

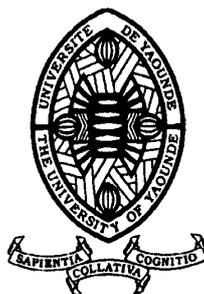
REPUBLIQUE DU CAMEROUN

*Paix – Travail – Patrie*

\*\*\*\*\*

UNIVERSITE DE YAOUNDE I  
ECOLE NORMALE SUPERIEURE  
DEPARTEMENT DE DEPARTEMENT DE  
CHIMIE

\*\*\*\*\*



REPUBLIC OF CAMEROUN

*Peace – Work – Fatherland*

\*\*\*\*\*

UNIVERSITY OF YAOUNDE I  
HIGHER TEACHER TRAINING COLLEGE  
DEPARTMENT OF DEPARTMENT OF  
CHEMISTRY

\*\*\*\*\*

## **ETUDE CHIMIQUE DE L'EXTRAIT AU CHLORURE DE METHYLENE DES ECORCES DU TRONC DE FICUS ELASTICA (MORACEAE)**

Mémoire rédigé et soutenu en exigences des conditions requises pour l'obtention du Diplôme de Professeur de l'Enseignement Secondaire 2ème Grade(DI.P.E.S.II)

Par :

**MFETIE Mathieu Ledoux**  
**Licencié es Sciences**

Sous la direction  
**KAPCHE W. F.G. Deccaux**  
**Maître de conférences**



**Année Académique**  
**2015-2016**



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire de Yaoundé I. Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [biblio.centrale.uyi@gmail.com](mailto:biblio.centrale.uyi@gmail.com)

## WARNING

This document is the fruit of an intense hard work defended and accepted before a jury and made available to the entire University of Yaounde I community. All intellectual property rights are reserved to the author. This implies proper citation and referencing when using this document.

On the other hand, any unlawful act, plagiarism, unauthorized duplication will lead to Penal pursuits.

Contact: [biblio.centrale.uyi@gmail.com](mailto:biblio.centrale.uyi@gmail.com)

## DEDICACES

Je dédie ce mémoire à :

Mon défunt papa Yumoh Ruben

Ma maman Toumbou Jeannette

## REMERCIEMENTS

Le présent mémoire n'aurait pu être réalisé sans la sollicitude et l'encouragement des personnalités à qui j'aimerais exprimer ici ma très profonde gratitude. Je pense particulièrement :

Au Professeur KAPCHE W. F. G. D. pour la confiance qu'il m'a accordée en acceptant d'encadrer ce travail, pour ses conseils, ses encouragements, sa disponibilité, sa simplicité et sa rigueur dans le travail.

Au Professeur FON ABI C., Chef de Département de Chimie à l'École Normale Supérieure, pour son dynamisme à la tête de ce Département.

A tous les enseignants de l'Ecole Normale Supérieure de Yaoundé surtout ceux du Département de Chimie pour la formation acquise.

A mes aînés de laboratoire Dr. ANGO Y. et messieurs ABEGA F. D., MELONG R., NGANTENG D. pour leurs disponibilités, leurs conseils et encouragements.

A mes camarades de laboratoire OHANDJA R., YAKAM B., TEGASNE C., MAKOU DJOU D., pour leur sympathie et les moments chaleureux passés ensemble.

A tous mes camarades de promotion pour leur esprit d'équipe, leur soutien permanent et la disponibilité dont ils ont toujours fait preuve.

A tous ceux dont je n'ai fait mention et qui ont œuvré de près ou de loin, d'une façon ou d'une autre pour la réalisation de ce document, recevez mon entière reconnaissance.

## TABLE DE MATIERES

|   |      |
|---|------|
| DEDICACES.....  | i    |
| REMERCIEMENTS.....  | ii   |
| TABLE DE MATIERES.....  | iii  |
| LISTE DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES.....                                     | vi   |
| LISTE DES FIGURES.....  | vii  |
| LISTE DES SCHEMAS.....  | viii |
| LISTE DES TABLEAUX.....   | ix   |
| ABSTRACT.....   | x    |
| RESUME.....   | xi   |
| INTRODUCTION GENERALE.....  | 1    |
| CHAPITRE 1 : REVUE DE LA LITTERATURE.....                                   | 3    |
| 1. Aperçu botanique.....  | 4    |
| 1.1. Généralités sur les Moraceae.....                                      | 4    |
| 1.2. Généralités sur le genre <i>Ficus</i> .....                            | 4    |
| 1.2.1. Aperçu botanique.....  | 4    |
| 1.2.2. Répartition géographique en Afrique et au Cameroun.....              | 5    |
| 1.3. Généralités sur l'espèce <i>Ficus elastica</i> .....                   | 7    |
| 2. Quelques usages des plantes du genre <i>Ficus</i> .....                  | 8    |
| 2.1. Sur le plan artisanal et économique.....                               | 8    |
| 2.2. Sur le plan thérapeutique.....   | 8    |
| 3. Travaux chimiques antérieurs sur les espèces du genre <i>Ficus</i> ..... | 9    |

|  |    |
|--|----|
| 3.1. Les flavonoïdes.....  | 9  |
| 3.2. Les triterpénoïdes.....   | 11 |
| 3.2.1. Introduction.....   | 11 |
| 3.2.2. Les triterpénoïdes pentacycliques.....                            | 12 |
| 3.2.3. Biosynthèse des triterpènes.....                                  | 13 |
| 3.2.4. Quelques triterpénoïdes isolés du genre <i>Ficus</i> .....        | 15 |
| 3.2.5. Quelques activités destriterpènes pentacycliques.....             | 16 |
| 3.3. Les stéroïdes.....  | 17 |
| 3.3.1. Introduction.....   | 17 |
| 3.3.2. Classification et répartition.....                                | 17 |
| 3.3.3. Origine biosynthétique.....                                       | 18 |
| 3.3.4. Quelques stéroïdes isolés des plantes du genre <i>Ficus</i> ..... | 19 |
| 3.3.5. Intérêts pharmacologiques et bioactivés des stéroïdes.....        | 21 |
| 3.3.6. Tests caractéristiques des stéroïdes et des terpénoïdes.....      | 22 |
| CHAPITRE 2 : RESULTATS ET DISCUSSION.....                                | 23 |
| 1. Introduction.....   | 24 |
| 2. Identification des composés isolés.....                               | 26 |
| 2.1. Identification du composé FEECET1.....                              | 26 |
| 2.2. Identification du composé FEECET2.....                              | 30 |
| INTERET PEDAGOGIQUE DU MEMOIRE.....                                      | 38 |
| CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....  | 39 |
| CHAPITRE 3 : PARTIE EXPERIMENTALE.....                                   | 40 |
| 1. Appareillage et matériel végétal.....                                 | 41 |

|   |    |
|---|----|
| 1.1. Appareillage.....  | 41 |
| 1.2. Matériel végétal.....                                      | 41 |
| 2. Extraction et isolement des produits.....                    | 41 |
| 2.1. Extraction des produits.....                               | 41 |
| 2.2. Séparation chromatographique.....                          | 42 |
| 2.3. Protocole d'isolement et de purification des composés..... | 42 |
| 3. Caractéristiques physicochimiques des composés isolés.....   | 44 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....                                | 45 |

## LISTE DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES

|                       |   |
|-----------------------|---|
| A.E. :                | Acétate d'Ethyle  |
| CC :                  | Chromatographie sur Colonne   |
| CCM :                 | Chromatographie sur Couche Mince  |
| COSY :                | Correlations spectroscopy   |
| <i>d</i> :            | Doublet   |
| <i>dd</i> :           | Doublet dédoublé  |
| DEPT :                | Distortionless Enhancement by Polarization Transfer                         |
| FEECET                | <i>Ficus Elastica</i> Extrait au Chlorure de methylene des Ecorces du Tronc |
| g :                   | Gramme  |
| Hex :                 | Hexane  |
| HMBC :                | Heteronuclear Multiple Bond Correlation                                     |
| HMQC :                | Heteronuclear Multiple Quantum Connectivity                                 |
| J :                   | Constante de couplage   |
| <i>m</i> :            | multiplet   |
| mg :                  | milligramme   |
| MHz :                 | MegaHertz   |
| OMS :                 | Organisation Mondiale de la Santé   |
| ppm :                 | Partie par million  |
| RMN <sup>1</sup> H :  | Résonance Magnétique Nucléaire du proton                                    |
| RMN <sup>13</sup> C : | Résonance Magnétique Nucléaire du carbone treize                            |
| <i>s</i> :            | Singulet  |
| <i>t</i> :            | Triplet   |
| UV :                  | Ultraviolet   |
| $\delta$ :            | Déplacement chimique en ppm   |

## LISTE DES FIGURES

|   |    |
|---|----|
| Figure 1 : Feuilles (A), Tronc et racines aériennes de <i>Ficus elastica</i> (B).....   | 7  |
| Figure 2 : Spectre de RMN $^1\text{H}$ ( $\text{CDCl}_3$ , 300 MHz) de FEECET1 .....    | 29 |
| Figure 3 : Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ ( $\text{CDCl}_3$ , 75 MHz) de FEECET1 .....  | 29 |
| Figure 4 : Spectre de RMN $^{13}\text{C}$ ( $\text{CDCl}_3$ , 300 MHz) de FEECET2 ..... | 33 |
| Figure 5 : Spectre de RMN $^1\text{H}$ ( $\text{CDCl}_3$ , 300 MHz) de FEECET2.....     | 34 |
| Figure 6 : Spectre COSY de FEECET2 .....  | 35 |
| Figure 7 : Spectre HMQC de FEECET2 .....  | 36 |
| Figure 8 : Spectre HMBC de FEECET2 .....  | 37 |

## LISTE DES SCHEMAS

|   |    |
|---|----|
| Schéma 1 : Biosynthèse des différentes classes des terpènes.....  | 12 |
| Schéma 2 : Biosynthèse du squalène .....  | 13 |
| Schéma 3 : Cyclisation du squalène.....   | 14 |
| Schéma 4 : Principaux enchaînements stéroïdiques de base rencontrés chez les végétaux.....                                | 19 |
| Schéma 5 : Protocole d'extraction et d'isolement de quelques composés des écorces du tronc de <i>Ficus elastica</i> ..... | 25 |

## LISTE DES TABLEAUX

|   |    |
|---|----|
| Tableau 1 : Répartition géographique de quelques espèces du genre <i>Ficus</i> au Cameroun. ....      | 5  |
| Tableau 2: Quelques flavonoïdes isolés des plantes du genre <i>Ficus</i> . .....                      | 10 |
| Tableau 3: Quelques triterpénoides isolés des plantes du genre <i>Ficus</i> .....                     | 16 |
| Tableau 4: Quelques stéroïdes isolés des plantes du genre <i>Ficus</i> . .....                        | 20 |
| Tableau 5 : Comparaison des données de RMN <sup>13</sup> C de FEECET1 et celles de β-sitostérol. .... | 27 |
| Tableau 6 : Comparaison des données de RMN <sup>13</sup> C de FEECET2 et celles de la littérature.... | 32 |
| Tableau 7: Chromatogramme de l'extrait brut à l'hexane/acétate d'éthyle .....                         | 42 |
| Tableau 8: Chromatogramme de la série B .....   | 43 |

## ABSTRACT

The work presented in this dissertation deals with the extraction, isolation and characterization of chemical constituents of the stem bark of *Ficus elastica*, a plant belonging to the *Moraceae* family. The methylene chloride extract of these stem barks led to the isolation of three compounds after separation and purification by various chromatographic technics.

Two of these compounds have been identified as  $\beta$ -sitosterol (24-ethylcholest-5-en-3 $\beta$ -ol) and taraxerol (Tarax-14-en-3-ol) by comparison of their spectroscopic data ( $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR, DEPT 135, COSY, HMQC, and HMBC) with those obtained from the literature.

These compounds respectively belong to the steroids and triterpenoids classes.

**Keys words:** Moraceae, *Ficus elastica*, methylene chloride extract, 24-ethylcholest-5-en-3 $\beta$ -ol, taraxerol.

## RESUME

Ce travail porte sur l'étude chimique de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de *Ficus elastica*, une plante médicinale camerounaise de la famille des Moraceae. Au moyen des techniques de séparation et de purification chromatographiques, l'extrait méthylénique a conduit à l'isolement de trois composés.

Seuls deux de ces composés ont été identifiés à la  $\beta$ -Sitostérol (24-éthylcholest-5- $\beta$ -ol) et au Taraxérol (Tarax-14- $\beta$ -ol) à l'aide de leurs données spectrales (RMN  $^1\text{H}$ , RMN  $^{13}\text{C}$ , DEPT 135, COSY, HMQC, HMBC) et par comparaison avec celles déjà décrites dans la littérature. Ils appartiennent respectivement à la classe des stéroïdes et des triterpénoïdes.

**Mots clés :** Moraceae, *Ficus elastica*, Extrait au chlorure de méthylène, 24-éthylcholest-5- $\beta$ -ol, taraxérol.





**INTRODUCTION GENERALE**

La nature constitue de par ses ressources, un réservoir quasi inépuisable d'essences utilisées en pharmacopée traditionnelle pour traiter certaines maladies.

Depuis plusieurs millénaires, les traditions humaines ont su développer la connaissance et l'utilisation des plantes médicinales. Si certaines pratiques médicales paraissent étranges et relèvent de la magie, d'autres au contraire semblent plus fondées, plus efficaces. Pourtant, toutes ont pour objectif de vaincre la souffrance et d'améliorer la santé de l'homme. (Kindersiey et *al.* 2001).

La phytothérapie a pratiquement été la seule médecine jusqu'au 19<sup>e</sup> siècle. Les plantes ont fourni des médicaments très efficaces tels que la morphine ainsi que les alcaloïdes (Atropine, Hyoscyamine, Scopolamine) de la belladone (*Atropa belladonna* L.) (Bézanger-Beauquesne et *al.* 1975). En Afrique, près de 80% de la population les utilisent pour leurs besoins en santé. C'est après un constat d'échec ou une carence de la médecine hospitalière, coûteuse, calquée sur celle des pays nantis, que l'OMS a incité les pays du tiers-monde à accorder une large part à leur pharmacopée traditionnelle (Adjanohoun et *al.* 1981). Mais, l'administration des plantes aux populations par les tradithérapeutes est confrontée aux problèmes liés à la dose, la toxicité.

Pour pallier à ces problèmes, les chimistes et particulièrement les phytochimistes se sont donnés pour de déterminer non seulement la composition chimique de ces plantes dites médicinales, mais aussi de les tester en collaboration avec les biologistes afin de déterminer la dose requise pour un type de traitement.

C'est ainsi que les laboratoires de Chimie Organique de l'Université de Yaoundé I œuvrent pour une meilleure organisation de la médecine traditionnelle et pour une utilisation adéquate des plantes médicinales en mettant au point des principes actifs traditionnels améliorés. Par ailleurs, notre équipe de recherche s'intéresse particulièrement depuis de nombreuses années à l'étude de la famille des Moraceae. C'est dans ce cadre que s'inscrit notre travail qui porte sur l'étude chimique de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de *Ficus elastica*, une plante médicinale de la famille des Moraceae. Le choix de cette plante réside sur le fait qu'elle n'a connu jusqu'à lors que peu d'études phytochimiques. Notre objectif général est de contribuer à enrichir la chimiothèque du genre *Ficus*. Pour atteindre cet objectif, nous avons procédé par l'extraction, l'isolement et la caractérisation des métabolites secondaires de cette plante.

Notre travail s'articulera autour des points suivants : Une revue de la littérature, une présentation des résultats obtenus suivie de leur discussion, les méthodes expérimentales utilisées et la bibliographie consultée.

## **CHAPITRE 1 : REVUE DE LA LITTERATURE**

## 1. Aperçu botanique

### 1.1. Généralités sur les Moraceae

Les Moraceae appartiennent au règne végétal, à l'embranchement des phanérogames, au sous-embranchement des angiospermes, à la classe des dicotylédones, à la sous-classe des monochlamidés et à l'ordre des urticales (Berg et *al.* 1985).

Les Moraceae se présentent sous forme d'arbres ou d'arbustes, plus exceptionnellement de plantes herbacées vivaces. On trouve aussi des lianes, parfois épiphytes (Busson et *al.* 1965). Les plantes de cette famille sont monoïques ou dioïques avec ou sans latex (utilisé pour fabriquer le caoutchouc). On les trouve dans les régions tropicales, les forêts denses, les marécages et souvent dans les endroits rocheux. Les feuilles sont disposées en spirales ou distiques, stipulées à nervation pennée ou radiale (Berg et *al.* 1985).

Les graines sont avec ou sans endosperme avec embryon varié et cotylédons égaux ou non. L'écorce est lisse et claire. La cime sphérique est dense et constituée des racines aériennes (Cusset 1985).

La famille des Moraceae comporte environ 1400 espèces réparties en une quarantaine de genres. Au Cameroun, on dénombre environ 99 espèces réparties en 13 genres parmi lesquels on peut citer les genres *Antiaris*, *Artocarpus*, *Cecropia*, *Dorstenia*, *Milicia*, *Morus*, *Musanga*, *Myrianthus*, *Scyphosyce*, *Sleotiopsis*, *Treculia*, *Trilepisiu* et *Ficus* (Berg et *al.* 1985, Nomura et Hano 1994).

### 1.2. Généralités sur le genre *Ficus*

#### 1.2.1. Aperçu botanique

Le genre *Ficus* est présent dans toutes les régions tropicales et subtropicales du globe terrestre. Les variétés sélectionnées comme plante d'appartement ont généralement une taille inférieure à 1 m, et celles rencontrées dans leur milieu naturel ont plusieurs mètres de haut (Bailey 1958).

Les plantes de ce genre sont des arbres ou arbustes terrestres ou semi-épiphytes, parfois lianescentes ou à racines lianescentes ; les racines aériennes sont présentes. Les feuilles sont disposées en spirales, distiques et subopposées (Berg et *al.* 1985).

Les fleurs sont de deux variétés : les fleurs à graine et les fleurs à galle. Les fruits, encore appelés figues 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. Des entailles faites au tronc des *Ficus* laissent couler un abondant latex laiteux (Aubreville 1954).

### 1.2.2. Répartition géographique en Afrique et au Cameroun

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 1 présente la localisation de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun.

**Tableau 1 : Répartition géographique de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun** (Aubreville 1954).

|    | Espèces                    | Auteurs                | Aspect                         | Répartition géographique                |
|----|----------------------------|------------------------|--------------------------------|---|
| 1  | <i>F. abscondita</i>       | Berg C.C.              | Arbres                         | Ndikiniméki, Nkongsamba, Loum           |
| 2  | <i>F. abutilifolia</i>     | Miquel                 | Arbre                          | Maroua, Mokolo, Kaélé                   |
| 3  | <i>F. adolfi-frideri</i>   | Mildbread              | Arbustes épiphytes             | Kumba, Dikiniméki                       |
| 4  | <i>F. adolfi-friderici</i> | Mildbread              | Arbustes épiphytes             | Kumba, Dikiniméki                       |
| 5  | <i>F. artocarpoides</i>    | Warburg                | Arbustes épiphytes             | Mont Cameroun, Limbé, Yokadouma         |
| 6  | <i>F. asperifolia</i>      | Miquel                 | Arbustes                       | Edéa, Abong Mbang, Bafia                |
| 7  | <i>F. barteri</i>          | Sprague                | Arbres épiphytes ou terrestres | Kribi, Ebolowa, moloundou               |
| 8  | <i>F. benjamina</i>        | Linn                   | Arbres                         | Yaoundé, Bertoua                        |
| 9  | <i>F. butu</i>             | Warburg                | Arbustes épiphytes             | Yokadouma, Moloundou                    |
| 10 | <i>F. burretiana</i>       | Mildbread & Hutchinson | Arbustes épiphytes             | Yokadouma, Yaoundé                      |
| 11 | <i>F. camptoneura</i>      | Mildbread              | Arbustes épiphytes             | Ebolowa, Buéa, Ambam, Kumba             |
| 12 | <i>F. capreaefolia</i>     | Delite                 | Arbuste                        | Logone et Chari, Bénoué, Djerem, Sanaga |
| 13 | <i>F. chlamydocarpa</i>    | Mildbread & Burret     | Arbustes épiphytes             | Dschang, Mont Bamboutos, Bafang         |
| 14 | <i>F. conraui</i>          | Warburg                | Arbustes épiphytes             | Fontem, Yaoundé, Bertoua, Bengbis       |
| 15 | <i>F. cordata</i>          | Thunberg               | Arbre                          | Mokolo, Garoua                          |
| 16 | <i>F. craterostoma</i>     | Mildbread & Burret     | Arbres épiphytes               | Ambam, Bertoua, Yaoundé                 |
| 17 | <i>F. densestipulata</i>   | De Wildemann           | Arbres épiphytes ou terrestres | Ebolowa                                 |
| 18 | <i>F. dicranostyla</i>     | Mildbraed              | Arbre ou arbuste               | Mokolo, Maroua, Mora                    |
| 19 | <i>F. dryepondtiana</i>    | Gentil                 | Arbustes épiphytes             | Yaoundé, Yokadouma, Limbé               |

|    | <b>Espèces</b>           | <b>Auteurs</b>         | <b>Aspect</b>                       | <b>Répartition géographique</b>                                  |
|----|--------------------------|------------------------|-------------------------------------|--|
| 20 | <i>F. elastica</i>       | De Wildeman            | Arbre                               | Yokadouma, Yaoundé   |
| 21 | <i>F. exasperata</i>     | Vahl                   | Arbres ou Arbustes                  | Bertoua, Batouri, Yaoundé, Douala, Doumbé                        |
| 22 | <i>F. glumosa</i>        | Delile                 | Arbre ou arbuste                    | Mokolo, Doumé, Bankim  |
| 23 | <i>F. gnaphalocapa</i>   | Miquel                 | Arbre                               | Ngaoundéré, Méiganga, Banyo, Foubot, Maroua, Garoua              |
| 24 | <i>F. ingens</i>         | Miquel                 | Arbre                               | Ngaoundéré, Méiganga, Garoua, Mokolo                             |
| 25 | <i>F. jansii</i>         | Boutique               | Arbre                               | Bangwa, Bayangam   |
| 26 | <i>F. kamerunensis</i>   | Mildbread & Burret     | Arbuste ou arbre épiphyte           | Yaoundé, Kumba, Bipindi  |
| 27 | <i>F. kimuenzensis</i>   | Warburg                | Arbustes épiphytes                  | Kribi, Bipindi   |
| 28 | <i>F. leonensis</i>      | Hutchinson             | Arbres épiphytes ou terrestres      | Kribi  |
| 29 | <i>F. linga</i>          | Warburg                | Arbustes épiphytes                  | Bertoua, Makak, Yokadouma  |
| 30 | <i>F. louisii</i>        | Lebrun                 | Arbustes épiphytes                  | Ebolowa, Kribi   |
| 31 | <i>F. lutea</i>          | Vahl                   | Arbres épiphytes ou terrestres      | Kribi, Bangwa, Tibati, Ngaoundéré, Limbé, Buéa, Douala, Bayangam |
| 32 | <i>F. lyrata</i>         | Warburg                | Arbustes épiphytes                  | Kumba, Limbé   |
| 33 | <i>F. macrosperma</i>    | Mildbread & Burret     | Arbustes épiphytes                  | Batouri, Yokadouma, Ebolowa, Yaoundé, Bamenda, Bipindi           |
| 34 | <i>F. mallotoides</i>    | Mildbread & Hutchinson | Arbustes épiphytes                  | Yaoundé, Nanga-Eboko, Yokadouma                                  |
| 35 | <i>F. mucoso</i>         | Ficalho                | Arbre                               | Bamenda, Limbé, Yaoundé, Melong                                  |
| 36 | <i>F. natalensis</i>     | Hochsteller            | Arbre                               | Ngaoundéré, Mbalmayo, Yaoundé, Sangmélima                        |
| 37 | <i>F. oreodryadum</i>    | Mildbread              | Petits arbres ou arbustes épiphytes | Mont Cameroun, Fouban  |
| 38 | <i>F. oresbia</i>        | C.C. Berg              | Arbres                              | Fouban   |
| 39 | <i>F. ottoniifolia</i>   | Miquel                 | Arbustes épiphytes                  | Bamenda, Bafang, Fouban, Yokadouma                               |
| 40 | <i>F. ovata</i>          | Vahl                   | Arbustes épiphytes                  | Melong, Dschang, Meiganga, Bafoussam                             |
| 41 | <i>F. platyphilla</i>    | Delile                 | Arbre                               | Kousseri, Garoua, Mokolo   |
| 42 | <i>F. polita</i>         | Vahl                   | Arbustes épiphytes                  | Mokolo, Maroua, Garoua, Kumba                                    |
| 43 | <i>F. populifolia</i>    | Vahl                   | Arbre                               | Mokolo, Maroua   |
| 44 | <i>F. preussii</i>       | Warburg                | Arbustes épiphytes                  | Mélong, Kumba, Abong Mbang                                       |
| 45 | <i>F. pringsheimiana</i> | Braun & K. Schumann    | Arbustes épiphytes                  | Kribi, Limbé, Fouban   |

|    | Espèces                   | Auteurs           | Aspect                              | Répartition géographique            |
|----|---------------------------|-------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 46 | <i>F. pseudomargifera</i> | Hutchinson        | Petits arbres ou arbustes épiphytes | Sangmélima, Batouri, Ayo            |
| 47 | <i>F. recurvata</i>       | De Wildeman       | Arbre                               | Limbé, Yokadouma                    |
| 48 | <i>F. sagittifolia</i>    | Milbresd & Burret | Arbres épiphytes                    | Nkomo                               |
| 49 | <i>F. saussureana</i>     | A.P. de Candolle  | Petits arbres ou arbustes épiphytes | Yokadouma, Ebolowa, Fouban, Banyo   |
| 50 | <i>F. subcostata</i>      | De Wildemann      | Petits arbres ou arbustes épiphytes | Mindourou, Batouri                  |
| 51 | <i>F. subsagittifolia</i> | Milbresd          | Arbustes épiphytes                  | Kribi, Yaoundé                      |
| 52 | <i>F. sur</i>             | Forsskal          | Arbre                               | Eséka, Edéa, Yaoundé, Dschang, Yoko |
| 53 | <i>F. thonningii</i>      | Blume             | Arbuste ou arbre épiphyte           | Buéa, Bagangté, Bayangam, Maroua    |
| 54 | <i>F. trichopoda</i>      | Baker             | Arbre                               | Garoua, Banyo, Bamenda, Tibati      |
| 55 | <i>F. variifolia</i>      | Warburg           | Arbre                               | Yokadouma, Bipindi                  |

### 1.3. Généralité sur l'espèce *Ficus elastica*

L'espèce *Ficus elastica*, aussi connue sous le nom de l'arbre à gomme résigneuse, est un arbre ornemental provenant d'Asie (Inde). Ses feuilles sont assez larges, épaisses, coriaces et vernissées vert foncé, avec 15 (ou plus) paires de nervures latérales. Les stipules sont longues et rouges (ou rougeâtres). Les figes sont sessiles et ellipsoïdes (Berg et al. 1985).

Les arbres poussent sur des sols frais humides et préfèrent une exposition ensoleillée à semi-ombragée et survivent bien sous les conditions environnementales extrêmes telles que les hautes températures et l'approvisionnement limité en eau (Kiem et al. 2012). La figure montre quelques parties de *Ficus elastica*.



(A) Feuilles



(B) Tronc et racines aériennes

**Figure 1 : Feuilles (A), Tronc et racines aériennes de *Ficus elastica* (B)** (photo : MFETIE, 11 Novembre 2015 au quartier général à Yaoundé, région du Centre Cameroun).

## 2. Quelques usages des plantes du genre *Ficus*

Les plantes du genre *Ficus* s'avèrent très importantes pour les populations les utilisant à plusieurs fins. Elles présentent des qualités qui sont exploitées dans les domaines aussi divers que l'artisanat, l'économie et la thérapie.

### 2.1. Sur le plan artisanal et économique

Le bois de *Ficus sycomorus* fut utilisé dans l'artisanat des différents âges de l'époque pharaonique et de la période copte. Son latex a servi à teindre en rouge les étoffes (Arbonier 1961).

*Ficus benjamina* a des propriétés absorbantes, dépolluantes, neutralisantes de divers produits se trouvant dans les matériaux de revêtement du sol, mur, tissu et ainsi que dans les peintures et les parfums (Seraia et al. 2008).

### 2.2. Sur le plan thérapeutique.

*Ficus benjamina* est utilisé en médecine traditionnelle pour le traitement de la peau. L'extrait de fruit est connu pour posséder une activité antitumorale et une activité antibactérienne significative (Parveena et al. 2009)

Le décocté des fruits de *Ficus capensis* est donné en boisson aux femmes stériles et celui des racines facilite l'accouchement. Le macéré des écorces de cette plante est administré en bain aux nouveau-nés et aux enfants rachitiques ou fiévreux tandis que la décoction des tiges feuillées est utilisée comme anti-dysentérique (Berhaut 1979).

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

Au Sénégal, la macération des écorces du *Ficus exasperata* 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* écrasées avec un demi-citron. (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).

Le latex du *Ficus lepriurii* est employé comme anti-odontalgique pour les dents cariées (Berhaut 1979).

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

Le *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 gale. 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).

Les écorces du *Ficus thonnigii* 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).

Le *Ficus elastica* possède une activité antimicrobienne. L'extrait des feuilles est utilisé pour le traitement des infections et les allergies de la peau, il intervient aussi comme un agent diurétique (Kiem et al. 2012).

Cette grande utilisation des espèces du genre *Ficus* pourrait être à l'origine du fait que plusieurs chercheurs se sont intéressés à la recherche des principes actifs pour justifier ou confirmer l'utilisation empirique de ces plantes.

### **3. Travaux chimiques antérieurs sur les espèces du genre *Ficus***

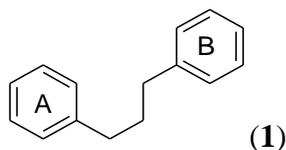
Les études chimiques antérieures effectuées sur les espèces du genre *Ficus* ont permis d'isoler les métabolites secondaires appartenant à plusieurs classes de composés parmi lesquels:

- Les flavonoïdes
- Les triterpénoïdes
- Les stéroïdes

#### **3.1. Les flavonoïdes**

Les flavonoïdes constituent un groupe de composés responsables de la coloration des fleurs, des fruits et parfois des feuilles. Ils proviennent de la condensation d'un triacétate (noyau A) et d'un acide cinnamique (noyau B). Parmi les flavonoïdes, on distingue les flavones, les flavonols, les flavonones, les chalcones, les aurones et les anthocyanidines. Leur squelette de base comporte quinze atomes de carbone. Etant donné qu'ils ont une origine

biosynthétique commune, ils possèdent le même élément structural de base à savoir : l'enchaînement C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> correspondant au diphenylpropane (1) (Bruneton 1993).

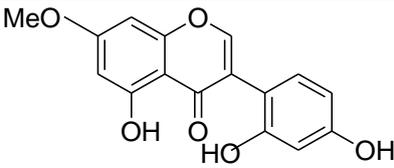
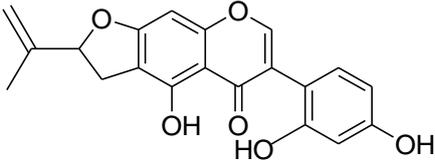
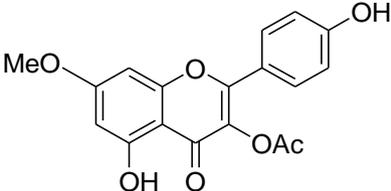
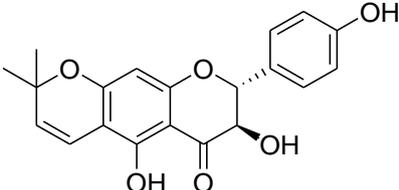
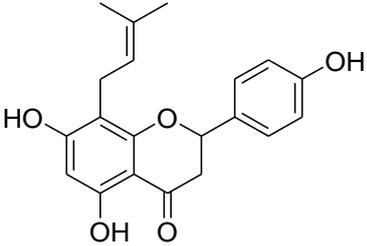


Les flavonoïdes constituent un groupe de produits naturels jouant un rôle important dans la croissance, le développement et la défense de la plante contre les effets néfastes des microorganismes (Dixon et Steele 1999, Gonzales et Rosazza 2004). Ils sont également des composants importants dans l'alimentation de l'homme où ils interviennent comme des antioxydants en captant les radicaux libres provenant des peroxydes (Pietta 2000, Gonzales et Rosazza 2004,).

Les flavonoïdes sont des composés doués de propriétés antiallergiques, hépatoprotectrices, antispasmodiques, diurétiques, antibactériennes, antivirales et rarement cytostatiques. 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). Le tableau 2 présente quelques flavonoïdes isolés du genre *Ficus*.

**Tableau 2: Quelques flavonoïdes isolés des plantes du genre *Ficus*.**

| Structures   | Sources                           | Références        |
|--|-----------------------------------|-------------------|
| <p>(2) R<sub>1</sub>=H, R<sub>2</sub>=H Quercitrine<br/>                     (3) R<sub>1</sub>=OH, R<sub>2</sub>=H Kaempférine<br/>                     (4) R<sub>1</sub>=OH, R<sub>2</sub>=OH Myricitrine</p> | Feuilles de <i>Ficus elastica</i> | (Kiem et al.2012) |

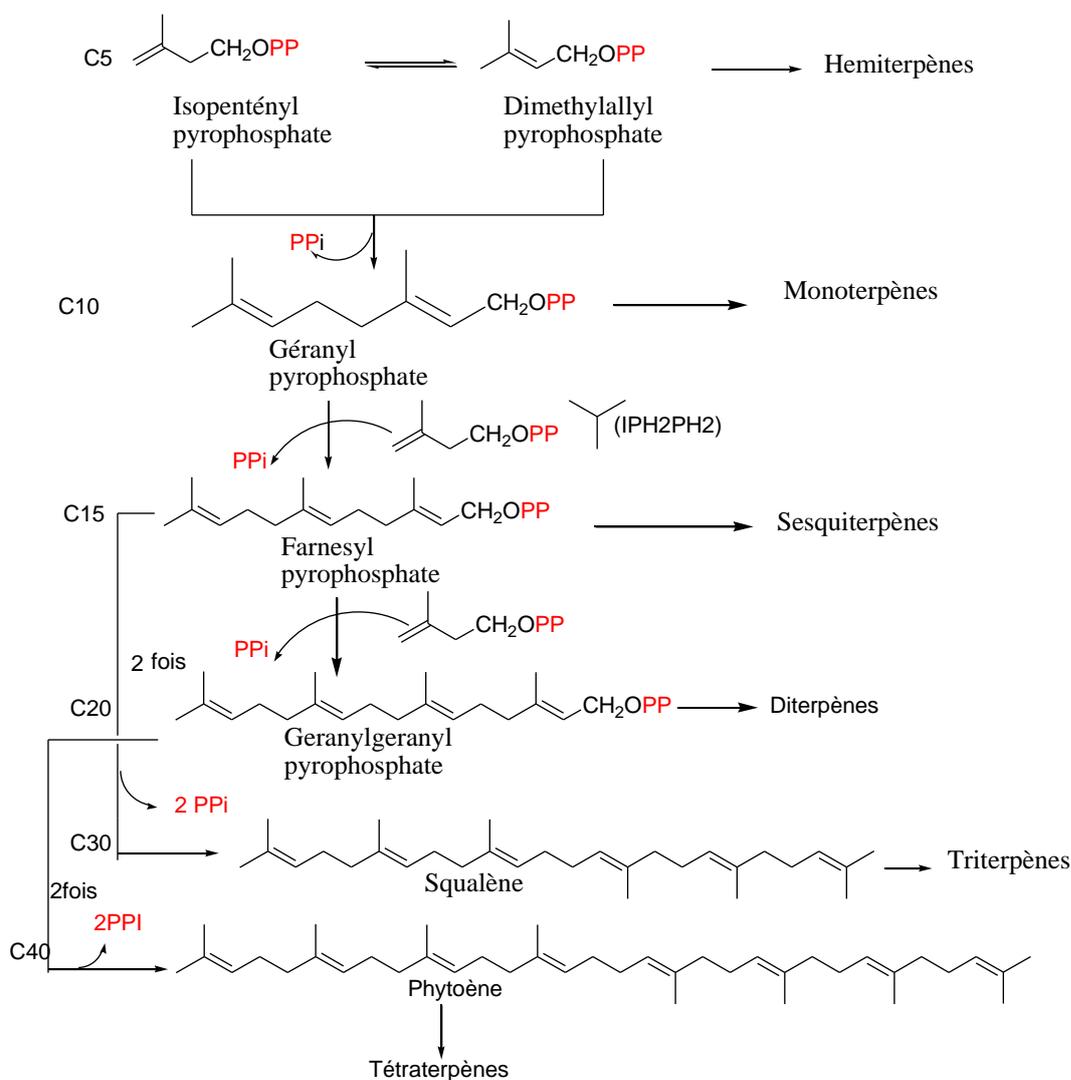
| Structures   | Sources                     | Références                  |
|--|-----------------------------|-----------------------------|
|  <p>(5) 5,2',4'-trihydroxy-7-methoxyisoflavone</p>  | <p><i>Ficus ovata</i></p>   | <p>(Kuetze et al. 2009)</p> |
|  <p>(6) 6,7-(2-isopropenyl)-5,2',4'-trihydroxyisoflavone</p>  |                             |                             |
|  <p>(7) 2-acetyl-5,4'-dihydroxy-7-methoxyflavone</p>   | <p><i>Ficus hirta</i></p>   | <p>(Ji et al. 2010)</p>     |
|  <p>(8) conrauiflavonol</p>  <p>(9) 8-prénylapigénin</p> | <p><i>Ficus conraui</i></p> | <p>(Kengap et al. 2011)</p> |

## 3.2. Les triterpénoïdes

### 3.2.1. Introduction

Les terpénoïdes constituent un ensemble de composés organiques dérivant des réarrangements ou des cyclisations de l'unité structurale de base nommée isoprène(2-

méthylbutadiène)  $C_5H_8$  et ont pour formule de base des multiples de celle-ci, c'est-à-dire  $(C_5H_8)_n$ . Ils existent sous forme d'hémiterpènes ( $C_5$ ), monoterpènes ( $C_{10}$ ), sesquiterpènes ( $C_{15}$ ), diterpènes ( $C_{20}$ ), triterpènes ( $C_{30}$ ), tétraterpènes ( $C_{40}$ ), etc. (Bruneton 1999, Rodney et al. 2000, Vercauteren 2007). La figure 2 présente la biosynthèse des différentes classes des terpènes.



**Schéma 1 : Biosynthèse des différentes classes des terpènes.**

### 3.2.2. Les triterpénoïdes pentacycliques

Les triterpènes forment un groupe de substances naturelles contenant dans leur squelette une trentaine d'atomes de carbone, et dérivant du squalène par une série de cyclisations et d'autres modifications. Lorsque ces cyclisations sont incomplètes, elles donnent lieu aux terpènes monocycliques, bicycliques, tricycliques ou aux triterpènes tétracycliques. Lorsqu'elles sont complètes, on obtient des triterpènes pentacycliques qui se subdivisent en plusieurs groupes structuraux (Boiteau et al. 1964).

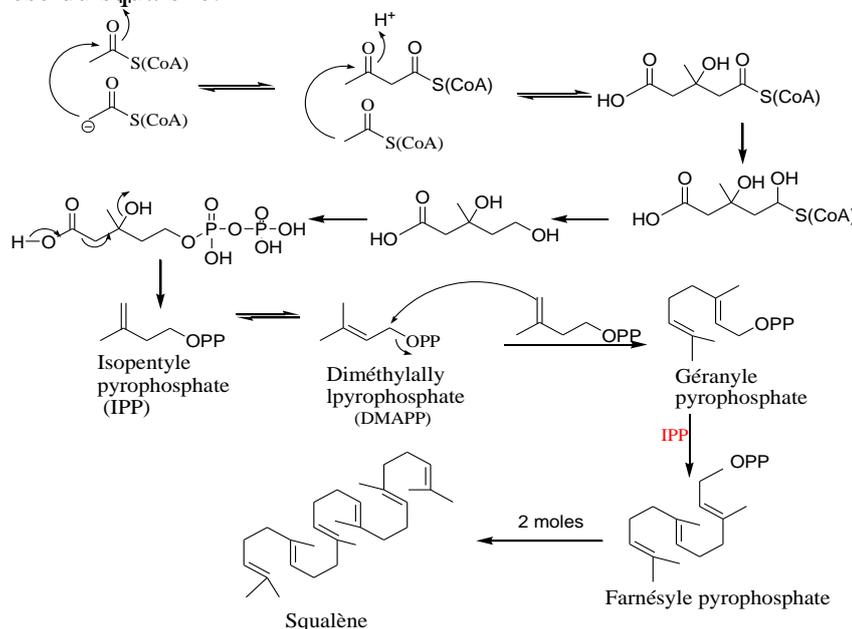
### 3.2.3. Biosynthèse des triterpènes

Les triterpènes sont construits à partir de six entités isopréniques, constituant une famille très diversifiée tant au niveau structural que pharmacologique. Ils se forment par cyclisation directe du squalène (figure 3) (Goodwin 1971, Bruneton 1999).

La biosynthèse des triterpènes se fait suivant deux voies à savoir la voie mévalonate (MVA) dans les cellules vivantes et celle du MEP/DOXP (méthylérythritol phosphate ou 2-C-méthyl-D-érythritol 4-phosphate/1 -déoxy-D-xylulose 5-phosphate) ou voie indépendante de l'acide mévalonique. Dans la cellule vivante, la biosynthèse des triterpènes pentacycliques se fait en deux temps : la synthèse du squalène, puis La cyclisation complète de celle-ci s'opère en plusieurs étapes, et ceci suivant deux voies : l'une oxydative et l'autre directe.

#### 3.2.3.1. Biosynthèse du squalène

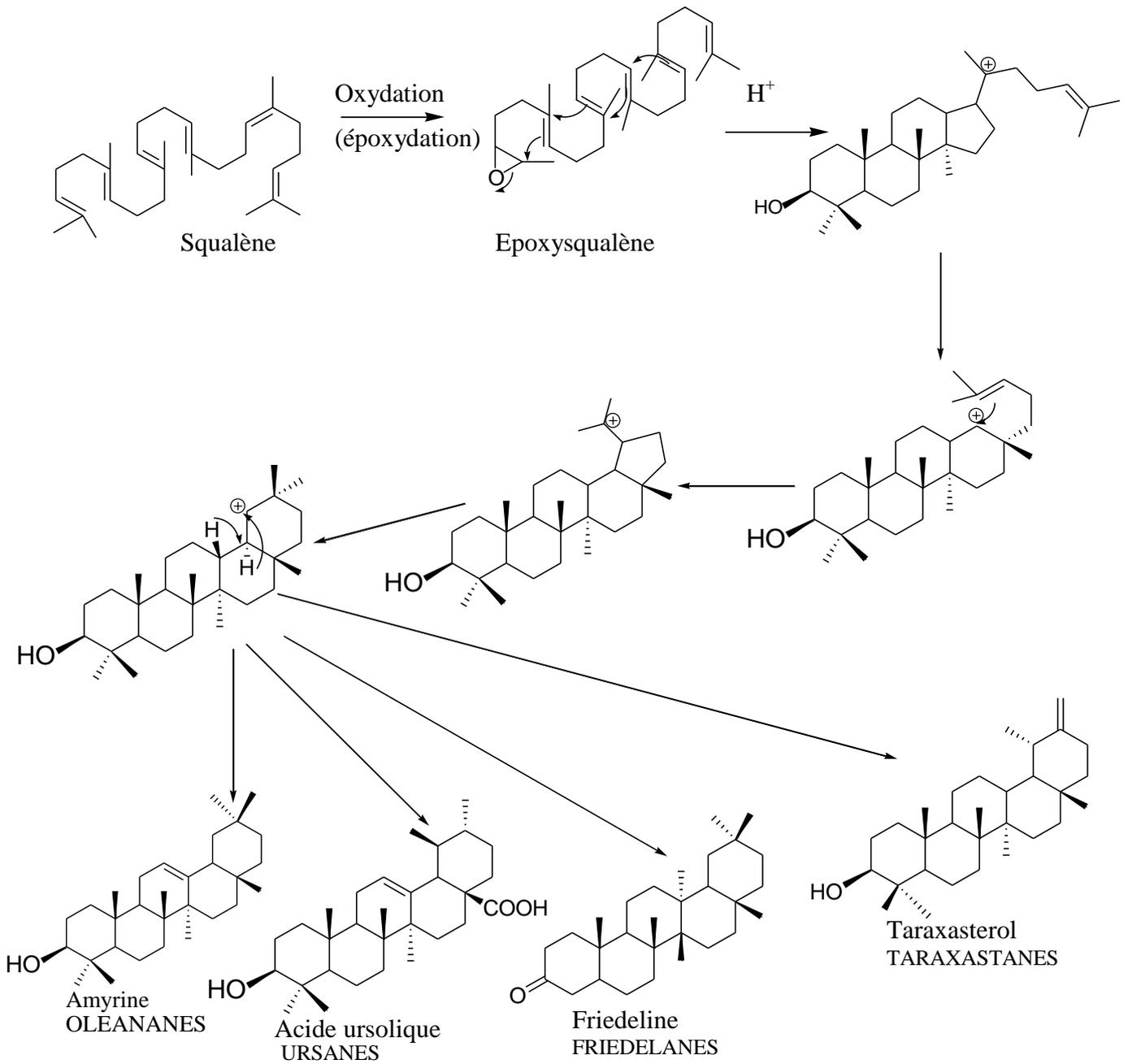
La biosynthèse du squalène se fait généralement par voie mévalonique. Elle débute avec l'acétyl-CoA (forme active de l'acide acétique) et conduit par des réactions d'aldolisation successives à l'acide mévalonique. Par la suite il y a production du pyrophosphate d'isopentyle, puis du pyrophosphate de géranyle et enfin du pyrophosphate de farnésyle, qui subit une dimérisation pour donner le squalène (Bruneton, 1999). Le schéma 2 résume la biosynthèse du squalène.



**Schéma 2 : Biosynthèse du squalène**

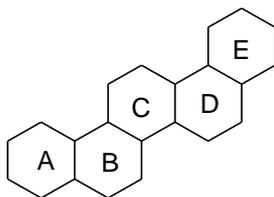
#### 3.2.3.2. Cyclisation du squalène

La cyclisation complète du squalène conduit aux triterpènes pentacycliques. Elle s'opère en plusieurs étapes, suivant deux voies : l'une oxydative et l'autre directe telle que présente le schéma 3.

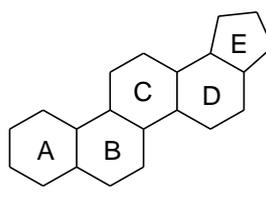


**Schéma 3 : Cyclisation du squalène (Bruneton 1999)**

Bien que cette cyclisation conduise aux triterpènes pentacycliques à six, ces derniers sont de deux ordres : Si le premier possède un squelette carboné à cinq cycles (10), alors le second comporte quatre cycles à six et un cycle à cinq (11).

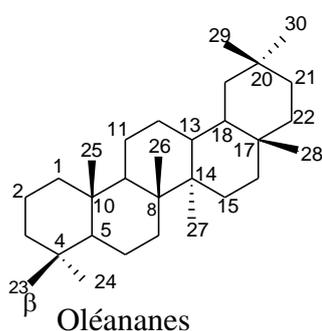


(10)

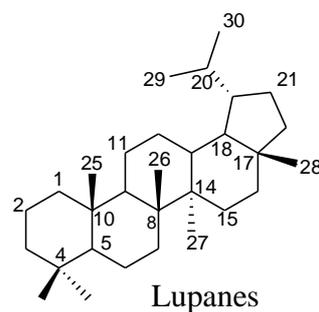


(11)

Pour nommer les triterpènes pentacycliques, la numérotation commence par le cycle A et "remonte" jusqu'au cycle E. Pour les composés comportant un cycle E à cinq carbones supportant une chaîne alkyle, la numérotation continue sur le premier carbone de ce radical alkyle. La numérotation des groupements méthyles se fait ensuite depuis le cycle A vers le cycle E, puis se poursuit sur le reste de la chaîne alkyle. Pour les méthyles germinaux fixés sur le carbone numéro 4, la numérotation se poursuit sur eux et le numéro le plus bas est attribué au groupement en position  $\beta$ . Comme exemple, prenons le cas de deux familles notamment celle des oléanes (12) et des lupanes (13).



(12)

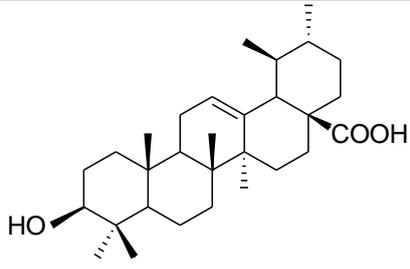
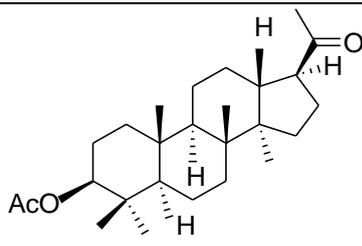
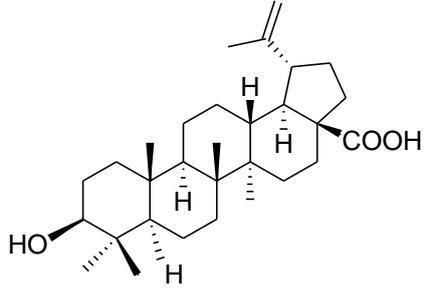
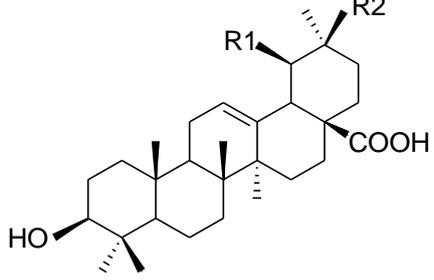


(13)

### 3.2.4. Quelques triterpénoïdes isolés du genre *Ficus*.

Les travaux déjà effectués sur les plantes du genre *Ficus* ont permis d'isoler les triterpènes dont quelques uns sont présentés dans le tableau 3.

**Tableau 3: Quelques triterpénoïdes isolés des plantes du genre *Ficus***

| Structures  | Sources                          | Références             |
|---|----------------------------------|------------------------|
|  <p>(14) Acide ursolique</p>                                       | <i>Ficus conraui</i>             | (Kengap et al. 2011)   |
|  <p>(15) 3β-acetoxy-22,23,24,25,26,27-hexanordammaran-20-one</p>   | <i>Ficus pumila</i>              | (Kitajima et al. 1999) |
|  <p>(16) Acide bétulinique</p>                                   | <i>Ficus conraui</i>             | (Kengap et al. 2011)   |
|  <p>(18) R<sub>1</sub>=H, R<sub>2</sub>=Me acide oléanolique</p> | Feuille de <i>Ficus elastica</i> | (Kiem et al. 2012)     |

### 3.2.5. Quelques activités biologiques des triterpènes pentacycliques

Les triterpènes pentacycliques sont d'une grande importance physiologique aussi bien chez l'homme que chez les plantes. En effet, certains triterpènes influencent sur la biosynthèse des protéines, d'autres jouent un rôle important dans le traitement de certaines maladies chez

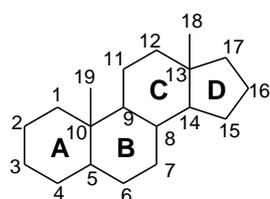
l'homme, de par les activités qu'ils possèdent telles que les activités antitumorales, antiulcéreuses, cytotoxiques et molluscicides (Lontsi 1989).

Les triterpénoïdes et les glucosides triterpéniques sont à la base de la synthèse de plusieurs contraceptifs et anti-inflammatoires. Ils sont également indispensables dans l'industrie pharmaceutique puisqu'ils sont utilisés comme matières premières. Ils sont également doués des propriétés antitumorales (Bok *et al.* 1999).

### 3.3. Les stéroïdes

#### 3.3.1. Introduction

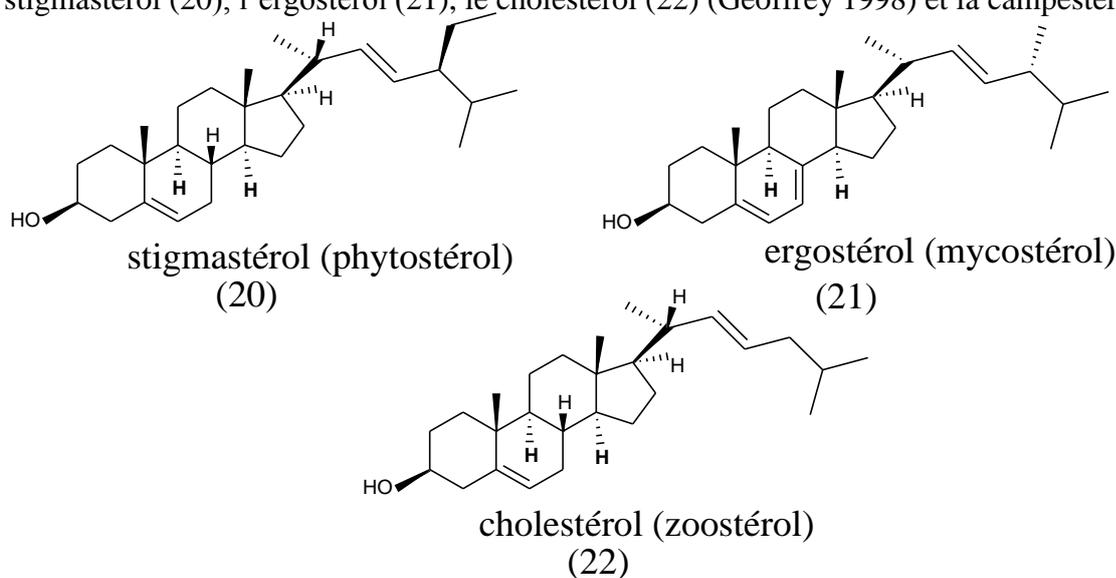
A l'origine le nom de « stérol » (du grec stéréos= solide) a été donné aux alcools solides issus de l'insaponifiable des extraits lipidiques des tissus végétaux. Le nom général de « stéroïde » fut introduit en 1936 pour couvrir tous les composés dont le squelette est du type stérol, appelé perhydrocyclopenténophénanthrène (19) (Klyne 1966),



(19)

#### 3.3.2. Classification et répartition des stéroïdes.

Les stéroïdes constituent une grande famille de composés largement répandus dans la nature, aussi bien dans le monde végétal qu'animal. Dans la nature, on distingue le stigmastérol (20), l'ergostérol (21), le cholestérol (22) (Geoffrey 1998) et la campestérol.



Les stéroïdes végétaux se distinguent par une grande diversité structurale. Ceci induit des composés aussi différents quant à leurs propriétés que les phytostérols, les saponosides, les ecdystéroïdes, les glycosides cardiotoniques ou les alcanines stéroïdiques (Bruneton 1999).

Les stérols sont présents dans les plantes sous plusieurs formes : à l'état libre, estérifiés par combinaison avec les acides gras, et parfois glycosylés (Phillips et al. 2002). Les phytostérols sont divisés en deux groupes majeurs de stérols ; nommés : Les  $\Delta^5$ -stérols : stérols avec une double liaison en position 5 ; et les stanols qui sont les stérols saturés n'ayant pas de double liaison en position 5 (Jinming et al. 2001).

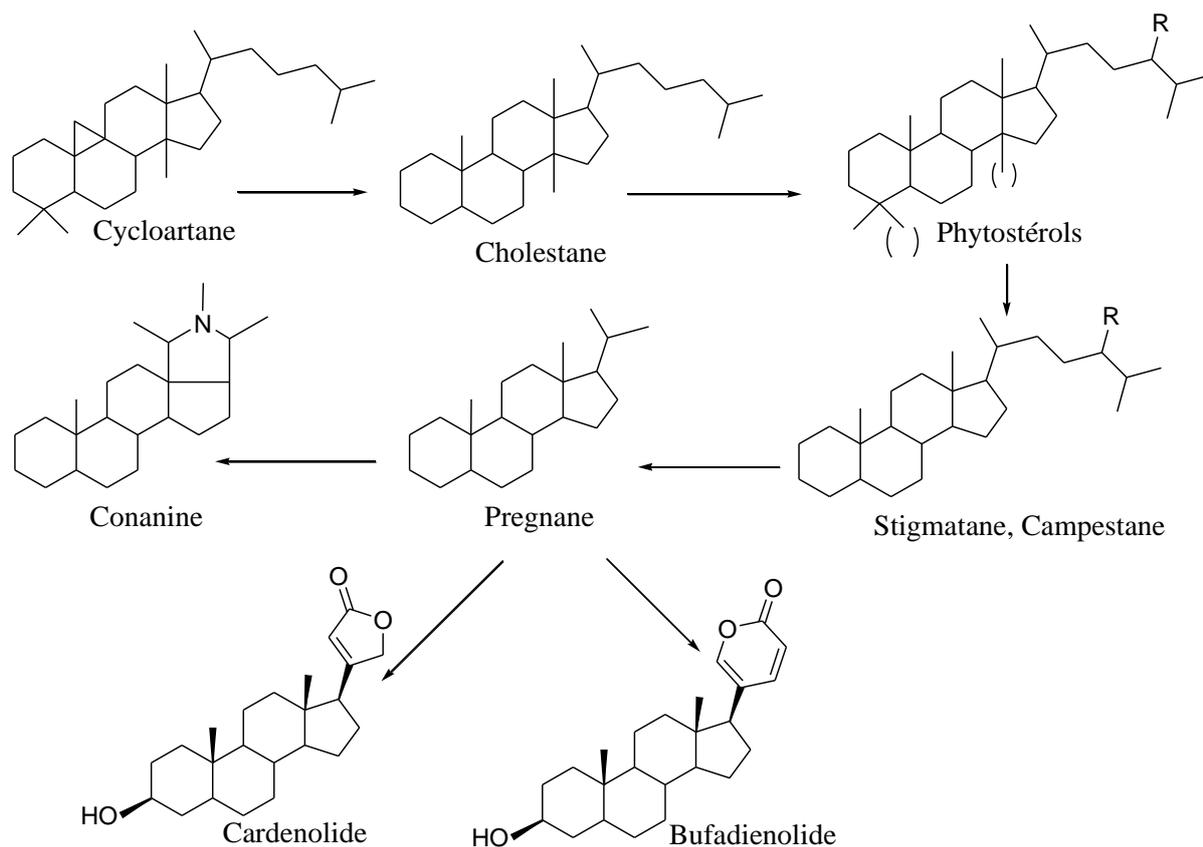
### 3.3.3. Origine biosynthétique des stéroïdes

Les stéroïdes et les triterpènes ont la même origine biosynthétique. ils issus de la voie acétate, à partir de l'acétyl-CoA (Bruneton 1999, Rodney et al. 2000). L'unité isoprénique constitue le motif de base (Goodwin 1971, Lamarti et al. 1994).

Le passage d'un squelette en C-30 à un squelette en C-27, c'est-à-dire aux stéroïdes, implique au minimum une déméthylation progressive en C-4 et en C-14. On note également une rupture du cyclopropane du cycloarténol et un déplacement de la double liaison engendrée par cette rupture. Les deux méthyles en C-4 sont perdus par une décarboxylation. Une oxydation préalable de l'hydroxyle en C-3 conduit à un  $\alpha$ -cétoacide, ce qui facilite la décarboxylation finale. Le méthyle en C-14 est éliminé après oxydation sous forme d'acide formique (Bruneton 1999).

La diversité structurale des stéroïdes découle essentiellement de la modification de la chaîne latérale (Bruneton 1999) :

- Fonctionnalisation et cyclisation (spirocétals, alcanines, ecdystéroïdes) ;
- Raccourcissement (prégnanes) et fonctionnalisation (cardénolides, conanines) ;
- Incorporation d'un ou deux carbones supplémentaires, sous la forme d'un groupe méthyle (ou méthylène) ou éthyle (ou éthylidène) fixé en C-24. Les possibilités d'évolution du noyau stéroïdique sont schématisées sur le schéma 4.



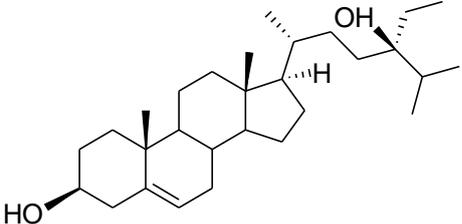
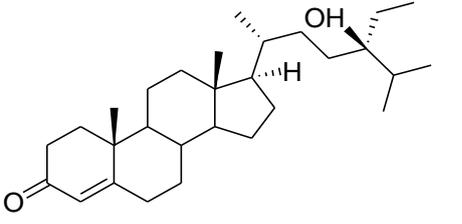
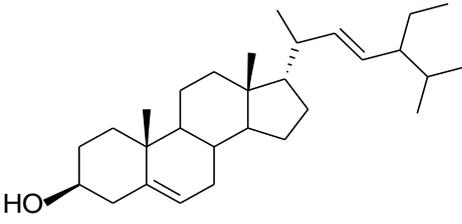
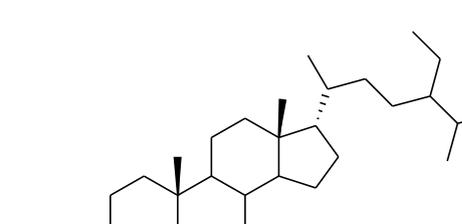
**Schéma 4 : Principaux enchaînements stéroïdiques de base rencontrés chez les végétaux** (Bruneton 1999).

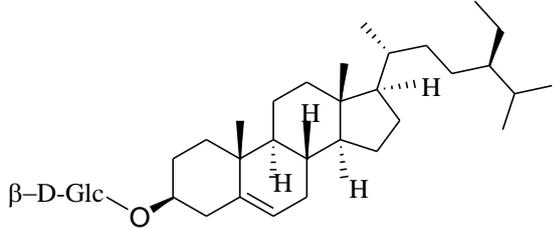
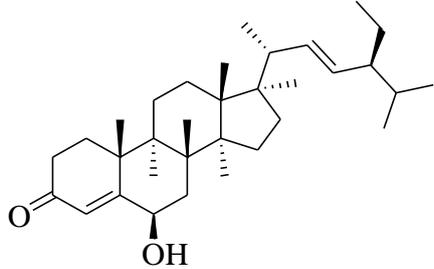
Les stéroïdes forment un groupe de métabolites secondaires très répandu chez les végétaux comme chez les animaux. Ils se trouvent dans les végétaux sous forme libre, d'ester ou d'éther (Bruneton 1993). Parmi eux, on retrouve les composés importants tels que les hormones de reproduction, les corticoïdes,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

### 3.3.4. Quelques stéroïdes isolés des plantes du genre *Ficus*.

Les travaux déjà effectués sur les plantes du genre *Ficus* ont permis d'isoler les stéroïdes dont quelques-uns sont présentés dans le tableau 4.

**Tableau 4: Quelques stéroïdes isolés des plantes du genre *Ficus*.**

| Structures  | Sources                                   | Références                    |
|---|---|-------------------------------|
|  <p>(23) (24S)-stigmast-5-en-3β,24-diol</p>      | <p><i>Ficus pumila</i></p>                | <p>(Katajima et al. 1998)</p> |
|  <p>(24) (24S)-24-hydroxystigmast-4-en-3-one</p> |   |                               |
|  <p>(25) Stigmastérol</p>                      | <p>Racines de <i>Ficus beecheyana</i></p> | <p>(Lee et al. 2004)</p>      |
|  <p>(26) β-sitostérol</p>                      |   |                               |

| Structures   | Sources              | Références           |
|--|----------------------|----------------------|
|  <p>(27) <math>\beta</math>-sitosterol glucoside</p>              | <i>Ficus conraui</i> | (Kengap et al. 2011) |
|  <p>(28) 6<math>\beta</math>-hydroxystigmasta-4,22-dien-3-one</p> |                      |                      |

### 3.3.5. Intérêts pharmacologiques et bioactivités des stéroïdes

Les stéroïdes constituent un groupe de molécules de première importance, non seulement pour leurs propriétés thérapeutiques, mais aussi de leur intérêt comme matières premières, utilisées dans divers secteurs de l'industrie (pharmaceutique, agro-alimentaire,...). Les différents groupes de stéroïdes végétaux se distinguent par une grande diversité structurale. Ceci induit des composés aussi différents quant à leurs propriétés, intérêts pharmacologiques et potentiels toxiques (Bruneton 1999).

Les stéroïdes ont un intérêt des sapogénines spirostaniques. Ce sont des matières premières aisément valorisables par des procédés biotechnologiques. Nous avons le sitostérol ou le stigmastérol qui demeure indispensable pour couvrir les besoins de l'industrie pharmaceutique en médicaments stéroïdiques (contraceptifs, anabolisants, anti-inflammatoires). Les phytostérols inhibent l'absorption du cholestérol par des mécanismes complexes, à l'instar de la  $\beta$ -sitostérol connu comme agent hypocholestérolémiant, depuis 1951; sur le plan de la cancérogenèse, la consommation de  $\beta$ -sitostérol chez le rat, associé à l'administration de carcinogènes, diminue l'incidence de tumeurs coliques comparativement au carcinogène seul.

Certaines drogues à saponosides à noyau stéroïdiques ont un intérêt thérapeutique. Elles sont utilisées pour l'extraction de molécules actives (ascine, glycyrrhizine), pour l'obtention de formes galéniques simples ou pour celle de préparation de phytothérapie (Bruneton 1999).

En outre, les hétérosides cardiotoniques sont illustrés par leur continuelle utilisation comme médicaments majeurs de l'insuffisance cardiaque. (Perlin 1998, Melero et *al.* 2000, Lefranc et *al.* 2008).

Les stéroïdes possèdent aussi des potentialités thérapeutiques dans divers domaines thérapeutiques. Ceci est illustré par les diverses propriétés qui leur sont attribuées, notamment des activités antitumorale, antivirale, anti-inflammatoire, anti-prostatique, antipyrétique, antiarthritique, anti-ulcère, antibactérienne, analgésique, antiparasitaire, etc. Nous distinguons entre autres le camphesterol et le stigmasterol. (Bruneton 1999, Rasoanaivo et *al.* 2014).

### 3.3.6. Tests caractéristiques des stéroïdes et des terpénoïdes

#### ➤ Test de Liebermann-Burchard (Harborne 1998)

Le réactif de Liebermann-Burchard est composé d'anhydride acétique et d'acide sulfurique concentré.

- Mode opératoire

- Diluer une petite portion de l'extrait dans le chloroforme.
- Ajouter quelques gouttes de solution d'acide sulfurique concentré.
- Puis y ajouter 2 à 3 gouttes d'anhydride acétique (CH<sub>3</sub>CO)<sub>2</sub>O.

- Résultat et interprétation

La solution prend d'abord une coloration bleue-violette. Le changement de cette coloration en vert indique la présence d'un stéroïde. Pour un triterpène, la solution vire au rouge violacée.

#### ➤ Révélation des plaques CCM à l'UV (Wagner et *al.* 1984)

Selon le type de coloration sous UV à 365 nm, on distingue les triterpènes (rouge ou orangé) des stéroïdes (jaune ou vert).

Au regard de ce qui précède, il ressort que les plantes de la famille des *Moraceae* sont largement utilisées en médecine naturelle. Les différents métabolites secondaires qui y sont le plus souvent obtenus sont les triterpènes, les stéroïdes, les flavonoïdes...etc. Ces métabolites exaltent d'activités biologiques très intéressantes. Bien que de nombreux travaux soient effectués sur les plantes de cette famille, à notre connaissance, l'espèce *Ficus elastica* jusqu'ici n'a connu que peu d'études phytochimiques. Ce qui a suscité notre intérêt dans l'investigation chimique des écorces du tronc de cette espèce récoltée au Centre Cameroun. Cette investigation aboutira-t-elle aussi à l'obtention des mêmes classes de composés que précédemment ou alors, obtiendrons-nous les composés d'une autre classe ?

## **CHAPITRE 2 : RESULTATS ET DISCUSSION**

## 1. Introduction

Les écorces du tronc de *Ficus elastica* ont été récoltées en Juillet 2014 à Yaoundé, dans la région du Centre Cameroun, arrondissement de Yaoundé III, plus précisément à Ngoa-Ekellé. L'identification de cette plante a été réalisée par M. NANA Victor, botaniste à l'Herbier National du Cameroun.

Ces écorces ont été découpées, séchées puis broyées. La poudre de 1972,3 grammes obtenue a été soumise à une extraction par macération à température ambiante au méthanol pendant 48 heures. La filtration simple suivie de l'évaporation du solvant a permis d'obtenir 99,2 grammes d'extrait brut d'aspect rougeâtre dont 10,0 g ont été prélevés pour d'éventuels tests biologiques.

Cet extrait brut restant a été soumis à une solubilisation différentielle au chlorure de méthylène (système  $\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{H}_2\text{O}$  : 10/90). Nous avons donc obtenu 48,6 g d'extrait au chlorure de méthylène.

Par la suite, l'extrait va subir un dégrossissement par chromatographie flash avec le système d'élution Hex/AE de polarité croissante. Des fractions de 400 mL ont été recueillies et regroupées sur la base des CCM analytiques en 06 séries étiquetées de A à F.

A l'issue de la chromatographie sur colonne effectuée sur la série B, nous avons isolé trois composés indexés FEECET1, FEECET2 et FEECET3. L'élution a été faite à l'hexane, suivi du mélange hexane/acétate d'éthyle de polarité croissante. Le protocole d'extraction et d'isolement de ces composés est résumé par le schéma 5.

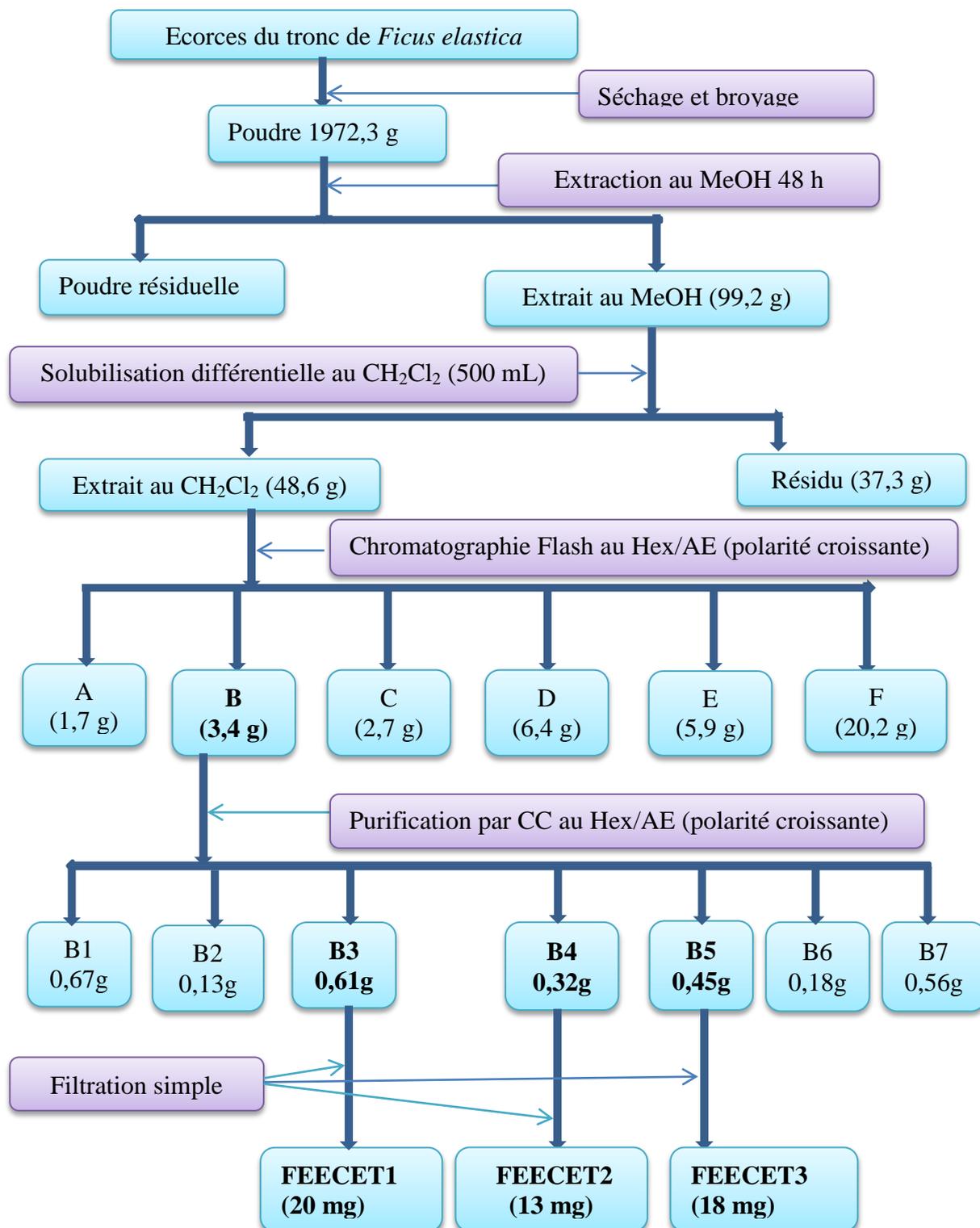


Schéma 5 : Protocole d'extraction et d'isolement de quelques composés des écorces du tronc de *Ficus elastica*

## 2. Identification des composés isolés

### 2.1. Identification du composé FEECET1

Le composé FEECET1 précipite dans le système HEX/AE (95 : 5) sous forme d'une poudre blanche, soluble dans le chlorure de méthylène. Il présente sur CCM un spot rose après révélation par l'acide sulfurique suivit du chauffage à l'étuve. Soumis au test de Liebermann & Burchard, il donne une coloration verte qui caractérise un squelette stéroïdique.

Son spectre de masse à haute résolution TOF (Time Of Flight), obtenu en impact électronique, donne le pic de l'ion moléculaire à  $m/z = 414,3900$  correspondant à la formule brute  $C_{29}H_{50}O$ , soit un composé renfermant cinq degrés d'insaturation.

Sur son spectre de RMN  $^1H$  ( $CDCl_3$ , 300MHz, figure 2) on observe :

- Un doublet intégrant pour un proton à  $\delta_H$  5,34 (1H, d,  $J=5,16$  Hz) attribuable au proton oléfinique en position 6 des  $\Delta^5$ -stérols (Ahmed et al. 2013, Muhammad et al. 2015) ;
- Un multiplet d'un proton à  $\delta_H$  3,54 (1H, m), attribuable au proton oxyméthine en position 3 des stérols (Ahmed et al. 2013, Muhammad et al. 2015) ;
- Un singulet de trois protons à  $\delta_H$  0,70 (3H, s) ; et l'autre de quatre protons à  $\delta_H$  1,02 qui suspecte la présence de trois protons du groupe méthyle (3H, s) et d'un proton du groupe méthyne. Ces deux méthyles sont attribuables aux méthyles tertiaires des  $\Delta^5$ -stérols, donc ceux des carbones 18 et 19 respectivement (Jinming et al. 2001).
- Un doublet intégrant trois protons à  $\delta_H$  0,94 (3H, d,  $J=6,51$ Hz) attribuable au méthyle en position 21 de la chaîne aliphatique des stérols ;
- Un signal intégrant pour 09 protons entre 0,82 ppm et 0,88 ppm attribuables aux deux méthyles isopropyliques en positions 26 et 27 qui sont diastéréotopiques et par conséquent magnétiquement non équivalents et au méthyle du groupement éthyle en position 29 respectivement sur la chaîne aliphatique des stérols (Jinming et al. 2001) ;

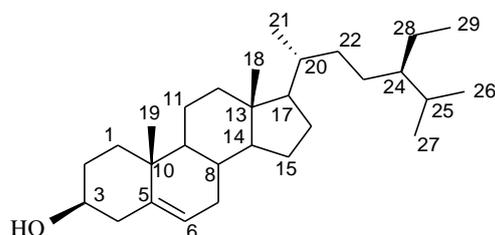
Le spectre de RMN  $^{13}C$  ( $CDCl_3$ , 75MHz, figure 3) en combinaison avec le DEPT 135, permet de relever 29 signaux de carbones repartis comme suit :

- 06 méthyles apparaissant à 19,8 ; 19,4 ; 19,0 ; 18,8 ; 12,0 et 11,9 ppm ;
- 11 méthylènes résonant à 42,3 ; 39,8 ; 37,2 ; 34,0 ; 31,7 ; 28,2 ; 26,1 ; 24,3 ; 23,0 et 21,1 ppm ;
- 09 méthynes qui apparaissent à 121,7 ; 71,8 ; 56,8 ; 56,1 ; 50,2 ; 45,9, 36,1 ; 31,9 et 29,2 ppm ;
- 03 carbones quaternaire à 140,7 ; 36,5 et 31,9 ppm.

Les valeurs à 140,8 et 121,7 ppm confirment la présence d'une double liaison trisubstituée, relatives à un carbone éthylénique quaternaire (140,8 ppm) et à un CH

éthylénique (121,7 ppm). Ces déplacements chimiques sont caractéristiques des carbones C-5 et C-6 doublement liés d'un squelette  $\Delta^5(6)$ -stérol. Le signal à 71,8 ppm est caractéristique de l'oxyméthine en position C-3 des stérols (Anjoo et al. 2011) ;

L'ensemble de ces données et en comparaison avec celle de la littérature (Ahmed et al. 2013) nous permet d'attribuer la structure (29) au composé FEECET1.



(29)

Il s'agit du 24-éthylcholest-5-èn-3-ol ou  $\beta$ -sitostérol. Isolé précédemment des racines de *Ficus beecheyana* (Lee et al. 2004).

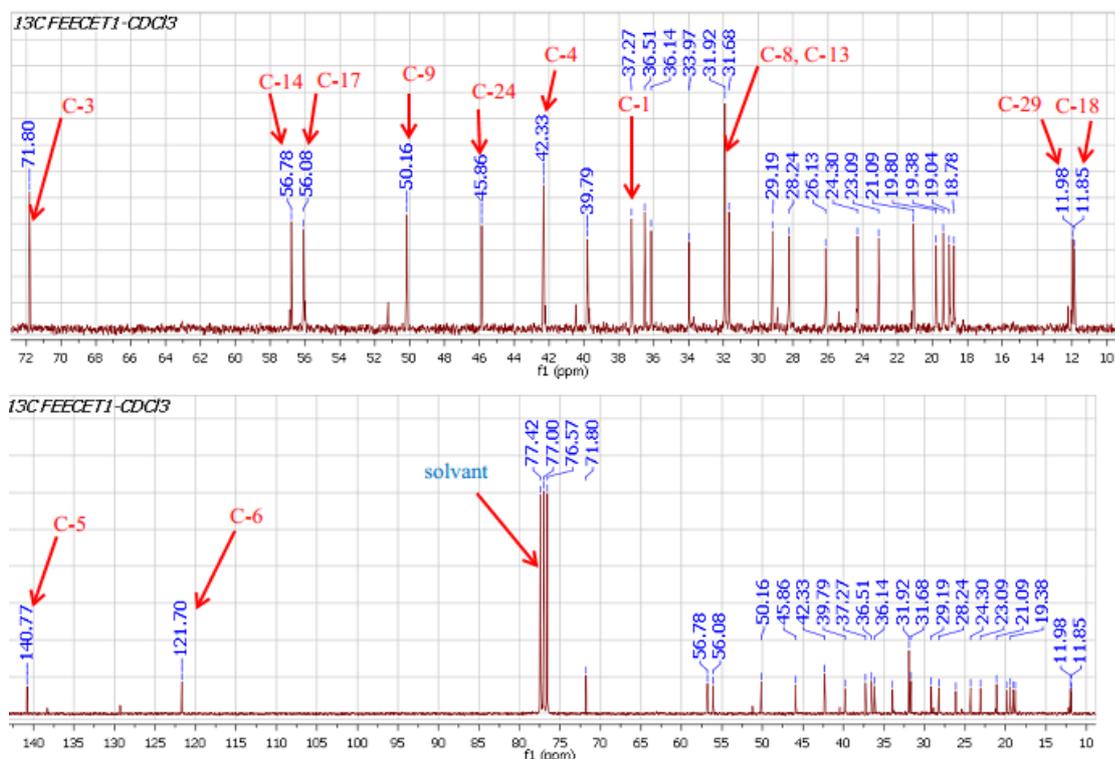
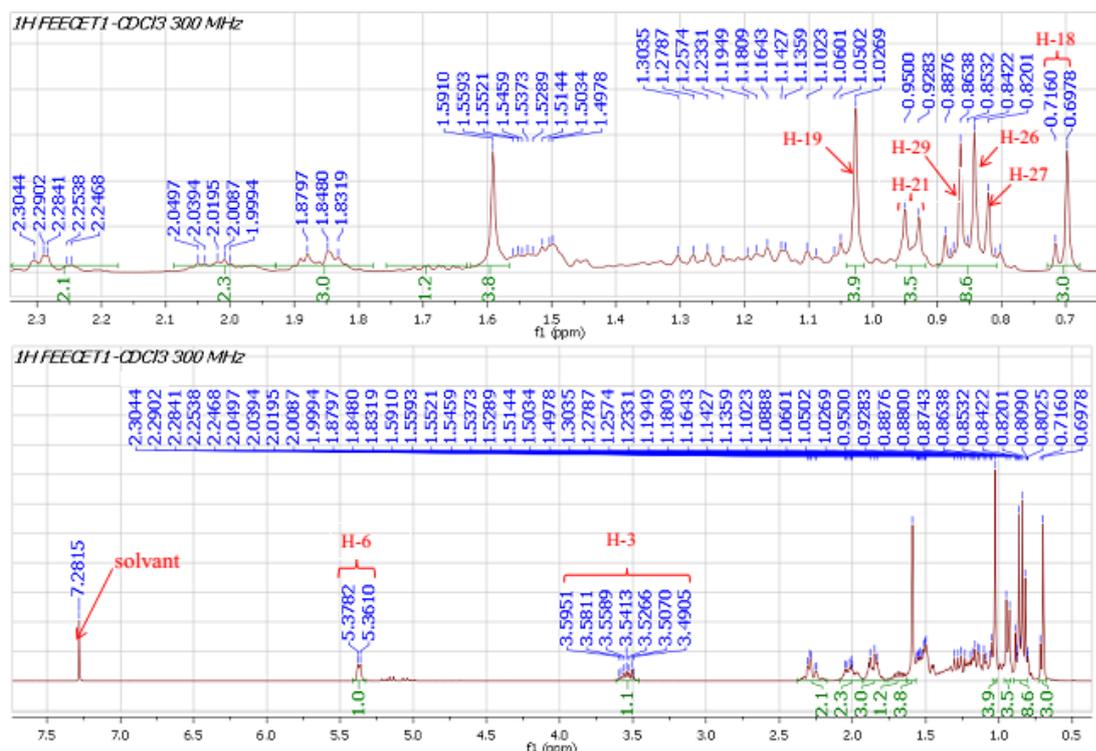
Ce composé seul ou en association avec d'autres phytostérols, diminue les niveaux sanguins du cholestérol. Plusieurs études montrent l'intérêt du  $\beta$ -sitostérol dans le traitement de l'hyperplasie de la prostate (Dae-Sup et al. 2004).

En plus, le  $\beta$ -Sitosterol présente des effets anti-inflammatoire, anti-prostatique, antipyrétique, antiarthritique, anti-ulcère, insuline releasing et oestrogénique et inhibition de la spermatogénèse. Il réduit le risque de cancer et d'oxydation par son activité anti-oxydante (Rasoanaivo et al. 2014). Le tableau 5 présente la comparaison des données spectrales de FEECET1 avec celles de la littérature.

**Tableau 5 : Comparaison des données de RMN  $^{13}\text{C}$  de FEECET1 et celles de  $\beta$ -sitostérol.**

|                      | <b>FEECET1</b>   | <b><math>\beta</math>-sitostérol (Ahmed et al. 2013)</b>  |
|----------------------|--|---|
| <b>N<sup>o</sup></b> | <b>(CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz, <math>\delta_C</math>)</b> | <b>(CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz, <math>\delta_C</math>)</b> |
| 1                    | 37,2   | 37,3  |
| 2                    | 31,9   | 32,0  |
| 3                    | 71,8   | 71,8  |
| 4                    | 42,3   | 42,4  |
| 5                    | 140,7  | 140,8   |
| 6                    | 121,7  | 121,8   |
| 7                    | 31,7   | 31,7  |
| 8                    | 31,9   | 32,0  |
| 9                    | 50,1   | 50,2  |
| 10                   | 36,5   | 36,2  |
| 11                   | 21,1   | 21,1  |
| 12                   | 39,7   | 39,8  |
| 13                   | 42,3   | 42,4  |

|           | <b>FEECET1</b>   | <b><math>\beta</math>-sitostérol (Ahmed et al. 2013)</b>  |
|-----------|--|---|
| <b>N°</b> | <b>(CDCl<sub>3</sub>, 75 MHz, <math>\delta_C</math>)</b> | <b>(CDCl<sub>3</sub>, 100 MHz, <math>\delta_C</math>)</b> |
| 14        | 56,8   | 56,8  |
| 15        | 24,3   | 24,3  |
| 16        | 28,2   | 28,3  |
| 17        | 56,1   | 56,1  |
| 18        | 11,8   | 11,9  |
| 19        | 19,4   | 19,4  |
| 20        | 36,1   | 36,5  |
| 21        | 19,0   | 19,1  |
| 22        | 34,0   | 34,0  |
| 23        | 26,1   | 26,2  |
| 24        | 45,8   | 45,9  |
| 25        | 29,2   | 29,2  |
| 26        | 19,8   | 19,8  |
| 27        | 18,8   | 18,8  |
| 28        | 23,0   | 23,1  |
| 29        | 11,9   | 12,0  |



## 2.2. Identification du composé FEECET2

Le composé FEECET2 précipite dans le système HEX/AE (92,5 : 7,5) sous forme d'une poudre blanche. Il est soluble dans le chlorure de méthylène. Il donne une coloration rouge violacée en présence du réactif de Liebermann & Burchard caractéristique du squelette triterpénoïque.

Son spectre de masse à haute résolution TOF (Time Of Flight), obtenu en impact électronique, donne le pic de l'ion moléculaire à  $m/z = 426,3802$  correspondant à la formule brute  $C_{30}H_{50}O$ , soit un composé renfermant cinq degrés d'insaturation.

Le spectre de RMN  $^{13}C$  ( $CDCl_3$ , 75MHz, figure 4) en combinaison avec le DEPT 135, permet de relever 30 signaux de carbones repartis en :

- Sept (07) carbones quaternaires (C) apparaissant à  $\delta_C$  158,1 ; 39,0 ; 38,8 ; 38,0 ; 37,6 ; 35,8 et 28,8 ppm ;
- Cinq (05) méthynes (CH) qui apparaissent à  $\delta_C$  116,9 ; 79,1 ; 55,5 ; 49,3 et 48,7 ppm ;
- Dix (10) méthylènes ( $CH_2$ ) à  $\delta_C$  41,3 ; 37,8 ; 37,7 ; 36,7 ; 35,1 ; 33,7 ; 33,1 ; 27,1 ; 18,8 et 17,5 ppm ;
- Et huit (08) méthyles ( $CH_3$ ) à  $\delta_C$  33,3 ; 30,0 ; 29,8 ; 28,0 ; 25,9 ; 21,3 ; 15,4 et 15,4 ppm.

Le signal à  $\delta_C$  79,1 ppm est attribuable à un carbone portant un oxygène ; ceux à  $\delta_C$  158,1 et 116,9 ppm sont caractéristiques des triterpènes pentacycliques de la série  $\Delta^{14}$  (15) taraxène (Mahato et al. 1994).

Sur son spectre de RMN  $^1H$  ( $CDCl_3$ , 300MHz, figure 5) on observe :

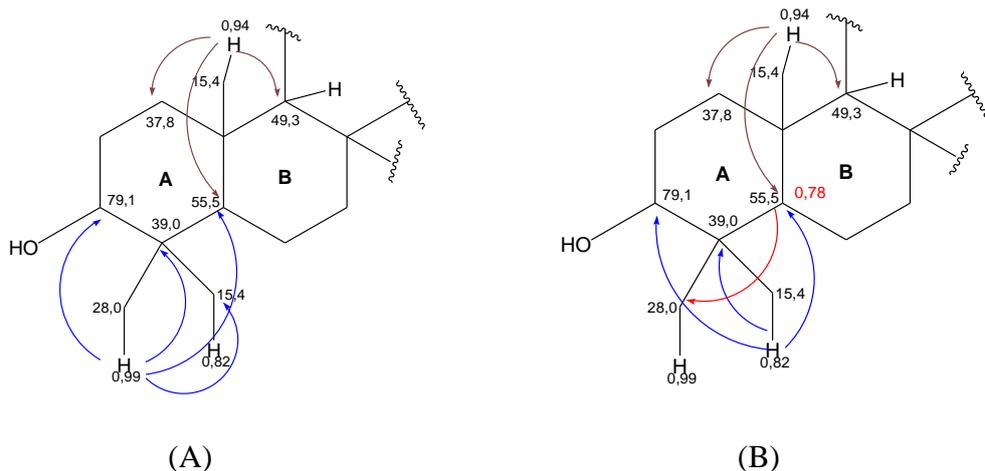
- Un multiplet intégrant pour un proton à  $\delta_H$  5,55 (1H, m) qui confirme la présence d'un méthyne oléfinique, dont attribuable au proton oléfinique en position 15 ; et un autre à  $\delta_H$  3,21 (1H, m), attribuable au proton oxyméthine en position 3.
- Les signaux singulets (08) qui apparaissent respectivement à  $\delta_H$  1,01 ; 0,99 ; 0,96 ; 0,94 ; 0,92 ; 0,92 ; 0,84 et 0,82 ppm attribuables aux groupements méthyles.

Le spectre HMQC (figure 7) du composé FEECET2 montre une corrélation entre :

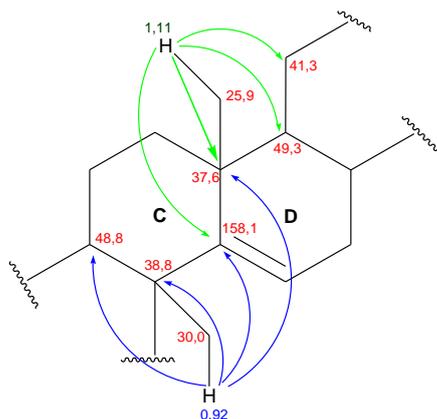
- Le proton à  $\delta_H$  5,55 ppm et le carbone (CH) à  $\delta_C$  116,7 ppm (C-15).
- Le proton à  $\delta_H$  3,21 ppm et le carbone à  $\delta_C$  79,1 ppm (C-3).
- Les protons des huit groupes méthyles à  $\delta_H$  1,01 ; 0,99 ; 0,96 ; 0,94 ; 0,92 ; 0,92 ; 0,84 ; 0,82 ppm et les carbones respectivement à  $\delta_C$  25,9 ; 28,0 ; 33,1 ; 15,4 ; 30,0 ; 21,3 ; 29,8 et 15,4 ppm.

L'analyse du spectre HMBC (figure 8) du composé FEECET2 montre les corrélations entre :

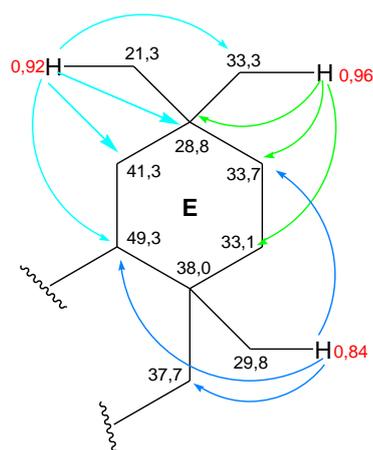
- Le proton à  $\delta_H$  0,94 ppm du groupement  $CH_3$  (15,4 ppm) et  $\delta_C$  55,5 (CH), 49,3 (CH), 37,8 (CH<sub>2</sub>) ppm ;
- Le proton à  $\delta_H$  0,99 ppm du groupement  $CH_3$  (28,0 ppm) et les carbones  $\delta_C$  79,1 (CH) ; 55,5 (CH) ; 15,4(CH) ; 39,0 (C) ppm ;
- Le proton à  $\delta_H$  0,78 ppm du groupement CH (55,5ppm) et le carbones  $\delta_C$  28,0 (CH<sub>3</sub>) ppm. ;
- Le proton à  $\delta_H$  0,82 ppm du groupement  $CH_3$  (15,4 ppm) et les carbones  $\delta_C$  79,1 (CH) ; 55,5 (CH) ; 39,0 (C) ppm. D'où la sous-structure (cycles A et B) suivante:



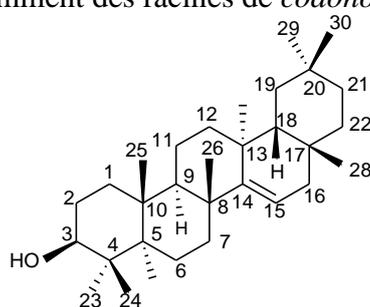
De plus, le proton à  $\delta_H$  0,92 ppm ( $CH_3$  : 30,0 ppm) corrèle avec les carbones  $\delta_C$  158,1 (C) ; 37,6 (C) ; 38,8 (C) ; 28,0 (CH<sub>2</sub>) ; 48,8 (CH) ppm. Le proton à  $\delta_H$  1,11 ppm ( $CH_3$  : 25,9 ppm) corrèle avec les carbones  $\delta_C$  158,1 (C) ; 49,3 (CH) ; 41,3 (CH<sub>2</sub>) ; 38,8 (C) ppm. Ce qui nous permet de proposer la sous-structure (cycles C et D) ci-dessous.



Par ailleurs, le proton à  $\delta_H$  0,84 ppm ( $CH_3$  :29,8 ppm) corrèle avec les carbone  $\delta_C$  48,8 (CH) ; 37,7 (CH<sub>2</sub>) ; 33,7 (CH<sub>2</sub>) ppm. Quant à l'autre proton à  $\delta_H$  0,92 ppm ( $CH_3$  :21,3 ppm), la corrélation se fait avec les carbones  $\delta_C$  49,3 (CH) ; 33,7 (CH<sub>2</sub>) ; 33,3 (CH<sub>3</sub>) ; 33,1 (CH<sub>2</sub>) ; 28,8 (C) ppm. Ce qui permet de ressortir la sous-structure (E) ci-dessous.



L'ensemble de toutes ces données spectrales comparées à celles de la littérature (Trinh *et al.* 2008) ont permis d'attribuer au composé FEECET2, la structure (30) qui est celle du taraxérol. Isolé précédemment des racines de *codonopsis pilosula* (Trinh *et al.* 2008).



(30)

Il possède une activité anti-inflammatoire et analgésique respectivement aux doses de 200 et 400 mg/Kg de la masse du corps (Shyamkumar *et al.* 2012).

Tableau 6 : Comparaison des données de RMN <sup>13</sup>C de FEECET2 et celles de la littérature.

|    | FEECET2<br>(CDCl <sub>3</sub> , 75 MHz ; δ <sub>C</sub> ) | Taraxerol (Trinh <i>et al.</i> 2008)<br>(CDCl <sub>3</sub> , 75,5 MHz ; δ <sub>C</sub> ) |
|----|---|--|
| 1  | 37,8  | 38,6   |
| 2  | 27,2  | 26,6   |
| 3  | 79,1  | 78,7   |
| 4  | 39,0  | 38,8   |
| 5  | 55,5  | 55,4   |
| 6  | 18,8  | 18,7   |
| 7  | 35,2  | 35,6   |
| 8  | 38,8  | 38,6   |
| 9  | 48,8  | 48,6   |
| 10 | 35,8  | 37,8   |
| 11 | 17,5  | 17,4   |
| 12 | 36,7  | 36,5   |
| 13 | 37,6  | 37,5   |
| 14 | 158,1   | 157,8  |
| 15 | 116,9   | 116,6  |
| 16 | 37,7  | 37,4   |
| 17 | 38,0  | 37,6   |
| 18 | 49,3  | 49,7   |

|                | <b>FEECET2</b>                                 | <b>Taraxerol (Trinh et al. 2008)</b>             |
|----------------|--|--|
| N <sup>o</sup> | (CDCl <sub>3</sub> , 75 MHz ; δ <sub>C</sub> ) | (CDCl <sub>3</sub> , 75,5 MHz ; δ <sub>C</sub> ) |
| 19             | 41,3   | 41,2   |
| 20             | 28,8   | 28,6   |
| 21             | 33,7   | 35,0   |
| 22             | 33,1   | 33,6   |
| 23             | 28,0   | 27,8   |
| 24             | 15,4   | 15,3   |
| 25             | 15,4   | 15,3   |
| 26             | 30,0   | 29,6   |
| 27             | 25,9   | 25,8   |
| 28             | 29,8   | 29,7   |
| 29             | 33,3   | 33,1   |
| 30             | 21,3   | 21,2   |

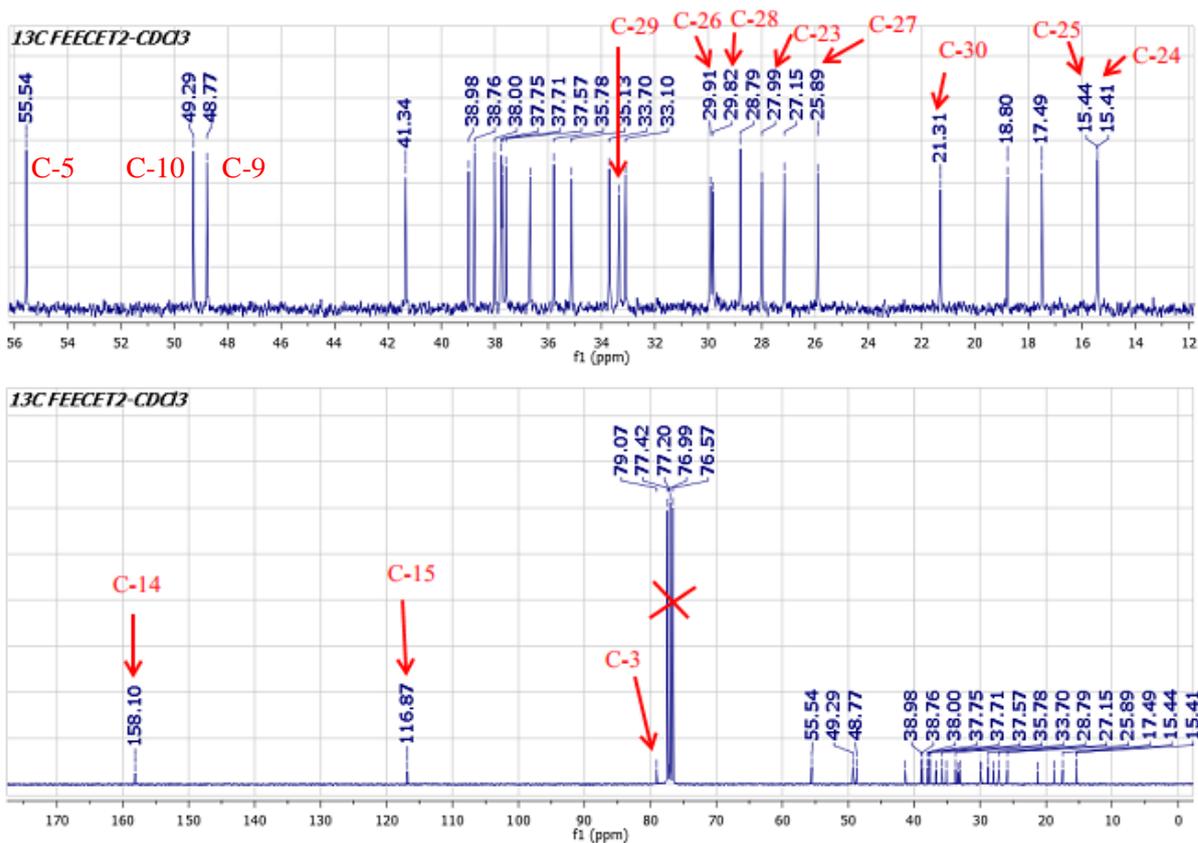
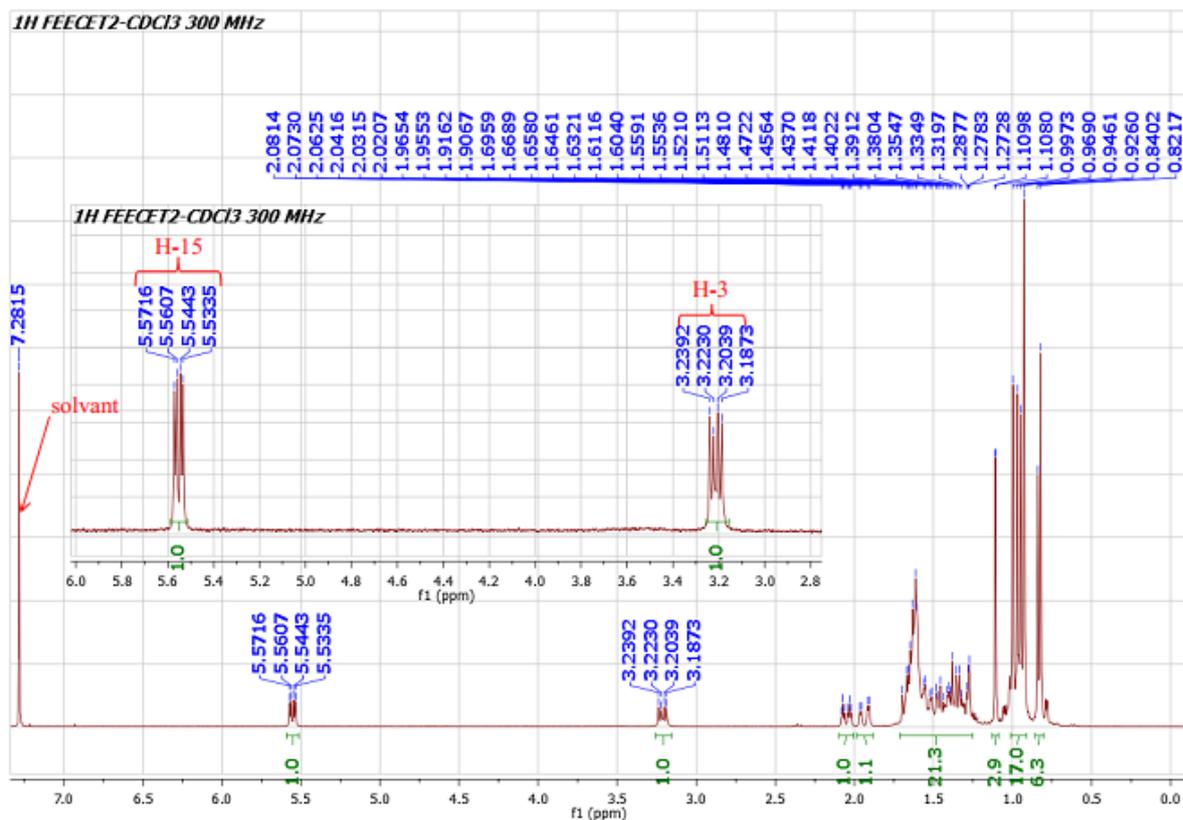
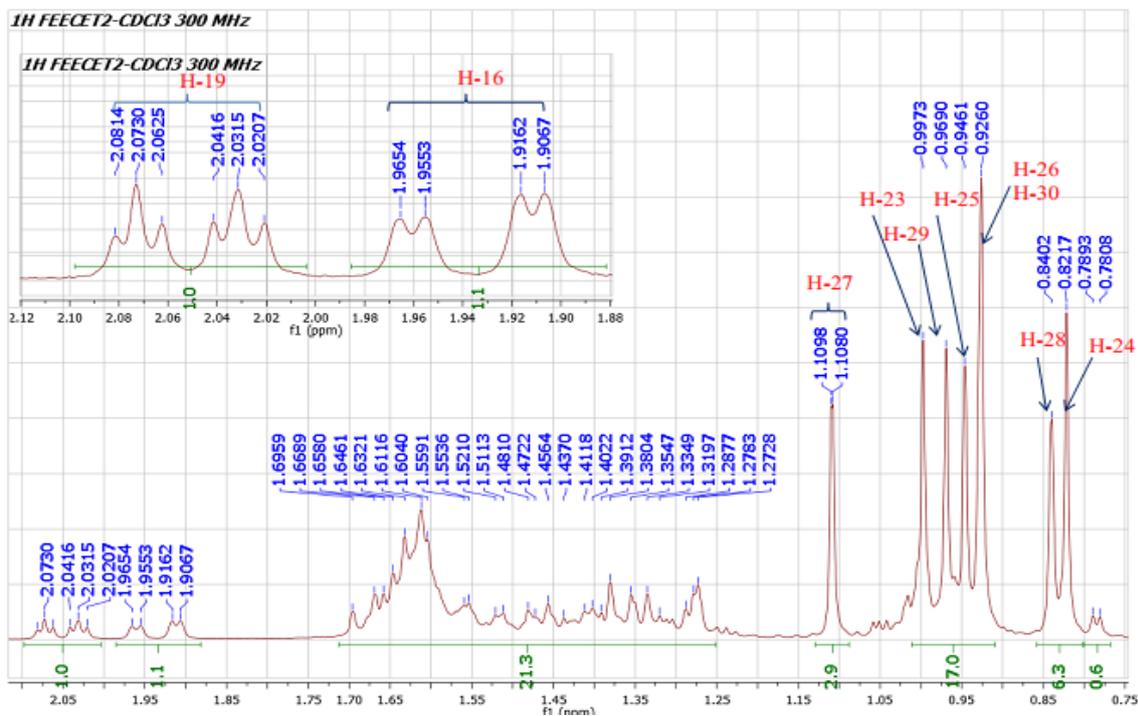


Figure 4 : Spectre de RMN <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>, 300 MHz) de FEECET2



(A)



(B)

Figure 5 : Spectre de RMN  $^1\text{H}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 300 MHz) de FEECET2

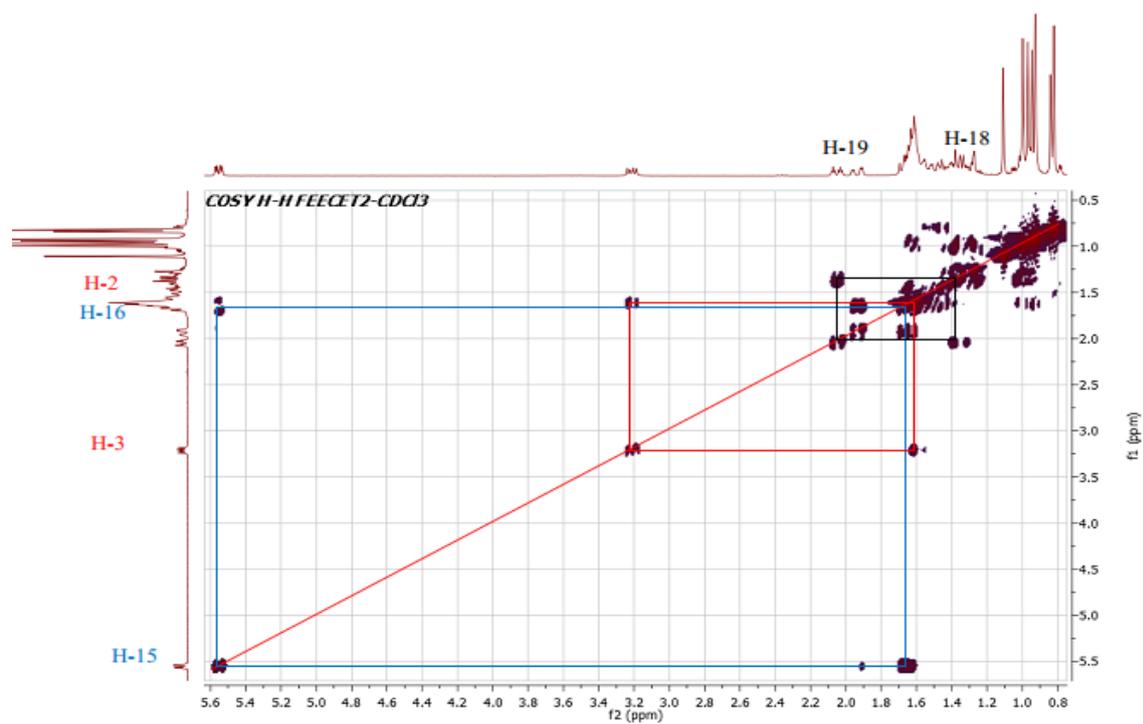
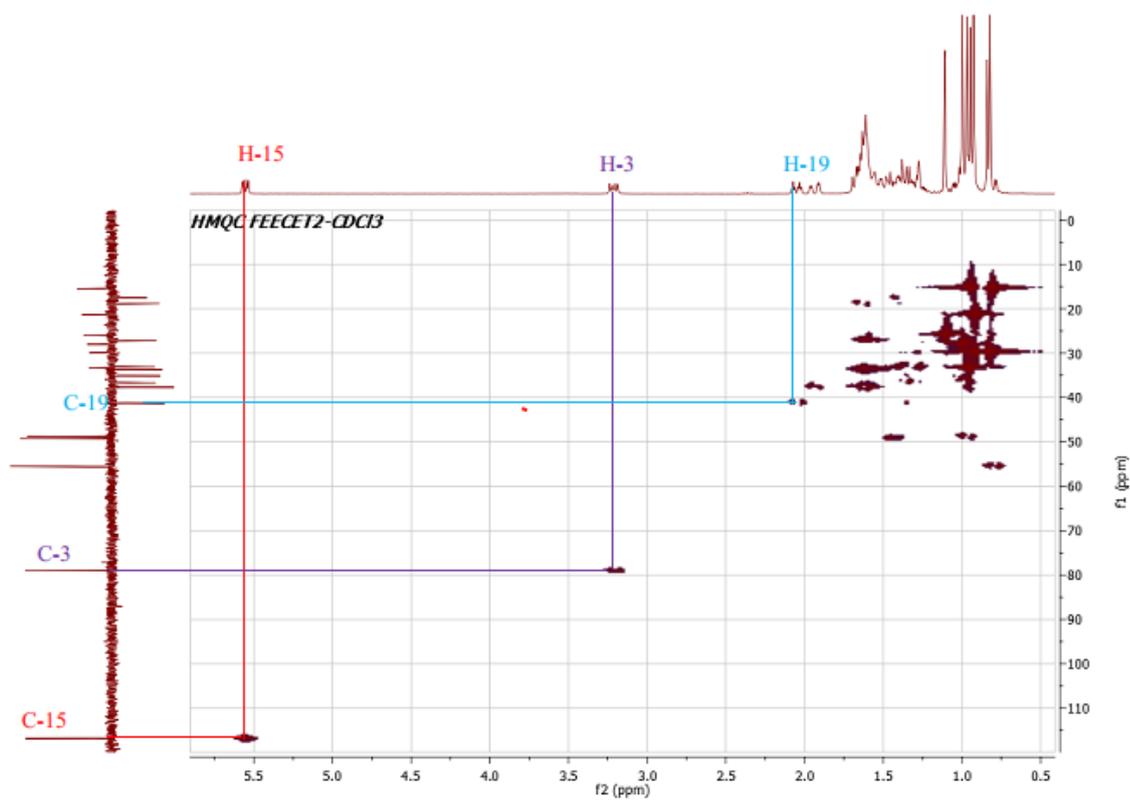


Figure 6 : Spectre COSY de FEECET2



(A)

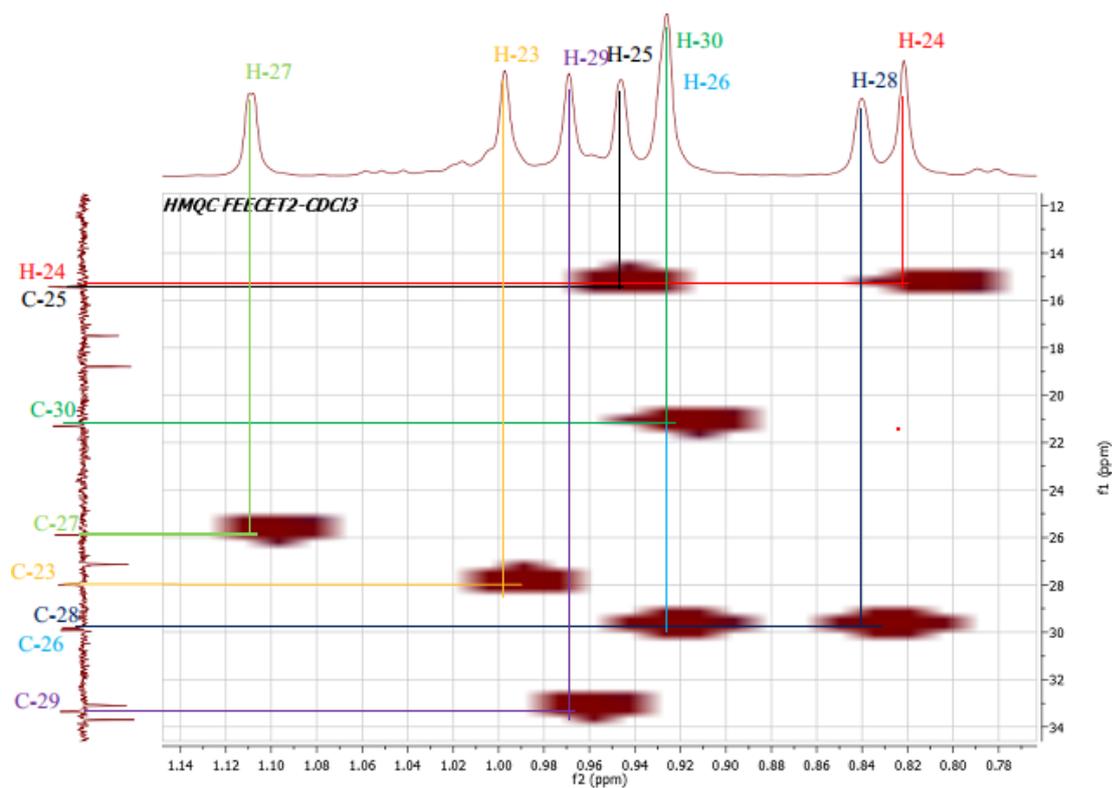
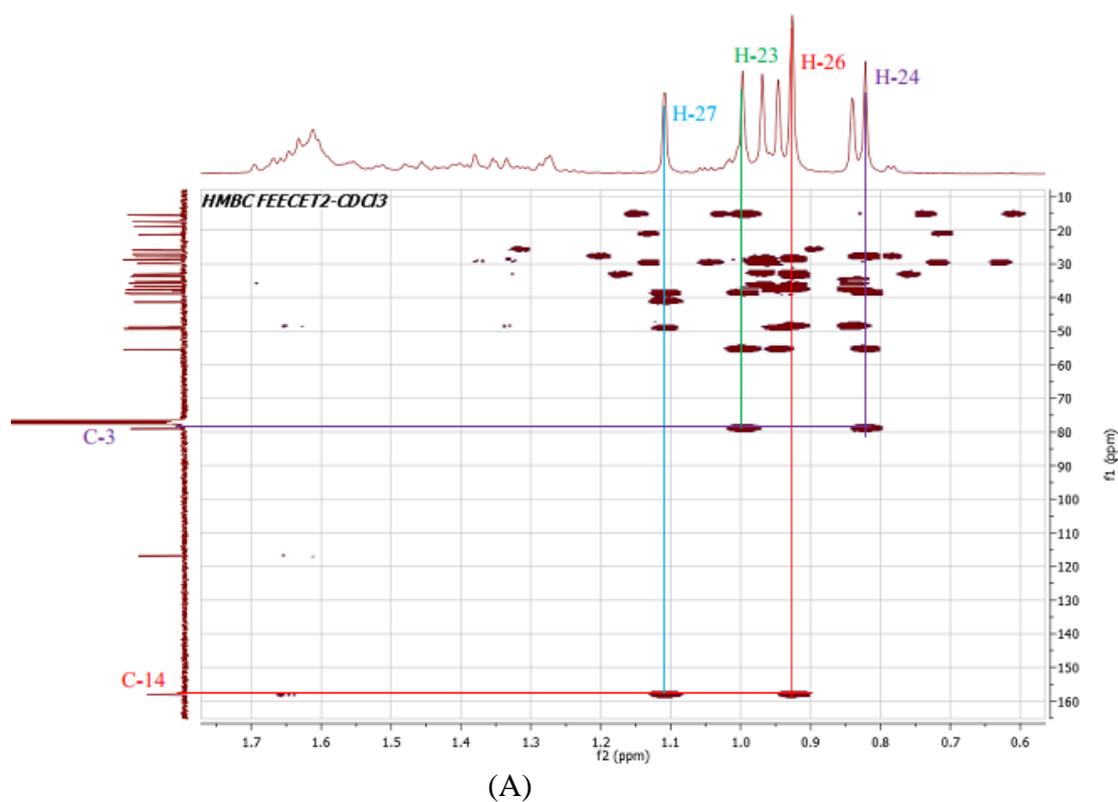
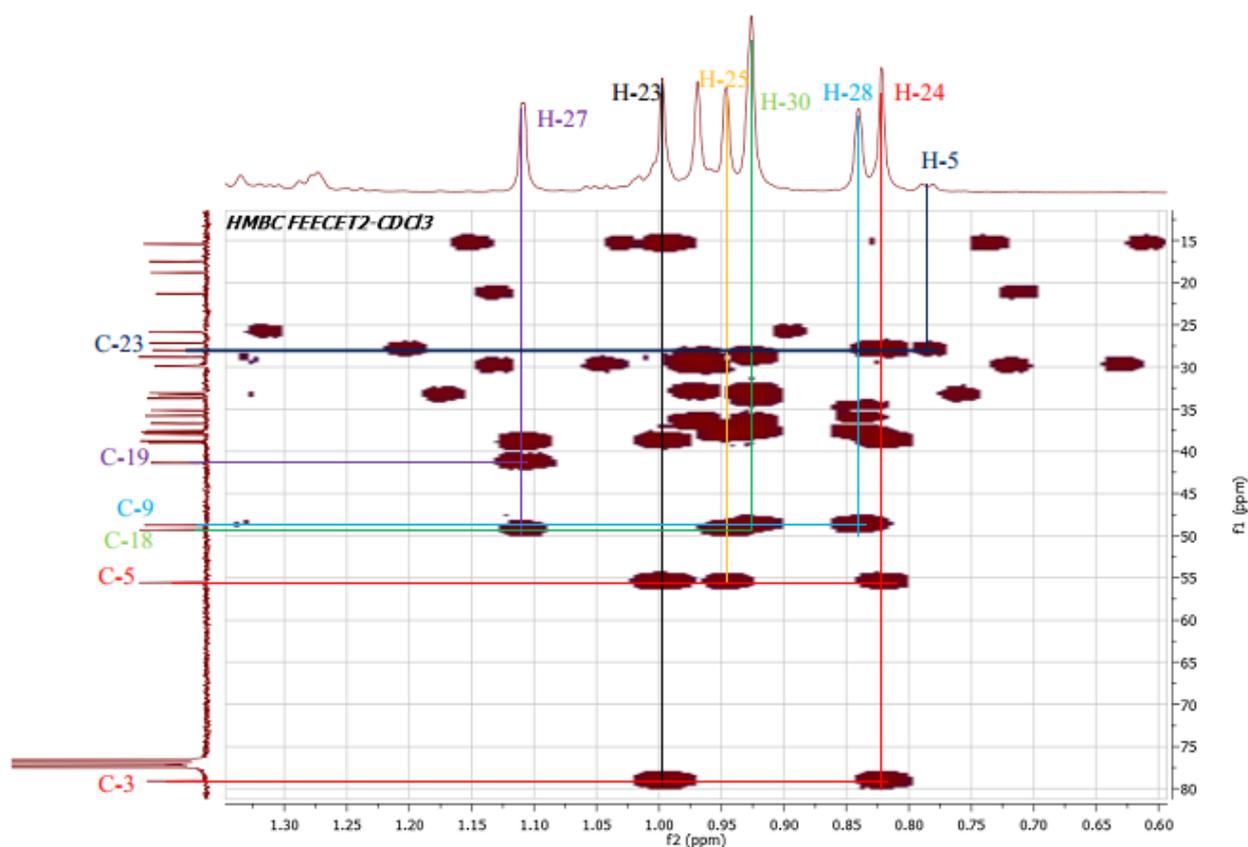
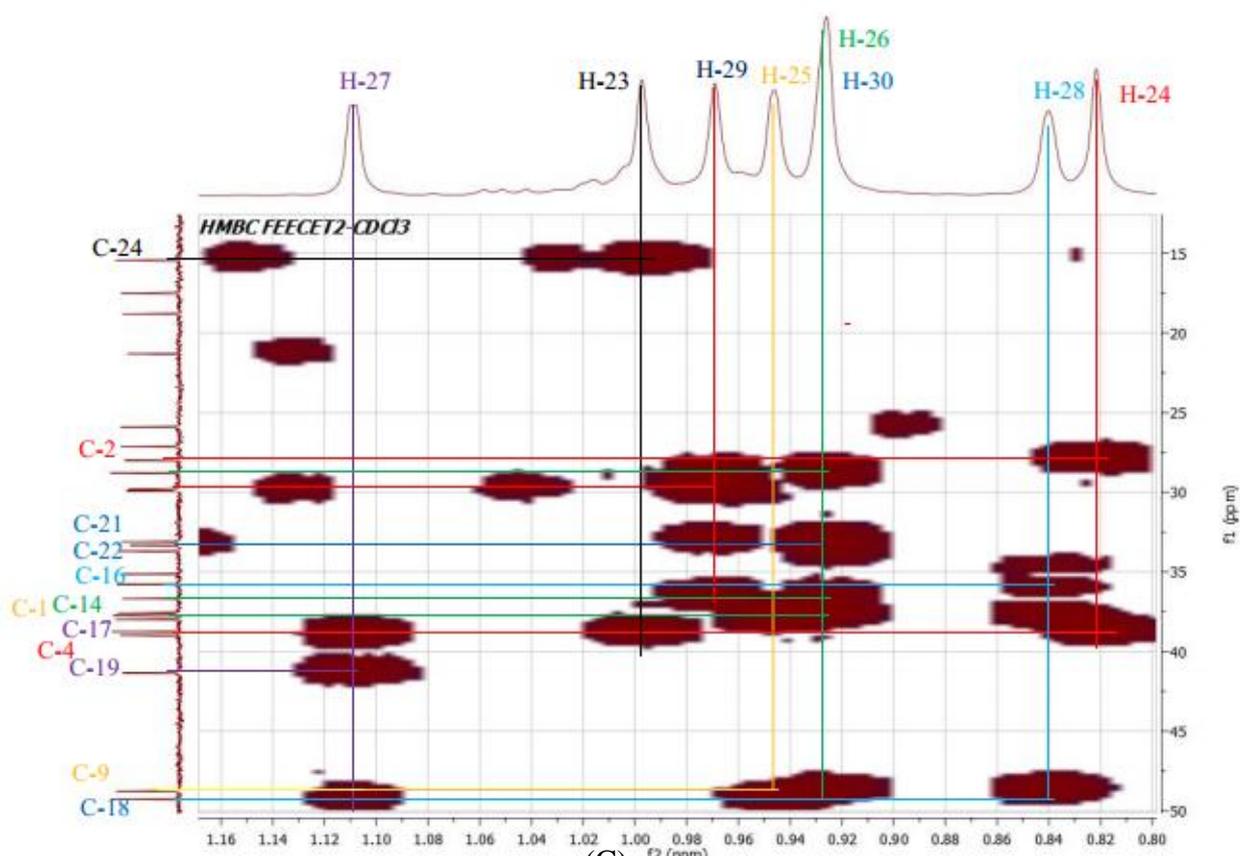


Figure 7 : Spectre HMBC de FEECET2





(B)



(C)

Figure 8 : Spectre HMBC de FEECET2

## INTERET PEDAGOGIQUE DU MEMOIRE

Le présent travail, par ses multiples étapes, a contribué à l'amélioration et au développement de nos capacités en tant que futures enseignants et éducateurs. Il a été essentiellement pratique et fait ressortir un aspect intéressant dans les méthodes pédagogiques de l'enseignement des sciences physiques au secondaire.

En effet, ce travail nous a permis de cultiver en nous, la patience. Car lors de la manipulation, nous ne savions à quel moment il devrait avoir cristallisation d'un produit. Alors, ceci nous permettra d'être patients face à certains comportements inattendus des élèves.

Par ailleurs, les composés isolés et identifiés ( $\beta$ -sitostérol et taraxérol) renferment les fonctions alcool (secondaire) et alcène qui sont des notions vues en classes de première et terminale (séries scientifiques). Donc avec ces composés, nous pouvons expliquer aux apprenants l'une des sources des alcools et des alcènes (végétale), les réactions auxquelles ils se prêtent :

- Déshydratation (présence de la fonction alcool) lorsque nous faisons des révélations à l'acide sulfurique suivit du chauffage à l'étuve;
- L'oxydation de la fonction alcool en une fonction cétone ;
- L'halogénéation et l'hydratation des alcènes.

En outre, ce travail nous a aussi permis d'apprendre les qualités d'un bon chimiste. En ce sens qu'il est évident pour nous maintenant d'éviter les accidents de laboratoire. Lesquelles qualités sont à transmettre aux élèves car nous sommes des modèles. En plus, de nous familiariser avec les techniques et le matériel de laboratoire pour manipuler et mieux expliquer le cours à l'instar de la préparation des solutions ; le dosage d'oxydoréduction, acido-basique en classe de première et terminale respectivement ; l'identification des ions en classe de seconde.

En plus, la recherche bibliographique et l'exploitation des données de la littérature nous ont permis de nous familiariser avec la recherche. Ce qui nous sera utile dans la préparation efficiente et efficace de nos leçons.

De même, la représentation des structures des composés, des tableaux, des figures, des schémas à l'aide des logiciels tels que Chemdraw, Word, Paint, nous permettra de bien concevoir nos cours (fiches d'activités d'enseignement et d'apprentissage) ainsi que nos sujets d'évaluation.

## CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'étude chimique de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de *Ficus elastica* a conduit à l'isolement et à la purification de trois composés indexés FEECET1, FEECET2, FEECET3 à l'aide de la solubilisation différentielle et des méthodes chromatographiques en phase liquide (CC, CCM).

Seuls FEECET1 et FEECET2 ont été identifiés respectivement, au  $\beta$ -sitostérol (29) et au taraxérol (30) sur la base de leurs données spectrales (RMN  $^1\text{H}$ , RMN  $^{13}\text{C}$ , DEPT 135, COSY, HMQC et HMBC) et par comparaison avec celles décrites dans la littérature. Ils appartiennent aux classes des stéroïdes et triterpénoïdes respectivement.

Dans la suite de nos travaux de recherche, nous proposons :

- D'élucider la structure du troisième composé restant (FEECET3); les soumettre à des tests biologiques afin de déterminer leurs potentiels biologiques et leurs toxicités.
- D'étendre l'étude à d'autres parties de la plante et aux autres espèces du même genre.

## **CHAPITRE 3 : PARTIE EXPÉRIMENTALE**

## **1. Appareillage et matériel végétal**

### **1.1. Appareillage**

Les pesées des différentes masses ont été effectuées à l'aide d'une balance électronique de marque COBOS, modèle D-6000SX précision 1/10 ; et une autre de marque SARTORIUS WERKEK, type 242, fabrication numéro 401088, précision 1/1000.

La concentration des extraits et des différentes fractions chromatographiques ont été faites à l'aide d'un évaporateur rotatif de marque Heidolph WB 2000.

Les chromatographies sur colonne et la chromatographie flash ont été réalisées en utilisant le gel de silice 60 de type MERCK comme la phase stationnaire. Les graines de silice sont de tailles comprises entre 0,040 et 0,063 mm. Les fractions ont été recueillies à l'aide de petits flacons en verre.

Les spectres de RMN  $^1\text{H}$  et de RMN  $^{13}\text{C}$  ont été enregistrés à l'aide d'un spectroscope de type Bruker opérant à 300 MHz.

Les analyses chromatographiques sur couche mince effectuées sont réalisées sur des plaques de silice de marque MERCK, de type TLC silice 60 F 254, sur feuilles d'aluminium de 0,2 mm d'épaisseur.

Les révélations des taches ont été faites en utilisant la lampe Ultra-Violet de longueurs d'ondes 254 et 365 nm, de marque VL-6.LC et la pulvérisation à la solution d'acide sulfurique dilué ( $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$  10:90) à 10% suivi d'un chauffage de la plaque à l'étuve (de marque Memmert 854) à environ 80°C.

### **1.2. Matériel végétal**

Les écorces du tronc de *Ficus elastica* ont été récoltées en Juillet 2014 dans l'arrondissement de Yaoundé III, Région du Centre Cameroun plus précisément à Ngoa-ékellé. L'espèce a été identifiée par Monsieur Nana Victor, botaniste à l'Herbier National du Cameroun.

## **2. Extraction et isolement des produits**

### **2.1. Extraction des produits**

Les écorces du tronc de *Ficus elastica* ont été découpées, séchées et broyées. Nous avons obtenu 1972,3 g de poudre qui a été macérée à température ambiante au méthanol pendant 48 heures.

La filtration simple suivie de l'évaporation du solvant a permis d'obtenir 99,8 grammes d'extrait brut d'aspect rougeâtre.

Par solubilisation différentielle au chlorure de méthylène, nous avons obtenu 58,6 g d'extrait après évaporation du solvant (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>). 10 grammes de cet extrait ont été préservés pour effectuer les éventuels tests biologiques.

## 2.2. Séparation chromatographique

48,6 g d'extrait ont été fixés sur 48,7 g de silice puis soumis à la chromatographie «flash» éluee au mélange hexane-acétate d'éthyle de polarité croissante, puis au méthanol.

Au terme de ce processus, trente (30) fractions de 400 mL chacune ont été collectées, concentrées, puis regroupées sur la base de leur profil de la CCM analytique en six séries (tableau7).

**Tableau 7: Chromatogramme de 'extrait brut à l'hexane/acétate d'éthyle**

| Système d'élution | Proportion(%) | Fractions | Séries     | Observations                    |
|-------------------|---------------|-----------|------------|---------------------------------|
| Hex               | 100           | 1-4       | A (1,7 g)  | Mélange d'environ sept produits |
| Hex-AE            | 95 : 5        | 5-7       |            |                                 |
| Hex-AE            | 90 : 10       | 8-10      | B (3,4 g)  | Mélange d'environ cinq produits |
| Hex-AE            | 80 : 20       | 11-12     |            |                                 |
| Hex-AE            | 80 : 20       | 13        | C (2,7 g)  | Mélange d'environ huit produits |
| Hex-AE            | 70 : 30       | 14-16     |            |                                 |
| Hex-AE            | 60 : 40       | 17-19     | D (6,4 g)  | Mélange de plusieurs produits   |
| Hex-AE            | 45 : 55       | 20-22     |            |                                 |
| Hex-AE            | 25 : 75       | 23-25     | E (5,9 g)  | Mélange de plusieurs produits   |
| AE                | 100           | 26-27     |            |                                 |
| MeOH              | 100           | 28-30     | F (20,2 g) | Mélange de plusieurs produits   |

## 2.3. Protocole d'isolement et de purification des composés.

La série B (3,4 g) a subi une chromatographie sur colonne de gel de silice avec pour éluant, le système Hexane/Acétate d'éthyle de polarité croissante. Nous avons donc recueilli 53 fractions d'environ 100 mL chacune. Elles ont été regroupées en sept séries sur la base de leur profil de la CCM analytique. Le tableau 8 représente le chromatogramme de la série B.

**Tableau 8: Chromatogramme de la série B**

| Système d'élution | Proportion(%) | Fractions | Série       | Observations                               |
|-------------------|---------------|-----------|-------------|--|
| Hexane            | 100           | 1 - 3     | B1 (0,67 g) | Trainée                                    |
| Hex-AE            | 97,5 : 2,5    | 4 - 8     | B2 (0,13 g) | Mélange d'environ trois produits           |
| Hex-AE            | 95 : 5        | 9 - 13    | B3 (0,61 g) | Mélange de produits parmi lesquels FEECET1 |
| Hex-AE            | 92,5 : 7,5    | 14 - 19   | B4 (0,32 g) | Mélange de produits parmi lesquels FEECET2 |
| Hex-AE            | 90 : 10       | 20 - 29   | B5 (0,45 g) | Mélange de produits Parmi lesquels FEECET3 |
| Hex-AE            | 87,5 : 12,5   | 30 - 46   | B6 (0,18 g) | Trainée                                    |
| Hex-AE            | 85 : 15       | 47 - 53   | B7 (0,56 g) | Trainée                                    |

**Traitement de la série B3**

Les fractions 9 - 13, obtenues au mélange Hex-AE (95 : 5), ont été regroupées sur la base de la CCM analytique pour donner la série B3. Après précipitation du mélange, le précipité (poudre blanche) a subi une filtration simple accompagnée d'un lavage à l'acétone pour obtenir le composé FEECET1.

**Traitement de la série B4**

Les fractions 14-19, obtenues au mélange Hex-AE (92,5 : 7,5), ont été regroupées sur la base de la CCM analytique pour donner la série B4. Le composé FEECET2 est obtenu par siphonage du mélange et lavage à l'acétone. Il se présente sous forme de poudre blanche.

**Traitement de la série B5**

La série B5 a été laissée au repos pendant 24 heures. Après précipitation du mélange, le précipité a subi un lavage à l'acétone, puis une filtration simple pour obtenir le composé FEECET3.

### 3. Caractéristiques physicochimiques des composés isolés

#### ➤ Composé FEECET1

- Poudre blanche cristallisant dans le mélange Hex/AE (9 5: 5)
- Solubilité : le chlorure de méthylène
- Formule brute :  $C_{29}H_{50}O$
- Masse molaire : 414,39 g/mol
- Spectre RMN  $^1H$  ( $CDCl_3$ , 300 MHz) : figure 2
- Spectre RMN  $^{13}C$  totalement découplé ( $CDCl_3$ , 75 MHz) figure 3

#### ➤ Composé FEECET2

- Poudre blanche cristallisant dans le mélange Hex/AE (92,5 : 7,5)
- Solubilité : le chlorure de méthylène
- Formule brute :  $C_{30}H_{50}O$
- Masse molaire : 426,38 g/mol
- Spectre RMN  $^{13}C$  totalement découplé ( $CDCl_3$ , 75 MHz) figure 4
- Spectre RMN  $^1H$  ( $CDCl_3$ , 300 MHz): figure 5

#### ➤ Composé FEECET3

- Poudre blanche cristallisant dans un mélange Hex/AE (90 : 10)
- Solubilité : le chlorure de méthylène.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

**Adjanooun E.J., Ake Assi L., Floret J.J., Guinko S., Koumaré M., Ahyi A.M.R., Raynal J. (1981)** Médecine traditionnelle et pharmacopée, contribution aux études ethnobotaniques et floristiques du Mali. ACCT, Paris, 3<sup>ème</sup> édition, p 291.

**Ahmed Y., Rahman S., Akhtar P., Islam F., Rahman M., Yaakob Z. (2013)** Isolation of steroids from n-hexane extract of the leaves of *Saurauia roxburghii*. *International Food Research Journal* 20, 2939-2943.

**Anjoo K., Ajay K. S. (2011)** Isolation of stigmasterol and  $\beta$ sitosterol from petroleum ether extract of aerial parts of *Ageratum conyzoides* (Asteraceae). *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* 3, 0975-1491.

**Arbonier M. (1961)** Arbre, arbuste et liane des zones sèches d'Afrique de l'Ouest, éd. Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris 5<sup>ème</sup>, p. 41.

**Aubreville A. (1954)** Flore du Cameroun *Moraceae*. Muséum national d'histoire naturelle, Paris, 28<sup>ème</sup> Edition, p. 113-114.

**Bailey L. (1958)**. Manual of cultivated plants. Macmillan. New York, p.388.

**Berg C.C, Hijmann M. E. E. & Weerdenburg J.C.A. (1985)** Flore du Cameroun. Yaoundé, édition Mesres, p. 4 et 111-114.

**Berhaut J. (1979)** Flore illustrée du Sénégal, tome VI, Linaceae A Nymphaeaceae. Ministère du Développement Rural et de l'Hydraulique, Dakar, p. 419-496.

**Bézanger-Beauquesne L., Pinkas M., Torck M. (1975)** Les plantes dans la thérapeutique moderne. Maloine S.A. éditions, Paris. p 529.

**Boiteau P., Pasich B., Ratsimamanga A. R. (1964)** Les triterpénoïdes en physiologie végétale et animale. Gauthier-Villas, 55 quai des grands Augustins, Paris, p. 469-470.

**Bok J.W., Lermer L, Chilton J., Klingeman H., Towers G.N. (1999)** Antitumour sterols from the mycelia of *Cordiceps sinensis*. *Phytochemistry* 51, 891-898.

**Bruneton J. (1993)** Pharmacognosie, phytochimie et plantes médicinales techniques de documentation Lavoisier, Paris France, 2<sup>ème</sup> édition, p. 663-669 ; 816-822.

**Bruneton. J. (1999)** *Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales-Techniques et*

*documentations*, 3<sup>ème</sup> édition Lavoisier, p. 463 ; 661-670 ; 721-730.

**Busson F., Jaeger P., Lunven P., Pinta M. (1965)** Plantes alimentaires Ouest-Africain, études botaniques, biologie et chimie. Leconte-Marseille, p. 101.

**Chiang Y. M., Chang J. H., Kuo C. C., Chang C.Y., Kuo Y. H. (2005)** Cytotoxic triterpènes from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Phytochemistry* 66, 495-501.

**Cusset C. (1985)** Flore du Cameroun. Museum national d'histoire naturelle, Paris 5<sup>e</sup>, p. 253-255.

**Dae-Sup, P., Choi, S. Z., Ran, K. K., Mee, L. S., Ro, L. K., Suhkneung, P. (2004)** Immunomodulatory activity of triterpenes and phenolic compounds from *Viscum album L.* *Journal of Applied Pharmacology* 11, 1-4.

**Dewick P. M. (1999)** The biosynthesis of C5-C25 terpenoid compound. *Natural Product Report* 16, 97-130.

**Dixon R., Steele C. (1999)** Flavonoïds and isoflavonoïds: a good mine for methanolic engineering. *Trends Plants Science* 4, 394-400.

**Ebizuka.Y., Katsube.Y., Tsutsumi.T., Kushihiro.T., Shibuya. M. (2003)** Functional genomics approach to the study of triterpene biosynthesis. *Pure Apply Chemistry* 75, 369-374.

**Geoffrey. D. B. (1998)** The biosynthesis of steroids and triterpenoids. *Natural Product Reports* 7, 653-678.

**Gonzales M. S., Rosazza J. P. N. (2004)** Microbial transformation of chalcones: hydroxylation, O-dimethylation and cyclisation to flavones. *Journal of Natural Products* 67, 553-558.

**Goodwin T.W. (1971)** Biosynthesis of carotenoids and plants triterpènes. *Biochemical journal* 123, 293-329.

**Harborne, J. B. (1998)** Phytochemical methods: A guide to modern techniques of plant analysis. 3<sup>rd</sup> edition, Chapman and Hall, London 302, 129-138.

**Hongjie Z., Mingua Q., Yegao C., Jinxiong C., Yun C., Cinfang W. et Harry S.** Plant terpènes. Encyclopédie of lifesupport systems (EOLSS) [http:// www.eolss.net/Eolss-](http://www.eolss.net/Eolss-)

[sampleAllChapter.aspx](#). Page consultée le 19 Septembre 2015, à 19H20.

**Huang Z., Jiang K., Pi Y., Hou R., Liao Z., Cao Y., Han X., Wang Q., Sun X., Tang K. (2007)** Molecular cloning and characterization of the new gene encoding squalene synthase from *Taxus cuspidata*. *Journal of Biochemistry and Molecular Biology* 40, 625-635.

**Ji Y., Xiao-Qi Z., Ying W., Qing-Wen Z., Jian-Xin C. and Wen-Cai Y. (2010)** Two new phenolic compounds from the roots of *Ficus hirta*. *Natural Product Research* 24, 621-625.

**Jinming G., Lin H., Jikai L. (2001)** A novel sterol from Chinese truffles. *Tuber Indicum* 66, 771-775.

**Kengap R. T., Kapche G. D. W. F., Dzoyem J. P., Simo I. K., Ambassa P., Sandjo L. P., Abegaz B. M., and Ngadjui B. T. (2011)** Isoprenoids and flavonoids with antimicrobial activity from *Ficus conraui* (Moraceae). *Helvetica Chimica Acta* 94, 2231-2238.

**Kerhara J. (1974)** La pharmacopée traditionnelle sénégalaise, plantes médicinales et toxiques. Edition Vigot-frère, Paris, p. 587-594.

**Kiem P. V., Minh C. V., Nhiem N. X., Tai B. H., Quang T. H., Anh H. L. T., Cuong N. X., Hai T. N., Kim S. H., Kim J. K., Jang H. D., and Kim Y. H. (2012)** Chemical constituents of the *Ficus elastica* leaves and their antioxidant activities. *Bulletin Korean Chemistry Society*. 33, 3461-3468.

**Kindersley D. L., Chevallier A. (2001)** Encyclopedia of medicinal plants. Larousse / VUEF, Paris CEDEX 06, 2<sup>ème</sup> édition, p. 7.

**Kitajima J., Kimizuka K., Tanaka Y. (1998)** Newsterols and triterpenoids of *Ficus pumila*. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* 46, 1408-1411.

**Kitajima J., Kimizuka K., Tanaka Y. (1999)** New dammarane -type acetylated triterpenoids and their related compounds of *Ficus pumila*. *Chemical Pharmaceutical Bulletin* 47, 1138-1140.

**Klyne K. (1966)** La chimie des stéroïdes, Gauthier-villars, Paris, p.13, 18.

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

**Kuete V., Simo C.C., Ngameni B., Kengap T.R., Ngadjui B.T., Mayer J.J.M., Lall N., Kuiate J.R. (2008)** Antimicrobial activity of the crude extracts and compounds from *Ficus chlamydocarpa* and *Ficus cordata* (Moraceae). *Journal of Ethnopharmacology* 120, 17-24.

**Lamarti. A., Badoc. A., Deffieux. G., Carde. J.-P. (1994)** Biogénèse des monoterpènes : II-la chaîne isoprénique. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux* 133, 79-99.

**Lee C. K., Lu C. K., Kuo Y. H., Chen J. Z., Sun G. Z. (2004)** New prenylated flavones from the roots of *Ficus beecheyana*. *Journal of the Chinese Chemical Society* 51, 437-477.

**Lefranc. F et Kiss. R. (2008)** The sodium pump  $\alpha 1$  subunit as a potential target combat apoptosis-resistant glioblastomas. *Neoplasia* 10, 198-206.

**Lontsi D., Sondengam B., Ayafor J., Tsoupras M. Tabacchi R. (1989)** Further triterpenoids of *Musanga cecropioides* : Structure of cecropioic acid. *Planta Medica* 56, 287-289.

**Mahato S. B., Kundu A. P. (1994)**  $^{13}\text{C}$  NMR of pentacyclic triterpenoids : A compilation and some salient features. *Phytochemistry* 37, 1517-1575.

**Mahato S. B., Sen S. (1997)** Advances in triterpenoid research. *Phytochemistry* 44, 1185-1236.

**Melero C. P., Medarde M., Feliciano A. S. (2000)** A short review on cardiotonic steroids and their aminoguanidine analogues. *Molecules* 5, 51-81.

**Muhammad H., Darmanto J. S., Budi P., Ocky K. R. and Elvita (2015)** The isolation of metabolite compounds from seaweed (*Halimeda Gracillis*) in the waters of teluk lampung as a source of antibacterial compounds. *Global Journal of Science Frontier Research: In Marine Science* 15, 975-5896.

**Nomura T., Hano Y. (1994)** Isoprenoid-substituted phenolic of moraceous plants. *Natural Product Reports* 11, 205.

**Parveena M., Ghaliba R. M., Mehdiya S. H., Rehmanb S. Z. and Alic M. (2009)** A new terpenoids from the leaves of *Ficus benjamina* (var. comosa). *Natural Product Research* 23, 729-736.

**Perlin. D. S (1998).** Ion pumps as targets for therapeutic intervention: old and new paradigms. *Journal of Biotechnology* 1, 717-3458.

**Phillips K.M., Ruggio D.M., Toivo J.I., Swank M.A., Simpkins A.H. (2002)** Free and esterified sterol composition of edible oils and fats. *Journal Food Composition Analysis* 15, 123-142.

**Pietta P. G. (2000)** Flavonoids as antioxidant. *Journal of Natural Products* 63, 1035-1042.

**Rasoanaivo L. H., Wadouachi A., Andriamampianina T. T., Andriamalala S. G., Razafindrakoto E. J. B., Raharisololalao A., Randimbivololona F. (2014)** Triterpenes and steroids from the stem bark of *Gambeya boiviniana* Pierre. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry* 3, 68-72.

**Rodney. C., Toni. M. K., Norman. G. L. (2000)** Natural products (secondary metabolites). *Biochemistry and molecular biology of plants* 24, 1250-1318.

**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. (2002)** Constituents of the leaves and twigs of *Ficus hispida*. *Planta Medica* 68, 186-188.

**Seraia A.S., Tsybulia N.V., Dul'tseva G.G. (2008)** Role of some species of *Ficus* in amelioration of environment. *Aviakosm Ekolog Meditsina* 42, 66-70.

**Shyamkumar, Bhat I., (2012).** Anti inflammatory, analgesic and phytochemical studies of *Clitorea ternatea* linn flower extract. *International Research Journal of Pharmacy* 3, 2230-8407.

**Trinh T. T., Tran V. S., Katrin F. and Ludger W. (2008)** Triterpenes from the roots of *codonopsis pilosula*. *Journal of Chemistry* 46, 515-520.

**Vercauteren. J. (2007)** Plan du cours de pharmacognosie-formation commune de base. Edition Université de Montpellier. p. 151-165.

**Wagner. H., Blatt. S., Zgainsni. E.M. (1984)** Plant drug analysis. A thin layer chromatography atlas. Berlin Heidelberg New York Tokyo, p. 195-213; 300-303.

**Wansi D. (2000)** Contribution à l'étude phytochimique de deux plantes médicinales du Cameroun. *Gambeya africana* (Sapotaceae) et *Drypetes molunduana* (Euphorbiaceae). Thèse de Doctorat de 3<sup>ème</sup> cycle, Université de Yaoundé 1, Faculté des Sciences, Cameroun. p. 22-23.