations, associées à la présence d'un carbonyle à  $\delta_c$  182,6 et des considérations biogénétiques nous suggèrent pour FEE<sub>1</sub>, un squelette de type xanthone (Jimenez et *al.*, 1989) d'où la sous-structure suivante :



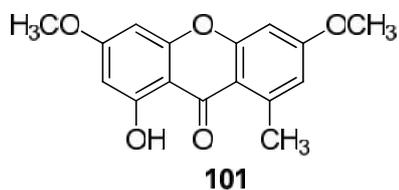
**Figure 29: Spectre RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FEE<sub>1</sub> ou du lichenxanthone (101)**

Son spectre HMBC (**figure 30**), nous a permis de fixer les groupements liés au squelette de base de la xanthone à savoir, les deux groupements méthoxyl et le groupement méthyle. Le premier groupement méthoxyl a été fixé en position 3 compte tenu des corrélations HMBC observées d'une part entre les protons H<sub>2</sub> à H<sub>6</sub>,29 et les carbones à  $\delta_c$  163,8; 165,9 et 92,2 d'une part et H<sub>4</sub> à H<sub>6</sub>,32 et les carbones à  $\delta_c$  165,9; 157,1; 104,3 et 96,9 d'autre part. De même, le deuxième groupement méthoxyl a été fixé en position 6 au vue des corrélations entre les protons H<sub>5</sub> à H<sub>6</sub>,68 et les carbones à  $\delta_c$  163,9; 115,6; 159,6 d'une part et le proton H<sub>7</sub> à H<sub>6</sub>,66 et les carbones à  $\delta_c$  163,9; 113,9; 98,6 et 23,6 d'autre part. Le groupement méthyle a été quant a lui, fixé en position 8 grâce aux corrélations entre les protons de ce dernier à H<sub>2</sub>,84 et les carbones à  $\delta_c$  143,6 (C-8); 115,6 (C-7) et 113 (C-8a).



**Figure 30: Spectre HMBC (CDCl<sub>3</sub>) de FEE<sub>1</sub> ou du lichenxanthone (**101**)**

Toutes ces informations, associées à celle décrite de la littérature nous ont permis d'identifier ce composé à la 1-hydroxy-8-méthyl-3,6-diméthoxyxanthone (**101**) connu sous le nom usuel de lichenxanthone et précédemment isolée de *Xanthoxylum microcarpum* par **Jimenez et al.**, en 1989.



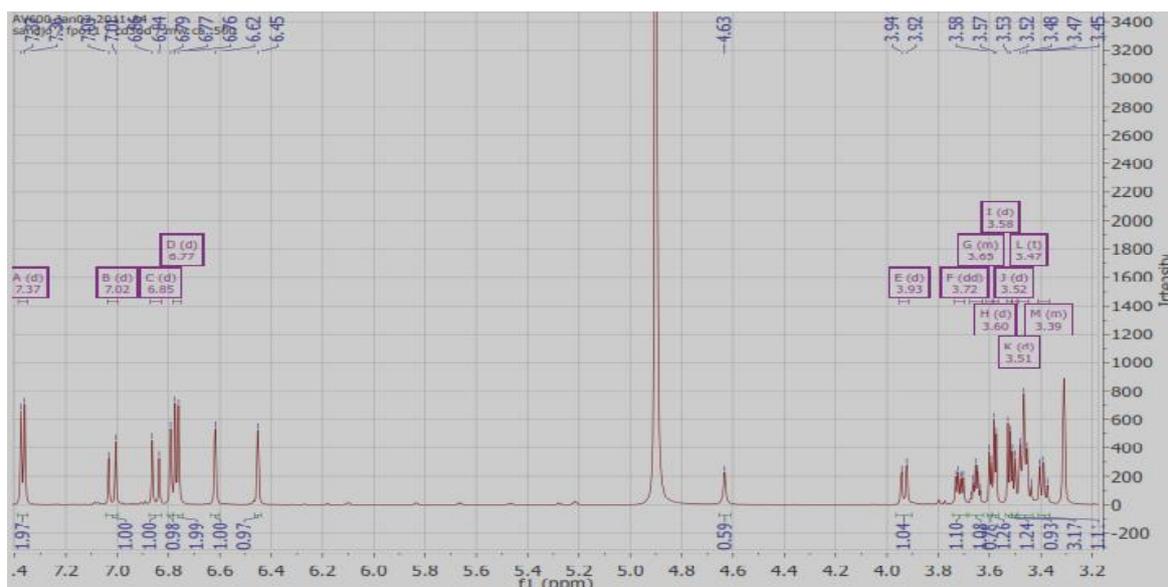
**Tableau XXI: Données spectrales de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de FEE $_1$  comparées à celles du lichenxanthone (62,83 MHz,  $\text{CDCl}_3$ , Jimenez et *al.*, 1989).**

N $^{\circ}$	RMN $^{13}\text{C}$ de FEE $_1$	RMN $^{13}\text{C}$ (Ref)
1	163,8	163,8
2	96,9	96,8
3	165,9	165,9
4	92,2	92,1
4a	157,1	157,1
4b	159,6	159,5
5	98,6	98,5
6	163,9	163,9
7	115,6	115,5
8	143,6	143,6
8a	113,1	113,1
9	182,6	182,5
9a	104,3	104,2
OMe-3	55,9	55,7
OMe-6	55,8	55,6
Me-8	23,6	23,3

### II.1.3.3.2 Identification de FPO $_{11}$ ou du trans-piceid (102)

FPO $_{11}$  se présente sous forme de poudre de couleur beige dans le système DCM : MeOH 10% . Il répond positivement au test des phénols. Son spectre de masse en IE-MS montre l'ion moléculaire  $[\text{M}]^+$  à m/z 390. L'analyse combinée des spectres de RMN  $^1\text{H}$  (600 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ , **figure 31**), de RMN  $^{13}\text{C}$  (150 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ , **figure 33**) et du spectre de masse de FPO $_{11}$  permet de lui attribuer la formule brute  $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{O}_8$  renferment 10 insaturations. Son spectre de RMN  $^1\text{H}$  (600 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ , **figure 31**) montre entre autres les signaux suivants :

- Un système AA'BB' respectivement à  $^1\text{H}$  6,77 (2H, d,  $J = 6 \text{ Hz}$ ) et 7,37 (2H, d,  $J = 6 \text{ Hz}$ ) qui représentent les signaux des deux protons d'un noyau aromatique para-disubstitué (Moreno-Labanda et *al.*, 2004);
- Un système ABX à  $^1\text{H}$  6,45; 6,62 et 6,79 attribuables à trois protons d'un noyau aromatique ortho/para disubstitué (Moreno-Labanda et *al.*, 2004) ;
- Un système AB à  $^1\text{H}$  6,85 (1H, d,  $J = 12 \text{ Hz}$ ) et 7,02 (1H, d,  $J = 12 \text{ Hz}$ ) attribuables à deux protons oléfiniques de stéréochimie *trans*;

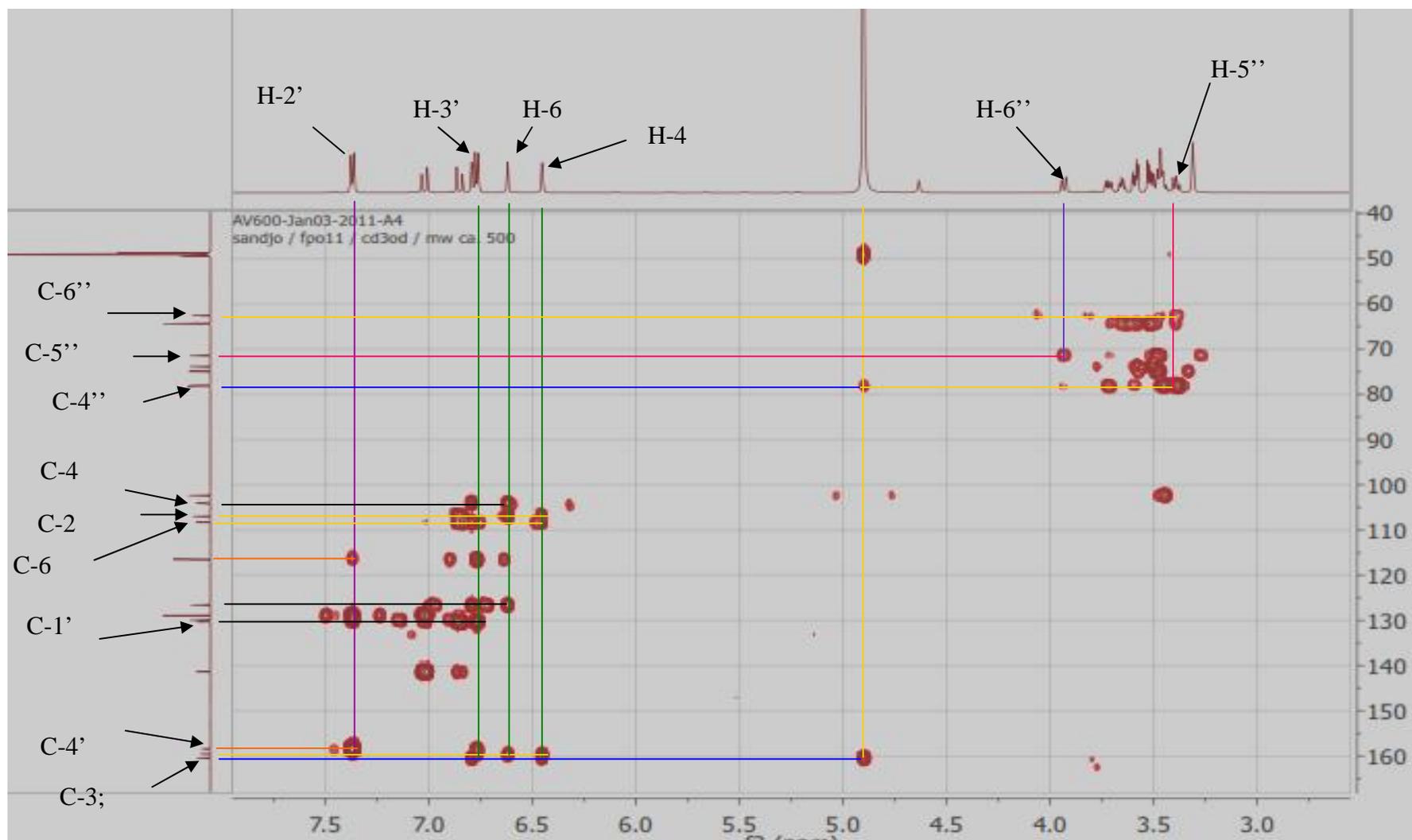


**Figure 31: Spectre RMN  $^1\text{H}$  (600 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ ) de  $\text{FPO}_{11}$  ou du *trans*-piceid (102)**

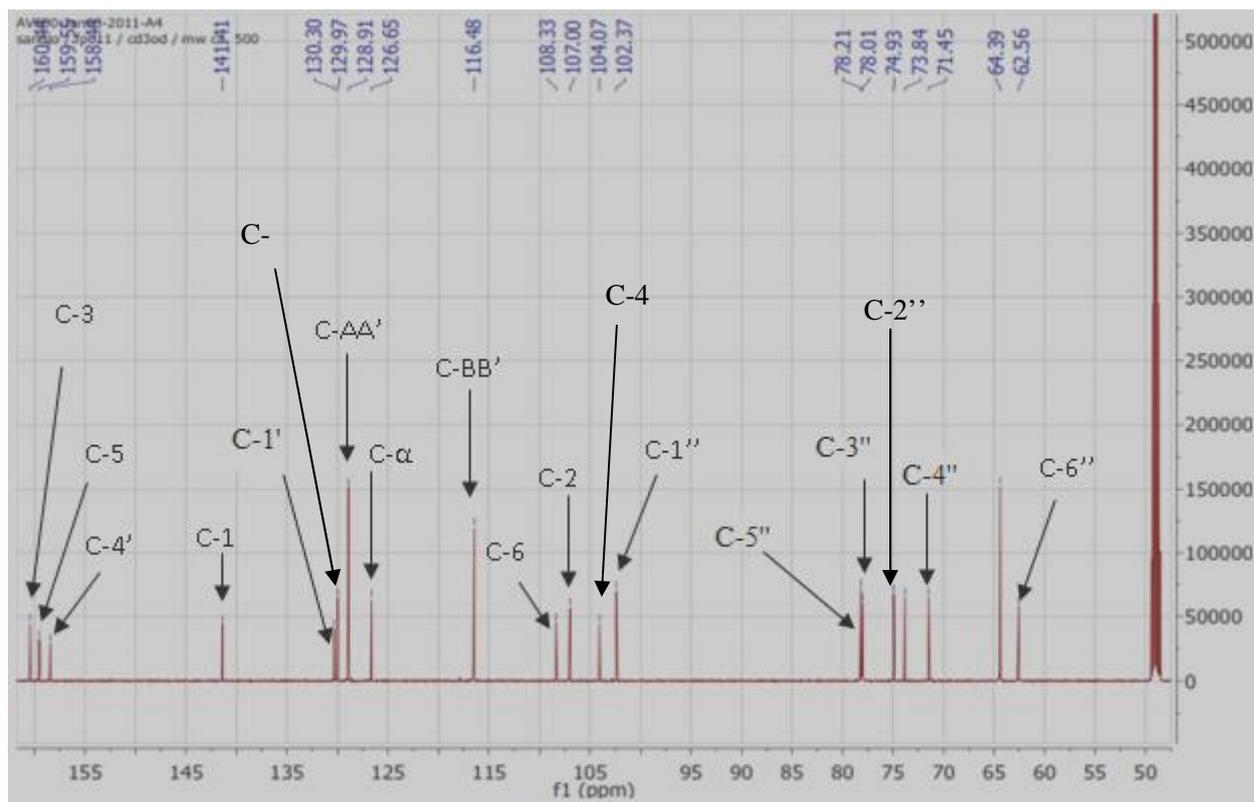
Nous observons également sur ce spectre de RMN  $^1\text{H}$ , des signaux attribuables à un groupement osidique, probablement du glucose qui serait lié en position 3 du noyau A. En effet, on observe sur ce spectre, à  $\delta_{\text{H}}$  4,89 un proton anomérique du glucose (Moreno-Labanda *et al.*, 2004). Cette position est confirmée par le spectre HMBC (**figure 32**) où l'on observe des corrélations longues distances entre le proton anomérique et le carbone  $\text{C}_3$  du noyau A à  $\delta_{\text{C}}$  160,4.

Sur son spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (**figure 33**), on observe vingt signaux de carbones au lieu de vingt trois, ce qui nous suggère la présence d'éléments de symétrie dans cette structure.

- Un signal à  $\delta_{\text{C}}$  102,4 attribuable au carbone anomérique du glucose. La valeur élevée de ce déplacement chimique confirme l'hypothèse selon laquelle ce dernier est lié à un atome d'oxygène.
- Cinq oxyméthynes de carbones aliphatiques à  $\delta_{\text{C}}$ , 78,0, 74,9, 78,2, 71,5 et un oxyméthylène à 62,5 attribuables aux signaux du glucose.
- Les signaux des deux carbones  $\text{C}_{1'}$ , insaturés apparaissant respectivement 126,7 et 130,0 ppm ;
- On observe également les signaux des carbones aromatiques à  $\delta_{\text{C}}$  141,4 ( $\text{C}_{-1}$ ), 107,0 ( $\text{C}_{-2}$ ), 160,4 ( $\text{C}_{-3}$ ), 104,1 ( $\text{C}_{-4}$ ), 159,6 ( $\text{C}_{-5}$ ), 108,3 ( $\text{C}_{-6}$ ), 130,3 ( $\text{C}_{-1'}$ ), 128,9 ( $\text{C}_{-2'}/6'$ ) ; 116,5 ( $\text{C}_{-3'}/5'$ ) et 158,4 ( $\text{C}_{-4'}$ ).



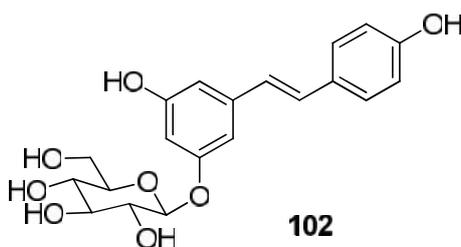
**Figure 32: Spectre HMBC (CD<sub>3</sub>OD) de FPO<sub>11</sub> ou du trans-piceid (102)**



**Figure 33: Spectre RMN  $^{13}\text{C}$  (150 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ ) de FPO<sub>11</sub> ou du trans-piceid (**102**)**

Outre ces signaux, on observe sur les spectres de RMN  $^1\text{H}$  et  $^{13}\text{C}$  de FPO<sub>11</sub> des signaux supplémentaires à  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  3,51/73,8 ; 3,59/64,4 et  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  3,65/73,8 attribuables aux signaux du glycérol. Ce glycérol après plusieurs purifications et même par HPLC n'a pu être séparé du trans-resveratrol-3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside.

Toutes ces données physiques et spectroscopiques comparées à celles de la littérature, nous permettent d'identifier ce composé à la trans-Piceid ou trans-resveratrol-3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside (**102**) précédemment isolé de *Vitis vinifera* L. (Spanish wine) par **Moreno-Labanda** (2004).



**Tableau XXII: Données spectrales de RMN  $^{13}\text{C}$  (150 MHz,  $\text{CD}_3\text{OD}$ ) de FPO<sub>11</sub> comparées à celles du trans-piceid (125 MHz,  $\text{CD}_6\text{CO}$ , Moreno-Labanda et *al.*, 2004).**

N <sup>o</sup>	RMN $^{13}\text{C}$ de FPO <sub>11</sub>	RMN $^{13}\text{C}$ (Ref)	N <sup>o</sup>	RMN $^{13}\text{C}$ de FPO <sub>9</sub>	RMN $^{13}\text{C}$ (Ref)
1	141,4	141,4	1''	102,4	102,4
2	107,0	107,0	2''	74,9	74,9
3	160,4	160,5	3''	78,0	78,0
4	104,1	104,1	4''	71,4	71,4
5	159,5	159,6	5''	78,2	78,2
6	108,3	108,3	6''	62,6	62,6
1'	130,3	130,3			
2'	128,9	128,9		126,7	126,6
3'	116,5	116,5		129,9	129,9
4'	158,4	158,4			
5'	116,5	116,5			
6'	128,9	128,9			

## II.1.3.4 CARACTERISATION DES STEROIDES

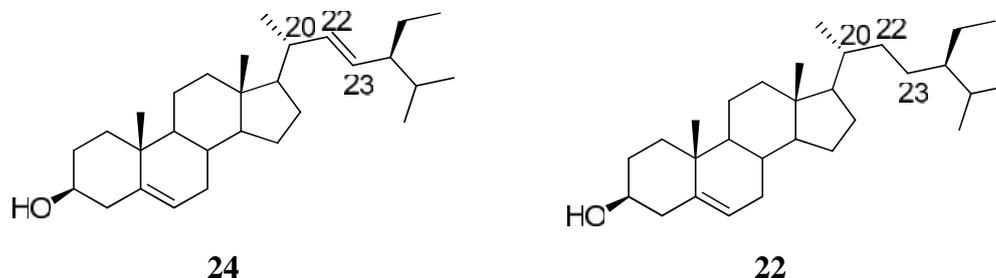
### II.1.3.4.1 Identification du mélange de FEE<sub>2</sub> ou de -sitostérol et de stigmastérol (24 et 22)

FEE<sub>2</sub> se présente sous forme d'aiguilles blanchâtres dans le mélange hexane-acétate d'éthyle (9:1). Il est soluble dans le chloroforme et répond positivement au test de Liebermann-Burchard en donnant une coloration bleu-verdatre caractéristique des stérols.

Son spectre de RMN  $^1\text{H}$  présente entre autres, un ensemble de six signaux intenses entre  $\delta_{\text{H}}$  0,65 et 1,48 attribuables à six groupes méthyles. Cette information suggère la nature tétracyclique de notre composé. On observe sur ce même spectre, d'une part deux signaux remarquables à  $\delta_{\text{H}}$  5,34 et 3,53 attribuables respectivement au proton d'une double liaison en C<sub>6</sub> et au proton géminé à un groupe hydroxyle. D'autre part, on observe deux doublets dédoublés résonnant à  $\delta_{\text{H}}$  5,01 (1H, *dd*,  $J = 8$  et 15,0 Hz) et  $\delta_{\text{H}}$  5,14 (1H, *dd*,  $J = 8$  et 15 Hz) correspondant aux protons oléfiniques en C<sub>22</sub> et C<sub>23</sub>. Sur le spectre de masse en impact électronique, on observe deux pics importants à  $m/z$  412 et à  $m/z$  414, qui suggèrent que FEE<sub>2</sub> est un mélange.

L'analyse du spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  révèle la présence du signal d'un oxyméthine à  $\delta_{\text{C}}$  72,2 attribuable au carbone C<sub>3</sub> et de quatre carbones oléfiniques à  $\delta_{\text{C}}$  122,1; 130,0; 138,7 et 141,1. Les signaux à  $\delta_{\text{C}}$  122,1 et 141,1 attribuables aux carbones de la double liaison <sup>5-6</sup> du -sitostérol ou du stigmastérol et  $\delta_{\text{C}}$  130,0 et 138,7 attribuables aux carbones de la double liaison <sup>22-23</sup> du stigmastérol (Chaturvedula et *al.*, 2012)

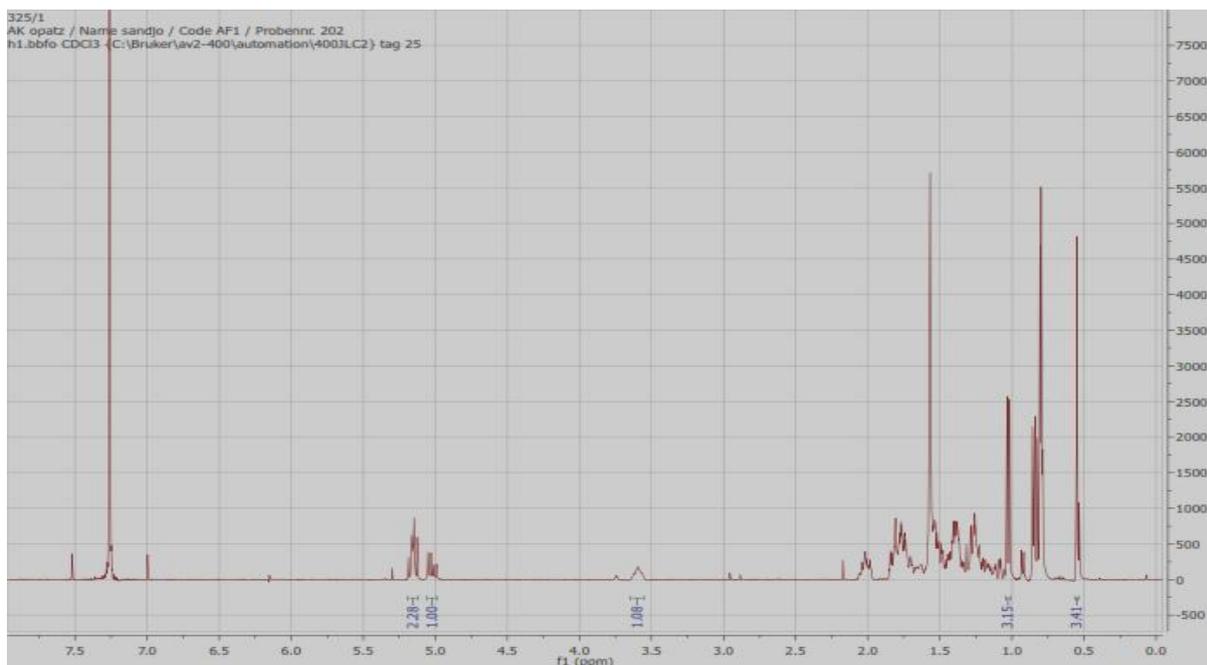
Toutes ces données nous ont permis d'attribuer à FEE<sub>2</sub> les structures **24** et **22** qui sont celles du mélange de stigmastérol et du  $\beta$ -sitostérol respectivement. Il a été démontré par **Watcho et al. (2012)** que le  $\beta$ -sitostérol favorise l'augmentation de l'érection du pénis, ainsi que la durée de l'éjaculation.



#### II.1.3.4.2 Identification de AF<sub>1</sub>/ RFE<sub>5</sub> ou du spinastérol (103)

AF<sub>1</sub> se présente sous forme d'aiguilles blanches dans le mélange hexane-acétate d'éthyle (9:1). Il est soluble dans le chloroforme et répond positivement au test de Liebermann-Burchard en donnant une coloration bleu-verdatre caractéristique des stérols. Son spectre de masse HR-ESI-MS indique le pic de l'ion pseudo-moléculaire [M+Na]<sup>+</sup> à *m/z* 435,3705 correspondant la formule brute C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>O renfermant 6 degrés d'insaturations.

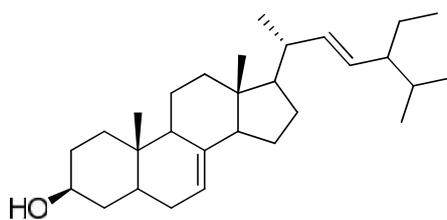
Son spectre de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 34**) présente un ensemble de six signaux intenses entre  $\delta$  0,55 et 1,55 attribuables à six groupes méthyles. Cette information suggère la nature tétracyclique de notre composé. On observe sur ce même spectre, d'une part deux signaux remarquables à  $\delta$  5,17 et 3,58 attribuables respectivement au proton d'une double liaison tri-substituée et au proton géminé à un groupe hydroxyle. D'autre part, on observe deux doublets dédoublés résonnant à  $\delta$  5,03 (1H, *dd*, *J* = 8 et 15 Hz) et  $\delta$  5,18 (1H, *dd*, *J* = 8 et 15 Hz) correspondant aux protons oléfiniques en C<sub>22</sub>-C<sub>23</sub> (Ragasa et al., 2005).



**Figure 34:** Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de  $\text{AF}_1/\text{RFE}_5$  ou du spinastérol (**103**)

L'analyse du spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  révèle la présence du signal d'un oxyméthine à  $\delta_{\text{C}}$  71,2; montrant la présence d'un carbone hydroxylé, probablement le carbone  $\text{C}_3$  et de quatre carbones oléfiniques à  $\delta_{\text{C}}$  117,5; 129,5; 138,1 et 139,6. Les signaux à  $\delta_{\text{C}}$  117,5 et 139,6 attribuables aux carbones de la double liaison  $^{7-8}$  du spinastérol (Ragasa et al., 2005).

Toutes ces données nous ont permis d'attribuer  $\text{AF}_1$  la structure (**103**) qui est celle du spinastérol. Il a été démontré par Jeon et al. (2005) que le spinastérol affecte la croissance de certaines lignées cellulaires cancéreuses (MCF-7, MDA-MB-231), ainsi qu'affecte également la croissance des cellules cancéreuses cervicale (HeLa).



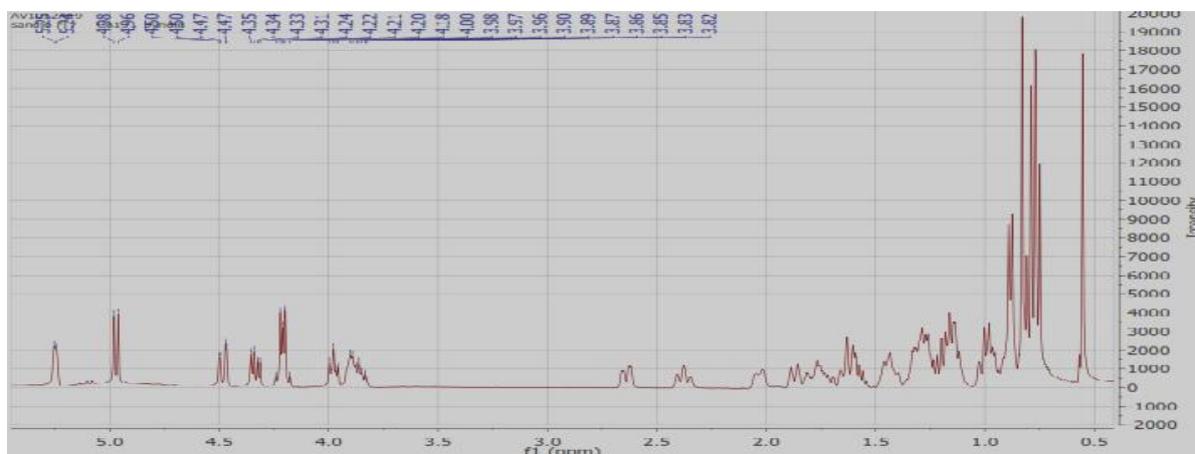
**103**

#### II.1.3.4.3 Identification de $\text{FPO}_{10}/\text{FEE}_{11}/\text{RFE}_7$ ou du 3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside de sitostérol (**23**)

Ce composé précipite sous forme de cristaux beiges dans le mélange Hex-AcOEt (1:3). Il est soluble dans la pyridine et fond entre 257-258 °C. Il répond positivement au test de Liebermann-Burchard (coloration bleu-verdâtre) caractéristique des phytostérols et au test

de Molish caractéristique des sucres (Boiteau et al., 1964). Son spectre de masse DIC montre l'ion pseudo-moléculaire  $[M+NH_4]^+$  à  $m/z$  594 qui combiné à l'analyse des spectres de RMN  $^1H$  et  $^{13}C$  permet de déduire la formule brute  $C_{35}H_{60}O_6$  renfermant 6 insaturations. Cette masse moléculaire est égale à celle du  $\beta$ -sitostérol augmentée de 162 unités, ce qui confirme la présence du sucre dans la structure.

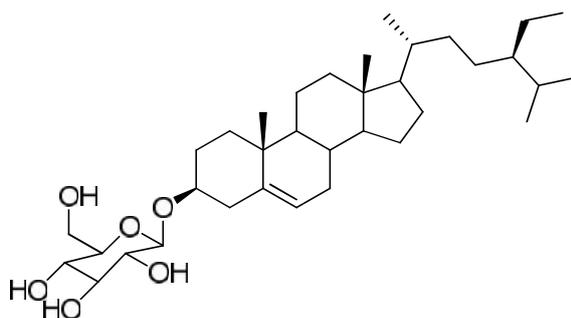
Sur le spectre RMN  $^1H$  (400 MHz,  $CDCl_3$  **figure 35**), l'unité osidique est caractérisée par la présence d'un signal à  $\delta_H$  4,97 (1H;  $d$ ; 8,0 Hz), typique au proton anomérique des  $\beta$ -glucose (Baek et al., 2010).



**Figure 35: Spectre de RMN  $^1H$  de FPO<sub>10</sub>/FEE<sub>11</sub>/RFE<sub>7</sub> ou du 3-O-  $\beta$ -D-glucopyranoside de  $\beta$ -sitostérol (400 MHz,  $CDCl_3$ , 23)**

Son spectre APT est presque superposable à celui du mélange de stérols (**22**, **24**). On observe des similitudes au niveau des signaux caractéristiques suivants: la double liaison  $C_{-5}$  et  $C_{-6}$  à  $\delta_C$  140,9 et 121,7; l'oxyméthine  $C_{-3}$  à  $\delta_C$  77,3; les carbones  $C_{-9}$  ( $\delta_C$  50,0);  $C_{-14}$  ( $\delta_C$  56,6) et  $C_{-17}$  ( $\delta_C$  55,9). La différence remarquable se situe au niveau de la présence des signaux du groupement osidique; car on observe le carbone anomérique à  $\delta_C$  101,2; l'oxyméthylène  $C_{-6'}$  à  $\delta_C$  61,5 et quatre oxyméthynes  $C_{-4'}$ ,  $C_{-2'}$ ,  $C_{-5'}$ ,  $C_{-3'}$  à  $\delta_C$  70,5; 73,9; 77,2; 77,2 respectivement. Toutes ces valeurs nous permettent de suggérer que ce composé est un glucoside stéroïdique.

Ces données comparées à celles de la littérature nous ont permis d'attribuer à ce composé la structure (**23**) qui est celle du 3-O-D-glucopyranoside de  $\beta$ -sitostérol.



23

### II.1.3.5 CARACTERISATION DES SAPONINES

Au cours des travaux sur *Albizia ferruginea*, trois saponosides indexés AF<sub>5</sub>, AFS<sub>1</sub>, AF<sub>7</sub> ont été isolées

#### II.1.3.5.1 Identification de AF<sub>5</sub> ou du julibroside A<sub>2</sub> (104)

AF<sub>5</sub> se présente sous forme de poudre blanche amorphe dans le système CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O (80:20:2). Il est soluble dans la pyridine.

Le spectre Infrarouge à transformée de Fourier de AF<sub>5</sub> montre les bandes de vibrations des hydroxyles libres et ceux de fonctions C-O des acétals respectivement à 3423, 1620, 1427 cm<sup>-1</sup> et à 1765 cm<sup>-1</sup>, celui du carbonyle de type -lactone (Kinjo et *al.*, 1992). Il réagit positivement au test de Libermann-Burchard en donnant une coloration rouge violacée caractéristique des triterpènes et une réaction positive au test de Molish, ce qui indique que c'est un glycoside triterpénique. L'absence des bandes d'absorption sur son spectre UV, ainsi que le comportement mousseux de la fraction à partir de laquelle il a été isolé témoignent que AF<sub>5</sub> est une saponine.

Son spectre en FAB-MS indique le pic de l'ion pseudo-moléculaire [M+Na]<sup>+</sup> à *m/z* 933 correspondant la formule brute C<sub>47</sub>H<sub>74</sub>O<sub>17</sub> renfermant 11 degrés d'insaturations.

L'analyse combinée des spectres de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 36**) et de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 37**) montrent:

- sept méthyles tous singulets apparaissant respectivement à  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  1,05/18,8 (Me-23) ; 1,31/28,5 (Me-24) ;  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  0,86/16,2 (Me-25) ;  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  0,81/16,7 (Me-26) ;  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  1,43/29,4 (Me-27) ;  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  1,06/24,6 (Me-29) ;  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  0,89/29,0 (Me-30).
- Deux carbones oléfiniques apparaissant respectivement à  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  5,30/124,9 et à  $\delta_{\text{C}}$  140,5, caractéristiques des triterpènes de la série des oléan-12-ènes (Furuya et *al.*, 1987)

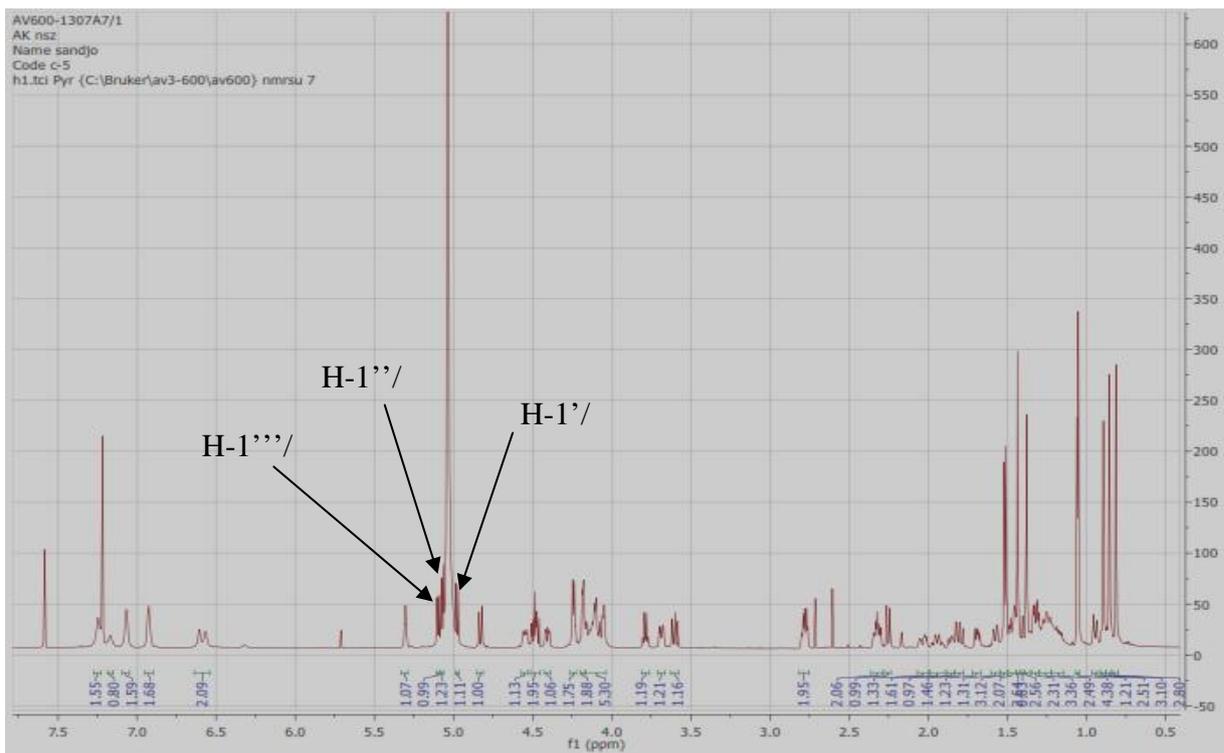


Figure 36: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de  $\text{AF}_5$  ou du julibroside  $\text{A}_2$  (104)

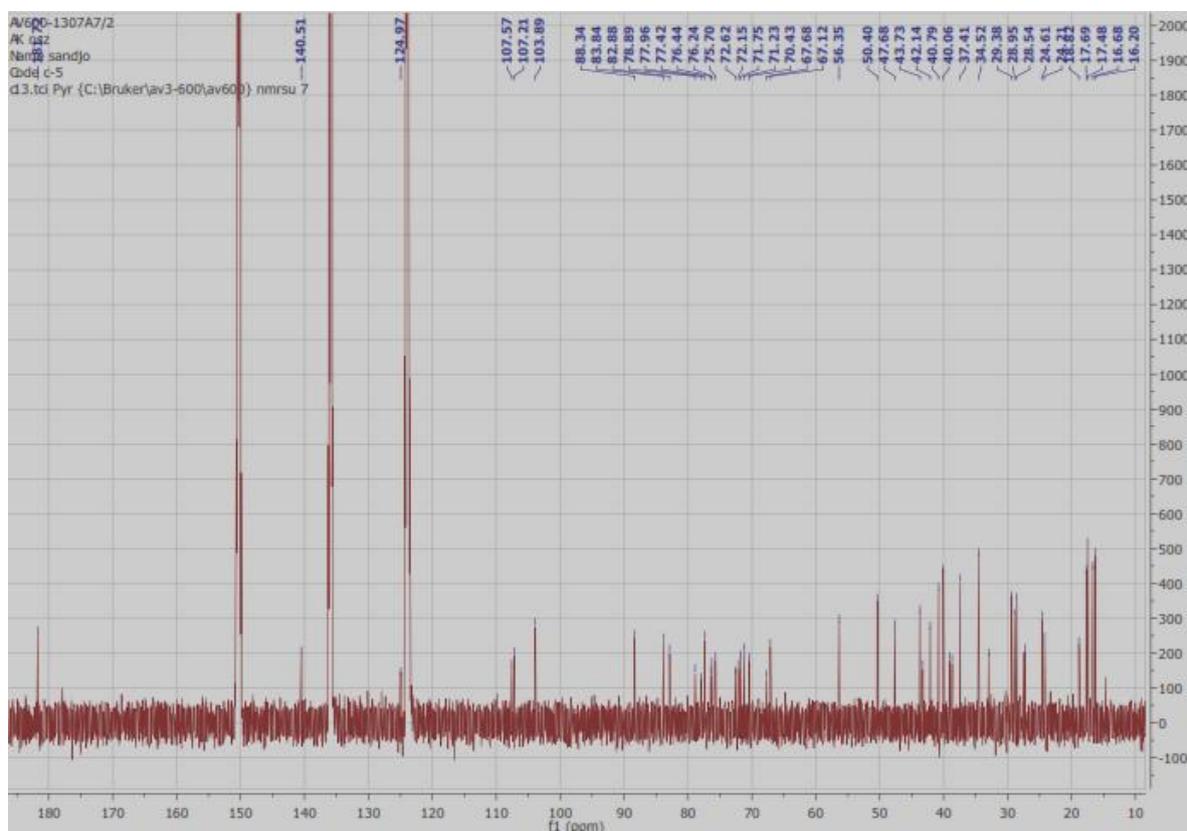
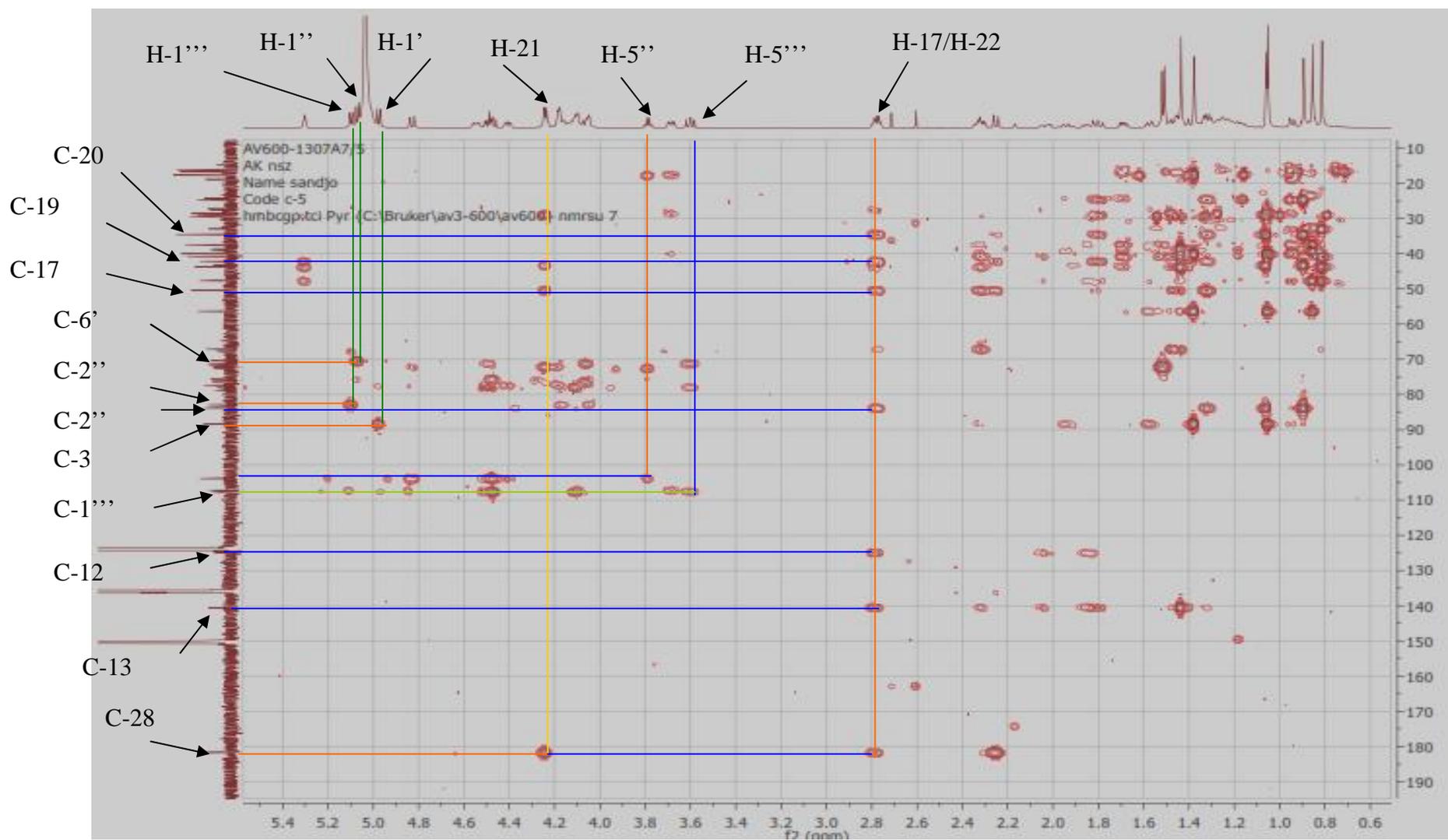


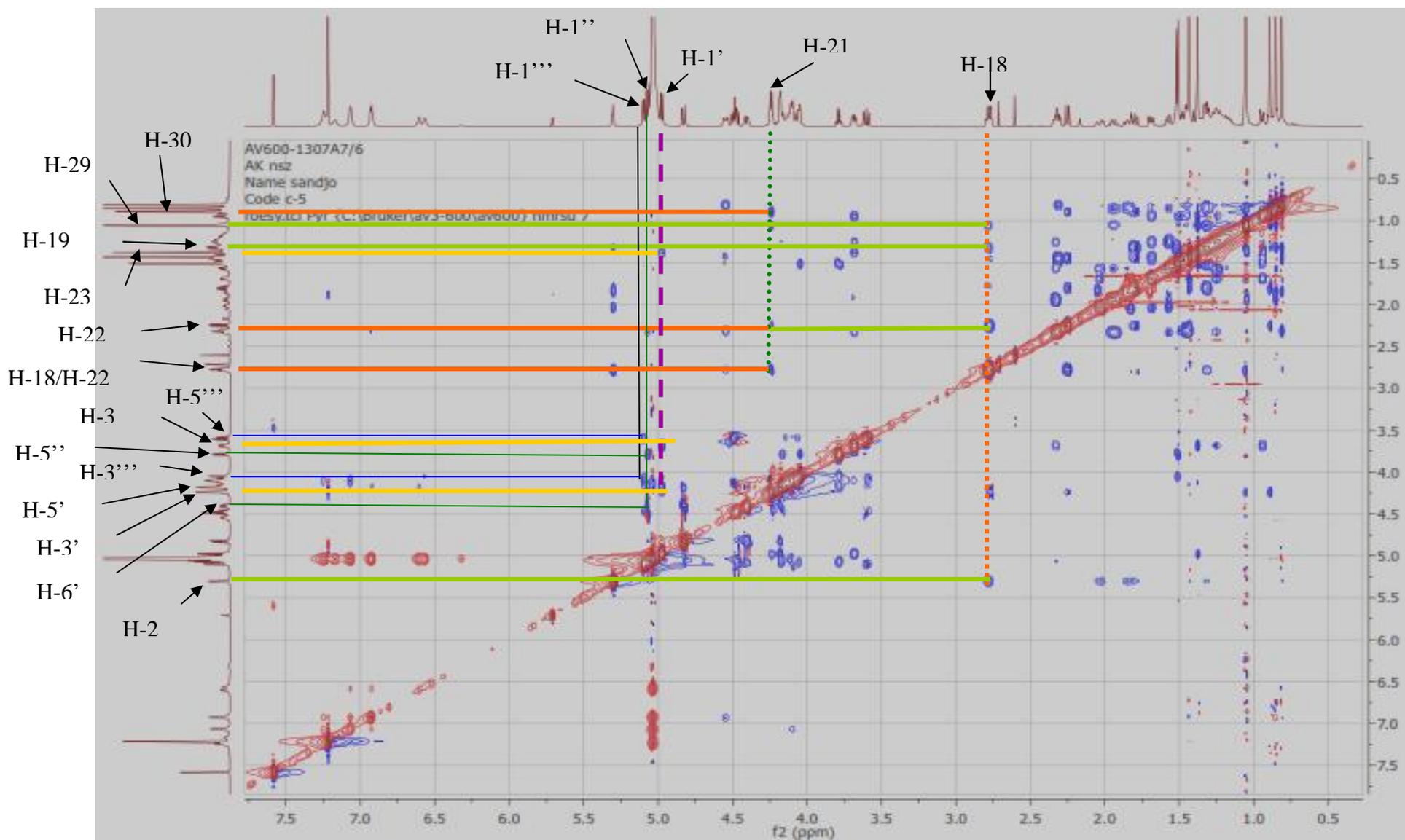
Figure 37: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de  $\text{AF}_5$  ou du julibroside  $\text{A}_2$  (104)

Outre les signaux des carbones de l'aglycone triterpénique, on observe les signaux de trois unités de sucre dont les plus caractéristiques à  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  4,98/107,2 ;  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  5,07/103,9 et  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  5,10/107,5 attribuables respectivement aux signaux de trois carbones anomériques du -glucose; du -fucose et du -xylose (Kinjo et al., 1992).

L'agencement de ces sucres a été déduit d'une part de l'observation du spectre HMBC (**figure 38**) où l'on observe des corrélations entre le proton du carbone anomérique à  $^1\text{H}$  4,98 et le carbone C<sub>3</sub> (88,3 ppm) de l'oléan-12-ène traduisant que le glucose sert de pont entre l'aglycone et la séquence des sucres. On observe également une corrélation entre le proton de C-1'' du fucose à  $^1\text{H}$  5,07 et le carbone de l'oxyméthylène du glucose à  $^{13}\text{C}$  70,4, indiquant que le fucose est lié au glucose par son carbone C<sub>6</sub>'. Enfin, la corrélation entre le proton de C-1''' du xylose à  $^1\text{H}$  5,10 et le carbone en C-2'' du fucose à  $^{13}\text{C}$  82,9 indique que la jonction entre le xylose et le fucose s'est faite en position (1→2). D'autre part, il ressort de l'observation du spectre ROESY (**figure 39**), des corrélations spatiales entre le proton du carbone anomérique du glucose et les protons à  $^1\text{H}$  3,69 (H-3), 1,38 (H-23) de l'aglycone et à  $^1\text{H}$  4,18 (H-5'), à  $^1\text{H}$  4,24 (H-3') du glucose, justifiant ainsi la jonction entre l'aglycone et le glucose; de même que des corrélations entre le proton du carbone anomérique du fucose à  $^1\text{H}$  5,07 (H-1'') et les protons à  $^1\text{H}$  3,79 (H-5''), 4,17 (H-3'') du fucose et à  $^1\text{H}$  4,40 (H-6') du glucose justifiant la jonction entre le fucose et le glucose en (1→6). Ce spectre révèle également des corrélations entre le proton du carbone anomérique du xylose à  $^1\text{H}$  5,10 et les protons à  $^1\text{H}$  3,60 (H-5'''), 4,06 (H-3''') du xylose et à  $^1\text{H}$  5,07 (H-1''') du fucose justifiant ainsi la jonction entre le xylose et le fucose en (1 →2).

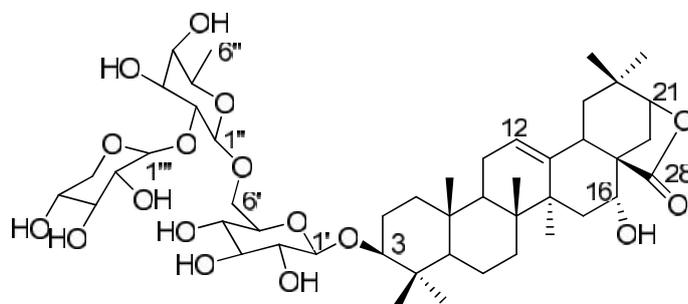


**Figure 38: Spectre de HMBC ( $C_5D_5N$ ) de  $AF_5$  ou du julibroside  $A_2$  (104)**



**Figure 39: Spectre ROESY (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) de AF<sub>5</sub> ou du julibroside A<sub>2</sub> (104)**

Toutes ces données comparées à celles décrite de la littérature nous a permis d'attribuer à ce composé la structure (**104**) qui est celle de l'acide acacique lactone 3-O- -D-xylopyranosyl-(1 → 2)- -D-fucopyranosyl-(1 → 6) - -D-glucopyranoside ou Julibroside A<sub>2</sub> déjà isolé de *Albizziae cortex* par **Kinjo et al.** en **1992**.



**104**

**Tableau XXIII: Données spectrales de RMN<sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N); RMN<sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) et HMBC de AF<sub>5</sub>**

Position	RMN <sup>1</sup> H	RMN <sup>13</sup> C	HMBC	Position	RMN <sup>1</sup> H	RMN <sup>13</sup> C	HMBC
<b>Aglycone</b>				<b>Glc</b>			
1	1,26	24,2		1'	4,98	107,2	C <sub>-3</sub>
	1,56						
2	1,94	27,3		2'	4,09	76,2	
	2,33						
3	3,69	88,3	C <sub>-1'</sub> ; C <sub>-24</sub> ; C <sub>-23</sub>	3'	4,24	78,9	
4	--/--	40,1		4'	4,18	72,2	
5	0,94	56,4		5'	4,18	77,4	
6	1,31	18,8		6'	4,40	70,4	C <sub>-1''</sub>
	1,51				4,83		
7	146	32,9	C <sub>-8</sub>	<b>Fuc</b>			
8	--/--	40,8		1''	5,07	103,9	C <sub>-6'</sub>
9	1,69	47,7		2''	4,47	82,9	C <sub>-1'''</sub> ; C <sub>-1''''</sub> ; C <sub>-3'''</sub>
10	--/--	37,4		3''	4,17	75,7	
11	1,84	24,2		4''	4,06	72,6	
	2,03						
12	5,30	124,9	C <sub>-18</sub> ; C <sub>-9</sub> ; C <sub>-14</sub>	5''	3,79	71,8	C <sub>-6''</sub> ; C <sub>-4''</sub> ; C <sub>-1''</sub>

13	--/--	140,5		6''	1,51	17,5	C <sub>5</sub> ''
14	--/--	43,7		Xyl			
15	1,46 2,32	38,7	C <sub>9</sub> ; C <sub>14</sub> ; C <sub>17</sub> ; C <sub>16</sub>	1'''	5,10	107,5	C <sub>2</sub> '''
16	4,56	67,1		2'''	4,11	76,4	C <sub>1</sub> ''' ; C <sub>3</sub> '''
17	--/--	50,4		3'''	4,06	77,9	
18	2,78	42,1	C <sub>20</sub> ; C <sub>17</sub> ; C <sub>13</sub> ; C <sub>12</sub> ; C <sub>28</sub>	4'''	4,13	71,2	C <sub>2</sub> '''
19	1,32 1,80	43,2	C <sub>29</sub> ; C <sub>30</sub> ; C <sub>18</sub> ; C <sub>13</sub>	5'''	3,60 4,49	67,6	C <sub>3</sub> ''' ; C <sub>4</sub> ''' ; C <sub>1</sub> '''
20	--/--	34,5					
21	4,24	83,6	C <sub>28</sub> ; C <sub>17</sub> ; C <sub>19</sub> ; C <sub>22</sub>				
22	2,25 2,78	27,5	C <sub>28</sub> ; C <sub>20</sub>				
23	1,38	28,5	C <sub>5</sub> ; C <sub>4</sub> ; C <sub>24</sub>				
24	1,05	18,8	C <sub>23</sub> ; C <sub>4</sub>				
25	0,86	16,2	C <sub>10</sub> ; C <sub>9</sub> ; C <sub>5</sub>				
26	0,81	16,7	C <sub>9</sub> ; C <sub>14</sub> ; C <sub>8</sub> ; C <sub>7</sub>				
27	1,43	29,4	C <sub>13</sub> ; C <sub>14</sub> ; C <sub>8</sub> ; C <sub>15</sub>				
28	--/--	181,7					
29	1,06	24,6	C <sub>19</sub> ; C <sub>21</sub> ; C <sub>20</sub>				
30	0,89	29,0	C <sub>29</sub> ; C <sub>19</sub> ; C <sub>21</sub>				

### II.1.3.5.2 Identification de AFS<sub>1</sub> ou du julibroside A<sub>3</sub> (105)

AFS<sub>1</sub> se présente sous forme de poudre blanche amorphe dans le système CHCl<sub>3</sub> :MeOH :H<sub>2</sub>O (80:20:2). Il est soluble dans la pyridine.

Le spectre Infrarouge à transformée de Fourier de AFS<sub>1</sub> montre les bandes de vibrations des hydroxyles libres et ceux de fonctions C-O des acétals respectivement à 3423, 1620, 1427 cm<sup>-1</sup> et à 1765 cm<sup>-1</sup> celui du carbonyle de type -lactone. A 1773 cm<sup>-1</sup>, 1655 et à 1572 cm<sup>-1</sup>, les longueurs d'ondes du carbonyle de type amide N-substitué (CONH) (Ikeda et al., 1995). Il réagit positivement au test de Libermann-Burchard en donnant une coloration rouge violacée

caractéristique des triterpènes et une réaction positive au test de Molish, ce qui indique que c'est un glycoside triterpénique. L'absence des bandes d'absorption sur son spectre UV, ainsi que le comportement mousseux de la fraction à partir de laquelle il a été isolé témoigne que AFS<sub>1</sub> est une saponine.

Son spectre en FAB-MS indique le pic de l'ion pseudo-moléculaire [M+Na]<sup>+</sup> à *m/z* 974 correspondant à la formule brute C<sub>49</sub>H<sub>77</sub>NO<sub>17</sub> renfermant 12 degrés d'insaturations.

L'analyse combinée des spectres de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figures 40**) et de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figures 41**) montre une grande similitude de ces spectres avec ceux de AF<sub>5</sub> avec notamment:

- huit méthyles tous singulets apparaissant respectivement à  $\delta_{\text{H/C}}$  1,24/28,6 (Me-23); 1,04/17,5 (Me-24);  $\delta_{\text{H/C}}$  0,83/16,2 (Me-25);  $\delta_{\text{H/C}}$  0,80/16,8 (Me-26);  $\delta_{\text{H/C}}$  1,42/29,5 (Me-27);  $\delta_{\text{H/C}}$  1,05/24,7 (Me-29);  $\delta_{\text{H/C}}$  0,88/29,0 (Me-30);  $\delta_{\text{H/C}}$  2,18/24,3 (Me-2''').
- Un proton apparaissant sous forme de doublet à  $\delta_{\text{H}}$  8,98 (1H, *J* = 4,0 Hz) caractéristique des protons de l'azote des acétamides. Cette information est confirmée par le spectre de RMN <sup>13</sup>C où l'on observe à  $\delta_{\text{C}}$  170,5 le signal du carbonyle de l'amide (Ikeda et al., 1995).
- Deux carbones oléfiniques apparaissant respectivement à  $\delta_{\text{C}}$  125,1 et 140,5, caractéristiques des triterpènes de la série des oléan-12-ènes (Ikeda et al., 1995).



Les spectres HMBC de AF<sub>5</sub> et de AFS<sub>1</sub> sont presque superposables et nous indiquent que les sucres ont les mêmes jonctions dans les deux composés. Cependant, la position du groupement acétamido (-NHCOCH<sub>3</sub>) a été déduite de la corrélation observée sur ce spectre HMBC entre le proton de l'azote à  $\delta_{\text{H}}$  8,98 et le carbone C<sub>2'</sub> du glucose à 58,5 ppm ainsi que la corrélation entre le proton H<sub>2'</sub> à  $\delta_{\text{H}}$  4,62 et le carbonyle à 170,5 ppm. La position de ce groupement se justifie également par le blindage de ce carbone C<sub>2'</sub> qui passe de 76,2 ppm dans AF<sub>5</sub> à 58,5 ppm dans AFS<sub>1</sub> due à l'effet de déblindage moins important de l'azote

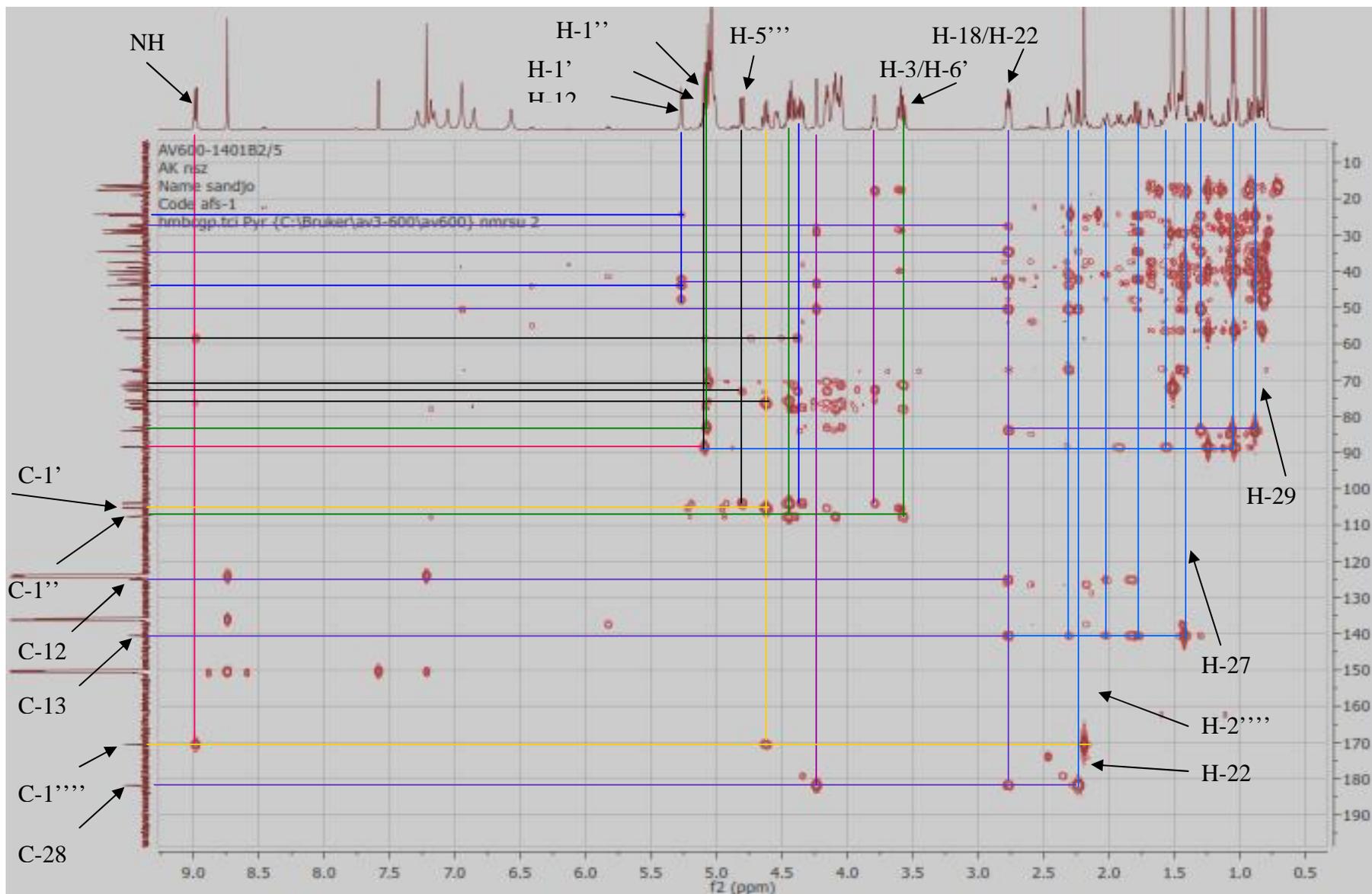
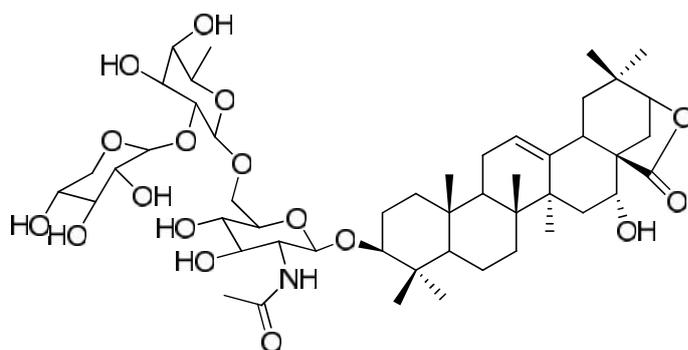


Figure 42: Spectre HMBC ( $C_5D_5N$ ) de AFS<sub>1</sub> ou du julibroside A<sub>3</sub> (105)

Toutes ces données comparées à celles décrites de la littérature nous a permis d'attribuer à ce composé la structure (**105**) qui est celle de l'acide acacique lactone 3-O- -D-xylopyranosyl-(1 → 2)- -D-fucopyranosyl-(1 → 6)-2-acétylamino-2-déoxy- -D-glucopyranoside ou Julibroside A<sub>3</sub> précédemment isolé de d'*Albizziae cortex* par **Ikeda et al.**, (1995).



**105**

**Tableau XXIV: Données spectrales de RMN<sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N); RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) et HMBC de AFS<sub>1</sub>, et RMN <sup>13</sup>C (125 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, Gafur et al., 1997) du Julibroside A<sub>3</sub>.**

Position	RMN <sup>1</sup> H	RMN <sup>13</sup> C	RMN <sup>13</sup> C	HMBC	Position	RMN <sup>1</sup> H	RMN <sup>13</sup> C	RMN <sup>13</sup> C	HMBC
			(Gafur et al., 1997)					(Gafur et al., 1997)	
	Aglycone					Glc			
1	1,23 1,56	39,1	38,6		1'	5,09	105,4	104,8	C <sub>-3</sub>
2	1,92 2,32	27,2	26,7		2'	4,62	58,5	58,0	C <sub>-1'</sub> , C <sub>-4'</sub> ; C <sub>-1''''</sub>
3	3,60	88,6	88,1	C <sub>-1'</sub> ; C <sub>-24</sub> ; C <sub>-23</sub>	3'	4,16	77,6	75,9	C <sub>-1'</sub> ; C <sub>-4'</sub> ; C <sub>-5'</sub>
4	--/--	40,0	39,4		4'	4,39	76,4	76,6	
5	0,92	56,4	55,9		5'	4,04	78,1	77,0	
6	1,34 1,53	19,0	18,4		6'	3,58 4,42	67,7	69,9	C <sub>-1''</sub> ; C <sub>-5'</sub>
7	1,46 1,50	33,1	32,6		Fuc				
8	--/--	40,9	40,4		1''	5,07	107,7	107,5	C <sub>-6'</sub> ; C <sub>-2''</sub>

9	1,68	47,8	47,3		2''	4,45	83,1	82,4	C <sub>-1''</sub> ; C <sub>-1'''</sub> ; C <sub>-3''</sub>
10	--/--	37,6	37,0		3''	4,16	75,8	75,3	C <sub>-1''</sub>
11	1,83 2,03	24,3	23,8		4''	4,05	72,8	72,2	C <sub>-2''</sub> ; C <sub>-3''</sub> ; C <sub>-5''</sub>
12	5,27	125,1	124,6	C <sub>-18</sub> ; C <sub>-9</sub> ; C <sub>-14</sub> ; C <sub>-11</sub>	5''	3,79	71,8	71,3	C <sub>-6''</sub> ; C <sub>-4''</sub>
13	--/--	140,5	140,1		6''	1,50	17,8	17,3	C <sub>-4''</sub>
14	--/--	43,8	43,3			Xyl			
15	1,44 2,30	38,8	38,2	C <sub>-13</sub> ; C <sub>-14</sub> ; C <sub>-17</sub> ; C <sub>-16</sub> ; C <sub>-8</sub>	1'''	5,06	105,1	105,1	C <sub>-2'''</sub> ; C <sub>-5'''</sub>
16	4,54	67,2	66,7		2'''	4,11	75,8	76,0	
17	--/--	50,5	50,0		3'''	4,09	76,6	77,5	
18	2,77	42,3	41,7	C <sub>-20</sub> ; C <sub>-17</sub> ; C <sub>-13</sub> ; C <sub>-12</sub> ; C <sub>-28</sub> ; C <sub>-28</sub> ; C <sub>-22</sub>	4'''	4,09	73,1	70,9	
19	1,32 1,80	43,2	42,8	C <sub>-29</sub> ; C <sub>-20</sub> ; C <sub>-18</sub> ; C <sub>-13</sub> ; C <sub>-30</sub>	5'''	4,35 4,81	67,7	67,1	C <sub>-3'''</sub> ; C <sub>-1'''</sub>
20	--/--	34,5	34,1						
21	4,24	83,6	83,4	C <sub>-28</sub> ; C <sub>-17</sub> ; C <sub>-19</sub> ; C <sub>-29</sub>		Acétanamide			
22	2,25 2,78	27,5	27,1	C <sub>-28</sub> ; C <sub>-20</sub> ; C <sub>-17</sub> ; C <sub>-21</sub> ; C <sub>-18</sub>	NH	8,98			C <sub>-2'''</sub> ; C <sub>-1'''</sub>
23	1,38	28,5	28,6	C <sub>-5</sub> ; C <sub>-4</sub> ; C <sub>-24</sub> ; C <sub>-3</sub>	1''''	--/--	170,5	170,1	
24	1,05	18,8	15,7	C <sub>-23</sub> ; C <sub>-4</sub> ; C <sub>-5</sub> ; C <sub>-3</sub>	2''''	2,18	24,3	23,8	C <sub>-1''''</sub>
25	0,86	16,2	16,3	C <sub>-10</sub> ; C <sub>-5</sub>					
26	0,81	16,7	17,0	C <sub>-9</sub> ; C <sub>-14</sub> ; C <sub>-8</sub> ; C <sub>-7</sub>					
27	1,43	29,4	28,1	C <sub>-13</sub> ; C <sub>-14</sub> ; C <sub>-8</sub>					

				C-15
28	--/--	181,7	181,3	
29	0,88	24,6	29,0	C-19; C-21; C-20;
				C-30
30	1,05	29,0	24,2	C-29; C-19; C-21; C-20

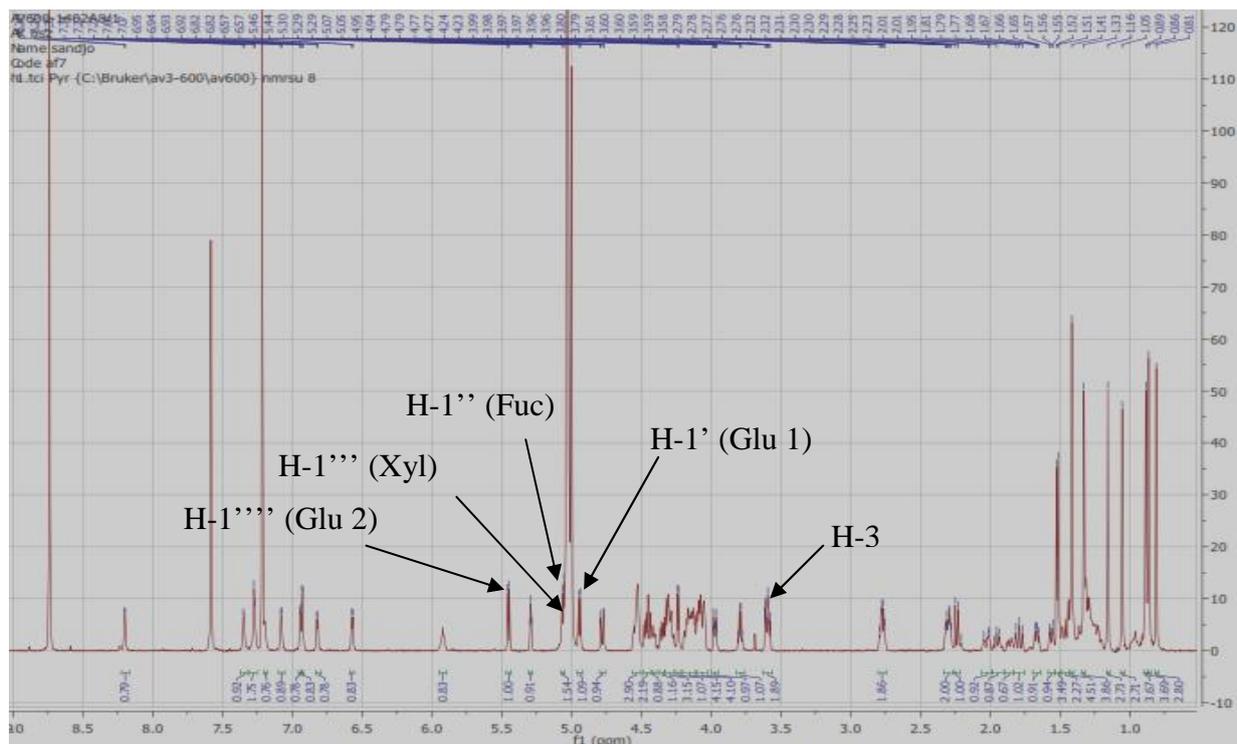
---

### II.1.3.5.3 Identification de AF<sub>7</sub> ou du julibroside A<sub>1</sub> (106)

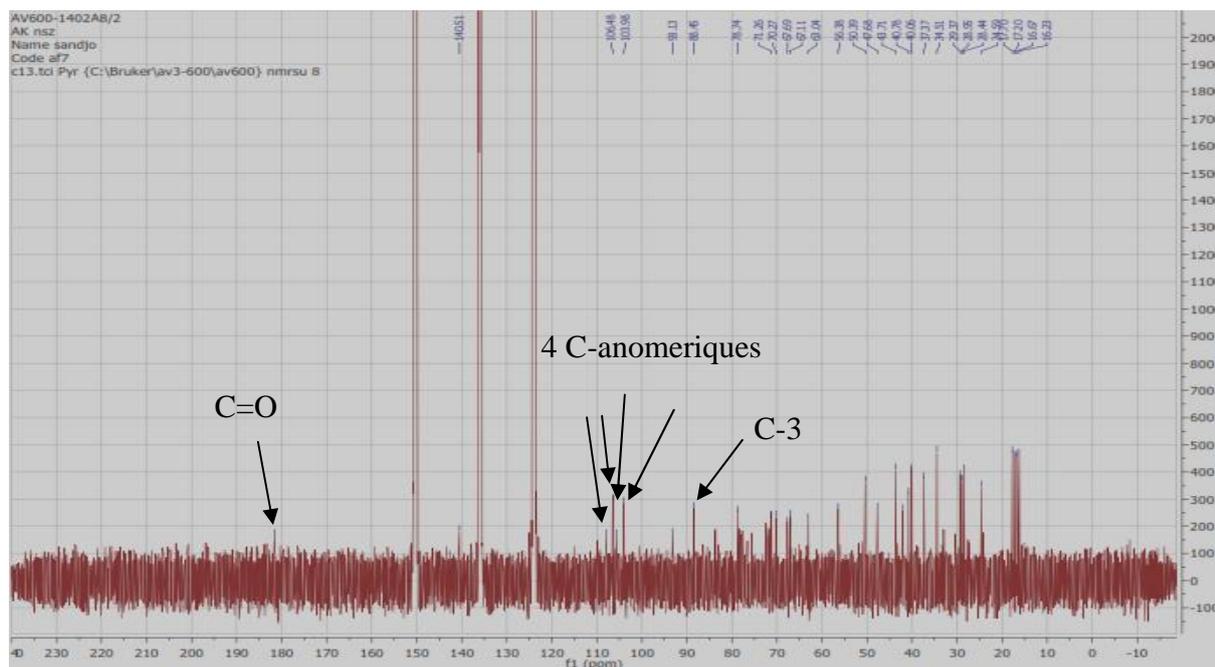
AF<sub>7</sub> se présente sous forme de poudre blanche amorphe dans le système H<sub>2</sub>O:MeOH (3:2) et est soluble dans la pyridine. Le spectre Infrarouge à transformée de Fourier de AF<sub>7</sub> montre les bandes de vibrations des -lactone à 1763 cm<sup>-1</sup> (Gafur et al., 1997). Il réagit positivement au test de Libermann-Burchard en donnant une coloration rouge violacée caractéristique des triterpènes et une réaction positive au test de Molish, ce qui indique que c'est un glycoside triterpénique. L'absence des bandes d'absorption sur son spectre UV, ainsi que le comportement mousseux de la fraction à partir de laquelle il a été isolé témoigne que AF<sub>7</sub> est une saponine.

Son spectre en FAB-MS indique le pic de l'ion pseudo-moléculaire [M+Na]<sup>+</sup> à *m/z* 1095 correspondant à la formule brute C<sub>53</sub>H<sub>84</sub>O<sub>22</sub> renfermant 12 degrés d'insaturations.

Les données spectroscopiques de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 43**) et RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 44**) de AF<sub>7</sub> sont très proches de celles de AF<sub>5</sub> (Julibroside A<sub>2</sub>). En effet, en superposant leurs deux spectres de RMN <sup>1</sup>H, on constate que la seule différence observée se situe au niveau de l'apparition du proton d'un deuxième carbone anomérique du glucose à  $\delta_{\text{H}}$  5,45 sur le spectre de RMN <sup>1</sup>H de AF<sub>7</sub> ce qui n'existe pas sur celui de AF<sub>5</sub> (Julibroside A<sub>2</sub>). Ceci est confirmé sur le spectre de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) de AF<sub>7</sub> où l'on observe un quatrième carbone anomérique (celui du deuxième glucose) à  $\delta_{\text{C}}$  106,5 (Gafur et al., 1997) absent sur le spectre de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) de AF<sub>5</sub> (Julibroside A<sub>2</sub>).

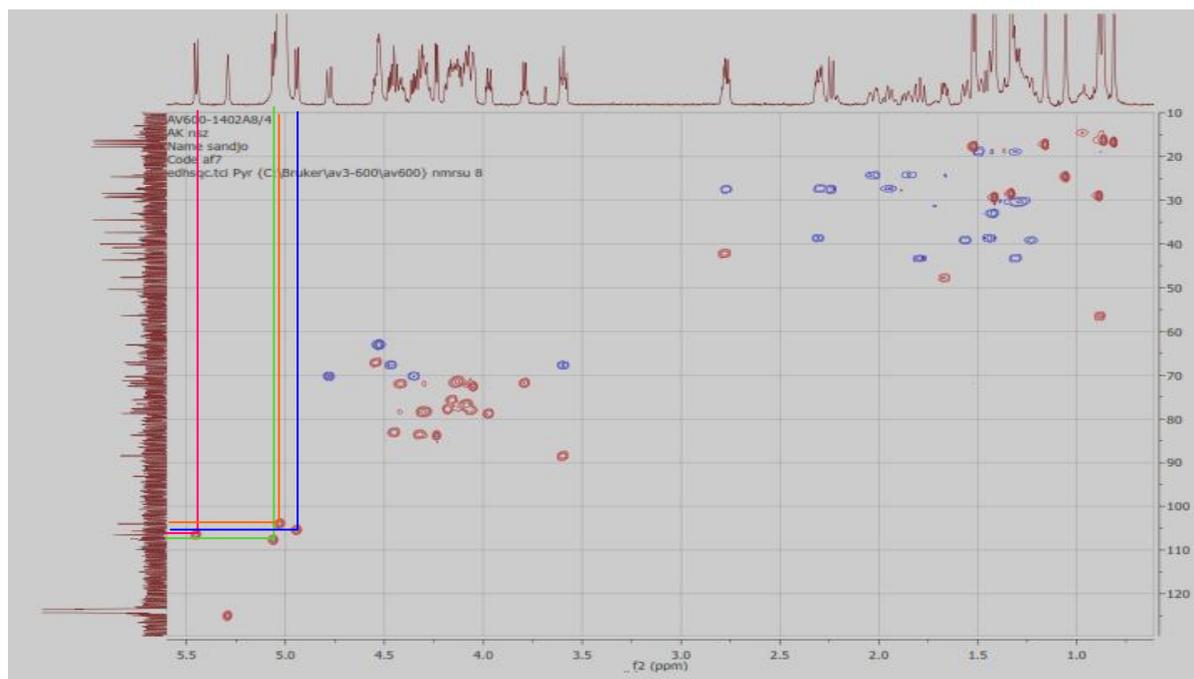


**Figure 43: Spectre RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de AF<sub>7</sub> ou du jilibroside A<sub>1</sub> (106)**



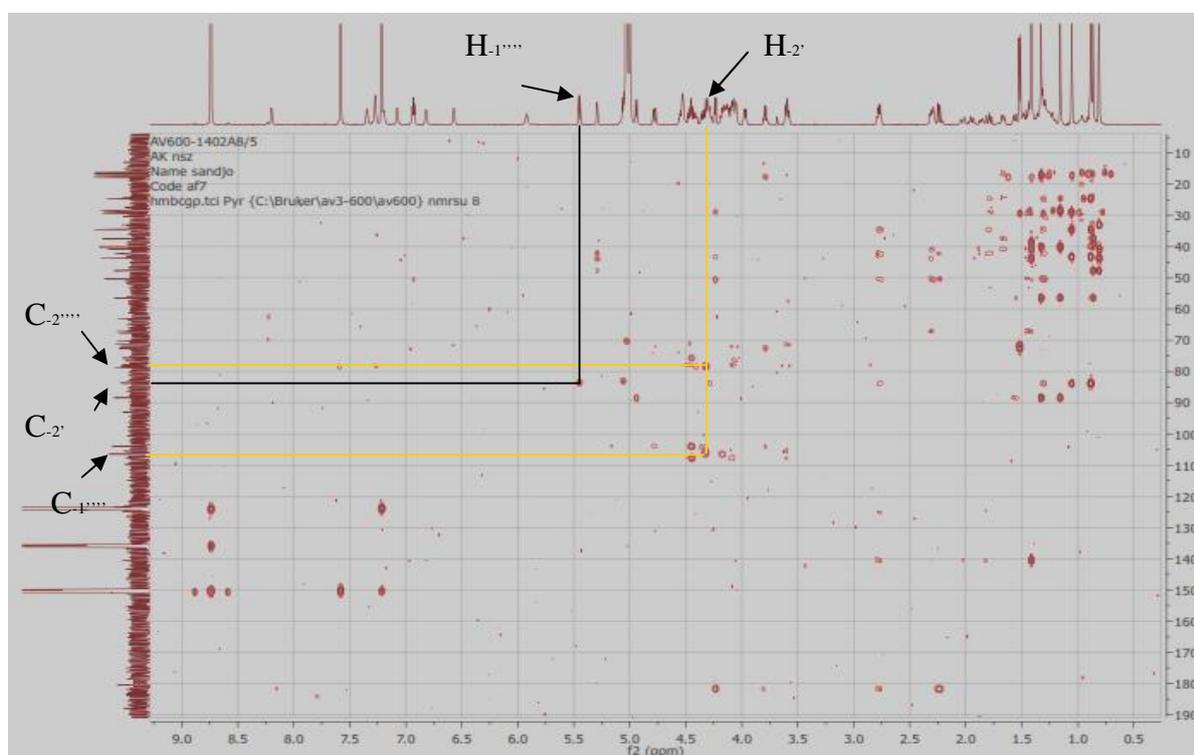
**Figure 44: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de AF<sub>7</sub> ou du jilibroside A<sub>1</sub> (106)**

La présence des quatre carbones anomériques est confirmée sur le spectre HSQC (**figure 45**) où l'on observe clairement des corrélations directs entre protons et carbones à  $^1\text{H}/^{13}\text{C}$  4,95/105,4; 5,03/104,0; 5,06/107,7 et 5,45/106,5 correspondant respectivement au glucose-1, fucose, xylose et glucose-2.



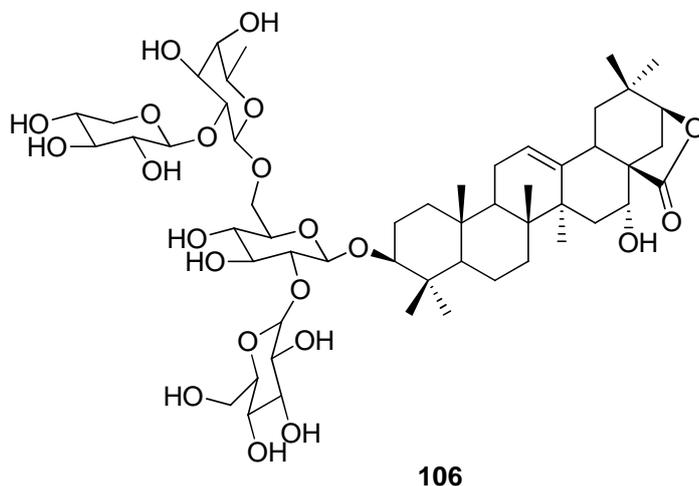
**Figure 45: Spectre de HSQC ( $C_5D_5N$ ) de AF<sub>7</sub> ou du julibroside A<sub>1</sub> (106)**

La position du deuxième glucose a été déduite du spectre HMBC de AF<sub>7</sub> (figure, 46) ou l'on observe des corrélations d'une part entre le proton anomérique H<sub>1''''</sub> du glucose-2 à  $\delta_H$  5,45 et le carbone C<sub>2'</sub> à  $\delta_C$  83,6 et d'autre part entre le proton H<sub>2'</sub> à  $\delta_H$  4,32 et les carbones anomérique C<sub>1''''</sub> à  $\delta_C$  106,5 et C-4' à  $\delta_C$  78,2.



**Figure 46: Spectre de HMBC ( $C_5D_5N$ ) de AF<sub>7</sub> ou du julibroside A<sub>1</sub> (106)**

L'ensemble de toutes ces données comparées à celles décrites de la littérature nous a permis d'attribuer à ce composé la structure (106) qui est celle de l'acide acacique lactone 3-O- $\beta$ -D-xylopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 2)- $\beta$ -D-fucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)-[ $\beta$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 2)]- $\beta$ -D-glucopyranoside ou Julibroside A<sub>1</sub> précédemment isolé de *Acacia concinna* par Gafur et al. (1997).



**Tableau XXV: Données spectrales de RMN<sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N); RMN<sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) et HMBC de AF<sub>7</sub>, RMN<sup>13</sup>C (125 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) du Julibroside A<sub>1</sub> (Gafur et al., 1997).**

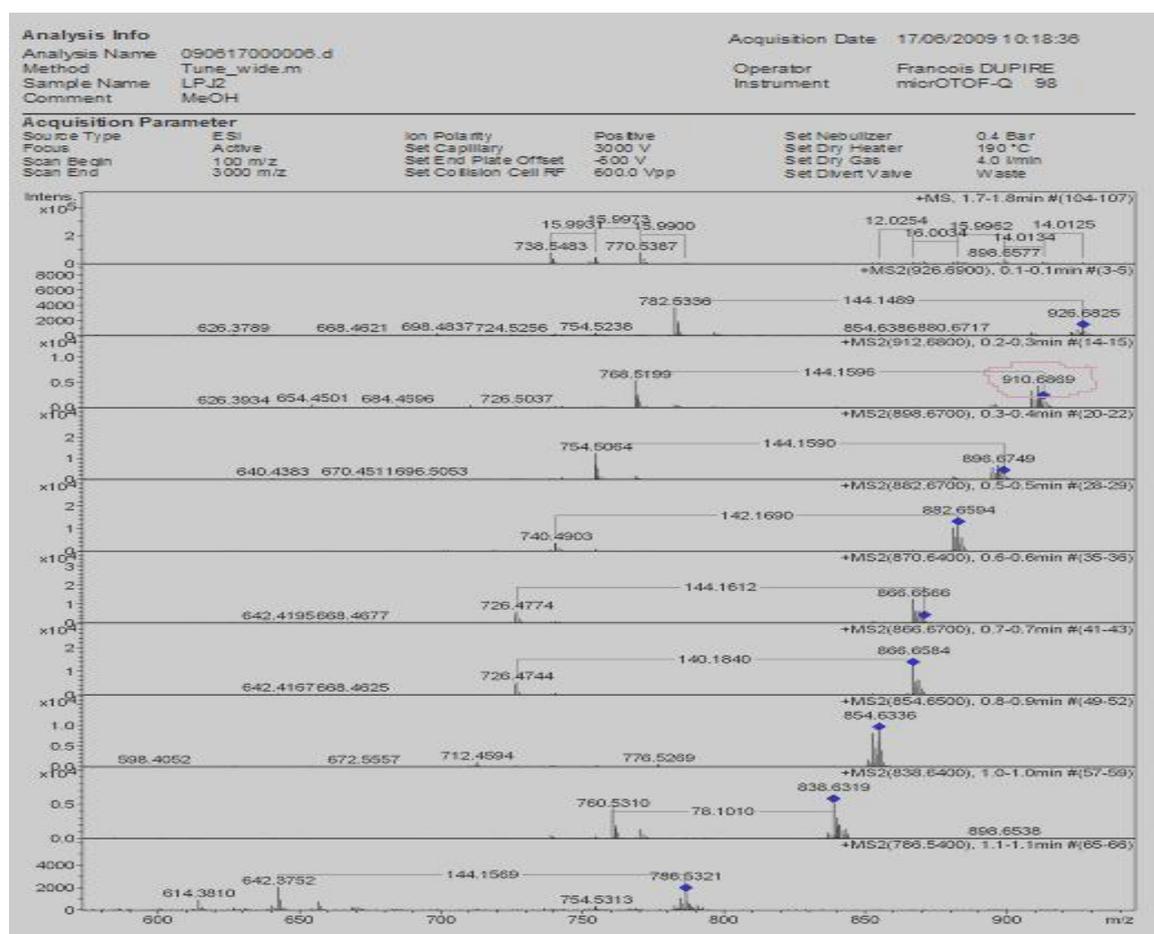
Position	RMN <sup>1</sup> H	RMN <sup>13</sup> C	RMN <sup>13</sup> C (Ref)	HMBC	Position	RMN <sup>1</sup> H	RMN <sup>13</sup> C	RMN <sup>13</sup> C (Ref)	HMBC
Aglycone					Glc-1				
1	1,22 1,56	39,1	38,7		1'	4,95	105,4	105,0	C <sub>3</sub>
2	1,94 2,30	27,2	26,8		2'	4,32	83,6	83,2	C <sub>1'</sub> , C <sub>4'</sub> ; C <sub>1''</sub>
3	3,59	88,5	88,1	C <sub>1'</sub> ; C <sub>24</sub> ; C <sub>23</sub>	3'	4,30	78,4	77,2	C <sub>1'</sub> ; C <sub>4'</sub> ; C <sub>5'</sub>
4	--/--	40,1	39,7		4'	4,06	71,3	71,5	
5	0,88	56,4	56,0		5'	4,13	78,2	77,6	
6	1,31 1,49	18,8	18,5		6'	3,56 4,46	67,7	69,4	C <sub>1''</sub> ; C <sub>5'</sub>
7	1,42 1,50	33,0	32,6		Fuc				
8	--/--	40,8	40,4		1''	5,03	104,0	104,0	C <sub>6'</sub> ; C <sub>2''</sub>
9	1,67	47,7	47,3		2''	4,45	83,1	82,5	C <sub>1''</sub> ; C <sub>3''</sub>

									1'''' ; C-3''
10	--/--	37,4	37,0		3''	4,16	75,8	75,2	C-1''
11	1,85 2,02	24,2	23,8		4''	4,05	72,6	72,1	C-2'' ; C-3'' ; C-5''
12	5,29	125,0	124,6	C-18 ; C-9 ; C-14 ; C-11	5''	3,79	71,7	71,3	C-6'' ; C-4'' ;
13	--/--	140,5	140,2		6''	1,51	17,7	17,3	C-4''
14	--/--	43,7	43,3			Xyl			
15	1,44 2,30	38,6	38,2	C-13 ; C-14 ; C-17 ; C-16 ; C-8	1''''	5,06	107,7	107,0	C-2'' ; C-5''
16	4,54	67,2	66,7		2''''	4,11	71,4	71,7	
17	--/--	50,5	50,0		3''''	4,42	78,2	77,9	
18	2,77	42,2	41,7	C-20 ; C-17 ; C-13 ; C-12 ; C-28 ; C-28 ; C-22	4''''	4,09	70,4	70,8	
19	1,30 1,79	43,3	42,8	C-29 ; C-20 ; C-13 ; C-30	5''''	4,35 4,78	70,4	67,2	C-3'''' ; C-1''
20	--/--	34,5	34,1			Gluc-2			
21	4,24	83,8	83,4	C-28 ; C-17 ; C-19 ; C-29					
22	2,24 2,77	27,5	27,2	C-28 ; C-20 ; C-17 ; C-21 ; C-18	1''''''	5,45	106,5	106,0	C-2'' ; C-1''''
23	1,31	28,5	28,5	C-5 ; C-4 ; C-24 ; C-3	2''''''	4,18	77,8	76,1	
24	1,16	17,2	15,8	C-23 ; C-4 ; C-5 ; C-3	3''''''	3,97	78,8	78,1	C-1''''
25	0,86	16,2	16,2	C-10 ; C-5	4''''''	4,24	71,9	71,7	
26	0,81	16,7	16,8	C-9 ; C-14 ; C-8 ; C-7	5''''''	4,77	78,3	78,3	
27	1,41	29,4	28,0	C-13 ; C-14 ; C-8 ; C-15	6''''''	4,53	63,0	62,7	
28	--/--	181,5	181,3						
29	0,88	29,0	28,9	C-19 ; C-					

				21; C <sub>-20</sub> ;
				C <sub>-30</sub>
30	1,05	24,6	24,2	C <sub>-29</sub> ; C <sub>-</sub>
				19; C <sub>-21</sub> ;
				C <sub>-20</sub>

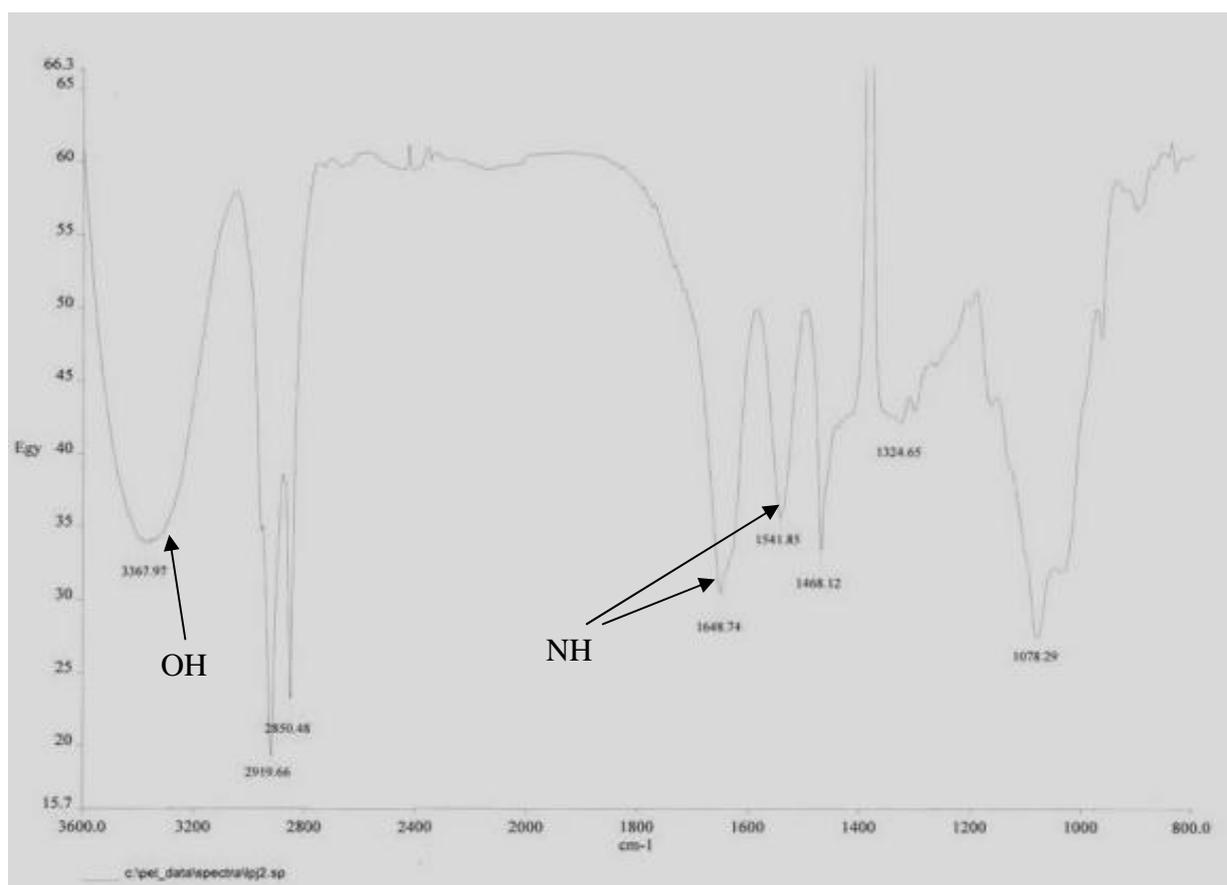
### II.1.3.6 DETERMINATION DE LA STRUCTURE DE LA CEREBROSIDE: FPOE<sub>8</sub> ou POLITAMIDE (107)

Le composé FPOE<sub>8</sub> a été obtenu sous forme d'un solide amorphe noire dans un mélange de solvant DCM :MeOH (9 :1). Il est soluble dans le DMSO-d<sub>6</sub> et fond entre 168,5-170,5°C. Son pouvoir rotatoire est de  $[\alpha]_D^{20} + 0,009$  (c 0,0075 DMSO). Son spectre de masse HRESI-MS (**figure 47**), montre le pic l'ion pseudo-moléculaire à m/z 910,6869 [M+Na]<sup>+</sup> correspondant à la formule moléculaire brute C<sub>50</sub>H<sub>97</sub>O<sub>11</sub>N ayant trois degrés d'insaturations.



**Figure 47:** Spectre de masse HRESI-MS FPOE<sub>8</sub> ou Politamide (107)

Son spectre IR (**figure 48**) montre une large bande de vibration centrée à 3368 cm<sup>-1</sup> caractéristique des groupements hydroxyles et de deux bandes intenses des amides secondaires à 1649 et 1542 cm<sup>-1</sup> (Sandjo, 2013).



**Figure 48:** Spectre IR de FPOE<sub>8</sub> ou Polytamide (107)

Cet amide secondaire est marqué de sa présence sur le spectre de RMN <sup>13</sup>C par un carbone lié à un azote à  $\delta_c$  49,8 et un carbonyle à  $\delta_c$  173,6. Ce composé donne une coloration violette au test de Molish suggérant qu'il renferme le sucre. En effet, on observe sur les spectres de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, DMSO, **figure 49**) et de RMN <sup>13</sup>C (APT) (100 MHz, DMSO, **figure 50**), le signal du proton anomérique à  $\delta_H/\delta_c$  4,12 (1H, d,  $J = 8,0$  Hz)/103,4 et un ensemble de carbones à  $\delta_c$  73,4; 76,4; 70,0; 76,8; 61,0 correspondant aux signaux du -D-glucopyranoside. On observe en plus un oxyméthylène à  $\delta_H/\delta_c$  3,65 (1H, dd,  $J = 3,0$  et  $11,8$  Hz), 3,42 (1H, dd,  $J = 5,8$  et  $11,8$  Hz)/61,0, quatre oxyméthynes à  $\delta_H/\delta_c$  3,35 (m)/73,4; 3,05 (m)/76,4; 3,10 (m)/70,0 ; 3,16 (m)/76,8, deux protons éthyléniques de configuration "cis" à  $\delta_H/\delta_c$  5.30 (1H, brd,  $J = 6.2$  Hz)/129.4 et 5.33 (1H, brd,  $J = 6.2$  Hz)/130.1, une longue chaîne aliphatique caractérisée par un singulet large à  $\delta_H$  1.22-1.75 et de deux méthyles terminaux à  $\delta_H/\delta_c$  0.83 (6H, t,  $J = 5,9$  Hz)/13.9.

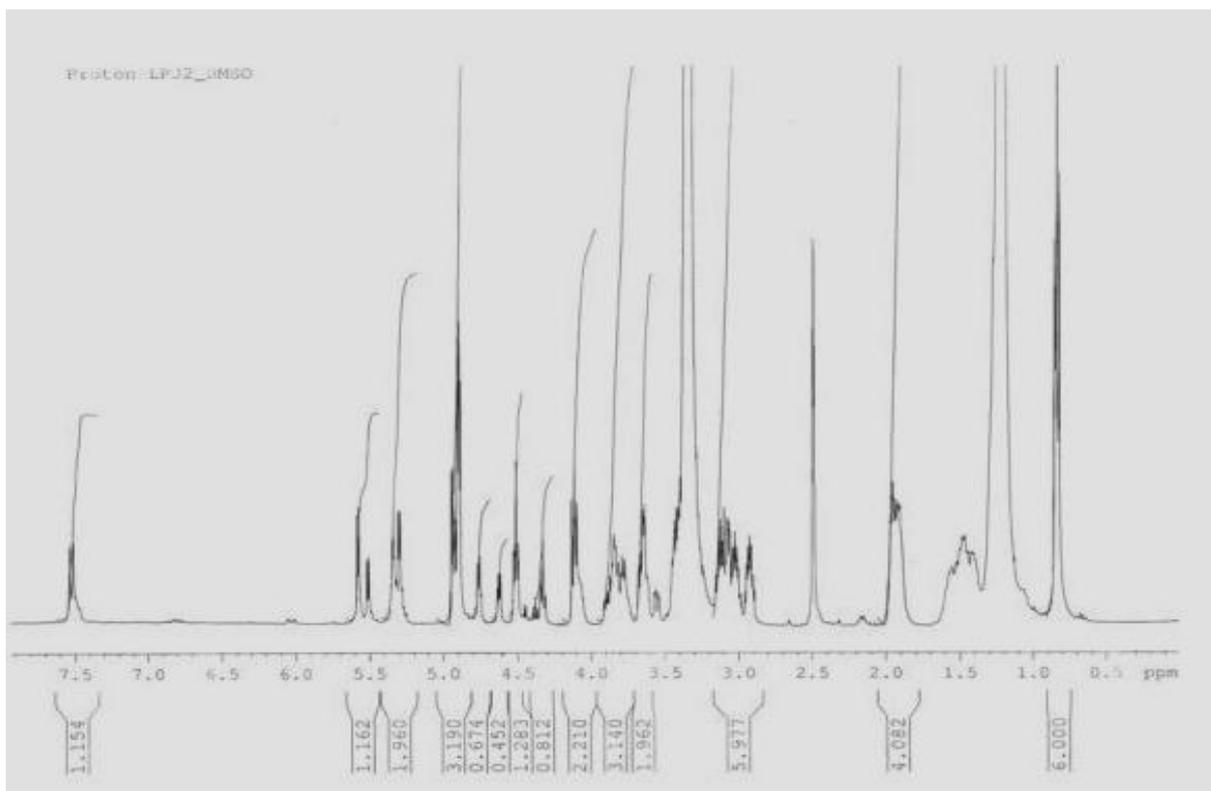


Figure 49: Spectre RMN  $^1\text{H}$  (400MHz, DMSO- $\text{d}_6$ ) de FPOE $_8$  ou Politamide (107)

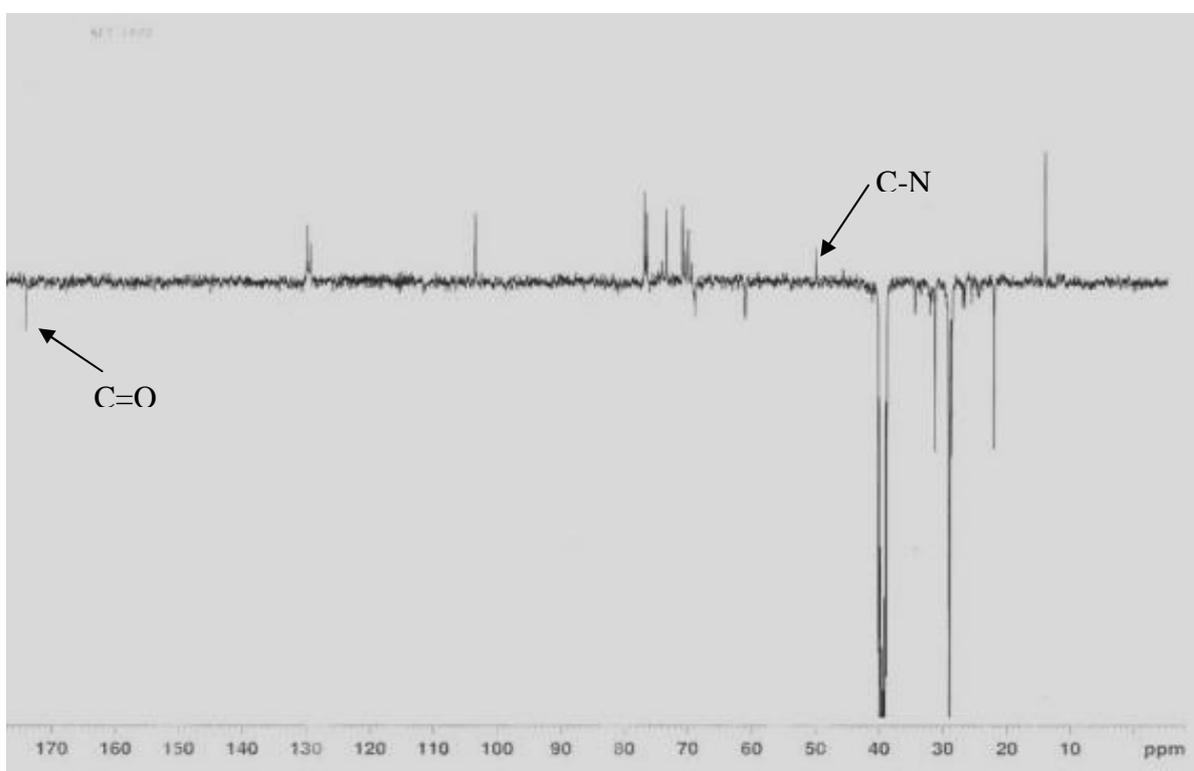
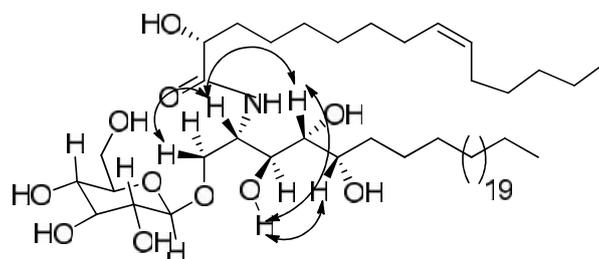
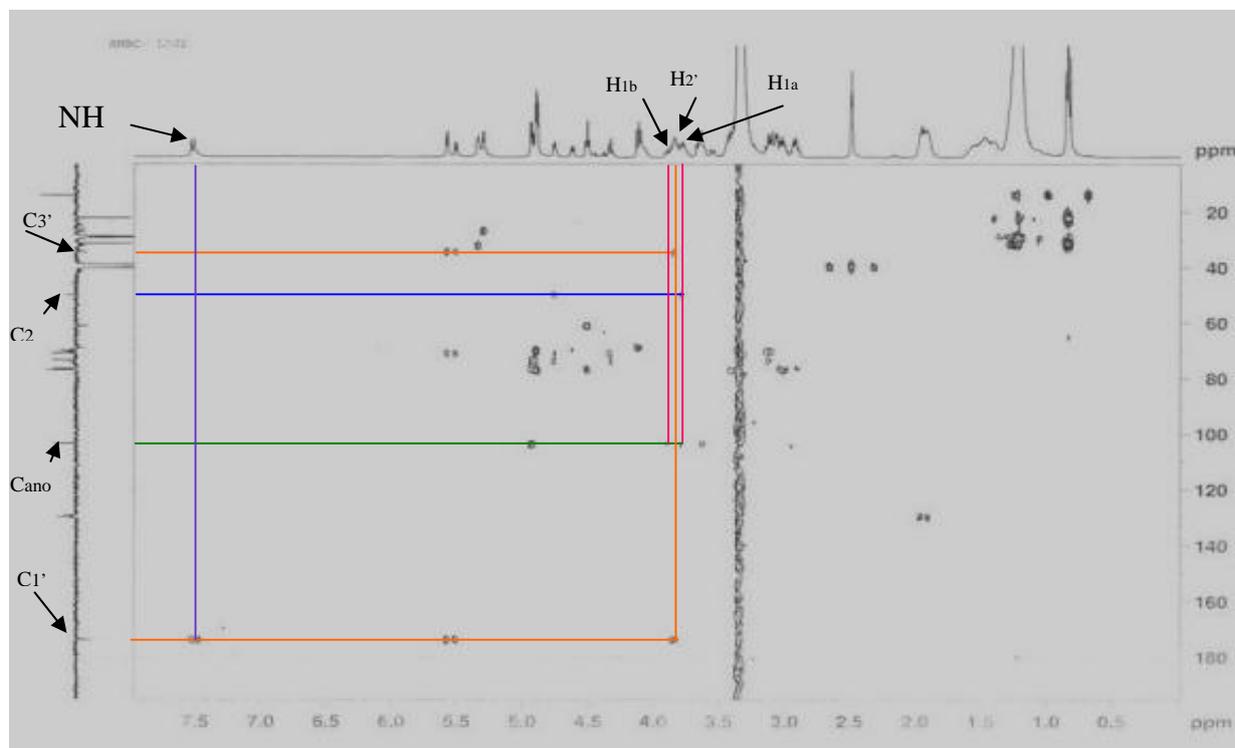


Figure 50: Spectre RMN  $^{13}\text{C}$  (APT, 100MHz, DMSO- $\text{d}_6$ ) de FPOE $_8$  ou Politamide (107)

Le spectre HMBC (**figure 51**), nous exhibe des corrélations importantes d'une part entre les protons de l'oxyméthylène  $H_a/C_{-1}$  3,65/69,5,  $H_b/C_{-1}$  3,90/69,5 et le carbone anomérique à  $C_{-1}$  103,4 suggérant la fixation du  $\beta$ -D-glucopyranoside sur le carbone  $C_{-1}$ . D'autre part, le proton  $H_a/C_{-1}$  montre une corrélation avec le carbone  $C_{-2}$  à 49,8 ppm. On observe également une corrélation additionnelle entre le proton de l'azote à  $H$  7,50 et le carbonyle à  $C$  173,6. De plus, on observe une corrélation entre le proton  $H_{-2'}$  (3,85ppm) et ce carbonyle à  $C$  173,6 et le carbone en  $C_{-3'}$  à 34,1 ppm. Ceci suggère que le 4<sup>ème</sup> hydroxyle est porté par le carbone en  $C_{-2'}$  à 70,9 ppm de la chaîne d'acide gras. La position des trois autres hydroxyles sur la longue chaîne de sphingosine est rendu évidente par l'exploitation du spectre NOESY où l'on observe des interactions entre le proton à  $H$  4,90 et les protons à  $H$  3,35 et 2,92 d'une part, et aussi entre le proton à  $H$  4,11 et les protons à  $H$  3,90 et 3,35 (**schéma 11**).

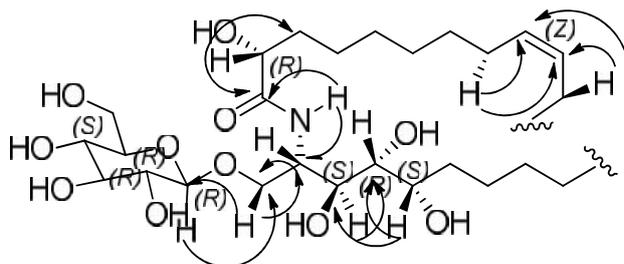


**Schéma 11: Quelques corrélations importantes du spectre NOESY de FPOE<sub>8</sub> ou Politamide (107)**

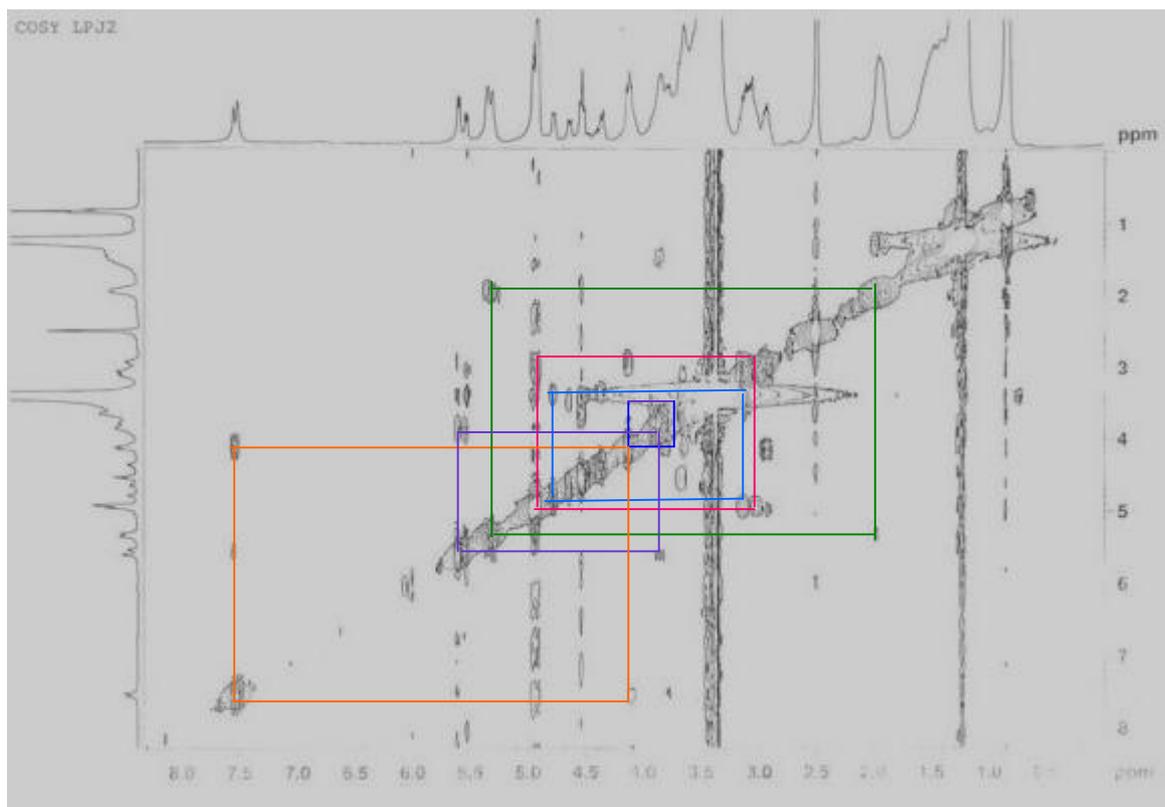


**Figure 51: Spectre HMBC (DMSO-d<sub>6</sub>) de FPOE<sub>8</sub> ou Politamide (107)**

Le spectre COSY (**figure 52**) nous permet de confirmer la position du  $\beta$ -D-glucopyranoside, car il montre une corrélation importante entre le proton anomérique  $H_{1'}$  (4,12 ppm) et  $H_a-C_{1'}$  (3,65 ppm). De plus, on observe des corrélations entre les protons  $H_{2'}$  (4,11 ppm) et  $H_N$  (7,50 ppm), les protons  $H_{3'}$  (3,10 ppm) et le  $OH$  en  $C_{3'}$  (4,90 ppm), les protons  $H_{4'}$  (3,35 ppm) et le  $OH$  en  $C_{4'}$  (4,75 ppm), les protons  $H_{2''}$  (3,85 ppm) et le  $OH$  en  $C_{2''}$  (5,59 ppm). De même, on observe des corrélations entre les protons  $H_{9'}$  (5,30 ppm) et  $H_{11'}$  (2,00 ppm), les protons  $H_{9''}$  (5,30 ppm) et  $H_{10''}$  (5,33 ppm). (**schéma 12**)

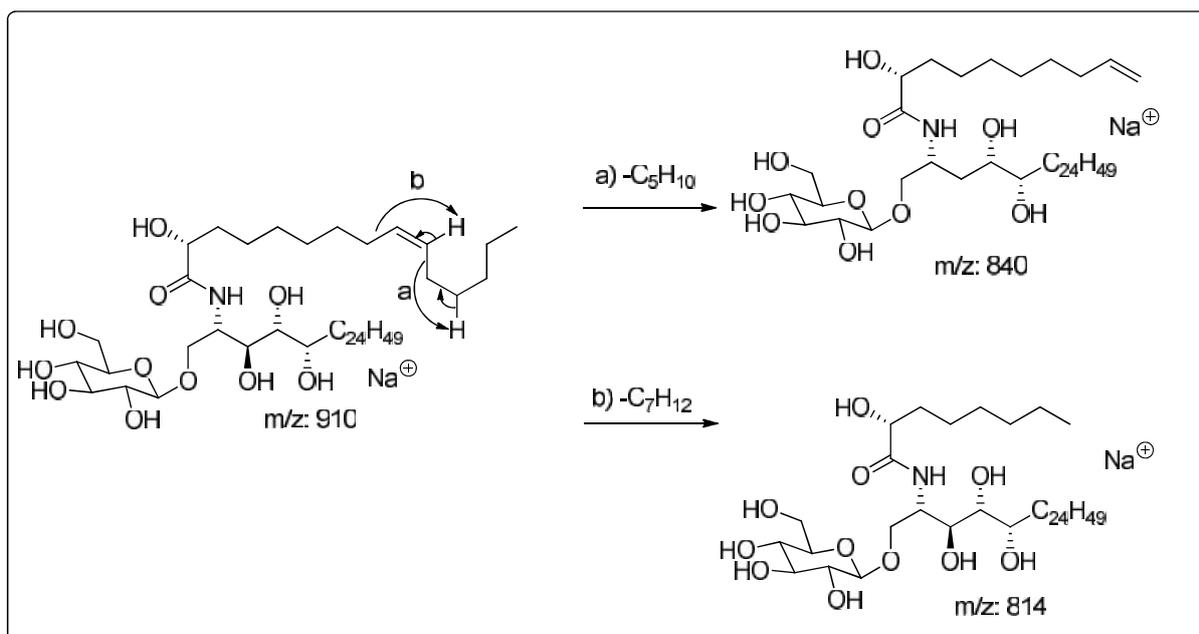


**Schéma 12: Quelques corrélations importantes du spectre HMBC de FPOE<sub>8</sub> ou Politamide (107)**



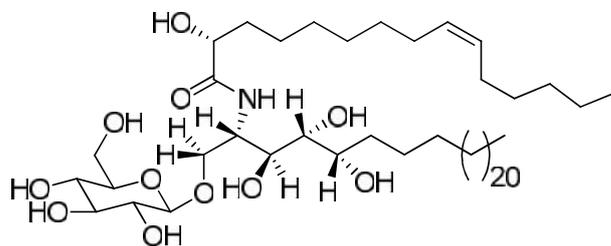
**Figure 52: Spectre de COSY (DMSO-d<sub>6</sub>) de FPOE<sub>8</sub> ou Politamide (107)**

La position de la double liaison sur la chaîne de l'acide gras est justifiée par la proposition de mécanisme de fragmentation observé sur le **schéma 13**.



**Schéma 13: Fragmentation de FPOE<sub>8</sub> ou Politamide (107)**

Ces données nous permettent de suggérer la structure (**107**) comme étant le (2R,9Z)-2-hydroxy-N-{(1S,2S,3R,4S)-1-[( -D-glucopyranosyloxy)méthyl]-2,3,4-trihydroxyoctacosan-1-yl}-9-pentadécenamide. A ce composé, nous avons proposé le nom trivial de politamide.



**107**

**Tableau XXVI: Données RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, DMSO-d<sub>6</sub>) et RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, DMSO-d<sub>6</sub>) de FPOE<sub>8</sub>**

Position	<sub>H</sub> (J Hz)	<sub>C</sub> (APT)	COSY	HMBC
<b>Cérébroside</b>				
NH	7,50 (d; 9,2)		4,12	49,8; 173,6
1	3,65 (dd; 5,8, 10,6 H <sub>1a</sub> ) 3,90 (m, H <sub>1b</sub> )	69,5	4,11; 4,12	49,8; 103,4
2	4,11 (brd, 8,8)	49,8	3,90; 7,50	69,5
3	3,10 (dd; 8,8, 11,2)	76,8	4,90	49,8; 69,5
4	3,35 (m)	69,9	4,75	
5	2,92 (dt; 5,9, 8,8, 11,2)	73,4	3,35; 3,10	69,9; 76,8
6	1,95 (m, H <sub>6a</sub> ), 2,10 (m, H <sub>6b</sub> )	31,9	1,22-1,75, 3,35	24,2-29,0; 73,4
7-25, 4'-7', 12'-14'	1,22-1,75 (brs)	24,2- 29,0	0,83, 1,90, 2,10	13,9
29, 15'	0,83 (t, 6,0, CH <sub>3</sub> )	13,9	1,22-1,75	24,2-29,0
1' (C=O)		173,6		
2'	3,85 (m)	70,9	1,90, 5,59	24,2, 34,1, 173,6
3'	1,61 (m, H <sub>3'a</sub> ), 1,90 (m, H <sub>3'b</sub> )	34,1	1,22, 2,10	24,2, 70,9
9'	5,30 (brd, 6,2)	129,4	2,00, 5,33	26,7, 130,1
10'	5,33 (brd, 6,2)	130,1	1,90, 5,30	129,4
8', 11'	1,90 (m, H <sub>a</sub> ), 2,00 (m, H <sub>b</sub> )	26,7	5,30, 5,33	129,4, 130,1
OH (C <sub>3</sub> )	4,90 (d, 6,2)	-	3,10	69,5, 76,8
OH (C <sub>4</sub> )	4,75 (d, 6,2)	-	3,35	49,8, 73,4
OH (C <sub>2'</sub> )	5,59 (d, 6,2)	-	3,85	34,1, 70,9, 173,6
<b>Glucose</b>				
1''	4,12 (d, 8,0)	103,4		69,5
2''	3,35 (m)	73,4	4,95	103,4
3''	3,05 (m)	76,4		
4''	3,10 (m)	70,0	4,90	
5''	3,16 (m)	76,8		
6''	3,42 (dd, 5,8, 11,8) 3,65 (dd, 3,0, 11,8)	61,0	4,55	76,8
OH (C <sub>2''</sub> )	5,01 (brd, 6,2)	-	3,35, 3,05	73,4, 76,4, 103,4

OH (C <sub>4'</sub> )	4,90 (brd, 6,2)	-	3,10	70,0, 76,4, 76,8
OH (C <sub>6'</sub> )	4,55 (dd, 3,0, 6,2)	-	3,42, 3,65	61,0, 76,8

### II.1.3.7 CARACTERISATION DES FLAVANES

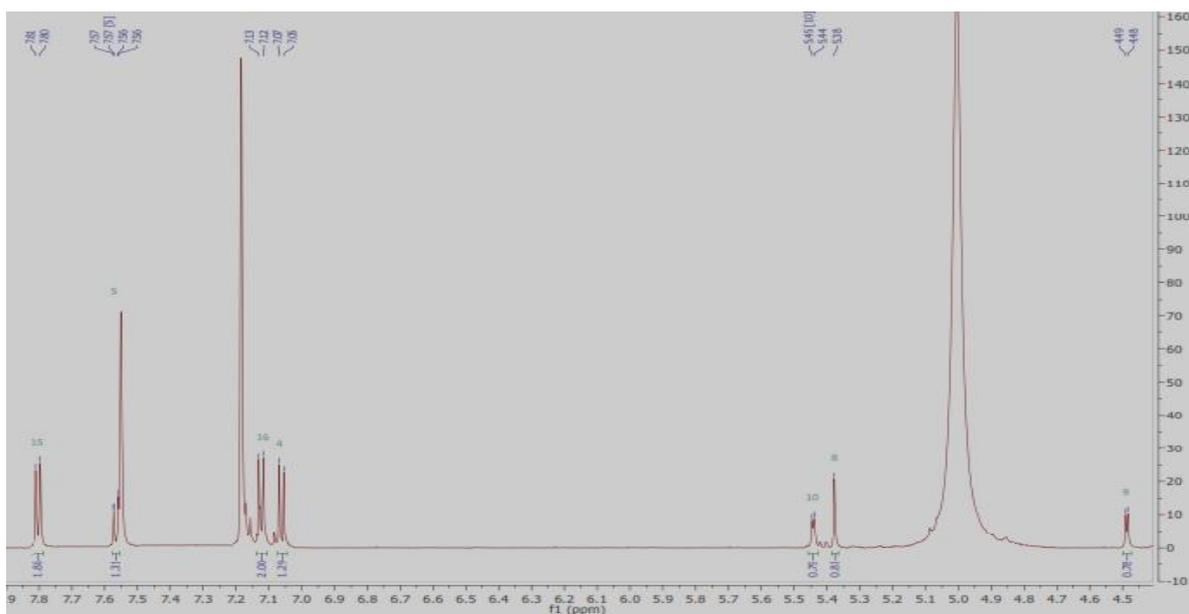
Au cours de nos travaux, deux dérivés de flavanes ont été isolés. Il s'agit de AF<sub>2</sub> et AF<sub>3</sub>

#### II.1.3.7.1 Identification de la structure de AF<sub>3</sub> ou de la 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol (108)

Le composé AF<sub>3</sub>, soluble dans la pyridine est obtenu sous forme de gomme marron dans le système CHCl<sub>3</sub>: MeOH: H<sub>2</sub>O (80:20:2). Son spectre IR présente une bande de vibrations à 3426 cm<sup>-1</sup>, caractéristique des groupements hydroxyles. Son spectre de masse HR-ESI présente le pic de l'ion pseudo-moléculaire [M+ Na]<sup>+</sup> à m/z : 297,0841 compatible avec la formule moléculaire C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub> renfermant 9 degrés d'insaturations.

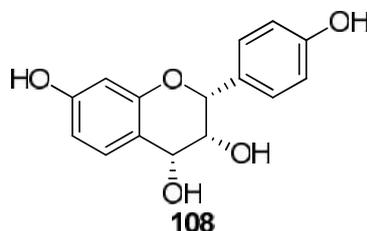
Son spectre de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 53**) de AF<sub>3</sub> présente:

- Un système AB de deux protons couplés à  $\delta_{\text{H}}$  7,07 (1H, d,  $J= 8,4 \text{ Hz}$ ) et 7,57 (1H, d,  $J= 8,4 \text{ Hz}$ );
- Un système AA'BB' à  $\delta_{\text{H}}$  7,13 (2H, d,  $J=8,5 \text{ Hz}$ ) et 7,81 (2H, d,  $J=8,5 \text{ Hz}$ );
- De plus, nous observons les signaux du propan-1,2,3-triol à  $\delta_{\text{H}}$  5,66 (br, s, H<sub>2</sub>) ; 4,49 (1H, dd, H<sub>3</sub>,  $J=1,3$  et  $3,0 \text{ Hz}$ ) et à  $\delta_{\text{H}}$  4,61 (1H, d, H<sub>4</sub>,  $J=3\text{Hz}$ ).



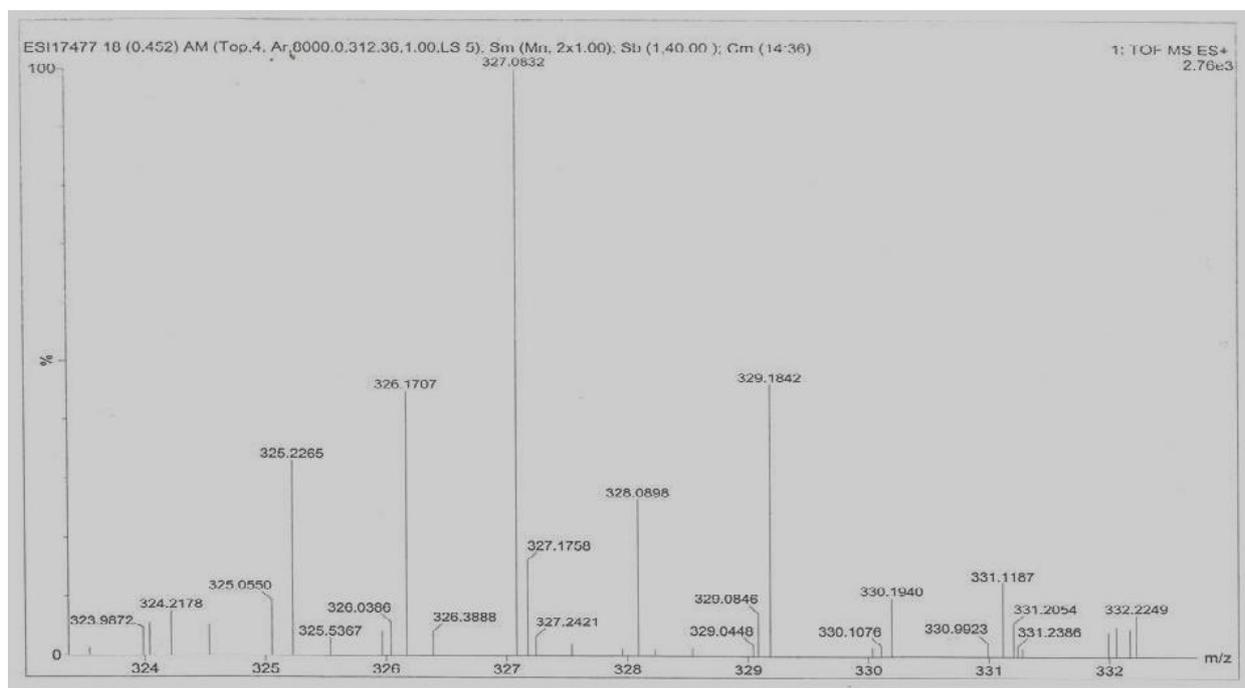
**Figure 53:** Spectre de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) de AF<sub>3</sub> ou de la 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol (108)

Les données observées sur ce spectre nous ont permis d'identifier AF<sub>3</sub> à la 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol isolé précédemment par **Roux et Bruyn** (1963).



### II.1.3.7.2 Détermination de la structure de AF<sub>2</sub> ou de albiziaflavane A (109)

Le composé AF<sub>2</sub>, soluble dans la pyridine est obtenu sous forme de gomme marron dans le système CHCl<sub>3</sub>: MeOH: H<sub>2</sub>O (80:20:2). Son spectre IR présente une bande de vibrations à 3426 cm<sup>-1</sup>, caractéristique des groupements hydroxyles. Son spectre de masse HR-ESI (**figure 54**) présente le pic de l'ion pseudo-moléculaire [M+ Na]<sup>+</sup> à m/z : 327,0832 compatible avec la formule moléculaire C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub> renfermant 9 degrés d'insaturations.



**Figure 54 : Spectre de HRESI de AF<sub>2</sub> ou de albiziaflavane A (109)**

Les spectres couplés de RMN <sup>1</sup>H (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 55**) et de RMN <sup>13</sup>C (100 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, **figure 56**) de AF<sub>2</sub> présentent :

- Un système AB de deux protons couplés à  $\delta_{\text{H}}/\delta_{\text{C}}$  7,04 (1H, d,  $J = 8,4 \text{ Hz}$ )/109,6 et 7,02 (1H, d,  $J = 8,4 \text{ Hz}$ )/123,0.

- Un système AA'BB' à  $\delta_{\text{H/C}}$  7,15 (2H, d,  $J=8,5$  Hz)/116,1 et 7,81 (2H, d,  $J=8,5$  Hz)/130,4
- De plus, nous observons les signaux du propan-1,2,3-triol à  $\delta_{\text{H/C}}$  5,66 (br, s)/77,2 ; 4,56 (1H, dd,  $J=1,3$  et  $3,0$  Hz)/69,7 et à  $\delta_{\text{H/C}}$  4,61 (1H, d,  $J=3$  Hz)/79,0 et le signal du groupement méthoxyle à  $\delta_{\text{H/C}}$  3,53 (3H, s)/56,4.

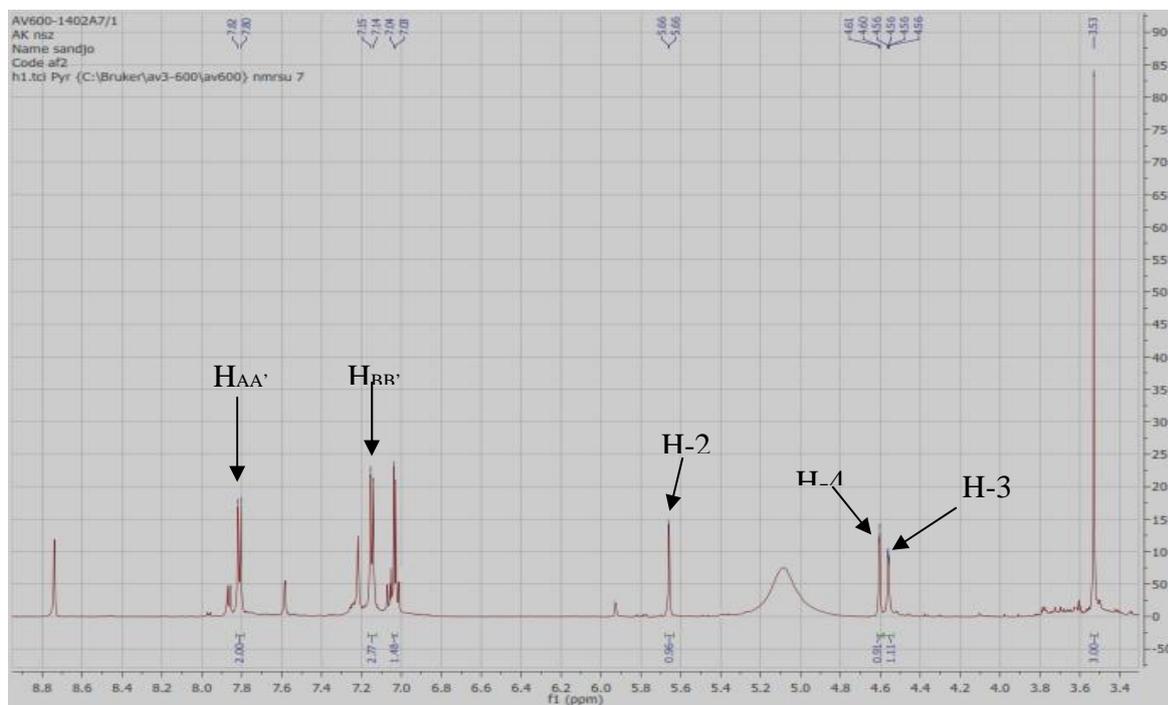


Figure 55: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de  $\text{AF}_2$  ou de albiziaflavane A (109)

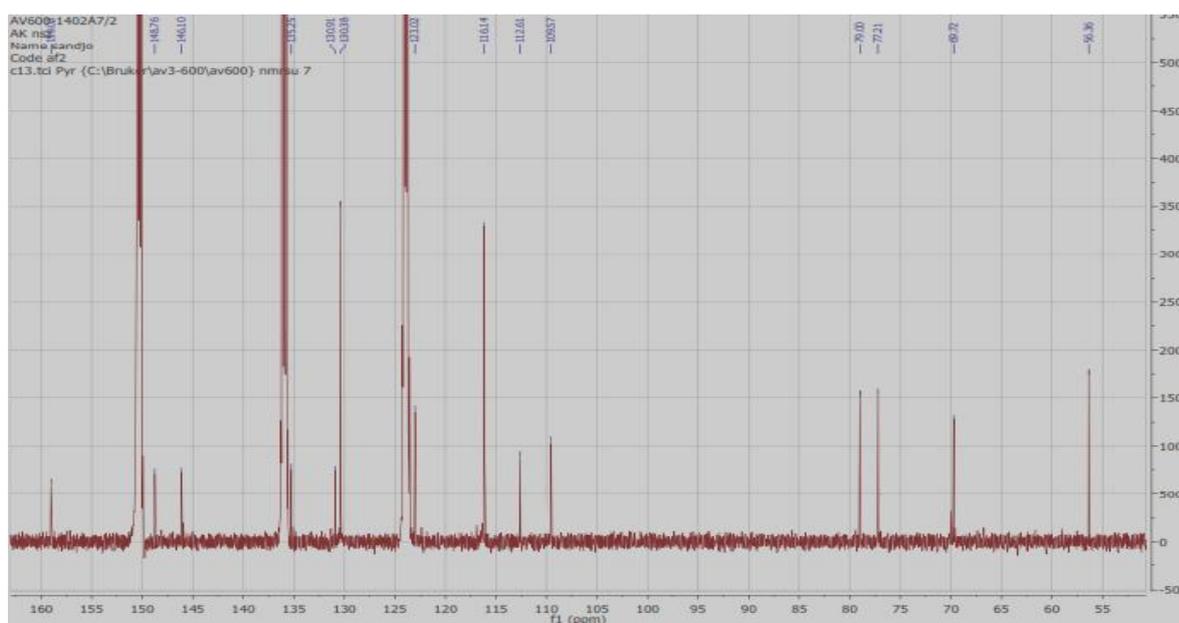
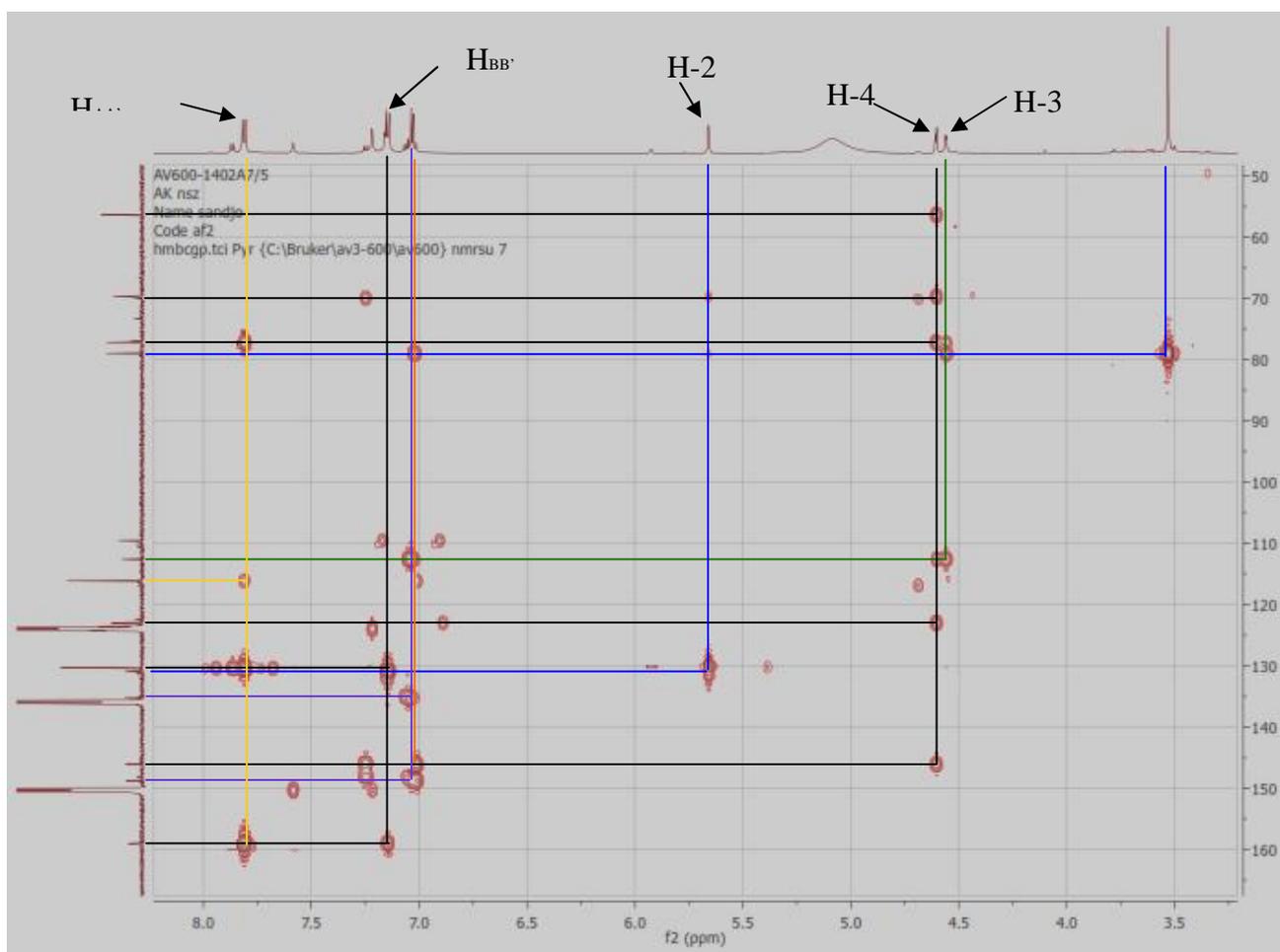


Figure 56: Spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) de  $\text{AF}_2$  ou de albiziaflavane A (109)

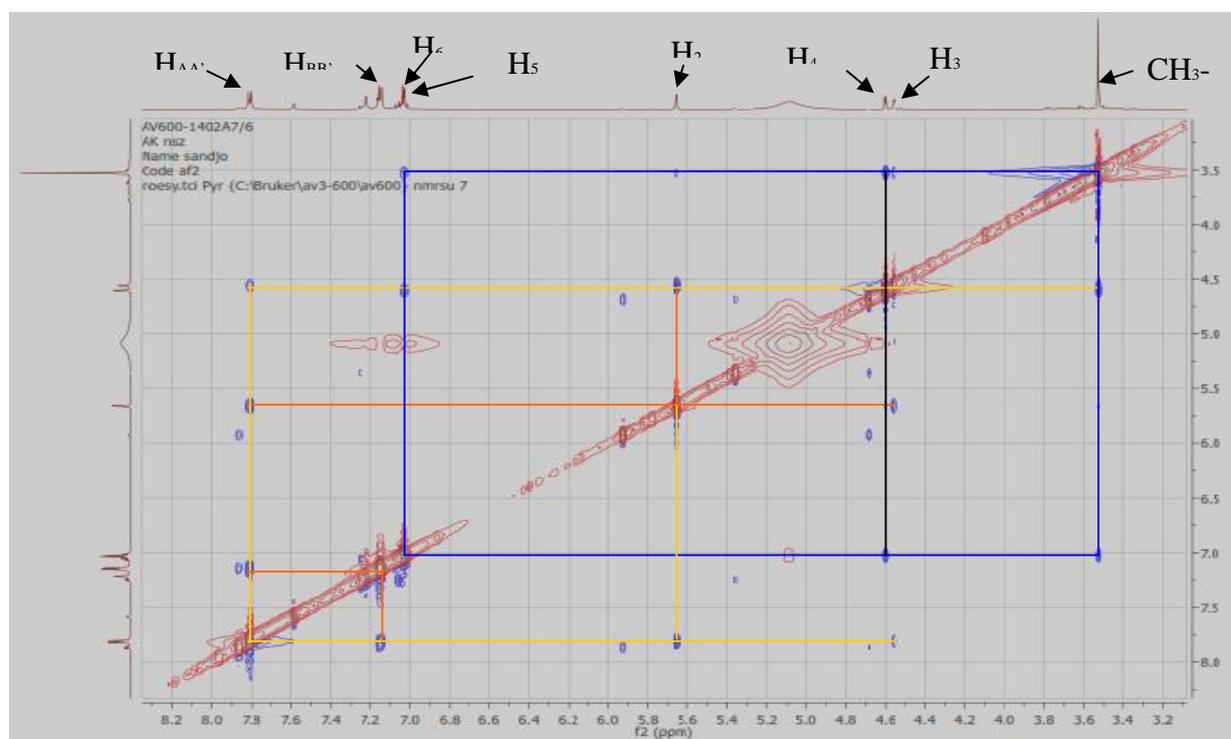
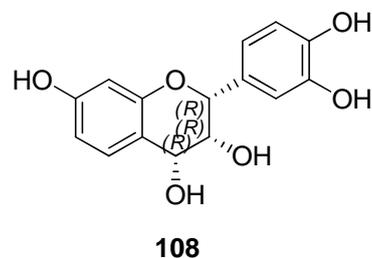
Sur la base du spectre HMBC (**figure 57**), AF<sub>2</sub> a été défini comme appartenant aux flavonoïdes de type flavan-3,4-diol. En effet, on observe des corrélations longues distances d'une part entre le proton H<sub>4</sub> à  $\delta$  4,60 et les carbones C<sub>4a</sub> à  $\delta$  112,6 ; C-5 à  $\delta$  123,0 ; C<sub>8a</sub> à  $\delta$  146,1 et C<sub>3</sub> à  $\delta$  69,7 et d'autre part avec les carbones C<sub>2</sub> à  $\delta$  77,2 et le groupe méthoxyle à  $\delta$  56,4. De même, on observe également sur son spectre HMBC des corrélations entre le proton H<sub>2</sub> à  $\delta$  5,66 et les carbones C<sub>1'</sub> à  $\delta$  130,9 et C<sub>2'</sub> & C<sub>6'</sub> à  $\delta$  130,4. Cette dernière corrélation HMBC (**figure 57**) indique que le cycle B de notre flavonoïde est lié au système AA'BB'. Les positions des groupes hydroxyles en position 7 et 8 sont supportées par les corrélations longues distances entre le proton H<sub>5</sub> à  $\delta$  7,02 et les carbones C<sub>4</sub> à  $\delta$  79,0 ; C<sub>4a</sub> à  $\delta$  112,6 ; C<sub>7</sub> à  $\delta$  148,8 et C<sub>8a</sub> à  $\delta$  146,1 de même, qu'entre le proton H<sub>6</sub> à  $\delta$  7,04 et les carbones C<sub>4a</sub> à  $\delta$  112,6 ; C<sub>7</sub> à  $\delta$  148,8 et C<sub>8</sub> à  $\delta$  135,3.



**Figure 57: Spectre de HMBC (C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) de AF<sub>2</sub> ou de albiziaflavane A (109)**

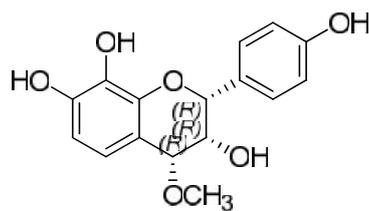
En outre, les déplacements chimiques observés sur les carbones aromatiques C<sub>7</sub>, C<sub>8</sub> et C<sub>8a</sub> sont en accord avec les composés similaires isolés par **Foo** et *al.*, (1986). De plus, les

configurations relatives observées autour des carbones C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> et C<sub>4</sub> sont déduites des corrélations observées sur le spectre ROESY (**figure 58**) où l'on observe des corrélations spatiales entre les protons H<sub>2</sub>, H<sub>3</sub> et H<sub>4</sub> respectivement à  $\delta_H$  5,66, 4,56 et 5,66; notons que les constantes de couplages associées à ces protons sont similaires à celles de la (-)-3',4',7-trihydroxyflavane-2,3-cis-3,4-cis-diol (**109**) isolée par **Kim** et *al.*, (2013).



**Figure 58: Spectre de ROESY (400 MHz, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N) de AF<sub>2</sub> ou de albiziaflavane A (**109**)**

L'ensemble de toutes ces données spectrales comparées à celles décrites de la littérature pour des composés similaires nous a permis d'attribuer à ce composé la structure (**109**) qui est un dérivé nouveau décrit ici pour la première fois de la classe des flavan-3,4-diol nommé (2R, 3R, 4R)-2-(4-hydroxyphényl)-4-méthoxychroman-3,7,8-triol, auquel nous avons proposé le nom trivial de albiziaflavane A.



**109**

**Tableau XXVII: Données spectrales de RMN  $^1\text{H}$  (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ); de RMN  $^{13}\text{C}$  (100 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ) et HMBC de AF<sub>2</sub>**

Position	H (ppm) et <i>J</i> en (Hz)	C (ppm)	HMBC
2	5,66 (1H, br s)	77,2	C-1', C-2' et C-6', C-3
3	4,56 (1H, dd, 1,3 et 3,0)	69,7	C-2, C-4, C-4a
4	4,61 (1H, d, 3,0)	79,0	C-1', C-3, C-2, C-4a, C-5, C-8a
4a	--/--	112,6	--/--
5	7,02 (1H, d, 8,3)	123,0	C-4, C-8a, C-4a
6	7,04 (1H, d, 8,3)	109,6	C-4a, C-8, C-7
7	--/--	148,8	--/--
8	--/--	135,3	--/--
8a	--/--	146,1	--/--
1'	--/--	130,9	--/--
2' et 6'	7,81 (2H, d, 8,5)	130,4	C-2, C-BB', C-1', C-4'
3' et 5'	7,15 (2H, d, 8,5)	116,1	C-1', C-4'
4'	--/--	159,0	--/--
MeO	3,53 (3H, s)	56,4	C-4

## II.2 TRANSFORMATIONS CHIMIQUES

Ayant isolé l'acide bétulinique en quantité importante, nous avons entrepris certaines transformations sur ce composé afin d'étudier leurs activités et même la relation structures activités.

### II.2.1 Réaction de benzylation de l'acide bétulinique ou HABA (110)

Dans un ballon contenant l'acide bétulinique (100 mg, 0,2 mmol), le carbonate de potassium (42 mg) et l'acétone anhydre (50 mL), on y ajoute le bromo-benzyle (52 mg, 0,35 mmol). Le mélange est porté au chauffage à reflux pendant 7 heures à 60 °C et laissé à température ambiante pour refroidissement. On observe la formation des particules solides pendant le refroidissement. Après le refroidissement complet, on y ajoute du méthanol (150 mL) dans le mélange et on filtre (le composé de départ étant soluble dans le méthanol, permet d'enlever toute trace de produit de départ dans la solution) pour obtenir HABA (69 mg) ou le 3β-hydroxylup-20(29)-èn-28-oate de benzyle (**110**) (schéma 14 et 15).

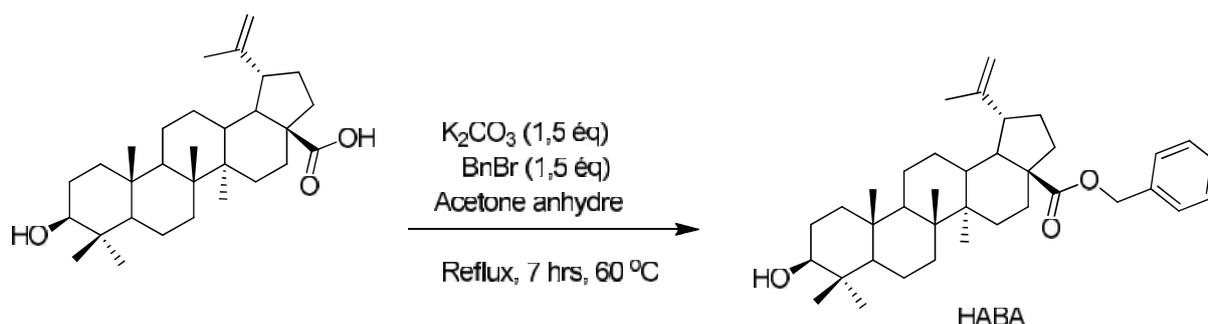


Schéma 14: Benzylation de l'acide bétulinique ou HABA (110)

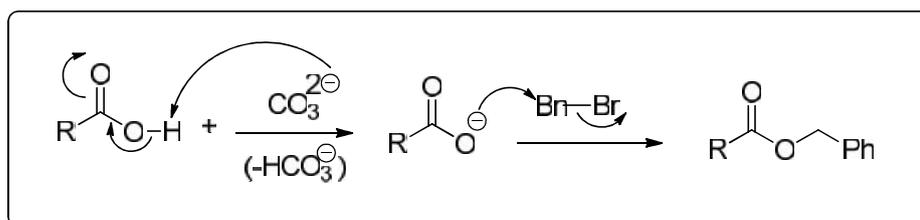


Schéma 15: Mécanisme de réaction de benzylation de l'acide bétulinique ou HABA (110)

Ce composé est obtenu sous forme de poudre blanche avec un rendement de réaction de 63,18 %. Il est soluble dans le chloroforme.

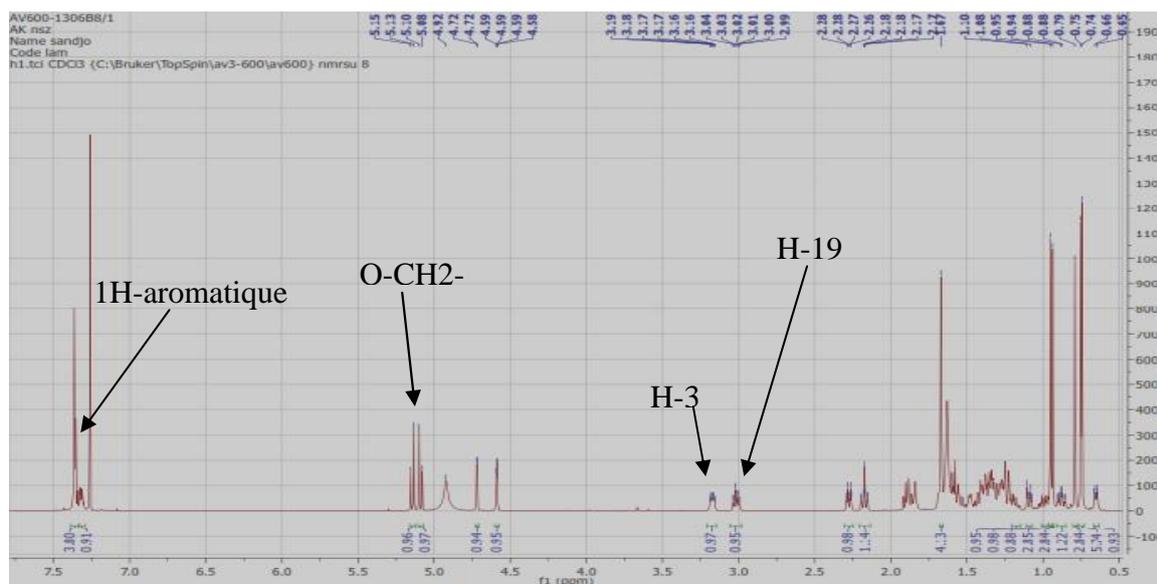
En effet, son spectre de masse en IE présente le pic de l'ion moléculaire à  $m/z$  546 compatible avec la formule brute  $C_{37}H_{54}O_3$  renfermant 11 degrés d'insaturations.

Sur son spectre RMN  $^1H$  (400 MHz,  $CDCl_3$ , **figure 59**) on observe:

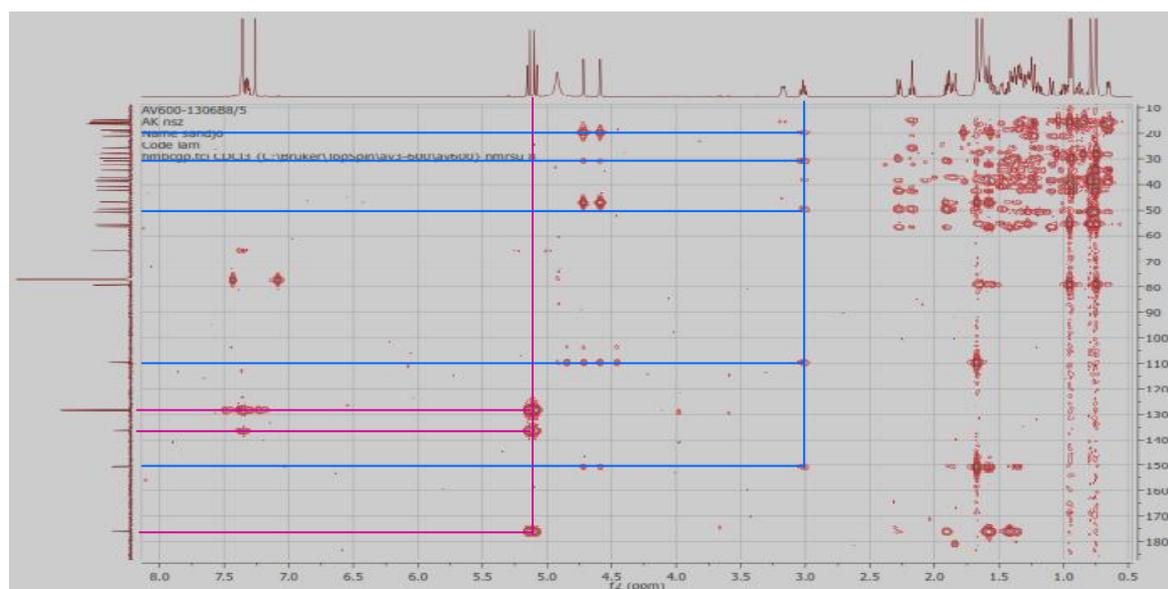
- A  $H$  5,09 et 5,14 deux protons fortement déblindés et apparaissant sous forme de doublet qui seraient les protons de l'oxyméthylène du groupement benzylique. Ceci

est confirmé par le spectre HMBC (**figure 60**) où l'on observe des corrélations longues distances d'une part entre le carbonyle de type ester à  $\delta_C$  175,9 et d'autre part entre les carbones  $sp^2$  du noyau aromatique à  $\delta_C$  136,6 et 128,4.

- A  $\delta_H$  3,01 un proton fortement déblindé en position 19 (Sin et *al.*, 2013), confirmé par le spectre HMBC (**figure 60**) où l'on observe des corrélations longues distances entre ce proton à  $\delta_H$  3,01 et les carbones à  $\delta_C$  150,7, 109,7, 49,6, 30,7 et 19,5.

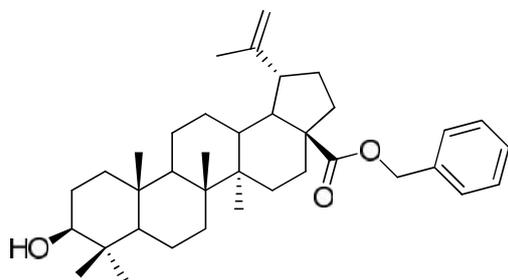


**Figure 59:** Spectre de RMN  $^1H$  (400 MHz,  $CDCl_3$ ) de HABA ou de la réaction de benzylation de l'acide bétulinique (110).



**Figure 60:** Spectre de HMBC de HABA ou de la réaction de benzylation de l'acide bétulinique (110).

L'ensemble de toutes ces données littérales et spectroscopiques nous permet d'identifier la structure (110) comme étant la ou 3 $\beta$ -hydroxylup-20(29)-èn-28-oate de benzyle synthétisé par Sin et al. (2013) et présentant une très bonne activité anti-HIV.



110

## II.2.2 Réaction d'acétylation de l'acide bétulinique ou AAB (111)

Un ballon contenant une suspension d'acide bétulinique (120 mg), d'anhydride acétique (24 mL) et de pyridine (3 mL) et une goutte d'acide sulfurique est placé sous agitation magnétique pendant 4 heures. Le produit obtenu est mélangé à l'eau (50 mL) et l'acétate d'éthyle (50 mL) et l'ensemble est introduit dans une ampoule à décanter permettant ainsi de récupérer la phase organique. Une fois évaporée, nous avons obtenu 107 mg d'acétate d'acide bétulinique (schéma 16 et 17), soit un rendement de 82,63 %.

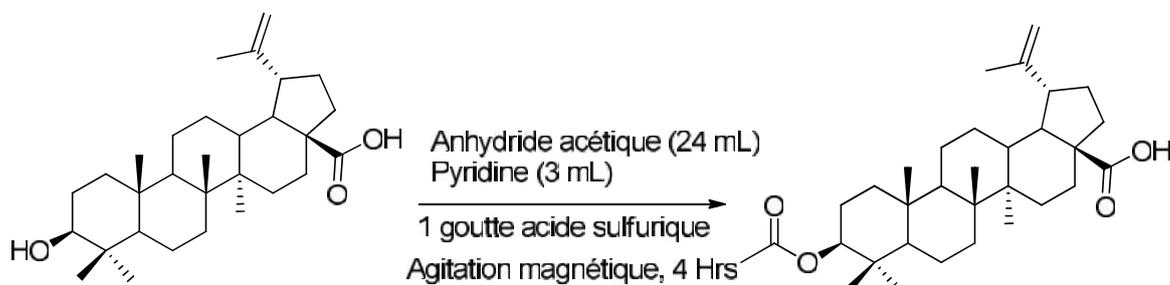


Schéma 16: Acétylation de l'acide bétulinique ou AAB (111)

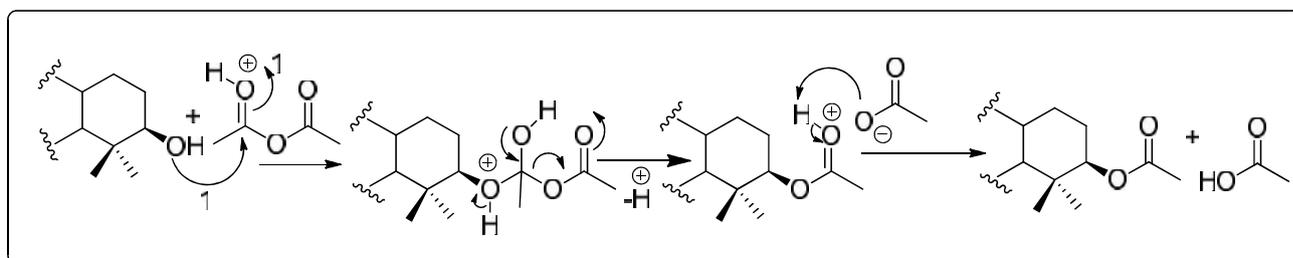
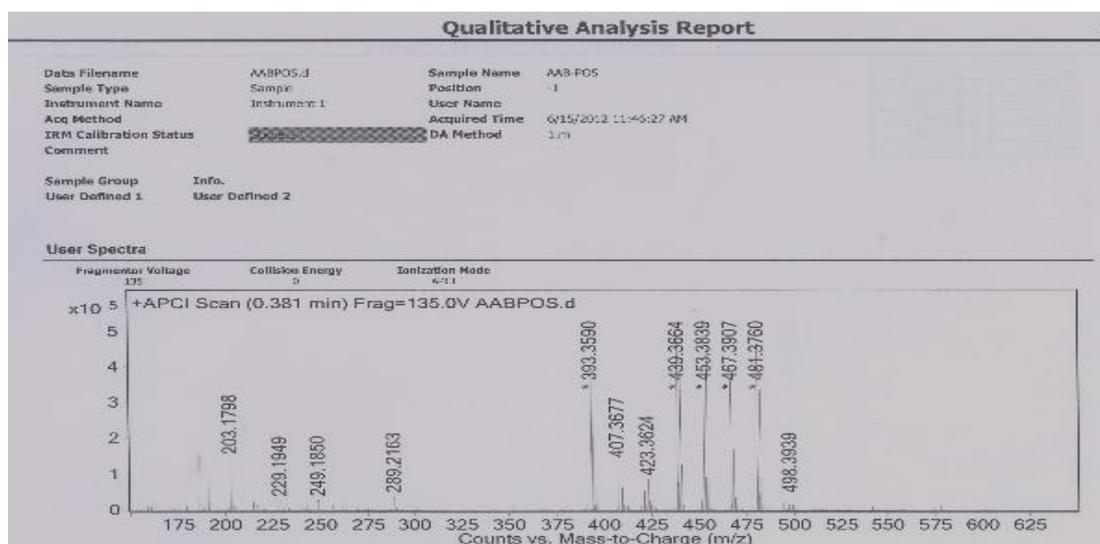


Schéma 17: Mécanisme de synthèse de AAB ou de l'acétylation de l'acide bétulinique (111).

Ce composé est obtenu sous forme de poudre blanche et il est soluble dans le chloroforme.

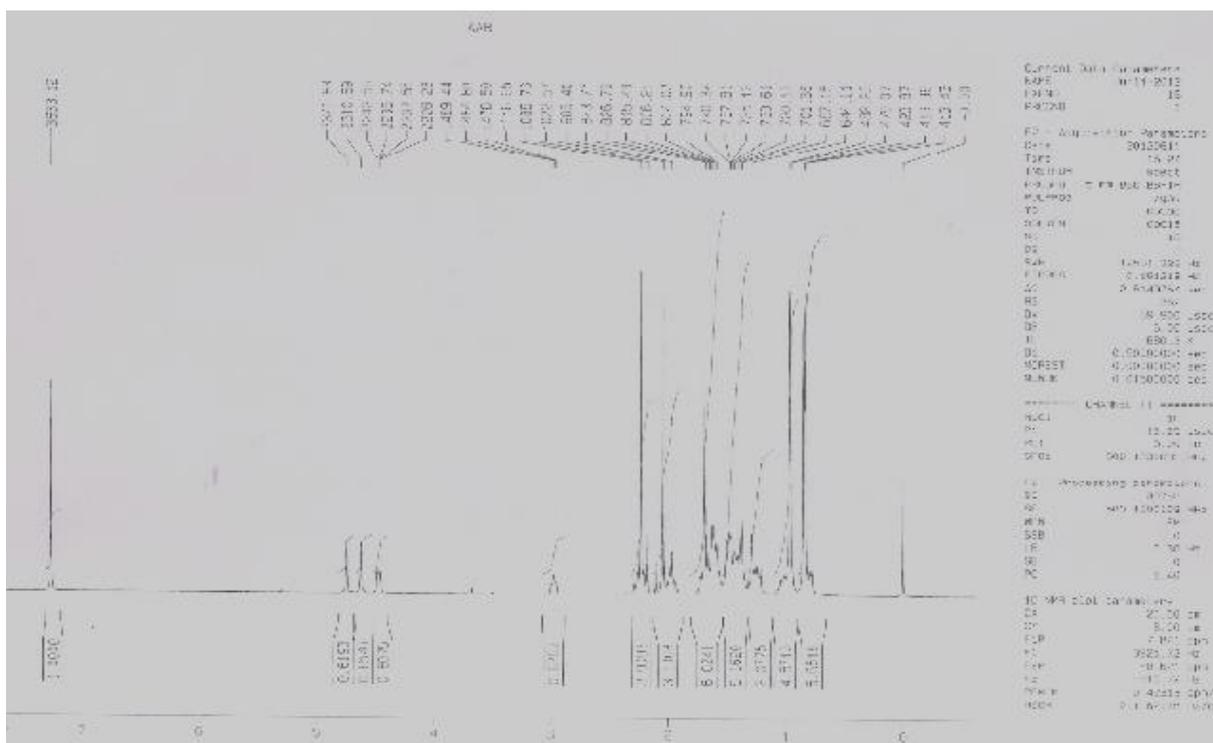
En effet, son spectre APCI-MS à haute résolution (**figure 61**), on observe le pic de l'ion moléculaire  $[M]^+$  à  $m/z$  498,3939 compatible avec la formule brute  $C_{32}H_{50}O_4$  renfermant 8 degrés d'insaturations.



**Figure 61: Spectre de masse en APCI de AAB ou de la réaction de l'acétylation de l'acide bétulinique (111).**

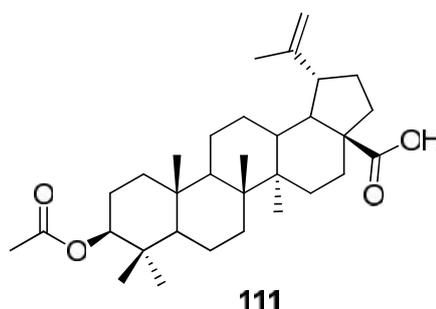
Sur son spectre RMN<sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 62**), on observe à :

- $H$  4,72 et 4,625 les protons du méthylène terminal de la série des lup-20(29)-ène;
- $H$  4,47 (dd,  $J= 6,8$  et  $10,0$  Hz) caractéristique du proton  $H_3$  des triterpènes acétylés en  $C_3$  (Sapaluk et *al.*, 2010)



**Figure 62: Spectre de RMN  $^1\text{H}$  (500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) de AAB ou de la réaction de l'acétylation de l'acide bétulinique (111).**

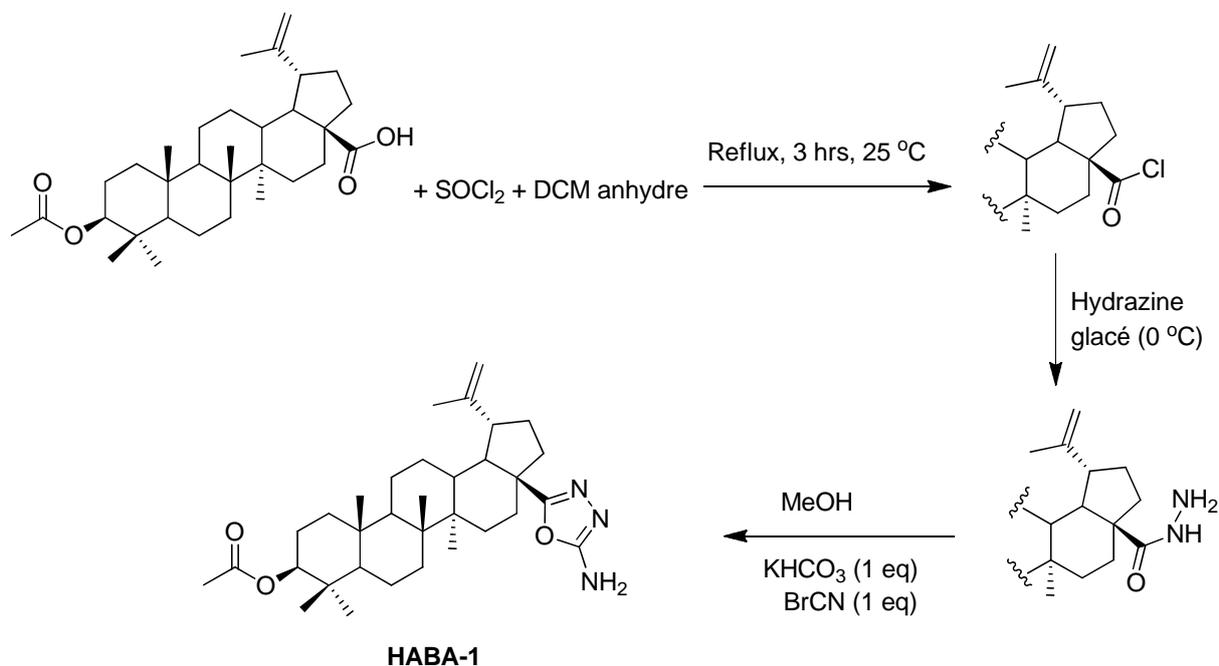
L'ensemble de toutes ces données spectroscopiques nous permettent d'identifier la structure (111) comme étant l'acétate de l'acide bétulinique.



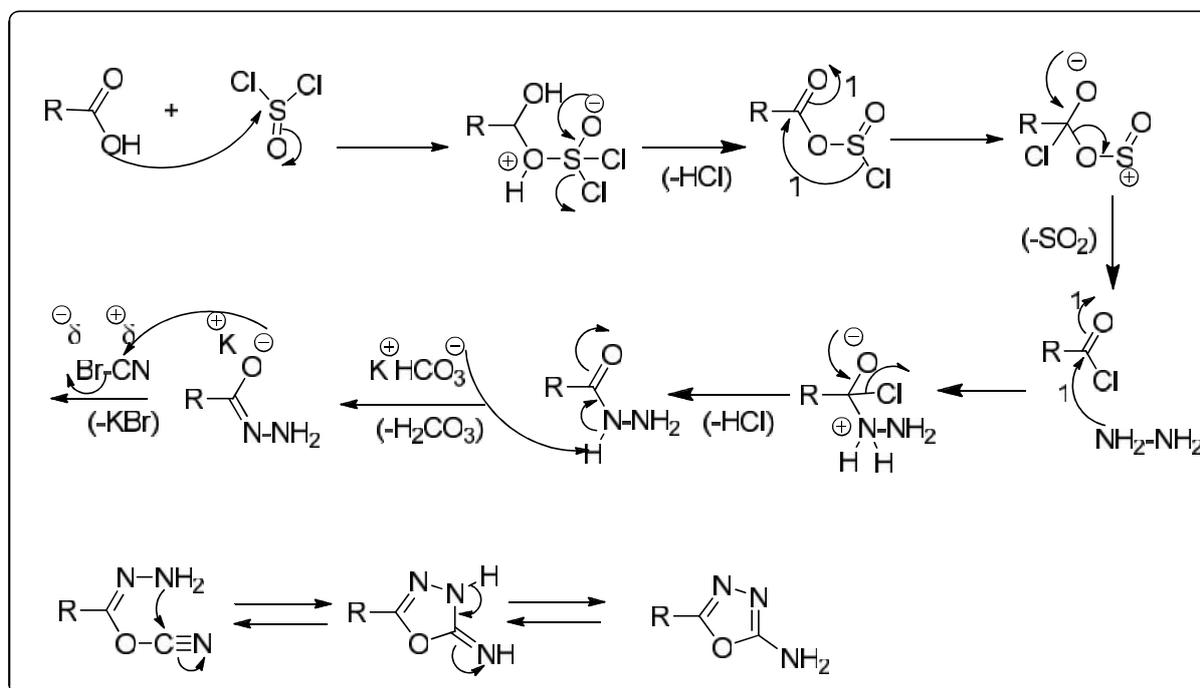
### II.2.3 Réaction d'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique ou HABA<sub>1</sub> (112)

Un ballon contenant une suspension d'acétate d'acide bétulinique (100 mg, 0,2 mmol), du chlorure de thionyle (100  $\mu\text{L}$ ) et du chlorure de méthylène anhydre (25 mL), est chauffé à reflux à 25 °C pendant 3 heures. On retire le ballon et on évapore immédiatement. Après évaporation, on introduit 25 mL hydrazine dans le ballon et on fait refroidir l'ensemble à température ambiante. Le contenu du ballon est transvasé dans une ampoule à décanter contenant un peu d'eau distillée et l'acétate d'éthyle est ajouté pour séparer la phase organique. Le composé obtenu est introduit dans un ballon contenant un équivalent gramme d'hydrogénocarbonate de potassium ( $\text{KHCO}_3$ , 20 mg, 0,2 mmol), un équivalent gramme de bromocyanure ( $\text{BrCN}$ , 21,2 mg, 0,2 mmol) et 20 mL de méthanol. Le milieu réactionnel est

refroidi à 0 °C pendant 2 heures fermé, puis à température ambiante pendant 2 heures et ouvert. L'eau distillée (20 mL) est ajoutée dans le milieu réactionnel et le produit HABA<sub>1</sub> (57,7 mg) de réaction est extrait à l'aide d'une ampoule à décanté. Soit les schémas 18 et 19 de la réaction et de proposition de mécanisme respectivement:



**Schéma 18: Oxadiazolation de HABA<sub>1</sub> ou de l'acétate de l'acide bétulinique (112).**

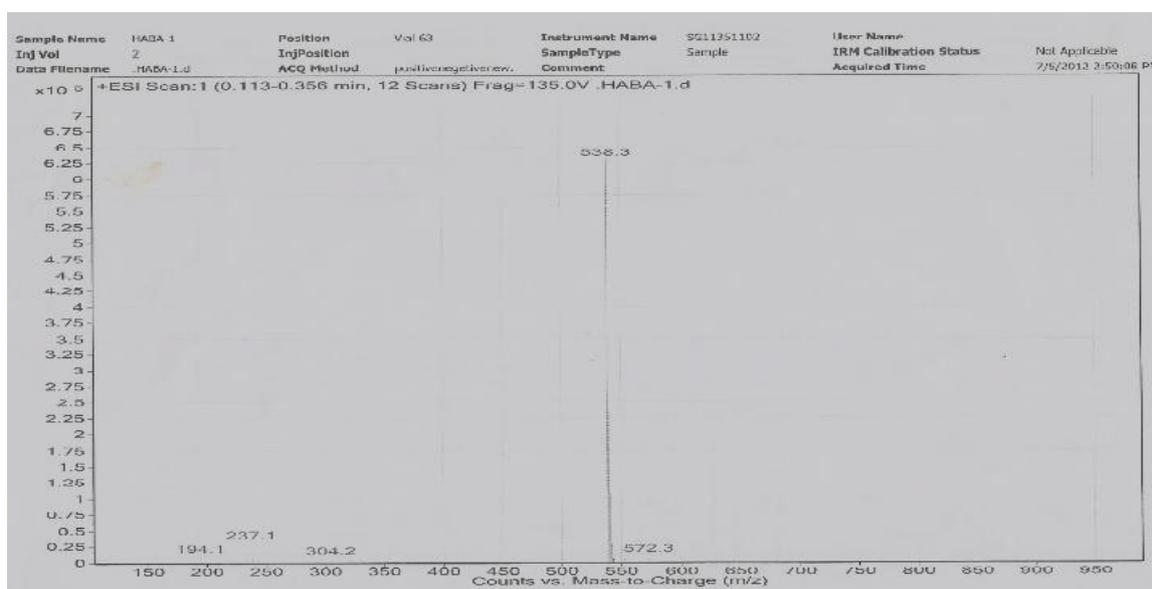


**Schéma 19: Proposition de mécanisme de HABA<sub>1</sub> ou de la transformation de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique (112).**

Ce composé est obtenu sous forme de poudre blanche avec un rendement de réaction de 53,72 %. Il est soluble dans le chloroforme.

Sur le spectre IR, on observe une vibration à  $\nu_{\max}$  3304 et 1466  $\text{cm}^{-1}$  caractéristique du groupements  $\text{NH}_2$  et  $\text{C}=\text{N}$  respectivement confirmant le squelette de la molécule (Almasirad et *al.*, 2007).

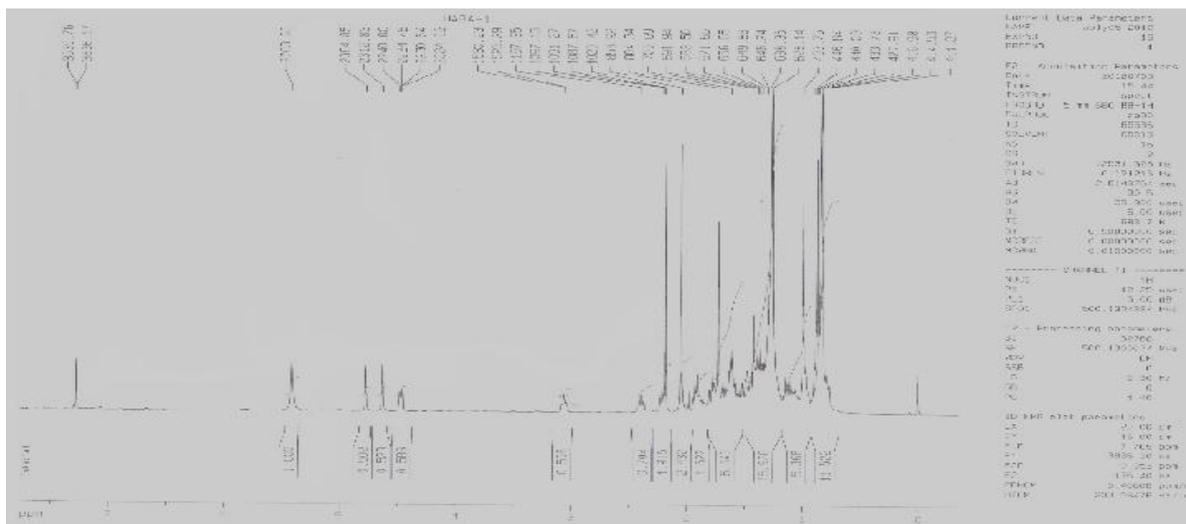
En effet, son spectre de masse en ESI (**figure 63**) présente le pic de l'ion pseudo-moléculaire  $[\text{M}+\text{H}]^+$  à  $m/z$  538, compatible avec la formule brute  $\text{C}_{33}\text{H}_{51}\text{N}_3\text{O}_3$  renfermant 10 degrés d'insaturations.



**Figure 63: Spectre de masse en ESI de HABA<sub>1</sub> ou de la réaction de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique (112).**

Sur son spectre RMN<sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 64**), on observe à:

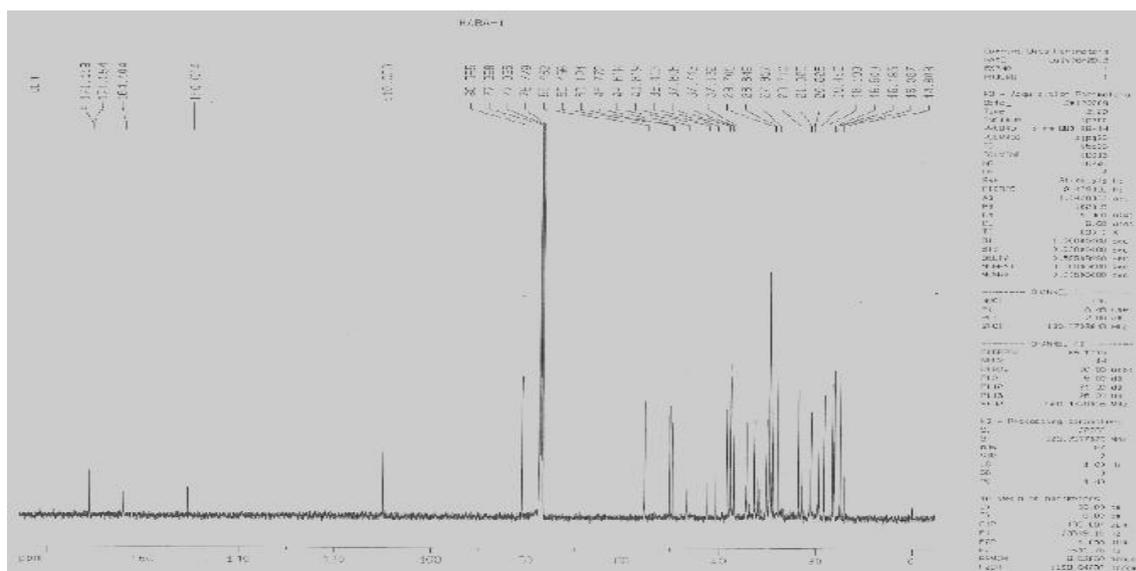
- $\text{H}$  4,72 et 4,63 les protons du méthylène terminal de la série des lup-20(29)-ène;
- $\text{H}$  5,41 caractéristique des protons de la fonction amine ( $-\text{NH}_2$ ) (Almasirad et *al.*, 2007);
- $\text{H}$  4,47 (H, dd,  $J= 6,3$  et  $10,2$  Hz) caractéristique du proton du carbone en  $\text{C}_3$  acétylé.



**Figure 64: Spectre de RMN <sup>1</sup>H (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de réaction de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique ou HABA<sub>1</sub> (112)**

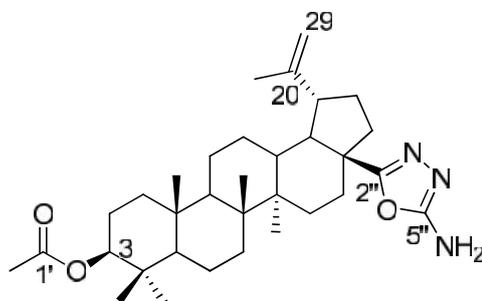
Sur son spectre RMN <sup>13</sup>C (125 MHz, CDCl<sub>3</sub>, **figure 65**), on observe à :

- c 110,0 et 150,0 les carbones sp<sup>2</sup> caractéristiques de la série des lup-20(29)-ène;
  - c 164,1 et 171,0 les carbones 2'' et 5'' du cycle 1, 3,4-oxadiazole (Almasirad et *al.*, 2007);
  - c 171,1 (C<sub>1'</sub>) le carbonyle de type ester du groupe acétyle relié en C<sub>3</sub> de la série des lup-20(29)-ène;
- c 80,9 caractéristique du carbone acétylé en C<sub>3</sub>.



**Figure 65: Spectre de RMN <sup>13</sup>C (125 MHz, CDCl<sub>3</sub>) de HABA<sub>1</sub> ou de la réaction de l'oxadiazolation de l'acétate de l'acide bétulinique (112).**

L'ensemble de toutes ces données spectroscopiques nous permettent d'identifier la structure (**112**) comme étant la 3 $\beta$ -acetoxy-28-(1'',3'',4''-oxadiazole)lup-20(29)-ène synthétisé ici pour la première fois.



**112**

## II.3 ACTIVITÉS ANTIMICROBIENNES DES EXTRAITS ET DES PRODUITS NATURELS.

### II.3.1 Résultats

Les composés isolés de *F. polita* qui ont été testés sont: l'Euphol-3-O-cinnamate (FPO<sub>2</sub>, **98**) et du trans-Piceid (FPO<sub>11</sub>, **102**). Albiziaflavane A et Julibroside A<sub>3</sub> ont été isolés de *A. ferruginea* Guil. & Perr. La méthode de microdilution utilisée est celle décrite par **Newton et al., 2002** et les antibiotiques de référence utilisés sont le chloramphénicol, la nystatine et le tétracycline. L'activité antimicrobienne de ces composés ainsi que celles de l'extrait brut et des fractions issues de cet extrait est donnée dans les tableaux XXVIII et XXIX.

**Tableau XXVIII: Concentration Minimale Inhibitrice (CMI), Concentration Minimale Microbicide (CMM) de l'extrait brut, des fractions, de l'Euphol-3-O-cinnamate (FPO<sub>2</sub>, 98) et de FPO<sub>11</sub> ou du trans-Piceid (102).**

Echantillons	Microorganismes, souches et CMI (µg/mL)							
	P. stuartii ATCC29916	P. aeruginosa PAO1	K.pneumoniae ATCC11296	S. aureus ATCC25922	S. typhi ATCC6539	E. coli ATCC8739	AG100	C. albicans ATCC 9002
FPR	128	128	128	64	64	64	256	64
FPR1	64	64	128	64	32	32	128	32
FPR2	256	128	256	256	256	128	256	64
FPR3	-	-	-	-	-	512	-	-
FPR4	512	-	512	-	-	512	-	-
FPR5	256	256	512	128	256	256	-	128
<b>1</b>	-	512	-	512	512	256	-	128
<b>8</b>	256	64	128	64	64	64	256	128
<b>RA</b>	32	64	4	4	4	4	4	16
Microorganismes, souches et CMM (µg/mL)								
FPR	256	256	256	128	256	128	512	128
FPR1	128	128	256	128	64	64	128	64
FPR2	512	512	512	512	512	256	512	256
FPR3	nd	-	-	-	-	>512	nd	nd
FPR4	>512	-	>512	-	-	>512	nd	nd
FPR5	512	512	>512	128	512	512	nd	nd
<b>1</b>	nd	>512	256	128	128	128	512	256
<b>8</b>	512	256	256	128	128	128	512	256
<b>RA</b>	64	128	8	8	8	8	8	32

<sup>a</sup>Echantillons des composés testés: Euphol-3-O-cinnamate, Trans-piceid, chloramphenicol (pour les bactéries) et la nystatine (pour *C. albicans*) utilisés comme antimicrobiens de référence (RA); extrait brut (FPR), fractions (FPR1 à FPR5) de *F. polita*. <sup>b</sup>Les microorganismes testés sont: *Providencia stuartii* (*P. stuartii*), *Pseudomonas aeruginosa* (*P. aeruginosa*), *Klebsiella pneumoniae* (*K. pneumoniae*), *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*), *Salmonella typhi* (*S. typhi*), *Escherichia coli* (*E. coli*), *Candida albicans* (*C. albicans*). (nd) non déterminée; >512, valeur supérieure à 512 µg/mL.

**Tableau XXIX: Concentration minimale inhibitrice (CMI) des composés étudiés (AF<sub>2</sub> et AFS<sub>1</sub>) et la tétracycline contre les souches bactériennes testées.**

Echantillons	Souches bactériennes et CMI (µg/mL)								
	<i>E. coli</i>		<i>E. aerogenes</i>		<i>K. pneumoniae</i>		<i>P. aeruginosa</i>		
Composés	ATCC 8739	AG100	ATCC 13048	EA27	ATCC 29916	KP55	KP63	PA01	PA124
<b>1 (AF<sub>2</sub>)</b>	256	256	512	<sup>a</sup> -	256	-	-	512	-
<b>5 (AFS<sub>1</sub>)</b>	256	256	512	-	512	-	-	512	-
<b>3 (AF<sub>7</sub>)</b>	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<sup>b</sup> Tétracycline	64	128	32	128	< 4	16	< 4	< 4	128

<sup>a</sup>(-); MIC > 512 µg/ mL. ; <sup>b</sup>Positive control.

### II.3.2 Discussion

Les résultats du Tableau XXVIII montrent que l'extrait brut, les fractions ainsi que les composés isolés ont présenté à des niveaux variables des propriétés antimicrobiennes. Les résultats obtenus suite à la détermination de la Concentration Minimale Inhibitrice (CMI) montrent que la fraction brute (FPR), les fractions à l'hexane (FPR1), à l'hexane-acétate d'éthyle (FPR2) et le composé **102(8)** (trans-Piceid) sont capables d'inhiber la croissance des huit microorganismes testés; tandis que les autres échantillons montrent des activités sélectives. De même, le tableau XXIX montre que les composés AF<sub>2</sub>, AFS<sub>1</sub> et AF<sub>7</sub> ont été évalués pour leurs activités antibactériennes et les résultats indiquent que les composés AF<sub>2</sub> (**109**) et AFS<sub>1</sub> (**105**) montrent des activités modérées sur *E. coli* (ATCC8739 et AG100), *E. aerogenes* ATCC 13048, *K. pneumoniae* ATCC29916. En effet, l'activité antimicrobienne des extraits de plantes peut être classée comme significative (CMI <100 µg/mL), modérée (100 <CMI 625µg/ml) et faible (CMI > 625 µg/ml) (Kuate, 2010). D'après cette classification, la plus petite valeur de la concentration minimale inhibitrice, soit 64 µg/mL de l'extrait brut s'observe sur 50% des espèces microbiennes étudiées. La fraction à l'hexane (FPR1) montre une activité significative des concentrations minimales inhibitrice (CMI=32 µg/mL) sur les souches de *Salmonella typhi*, *Escherichia coli* et *Candida albicans*. De même, le composé **102(8)** (trans-Piceid) montre une concentration minimale inhibitrice (64 µg/mL) identique à celle de l'antibiotique de référence (chloramphénicol) sur *Pseudomonas aeruginosa* PA01.

Des quatre composés testés, nous remarquons que l'Euphol-3-O-cinnamate (FPO<sub>2</sub>), Albiziaflavane A et Julibroside A<sub>3</sub> ont des activités modérées sur toutes les souches microbiennes testées. En revanche, le trans-piceid (FPO<sub>11</sub>) montre une activité significative sur presque toutes les souches microbiennes testées. En effet, la présence des autres triterpènes, de même que la présence de l'Euphol-3-O-cinnamate et du trans-piceid et la possibilité de la mise en synergie de leurs activités peut expliquer les activités antimicrobiennes observées de l'extrait brut et de certaines fractions de *F. polita* Vahl. Enfin, l'ensemble des activités de ces plantes pourrait être due à la présence de plusieurs composés antimicrobiens à des activités modérées tels que l'Euphol-3-O-cinnamate, le trans-piceid et le julibroside A<sub>3</sub>.

### II.3.3 Conclusion

L'étude de l'activité antimicrobienne des extraits et composés isolés des racines de *F. polita* et *Albizia ferruginea* a révélé que certains de ces composés possèdent un potentiel biologique modéré suggérant ainsi l'éventuelle possibilité d'utiliser ces extraits dans le traitement de certaines infections causées par les microorganismes.

L'étude pharmacologique des composés (flavonoïdes et saponines) d'*A. ferruginea* et de l'extrait brut des racines de *F. polita* ainsi que des fractions et de certains composés isolés révèle que l'activité antimicrobienne de l'extrait brut et des fractions serait due à la présence dans ces extraits des stilbènes, des triterpènes, des flavanes et des saponines, classes de composés connus pour leurs activités antimicrobiennes. En effet, le composé le plus actif est le trans-piceid (FPO<sub>11</sub>, **102**) avec une CMI égale à celle de la référence dans la souche de *Pseudomonas aeruginosa* (64 µg/mL).

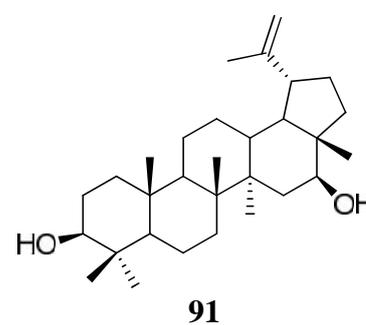
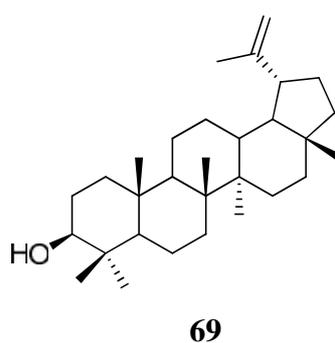
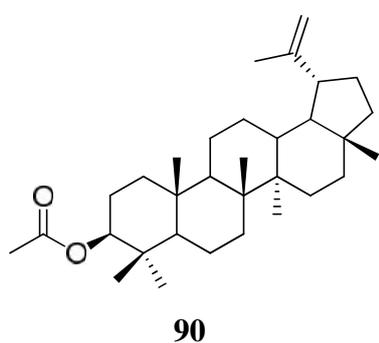
Les résultats de cette étude fournissent les informations sur la possibilité de l'utilisation des extraits bruts de *Ficus polita* et *Albizia ferruginea* contre les infections microbiennes.

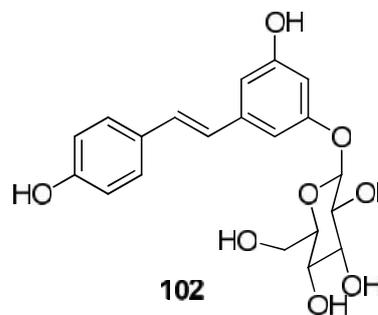
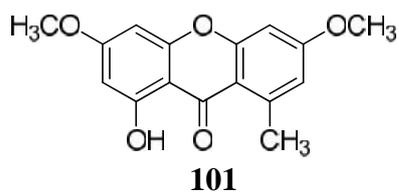
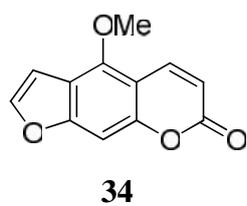
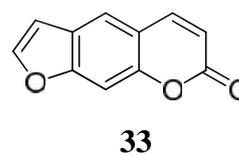
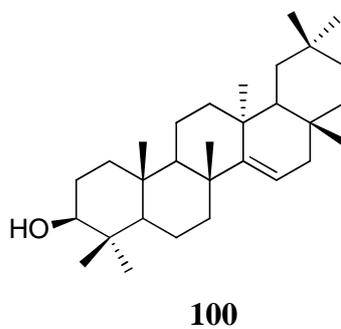
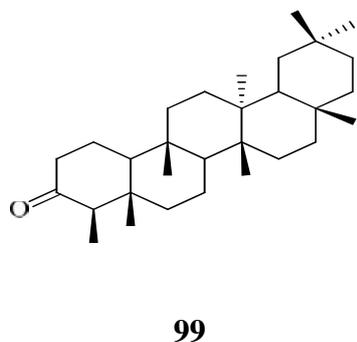
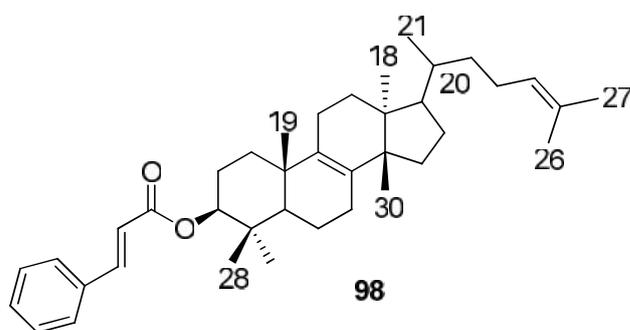
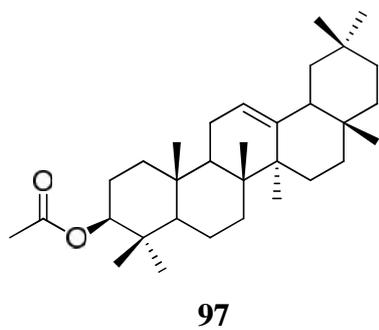
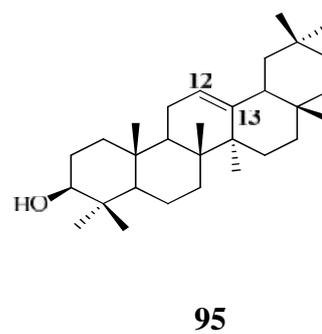
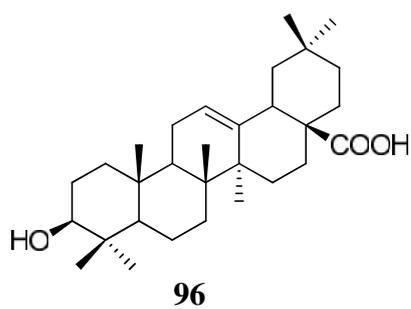
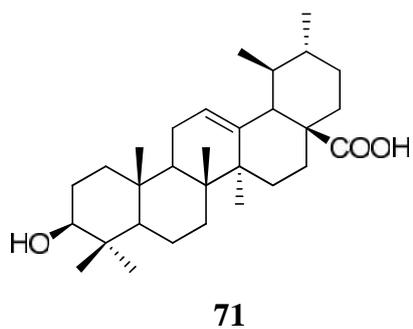
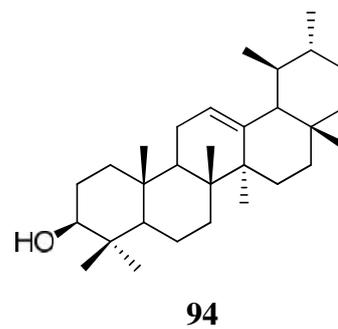
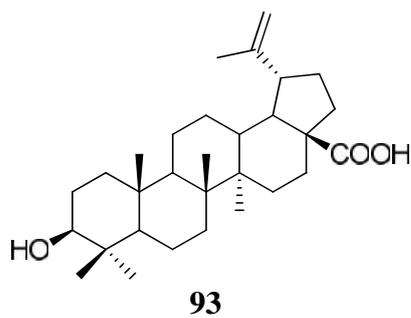
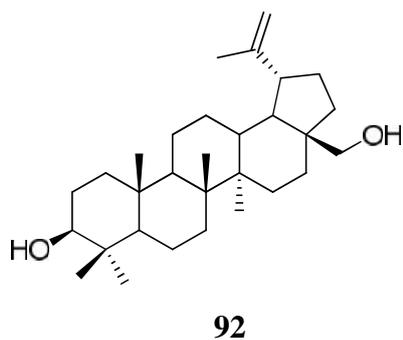


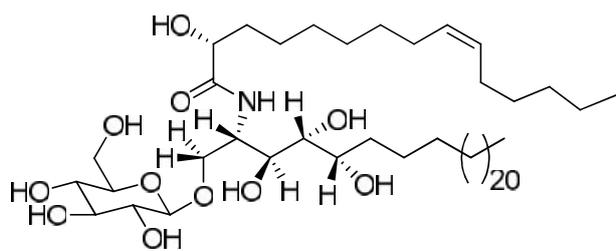
**CONCLUSION GÉNÉRALE  
ET PERSPECTIVES**

L'étude phytochimique que nous avons entreprise sur les écorces du tronc et les racines de *F. polita*, *F. exasperata* ainsi que les racines de *A. ferruginea* a conduit à l'isolement de 26 composés qui ont été élucidés au moyen des techniques physicochimiques et spectroscopiques incluant la spectroscopie infrarouge (IR), ultraviolet (UV), la spectrométrie de masse et la spectroscopie de résonance magnétique nucléaire à une et à deux dimensions. Certains composés ont été identifiés par comparaison de leurs données spectrales avec celles de la littérature. Ces composés appartiennent à différentes classes de produits naturels dont:

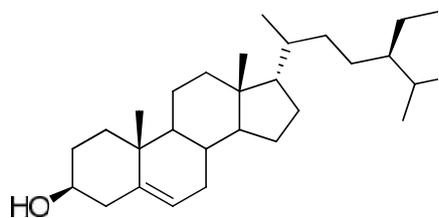
- ✚ 13 triterpènes: acétate de lupéol (**90**), lupéol (**69**), 16-hydroxylupéol (**91**), bétuline (**92**), acide bétulinique (**93**), -amyrine (**94**), -amyrine (**95**), acide ursolique (**71**), acide oléanolique (**96**), acétate de -amyrine (**97**), euphol-3-O-cinnamate (**98**), friedelanone (**99**) et le taraxérol (**100**);
- ✚ 4 stéroïdes: -sitostérol (**22**), stigmastérol (**24**), spinastérol (**103**) et le glucopyranoside de -sitostérol (**23**);
- ✚ 3 saponosides: Julibroside A<sub>1</sub> (**106**), Julibroside A<sub>2</sub> (**104**) et Julibroside A<sub>3</sub> (**105**);
- ✚ 3 sphingolipides: Politamide (**107**) et deux sphingolipides dont les structures sont en cours;
- ✚ 2 coumarines: Psoralene (**33**) et bergaptene (**34**);
- ✚ 1 xanthone: Lichen xanthone (**101**);
- ✚ 1 stilbene: trans-piceid (**102**) et
- ✚ 2 flavanoïdes: la 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol (**108**) et Albiziaflavane A (**109**).



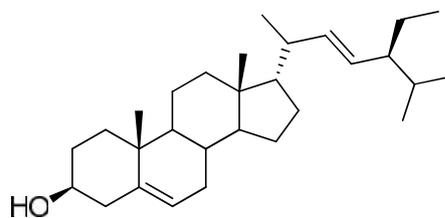




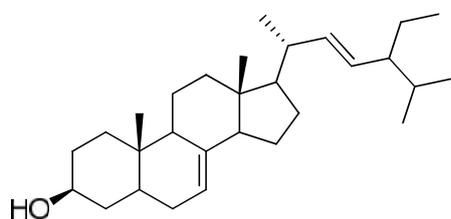
107



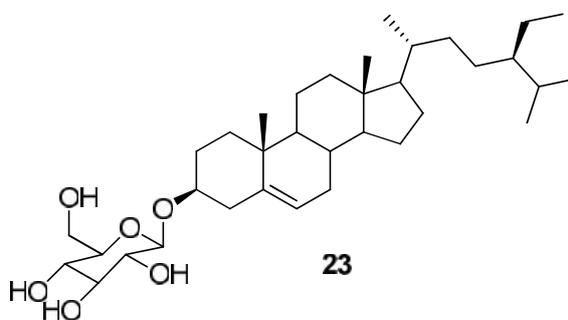
22



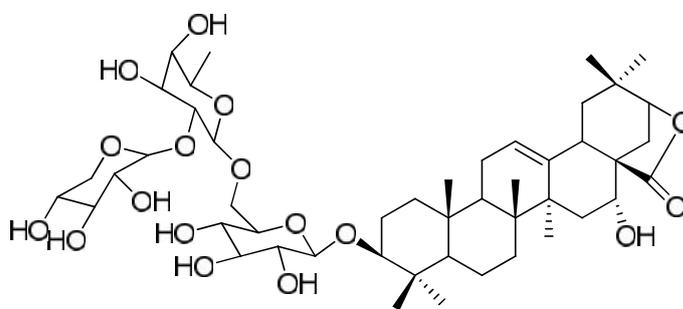
24



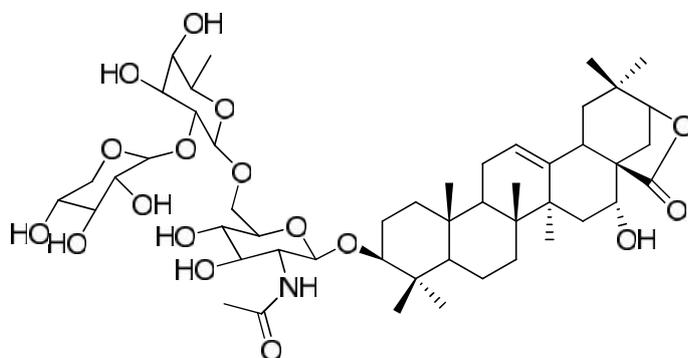
103



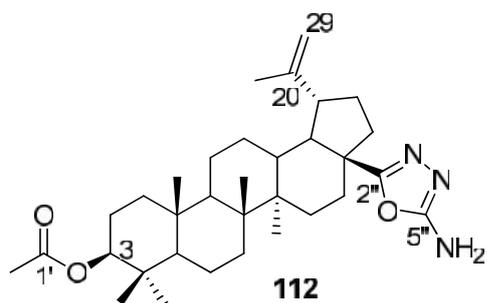
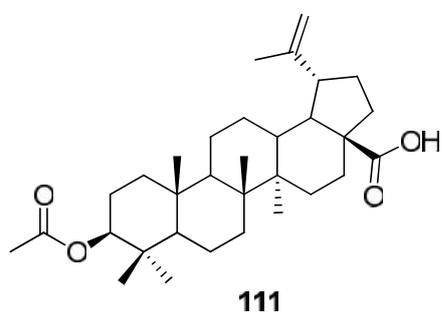
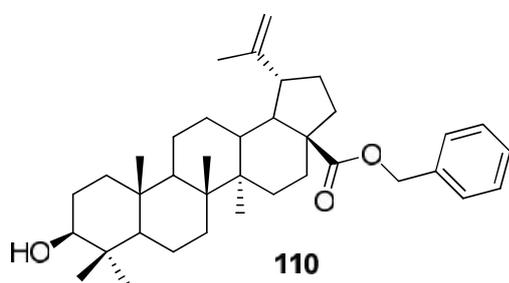
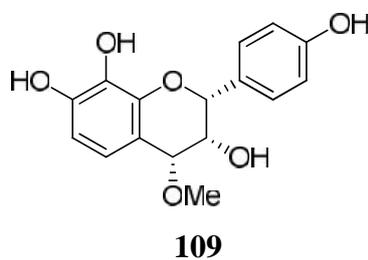
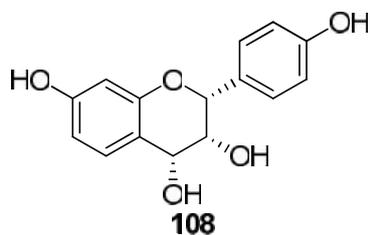
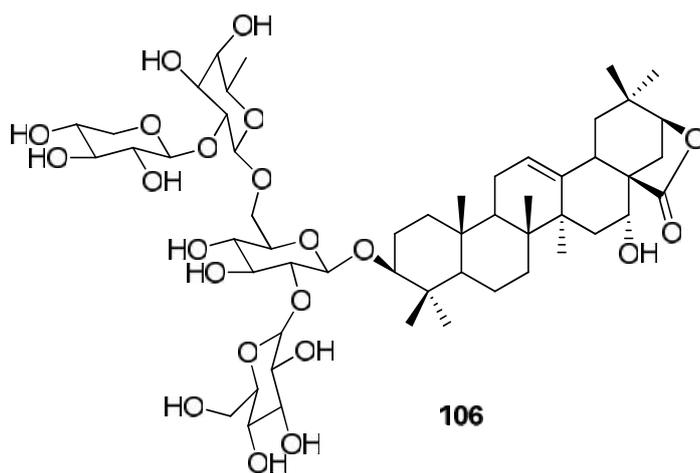
23



104



105



Les essais biologiques effectués sur les composés de *A. ferruginea* et l'extrait au méthanol des racines de *F. polita*, quelques fractions et certains composés isolés nous ont permis de mettre en évidence leurs activités antimicrobiennes.

Ainsi, l'étude de l'activité antibactérienne sur les composés isolés de *A. ferruginea* ont montré des activités modérées avec des valeurs des CMI contre *E. coli* (ATCC8739 et AG100), *E. aerogenes* ATCC 13048, *K. pneumoniae* ATCC29916, et antimicrobienne de l'extrait brut et composés isolés des racines de *F. polita* a révélé que certains de ces composés possèdent un potentiel biologique modéré suggérant ainsi l'éventuelle possibilité d'utiliser ces extraits dans le traitement de certaines infections causées par les microorganismes. Les tests antimicrobiens de l'extrait brut ainsi que de certaines fractions (FPR1 et FPR2) et de certains composés isolés des racines de *F. polita* ont montré que ces derniers inhibent à des niveaux variables la croissance de certaines souches telles que *Pseudomonas aeruginosa*, *Klebsiella pneumoniae*, *Staphylococcus aureus*, *Salmonella typhi*, *Escherichia coli* (ATCC6539) et *Candida albicans*. Cette activité antimicrobienne est cependant plus prononcée pour le trans-piceid (CMI 64 µg/mL) sur *Pseudomonas aeruginosa*, puisque, identique à la référence.

Dans le but de rechercher de nouvelles activités ou de potentialiser celles déjà existantes, nous nous proposons en perspectives:

- D'étudier les fractions restantes des trois plantes;
- D'étendre notre étude à d'autres espèces du genre *Ficus* et *Albizia*;
- D'étudier la toxicité des extraits et composés isolés de *F. polita*, *F. exasperata* et de *A. ferruginea*;
- D'évaluer l'activité anticancéreuse des composés isolés de *A. ferruginea*;
- De faire des transformations dans le but d'améliorer l'activité de certains composés isolés; et
- D'étendre les transformations pour l'obtention d'autres dérivés de l'acide bétulinique.



**CHAPITRE III**  
**MATERIELS ET METHODES**

### III.1- APPAREILLAGE ET MATERIEL VEGETAL

#### III.1.1- APPAREILLAGE

Les points de fusion sont mesurés à l'aide de l'appareil Büchi B 545 et Büchi SMP-20;

Les masses des matériels, extraits, et produits sont prises sur balance électronique MELTER PC 2000;

Les spectres de masse en impact électronique sont enregistrés sur un spectromètre de marque FINNIGAN. MAT 95 (70 eV) avec le perfluorokérosène comme substance de référence alors que les spectres de masse en « electrospray ionisation » sont enregistrés sur un spectromètre de masse BRUKER FTMS 4.7T;

Les expériences de Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) ont été effectuées dans différents solvants deutériés (MeOD, CDCl<sub>3</sub>, C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, DMSO-d<sub>6</sub> et Acétone-d<sub>6</sub>) sur un spectromètre de type BRÜKER DRX-400 à transformer de Fourier pour les expériences 1D et 2D (200, 300, 400, 500 et 600 MHz pour le <sup>1</sup>H et 50, 75, 100, 125 et 150 MHz pour le <sup>13</sup>C). Les déplacements chimiques des <sup>1</sup>H (  $\delta_H$  ) et <sup>13</sup>C (  $\delta_C$  ) sont exprimés en ppm et les constantes de couplages *J* en Hz;

Les chromatographies sur colonne ont été réalisées sur colonnes de diamètre variable en utilisant d'une part comme phase stationnaire le gel de silice de type 60 MERCK et de granulométrie comprise entre 0.063-0.200 mm et d'autre part en utilisant la silice en phase inverse de RP-18;

Pour les différents types de chromatographie, plusieurs matériels ont été utilisés:

La CCM a nécessité des plaques de silice sur feuilles d'aluminium (plaques préfabriquées de type MERCK de dimension 20X20 cm et d'épaisseur 0,2 mm recouverte de Kieselgel F254). Ces plaques ont été développées dans les cuves contenant les systèmes de solvants telsque: Hex/AE, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH, AE/MeOH avec différentes proportions. Les révélations des taches ont été faites en utilisant soit la lampe UV de type «spectroline», soit la vapeur d'iode, ou même encore la pulvérisation à l' H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dilué à 80% suivi du chauffage à l'étuve à environ 110°C ou encore révélé à l'iode;

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

Les spectres IR ont été enregistrés à 1% de pastille de KBr à l'aide d'un electrophotomètre JM-DX 300;

Les spectres UV ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre de type Shidmadzu UV-210 PC.

### III.1.2- MATERIEL VEGETAL

Les racines et les écorces du tronc de *Ficus polita*, récoltées en Mai 2007 au quartier Nlongkak-Yaoundé (Région du Centre, Cameroun), *Ficus exasperata* récoltées en Novembre 2010 au Mont-Eloundem (Yaoundé -Région du Centre, Cameroun) ainsi que les racines d'*Albizia ferruginea* récoltées en Février 2013 à Mvolyé (Yaoundé -Région du Centre, Cameroun) ont été identifiées par M. Nana Victor de l'Herbier National du Cameroun où des échantillons botaniques sont conservés et enregistrés respectivement sous les N° 39955/HNC, 43998/HNC et 49871/HNC.

### III.2- EXTRACTION ET ISOLEMENT DES PRODUITS

#### III.2.1- ECORCES DU TRONC DE *FICUS POLITA*

Les écorces du tronc de *F. polita* ont été découpées, séchées puis broyées pour donner 3,4 kg de poudre. Cette poudre a été extraite par macération à température ambiante en deux temps au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1: 4) pendant 72 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, nous avons obtenu 204 g d'extrait brut soit un rendement de 6,0%. Une partie de cet extrait brut (200 g) a été fixée sur 235 g de gel de silice puis soumise à une chromatographie flash éluee à l'hexane (100%), suivie du mélange Hex- AcOEt (25%, 50%), à l'acétate d'éthyle (100%) et MeOH (100%). Cinquante fractions de 200 mL chacune ont été collectées, concentrées sous pression réduite, puis regroupées sur la base de la CCM analytique en cinq grandes fractions A, B, C, D et E. Les résultats sont consignés dans le chromatogramme ci-dessous (Tableau XXX).

**Tableau XXX: Chromatogramme de l'extrait au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1: 4) des écorces du tronc de *F. polita*.**

Eluant	Fractions recueillies	CCM et Observations
Hexane 100%	1-60 Fraction <b>A</b> (26 g)	Mélange de plusieurs produits dont FPOE <sub>1</sub> ; FPOE <sub>2</sub> ; FPOE <sub>3</sub> ; FPOE <sub>4</sub>
Hex-AcOEt (3:1)	61-77 Fraction <b>B</b> (18 g)	Mélange de plusieurs produits dont FPOE <sub>1</sub> ; FPOE <sub>5</sub> ; FPOE <sub>6</sub>
Hex-AcOEt (3:1)	Fraction <b>C</b> (22 g)	
AcOEt 100%	78-104 Fraction <b>D</b> (27 g)	Mélange de produits dont FPOE <sub>7</sub> et FPOE <sub>8</sub>
MeOH 100%	Fraction <b>E</b> (32 g)	Mélange complexes

La fraction **A** (26 g) a été fixée sur 35 g de silice et soumise à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant d'élution l'hexane suivie du mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. Le mélange de  $\beta$ -sitostérol et stigmastérol (FEE<sub>2</sub>, 96 mg, **22** et **24**), le  $\beta$ -amyrine (FPO<sub>2</sub>, 9 mg, 94), le spinastérol (FPO<sub>3</sub>, 11 mg, 102) et le lupéol (FPO<sub>4</sub>, 29,5 mg, 69) ont été obtenues respectivement par élution à l'hexane, au mélange Hex-AcOEt (39:1), au mélange Hex-AcOEt (19:1) et au mélange Hex-AcOEt (18:2).

La fraction **B** (18 g) a été fixée sur 25 g de silice et soumise à une chromatographie sur gel de silice et en utilisant comme solvant l'hexane et le mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. L'élution au mélange Hex-AcOEt (19:1) a conduit à l'isolement du mélange  $\beta$ -sitostérol et stigmastérol (FEE<sub>2</sub>, 240 mg, 22 et 24) et le taraxerol (FPOE<sub>5</sub>, 17 mg, 98). L'acide bétulinique (FPOE<sub>6</sub>, 5 mg, 91) a été obtenu à la polarité Hex-AcOEt (9:1).

La fraction **D** (27 g) a été fixée sur 35 g de silice et soumise à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant le mélange DCM-MeOH de polarité croissante. L'élution au mélange DCM-MeOH (19:1) a conduit à l'isolement au 3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside de  $\beta$ -sitostérol (FPOE<sub>7</sub>, 11 mg, 23) et le politamide (FPOE<sub>8</sub>, 15 mg, 101) a été obtenu dans le mélange de solvant DCM-MeOH (9:1).

### **III.2.2 RACINES DE *FICUS POLITA***

Les racines de *F. polita* découpées, séchées puis broyées, nous ont permis d'obtenir 3,1 kg de poudre qui a été extraite par macération à température ambiante au méthanol pendant 48 h. 216 g d'extrait brut ont ainsi été obtenus après évaporation du solvant sous pression réduite. 200 g de cet extrait brut ont été fixés sur 265 g de gel de silice puis soumise à une chromatographie «flash» élue à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, puis au méthanol. Cinquante fractions de 250 mL chacune ont été collectées, concentrées sous pression réduite, puis regroupées sur la base de la CCM analytique en 5 grandes fractions A, B, C, D et E. Les résultats sont consignés dans le chromatogramme suivant (Tableau XXXI):

**Tableau XXXI: Chromatogramme de l'extrait au MeOH des racines de *F. polita*.**

<b>Eluant</b>	<b>Fractions recueillies</b>	<b>CCM et Observations</b>
Hexane 100%	1-80 Fraction <b>A</b> (23 g)	Mélange de produits dont FPO <sub>1</sub> , FPO <sub>2</sub> , FPO <sub>4</sub> , FPO <sub>5</sub> et FPO <sub>9</sub>
Hex-AcOEt (1:1)	81-157 Fraction <b>B</b> (14 g)	Mélange de produits dont FPO <sub>1</sub> , FPO <sub>2</sub> , FPO <sub>3</sub> , FPO <sub>6</sub> , FPO <sub>7</sub> et FPO <sub>8</sub>
Hex-AcOEt (1:3)	Fraction <b>C</b> (18 g)	
AcOEt 100%	158-197 Fraction <b>D</b> (12 g)	Mélange de produits dont FPO <sub>10</sub> et FPO <sub>11</sub> et FPO <sub>12</sub>
MeOH 100%	198-224 Fraction <b>E</b> (19 g)	Mélange de produits dont FPO <sub>11</sub> et FPO <sub>13</sub>

La fraction **A** (23 g) a été fixée sur 32 g de silice et soumis à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant d'élution l'hexane suivie du mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. L'euphol-3-O-cinnamate (FPO<sub>2</sub>, 14 mg, 96) a été isolé dans le mélange de solvant Hex-AcOEt (19,5: 0,5), le mélange de -sitostérol et stigmastérol (FEE<sub>2</sub>, 220 mg, 22 et 24), le lupéol (FPO<sub>4</sub>, 44 mg, 69), le taraxérol (FPO<sub>9</sub>, 13 mg, 98) et la bétuline (FPO<sub>5</sub>, 18 mg, 90) ont été obtenues respectivement par élution au mélange Hex-AcOEt (39:1), au mélange Hex-AcOEt (19:1), au mélange Hex-AcOEt (19:1) et au mélange Hex-AcOEt (37:3).

La fraction **B** (14 g) a été fixée sur 21 g de silice et soumis à une chromatographie sur gel de silice et en utilisant comme solvant le mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. L'élution au mélange Hex-AcOEt (19:1) a conduit à l'isolement du mélange -sitostérol et stigmastérol (FEE<sub>2</sub>, 24 mg, 22 et 24), l'euphol-3-O-cinnamate (FPO<sub>2</sub>, 6 mg, 96), le -amyrine (FPO<sub>3</sub>, 21 mg, 94), bétuline (FPO<sub>6</sub>, 13 mg, 90), l'acide bétulinique (FPO<sub>7</sub>, 16 mg, 91) et l'acide oléanolique (FPO<sub>8</sub>, 17 mg, 93) ont été obtenus respectivement par élution au mélange Hex-AcOEt (39:1), au mélange Hex-AcOEt (19,5: 0,5), au mélange Hex-AcOEt (19:1), au mélange Hex-AcOEt (37:3) et au mélange Hex-AcOEt (18:2).

La fraction **D** (12 g) a été fixée sur 20 g de silice et soumise à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant le mélange DCM-MeOH de polarité croissante. L'élution au mélange DCM-MeOH (19:1) a conduit à l'isolement au 3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside de  $\beta$ -sitostérol (FPO<sub>10</sub>, 25 mg, 23), le trans-piceid (FPO<sub>11</sub>, 19 mg, 100) et une céramide (FPO<sub>12</sub>, 23 mg) dont la structure est en cours ont été obtenus dans les mélanges de solvant DCM-MeOH (9:1).

La fraction **E** (19 g) a été fixée sur 27 g de silice et soumise à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant le mélange DCM-MeOH de polarité croissante. L'élution au mélange DCM-MeOH (9:1) a conduit à l'isolement du trans-piceid (FPO<sub>11</sub>, 11 mg, 100) et d'un cérébroside (FPO<sub>13</sub>, 16 mg) ont été obtenus respectivement dans les mélanges de solvant DCM-MeOH (9:1) et DCM-MeOH (17:3).

### **III.2.3 ECORCES DU TRONC DE *FICUS EXASPERATA***

Les écorces du tronc de *F. exasperata* ont été découpées, séchées puis broyées pour donner 1900 g de poudre. Cette poudre a été extraite par macération à température ambiante au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1:1) pendant 48 heures, puis au méthanol pendant 24 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, nous avons obtenu 87 g d'extrait brut. 85 g de cet extrait brut ont été fixés sur 135 g de gel de silice puis soumise à une chromatographie «flash» éluée à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante et du méthanol. Cinquante fractions de 250 mL chacune ont été collectées, concentrées sous pression réduite, puis regroupées sur la base de la CCM analytique en 5 grandes fractions A, B, C, D et E. Les résultats sont consignés dans le chromatogramme suivant (Tableau XXXII):

**Tableau XXXII: Chromatogramme de l'extrait au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1:1) des écorces du tronc de *F. exasperata*.**

<b>Eluant</b>	<b>Fractions recueillies</b>	<b>CCM et Observations</b>
Hexane 100%	Fraction <b>A</b> (23 g)	Mélange de produits dont FEE <sub>1</sub> , FEE <sub>8</sub> , FEE <sub>9</sub> , FEE <sub>10</sub> et FEE <sub>11</sub>
Hex-AcOEt (1:1)	Fraction <b>B</b> (14 g)	Mélange de plusieurs produits dont FEE <sub>1</sub> , FEE <sub>2</sub> , FEE <sub>3</sub> et FEE <sub>4</sub>
Hex-AcOEt (1:3)	Fraction <b>C</b> (18 g)	FEE <sub>5</sub> , FEE <sub>6</sub> et FEE <sub>7</sub>
AcOEt 100%	Fraction <b>D</b> (12 g)	
MeOH 100%	Fraction <b>E</b> (19 g)	

La fraction **A** (5 g) a été fixée sur 9 g de silice et soumis à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant d'élution l'hexane suivie du mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. Le lichen xanthone (FEE<sub>1</sub>, 13 mg, 99) a été isolé dans le mélange de solvant Hex-AcOEt (19,5: 0,5), l'acétate de -amyrine (FEE<sub>8</sub>, 11 mg, 95), le -amyrine (FEE<sub>9</sub>, 6 mg, 92), le taraxérol (FEE<sub>10</sub>, 4 mg, 98) et au 3-O- -D-glucopyranoside de -sitostérol (FEE<sub>11</sub>, 5 mg, 23) ont été obtenues respectivement par élution au mélange Hex-AcOEt (39:1), Hex-AcOEt (19,5: 0,5), Hex-AcOEt (19:1), au mélange Hex-AcOEt (18:2).

La fraction **B** (8 g) a été fixée sur 15 g de silice et soumis à une chromatographie sur gel de silice et en utilisant comme solvant le mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. L'élution au mélange Hex-AcOEt (39:1) a conduit à l'isolement du lichen xanthone (FEE<sub>1</sub>, 4 mg, 99), du mélange -sitostérol et stigmastérol (FEE<sub>2</sub>, 18 mg, 22 et 24), à l'acide ursolique (FEE<sub>3</sub>, 11 mg, 70) et à la bétuline (FEE<sub>4</sub>, 9 mg, 90) ont été obtenus respectivement par élution au mélange Hex-AcOEt (19:1), au mélange Hex-AcOEt (17:3) et au mélange Hex-AcOEt (9:1).

La fraction **C** (11 g) a été fixée sur 18 g de silice et soumis à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme solvant le mélange Hex-AcOEt de polarité croissante. L'élution au mélange Hex-AcOEt (9:1) a conduit à l'isolement du 16-hydroxylupéol (FEE<sub>5</sub>, 7 mg, 89), l'acide betulinique (FEE<sub>6</sub>, 42 mg, 91) et à l'acide oléanolique (FEE<sub>7</sub>, 4 mg, 93) ont été obtenus respectivement par élution au mélange (17:3) et au mélange Hex-AcOEt (16,5:3,5).

### III.2.4 RACINES DE *FICUS EXASPERATA*

Les racines de *F. exasperata* ont été découpées, séchées puis broyées pour donner 2200 g de poudre. Cette poudre a été extraite par macération à température ambiante au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1:1) pendant 72 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, nous avons obtenu 96 g d'extrait brut. 90 g de cet extrait brut ont été fixés sur 140 g de gel de silice puis soumise à une chromatographie «flash» élue à l'hexane, suivi du mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante et au méthanol. Cinquante fractions de 250 mL chacune ont été collectées, concentrées sous pression réduite, puis regroupées sur la base de la CCM analytique en 4 grandes fractions A, B, C et D. Les résultats sont consignés dans le chromatogramme suivant (Tableau XXXIII):

**Tableau XXXIII: Chromatogramme de l'extrait au mélange CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (1:1) des écorces du tronc de *F. exasperata*.**

Eluant	Fractions recueillies	CCM et Observations
Hexane 100%	1-36 Fraction <b>A</b> (6 g)	Mélange de plusieurs produits dont RFE <sub>1</sub> et FFE <sub>2</sub> présentant au moins trois taches de couleur orange sur la plaque de CCM
Hex-AcOEt (1:1)	37-187 Fraction <b>B</b> (13 g)	Mélange de produits dont RFE <sub>2</sub> , RFE <sub>3</sub> , RFE <sub>4</sub> , RFE <sub>5</sub> et RFE <sub>6</sub> et RFE <sub>7</sub>
AcOEt 100%	Fraction <b>C</b> (9 g)	
MeOH 100%	Fraction <b>D</b> (18 g)	

La fraction **A** (6 g) a été fixée sur 11 g de silice et soumise à une chromatographie sur colonne de gel de silice en utilisant comme éluant le mélange Hex-AcOEt (39:1). A l'issue de cette chromatographie, nous avons obtenu le psoralène (RFE 1, 7 mg, 33) et le bergaptène (RFE<sub>2</sub>, 16 mg, 34).

La fraction **B** (13 g) a été fixée sur 20 g de silice en utilisant le Hex-AcOEt de polarité croissante. L'élution au mélange Hex-AcOEt (39:1) nous a permis d'isoler le bergaptène (RFE<sub>2</sub>, 5 mg, 34), la friedelanone (RFE<sub>3</sub>, 11 mg, 97) et l'acétate de lupéol (RFE<sub>4</sub>, 8 mg, 69). Le spinastérol (RFE<sub>5</sub>, 6 mg, 102) quand à lui a été isolé dans le mélange Hex-AcOEt (19:1). L'élution au mélange Hex-AcOEt (17:3) a conduit à l'isolement de l'acide betulinique (RFE<sub>6</sub>, 23 mg, 91) et ensuite au 3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside de  $\beta$ -sitostérol (RFE<sub>7</sub>, 12 mg, 23).

### III.2.5 RACINES DE *ALBIZIA FERRUGINEA*

Les racines de *A. ferruginea* (Guill. & Perr.) Benth. ont été découpées, séchées puis broyées pour donner 2600 g de poudre. Cette poudre a été extraite par macération à température ambiante au MeOH pendant 72 heures. Après évaporation du solvant sous pression réduite, nous avons obtenu 108 g d'extrait brut. 100 g de cet extrait brut ont été soumis à une partition dans les mélanges de solvant eau-hexane, eau-chlorure de méthylène, eau-acétate d'éthyle et enfin eau-butanol. La fraction au n-BuOH (45 g) a été ensuite soumise à une chromatographie de type «MPLC» (Medium Pressure Liquid Chromatography) en utilisant comme adsorbant le gel de silice. Au terme de cette chromatographie et sur la base de la CCM analytique, nous avons obtenu 4 grandes fractions indexées de 1 à 4. Les résultats sont consignés dans le chromatogramme suivant (Tableau XXXIV):

**Tableau XXXIV: Chromatogramme de l'extrait au MeOH des racines de *A. ferruginea*.**

Eluant	Fractions recueillies	CCM et Observations
CHCl <sub>3</sub> :MeOH:H <sub>2</sub> O (90:10:1)	Fraction 1 (361 mg)	
CHCl <sub>3</sub> :MeOH:H <sub>2</sub> O (80:20:2)	1-143 Fraction 2 (455,5 mg)	Mélange de produits dont Mélange de plusieurs produits visibles à l'UV dont AF <sub>2</sub>
CHCl <sub>3</sub> :MeOH:H <sub>2</sub> O (70:30:3)	144-476 Fraction 3 (2,78 g)	Mélange de produits dont Mélange de plusieurs produits dont AF <sub>1</sub> , AF <sub>5</sub> , AF <sub>7</sub> et

CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O      Fraction **4** (3,12 g)  
(61:32:7)

---

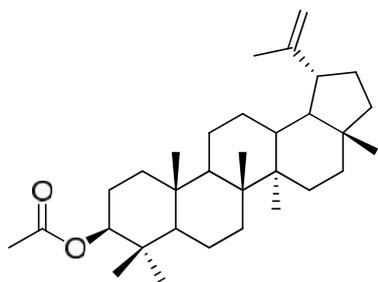
La fraction **1** (361 mg) a été fixée sur 1 g de silice et soumise à une chromatographie sur gel de silice et éluee au mélange CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O (90:10:1) où AF<sub>1</sub> a été isolé.

La fraction **2** (455,5 mg) a été fixée sur 1 g de silice et soumise à une chromatographie sur gel de silice et éluee au mélange CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O (90:10:1). Après plusieurs purifications dans le même système d'élution CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O (90:10:1), AF<sub>2</sub> et AF<sub>3</sub> ont été isolés.

La fraction **3** (2,78 g) a été fixée sur 5 g de silice et soumise à une chromatographie sur gel de silice et éluee au mélange CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O (90:10:1 à 70:30:3). Après plusieurs purifications dans les mêmes systèmes d'élutions CHCl<sub>3</sub>:MeOH:H<sub>2</sub>O (90:10:1 à 70:30:3), AF<sub>5</sub>, AFS<sub>1</sub> et AF<sub>7</sub> ont été isolés.

### III.3-CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES COMPOSES ISOLEES

#### RFE<sub>4</sub> ou acétate de lupéol



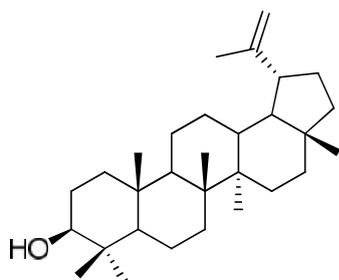
Cristaux blancs: **PF** 190-192°C

Formule brute: C<sub>32</sub>H<sub>52</sub>O<sub>2</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 468 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 125 MHz): 15,9 (C-<sub>24</sub>), 14,5 (C-<sub>27</sub>), 16,1 (C-<sub>25</sub>), 16,5 (C-<sub>26</sub>), 17,9 (C-<sub>28</sub>), 19,2 (C-<sub>30</sub>), 20,9 (C-<sub>11</sub>), 21,3 (C-<sub>32</sub>), 23,7 (C-<sub>2</sub>), 27,4 (C-<sub>15</sub>), 27,9 (C-<sub>23</sub>), 34,2 (C-<sub>7</sub>), 35,6 (C-<sub>16</sub>), 37,1 (C-<sub>10</sub>), 37,8 (C-<sub>4</sub>), 38,0 (C-<sub>13</sub>), 39,9 (C-<sub>22</sub>), 42,9 (C-<sub>14</sub>), 47,9 (C-<sub>18</sub>), 48,3 (C-<sub>19</sub>), 50,3 (C-<sub>9</sub>), 55,4 (C-<sub>5</sub>), 80,9 (C-<sub>3</sub>), 109,4 (C-<sub>29</sub>), 150,9 (C-<sub>20</sub>), 171,0 (C-<sub>1</sub>).

#### FPO<sub>4</sub> ou lupéol



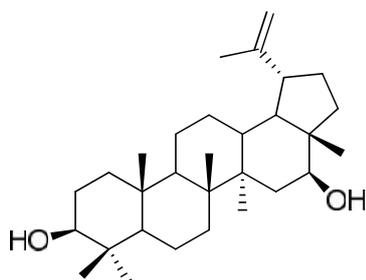
Cristaux blancs: **PF** 220-222°C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 426 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 14,5 (C-<sub>27</sub>), 15,3 (C-<sub>24</sub>), 15,9 (C-<sub>25</sub>), 16,1 (C-<sub>26</sub>), 18,0 (C-<sub>28</sub>), 18,3 (C-<sub>6</sub>), 19,3 (C-<sub>30</sub>), 20,9 (C-<sub>11</sub>), 25,1 (C-<sub>12</sub>), 27,4 (C-<sub>2</sub> et C-<sub>15</sub>), 28,0 (C-<sub>23</sub>), 29,7 (C-<sub>21</sub>), 34,3 (C-<sub>7</sub>), 35,6 (C-<sub>16</sub>), 37,1 (C-<sub>10</sub>), 38,0 (C-<sub>13</sub>), 38,7 (C-<sub>1</sub>), 40,8 (C-<sub>8</sub>), 48,0 (C-<sub>18</sub>), 50,4 (C-<sub>9</sub>), 55,3 (C-<sub>5</sub>), 79,0 (C-<sub>3</sub>), 109,3 (C-<sub>29</sub>), 150,9 (C-<sub>20</sub>).

#### FEE<sub>5</sub> ou 16-hydroxylupéol



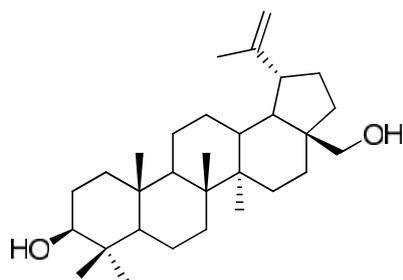
Cristaux blancs: **PF** 218-219°C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 442 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>OD, 75 MHz): 12,2 (C-<sub>28</sub>), 16,1 (C-<sub>25</sub>, C-<sub>26</sub> et C-<sub>27</sub>), 16,6 (C-<sub>24</sub>), 19,4 (C-<sub>30</sub>), 19,7 (C-<sub>11</sub>), 28,0 (C-<sub>2</sub> et C-<sub>23</sub>), 35,6 (C-<sub>15</sub>), 27,7 (C-<sub>23</sub>, C-<sub>10</sub> et C-<sub>22</sub>), 38,7 (C-<sub>1</sub> et C-<sub>4</sub>), 48,7 (C-<sub>17</sub>), 51,5 (C-<sub>9</sub>), 55,9 (C-<sub>5</sub>), 77,6 (C-<sub>16</sub>), 79,6 (C-<sub>3</sub>), 110,4 (C-<sub>29</sub>), 150,0 (C-<sub>20</sub>),

### FPO<sub>6</sub>/FEE<sub>5</sub> ou betuline



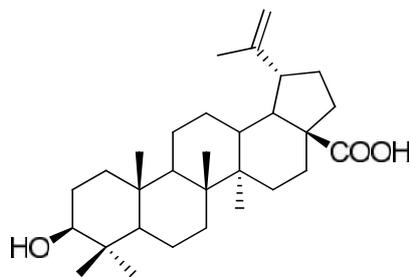
Cristaux blancs: **PF** 251-252°C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 442 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 16,1 (C-25), 18,3 (C-6), 19,2 (C-30), 20,7 (C-11), 25,3 (C-12), 27,1 (C-15), 27,4 (C-2), 28,0 (C-23), 29,7 (C-21), 34,0 (C-22), 34,3 (C-7), 37,2 (C-13), 34,4 (C-10), 38,7 (C-1), 39,0 (C-4), 40,9 (C-8), 42,7 (C-14), 47,8 (C-17 et C-18), 48,8 (C-19), 50,4 (C-9), 55,3 (C-5), 60,5 (C-28), 79,0 (C-3), 109,7 (C-29), 150,5 (C-20).

### RFE<sub>6</sub>/ FPOE<sub>6</sub>/ FEE<sub>6</sub>/ FPO<sub>7</sub> ou acide betulinique

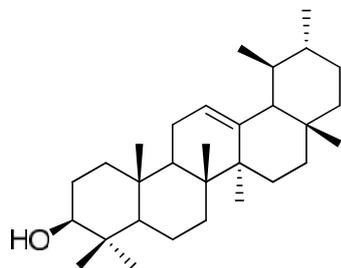


Cristaux blancs: **PF** 316-318°C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (Pyr, 50 MHz): 14,8 (C-27), 16,2 (C-24), 16,3 (C-25 et C-26), 18,2 (C-6), 19,4 (C-30), 21,1 (C-11), 26,0 (C-12), 26,6 (C-2), 28,2 (C-23), 30,2 (C-21), 31,1 (C-15), 32,8 (C-16), 34,8 (C-7), 37,4 (C-10 et C-22), 38,5 (C-13), 39,2 (C-1), 39,4 (C-8), 41,0 (C-4), 42,8 (C-14), 47,7 (C-18), 49,7 (C-19), 50,9 (C-9), 55,8 (C-5), 56,6 (C-17), 78,0 (C-3), 109,9 (C-29), 151,2 (C-20), 178,8 (C-28).

### FEE<sub>9</sub> ou -amyrine



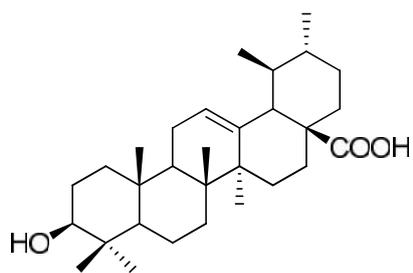
Cristaux blancs: **PF** 186-187°C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 426 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 15,6 (C-24 et C-25), 16,8 (C-26), 17,4 (C-29), 18,4 (C-6), 21,4 (C-30), 23,3 (C-11), 26,6 (C-16), 27,2 (C-15), 28,1 (C-28), 28,7 (C-2), 36,6 (C-10), 38,7 (C-1 et C-4), 47,7 (C-9), 55,1 (C-5), 59,0 (C-18), 79,6 (C-3), 124,4 (C-12), 139,5 (C-13).

### FEE<sub>3</sub> ou acide ursolique



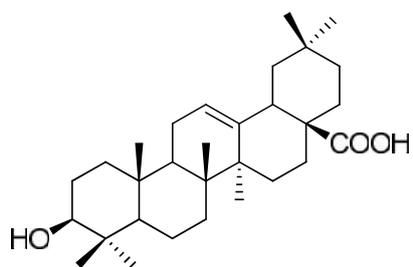
Cristaux blancs: **PF** 270-272 °C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 456 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz): 15,8 (C-<sub>24</sub>), 16,3 (C-<sub>25</sub>), 17,5 (C-<sub>26</sub> et C-<sub>30</sub>), 23,8 (C-<sub>11</sub> et C-<sub>27</sub>), 24,1 (C-<sub>16</sub>), 28,7 (C-<sub>2</sub>, C-<sub>15</sub> et C-<sub>23</sub>), 31,3 (C-<sub>21</sub>), 33,4 (C-<sub>7</sub>), 38,4 (C-<sub>1</sub>), 46,2 (C-<sub>9</sub>), 46,3 (C-<sub>17</sub>), 56,2 (C-<sub>5</sub>), 78,6 (C-<sub>3</sub>), 123,0 (C-<sub>12</sub>), 144,,9 (C-<sub>13</sub>), 178,8 (C-<sub>28</sub>).

### FPO<sub>8</sub>/ FEE<sub>7</sub> ou acide oléanolique



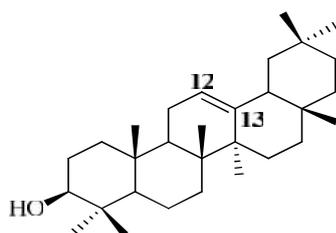
Cristaux blancs: **PF** 196-198 °C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>3</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 456 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz): 15,4 (C-<sub>25</sub>), 15,7 (C-<sub>24</sub>), 17,2 (C-<sub>26</sub>), 18,4 (C-<sub>6</sub>), 23,7 (C-<sub>16</sub> et C-<sub>30</sub>), 26,0 (C-<sub>27</sub>), 28,2 (C-<sub>2</sub>, C-<sub>15</sub> et C-<sub>23</sub>), 30,8 (C-<sub>20</sub>), 33,2 (C-<sub>7</sub>, C-<sub>22</sub> et C-<sub>29</sub>), 37,2 (C-<sub>10</sub>), 38,9 (C-<sub>1</sub>), 39,4 (C-<sub>4</sub> et C-<sub>8</sub>), 41,3 (C-<sub>17</sub>), 41,7 (C-<sub>14</sub>), 46,0 (C-<sub>19</sub>), 46,6 (C-<sub>17</sub>), 47,8 (C-<sub>9</sub>), 55,3 (C-<sub>5</sub>), 78,6 (C-<sub>3</sub>), 122,8 (C-<sub>12</sub>), 143,7 (C-<sub>13</sub>), 182,8 (C-<sub>28</sub>).

### FPO<sub>3</sub> ou -amyrine

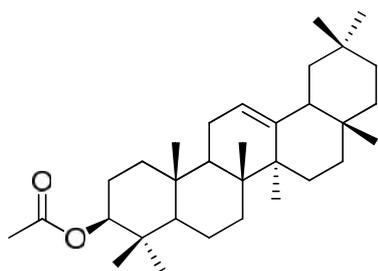


Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 426 [M]<sup>+</sup>

Aspect physique: Poudre blanche

### FEE<sub>8</sub> ou acétate de -amyrine



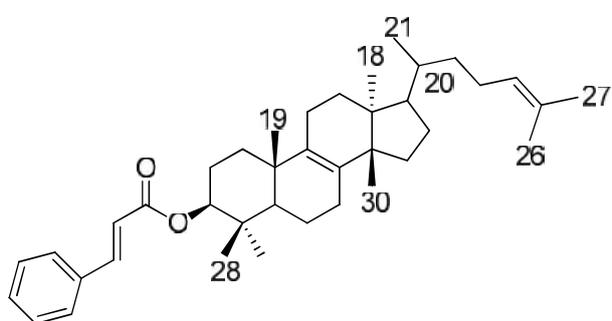
Formule brute: C<sub>32</sub>H<sub>52</sub>O<sub>2</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 468 [M]<sup>+</sup>

Aspect physique: Poudre blanche

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(Pyr, 100 MHz): 17,6 (C-28), 18,8 (C-29), 19,4 (C-30), 20,4 (C-11), 37,1 (C-10), 38,0 (C-13), 38,6 (C-10), 48,0 (C-18), 50,0 (C-9), 57,5 (C-5), 82,0 (C-3), 126,0 (C-12), 142,0 (C-13), 172,0 (C-2).

### FPO<sub>2</sub> ou euphol-3-o-cinnamate



Cristaux blancs: PF 110-111 °C

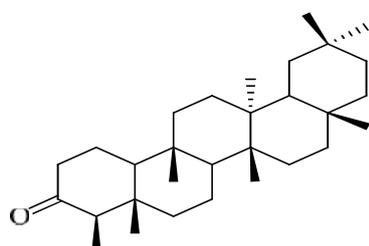
Formule brute: C<sub>39</sub>H<sub>56</sub>O<sub>2</sub>

Spectre de masse QTOFMS:

m/z 579,4125 [M+ Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 16,7 (C-18 et C-29), 18,6 (C-26), 19,2 (C-19 et C-21), 21,0 (C-11), 24,9 (C-23), 25,7 (C-27), 26,4 (C-2), 28,2 (C-7 et C-12), 30,8 (C-16), 31,0 (C-15), 35,3 (C-1), 36,4 (C-22), 44,5 (C-13), 49,8 (C-14), 50,6 (C-5), 81,0 (C-3), 118,9 (C- ), 125,3 (C-24), 128,0 (C-2'' et C-6''), 128,8 (C-3'' et C-5''), 130,1 (C-4'), 130,9 (C-25), 134,5 (C-9), 134,6 (C-8), 144,3 (C- ), 166,8 (C-1).

### RFE<sub>3</sub> ou Friedelanone



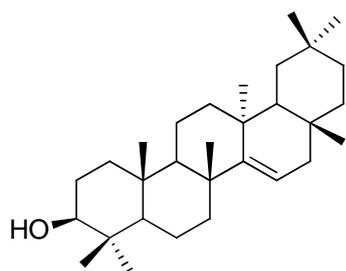
Cristaux blancs: PF 260-262 °C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 426 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 125 MHz): 7,5 (C-27), 14,3 (C-24), 18,2 (C-25), 18,5 (C-7), 18,9 (C-27), 20,5 (C-26), 22,5 (C-1), 37,7 (C-9), 41,6 (C-6), 42,7 (C-5), 53,4 (C-8), 58,5 (C-4), 59,7 (C-10), 213,3 (C-3).

### FPO<sub>9</sub>/ FEE<sub>10</sub> ou taraxerol



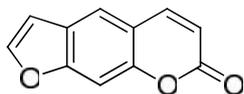
Solide blancs: **PF** 279-280 °C

Formule brute: C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 426 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 18,8 (C-<sub>6</sub>), 21,3 (C-<sub>30</sub>), 25,9 (C-<sub>27</sub>), 27,1 (C-<sub>2</sub>), 27,9 (C-<sub>23</sub>), 28,8 (C-<sub>20</sub>), 29,8 (C-<sub>26</sub>), 29,9 (C-<sub>28</sub>), 33,2 (C-<sub>22</sub>), 33,7 (C-<sub>29</sub>), 35,1 (C-<sub>7</sub>), 35,8 (C-<sub>12</sub>), 36,7 (C-<sub>16</sub>), 37,6 (C-<sub>10</sub>), 37,7 (C-<sub>13</sub>), 37,8 (C-<sub>17</sub> et C-<sub>21</sub>), 38,0 (C-<sub>1</sub>), 38,8 (C-<sub>8</sub>), 39,0 (C-<sub>4</sub>), 41,3 (C-<sub>19</sub>), 48,8 (C-<sub>9</sub>), 49,3 (C-<sub>18</sub>), 55,6 (C-<sub>5</sub>), 79,1 (C-<sub>3</sub>) 116,9 (C-<sub>15</sub>) 158,1 (C-<sub>14</sub>).

### RFE<sub>1</sub> ou psoralène



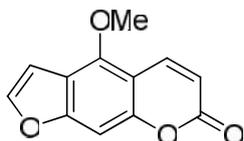
Aiguilles blanchâtre: **PF** 163-164 °C

Formule brute: C<sub>11</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 186 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 99,9 (C-<sub>8</sub>), 106,3 (C-<sub>10</sub>), 114,8 (C-<sub>3</sub>), 115,4 (C-<sub>8</sub>), 119,8 (C-<sub>4a</sub>), 124,8 (C-<sub>6</sub>), 144,1 (C-<sub>4</sub>), 146,9 (C-<sub>11</sub>), 156,4 (C-<sub>7</sub>), 165,5 (C-<sub>2</sub>).

### RFE<sub>2</sub> ou bergaptène



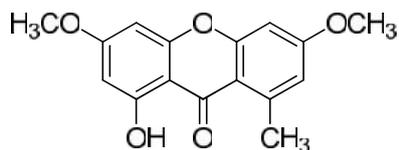
Aiguilles blanchâtre: **PF** 188-190 °C

Formule brute: C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>O<sub>4</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 216 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz): 60,1 (C-<sub>1</sub>), 93,9 (C-<sub>8</sub>), 105,1 (C-<sub>3</sub>), 106,4 (C-<sub>4a</sub>), 112,6 (C-<sub>3</sub>), 139,3 (C-<sub>4</sub>), 144,8 (C-<sub>2</sub>), 149,6 (C-<sub>5</sub>), 152,7 (C-<sub>8a</sub>), 158,4 (C-<sub>7</sub>), 161,3 (C-<sub>2</sub>).

### FEE<sub>1</sub> ou lichenxanthone



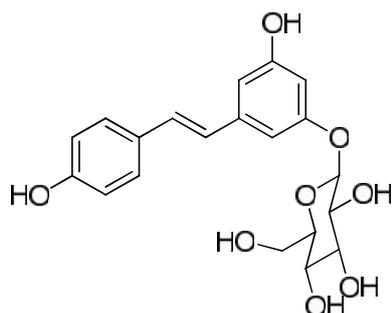
Cristaux jaune orangé: **PF** 195 °C

Formule brute: C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 286 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz): 23,6 (C-<sub>3</sub>), 55,8 (C-<sub>2</sub>), 55,9 (C-<sub>2</sub>), 92,2 (C-<sub>4</sub>), 96,9 (C-<sub>2</sub>), 98,6 (C-<sub>5</sub>), 104,3 (C-<sub>9a</sub>), 113,1 (C-<sub>8a</sub>), 115,6 (C-<sub>7</sub>), 143,6 (C-<sub>8</sub>), 157,1 (C-<sub>4a</sub>), 159,6 (C-<sub>4b</sub>), 163,8 (C-<sub>1</sub>), 163,9 (C-<sub>6</sub>), 165,9 (C-<sub>3</sub>), 182,6 (C-<sub>9</sub>).

### FPO<sub>11</sub> ou trans-piceid



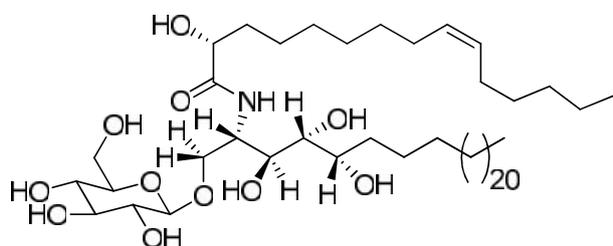
Formule brute: C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>O<sub>8</sub>

Spectre de masse en IE: m/z 390 [M]<sup>+</sup>

Aspect physique: Poudre beige

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CD<sub>3</sub>OD, 150 MHz): 62,6 (C-6''), 71,4 (C-4''), 74,9 (C-2''), 78,0 (C-3''), 78,2 (C-5''), 102,2 (C-1''), 104,1 (C-4), 107,0 (C-2), 108,3 (C-6), 116,5 (C-3' et C-5'), 126,7 (C-), 128,9 (C-2' et C-6'), 129,9 (C-), 130,3 (C-4'), 141,4 (C-1), 158,4 (C-4'), 159,5 (C-5), 160,4 (C-3).

### FPOE<sub>8</sub> ou politamide



Cristaux blancs: PF 168,5-170,5 °C

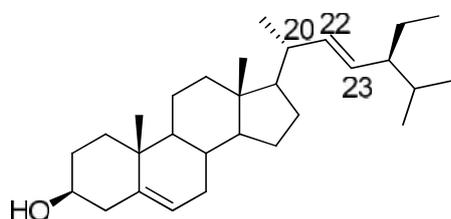
Pouvoir rotatoire: [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> + 0,009

Formule brute: C<sub>50</sub>H<sub>97</sub>O<sub>11</sub>N

Spectre de masse en HRESI: 910,6869 [M+Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (APT, DMSO-d<sub>6</sub>, 100 MHz): 13,9 (C-29 et C-9'), 26,7 (C-8' et C-9'), 24,2-29,0 (C-7-25, C-4'-7' et C-12'-14'), 31,9 (C-6), 34,1 (C-3'), 49,8 (C-2), 61,0 (C-6''), 69,5 (C-1), 70,0 (C-4''), 70,9 (C-2'), 73,4 (C-5 et C-2''), 76,4 (C-3''), 76,8 (C-3 et C-5'), 103,4 (C-1''), 129,4 (C-9'), 130,1 (C-10'), 173,6 (C-1).

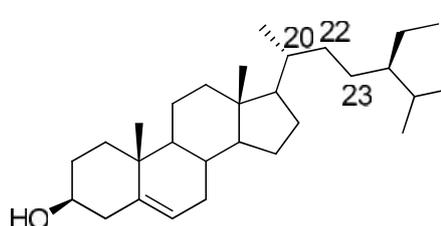
### FPO<sub>1</sub>/ FEE<sub>2</sub> ou mélange de stigmasterol et -sitostérol



Aiguilles blanchâtre: PF 174-176 °C

Formule brute: C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 412 [M]<sup>+</sup>

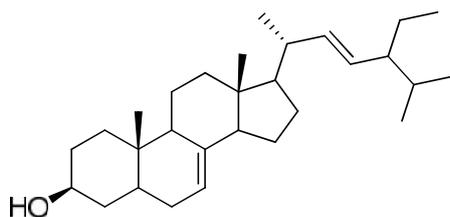


Aiguilles blanchâtre: PF 174-176 °C

Formule brute: C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O

Spectre de masse en IE: m/z 414 [M]<sup>+</sup>

**AF<sub>1</sub>/ RFE<sub>5</sub>/ FPO<sub>3</sub> ou spinastérol**



Aspect physique: Aiguilles blanchâtre

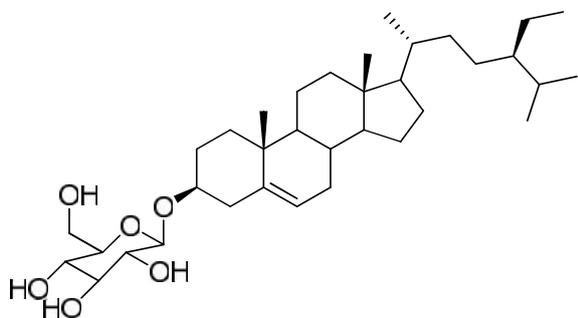
Formule brute: C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>O

Spectre de masse en HRESI: m/z 435,3705

[M+ Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz): 12,0 (C-<sub>18</sub>), 13,0 (C-<sub>19</sub>), 12,2(C-<sub>29</sub>), 21,2 (C-<sub>26</sub>), 21,6 (C-<sub>11</sub>), 25,4 (C-<sub>28</sub>), 28,5 (C-<sub>16</sub>), 29,7 (C-<sub>6</sub>), 31,5 (C-<sub>2</sub>), 34,2 (C-<sub>10</sub>), 47,2 (C-<sub>1</sub>), 40,3 (C-<sub>5</sub>), 43,3 (C-<sub>13</sub>), 55,9 (C-<sub>17</sub>), 71,2 (C-<sub>3</sub>), 117,5 (C-<sub>7</sub>), 129,5 (C-<sub>23</sub>), 138,1 (C-<sub>22</sub>), 139,6 (C-<sub>8</sub>).

**FPO<sub>10</sub>/ FEE<sub>11</sub>/ RFE<sub>7</sub> ou 3-O-β-D-glucopyranoside de sitostérol**



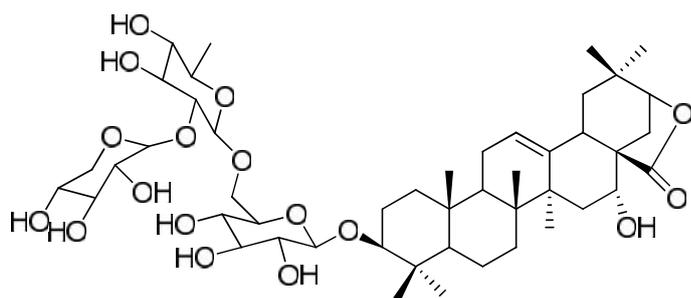
Aiguilles beiges: PF 257-258 °C

Formule brute: C<sub>35</sub>H<sub>60</sub>O<sub>6</sub>

Spectre de masse en DIC: m/z 594 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz): 11,7 (C-<sub>18</sub>), 11,8 (C-<sub>29</sub>), 18,7 (C-<sub>26</sub>), 18,9 (C-<sub>19</sub>), 19,2 (C-<sub>27</sub>), 19,7 (C-<sub>21</sub>), 20,9 (C-<sub>11</sub>), 22,9 (C-<sub>15</sub>), 24,2 (C-<sub>28</sub>), 25,9 (C-<sub>23</sub>), 28,1 (C-<sub>16</sub>), 31,8 (C-<sub>7</sub>), 36,0 (C-<sub>8</sub>), 36,5 (C-<sub>10</sub>), 37,1 (C-<sub>1</sub>), 39,6 (C-<sub>20</sub>), 42,2 (C-<sub>12</sub>), 45,8 (C-<sub>4</sub> et C-<sub>13</sub>), 49,9 (C-<sub>9</sub>), 55,4 (C-<sub>17</sub> et C-<sub>24</sub>), 61,9 (C-<sub>6</sub>), 70,0 (C-<sub>3</sub> et C-<sub>4</sub>), 73,4 (C-<sub>2</sub>), 75,5 (C-<sub>3</sub>), 76,2 (C-<sub>5</sub>), 101,1 (C-<sub>1</sub>), 122,2 (C-<sub>6</sub>), 140,1 (C-<sub>5</sub>).

### AF<sub>5</sub> ou Julibroside A<sub>2</sub>



Aspect physique: Poudre amorphe

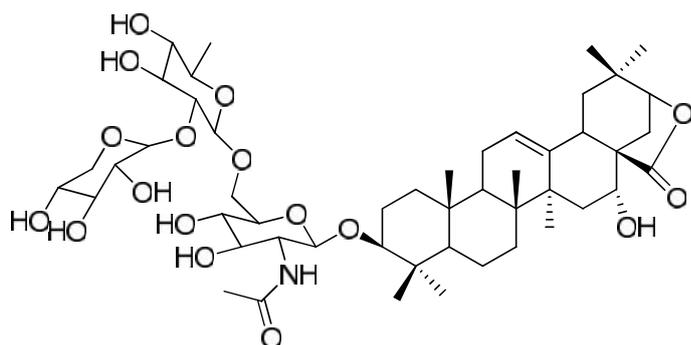
Formule brute: C<sub>47</sub>H<sub>74</sub>O<sub>17</sub>

Spectre de masse en FAB: m/z 933

[M+ Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(Pyridin-d<sub>5</sub>, 100 MHz): 16,2 (C-<sub>25</sub>), 16,7 (C-<sub>26</sub>), 17,5 (C-<sub>6''</sub>), 18,8 (C-<sub>24</sub> et C-<sub>6</sub>), 24,2 (C-<sub>11</sub>), 24,6 (C-<sub>30</sub>), 27,3 (C-<sub>2</sub>), 27,5 (C-<sub>22</sub>), 28,5 (C-<sub>23</sub>), 29,0 (C-<sub>29</sub>), 29,4 (C-<sub>27</sub>), 32,9 (C-<sub>7</sub>), 34,5 (C-<sub>20</sub>), 37,4 (C-<sub>10</sub>), 38,7 (C-<sub>15</sub>), 39,1 (C-<sub>1</sub>), 40,1 (C-<sub>4</sub>), 40,8 (C-<sub>8</sub>), 42,1 (C-<sub>18</sub>), 43,2 (C-<sub>19</sub>), 43,7 (C-<sub>14</sub>), 47,7 (C-<sub>9</sub>), 50,4 (C-<sub>17</sub>), 56,4 (C-<sub>5</sub>), 67,1 (C-<sub>16</sub>), 67,6 (C-<sub>5'''</sub>), 70,4 (C-<sub>6'</sub>), 71,2 (C-<sub>4'''</sub>), 71,8 (C-<sub>5''</sub>), 72,2 (C-<sub>4'</sub>), 72,6 (C-<sub>4''</sub>), 75,7 (C-<sub>3''</sub>), 76,2 (C-<sub>2'</sub>), 76,4 (C-<sub>2'''</sub>), 77,4 (C-<sub>5'</sub>), 77,9 (C-<sub>3'''</sub>), 78,9 (C-<sub>3'</sub>), 82,9 (C-<sub>2''</sub>), 83,6 (C-<sub>21</sub>), 88,3 (C-<sub>3</sub>), 103,9 (C-<sub>1''</sub>), 107,2 (C-<sub>1'</sub>), 107,5 (C-<sub>1'''</sub>), 124,9 (C-<sub>12</sub>), 140,5 (C-<sub>13</sub>), 181,7 (C-<sub>28</sub>).

### AFS<sub>1</sub> ou Julibroside A<sub>3</sub>



Aspect physique: Poudre amorphe

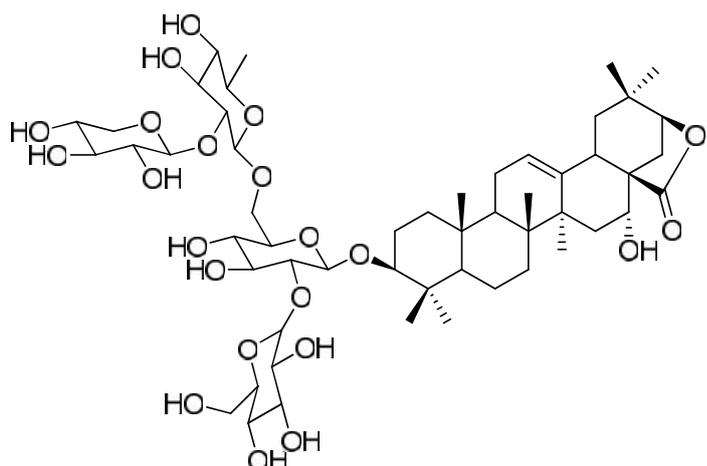
Formule brute: C<sub>47</sub>H<sub>77</sub>NO<sub>17</sub>

Spectre de masse en FAB: m/z 974

[M+ Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(Pyridin-d<sub>5</sub>, 100 MHz): 16,2 (C-<sub>25</sub>), 16,8 (C-<sub>26</sub>), 17,5 (C-<sub>24</sub>), 19,0 (C-<sub>6</sub>), 24,3 (C-<sub>11</sub> et C-<sub>2'''</sub>), 24,7 (C-<sub>30</sub>), 26,8 (C-<sub>23</sub>), 27,2 (C-<sub>2</sub>), 27,7 (C-<sub>22</sub>), 29,0 (C-<sub>29</sub>), 29,7 (C-<sub>27</sub>), 33,1 (C-<sub>7</sub>), 34,6 (C-<sub>20</sub>), 37,6 (C-<sub>10</sub>), 38,8 (C-<sub>15</sub>), 39,1 (C-<sub>1</sub>), 40,0 (C-<sub>4</sub>), 40,9 (C-<sub>8</sub>), 42,3 (C-<sub>18</sub>), 43,4 (C-<sub>19</sub>), 43,8 (C-<sub>14</sub>), 47,8 (C-<sub>9</sub>), 50,5 (C-<sub>17</sub>), 56,4 (C-<sub>5</sub>), 58,5 (C-<sub>2'</sub>), 67,2 (C-<sub>16</sub>), 67,7 (C-<sub>6'</sub>), 70,4 (C-<sub>5'''</sub>), 71,4 (C-<sub>2'''</sub>), 71,8 (C-<sub>5''</sub>), 72,8 (C-<sub>4''</sub>), 73,1 (C-<sub>4'''</sub>), 75,8 (C-<sub>3''</sub>), 76,4 (C-<sub>4'</sub>), 76,6 (C-<sub>3'''</sub>), 77,6 (C-<sub>3'</sub>), 78,1 (C-<sub>5'</sub>), 83,1 (C-<sub>2''</sub>), 83,9 (C-<sub>21</sub>), 88,6 (C-<sub>3</sub>), 104,1 (C-<sub>1'''</sub>), 105,4 (C-<sub>1'</sub>), 107,7 (C-<sub>1''</sub>), 125,1 (C-<sub>12</sub>), 140,5 (C-<sub>13</sub>), 170,5 (C-<sub>1'''</sub>), 181,5 (C-<sub>28</sub>).

### AF<sub>7</sub> ou Julibrosode A<sub>1</sub>



Aspect physique: Poudre amorphe

Formule brute: C<sub>53</sub>H<sub>84</sub>NO<sub>22</sub>

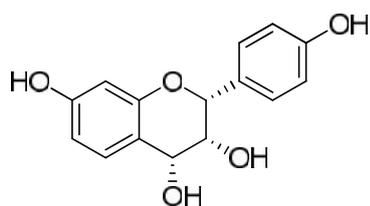
Spectre de masse en FAB: m/z 1095

[M+ Na]<sup>+</sup>

PF: 204-208 °C

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(Pyridin-d<sub>5</sub>, 100 MHz): 16,2 (C-<sub>25</sub>), 16,7 (C-<sub>26</sub>), 17,2 (C-<sub>24</sub>), 17,6 (C-<sub>6''</sub>), 18,6 (C-<sub>6</sub>), 24,2 (C-<sub>11</sub>), 24,6 (C-<sub>30</sub>), 27,2 (C-<sub>2</sub>), 27,5 (C-<sub>22</sub>), 28,5 (C-<sub>23</sub>), 29,0 (C-<sub>29</sub>), 29,4 (C-<sub>27</sub>), 33,0 (C-<sub>7</sub>), 34,5 (C-<sub>20</sub>), 37,4 (C-<sub>10</sub>), 38,6 (C-<sub>15</sub>), 39,1 (C-<sub>1</sub>), 40,1 (C-<sub>4</sub>), 40,8 (C-<sub>8</sub>), 42,2 (C-<sub>18</sub>), 43,3 (C-<sub>19</sub>), 43,7 (C-<sub>14</sub>), 47,7 (C-<sub>9</sub>), 50,4 (C-<sub>17</sub>), 56,4 (C-<sub>5</sub>), 63,0 (C-<sub>6''''</sub>), 67,2 (C-<sub>16</sub>), 67,7 (C-<sub>6'</sub>), 70,4 (C-<sub>5'''</sub>), 71,3 (C-<sub>5'</sub>), 71,7 (C-<sub>5''</sub>), 72,0 (C-<sub>3''''</sub>), 72,6 (C-<sub>4''</sub>), 75,8 (C-<sub>3''</sub>), 76,4 (C-<sub>4'''</sub>), 77,8 (C-<sub>2''''</sub>), 78,2 (C-<sub>4'</sub>), 78,4 (C-<sub>3'</sub>), 78,8 (C-<sub>3''''</sub>), 83,1 (C-<sub>2''</sub>), 83,6 (C-<sub>2'</sub>), 83,8 (C-<sub>21</sub>), 88,6 (C-<sub>3</sub>), 104,0 (C-<sub>1''</sub>), 105,4 (C-<sub>1'</sub>), 106,5 (C-<sub>1''''</sub>), 107,7 (C-<sub>1'''</sub>), 125,0 (C-<sub>12</sub>), 140,5 (C-<sub>13</sub>), 181,5 (C-<sub>28</sub>).

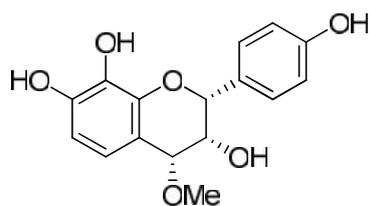
### AF<sub>3</sub> ou 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol



Aspect physique: gomme brune ; Formule brute: C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>5</sub>; Spectre de masse en HRESI: m/z 297,0841 [M+ Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>1</sup>H (Pyridin-d<sub>5</sub>, 400 MHz): 4,49 (H-<sub>3</sub>); 5,38 (H-<sub>2</sub>); 5,45 (H-<sub>4</sub>); 7,07 (H-<sub>5</sub>); 7,13 (H-<sub>AA'</sub>); 7,57 (H-<sub>6</sub>); 7,81 (H-<sub>BB'</sub>).

### AF<sub>2</sub> ou (2R, 3R, 4R)-2-(4-hydroxyphenyl)-4-methoxychroman-3,7,8-triol



Aspect physique: gomme brune

Formule brute: C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub>

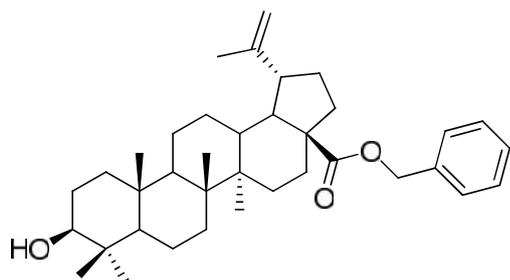
[ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>20</sup> -15

Spectre de masse en HRESI: m/z 327,0839

[M+ Na]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(Pyridin-d<sub>5</sub>, 100 MHz): 56,4 (CH<sub>3</sub>-O); 69,7 (C-<sub>3</sub>); 77,2 (C-<sub>2</sub>); 79,0 (C-<sub>4</sub>); 109,6 (C-<sub>6</sub>); 112,6 (C-<sub>4a</sub>); 116,1 (C-<sub>3'</sub> et C-<sub>5'</sub>); 123,0 (C-<sub>5</sub>); 130,4 (C-<sub>2'</sub> et C-<sub>6'</sub>); 130,9 (C-<sub>1'</sub>); 135,3 (C-<sub>8</sub>); 146,1 (C-<sub>8a</sub>); 148,8 (C-<sub>7</sub>); 159,0 (C-<sub>4'</sub>)

### HABA ou 3-hydroxylup-20(29)-en-28-oate de benzyle



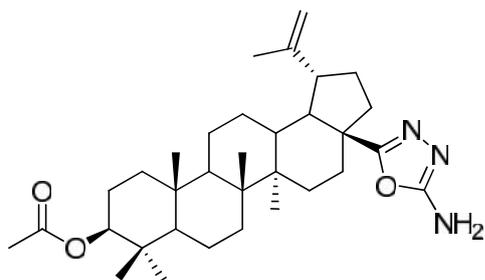
Aspect physique: poudre amorphe

Formule brute: C<sub>37</sub>H<sub>54</sub>O<sub>3</sub>

Spectre de masse en EI: m/z 546 [M]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>13</sup>C(CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz): 14,8 (C-<sub>27</sub>), 15,5 (C-<sub>24</sub>), 16,0 (C-<sub>26</sub>), 16,3 (C-<sub>25</sub>), 18,4 (C-<sub>6</sub>), 19,5 (C-<sub>30</sub>), 21,0 (C-<sub>11</sub>), 25,7 (C-<sub>12</sub>), 27,5 (C-<sub>2</sub>), 28,1 (C-<sub>23</sub>), 29,7 (C-<sub>15</sub>), 30,7 (C-<sub>21</sub>), 32,2 (C-<sub>16</sub>), 34,4 (C-<sub>7</sub>), 37,1 (C-<sub>22</sub>), 37,3 (C-<sub>10</sub>), 38,3 (C-<sub>13</sub>), 38,8 (C-<sub>1</sub>), 39,0 (C-<sub>4</sub>), 42,5 (C-<sub>8</sub> et C-<sub>14</sub>), 47,1 (C-<sub>19</sub>), 49,6 (C-<sub>18</sub>), 50,7 (C-<sub>9</sub>), 55,5 (C-<sub>5</sub>), 56,7 (C-<sub>17</sub>), 65,9 (C-<sub>1'</sub>), 79,2 (C-<sub>3</sub>), 109,7 (C-<sub>29</sub>), 128,2 (C-<sub>4'</sub>), 128,4 (C-<sub>2'</sub> et C-<sub>5'</sub>), 128,6 (C-<sub>3'</sub> et C-<sub>5'</sub>), 136,6 (C-<sub>1'</sub>), 150,7 (C-<sub>20</sub>)

**HABA<sub>1</sub> ou 3β-acetoxy-28-(1'',3'',4''-oxadiazole)lup-20(29)-ène (108)**



Aspect physique: poudre amorphe

Formule brute: C<sub>33</sub>H<sub>51</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>

Spectre de masse en ESI: m/z 538 [M+H]<sup>+</sup>

Spectre de RMN <sup>1</sup>H (CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz): 4,47 (H<sub>-3</sub>), 4,62 et 4,72 (H<sub>-29</sub>), 7,27 (NH<sub>2</sub>).

Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 125 MHz): 14,8 (C<sub>-27</sub>), 15,0 (C<sub>-24</sub>), 16,1 (C<sub>-26</sub>), 16,5 (C<sub>-25</sub>), 18,4 (C<sub>-6</sub>), 19,4 (C<sub>-30</sub>), 21,0 (C<sub>-11</sub>), 25,7 (C<sub>-12</sub>), 27,9 (C<sub>-2</sub>), 28,3 (C<sub>-23</sub>), 28,7 (C<sub>-15</sub>), 30,7 (C<sub>-21</sub>), 32,2 (C<sub>-16</sub>), 34,6 (C<sub>-7</sub>), 37,4 (C<sub>-22</sub>), 37,8 (C<sub>-10</sub>), 38,4 (C<sub>-13</sub>), 38,9 (C<sub>-1</sub>), 41,8 (C<sub>-4</sub>), 44,8 (C<sub>-8</sub> et C<sub>-14</sub>), 48,7 (C<sub>-19</sub>), 50,1 (C<sub>-18</sub>), 52,4 (C<sub>-9</sub>), 55,4 (C<sub>-5</sub>), 58,4 (C<sub>-17</sub>), 80,9 (C<sub>-3</sub>), 110,0 (C<sub>-29</sub>), 150,7 (C<sub>-20</sub>), 164,1 (C<sub>-2''</sub>), 171,0 (C<sub>-5''</sub>) et 171,1 (C<sub>-1''</sub>)

### **III.4 METHODES D'EVALUATION DES ACTIVITES ANTIMICROBIENNES DES EXTRAITS BRUTS, FRACTIONS ET COMPOSES ISOLES**

Plusieurs résistances microbiennes se transmettent non seulement localement mais aussi par des agents pathogènes nouvellement introduits. Les schémas de résistance aux antibiotiques peuvent varier localement et régionalement, afin que les données de surveillance soient collectées à partir des sources préalablement choisies. Généraliser l'utilisation des antibiotiques, c'est exercer une pression sélective qui agit comme une force motrice dans le développement de la résistance aux antibiotiques. Il est à noter que les facteurs de résistance, en particulier ceux réalisés sur des organismes vivants, peuvent se propager rapidement au sein des populations humaines et animales.

#### **III.4.1 MATERIEL**

##### **III.4.1.1 Bactéries et champignon utilisés**

Dans ce travail sur les composés isolés de *Albizia ferruginea*, des extraits et produits de *Ficus polita*, huit bactéries et un champignon constitués essentiellement des souches et isolats cliniques multirésistants ont été utilisées (Tableaux XXXIII et XXXIV). Il s'agit de *Providencia stuartii* (ATCC29916), *Pseudomonas aeruginosa* (PA01), *Klebsiella pneumoniae* (ATCC11296), *Staphylococcus aureus* (ATCC25922), *Salmonelle typhi* (ATCC6539), *Escherichia coli* (ATCC8739 et AG100), *Escherichia aerogenes* ATCC 13048, *Candida albicans* (ATCC9002).

##### **III.4.1.2 Milieux de culture**

Deux milieux de culture ont été utilisés dans ce travail: La gélose de Mueller Hinton ou Mueller Hinton Agar (MHA) pour la culture des bactéries, et le bouillon de Mueller Hinton (MHB) pour la détermination des concentrations minimales inhibitrices et concentration minimale microbicide (Mbaveng et *al.*, 2008). Les souches sont maintenues à 4°C dans les boîtes de pétri constituées de gélose fraîche et appropriée.

##### **III.4.1.3 Substances chimiques utilisées pour les tests antimicrobiens**

Le chloramphénicol, la tétracycline et la Nystatine utilisés comme antibiotiques de référence pour les tests antimicrobiens ici ont été fournis par Sigma-Aldrich (St. Quentin Fallavier, France).

## **III.4.2 METHODES**

### **III.4.2.1 Préparation des solutions mères d'extraits ou produits testés**

Les solutions mères d'extraits et produits ont été préparées dans 10% (v/v) de DMSO/MHB pour obtenir des concentrations finales égales à 512 µg/ml. En effet, un volume de DMSO égal à 10 % du volume de la solution mère à préparer a été ajouté dans la masse de l'extrait requise pour la concentration voulue. Le mélange a été alors solubilisé, puis homogénéisé au vortex et le volume complété avec le MHB.

### **III.4.2.2 Préparation des milieux de culture**

Le Mueller Hinton Agar (MHA) a été préparé tel qu'indiqué par le fabricant (Conda, Madrid, Spain) à raison de 38 g de poudre MHA pour un litre d'eau distillée et le bouillon de Mueller Hinton à raison de 21 g de poudre pour 1 litre d'eau distillée. Ces différents milieux ont été portés au bain-marie et stérilisés à l'autoclave «Ravi» à 121°C pendant 15 minutes.

### **III.4.2.3 Préparation des inocula**

Les suspensions bactériennes ont été préparées en prélevant quelques colonies de culture bactérienne de 18 heures, qui ont été diluées dans de l'eau distillée stérile jusqu'à obtention d'une turbidité équivalente à celle du point 0,5 de l'échelle de McFarland correspondant à la concentration  $1,5 \cdot 10^8$  UFC/ml. Ensuite, 147 µl de la suspension résultante ont été prélevés et introduits dans 10,853 ml de MHB pour avoir 11 ml d'un milieu inoculé à  $2 \cdot 10^6$  UFC/ml.

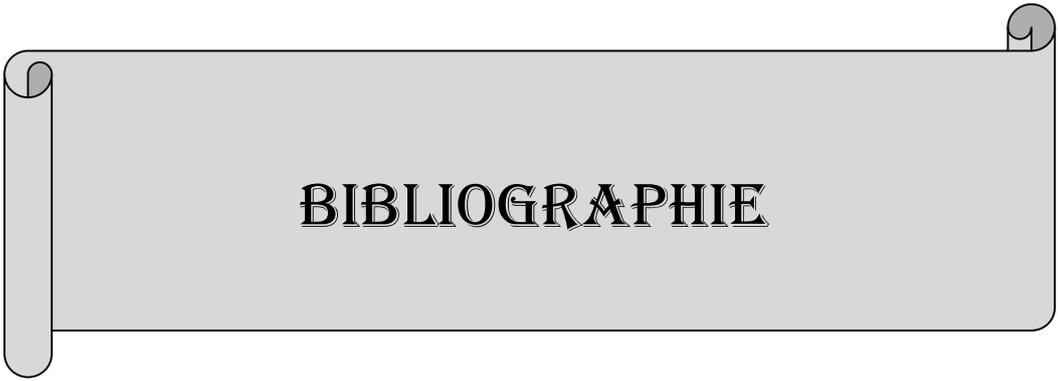
## **III.4.3 ÉVALUATION DES ACTIVITÉS ANTIMICROBIENNES DES EXTRAITS, FRACTIONS ET PRODUITS DE *F. POLITA* ET *A. FERRUGINEA***

L'effet de toutes les substances a été évalué vis-à-vis des différentes bactéries par la méthode de microdilution en milieu liquide (Newton *et al.*, 2002).

Dans les microplaques de 96 puits, 100 µl de bouillon de culture (MHB) ont été introduits dans chaque puits. Des concentrations d'extrait variant de 4-512 µg/ml pour les extraits, fractions et composés isolés et de 1-128 µg/ml pour le chloramphénicol et la nystatine utilisés comme antibiotiques de références selon une progression géométrique de raison 2 ont été ensuite ajoutées dans les premiers puits de chaque colonne. Enfin, 100 µl de milieu (MHB) inoculé avec le microorganisme à tester ont été introduits dans chaque puits pour une densité finale égale à  $1,5 \cdot 10^6$  UFC/ml. Des puits contenant uniquement le MHB et ceux contenant le MHB, l'inoculum et le DMSO à une concentration de 3% ont servi comme témoins négatifs tandis que d'autres contenant le chloramphénicol à des concentrations variant de 4-512 µg/ml ont servi comme témoins positifs (Kuetze *et al.*, 2010). Les microplaques ont été ensuite soigneusement recouvertes à l'aide du papier parafilm, puis

incubées. Après 24 heures d'incubation à 37°C, 40 µl d'une solution de *p*-iodonitrotétrazolium chloride (INT) 0,2 mg/ml ont été ajoutés dans chaque puits. Toutes les concentrations ayant empêché l'apparition de la coloration rose ont été prises comme concentrations inhibitrices dont la plus petite a été notée comme Concentration Minimale Inhibitrice (CMI).

Pour chaque série de dilution n'ayant pas reçu l'INT, 50 µl de solution de tous les puits correspondant aux concentrations supérieures ou égales à la CMI ont été prélevés et introduits dans de nouveaux puits contenant 150 µl de milieu de culture non supplémenté en extrait de plante, puis ré-incubés et révélés à l'INT après 48 heures d'incubation à 37°C. Toutes les concentrations ayant empêché l'apparition de la coloration rose ont été prises comme microbicides et la plus petite de ces dernières, retenue comme Concentration Minimale Microbicide (CMM). Les essais ont été réalisés en double et répétés trois fois.



## BIBLIOGRAPHIE

- Abu-Mustafa E.A., El-Tawil B.A.H., Fayez M.B.E.** Constituents of local plants. *Phytochemistry* **3**, 701-703, (1964).
- Adam J.G.** Flore Descriptible des Monts Nimbo. Paris, *Mémoires du Meseum National*, p. 681, (1971).
- Agrawal P. K.** NMR spectroscopy in the structural elucidation of oligosaccharides and glycosides. *Phytochemistry* **31**, 3307-3330, (1992).
- Ajit K.C., Bina D., Sibabrata M.** *Tetrahedron* **47**, 2337-2350, (1991).
- Ali M.** Techniques in terpenoid identification. Delhi: *Birla Publication* 284, (2001).
- Almasirad A., Vousooghi N., Tabatabai S. A., Kebriaeezadeh A., Shafiee A.** Synthesis, Anticonvulsant and Muscle Relaxant Activities of Substituted 1,3,4-oxadiazole, 1,3,4-thiadiazole and 1,2,4-triazole. *Acta Chimica Slovenica* **54**, 317-324, (2007).
- Ambassa P.** Composés phénoliques de *Dorstenia elliptica* bureau et *Dorstenia barteri* bureau Var *Multiradiata*. Synthèse totale et activité anti-cancéreuse des chalcones. Thèse de Doctorat/PhD en chimie organique. *Université de Yaoundé 1*, Cameroun, p. 4, (2007).
- Amponsah I. K.** Chemical constituents, anti-inflammatory, anti-oxidant and antimicrobial activities of the stem bark and leaves of *Ficus Exasperata* (VAHL). In partial fulfilment of the requirements for the award of the Degree of Doctor of Philosophy, Kwame Nkrumah University of Science and Technology, Ghana, pp. 153-154, (2012).
- Amoora D.G., Ping-Chung K., Li-Shian S., Chia-Ying L., Chang-Sheng K., Pei-Lin W., Tian-Shung W.** Phenanthroindolizidine alkaloids from the stems of *Ficus septica*. *Journal of Natural Product* **68**, 1071-1075, (2005).
- Arbonier M.** Arbre, arbuste et liane des zones sèches d'Afrique de l'Ouest. éd., *Muséum National d'Histoire Naturelle*, Paris 5ème, p. 411, (1961).
- Aubreville A.** Flore du Cameroun. Moracées 28 ; éd., *Muséum National d'Histoire Naturelle*, Paris 5ème **4**, 113-114, (1954).
- Babalola I., Shode O. F.** Ubiquitous Ursolic acid: A potential pentacyclic triterpene natural product. *Journal of pharmacognosy and Phytochemistry* **2**, 214-222, (2013).
- Baby J. et Raj S.J.** Phytopharmacological and Phytochemical properties of Three *Ficus* species

- an overview. *International Journal of Pharma and Bio Sciences* **1**, 246-253, (2010).
- Baek M. Y., Cho J. G., Lee D. Y., Ahn E. M., Jeong T. S., Baek N. I.** Isolation of triterpenoids from the stem bark of *Albizia julibrissin* and their inhibition activity on ACAT-1 and ACAT-2. *Journal Korean Society of Applied Chemistry* **53**, 310-315, (2010).
- Bailey L.** Manual of cultivated plants. New York, *Macmillan*, p. 388, (1958).
- Barrett A.G.M., Beall J.C., Braddock D.C., Flack K., Gibson V.C. and Salter M.M.** Asymmetric allylboration and ring closing alkene metathesis: A novel strategy for the synthesis of glycosphingolipids. *Journal of Organic Chemistry* **65**, 6508-6514, (2000).
- Bass W.J.** Natural occurring seco-ringA-triterpenoids and their possible biological significance. *Phytochemistry* **24**, 1875-1889, (1985).
- Basudan O.M., Ilyas M., Parveen M., Muhisen H.M., Kumar R.** A new chromene from *Ficus lyrata*. *Journal Asian of Natural Product Research* **7**, 81-85, (2005).
- Baumgartner B., Erdelmeier C. A. J., Wright A. D., Rali T., Sticher O.** An antimicrobial alkaloid from *Ficus septic*. *Phytochemistry* **29**, 3327-3330, (1990).
- Beckmann C., Rattke J., Sperling P., Heinz E., Boland W.** Stereochemistry of a bifunctional dihydroceramide 4-desaturase/hydroxylase from *Candida albicans*; a key enzyme of sphingolipid metabolism. *Organic and Biomolecular Chemistry* **1**, 2448-2454, (2003).
- Berg C. C.** Annotated check-list of the *Ficus* species of the African floristic region, with special reference and a key to taxa of southern Africa. *Kirkia*, **13**, pp. 253-291, (1990).
- Berg C. C.** *Ficus exasperata* Vahl. (Moraceae). *Flora Zembesiaca* **9**, p. 13, (1991).
- Berg C. C., Hijman M. E. E., Weerdenberg J. C. A.** *Moraceae: Flore du Cameroun*. Yaoundé, éd. *Mesres*, pp. 4-28, (1985).
- Berhaut J.** Flore Illustrée du Sénégal. Ministère du Developpement Rural et de l'hydraulique, Dakar, pp. 403-496, (1979).
- Bessot J.C., Tannous R., Newinger G., Feuerstoss D., Deblay F.; Pauli G.** Revue française d'allergologie et d'immunologie Clinique. éd., *Elsevier*, Paris, 319-349, (1993).

- Boiteau, Pasick B., Ratsimanaga A.R.** Libermann – Burchard in: Les triterpènes en physiologie végétale et animale. Paris, 55 quai des grands Augustins. éd. par Gautier Villars p. 469, (1964).
- Brown G.D.** The biosynthesis of steroids and triterpenoids. *Natural Product Repport* **15**, 653–696, (1998).
- Bruneton J.** Pharmacognosie, phytochimie et plantes médicinales. 2e éd, *Techniques de documentation Lavoisier*, 816-822, (1993).
- Cardose C.L.A., Villegas W., Barison A., Honda N.K.** Simultaneous determination of furanocoumarins in infusion and decoction from “carapia” (*Dorstenia* species) by high performance liquid chromatography. *Journal of Agricultural Food Chemistry* **50**, 1465-1470, (2002).
- Chaturvedula V. S. P., Prakash I.** Isolation of Stigmasterol and -Sitosterol from the dichloromethane extract of *Rubus suavissimus*. *International Current Pharmaceutical Journal* **1**, 239-242, (2012).
- Chawla A., Kaur R., Sharma A. K.** *Ficus carica* Linn.: A Review on its Pharmacognostic, Phytochemical and Pharmacological Aspects. *International Journal of Pharmacology and Phytopharmacology Research* **1**, 2012, 215-232, (2012).
- Chemler J. A., Lock L. T.** Standardized biosynthesis of flavan-3-ols with effets on pancreatic beta-cell Insulin Secretion. *Application Microbiology and Biotechnology* **77**, 797-807, (2007).
- Chiang Y.-M., Chang J.-H., Kuo C.-C., Chang C.-Y., Kuo Y.-H.** Cytotoxic triterpènes from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Phytochemistry* **66**, 495-501, (2005).
- Chiang Y.-M., Kuo Y.-H.** Novel triterpenoids from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Journal of Organic Chemistry* **67**, 7656-7661, (2002).
- Ching-Kuo L., Chung-Kuang L., Yueng-Hsiung K., Jiang-Zhi C., Guang-Zhong S.** New prenylated Flavonoïdes from the roots of *Ficus beecheyana* (Moraceae). *Journal of Chinese chemical society* **51**, 437-441, (2004).
- Coderch L., Lopez O., De la Maza A. and Parra J.L.** Ceramides and skin function. *American. Journal of Clinical Dermatology* **4**, 107-129, (2003).

- Cordell G. A., Pezzuto J. M., Kingborn A. D.** Constituents of the leaves and twigs of *Ficus hispida*. *Planta Medica* **68**, 186-188, (2002).
- Czarnik A.W.** Accounts of Chemistry Research **29**, 112-113, (1996).
- Damanpreet S., Bikram S. , Rajesh K. G.** Traditional uses, phytochemistry and pharmacology of *Ficus religiosa*: A review. *Journal of Ethnopharmacology* **134**, 565–583, (2011).
- Damu A. G., Kuo P.-C., Shi L.-S., Li C.-Y., Su C.-R., Wu T.-S.** Cytotoxic Phenanthroindolizidine Alkaloids from the Roots of *Ficus septica*. *Planta Med.* **75**, 1152–1156, (2009).
- Damu A. G., Kuo P.-C., Shi L.-S., Li C.-Y., Kuoh C.-S., Wu P.-L., Wu T.-S.** Phenanthroindolizidine alkaloid from the stem of *Ficus septic*. *Journal of Natural Products* **68**, 1071-1075, (2005).
- De La Mensbrughe G.** Germination et Plantules des Essences Arborées de la Forêt Dense Humide de la Côte d’Ivoire. Paris, *Seine*, p. 101, (1966).
- Diaz G., Arruda A., Mara S., Muller A.** Methoxyflavones from *Ficus maxima*. *Phytochemistry* **45**, 1697-1699, (1997).
- Dixon R., Steele C.** Flavonoids and isoflavonoids: a good mine for methanolic engineering. *Trends Plants Science* **4**, 394-400, (1999).
- Dongfack M. D. J., Lallemand M-C., Kuete V., Mbazona C. D., Wansi J-D., Trinh-van-Dufat H., Michel S., Wandji J.** A new Sphingolipid and furanocoumarins with Antimicrobial Activity from *Ficus exasperata*. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* **60**(8), 1072-1075, (2012)..
- Doucet J. F.** Traduction de l’introduction de la première publication de Fleming sur la pénicilline. *Oslo*, pp. 80-82, (1998).
- Drusano G. L., Standiford H. C., Plaisance K., Forrest A., Leslie J., Caldwell J.** Absolute oral bioavailability of ciprofloxacin. *Antimicrobial Agents Chemother* **30**(3), 444-446, (1986).
- Fabiyi O. A., Atolani O., Adeyemi O. S., Olatunji G. A.** Antioxidant and Cytotoxicity of Amyrin acetate fraction from *Bridelia ferruginea* Leaves. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 981-984, (2012).

- Fahy E., Subramaniam S., Brown H.A., Glass C.K., Merrill A.H., Raetz C.R., Russell D.W., Seyama Y., Shaw W., Mee G.V., Vannieuwenhze M.S., White S.H., Witztum J.L., Dennis E.A.** A comprehensive classification system for lipids. *Journal of lipid research* **46**, 839-861, (2005).
- Flahaut A., Wylberman P.** Des épidémies et des hommes. éd. *La Martinière*, p. 4, (2008).
- Franke K., Porzel A., Masaoud M., Adam G., Schmidt J.** Furanocoumarins from *Dorstenia gigas*. *Phytochemistry* **56**, 611-621, (2001).
- Furuya T., Yataka D., Hayashi C.** Triterpenoids from *Eucalyptus perriniana*. Culture cells. *Phytochemistry* **26**, 715-719, (1987).
- Gafur M. A., Obata T., Kiuchi F., Tsuda Y.** *Acacia concinna* Saponins. I. Structures of Prosapogenols, Concinnosides A-F, Isolated from the Alkaline Hydrolysate of the Highly Polar Saponin Fraction. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* **45**, 620-625, (1997).
- Gewali M. B., Hattori M., Tezuka Y., Kikuchi T., Namba T.** Constituents of the Latex of *Euphorbia antiqorum*. *Phytochemistry* **29**, 1625-1628, (1990).
- Giner J.L., Berkowitz J.D., Andersson T.** Nonpolar Components of the Latex of *Euphorbia peplus*. *Journal of Natural Product* **63**, 267-269, (2000).
- Gonzalez M. S., Rosazza J. P. N.** Microbial transformation of chalcones: hydroxylation, O-dimethylation and cyclisation to flavanones. *Journal of Natural Products* **67**, 553-558, (2004).
- Govendir M.** (2011). Plasma concentrations of chloramphenicol after subcutaneous administration to koalas (*Phascolarctos cinereus*) with chlamydiosis. *Journal of Veterinary Pharmacology Therapeutics* **35**, 147-154.
- Hanada K.** Sphingolipids in Infectious Diseases. *Japan Journal of Infectious Diseases* **58**, 131-148, (2005).
- Hélène L., Citerne R., Pennington T., Quentin C. C. B.** An apparent reversal in floral symmetry in the legume *Cordia* is a homeotic transformation. *Proceedings of national academy of science* **103**, 12017–12020, (2006).
- Hernandez-Chavez I., Torres-Tapia L. W., Sima-Polanca P., Cedillo-Rivera R., Moo-Puc R., Peraza-Sanchez S. R.** Antigiardial Activity of *Cupania dentata* Bark and its Constituents. *Journal of Mexican Chemical Society* **56**, 105-108, (2012).

- Hosain S. B., Sultana S. Haque A.** Studies on antibacterial, cytotoxic and antioxidant properties of the seeds and leaves of *Ficus racemosa*. *International Journal of Pharmaceutical Studies and Research* **2**, 1040-1045, (2011).
- Hostettmann K., Marston A.** Saponins: Chemistry and Pharmacology of Natural Products. *Cambridge University Press*, p.132, (1995).
- Ikeda T., Fuiwara S., Kinjo J., Nohara T., Ida Y., Shoji J., Shingu T., Isobe R., Kajimoto T.** Three new triterpenoidal saponins acylated with monoterpenic acid from *Albizziae cortex*. *Bulletin Chemical Society Japanese* **68**, 3483-3490, (1995).
- Ishii T., Okino T., Mino Y.** A Ceramide and Cerebroside from the Starfish *Asterias amurensis* Lütken and Their Plant-Growth Promotion Activities. *Journal of Natural Products* **69**, 1080-1082,(2006).
- Jeon C. C., Park M. S., Yoon C. H., Sin H. S., Um S. J.** Antitumor activity of spinaterol isolated from *Pueraria* roots. *Experimental and Molecular Medicine* **37**, 111-120, (2005).
- Ji Y. , Xiao-Qi Z. , Ying W. , Qing-Wen Z., Jian-Xin C. and Wen-Cai Y.** Two new phenolic compounds from the roots of *Ficus hirta*. *Natural Product Research* **24**, 621–625, (2010).
- Jimenez C., Marcos M., Villaverde M. C., Riguera R., Castedo L., Stermitz F.** A Chromone from *Zanthoxylum species*. *Phytochemistry* **28**, 1992-1993, (1989).
- Jitajima J., Aroi M., and Takana Y.** Triterpénoïd constituent of *Ficus thunbergii* (Moraceae). *Chemical pharmaceutical Bulletin* **42**, 608-610, (1994).
- Johns S., Russel J.H.** Ficin, a novel flavonoidal alkaloids from *Ficus pantoniana*. *Tetrahedron Letters* **24**, 4414-4438, (1965).
- Juceni P., Jailton F., Jorge M. D., Alaise G. G., Fernanda W. M. L., Geórgia L. S. S.** New Triterpene and Antibacterial Labdenoic Acid Derivatives from *Moldenhawera nutans*. *Journal of. Brazilian Chemical Society* **18**, 1585-1589, (2007).
- Jung H.A., Hung H.Y., Jung J.H., Choi J.S.** A new pentacyclic triterpenoids glucoside from *Prumus serrulata var Spintanea*. *Chemical of Pharmacology Belletin* **52**, 157-159, (2004).

- Kamdem R. S. T., Wafo P., Yousuf S., Ali Z., Adhikari A., Rasheed S., Khan I. A., Ngadjui T. B., Fun H., Choudhary M. I.** Canarene: A triterpenoid with a Unique Carbon skeleton from *Canarium schweinfurthii*. *Organic Letters* **13**, 5492-5495, (2011).
- Kang J., Huo C. H., Li Z., Li Z. P.** New Ceramides from the Flower of *Albizia julibrissin*. *Chinese Chemical Letters* **18**, 181-184, (2007).
- Kaouadji M., Doucouré A., Mariotte A. M., Chulia A. J., Thomasson F.** Flavonol triglycosides from *Blackstonia peroliata*. *Phytochemistry* **29**, 1283-1286, (1990).
- Kang T. H., Jeong S. J., Kim N. Y., Higuchi R., Kim Y. C.** Sedative activity of two flavonol glycosides isolated from the flowers of *Albizzia julibrissin*. *Journal of Ethnopharmacology*, **71**, 321–323, (2000).
- Kerhara J.** La pharmacopée traditionnelle Sénégalaise, plantes médicinales et toxiques. Paris, éd., Vigot-frère, pp. 587-594, (1974).
- Khan M.R., Timi D.** Constituents of the root and stem barks of *Diospyros villosiuscula*. *Fitoterapia* **70**, 209-211, (1999).
- Kim K. H., Moon E., Choi S. U., Kim S. Y., Lee K. R.** Polyphenols from the bark of *Rhus verniciflua* and their biological evaluation on antitumor and anti-inflammatory activities. *Phytochemistry* **92**, 113–121, (2013).
- Kinjo J., Araki K., Fukui K., Higuchi H., Ikeda T., Nohara T., Ida Y., Takemoto N., Miyakoshi M., Shoji J.** Six new triterpenoidal glycosides including two new sapogenols from *Albizzia cortex*. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* **40**, 3269-3273, (1992).
- Kitajima J., Kimizuka K., Tanaka Y.** New sterols and triterpenoids of *Ficus pumila* fruits. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* **46**, 1408-1411, (1998).
- Kitajima J., Kimizuka K., Tanaka Y.** New Dammarane-Type Acetylated Triterpenoids and Their Related Compounds of *Ficus pumila* Fruits. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* **47**, 1138—1140, (1999).
- Krief S., Thoison O., Sevenet T., Wrangham R. W., Lavaud C.** Triterpoid Saponin Anthranilates from *Albizia grandibracteata* Leaves Ingested by Primates in Uganda. *Journal of Natural Products* **68**, 897-903, (2005).

- Kuete V., Kamga J., Sandjo L. P., Ngameni B., Poumale H.M.P., Ambassa P., Ngadjui B. T.** Antimicrobial activities of the methanol extract, fractions and compounds from *Ficus polita Vahl.* (Moraceae). *BMC, Complementary and Alternative Medicine* **11**, 1-6, (2011).
- Kuete V., Nana F., Ngameni B., Mbaveng T. A., Keumedjio F., Ngadjui T. B.** Antimicrobial activity of the crude extract, fractions and compounds from stem bark of *Ficus ovata* (Moraceae). *Journal of Ethnopharmacology* **124**, 556–561, (2009).
- Kuete V., Ngameni B., Tangmouo J.G., Bolla J-M., Alibert-Franco S., Ngadjui B.T., Pagès J-M.** Efflux Pumps Are Involved in the Defence of Gram-Negative Bacterial against the Natural Products Isobavachalcone and Diospyrone. *Antimicrobial Agents and Chemotherapy* **54**, 1749–1752, (2010).
- Kuete, V., Ngameni, B., Simo, C.C., Tankeu, R.K., Ngadjui, B.T., Meyer, J.J., Kuate, J.R.** Antimicrobial activity of the crude extracts and compounds from *Ficus chlamydocarpa* and *Ficus cordata* (Moraceae). *Journal of Ethnopharmacology* **120**, 17–24, (2008).
- Kuster R.M., R.R. Gernardo, J.R. Antonio, J.P. Parente, W.B. Mors.** Furanocoumarins from the rhizomes of *Dorstenia brasiliensis*. *Phytochemistry* **36**, 221-223, (1994).
- Lacaille-Dubois M.-A., Pegnyemb D. E., Note O. P., Mitaine-Offer A.-C.** A review of acacic acid-type saponins from Leguminosae-Mimosoideae as potent cytotoxic and apoptosis inducing agents. *Phytochemistry Review* **10**, 565–584, (2011).
- Lee C. K., Lu C. K., Kuo Y. H., Chen J. Z., Sun G. Z.** New prenylated flavones from the roots of *Ficus beecheyana*. *Journal of the Chinese Chemical Society* **51**, 437-441, (2004).
- Li Guan Et X., Wenk M. R.** Mass spectrometry-based profiling of phospholipids and sphingolipids in extracts from *Saccharomyces cerevisiae*. *Yeast* **23**, 465-477, (2006).
- Li Y.C., Kuo H.Y.** Two new isoflavone from the barks of *Ficus microcarpa* L.. *Journal of Natural. Product* **60**, 292-293, (1997).
- Liu R., Li A., Sun A., Kong L.** Preparative isolation and purification of psoralen and isopsoralen from *Psoralea corylifolia* by high-speed counter-current chromatography. *Journal of Chromatography A* **1057**, 225-228, (2004).

- Liu R., Ma S., Yu S., Pei Y., Zhang S., Chen X., Zhang J.** Cytotoxic oleanane triterpene saponins from *Albizia chinensis*. *Journal of Natural Products* **72**, 632-639, (2009).
- Lu Z., Jian Z., Yuying Z., Bin W., Lijun W. and Hong L.** Three anti-tumor saponins from *Albizia julibrissin*. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* **16**, 2765-2768, (2006).
- Luszczki J., Andea-Mach M., Glensk M., Shalicka-Wozniak K.** Anticonvulsant effects of four linear furanocoumarins, bergapten, imperatorin, oxypencedanin, and xanthotoxin, in the mouse maximal electrochock-induced seizure model: a comparative study. *Pharmacological Reports* **62**, 1231-1236, (2010).
- Mahato S. B., Kundu A. P.** <sup>13</sup>C NMR spectra of pentacyclic triterpenoids. A compilation and some salient features. *Phytochemistry* **37**, 1517-1575, (1994).
- Mahato S.B., Sen S.** Advances in triterpenoid research, 1990-1994. *Phytochemistry* **44**, 1185-236, (1997).
- Malan E., Sireeparsad A.** The structure and synthesis of the first dimeric proteracacinidins from *Acacia galpinii*. *Phytochemistry* **38**, 237-239, (1995).
- Migahid A. M.** Flora of Saudi Arabia: *ALBIZIA*, *Albizia* L. Vol. II 3<sup>rd</sup> éd. *Riyadh University Publication*, p. 8, (1989).
- Mandal S. C., Kumar C. K. A.** Studies on anti-diarrhoeal activity of *Ficus hispida* leaf extract in rats. *Fitoterapia* **73**, 663-667, (2002).
- Mar W., Tan G.T., Cordell A.G., Pezzuto J.M.** Biological activity of novel macrocyclic alkaloids (Budmunchiamines) from *Albizia amara* detected on the basis of interaction with DNA. *Journal of Natural Products* **54**, 1531-1542, (1991).
- Masaoud M., Schmidt J., Adam G.** Sterols and triterpenoids from *Dracaena cinnabari*. *Phytochemistry* **38**, 795-796, (1995).
- Mau-Sun C., Yuh-Cheng Y., Yuh-Chi K., Yueh-Hsiung K., Chen C., Chin-Mei C., Tzong-Huei L.** Furanocoumarin glycosides from the leaves of *Ficus ruficaulis* Merr. *Var. antaoensis*. *Journal of Natural Products* **68**, 11-13, (2005).

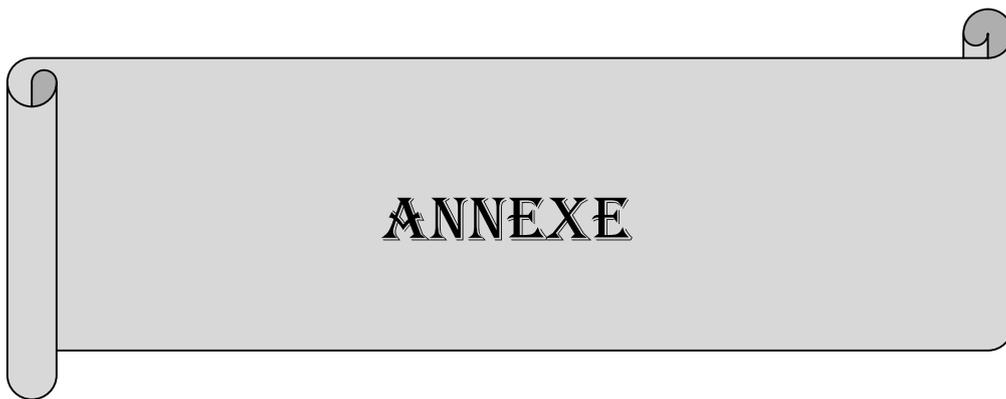
- Mbaveng A.T., Kuete V., Nguemaving J. R., Krohn K., Nkengfack A. E., Meyer J. J. M., Lall N.** Antimicrobial activity of the extracts and compounds from *Vismia guineensis* (Guttiferae). *Asian Journal of Traditional Medicine* **3**, 211-223, (2008).
- Mbosso E. J. T., Nguedia J. C. A., Lenta B. N., Ngouela S., Lallemand B., Meyer F., Mathieu V., Antwerpen P. V., Njunda A. L., Adiogo D., Tsamo E., Looze Y., Kiss R., Wintjen R.** Ceramide, cerebroside and triterpenoid saponin from the bark of aerial roots of *Ficus elastica* (Moraceae). *Phytochemistry* **83**, 95–103, (2012).
- Moreno-Labanda J. F., Mallavia R., Perez-Fons L., Lizama V., Saura D., Micol V.,** Determination of Piceid and Resveratrol in Spanish wines deriving from *Monastrell* (*Vitis vinifera* L.) Grape variety. *Journal of Agriculture Food Chemistry* **52**, 5396-5403, (2004).
- Muller M., Byres M., Jaspars M., Kumarasamy Y., Middleton M., Nahar L., Shoeb M., Sarker D. S.** 2D NMR spectroscopic analyses of archangelicin from the seeds of *Angelica archangelica*. *Acta Pharmaceutica* **54**, 277-285, (2004).
- Nana F., Sandjo L. P., Keumedjio F., Ambassa P., Malik R., Kuete V., Rinchevaland V., Choudhary M. I., Ngadjui B. T.** Ceramides and cytotoxic constituents from *Ficus glumosa* Del. (Moraceae). *Journal of Brazilian Chemical Society* **23**, 482-487, (2012).
- Newton S. M., Lau C., Gurcha S. S., Besra G. S., Wrigth C. W.** The evaluation of forty-three plant species for in vitro antiyobacterial activities; isolation of active constituents from *Psoralea corylifolia* and *Sanguinaria Canadensis*. *Journal of Ethnopharmacology* **79**, 57-67, (2002).
- Noté L. O. P.** Valorisation des plantes médicinales du Cameroun: Etudes phytochimique et pharmacologique de quelques plantes issues de la biodiversité Africaine: *Tetrapleura tetraptera*, *Albizia coriaria* et *Piptadeniastrum africanum* (Leguminosae-Mimosoideae). Thèse en co-tutelle de Doctorat/Ph.D Université de Bourgogne, France/ Université de Yaoundé I, Cameroun pp 47-50, (2009).
- O’Kennedy R., Thornes R.O.** Coumarins: biology, application and mode of action. *Wiley and sons* 5-10, (1997).
- Ovenden S. P. B., Cao S., Leong C., Flotow H., Gupta M. P., Buss A. D., Butler M. S.** Spermene Alkaloids from *Albizia adinocephala* with activity against *Plasmodium falciparum* plasmepsin II. *Phytochemistry* **60**, 175-177, (2002).

- Paris R.R. et Moyses H.** Précis de matière médicale. Paris IV, Tome 1, éd. *Mason*, pp. 89-110, (1965).
- Parrotta J. A.** *Albizia lebbek* (L.) Benth. In: Vozzo, J. A., editor. Tropical Tree Seed Manual. Washington, DC.: *USDA Forest Service*, pp. 274-276, (2002).
- Parveena M., Ghaliba R. M., Mehdia S. H., Rehman S.Z. et Alic M.** A new triterpenoid from the leaves of *Ficus benjamina* (var. *comosa*). *Natural Product Research* **23**, 729–736, (2009).
- Pietta P. G.** Flavonoids as antioxidant. *Journal of Natural Products* **63**, 1035-1042, (2000).
- Poumale H. M. P., Kengap R. T., Tchouankeu J. C., Keumedjio F., Laatsch H., Ngadjui B. T.** Pentacyclic, triterpenes and other constituents from *Ficus cordata* (Moraceae). *Zeitschrift fur Naturforsch* **63b**, 1335-1338, (2008).
- Ragasa C. Y., Lim K.** Sterols from *Cucurbita maxima*. *Philippine Journal of Science* **134**, 83-87, (2005).
- RC consultée le 27 Février 2012 à 11h 32.**  
[http://www.figweb.org/Ficus/images/polita/Ficus\\_polita\\_JYR2\\_600.jpg.htm](http://www.figweb.org/Ficus/images/polita/Ficus_polita_JYR2_600.jpg.htm)
- RC consultée le 2 avril 2009 à 9h20.** The lipid library, ceramides: structure, occurrence, biosynthesis and analysis. [www.lipidlibrary.co.uk/lipids/ceramide/file.pdf](http://www.lipidlibrary.co.uk/lipids/ceramide/file.pdf)
- RC consultée le 3 avril 2009 à 10h.** Toulouse 2005-resumés, [www.gerli.com/abstract2.htm](http://www.gerli.com/abstract2.htm)
- RC page consultée le 2 avril 2009 à 9h.** développement, des céramides biotechnologiques [en ligne], [www.cbb-developpement.com/00/1997.htm](http://www.cbb-developpement.com/00/1997.htm).
- Roumagnac P., Weill F. X., Dolecek C., Baker S., Brisse S., Nguyen T. C., Thi A. H. L., Acosta J. C., Farrar J., Dougan G., Achtman M.** Reports evolutionary history of *Salmonella typhi*. *Science* **314**, 1301-1304, (2006).
- Rubinstein I., Goad J. L., Clague A. D. H., Mulheirn L. J.** The 220 MHz NMR Spectra of phytosterols. *Phytochemistry* **15**, 195-200, (1976).
- Rukungu G. M. and Waterman P. G.** Triterpenes of *Albizia versicolor* and *Albizia schimperana* stem barks. *Fitoterapia* **72**, 188-190, (2001).

- Sabatie B.** Flore du Cameroun Moraceae. (Cecropiaceae). éd. *Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche scientifique (MESRES)*. Yaoundé-Cameroun 154-158, (1985).
- Saha S., Subrahmanyam E. V. S., Kodangala C., Shastry S. C.** Isolation and Characterization of Triterpenoids and Fatty Acid ester of Triterpenoids from *Leaves Bauhinia variegata*. *Der Pharma Chemica* **3**, 28-37, (2011).
- Sanchez S. R. P., Chai H. B., Shin Y. G., Santisuk T., Reutrakul V., Farnsworth N. R., Cordell G. A., Pezzuto J. M., Kingborn A. D.** Constituents of the leaves and twigs of *Ficus hispida*. *Planta Medica* **68**, 186-188, (2002).
- Sandjo L. P.** Ceramides, Cerebrosides, and related long chains containing derivatives from the medicinal plants of Africa. Edited by Kuete V. *Medicinal Plant Research in Africa* (Review), pp. 607-620, (2013).
- Seebacher W., Simic N., Weis R., Saf R., Kunert O.** Complete assignment of  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$  NMR resonance of oleanolic acid, 18 -oleanolic acid, ursolic acid and their 11-oxo derivatives. *Magnetic Resonance in Chemistry* **41**, 636-638 (2003).
- Seigler D. S.** In *Plant Secondary Metabolism*, Kluwer Academic Publishers, 433, (1998).
- Seraia A. S., Tsybulia N. V., Dul'tseva G. G.** Role of some species of *Ficus* in amelioration of environment. *Aviakosm Ekolog Medicinal* **42**, 66-70, (2008).
- Sergio R., Sanchez P., Hee-Byung C., Shin Y. G., Santisuk T., Reutrakul V., Norman R. F., Cordell G. A., Pezzuto J. M., Kinghorn A. D.** Constituent of the leaves and twigs of *Ficus hispida* (Moraceae). *Planta Medica*, **68**, 186-188, (2002).
- Shai R., Yoel K., Ruth R., Michael S., Raphael M.** Suppressors of cancer cell proliferation from *Ficus carica* resin: isolation and structure elucidation. *Journal of Natural Products* **64**, 993-996, (2001).
- Sharma P., Roy B., Anurag K., Dinesh G.** Pentacyclic Triterpenoids from *Betula utilis* and *Hyptis suaveolens*. *International Journal of PharmTech Research* **2**, 1558-1532, (2010).
- Sin N., Liu Z., Swidorski J., Sit S-Y., Chen J., Chen Y., Meanwell N. A., Regueiro-Ren A.** C-17 bicyclic amines of triterpenoids with HIV maturation inhibitory activity. *Patent Application Publication, No: US 2013/0296554 A1*, 1-114, (2013).

- Singh D., Goel R. K.** Anticonvulsant effect of *Ficus religiosa* (Moraceae): Role of serotonergic pathway. *Journal of Ethnopharmacology* **123**, 2330-334, (2009).
- Supaluk P., Puttirat S., Rungrot C., Somsak R., Virapong P.** New bioactive triterpenoids and antimalarial activity of *Diospyros rubra* Lec.. *Experimental and Clinical Sciences Journal* **9**, 1-10, (2010).
- Swain L. A., Quirke J. M. E., Winkle S. A., Downum K. R.** A furanocoumarin from *Dorstenia contrajerva*. *Phytochemistry* **30**, 4196-4197, (1991).
- Tamokou J. D., Mpetga D.J.S., Lunga P.K., Tene M., Tane P. and Kuate J. R.** Antioxidant and antimicrobial activities of ethyl acetate extract, fractions and compounds from stem bark of *Albizia adianthifolia* (Mimosoideae). *BMC Complementary and Alternative Medicine* **12**, 99, 1-10, (2012).
- Tan R.X., Chen J. H.** The cerebrosides. *Natural Products Reports* **20**, 509-534, (2003).
- Tandon M., Yogendra N. S., Raghunath S. T. (1990).** Steroids glycosides from *Asparagus adscendens*. *Phytochemistry* **29**, 2957-2959, (2003).
- Uddin G., Waliullah, Siddiqui B. S., Alam M., Sadat A., Ahmad A., Uddin A.** Chemical Constituents and Phytotoxicity of Solvent Extracted Fractions of Stem bark of *Grewia optiva* Drummond ex Burret. *Middle East Journal of Scientific Research* **8**, 85-91, (2011).
- Uddin R., Sinha S., Hossain A., Kaiser A., Hossain K., Rashid M. A.** Chemical and Biological investigation of *Justicia gendarussa* (Burn f.). *Dhaka University Journal of Science* **10**, 53-57, (2011).
- Wafo P., Kamdem R. S. T., Ali Z., Anjum S., Khan S. N., Begum A., Krohn K., Abegaz B. M., Ngadjui B. T., Choudhary M. I.** Dubosic acid: -glucosidase inhibitor with an unprecedented triterpenoidal carbon skeleton from *Duboscia macrocarpa*. *Organic Letters* **12**, 5760-5763, (2010).
- Wang Y. P., Zhu Z. Y., Yang J.S.** Determination of oleanolic acid and total saponins in *Aralia* L.. *Zhongguo Zhongyao Zazhi* **23**, 518-521, (1998).
- Wang Y., Tongle D., Lin L., Yuanjiang P., Xiaoxiang Z.** Bioassay-guided isolation of antiatherosclerotic phytochemicals from *Artocarpus altilis*. *Phytotherapy research* **20**, 1052-1055, (2006).

- Wansi D.** Contribution à l'étude phytochimique de deux plantes médicinales du Cameroun: *Gambeya africana* (Sapotaceae) et *Drypetes molunduana* (Euphorbiaceae). Thèse de Doctorat 3<sup>e</sup> Cycle en Chimie Organique, *Université de Yaoundé 1*, 22-23, (2000).
- Watcho P., Zelefack F., Ngouela S., Nguenefack T. B., Kamtchouing P., Tsamo E., Kamanyi A.** Enhancement of erectile fonction of sexually naïve rats by  $\beta$ -sitosterol and  $\beta$ -amyrin acetate isolated from the hexane extract of *Mondia whitei*. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 1266-1269, (2012).
- Welter W., Bertina M., Nuno A.P.** Natural plant products active against snakebite, the molecular approach. *Phytochemistry* **55**, 463-482, (2000).
- Woheller, Forkmann G.** In flavonoids, Advance in research since 1980. Chapman and Hall, London, Ed *Journal B. Harbonne*, 399-401, (1998).
- WHO.** Guideline for the assessment of herbal medicines. WHO expert committee on specification for pharmaceutical preparation. *Technical report series* no. 1975, **9**, 97-118, (1996).
- Woo W. S. and Kang S. S.** Isolation of a new monoterpene conjugated triterpenoid from the stem bark of *Albizia julibrissin*. *Journal of Natural Products* **47**, 547-549, (1984).
- Yashinari K., Shimazuki N., Sashida Y., Mimaki Y.** Flavanone xyloside and lignans from *Prunus jamasakura* bark. *Phytochemistry* **29**, 1675-1678, (1990).
- Yi-Ming C., Yueh-Hsiung K.** Novel Triterpenoids from the Aerial Roots of *Ficus microcarpa*. *Journal of Organic Chemistry* **67**, 7656-7661, (2002).
- Yi-Ming C., Yueh-Hsiung K.** Two novel  $\beta$ -tocopheroids from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Tetrahedron Letters*, **44**, 5125-5128, (2003).



## **TESTS CARACTERISTIQUES DES COMPOSES ISOLEES (Saha et al., 2011)**

### **1- TEST DE PHENOLS (au chlorure ferrique)**

Dissoudre le composé phénolique dans quelques ml d'eau ou dans un mélange eau-éthanol à 25°C. Si le produit n'est pas soluble dans de l'eau. Y ajouter quelques gouttes d'une solution aqueuse de chlorure ferrique ( $\text{FeCl}_3$  0,2 M). Il se forme un complexe de type  $[\text{Fe}(\text{OAr})_6]^{3-}$  de couleur bleue, rouge, violette ou verte, selon la structure du composé phénolique.

### **2- TEST DE MOLISH (Caractéristiques des sucres)**

Dans un tube à essai, dissoudre une petite quantité de produit dans le méthanol. Dissoudre 100 mg de  $\alpha$ -naphthol dans 10 ml d'éthanol. Prélever 2 ml de cette solution et l'ajouter à la solution du produit puis homogénéiser. Faire couler doucement quelques gouttes d'acide sulfurique concentré sur le mélange. L'observation d'une coloration violette à l'interface indique la présence d'un sucre.

### **3- TEST DE LIEBERMANN-BURCHARD (caractéristiques des triterpènes et des stérols)**

Dissoudre une petite quantité de substance dans le chloroforme ou le dichlorométhane. Y ajouter quelques gouttes d'anhydride acétique ainsi que l'acide sulfurique concentré. Les triterpènes et leurs saponines se manifestent par changement de coloration du rouge intense au vert foncé en passant par le violet alors que les stérols présentent une coloration bleue.

### **4- TEST DE SHINODA (caractéristiques des flavonoïdes)**

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

### **5- TEST DE ZIMMERMANN-REINHARDT (caractéristiques des groupements carbonyles)**

Le réactif de Zimmermann-Reinhardt est utilisé lorsqu'un dosage de solutions d'ion fer (II) par le permanganate de potassium, se fait en présence d'ions chlorures. Il permet d'optimiser les conditions opératoires. Le réactif est composé de sulfate de manganèse, d'acide sulfurique et d'acide phosphorique. La préparation de ce réactif demande à:

- Dissoudre 80 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  dans 300 mL d'eau;
- Ajouter 150 mL d'acide sulfurique concentré;

- Ajouter 300 mL d'eau déminéralisée et 150 mL d'acide phosphorique (85%), ajuster à 1 L.

## **6- TEST DES SAPONINES**

Dans un tube à essai contenant 5 mL du produit, on ajoute une goutte de bicarbonate de sodium, puis on secoue vigoureusement et ensuite on laisse reposer pour trois minutes. La formation d'une mousse comparable à un nid d'abeille indique la présence de saponines.

## **7- TEST DE DRAGENDORFF**

Dans un tube à essai contenant 5 mL d'eau distillée, ajoutons 2 mg de notre produit et 2M d'acide chlorhydrique et laissons la réaction se produire. Dans cette réaction, 1 mL du réactif de Dragendorff est introduit et l'apparition de précipités rouge ou rouge orangés indiquent la présence des alcaloïdes.

## LISTE DE PUBLICATIONS

**Kamga J.**, Sandjo L. P., Poumale H. M. P, Ngameni B., Shiono Y., Yemloul M., Rincheval V., Ngadjui T. B., Kirsch G. Politamide, a new constituent from the stem bark of *Ficus polita* Vahl (Moraceae). *Arkivoc* (ii), 323-329 (2010).

Kuete V., **Kamga J.**, Sandjo L. P., Ngameni B., Poumale H. M. P., Ambassa P., Ngadjui T. B. Antimicrobial activities of the methanol extract, fractions and compounds from *Ficus polita* Vahl. (Moraceae). *BMC Complementary and Alternative Medicine* **11**:6 (2011).

**Kamga J.**, Sandjo L. P., Sarikahya N. B., Kirmizigül S., Kuete V., Ngadjui T.B. Albiziaflavane A: A New flavane from *Albizia ferruginea* (Mimosoideae). *Natural Product Research*, 28, 1574-1578, <http://dx.doi.org/10.1080/14786419.2014.927466> (2014).

## Politamide, a new constituent from the stem bark of *Ficus polita* Vahl (Moraceae)

Justin Kamga,<sup>a</sup> Louis P. Sandjo,<sup>a,b,\*</sup> Hervé M. Poumale,<sup>a,c</sup> Bathélémy Ngameni,<sup>d</sup> Yoshihito Shiono,<sup>c</sup> Mehdi Yemloul,<sup>e</sup> Vincent Rincheval,<sup>f</sup> Bonaventure T. Ngadjui,<sup>a,d,\*</sup> and Gilbert Kirsch<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Department of Organic Chemistry of the University of Yaoundé I, P.O. Box 812 Yaoundé Cameroon

<sup>b</sup> Laboratoire d'Ingénierie Moléculaire et Biochimie Pharmacologique, Institut Jean Barriol, University of Paul-Verlaine Metz, 1Bld Arago 57070 Metz, France

<sup>c</sup> Department of Bioresource Engineering, Faculty of Agriculture, Yamagata University, Tsuruoka, Yamagata 997-8555, Japan

<sup>d</sup> Department of Pharmacy and traditional Pharmacopeia of the Faculty of Medicine and Biomedical Sciences P.O. Box. 8664 Yaoundé, Cameroon

<sup>e</sup> Laboratoire de Méthodologie RMN, Institut Jean Barriol, University Henri Poincaré, Faculty of Science, P.O. Box 239- 54506, Vandoeuvre-les-Nancy Cedex, France

<sup>f</sup> Laboratoire de Génétique et Biologie Cellulaire, University of Versailles-St-Quentin-en-Yvelines, Bâtiment Fermat - Maison 4; Niveau 2; 45, avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex, France

E-mail: [plsandjo@yahoo.fr](mailto:plsandjo@yahoo.fr), [ngadjuibt@yahoo.fr](mailto:ngadjuibt@yahoo.fr)

---

### Abstract

A new cerebroside **1** characterized as (2*R*,9*Z*)-2-hydroxy-*N*-{(1*S*,2*S*,3*R*,4*S*)-1-[( $\beta$ -D-glucopyranosyloxy)methyl]-2,3,4-trihydroxyoctacosan-1-yl}-9-pentadecenamide was isolated from the stem bark of *Ficus polita* Vahl (Moraceae) together with four known compounds identified as sitosterol 3-*O*- $\beta$ -D-glucopyranoside **2**, betulinic acid **3**, stigmasterol **4** and lupeol **5**. Their structures were determined on the basis of spectroscopic methods as well as HR-ESI-MS, NMR analyses, chemical transformation, and by comparison of their physical and spectral data with those reported in the literature and with authentic specimens for some known compounds.

**Keywords:** *Ficus polita*, moraceae, cerebroside

---

## Introduction

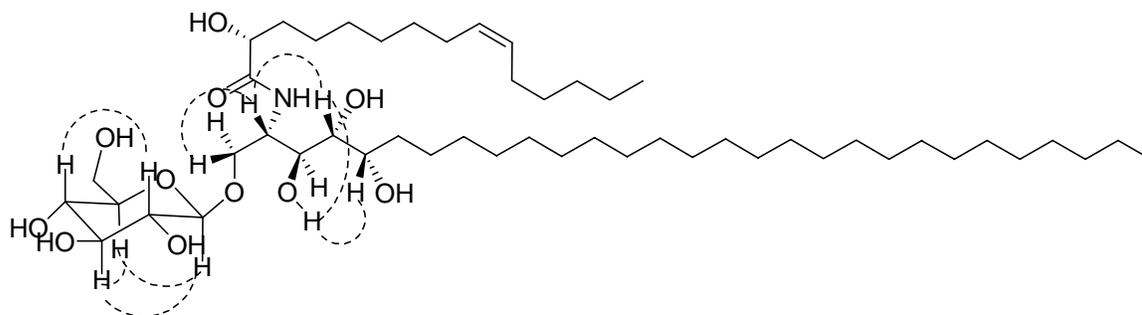
The plants are always a great source of drugs discovery. It is the case of *Ficus* which is a genus endemic in west, central, north and east Africa.<sup>1,2</sup> The leaves of some species are used in Ivory Coast folk medicine to treat worms and abdominal pains.<sup>3</sup> Some previous biological studies have shown that some species have anti-HIV<sup>4</sup> and antimicrobial properties.<sup>5</sup> That is why our attention is focused on *Ficus polita* (Moraceae) which is a small tree about 10 to 15 meters high.<sup>1</sup> The discovery of bioactive compounds prompted us to investigate this plant. This paper deals with isolation, structural elucidation of a new cerebroside based on the spectrometric methods.

## Results and Discussion

The methanolic crude extract was subjected to repeated columns chromatography yielding a new cerebroside **1**, 3-*O*- $\beta$ -D-glucopyranoside sitosterol **2**,<sup>6</sup> betulinic acid **3**,<sup>7</sup> stigmasterol **4**<sup>8</sup> and lupeol **5**.<sup>9</sup>

Compound **1** was obtained as a dark amorphous solid from mixture CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/MeOH (9:1). The positive test with Molisch reagent suggested that, **1** is a glycosylated compound. Its positive mode HRESI-MS spectrum showed a peak at *m/z* 910.6869 (calcd 910.6954) corresponding to the formula [C<sub>50</sub>H<sub>97</sub>O<sub>11</sub>N+Na]<sup>+</sup> requiring 3 double bond equivalents. The FT-IR spectrum exhibited a broad absorption band for OH groups (3368 cm<sup>-1</sup>), two strong absorption bands for olefinic functions (1649 cm<sup>-1</sup>) and for secondary amide (1637 and 1542 cm<sup>-1</sup>).<sup>10</sup> The NMR spectra of **1** displayed signals corresponding to those of a phytoceramide.<sup>11</sup> In fact, a triplet of 6H was observed at  $\delta_H/\delta_C$  0.83 (*J* = 5.9 Hz)/13.9 and assigned to the two terminal CH<sub>3</sub> groups. A broad singlet observed between  $\delta_H/\delta_C$  1.22-1.75/(24.2-29.0) corresponded to the sequence of CH<sub>2</sub> groups. A proton signal linked to a nitrogen (H-N) appeared as doublet at  $\delta_H$  7.50 (*J* = 9.2 Hz) and the other linked to azomethine at  $\delta_H/\delta_C$  4.11 (brd, *J* = 8.8 Hz)/49.8. Furthermore this information, a set of signals of  $\beta$ -D-glucopyranose was observed on both spectra which showed an anomeric proton at  $\delta_H/\delta_C$  4.12 (d, *J* = 8.0 Hz)/103.4, four oxymethines at  $\delta_H/\delta_C$  3.35 (m)/73.4, 3.05 (m)/76.4, 3.10 (m)/70.0, 3.16 (m)/76.8 and the oxymethylene at  $\delta_H/\delta_C$  [3.65 (dd, *J* = 3.0, 11.8 Hz), 3.42 (dd, *J* = 5.8, 11.8 Hz)]/61.0<sup>12</sup> In addition, the chemical shifts of a double bond having *cis* configuration<sup>11</sup> were also observed at  $\delta_H$  5.30 (brd, *J* = 6.2 Hz)/129.4 and 5.33 (brd, *J* = 6.2 Hz)/130.1. The foregoing data suggested to a glucophytoceramide derivative with an olefinic bond. The sugar moiety was located using long range correlations exhibited by the HMBC spectrum. This showed correlations from diastereotopic protons H-1a [3.65 (dd, *J* = 5.8, 10.6 Hz)]/69.5 and H-1b [3.90 (m)]/69.5 to the anomeric carbon at  $\delta_C$  103.4. Additional correlations were observed between the proton H-N at  $\delta_H$  7.50 and the carbonyl at  $\delta_C$  173.6 as well as other interactions from proton H-2' at  $\delta_H/\delta_C$  3.85 (m)/70.8 to carbonyl function (173.6) and both successive CH<sub>2</sub> groups [C-3' ( $\delta_C$  34.3), C-4' ( $\delta_C$  24.2)]. Fatty acid moiety is  $\alpha$ -hydroxylated since the protons of  $\alpha$ -OH group [ $\delta_H$  5.59 (d, *J* = 6.2 Hz)] and the one of the oxymethine C-2' [ $\delta_H$  3.85 (m)/70.8] correlated with the carbonyl (173.6).

The spatial location of hydroxyl groups in sphingosine was evident by exploitation of NOESY spectrum (Scheme 1) which showed interactions between the proton at  $\delta_{\text{H}}$  4.11 and those at  $\delta_{\text{H}}$  3.90, 3.35; both protons at  $\delta_{\text{H}}$  3.35 and 2.92 interacted with the one at  $\delta_{\text{H}}$  4.90 (HO-C-3) supporting that all the five protons were in the same spatial orientation.



**Scheme 1.** Spatial interactions (NOESY) of compound **1**.

The absolute configurations of carbons C-2, C-3, C-4, and C-2' were determined to be (*S*), (*S*), (*R*) and (*R*) respectively since the NMR data were close to those of phytoceramide.<sup>11</sup> So the carbon C-5 is in the (*S*) configuration considering its spatial position.

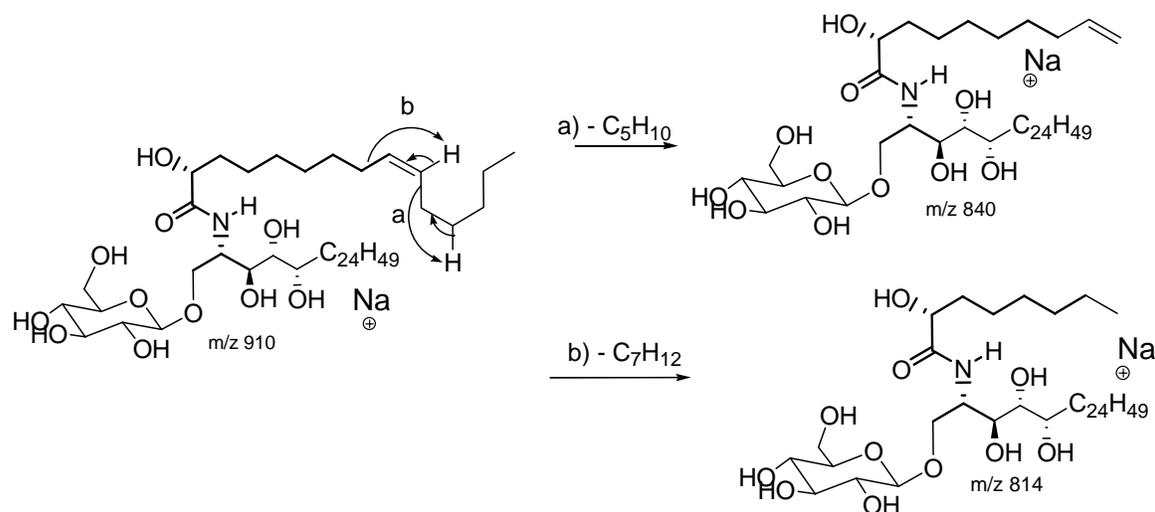
**Table 1.** The <sup>1</sup>H-NMR (DMSO-*d*<sub>6</sub>, 400 MHz) and <sup>13</sup>C-NMR (100 MHz) spectral data of compound **1**

Position	$\delta_{\text{H}}$ (J Hz)	$\delta_{\text{C}}$ (APT)	Cosy	HMBC
ceramide				
NH	7.50 (d, 9.2)	-	4.12	49.8, 173.6
1	3.65 (dd, 5.8, 10.6, Ha) 3.90 (m, Hb)	69.5	4.12, 4.11	49.8, 103.4
2	4.11 (brd, 8.8)	49.8	3.90, 7.50	69.5
3	3.10 (dd, 8.8, 11.2)	76.8	4.90	49.8, 69.5
4	3.35 (m)	69.9	4.75	
5	2.92 (dt, 5.9, 8.8, 11.2)	73.4	3.35, 3.10	69.9, 76.8
6	1.95 (m, Ha), 2.10 (m, Hb)	31.9	1.22-1.75, 3.35	24.2-29.0, 73.4
7-25, 4'-7', 12'-14'	1.22-1.75 (brs)	24.2-29.0	0.83, 1.90, 2.10	13.9
29, 15'	0.83 (t, 6.0, CH <sub>3</sub> )	13.9	1.22-1.75	24.2-29.0
1' (C=O)	-	173.6	-	-
2'	3.85 (m)	70.9	1.90, 5.59	24.2, 34.1, 173.6
3'	1.61 (m, Ha), 1.90 (m, Hb)	34.1	1.22, 2.10	24.2, 70.9
9'	5.30 (brd, 6.2)	129.4	2.00, 5.33	26.7, 130.1

**Table 1.** Continued

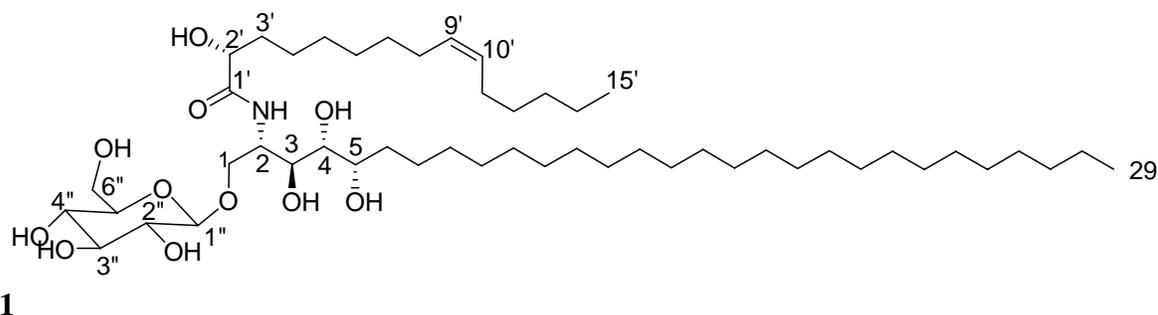
Position	$\delta$ H (J Hz)	$\delta$ C (APT)	Cosy	HMBC
10'	5.33 (brd, 6.2)	130.1	1.90, 5.30	129.4
8', 11'	1.90 (m, Ha), 2.00 (m, Hb)	26.7	5.30, 5.33	129.4, 130.1
OH (C3)	4.90 (d, 6.2)	-	3.10	69.5, 76.8
OH (C4)	4.75 (d, 6.2)	-	3.35	49.8, 73.4
OH (C2')	5.59 (d, 6.2)	-	3.85	34.1, 70.9, 173.6
Glucose				
1''	4.12 (d, 8.0)	103.4		69.5
2''	3.35 (m)	73.4	4.95	103.4
3''	3.05 (m)	76.4		
4''	3.10 (m)	70.0	4.90	
5''	3.16 (m)	76.8		
6''	3.42 (dd, 5.8, 11.8)	61.0	4.55	76.8
	3.65 (dd, 3.0, 11.8)			
OH (C2'')	5.01 (brd, 6.2)	-	3.35, 3.05	73.4, 76.4, 103.4
OH (C4'')	4.90 (brd, 6.2)	-	3.10	70.0, 76.4, 76.8
OH (C6'')	4.55 (dd, 3.0, 6.2)	-	3.42, 3.65	61.0, 76.8

Methanolysis (0.9N HCl/MeOH, at 70 °C during 18 h) of compound **1** gave the fatty acid methyl ester and the long chain base which were characterized by LC-ESI-MS analysis. The peak at  $m/z$  270 (Retention time: 8.87 min) corresponded to a fatty acid methyl ester having two double bond equivalents (carbonyl function and C=C double bond). The position of olefin function was determined by fragment ions obtained on the FAB-MS spectrum (Scheme 2).



**Scheme 2.** Proposal of fragmentation mechanism justifying olefin bond position in fatty acid side.

From information above-mentioned, **1** was identified as (2*R*,9*Z*)-2-hydroxy-*N*-{(1*S*,2*S*,3*R*,4*S*)-1-[( $\beta$ -D-glucopyranosyloxy)methyl]-2,3,4-trihydroxyoctacosan-1-yl}-9-pentadecenamide.



## Experimental Section

**General.** Vacuum column chromatography (VCC), column chromatography (CC) and thin layer chromatography (TLC) were performed over silica gel 60H (particle size 90 % < 45  $\mu$ m), or 200 – 300 mesh silica gel silica gel GF254, respectively. Melting points (m.p.): Stuart Scientific Melting Point apparatus SMP3; uncorrected. Optical rotations: Perkin Elmer polarimeter model 341 at 589 nm. IR Spectra: Perkin-Elmer FT-IR system spectrum BX spectrometer, KBr disks. HR-ESI-MS and FAB-MS were recorded by micro-TOF-Q 98 (Bruker-Daltonics, Germany) and JEOL JMS-700 (Japan) instruments respectively.  $^1\text{H}$ - and  $^{13}\text{C}$ -NMR: Bruker DRX-400 MHz for 1D- and 2D-NMR spectrum. LC-MS analyses were performed on an HPLC system (LC pump P4000 and autosampler AS3000 from Thermo Separation Products) coupled to a LCQ Duo on

Trap detector (Thermo Electron, Zellik, Belgium) equipped with an ESI interface run in the positive ion mode. The separation of sample components was achieved on an X-Terra MS C18 (5  $\mu\text{m}$  particle size, 3.9 x 150 mm) (Waters, Overijse, Belgium), equipped with an X-Terra MS C18 pre-column (5  $\mu\text{m}$  particle size, 3.9 x 10 mm) and operated at 37 °C. Injection volume was 15  $\mu\text{L}$ . The mobile phase consisted of a mixture of 5 mM ammonium formate buffer at pH 3.8 (A) and acetonitrile (B). Separation conditions for all compounds were as follows: 0.0-0.50 min, A/B hold at 50/50, v/v; 0.50-9.0 min, eluant B increase to 97%; 9.0-12.0 min, eluant B hold at 97%, 12.0-12.5 min, eluant decrease to 50%, 12.5-13.0 min, A/B hold at 50/50, Before each run the column was equilibrated for 6 min at A/B 50/50. The flow rate for column equilibration and analytical runs was 0.4 ml/min. Ionization of the analytes was carried out as follows: sheath gas flow rate (nitrogen), 47 arbitrary units; auxiliary gas flow rate (helium), 18 arbitrary units; spray voltage, 5.0 kV; capillary temperature, 200 °C; capillary voltage, 36 V; Data acquisition was performed in a time segment between 0.2 and 11.5 min after injection. The full MS-MS spectrum of  $[M+H]^+$  ions was monitored for all compounds, isolation width was 2.5  $m/z$ , normalized collision energy was 28.0%.

### Extraction and isolation

*Ficus polita* (Moraceae) was collected From Yaoundé central region of Cameroon in May 2007. A sample (N° 39955/HNC) has been deposited in the National Herbarium of Yaoundé, Cameroon.

Dried stem bark of *F. polita* (3.4 kg) was cut into small pieces, powdered and extracted 2 times by maceration with 10 L of mixture  $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$  (1:4) during 72 h (each time lasted 72 hours). Organic extract was concentrated to yield 204 g of crude extract which were subjected to the VCC ( $\text{SiO}_2$ , hexane, hexane/ EtOAc 3:1 to 1:1, EtOAc in order of increasing polarity and MeOH) yielding 5 fractions A-E. A was purified by CC with different mixtures of hexane/EtOAc yielding 157 fractions. The ones (36-40) eluted in the ratio 9:1 yielded lupeol (29.5 mg). From the fraction B, 90 fractions were obtained and stigmasterol (240 mg) was isolated from the fractions 30-40 eluted in the ratio 17:3. From the same fraction B, 5 mg of betulinic acid were isolated from the fractions 42-44 eluted with the mixture Hexane/EtOAc (4:1). EtOAc fraction (D) was further eluted with a mixture of  $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$  with increasing polarity. 104 fractions was obtained and from the ones 20-36 eluted with the mixture  $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{MeOH}$  (19:1), the 3-*O*- $\beta$ -D-glucopyranoside of  $\beta$ -sitosterol (11.0 mg) was isolated. From the same fraction D, politamide (15 mg) was obtained from the fractions 94-104 eluted in the ration 9:1.

**Politamide (1).** Dark amorphous solid; M.p 168.5-170.5;  $[\alpha]_{\text{D}}^{20} +0.009$  ( $c$  0.075, DMSO). FT-IR: 3368, 1649, 1637, 1542, and 1468.  $^1\text{H}$ - and  $^{13}\text{C}$ -NMR: Table 1. HR-ESI-MS: 910.6869  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}+\text{Na}]^+$ , 926.6825  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}+\text{K}]^+$ , 896.6749  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}-\text{CH}_2+\text{Na}]^+$ , 882.6594  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}-\text{C}_2\text{H}_4+\text{Na}]^+$ , 770.5387  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}-\text{C}_{10}\text{H}_{20}+\text{Na}]^+$ ; ESI-MS-MS of the peak at  $m/z$  910: 684  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}-\text{glucose}-\text{H}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4+\text{Na}]^+$ , 668  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}-\text{CH}_3\text{OH}-\text{C}_{15}\text{H}_{30}+\text{Na}]^+$ , 624  $[\text{C}_{50}\text{H}_{97}\text{O}_{11}\text{N}-\text{CH}_3\text{OH}-\text{C}_{18}\text{H}_{36}+\text{Na}]^+$ ; FAB-MS 814  $[\text{M}-\text{C}_7\text{H}_{12}+\text{Na}]^+$ , 840  $[\text{M}-\text{C}_5\text{H}_{10}+\text{Na}]^+$ .

**Methanolysis and LC-ESI-MS analysis.** Compound **1** (1.2 mg) was refluxed (70 °C) for 18 h in 2.5 mL of MeOH containing 1.5 mL of 0.9N HCl under magnetic stirring. The mixture was neutralized with aqueous solution of Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> and extracted with CHCl<sub>3</sub>. The fatty acid methyl ester was carefully characterized by LC-ESI-MS at *m/z* 270 (Retention time: 8.87 min).

## Acknowledgements

L. P. Sandjo would like to thank EGIDE and SCAC (Service de Cooperation et d'Actions Culturelles: French Grant Government No. 607832K) for their financial support and Health National Laboratory, Toxicological Division, University of Luxembourg. Dr. H.M. Poumale is thankful to the JSPS (Japan Society for the Promotion of Science) for the Postdoctoral fellowship through financial support (P08430) and a research stay at the University of Yamagata.

## References

1. Berhaut, J.; *Flore illustrée du Sénégal*, Dakar; 1979, Vol. VI, p 471.
2. Abdel-Hameed, E-S. S. *Food Chemistry* **2009**, *114*, 1271.
3. Diehl, M. S.; Atindehou, K. K.; Téré, H.; Betschart, B. *J. Ethnopharmacol.* **2004**, *95*, 277.
4. Ayissi, N K.; Nyadedzor, C. *Antiviral Research* **2003**, *58*, 25.
5. Kuete, V.; Ngameni, B.; Simo, C. C. F.; Tankeu, R. K.; Ngadjui, B. T.; Meyer, J. J. M.; Lall, N.; Kuate, J. R. *J. Ethnopharmacol.* **2008**, *120*, 17.
6. Walter, E. D. *J. Pharm. Sci.* **1963**, *52*, 708.
7. Siddiqui, S.; Hafeez, F.; Begum, S.; Siddiqui, B. S. *J. Nat. Prod.* **1988**, *51*, 229.
8. De-Eknamkul, W.; Potduang, B. *Phytochemistry* **2003**, *62*, 389.
9. Reynolds, W. F.; McLean, S.; Poplawski, J.; Enriquez, R. G.; Escobar, L. I.; Leon, I. *Tetrahedron* **1986**, *42*, 3419.
10. Kim, S. Y.; Choi, Y.-H.; Huh, H.; Kim, J.; Kim, Y. C.; Lee, H. S. *J. Nat. Prod.* **1997**, *60*, 274.
11. Sandjo, L. P.; Hannewald, P.; Yemloul, M.; Kirsch, G.; Ngadjui, B. T. *Helv. Chim. Acta* **2008**, *91*, 1326.
12. Chen, Y.-L.; Tan, C.-H.; Tan, J.-J.; Qu, S.-J.; Wang, H.-B.; Qiang, Z.; Jiang, S.-H.; Zhang, D.-Y. *Helv. Chim. Acta* **2007**, *90*, 2421.

RESEARCH ARTICLE

Open Access

# Antimicrobial activities of the methanol extract, fractions and compounds from *Ficus polita* Vahl. (Moraceae)

Victor Kuete<sup>1\*</sup>, Justin Kamga<sup>2</sup>, Louis P Sandjo<sup>2</sup>, Bathelemy Ngameni<sup>3</sup>, Herve MP Poumale<sup>2</sup>, Pantaleon Ambassa<sup>2</sup>, Bonaventure T Ngadjui<sup>2,3</sup>

## Abstract

**Background:** Many plants of the family Moraceae are used in the treatment of infectious diseases. *Ficus polita* Vahl., an edible plant belonging to this family is used traditionally in case of dyspepsia, infectious diseases, abdominal pains and diarrhea. The present work was designed to assess the antimicrobial activity of the methanol extract from the roots of *F. polita* (FPR), as well as that of its fractions (FPR1-5) and two of the eight isolated compounds, namely euphol-3-*O*-cinnamate (**1**) and (*E*)-3,5,4'-trihydroxy-stilbene-3,5-*O*- $\beta$ -*D*-diglucopyranoside (**8**).

**Methods:** The liquid microdilution assay was used in the determination of the minimal inhibitory concentration (MIC) and the minimal microbicidal concentration (MMC), against seven bacterial and one fungal species.

**Results:** The results of the MIC determination showed that the crude extract, fractions FPR1, FPR2 and compound **8** were able to prevent the growth of the eight tested microorganisms. Other samples showed selective activity. The lowest MIC value of 64  $\mu$ g/ml for the crude extract was recorded on 50% of the studied microbial species. The corresponding value for fractions of 32  $\mu$ g/ml was obtained on *Salmonella typhi*, *Escherichia coli* and *Candida albicans* ATCC strains. The MIC values recorded with compound **8** on the resistant *Pseudomonas aeruginosa* PA01 strain was equal to that of chloramphenicol used as reference antibiotic.

**Conclusion:** The obtained results highlighted the interesting antimicrobial potency of *F. polita* as well as that of compound **8**, and provided scientific basis for the traditional use of this taxon in the treatment of microbial infections.

## Background

According to the World Health Organization (WHO), infectious diseases is the first cause of death worldwide with more than 50% of the death appearing in tropical countries. In the developing countries, treatment of such diseases is complicated not only because of the occurrence of resistant microorganisms to the commonly used antibiotics, but also because of the low income of the population, which drastically reduce their accessibilities to appropriate drugs. It is reported that about 80% of the world population is dependent (wholly or partially) on plant-based drugs [1]. Scientific experiments on the

antimicrobial properties of plant components were first documented in the late 19<sup>th</sup> century [2]. Naturally occurring antimicrobials can be derived from plants, animal tissues, or microorganisms [3]. The shortcomings of the drugs available today propel the discovery of new pharmacotherapeutic agents in herbal medicine [4]. Amongst the medicinal plants investigated in our research team, the family Moraceae is largely represented. Some of the plants of the genus *Ficus*, *Morus*, *Treculia*, *Dorstenia*, also belonging to this family, were previously reported for their antimicrobial activities [5-11]. In our continuous search on medicinal plants of the family Moraceae, we focused herein on *Ficus polita* Vahl. *F. polita* is an edible plant growing in lowland rainforest and gallery forest (West and Central Africa), coastal and dry forest (East and Southern Africa), up to an altitude of 1200 m. The

\* Correspondence: kuetevictor@yahoo.fr

<sup>1</sup>Department of Biochemistry, Faculty of Science, University of Dschang, Cameroon

Full list of author information is available at the end of the article

edible fruits are chewed for dyspepsia, while leaves (also edible) or bark and roots infusions are used in the treatment of infectious diseases, abdominal pains and diarrhea [12,13]. The phytochemical investigation of this taxon [14] revealed the presence of a cerebroside named politamide, sitosterol 3-O- $\beta$ -D-glucopyranoside, betulinic acid, stigmasterol and lupeol. The methanol and dichloromethane extract from the stem exhibited anti-inflammatory activities [15]. Water extract from this plant also showed anti-HIV activity through the inhibition of HIV-1 reverse transcriptase activity [16]. Extracts from the leaves of *F. polita* also exhibited antimalarial action against *Plasmodium falciparum* cultured *in vitro* [17]. The present work was therefore undertaken to evaluate the antimicrobial activities of the extract, fractions and compounds from the roots of this plants, and to identify some of its active components.

## Methods

### Plant material

The roots of *Ficus polita* Vahl., were collected in Yaounde, Center region of Cameroon in May 2007. The plant was identified at the National Herbarium (Yaounde, Cameroon) where a voucher specimen was deposited under the reference number 39955/HNC.

### Extraction and purification

The air-dried and powdered root (3.1 kg) was soaked in 10 L of methanol for 48 h, at room temperature. The methanol extract was concentrated under reduced pressure to give 216 g of a brown residue that constituted the crude extract (FPR). Part of FPR (200 g) was submitted to silica gel 60 (0.04-0.063 mm, 200 g) vacuum flash chromatography using as eluent, hexane (Hex), hexane-ethyl acetate (Hex-EtOAc) mixture of increasing polarity, and methanol (MeOH). This was conducted in accordance to the previously reported procedure [14]. Five fractions were obtained, FPR1 (from Hex, 23 g), FPR2 (Hex-EtOAc 75%; 18 g), FPR3 (Hex-EtOAc 50%, 14 g), FPR4 (EtOAc, 12 g) and FPR5 (MeOH, 19 g). A part from FPR3, other fractions, upon antimicrobial assay were subjected to further purification. FPR1 (20 g) was column chromatographed using silica gel 60 (65 g) and Hex-EtOAc gradient as eluent. One hundred and forty seven (147) fractions of 50 ml each were collected. Sub-fractions 2-7 obtained with Hex-EtOAc 2.5% and combined on the basis of TLC analysis afforded compound 1 [18]. Sub-fraction 34-40 (Hex-EtOAc 10%) yielded compound 2 [19]. Sub-fractions 51-57 (Hex-EtOAc 15%) yielded compound 3 [20], while sub-fractions 76-81 obtained in Hex-EtOAc 22.5% gave compound 4 [21]. FPR2 was subjected to column chromatography (CC) similarly to FPR1 and 76 fractions of 50 ml each were collected. Sub-fractions 26-33 eluted

with Hex-EtOAc 15% yielded compound 5 [22] while sub-fractions 38-41 eluted with Hex-EtOAc 20% afforded compound 6 [23]. FPR4 was subjected to CC similarly to FPR1 and 2 using CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>-MeOH gradient as eluent and 107 sub-fractions were collected. Sub-fractions obtained in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>-MeOH 5% afforded compound 7 [22]. FPR5 was also subjected to CC similarly to FPR4 and 93 sub-fractions were collected. Sub-fractions obtained in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>-MeOH 10% afforded compound 8 [22]. The chemical structures of the isolated compounds are illustrated in Figure 1.

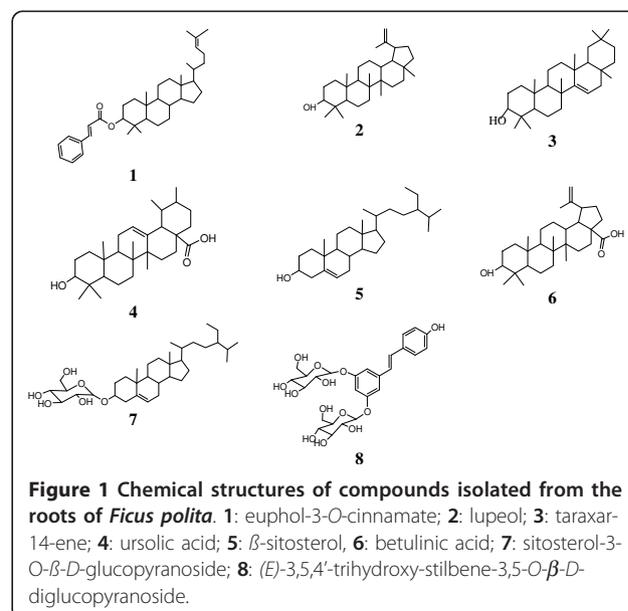
### General procedure for the identification and characterization of isolated compounds

Aluminum sheet pre-coated with silica gel 60 F254 nm (Merck) was used for thin layer chromatography; The spots were visualized using both ultraviolet light (254 and 366 nm) and 50% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> spray reagent. NMR spectra were recorded on a Bruker Avance 300 at 300 MHz (<sup>1</sup>H) and 75 MHz and Bruker Avance 600 at 600 MHz (<sup>1</sup>H) and 150 MHz (<sup>13</sup>C), with the residual solvent peaks as internal references. The melting point (m.p.) were determined using a Kofler microhot stage apparatus. Mass spectra were recorded with API QSTAR pulsar mass spectrometer. The structures of the compounds were confirmed by comparing with reference data from available literature.

### Antimicrobial assays

#### Microbial strains and culture media

The studied microorganisms included reference strains of *Providencia smartii* (ATCC29916), *Pseudomonas*



*aeruginosa* (PA01), *Klebsiella pneumoniae* (ATCC 11296), *Staphylococcus aureus* (ATCC25922), *Salmonella typhi* (ATCC6539), *Escherichia coli* (ATCC8739 and AG100), *Candida albicans* (ATCC 9002) obtained from the American Type Culture Collection. They were maintained on agar slant at 4°C and sub-cultured on a fresh appropriate agar plates 24 h prior to any antimicrobial test. Nutrient Agar and Sabouraud Glucose Agar were used for the activation of bacteria and fungi respectively. The Mueller Hinton Broth (MHB) was used for the MIC and MMC determinations. The Mueller Hinton Agar (MHA) was also used for the determination of the MMC on these species.

#### **Chemicals for antimicrobial assay**

Chloramphenicol (Sigma-Aldrich, St. Quentin Fallavier, France) and Nystatin (Sigma-Aldrich) were used as reference antibiotics (RA) respectively against bacteria and *Candida albicans*. *p*-Iodonitrotetrazolium chloride (INT, Sigma-Aldrich) was used as microbial growth indicator.

#### **MIC and MMC determinations**

The MIC determinations on bacteria and *C. albicans* were conducted using rapid XTT colorimetric assay according to described methods [24,25] with some modifications. Briefly, the test sample was first of all dissolved in 10% (v/v) DMSO/MHB to give a final concentration of 512 µg/ml and serially diluted twofold to obtain the concentration ranges (4-512 µg/ml for the crude extract, fractions and isolated compounds, and 1-128 µg/ml for chloramphenicol and nystatin used as RA). 100 µl of each concentration was added in a well (96-well microplate) containing 95 µl of MHB and 5 µl of inoculum (standardized at  $1.5 \times 10^6$  CFU/ml by adjusting the optical density to 0.1 at 600 nm SHIMADZU UV-120-01 spectrophotometer) [26]. The final concentration of DMSO in the well was less than 3% (preliminary analyses with 3% (v/v) DMSO do not alter the growth of the test organisms). The negative control well consisted of 195 µl of MHB and 5 µl of the standard inoculum [27]. The plates were covered with a sterile plate sealer, then agitated to mix the contents of the wells using a plate shaker and incubated at 37°C for 24 h. The assay was repeated three times. The MIC of samples was detected following addition (40 µl) of 0.2 mg/ml *p*-iodonitrotetrazolium chloride and incubation at 37°C for 30 min [24,25]. Viable microorganisms reduced the yellow dye to a pink colour. MIC was defined as the lowest sample concentration that prevented this change and exhibited complete inhibition of bacterial growth. For the determination of MMC, a portion of liquid (5 µl) from each well that showed no change in colour was plated on MHA and incubated at 37°C for 24 h. The lowest concentration that yielded no growth after this sub-culturing was taken as the MMC [8].

## **Results and discussion**

The chemical structures of the isolated compounds were established using spectroscopic analysis, especially, NMR spectra in conjunction with 2D experiments, COSY, HMQC, HMBC, and direct comparison with published information and with authentic specimens obtained by our research group for some cases. The compounds isolated from the roots of *F. polita* (Figure 1) were identified as euphol-3-*O*-cinnamate  $C_{39}H_{56}O_2$  (**1**; 14 mg; Mw : 556; m.p. 110-111°C) [18], lupeol  $C_{30}H_{50}O$  (**2**; 44 mg; Mw : 426; m.p. 215-216°C) [19], taraxar-14-ene  $C_{30}H_{50}O_1$  (**3**; 13 mg; Mw: 426; m.p. 211-213°C) [20], ursolic acid  $C_{30}H_{50}O_3$  (**4**; 18 mg; Mw : 456; m.p. 284-285°C) [21],  $\beta$ -sitosterol  $C_{29}H_{50}O$  (**5**; 220 mg; Mw : 414; m.p. 277-278°C) [22], betulinic acid  $C_{30}H_{48}O_3$  (**6**; 16 mg; Mw : 456; m.p. 295-297°C) [23], sitosterol 3-*O*- $\beta$ -*D*-glucopyranoside  $C_{35}H_{60}O_6$  (**7**; 25 mg; Mw: 576; amorphous powder) [22] and (*E*)-3,5,4'-trihydroxy-stilbene-3,5-*O*- $\beta$ -*D*-diglucopyranoside  $C_{26}H_{32}O_{13}$  (**8**; 30 mg; Mw : 576; amorphous powder) [22]. However, the isolation of compounds **2**, **4**, **6** and **7** from this plant was reported [14]. Using previously described protocol [14] for the purification of *F. polita*, four additional known compounds (**1**, **3**, **5** and **8**) were isolated from the roots extract. The isolated compounds included non polar terpenoids as well as polar compounds such (*E*)-3,5,4'-trihydroxy-stilbene-3,5-*O*- $\beta$ -*D*-diglucopyranoside, justifying the use of methanol as a good extraction solvent of bioactive metabolites from medicinal plants. This extract, fractions as well as compounds **1** and **8** were tested for their antibacterial activities and against *C. albicans*. The results are reported in Tables 1 and 2.

The MIC results summarized in Table 1, showed that the crude extract, fractions FPR1, FPR2 and compound **8** were able to prevent the growth of all the eight tested microorganisms. Other samples showed selective activity. The lowest MIC value of 64 µg/ml for the crude extract was recorded on four of eight (50%) studied microbial species. The corresponding value for fractions (32 µg/ml) was obtained on *Salmonella typhi*, *Escherichia coli* and *Candida albicans* ATCC strains. Such activity can be considered as important, when considering the threshold MIC value (100 µg/ml) for plant extracts with significant activity [28]. Nonetheless, the corresponding cutoff point for compounds (10 µg/ml), is not achieved with the tested compounds. However compound **8** exhibited moderate activities [28], the MICs below 100 µg/ml being recorded on three of the eight microorganisms tested. Taking in account the fact that *F. polita* is an edible plant, it seems reasonable to consider a more flexible stringent criteria indicating that extracts with MIC values below 8 mg/ml [29] are considered to possess some antimicrobial activity and natural products with MIC values below 1 mg/ml are considered

**Table 1 MIC (µg/ml) of the crude extract, fractions and compounds isolated from the roots of *F. polita* and reference antibiotics on the studied microbial species**

Tested samples <sup>a</sup>	Microorganisms, strains and MIC (µg/ml) <sup>b</sup>							
	<i>P. smartii</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>K. pneumoniae</i>	<i>S. aureus</i>	<i>S. typhi</i>	<i>E. coli</i>		<i>C. albicans</i>
	ATCC29916	PA01	ATCC11296	ATCC25922	ATCC6539	ATCC8739	AG100	ATCC 9002
FPR	128	128	128	64	64	64	256	64
FPR1	64	64	128	64	32	32	128	32
FPR2	256	128	256	256	256	128	256	64
FPR3	-	-	-	-	-	512	-	-
FPR4	512	-	512	-	-	512	-	-
FPR5	256	256	512	128	256	256	-	128
<b>1</b>	-	512	-	512	512	256	-	512
<b>8</b>	256	64	128	64	64	64	256	128
<b>RA</b>	32	64	4	4	4	4	4	16

<sup>a</sup>The tested samples were compounds 1: euphol 3-*O*-cinnamate; 8: (*E*)-4'-hydroxystilbene-3,5-*O*-β-digluco-pyranoside and chloramphenicol (for bacteria) and nystatin (for *C. albicans*) used as the reference antibiotics (RA); the crude extract (FPR) and fractions (FPR1 to 5) from *F. polita* roots;

<sup>b</sup>The tested microorganisms were *Providencia smartii* (*P. smartii*); *Pseudomonas aeruginosa* (*P. aeruginosa*); *Klebsiella pneumoniae* (*K. pneumoniae*); *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*); *Salmonella typhi* (*S. typhi*); *Escherichia coli* (*E. coli*); *Candida albicans* (*C. albicans*). (-): MIC > 512 µg/ml.

noteworthy [30,31]. Therefore, the activity recorded therefore with the extract, some of the fractions and compounds **8** could be considered as important, highlighting the antimicrobial potency of *F. polita*. The MIC values recorded with compound **8** on the resistant *P. aeruginosa* PA01 was equal to that of chloramphenicol used as reference antibiotic, confirming this hypothesis. The results of Table 2 showed detectable MMC values for some of the studied samples on the tested microbial strains. When analysing carefully the MIC and MMC results for the crude extract, fractions FPR1 and 2, compounds **8**, it can be noted that MMC/MIC ratios lower than 4 were obtained with most of the studied samples, suggesting that killing effects could be expected [32]. To the best of our knowledge, the activity of this plant,

compounds **1** and **8** on the microorganisms studied in the present work is being reported for the first time. Compounds with enough evidence of their antimicrobial microbial activities such lupeol [33], betulinic acid [34], ursolic acid [35], β-sitosterol, sitosterol-3-*O*-β-*D*-gluco-pyranoside [36,37], were not tested again in the present work. However, compounds such as lupeol exhibited moderate inhibitory effect against *E. coli* and *Mycobacterium smegmatis* [33]. Nonetheless, these terpenoid-like compounds mostly exhibited poor or moderate activities. Their presence as well as that of Euphol 3-*O*-cinnamate and (*E*)-4'-hydroxystilbene-3,5-*O*-β-digluco-pyranoside, and possible synergistic activities, can explain the good antimicrobial activity observed with the crude extract of *F. polita* and fractions. Finally, the overall activities of

**Table 2 MMC (µg/ml) of the crude extract, fractions and compounds isolated from the roots of *F. polita* and reference antibiotics on the studied microbial species**

Tested samples <sup>a</sup>	Microorganisms, strains and MIC (µg/ml) <sup>b</sup>							
	<i>P. smartii</i>	<i>P. aeruginosa</i>	<i>K. pneumoniae</i>	<i>S. aureus</i>	<i>S. typhi</i>	<i>E. coli</i>		<i>C. albicans</i>
	ATCC29916	PA01	ATCC11296	ATCC25922	ATCC6539	ATCC8739	AG100	ATCC 9002
FPR	256	256	256	128	256	128	512	128
FPR1	128	128	256	128	64	64	128	64
FPR2	512	512	512	512	512	256	512	256
FPR3	nd	-	-	-	-	>512	nd	nd
FPR4	>512	-	>512	-	-	>512	nd	nd
FPR5	512	512	>512	128	512	512	nd	128
<b>1</b>	nd	>512	nd	>512	>512	>512	nd	>512
<b>8</b>	512	256	256	128	128	128	512	256
<b>RA</b>	64	128	8	8	8	8	8	32

<sup>a</sup>The tested samples were compounds 1: euphol 3-*O*-cinnamate; 8: (*E*)-4'-hydroxystilbene-3,5-*O*-β-digluco-pyranoside and chloramphenicol (for bacteria) and nystatin (for *C. albicans*) used as the reference antibiotics (RA); the crude extract (FPR) and fractions (FPR1 to 5) from *F. polita* roots;

<sup>b</sup>The tested microorganisms were *Providencia smartii* (*P. smartii*); *Pseudomonas aeruginosa* (*P. aeruginosa*); *Klebsiella pneumoniae* (*K. pneumoniae*); *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*); *Salmonella typhi* (*S. typhi*); *Escherichia coli* (*E. coli*); *Candida albicans* (*C. albicans*). (-): not determined because MIC value was not detected up to 512 µg/ml; (nd): not determined; >512: value above 512 µg/ml.

this plant might be due to the presence of several antimicrobial compounds with moderate activities.

## Conclusion

The results of this study provide informative data for the use of the crude extract from *Ficus polita* against bacterial microbial infections.

## Acknowledgements

Authors are thankful to the Cameroon National Herbarium (Yaounde) for the plant identification.

## Author details

<sup>1</sup>Department of Biochemistry, Faculty of Science, University of Dschang, Cameroon. <sup>2</sup>Department of Organic Chemistry, Faculty of Science, University of Yaoundé I, Cameroon. <sup>3</sup>Department of Pharmacy and Traditional Pharmacopoeia, Faculty of Medicine and Biomedical Science, University of Yaoundé I, Cameroon.

## Authors' contributions

VK and JK carried out the study and wrote the manuscript; LPS, BN and PA participate to structural elucidation of compounds. BTN supervised the work and the manuscript writing. All authors read and approved the final manuscript.

## Competing interests

The authors declare that they have no competing interests.

Received: 24 November 2010 Accepted: 26 January 2011

Published: 26 January 2011

## References

- World Health Organisation: WHO Guideline for the Assessment of herbal medicines. WHO Expert Committee on specification for pharmaceutical preparation. *Technical Report series no. 863* Geneva; 1996.
- Zaika LL: Spices and herbs: their antimicrobial activity and its determination. *J Food Safety* 1975, **9**:97-118.
- Gordon MC, David JN: Natural product drug discovery in the next millennium. *Pharmaceut Biol* 2001, **139**:8-17.
- Cordell GA: Newroots for an old science. In *Studies in Natural Products Chemistry. Pharmacognosy 13: Bioactive Natural Products (Part A)*. Edited by: Atta-ur-Rahman Basha FZ. Elsevier, Amsterdam; 1993.
- Mbaveng AT, Ngameni B, Kuete V, Konga Simo I, Ambassa T, Roy R, Bezabih M, Etoa FX, Ngadjui BT, Abegaz BM, Meyer JJM, Lall N, Penlap BV: Antimicrobial activity of the crude extracts and five flavonoids from the twigs of *Dorstenia barteri* (Moraceae). *J Ethnopharmacol* 2008, **116**:483-489.
- Ngameni B, Kuete V, Konga Simo I, Mbaveng AT, Awoussong PK, Patnam R, Roy R, Ngadjui BT: Antibacterial and antifungal activities of the crude extract and compounds from *Dorstenia turbinata* (Moraceae). *S Afr J Bot* 2009, **75**:256-261.
- Kuete V, Metuno R, Ngameni B, Tsafack AM, Ngandeu F, Fotso GW, Bezabih M, Etoa FX, Ngadjui BT, Abegaz BM, Beng VP: Antimicrobial activity of the methanolic extracts and compounds from *Treulia africana* and *Treulia acuminata* (Moraceae). *S Afr J Bot* 2008, **74**:111-115.
- Kuete V, Ngameni B, Fotso Simo CC, Kengap Tankeu R, Tchaleu Ngadjui B, Meyer JJM, Lall N, Kuate JR: Antimicrobial activity of the crude extracts and compounds from *Ficus chlamydocarpa* and *Ficus cordata* (Moraceae). *J Ethnopharmacol* 2008, **120**:17-24.
- Kuete V, Nana F, Ngameni B, Mbaveng AT, Keumedjio F, Ngadjui BT: Antimicrobial activity of the crude extract, fractions and compounds from stem bark of *Ficus ovata* (Moraceae). *J Ethnopharmacol* 2009, **124**:556-561.
- Kuete V, Fozing DC, Kapche WFGD, Mbaveng AT, Kuate JR, Ngadjui BT, Abegaz BM: Antimicrobial activity of the methanolic extract and compounds from *Morus mesozygia* stem bark. *J Ethnopharmacol* 2009, **124**:551-555.
- Kuete V, Ngameni B, Mbaveng AT, Ngadjui B, Marion Meyer JJ, Lall N: Evaluation of flavonoids from *Dorstenia barteri* for their antimycobacterial, antionorrhoeal and anti-reverse transcriptase activities. *Acta Trop* 2010, **116**:100-104.
- Berhaut J: [Flore Illustrée du Sénégal: Dicotylédones, Tome IV]. Dakar, Direction des Eaux et Forêts; 1979.
- Etkin NL, Ross PJ: Food as medicine and medicine as food: An adaptive framework for the interpretation of plant utilization among the Hausa of northern Nigeria. *Soc Sci Med* 1982, **16**:1559-1573.
- Kamga J, Sandjo LP, Poumale HMP, Ngameni B, Shiono Y, Yemloul M, Rincheval V, Ngadjui BT, Kirsch G: Politamide, a new constituent from the stem bark of *Ficus polita* Vahl (Moraceae). *Arkivoc* 2010, **ii**:323-329.
- Stem MC, Giner RM, Maieiz S, Rios JL, Marston A, Hostettmann K: Screening of Tropical Medicinal Plants for Antiinflammatory Activity. *Phytother Res* 1995, **9**:571-574.
- Ayisi NK, Nyadedzor C: Comparative in vitro effects of AZT and extracts of *Ocimum gratissimum*, *Ficus polita*, *Clausena anisata*, *Alchornea cordifolia*, and *Elaeophorbia drupifera* against HIV-1 and HIV-2 infections. *Antivir Res* 2003, **58**:25-33.
- Gbeassor M, Kedjagni AY, Koumaglo K, de Soma C, Agbo K, Aklikokou K, Amegbo KA: In Vitro Antimalarial Activity of Six Medicinal Plants. *Phytother Res* 1990, **4**:115-117.
- Gewali MB, Hattori M, Tezuka Y, Kikuchi T, Namba T: Constituents of the latex of *Euphorbia antiquorum*. *Phytochemistry* 1990, **29**:1625-1628.
- Chian YM, Ku Y: Novel triterpenoids from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *J Org Chem* 2002, **67**:7656-7661.
- Kuo YH, Chiang YY: Five new taraxastane-type triterpenes from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Chem Pharm Bull* 1999, **47**:498-500.
- Seebacher W, Simic N, Weis R, Saf R, Kunert O: Complete assignments of <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR resonances of oleanolic acid, 18 $\alpha$ -oleanolic acid, ursolic acid and their 11-oxo derivatives. *Magn Reson Chem* 2003, **41**:636-638.
- Xu ML, Zheng MS, Lee YK, Moon DC, Lee CS, Woo MH, Jeong BS, Lee ES, Jahng Y, Chang HW, Lee SH, Son JK: A new stilbene glucoside from the roots of *Polygonum multiflorum* Thunb. *Arch Pharm Res* 2006, **29**:946-951.
- Simo CCF, Kouam SF, Poumale HMP, Simo IK, Ngadjui BT, Green IR, Krohn K: Benjaminamide: A new ceramide and other compounds from the twigs of *Ficus benjamina* (Moraceae). *Biochem Syst Ecol* 2008, **36**:238-243.
- Eloff JN: A sensitive and quick microplate method to determine the minimal inhibitory concentration of plant extracts for bacteria. *Planta Med* 1998, **64**:711-713.
- Pettit RK, Weber CA, Kean MJ, Hoffmann H, Pettit GR, Tan R, Franks KS, Horton ML: Microplate alamar blue assay for *Staphylococcus epidermidis* biofilm susceptibility testing. *Antimicrob Agent Chemother* 2005, **49**:2612-2617.
- Tereschuk ML, Riera MVQ, Castro GR, Abdala LR: Antimicrobial activity of flavonoid from leaves of *Tagetes minuta*. *J Ethnopharmacol* 1997, **56**:227-232.
- Zgoda JR, Porter JR: A convenient microdilution method screening natural products against bacteria and fungi. *Pharmaceut Biol* 2001, **39**:221-225.
- Kuete V: Potential of Cameroonian plants and derived-products against microbial infections: A review. *Planta Med* 2010, **76**:1-13.
- Fabry W, Okemo PO, Ansorg R: Antibacterial activity of East African medicinal plants. *J Ethnopharmacol* 1998, **60**:79-84.
- Gibbons S: Anti-staphylococcal plant natural products. *Nat Prod Rep* 2004, **21**:263-277.
- Rios JL, Recio MC: Medicinal plants and antimicrobial activity. *J Ethnopharmacol* 2005, **100**:80-84.
- Carbonnelle B, Denis F, Marmonier A, Pinon G, Vague R: Bactériologie médicale: Techniques usuelles. SIMEP, Paris; 1987.
- Kuete V, Wansi JD, Mbaveng AT, Kana Sop MM, Tadjong AT, Beng VP, Etoa FX, Wandji J, Meyer JJM, Lall N: Antimicrobial activity of the methanolic extract and compounds from *Teclea afzelii* (Rutaceae). *S Afr J Bot* 2008, **74**:572-576.
- Mbaveng AT, Kuete V, Nguemaving JR, Krohn K, Nkengfack AE, Meyer JJM, Lall N: Antimicrobial activity of the extracts and compounds from *Vismia guineensis* (Guttiferae). *Asian Journal of Traditional Medicine* 2008, **3**:211-223.
- Collins MA, Charles HP: Antimicrobial activity of Carnosol and Ursolic acid: two anti-oxidant constituents of *Rosmarinus officinalis* L. *Food Microbiol* 1987, **4**:311-315.
- Kuete V, Eyong KO, Beng VP, Folefoc GN, Hussain H, Krohn K, Nkengfack AE, Saeftel M, Sarite SR, Hoerauf A: Antimicrobial activity of the methanolic extract and compounds isolated from the stem bark of *Newbouldia laevis* Seem. (Bignoniaceae). *Pharmazie* 2007, **62**:552-556.

37. Manríquez-Torres J, Zúñiga-Estrada A, González-Ledesma M, Torres-Valencia JM: **The Antibacterial Metabolites and Proacacipetalin from *Acacia cochliacantha*. *J Mex Chem Soc* 2007, **51**:228-231.**

**Pre-publication history**

The pre-publication history for this paper can be accessed here:  
<http://www.biomedcentral.com/1472-6882/11/6/prepub>

doi:10.1186/1472-6882-11-6

**Cite this article as:** Kuete *et al.*: Antimicrobial activities of the methanol extract, fractions and compounds from *Ficus polita* Vahl. (Moraceae). *BMC Complementary and Alternative Medicine* 2011 **11**:6.

**Submit your next manuscript to BioMed Central  
and take full advantage of:**

- Convenient online submission
- Thorough peer review
- No space constraints or color figure charges
- Immediate publication on acceptance
- Inclusion in PubMed, CAS, Scopus and Google Scholar
- Research which is freely available for redistribution

Submit your manuscript at  
[www.biomedcentral.com/submit](http://www.biomedcentral.com/submit)

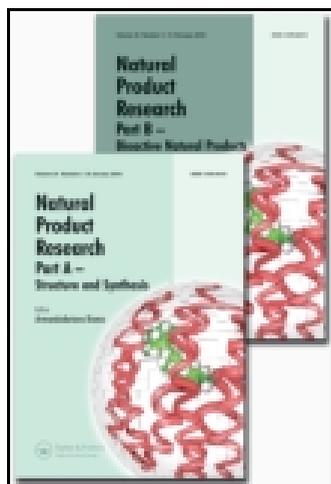


This article was downloaded by: [Louis Pergaud Sandjo]

On: 05 October 2014, At: 18:29

Publisher: Taylor & Francis

Informa Ltd Registered in England and Wales Registered Number: 1072954 Registered office: Mortimer House, 37-41 Mortimer Street, London W1T 3JH, UK



## Natural Product Research: Formerly Natural Product Letters

Publication details, including instructions for authors and subscription information:

<http://www.tandfonline.com/loi/gnpl20>

### Albiziaflavane A: a new flavane from *Albizia ferruginea* (Mimosoideae)

Justin Kamga<sup>ab</sup>, Louis P. Sandjo<sup>a</sup>, Nazli Böke-Sarikahya<sup>b</sup>, Süheyla Kirmizigül<sup>b</sup>, Victor Kuete<sup>c</sup> & Bonaventure T. Ngadjui<sup>ad</sup>

<sup>a</sup> Department of Organic Chemistry, Faculty of Sciences, University of Yaoundé I, P.O. Box 812, Yaoundé, Cameroon

<sup>b</sup> Section of Organic Chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Science, Ege University, 35500 Bornova-Izmir, Turkey

<sup>c</sup> Department of Biochemistry, Faculty of Science, University of Dschang, Dschang, Cameroon

<sup>d</sup> Department of Pharmaceutical Sciences and Traditional Pharmacopeia, Faculty of Medicine and Biomedical Sciences, University of Yaoundé I, P.O. Box 8664, Yaoundé, Cameroon  
Published online: 20 Jun 2014.

To cite this article: Justin Kamga, Louis P. Sandjo, Nazli Böke-Sarikahya, Süheyla Kirmizigül, Victor Kuete & Bonaventure T. Ngadjui (2014) Albiziaflavane A: a new flavane from *Albizia ferruginea* (Mimosoideae), *Natural Product Research: Formerly Natural Product Letters*, 28:19, 1574-1578, DOI: [10.1080/14786419.2014.927466](https://doi.org/10.1080/14786419.2014.927466)

To link to this article: <http://dx.doi.org/10.1080/14786419.2014.927466>

PLEASE SCROLL DOWN FOR ARTICLE

Taylor & Francis makes every effort to ensure the accuracy of all the information (the "Content") contained in the publications on our platform. However, Taylor & Francis, our agents, and our licensors make no representations or warranties whatsoever as to the accuracy, completeness, or suitability for any purpose of the Content. Any opinions and views expressed in this publication are the opinions and views of the authors, and are not the views of or endorsed by Taylor & Francis. The accuracy of the Content should not be relied upon and should be independently verified with primary sources of information. Taylor and Francis shall not be liable for any losses, actions, claims, proceedings, demands, costs, expenses, damages, and other liabilities whatsoever or howsoever caused arising directly or indirectly in connection with, in relation to or arising out of the use of the Content.

This article may be used for research, teaching, and private study purposes. Any substantial or systematic reproduction, redistribution, reselling, loan, sub-licensing, systematic supply, or distribution in any form to anyone is expressly forbidden. Terms & Conditions of access and use can be found at <http://www.tandfonline.com/page/terms-and-conditions>

## Albiziaflavane A: a new flavane from *Albizia ferruginea* (Mimosoideae)

Justin Kamga<sup>ab</sup>, Louis P. Sandjo<sup>a\*</sup>, Nazli Böke-Sarikahya<sup>b</sup>, Süheyla Kirmizigül<sup>b\*</sup>,  
Victor Kuete<sup>c</sup> and Bonaventure T. Ngadjui<sup>ad</sup>

<sup>a</sup>Department of Organic Chemistry, Faculty of Sciences, University of Yaoundé I, P.O. Box 812, Yaoundé, Cameroon; <sup>b</sup>Section of Organic Chemistry, Department of Chemistry, Faculty of Science, Ege University, 35500 Bornova-Izmir, Turkey; <sup>c</sup>Department of Biochemistry, Faculty of Science, University of Dschang, Dschang, Cameroon; <sup>d</sup>Department of Pharmaceutical Sciences and Traditional Pharmacopeia, Faculty of Medicine and Biomedical Sciences, University of Yaoundé I, P.O. Box 8664, Yaoundé, Cameroon

(Received 21 March 2014; final version received 20 May 2014)

A new polyhydroxylated flavane (**1**) was identified from *Albizia ferruginea* (Mimosoideae) along with 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol (**2**), julibrosides A1–A3 (**3–5**). The structures of the compounds were established based on their NMR and mass spectrometric data in conjunction with those previously reported in the literature. Compounds **1** and **5** displayed moderate antibacterial activities.

**Keywords:** *Albizia ferruginea*; secondary metabolites; structure elucidation

### 1. Introduction

*Albizia ferruginea* is a perennial tree with about 45 m high and 3 m girth. The leaves are bipinnate with pinnae exceeding sometimes seven pairs (Agyare et al. 2006). This species threatened by deforestation is widespread in west and central Africa (Kareru et al. 2007). Called 'Evouvous' by Ewondo tribe in the central region of Cameroon, the decoction of its barks mixed with those of *Ongokea gore* and *Piptadeniastrum africanum* is used as traditional remedy to cure infertility (Noumi et al. 2011). Previously, saponins (Cheng et al. 2011), flavonoids (Rao et al. 2002) and diterpenoids (Cheng et al. 2010) were reported as secondary metabolites identified from different species of *Albizia*. Therefore, the structural diversity of chemical entities remains an attraction for chemists and biologists. Therefore, we chemically investigated *A. ferruginea* and in the course of the study, a new flavane was identified together with four formerly reported compounds. We herein report the structural elucidation of the new flavane and its antibacterial activity.

### 2. Results and discussion

Compound **1** was obtained as a brownish gum. The molecular formula C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>6</sub>, consistent with nine double bond equivalents, was established based on the HR-ESI-mass spectrum which gave the pseudo-molecular peak at *m/z* 327.0832 ([M + Na]<sup>+</sup> calcd for 327.0840). The IR spectrum displayed absorption band of OH (3426 cm<sup>-1</sup>). The NMR spectra of **1** revealed six signals of aromatic CH groups involving an AB spin system [ $\delta$  7.04 (1H, d, 8.3 Hz)/109.6, and 7.02 (1H, d, 8.3 Hz)/123.0] and an AA'XX' system [ $\delta$  7.15 (2H, d, 8.5 Hz)/116.1 and 7.81 (2H, d, 8.5 Hz)/130.4]. Moreover, signals of a propan-1,2,3-triol moiety were observed at  $\delta$  5.66 (br s)/77.2, 4.56 (dd, 1.3, 3.0 Hz)/69.7 and 4.61 (d, 3.0 Hz)/79.0 as well as a signal of a methoxy

\*Corresponding authors. Email: [plsandjo@yahoo.fr](mailto:plsandjo@yahoo.fr); [suheyla.kirmizigul@ege.edu.tr](mailto:suheyla.kirmizigul@ege.edu.tr)

group at  $\delta$  3.53 (s)/56.4. Compound **1** was deduced to be a flavane-diol type based on HMBC correlations (Figure S7, Supplementary data) of H-4 ( $\delta$  4.61) to C-4a ( $\delta$  112.6), C-5 ( $\delta$  123.0), C-8a ( $\delta$  146.1) and C-3 ( $\delta$  69.7) as well as H-4 to C-2 ( $\delta$  77.2) and the methoxy group ( $\delta$  56.4). Besides, H-2 revealed similar interactions with carbons at  $\delta$  130.9 (C-1') and  $\delta$  130.4 (C-2' and C-6'). These latter HMBC contacts suggested the ring B of flavonoid skeleton to contain the AA'XX' pattern. This supposition was supported by long-range correlations of H-5 to C-4 ( $\delta$  79.0), C-4a ( $\delta$  112.6), C-7 ( $\delta$  148.8) and C-8a ( $\delta$  146.1) as well as those unveiled between H-6 and C-4a ( $\delta$  112.6), C-7 ( $\delta$  148.8), and C-8 ( $\delta$  135.3). The aforementioned information allowed to deduce the chroman part (rings A and C) in a flavane scaffold. The chemical shifts observed for aromatic carbons C-7, C-8 and C-8a were supported by those found for compounds containing similar feature (Foo & Wong 1986) in conjunction with the above-mentioned heteronuclear correlations. The relative configuration at C-2, C-3 and C-4 was assigned based on correlations displayed on the NOESY spectrum (Figure S7, Supplementary data) between H-4, H-3 and H-2. Furthermore, the coupling constants associated with these protons were similar to those reported for the same resonances in (–)-3',4',7-trihydroxyflavan-2,3-*cis*-3,4-*cis*-diol (Kim et al. 2013) and the absolute configuration of stereogenic centres in compound **1** was tentatively determined as 2*R*, 3*R* and 4*R*. Accordingly, the foregoing data in conjunction with those found for a closely similar metabolite, pentaacetyl-epioritin-4 $\alpha$ -ol (Malan & Sireeparsad 1995) allowed to identify **1** to be 2-(4-hydroxyphenyl)-4-methoxychroman-3,7,8-triol. The trivial name albiziaflavane A was assigned.

The structures of the known metabolites identified as 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol (**2**) (Roux & de Bruyn 1963), julibrosides A1 (**3**), A2 (**4**) and A3 (**5**) (Figure 1; Kinjo et al. 1992) were determined by comparing their NMR and physical data to those formerly reported in the literature.

Compounds **1**, **3** and **5** were evaluated for their antibacterial activity and the results indicated that compounds **1** and **5** displayed moderate activities with minimum inhibitory concentration (MIC) values above 100  $\mu$ g/mL (Kuete 2010) against *Escherichia coli* (ATCC8739 and AG100), *Enterobacter aerogenes* ATCC13048, *Klebsiella pneumoniae* ATCC29916 and *Pseudomonas aeruginosa* PA01 whilst no activity against other tested microorganisms (Table 1). None of the tested compound was as active as tetracycline, which was used as positive control.

### 3. Experimental

#### 3.1. General procedure

Optical rotation: JASCO P-2000 polarimeter (JASCO Corporation, Japan); IR (KBr disc): JASCO A-302 spectrophotometer (JASCO Corporation, Japan); HR-ESI-MS: JOEL MS apparatus (JEOL, Tokyo, Japan); 1 and 2D NMR: Brüker DRX-400 MHz (Brüker, Karlsruhe, Germany) with TMS as internal reference. Thin-layer chromatography was performed over silica gel aluminium plates 60F<sub>254</sub>. Column chromatography (CC) was carried out in normal phase with SiO<sub>2</sub> gel 40–63  $\mu$ m, reverse phase with silica RP-18 and RP-MPLC (medium-pressure liquid chromatography) apparatus equipped with a Lichoprep RP-18 column.

#### 3.2. Plant collection

*A. ferruginea* (Mimosoideae) was collected in February 2013 at Mvolye, a neighbourhood of Yaoundé (centre of Cameroon) and was identified by a botanist of the national herbarium of Cameroon, where a voucher specimen has been deposited under the registration number 49871/HNC.

##### 3.2.1. Extraction and isolation

Air-dried, finely powdered root (2.6 kg) of *A. ferruginea* was extracted with MeOH (15 L for 3 days) at room temperature. The solution was evaporated *in vacuo* to afford a brown residue

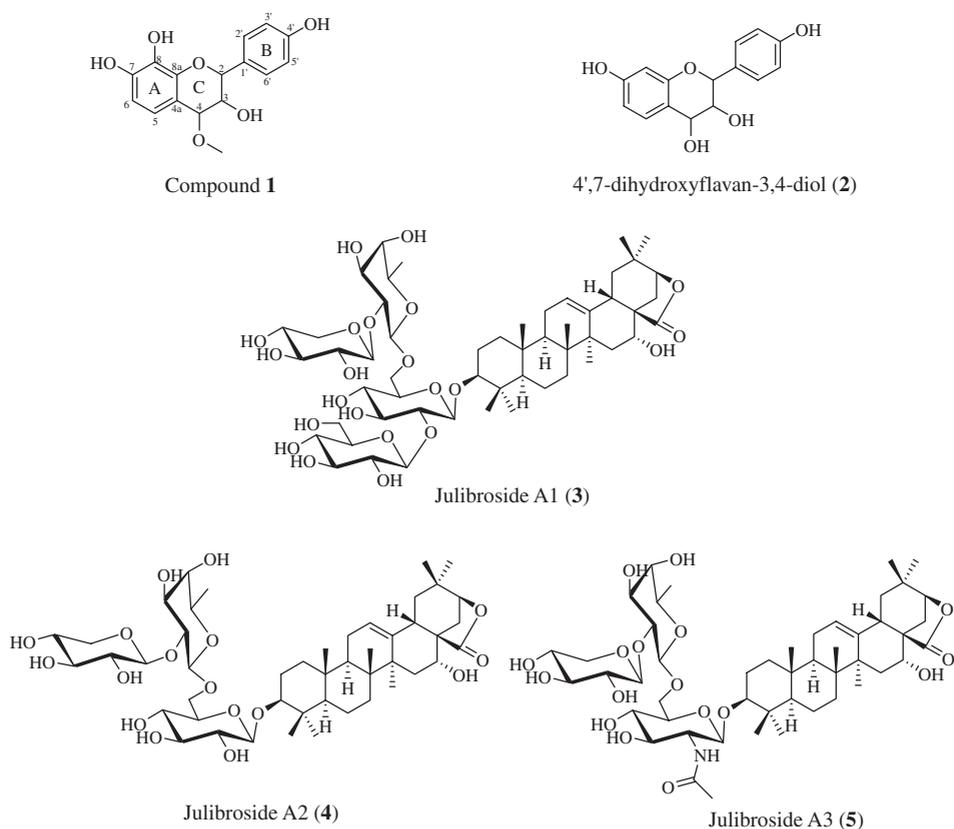


Figure 1. Structures of the isolated compounds.

(108.2 g). The crude extract was poured onto water (0.5 L) and extracted successively with *n*-hexane (0.5 L, four times),  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (0.5 L, four times), EtOAc (0.5 L, four times) and *n*-BuOH (0.5 L, four times) to give fractions A–D. The Fraction D (*n*-BuOH, 50.3 g) was defatted with *n*-hexane (75 mL, 10 times) and the obtained fraction D1 (45 g) was further purified by MPLC using silica gel and eluted with a mixture of  $\text{CHCl}_3/\text{MeOH}/\text{H}_2\text{O}$  from the ratio 90:10:1 to 61:32:7, with a flow rate 23 mL/min to give four main sub-fractions (A–D). The sub-fraction B (455.5 mg) was further chromatographed using an open silica gel CC eluted with  $\text{CHCl}_3/\text{MeOH}/$

Table 1. MIC values of the studied compound and tetracycline against the tested bacterial strains.

Samples	Bacterial strains and MIC ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )								
	<i>E. coli</i>		<i>E. aerogenes</i>		<i>K. pneumoniae</i>			<i>P. aeruginosa</i>	
	ATCC 8739	AG100	ATCC 13048	EA27	ATCC 29916	KP55	KP63	PA01	PA124
<b>1</b>	256	256	512	– <sup>a</sup>	256	–	–	512	–
<b>5</b>	256	256	512	–	512	–	–	512	–
<b>3</b>	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Tetracycline <sup>b</sup>	64	128	32	128	<4	16	<4	<4	128

<sup>a</sup> (–), MIC > 512  $\mu\text{g}/\text{mL}$ .

<sup>b</sup> Positive control.

H<sub>2</sub>O (from 90:10:1 to 80:20:2) to give seven sub-fractions (B1–B7). Sub-fraction B7 eluted with the mixture CHCl<sub>3</sub>/MeOH/H<sub>2</sub>O (80:29:1) yielded compound **1** (2.8 mg) while compound **2** (3.1 mg) was obtained from the sub-fraction B3 eluted with the mixture CHCl<sub>3</sub>/MeOH/H<sub>2</sub>O (90:10:1). The sub-fraction C (2.78 g) was purified by using SiO<sub>2</sub> CC eluted with different mixture of CHCl<sub>3</sub>/MeOH/H<sub>2</sub>O to afford eight sub-fractions C1–C8. From the sub-fraction C7 (63.3 mg) eluted with the ternary mixture CHCl<sub>3</sub>/MeOH/H<sub>2</sub>O (90:10:1 to 61:32:7), compound **4** (2.1 mg) was obtained. Sub-fraction C5 (82.8 mg) was treated as C7 to yield compound **5** (2.5 mg). Similarly, sub-fraction C8 (10.6 mg) during the same isolation process as former sub-fractions following by a RP-18 CC eluted with MeOH/H<sub>2</sub>O (3:2) afforded compound **3** (3.3 mg).

### 3.2.2. Compound **1**

Brownish gum [ $\alpha$ ]<sub>D</sub><sup>20</sup> – 15 (*c* = 0.03, MeOH), IR (KBr,  $\nu$ , cm<sup>-1</sup>): 3427, 2930, 1615, 1503, 1350, 1258, 1030; <sup>1</sup>H NMR (C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, 400 MHz): 5.66 (1H, br s, H-2), 4.56 (1H, dd, 1.3, 3.0 Hz, H-3), 4.61 (1H, d, 3.0 Hz, H-4), 7.02 (1H, d, 8.3 Hz, H-5), 7.04 (1H, d, 8.3 Hz, H-6), 7.81 (2H, d, 8.5 Hz, H-2' and H-6'), 7.15 (2H, d, 8.5 Hz, H-3' and H-5'), 3.53 (3H, s, CH<sub>3</sub>O) <sup>13</sup>C NMR (C<sub>5</sub>D<sub>5</sub>N, 100 MHz): 77.2 (C-2), 69.7 (C-3), 79.0 (C-4), 112.6 (C-4a), 123.0 (C-5), 109.6 (C-6), 148.8 (C-7), 135.3 (C-8), 146.1 (C-8a), 130.9 (C-1'), 130.4 (C-2' and C-6'), 116.1 (C-3' and C-5'), 159.0 (C-4'), 56.4 (CH<sub>3</sub>O); HR-ESI-MS: *m/z* 327.0832 ([M + Na]<sup>+</sup> calcd for 327.0840).

### 3.3. Antibacterial assay

The studied microorganisms included reference (ATCC) and multidrug-resistant strains of *P. aeruginosa* (PA01, PA124), *K. pneumoniae* (ATCC11296, KP55, KP63), *E. coli* (ATCC8739, AG100) and *E. aerogenes* (ATCC13048, EA3) obtained from the American Type Culture Collection. They were maintained on agar slant at 4°C and sub-cultured on a fresh appropriate agar plates 24 h prior to any antimicrobial test. Nutrient agar and Sabouraud glucose agar were used for the activation of bacteria and fungi, respectively. Mueller–Hinton broth (MHB) was used for the MIC and minimum microbicidal concentration (MMC) determinations. Mueller–Hinton agar was also used for the determination of the MMC on these species (Kuetee et al. 2011). Tetracycline (Sigma-Aldrich, St Quentin Fallavier, France) was used as reference antibiotics against bacteria. *p*-Iodonitrotetrazolium chloride (INT, Sigma-Aldrich) was used as microbial growth indicator (Mativandlela et al. 2006).

The MIC determinations on bacteria was conducted using rapid INT colorimetric assay according to described methods with some modifications. Briefly, the test sample was first of all dissolved in 10% (v/v) DMSO/MHB to give a final concentration of 512  $\mu$ g/mL and serially diluted twofold to obtain concentration ranges. A volume of 100  $\mu$ L of each concentration was added in a well (96-well microplate) containing 95  $\mu$ L of MHB and 5  $\mu$ L of inoculum (standardised at  $1.5 \times 10^6$  CFU/mL by adjusting the optical density to 0.1 at 600 nm Shimadzu UV-120-01 spectrophotometer, Hayward, USA) (Tereschuk et al. 1997). The final concentration of DMSO in the well was less than 3% (preliminary analyses with 3% (v/v) DMSO do not alter the growth of the test organisms). The negative control well consisted of 195  $\mu$ L of MHB and 5  $\mu$ L of the standard inoculum (Zgoda & Porter 2001). The plates were covered with a sterile plate sealer, then agitated to mix the contents of the wells using a plate shaker and incubated at 37°C for 24 h. The assay was repeated three times in triplicate. The MIC of samples was detected following the addition (40  $\mu$ L) of 0.2 mg/mL INT and incubation at 37°C for 30 min (Mativandlela et al. 2006). Viable microorganisms reduced the yellow dye to a pink colour. MIC was defined as the lowest sample concentration that prevented this change and exhibited complete inhibition of bacterial growth (Kuetee et al. 2008).

#### 4. Conclusions

The study deals with the chemical investigation of *A. ferruginea* from which one new flavane has been identified together with four known compounds including a flavane congener and three saponins. The use of this plant to cure mycosis (Lawal et al. 2010), dysentery or skin infection (Kareru et al. 2007) could be explained by its capacity to synthesise structurally diverse secondary metabolites.

#### Supplementary data

The NMR data of compound **1** are available online, alongside Figures S1–S7.

#### Acknowledgements

JK and SK would like to thank TÜBİTAK (The Scientific and Technological Research Council of Turkey) for the mobility grant and the financial support through the research fellowship for foreign citizens reference B.14.2.TBT.0.06.01.03-216.01-24962.

#### References

- Agyare C, Koffuor GA, Mensah AY, Agyemang DO. 2006. Antimicrobial and uterine smooth muscle activities of *Albizia ferruginea* extracts. *Bol Latinoam Caribe Plant Med Aromát.* 5:31–35.
- Cheng Z-Q, Yang D, Liu Y-Q, Hu J-M, Jiang H-Z, Wang P-C, Li N, Zhou J, Zhao Y-X. 2010. Two new *ent*-kaurane diterpenoids from *Albizia mollis* (Wall.) Boiv. *J Braz Chem Soc.* 21:1766–1769.
- Cheng Z-Q, Yang D, Ma Q-Y, Yi X-H, Zhang N-L, Zhou J, Zhao Y-X. 2011. Triterpenoid saponins from *Albizia mollis*. *Bull Korean Chem Soc.* 32:1403–1406.
- Foo LY, Wong H. 1986. Diastereoisomeric leucoanthocyanidins from the heartwood of *Acacia melanoxylon*. *Phytochemistry.* 25:1961–1965.
- Kareru PG, Kenji GM, Gachanja AN, Keriko JM, Mungai G. 2007. Traditional medicines among the Embu and Mbeere peoples of Kenya. *Afr J Tradit CAM.* 4:75–86.
- Kim KH, Moon E, Choi SU, Kim SY, Lee KR. 2013. Polyphenols from the bark of *Rhus verniciflua* and their biological evaluation on antitumor and anti-inflammatory activities. *Phytochemistry.* 92:113–121.
- Kinjo J, Araki K, Fukui K, Higuchi H, Ikeda T, Nohara T, Ida Y, Takemoto N, Miyakoshi M, Shoji J. 1992. Six new triterpenoidal glycosides including two new saponins from *Albizia mollis* cortex. *J Pharm Soc Jpn.* 112:3269–3273.
- Kuete V. 2010. Potential of Cameroonian plants and derived products against microbial infections: a review. *Plant Med.* 76:1479–1491.
- Kuete V, Kanga J, Sandjo LP, Ngameni B, Poumale PHM, Ambassa P, Ngadjui BT. 2011. Antimicrobial activities of the methanol extract, fractions and compounds from *Ficus polita* Vahl. (Moraceae). *BMC Complement Altern Med.* 11:1–6.
- Kuete V, Ngameni B, Simo FCC, Kengap TR, Ngadjui BT, Meyer JJM, Lall N, Kuate JR. 2008. Antimicrobial activity of the crude extracts and compounds from *Ficus chlamydocarpa* and *Ficus cordata* (Moraceae). *J Ethnopharmacol.* 120:17–24.
- Lawal IO, Uzokwe NE, Igboanugo ABI, Adio AF, Awosan EA, Nwogwugwu JO, Faloye B, Olatunji BP, Adesoga AA. 2010. Ethno medicinal information on collation and identification of some medicinal plants in Research Institutes of south-west Nigeria. *Afr J Pharm Pharmacol.* 4:1–7.
- Malan E, Sireeparsad A. 1995. The structure and synthesis of the first dimeric proteracacinidins from *Acacia galpinii*. *Phytochemistry.* 38:237–239.
- Mativandlela SPN, Lall N, Meyer JJM. 2006. Antibacterial, antifungal and antitubercular activity of (the roots of) *Pelargonium reniforme* (CURT) and *Pelargonium sidoides* (DC) (Geraniaceae) root. *S Afr J Bot.* 72:232–237.
- Noumi E, Eboule AF, Nanfa R. 2011. Traditional health care of male infertility in Bansa, west Cameroon. *Int J Pharm Biomed Sci.* 2:42–50.
- Rao YK, Reddy MVB, Rao CV, Gunasekar D, Blond A, Caux C, Bodo B. 2002. Two new 5-deoxyflavones from *Albizia odoratissima*. *Chem Pharm Bull.* 50:1271–1272.
- Roux DG, de Bruyn GC. 1963. Isolation of 4',7-dihydroxyflavan-3,4-diol from *Guiboburtia coleosperma*. *Biochem J.* 87:439–444.
- Tereschuk ML, Riera MVQ, Castro GR, Abdala LR. 1997. Antimicrobial activity of flavonoid from leaves of *Tagetes minuta*. *J Ethnopharmacol.* 56:227–232.
- Zgoda JR, Porter JR. 2001. A convenient microdilution method screening natural products against bacteria and fungi. *Pharm Biol.* 39:221–225.