

RÉPUBLIQUE DU CAMEROUN

Paix – Travail – Patrie

MINISTÈRE DE
L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR

UNIVERSITÉ DE YAOUNDÉ I

ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE

DÉPARTEMENT DE CHIMIE



REPUBLIC OF CAMEROON

Peace – Work – Fatherland

MINISTRY OF HIGHER EDUCATION

UNIVERSITY OF YAOUNDE I

HIGHER TEACHER TRAINING
COLLEGE

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

LABORATOIRE DE CHIMIE ORGANIQUE

ORGANIC CHEMISTRY LABORATORY

**ÉTUDE CHIMIQUE DE L'EXTRAIT AU CHLORURE
DE MÉTHYLÈNE DES ÉCORCES DU TRONC DE
*FICUS PLATYPHYLLA (MORACEAE)***

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

Par:

YAKAM TCHUIDO Brenda

Matricule : 11Y202

Licenciée ès sciences

Sous la direction de :

KAPCHE W. F. G. Deccaux

Maître de Conférences

Année 2016



Je dédie ce mémoire :

À mes parents Monsieur YAKAM David et Madame YAKAM Marie.



REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma gratitude et à remercier tous ceux qui ont participé à l'élaboration de ce travail. En particulier:

- Le Professeur FON ABI Charles, Chef de Département de Chimie de l'École Normale Supérieure de Yaoundé 1, pour tous les efforts déployés afin que nous obtenions une formation de qualité.
- Le Professeur KAPCHE Deccaux pour toute l'attention consacrée dans la conception et l'encadrement de ce mémoire.
- Les enseignants du Département de Chimie, pour les contenus riches de connaissances et d'enseignements.
- Le Docteur TATUEDOM Ostend pour son appui lors de la rédaction de ce travail.
- Le Docteur ANGO Patrick et Monsieur MELONG Radius pour leur temps et leur disponibilité incondionnés apportés dans l'accomplissement de ce travail.
- Mes camarades de laboratoire MAKOUJOU Dolores, MFETIE Mathieu, OHANDJA Robert, TEGASNE Cathérine pour leurs conseils et encouragements.
- Mes amies MOFFO FOSSO Raïssa, LIKENG BELL Dora, CHEBOU Abigaëlle, TOKOH Sylvia, BELLA BELINGA Aurore, MBEGA Albert, MAMA ELOUNDOU Siril pour leurs encouragements.
- Mes frères et sœurs pour leur amour et leurs prières.
- Mon meilleur ami TEGUIA KAMCHE Hilaire qui a toujours été présent pour moi.
- Monsieur FOTSING TACHEDJOU Stéphane pour son soutien moral, son affection, ses conseils et ses encouragements.

A tous mes amis, camarades de promotion et à tous ceux qui, de près ou de loin, moralement ou matériellement, m'ont soutenue dans la réalisation de ce travail, je leur exprime ma gratitude.



SOMMAIRE

DÉDICACE..... i

REMERCIEMENTS..... ii

SOMMAIRE iii

RÉSUMÉ..... vi

ABSTRACT vii

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES viii

LISTE DES FIGURES..... x

LISTE DES TABLEAUX xii

LISTE DES SCHÉMAS..... xiii

INTRODUCTION GÉNÉRALE 1

CHAPITRE I: REVUE DE LA LITTÉRATURE..... 2

I.1- APERÇU BOTANIQUE 2

I.1.1- La famille des *Moraceae* 2

I.1.2- Le genre *Ficus* 2

I.1.3- Répartition géographique 3

I.1.4- L'espèce *Ficus platyphylla* 7

**I.2- QUELQUES USAGES ET ACTIVITÉS BIOLOGIQUES DES ESPÈCES DU
GENRE *FICUS* 9**

I.3- TRAVAUX CHIMIQUES ANTÉRIEURS 11

I.3.1- LES ALCALOÏDES 12

I.3.1.1- Description 12

I.3.1.2-Importance pharmacologique de quelques alcaloïdes 13



I.3.2- LES FLAVONOÏDES	13
I.3.2.1- Description	13
I.3.2.2- Importances pharmacologiques de quelques flavonoïdes.....	16
I.3.3- LES STÉROÏDES.....	17
I.3.3.1- Description	17
I.3.3.2- Importances pharmacologiques des stéroïdes	18
I.3.4- LES TRITERPÈNOÏDES.....	18
I.3.4.1- Description	18
I.3.4.2- Importances pharmacologiques des triterpènes	20
I.3.5- LES COUMARINES.....	21
I.3.5.1- Description	21
I.3.5.2-Importances pharmacologiques des coumarines.....	22
I.4- MÉTHODES DE DÉTERMINATION DES STRUCTURES DES FLAVONOÏDES	23
I.4.1- Spectroscopie UV	23
I.4.2- Spectroscopie IR	23
I.4.3- Spectroscopie de Résonance Magnétique Nucléaire à une dimension (RMN 1D).....	24
I.4.3.1- Résonance Magnétique Nucléaire du proton (RMN ¹H).....	24
I.4.3.2- Spectroscopie de Résonance Magnétique Nucléaire à deux dimensions (RMN 2D).....	25
CHAPITRE II: RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	26
II.1-INTRODUCTION.....	26
II.2-IDENTIFICATION DES STRUCTURES DES COMPOSÉS ISOLÉS	28
II.2.1-Identification de FPECET 1.....	28
II.2.2- Identification de FPECET 2.....	37



RÉSUMÉ

Le présent travail porte sur l'extraction, l'isolement et la caractérisation structurale de quelques composés obtenus de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*, une plante de la famille des *Moraceae*.

Grâce aux différentes méthodes chromatographiques (chromatographie sur colonne, chromatographie sur couche mince) nous avons isolé de cet extrait trois composés.

L'utilisation des méthodes spectroscopiques usuelles (SM, RMN ^1H , RMN ^{13}C , APT, COSY, HMBC et HMQC) nous a permis d'identifier deux de ces composés respectivement comme étant 8-isoprénylapigénine et 5,4'-dihydroxy-6'',6''-diméthylpyrano-(7,8,2'',3'')flavone.

Mots clés: *Ficus platyphylla*, *Moraceae*, 8-isoprénylapigénine, 5,4'-dihydroxy-6'',6''-diméthylpyrano-(7,8,2'',3'')flavone.



ABSTRACT

The present work deals with the extraction, isolation and the structural characterization of some chemical compounds obtained from the methylene chloride extract of the stem bark of *Ficus platyphylla*, a Cameroonian plant from the *Moraceae* family.

Based on different chromatographic methods (column chromatography, thin layer chromatography), we have isolated from this extract three compounds.

By using different usual spectroscopic methods (MS, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, APT, COSY, HMBC and HMQC), we were able to identify two of these compounds respectively as 8-isoprenylapigenin and 5,4'-dihydroxy-6'',6''-dimethylpyrano-(7,8,2'',3'')flavone

Keywords: *Ficus platyphylla*, *Moraceae*, 8-isoprenylapigenin, 5,4'-dihydroxy-6'',6''-dimethylpyrano-(7,8,2'',3'')flavone.



LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES

AE: Acétate d'Éthyle

APG III: Angiosperm Phylogeny Group third version

APT: Attached Proton Test

CC: Chromatographie sur Colonne

CCM: Chromatographie sur Couche Mince

COSY: Correlation Spectroscopy

d: doublet

dd: doublet dédoublé

DMSO: Diméthylsulfoxyde

F: *Ficus*

FPECET: *Ficus Platyphylla* Extrait au Chlorure de méthylène des Écorces du Tronc

Hex: Hexane

HMBC: Heteronuclear Multiple Bond Correlation

HMQC: Heteronuclear Multiple Quantum Correlation

Hz: Hertz

m: multiplet

MHz: Méga Hertz

NOESY: Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy



ppm: partie par million

HRESI-MS: High Resolution Electrospray Ionization-Mass Spectroscopy

RMN ^{13}C : Résonance Magnétique Nucléaire du carbone 13

RMN ^1H : Résonance Magnétique Nucléaire du proton

s: singulet

UV: Ultraviolet



LISTE DES FIGURES

Figure 1:	Photo <i>Ficus platyphylla</i> (arbre).....	8
Figure 2:	Feuille de <i>Ficus platyphylla</i>.....	9
Figure 3:	Photo <i>Ficus platyphylla</i> (feuilles).....	9
Figure 4:	Photo <i>Ficus platyphylla</i> (figes non mûres).....	9
Figure 5:	Photo <i>Ficus platyphylla</i> (figes mûres).....	9
Figure 6:	Les grandes classes des coumarines	21
Figure 7:	Spectre de RMN ¹³C (acétone-d₆, 150 MHz) de FPECET 1.....	28
Figure 8a:	Spectre de RMN ¹H (acétone-d₆, 600 MHz) de FPECET 1.....	30
Figure 8b:	Spectre de RMN ¹H (acétone-d₆, 600 MHz) de FPECET 1.....	30
Figure 9a:	Spectre COSY ¹H-¹H (acétone-d₆) de FPECET 1.....	31
Figure 9b:	Spectre COSY ¹H-¹H (acétone-d₆) de FPECET 1.....	31
Figure 10:	Spectre de HMQC (acétone-d₆) de FPECET 1.....	34
Figure 11a:	Spectre HMBC (acétone-d₆) de FPECET 1.....	35
Figure 11b:	Spectre HMBC (acétone-d₆) de FPECET 1.....	35
Figure 11c:	Spectre HMBC (acétone-d₆) de FPECET 1.....	36
Figure 12:	Spectre de RMN ¹H (DMSO-d₆, 600 MHz) de FPECET.....	38
Figure 13:	Spectre de RMN ¹³C (DMSO-d₆, 150 MHz) de FPECET 2.....	39
Figure 14:	Spectre APT (DMSO-d₆, 150 MHz) de FPECET 2.....	39
Figure 15:	Spectre COSY ¹H-¹H (DMSO-d₆) de FPECET 2.....	40



Figure 16a : Spectre HMQC (DMSO-d₆) de FPECET 2.....41

Figure 16b : Spectre HMQC (DMSO-d₆) de FPECET 2.....41

Figure 17a : Spectre HMBC (DMSO-d₆) de FPECET 2.....42

Figure 17b : Spectre HMBC (DMSO-d₆) de FPECET 2.....42

Figure 17c: Spectre HMBC (DMSO-d₆) de FPECET 2.....43



LISTE DES TABLEAUX

Tableau I:	Répartition de quelques espèces du genre <i>Ficus</i> au Cameroun.....	3
Tableau II:	Quelques alcaloïdes isolés du genre <i>Ficus</i>.....	12
Tableau III:	Quelques flavonoïdes et isoflavonoïdes isolés des <i>Ficus</i>.....	15
Tableau IV:	Quelques stéroïdes du genre <i>Ficus</i>.....	17
Tableau V:	Quelques triterpénoïdes pentacycliques isolés du genre <i>Ficus</i>.....	19
Tableau VI:	Quelques furanocoumarines isolées du genre <i>Ficus</i>.....	21
Tableau VII:	Différentes bandes d'absorption de quelques classes de flavonoïdes....	23
Tableau VIII	Déplacements chimiques des carbones centraux de quelques classes de flavonoïdes.....	24
Tableau IX:	Comparaison des données spectrales de RMN ¹³C (acétone-d₆, 150 MHz) de FPECET 1 et de la 8-prénylapigenine et données de RMN ¹H (acétone-d₆, 600 MHz) et de HMBC (acétone-d₆) de FPECET1.....	36
Tableau X:	Récapitulatif des différents spectres de FPECET 2.....	44
Tableau XI:	Chromatogramme de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces de <i>F. platyphylla</i>.....	48
Tableau XII:	Récapitulatif des séries traitées.....	50



LISTE DES SCHÉMAS

Schéma 1:	Formation du cation dammarane.....	18
Schéma 2:	Protocole d'extraction et d'isolement des composés des écorces du tronc de <i>F. platyphylla</i>.....	27





INTRODUCTION
GÉNÉRALE

GÉNÉRALITÉ

Le globe terrestre est constitué en grande partie d'espèces végétales source de nombreuses vertus thérapeutiques. Les estimations de l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) faites sur la base des données des laboratoires de recherche sur la pharmacopée, montrent que les plantes représentent environ 80% des matériaux de bases des produits pharmaceutiques modernes (WHO 1998).

En raison de leur origine, de leur diversité et de la richesse des structures chimiques qu'elles renferment, les plantes sont une source potentielle de biomolécules susceptibles d'être utilisées soit directement en thérapie soit pour servir de base dans la synthèse des molécules biologiquement actives.

Les vertus thérapeutiques que regorgent les plantes demandent de se pencher davantage sur ces dernières, afin de découvrir des principes actifs susceptibles de venir à bout de fléaux tels que le diabète, le VIH SIDA, les infections virales etc. La défaillance du système immunitaire des patients souffrant de VIH SIDA qui sont exposés à de nombreuses maladies opportunistes constitue un des problèmes que les chimistes cherchent à résoudre. Pour cela, ceux-ci s'emploient à l'étude chimique des plantes et à la recherche de principes actifs. C'est dans cette optique que dans le cadre de leurs travaux de recherche, les laboratoires de Chimie Organique de l'Ecole Normale Supérieure de Yaoundé font de l'étude chimique des plantes camerounaises une priorité. Afin d'apporter notre contribution à ce vaste programme de recherche, et dans la continuité des travaux de notre équipe sur la famille des *Moraceae* nous avons entrepris dans le cadre de l'obtention du Diplôme de Professeur de l'Enseignement Secondaire 2^{ème} Grade (DIPES II), l'étude de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de *Ficus platyphylla* une plante médicinale camerounaise de la famille des *Moraceae*. Le choix de cette plante réside du fait qu'elle présente des vertus thérapeutiques et qu'elle a fait jusqu'à lors l'objet de peu d'études chimiques.

L'objectif que nous nous sommes fixés est de contribuer à la connaissance chimiotaxonomique de la plante à travers l'extraction, l'isolement, la purification et la caractérisation des métabolites secondaires de celle-ci. Nous présenterons successivement dans ce travail quatre parties :

- La première partie relative à la revue de littérature;
- La deuxième partie concernant les résultats et discussion ;
- La troisième étant la partie expérimentale;
- La quatrième correspondant aux références bibliographiques et webographiques.



CHAPITRE I: REVUE DE LA LITTÉRATURE

GILLESVILLE

I.1-APERÇU BOTANIQUE

I.1.1- La famille des *Moraceae*

Les *Moraceae* constituent une grande famille du règne végétal. Cette famille doit son appellation au genre *Morus* en latin et plus précisément du grec *Moreas*.

Les *Moraceae* appartiennent à l'embranchement des Phanérogames, à la division des Angiospermes, à la classe des Dicotylédones, à la sous-classe des Rosidées (plantes à fleurs cycliques) et à l'ordre des Rosales (Classification APG III 2009).

Les plantes de la famille des *Moraceae* se présentent le plus souvent sous la forme d'arbres ou d'arbustes, de lianes ou épiphytes et très rarement sous la forme de plantes herbacées. Elles sont laticifères produisant dans la grande majorité des cas un latex blanc disséminé dans les tissus parenchymateux. Les feuilles sont vertes plus ou moins brillantes, alternées ou opposées en spirales. Elles sont à nervations pennées ou palmées et saillantes. Les stipules terminales sont souvent grandes en forme de capuchon, caduques en laissant des cicatrices annulaires marquées (*Ficus*) (Botineau 2010).

Les inflorescences aux aisselles foliaires ou jusqu'à la base du tronc sont variées. Certaines sont condensées en réceptacle, bisexuées ou unisexuées et d'autres sont pistillées à fleurs staminées avec pétales libres ou soudées contenant 1 à 4 étamines (Berhaut 1979, Berg et al. 1985, Bruneton 1993). Les fleurs unisexuées (plantes monoïques) sont disposées en cimes, en capitules ou en disques.

Les fruits issus des plantes de cette famille sont déhiscent, formant un ensemble drupacé avec périgone et réceptacle. Les graines avec ou sans endospermes ont un embryon de grande ou de petite taille, possédant ainsi des cotylédons égaux ou non (Bruneton 1993).

La famille des *Moraceae* comprend environ 1500 espèces classées en 53 genres et répandues surtout dans les régions tropicales avec quelques représentants en régions tempérées. Au Cameroun, on retrouve environ 13 genres réparties en 99 espèces (Berg et al. 1985). Parmi les genres les plus répandus, on peut citer entre autres: *Antiaris*, *Artocarpus*, *Cecropia*, *Dorstenia*, *Milicia*, *Morus*, *Musanga*, *Myrianthus*, *Scyphosyce*, *Sloetiopsis*, *Treculia*, *Trilepisium* et *Ficus* (Berg et al. 1985).

I.1.2- Le genre *Ficus*

Le nom *Ficus* désigne en latin le nom commun du figuier, arbre cultivé dans le bassin méditerranéen pour ses fruits comestibles, les figues.



Toutes les espèces du genre *Ficus* produisent de «faux fruits» appelées figues, issus d'un type d'inflorescence très particulier, le sycone. Les fleurs des figuiers, qu'elles soient mâles ou femelles, sont très petites et sont situées à l'intérieur d'un réceptacle creux ouvert à son extrémité par un ostiole où peuvent passer les espèces pollinisateurs comme les guêpes. L'ovaire monocarpique de chaque fleur produit un akène qui reste incorporé dans le réceptacle. La figue n'est donc pas à proprement dit un fruit mais une infructescence.

La plupart des *Ficus* émettent depuis leurs branches des racines qui lorsqu'elles atteignent le sol sont susceptibles de former de nouveaux troncs. Certaines espèces sont hermaphrodites, d'autres sont monoïques ou dioïques.

Le genre *Ficus* comprend environ 800 à 1000 espèces dont environ 181 espèces sont recensées en Afrique. Au Cameroun on trouve environ 60 espèces (Aubreville 1964) parmi lesquelles les espèces suivantes: *Ficus asperifolia*, *Ficus capensis*, *Ficus gnaphalocarpa*, *Ficus igens*, *Ficus polita*, *Ficus thonningii*, *Ficus elastica* et *Ficus platyphylla*.

I.1.3- Répartition géographique

Les espèces du genre *Ficus* sont des plantes retrouvées généralement en zones tropicales et tempérées.

Le tableau I présente la répartition géographique de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun

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

	Espèces	Auteurs	Aspects	Localisation géographique
1	<i>F. abutilifolia</i>	Miquel	Arbre	Maroua, Mokolo, Kaélé
2	<i>F. abscondita</i>	C.C. Berg	Arbre	Ndikiniméki, Nkongsamba, Loum
3	<i>F. asperifolia</i>	Miquel	Arbuste	Logone, Chari, Bénoué, Djérem, Sanaga
4	<i>F. artocarpoides</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Mont cameroun, Limbé, Yakadouma
5	<i>F. adolfi-friderici</i>	Mildbread	Arbuste ou épiphyte	Kumba, Ndikiniméki
6	<i>F. barteri</i>	Sprague	Arbre ou épiphyte	Kribi, Ebolowa, Mouloundou



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

7	<i>F. benjamina</i>	Linn	Arbre	Yaoundé, Bertoua
8	<i>F. Bubu</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Yokadouma, Mouloundou
9	<i>F. burretiana</i>	Mildbread & hutchinson	Arbuste ou épiphyte	Yokadouma, Yaoundé
10	<i>F. camptoneura</i>	Mildbread	Arbuste ou épiphyte	Ebolowa, Buéa, Ambam, Kumba
11	<i>F. capreaefolia</i>	Delile	Arbuste	Logone, Chari, Bénoué, Djerem, Sanaga
12	<i>F. chlamydocarpa</i>	Mildbread & burret	Arbuste ou épiphyte	Dschang, Mont Bamboutos, Bafang
13	<i>F. conraui</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Fontem, Yaoundé, Bertoua, Bengbis
14	<i>F. cordata</i>	Thunberg	Arbre	Mokolo, Garoua
15	<i>F. craterostoma</i>	Mildbread & burret	Arbre ou épiphyte	Ambam, Bertoua, Yaoundé
16	<i>F. cyathistipula</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Bertoua, Limbé, Yaoundé, Lomié
17	<i>F. dicranostyla</i>	Mildbread	Arbre ou arbuste	Mokolo, Maroua, Mora
18	<i>F. drypondtiana</i>	Gentil	Arbuste ou épiphyte	Yaoundé, Yokadouma, Limbé
19	<i>F. densestipulata</i>	De wildeman	Arbre ou épiphyte	Ebolowa
20	<i>F. elasticoides</i>	De wildeman	Arbuste ou épiphyte	Yokadouma
21	<i>F. exasperata</i>	Vahl	Arbre ou arbuste	Bertoua, Batouri, Yaoundé, Douala, Doumé
22	<i>F. glumosa</i>	Delile	Arbre ou arbuste	Mokolo, Doumé, Bankim



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

23	<i>F. gnaphalocarpa</i>	Miquel	Arbre	Ngaoundéré, Meiganga, Banyo, Foumbot, Maroua, Garoua
24	<i>F. ingens</i>	Miquel	Arbre	Ngaoundéré, Meiganga, Garoua, Mokolo
25	<i>F. jansii</i>	Boutique	Arbre	Bangwa, Bayangam
26	<i>F. kamerounensis</i>	Mildbread & burret	Arbuste ou arbre épiphyte	Yaoundé, Kumba, Bipindi
27	<i>F. kimuenzensis</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Kribi, Bipindi
28	<i>F. leonensis</i>	hutchinson	Arbuste ou épiphyte	Kribi
29	<i>F. linga</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Bertoua, Makak, Yokadouma
30	<i>F. louisii</i>	Lebrun	Arbuste ou épiphyte	Ebolowa, Kribi
31	<i>F. lutea</i>	Vahl	Arbuste ou épiphyte	Kribi, Ngaoundéré, Bangwa, Limbé, Buea, Douala, Tibati, Bayangam
32	<i>F. lyrata</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Kumba, Limbé
33	<i>F. macrosperma</i>	Mildbread & Burret	Arbuste ou épiphyte	Dschang, Mont Bamboutos, Bafang
34	<i>F. mallotoides</i>	Mildbread & Hutchinson	Arbuste ou épiphyte	Yaoundé, Nanga-Eboko, Yokadouma
35	<i>F. mucoso</i>	Ficalho	Arbre	Bamenda, Limbé, Yaoundé, Mélong



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

36	<i>F. natalensis</i>	Hochstetter	Arbre	Ngaoundéré, Mbalmayo, Yaoundé, Sangmelima
37	<i>F. oreodryadum</i>	Mildbread	Arbuste ou épiphyte	Mont Cameroun, Foumban
38	<i>F. oresbia</i>	Linn	Arbres	Yaoundé, Bertoua
39	<i>F. ottoniifolia</i>	Miquel	Arbuste ou épiphyte	Bamenda, Bafang, Foumban, Yokadouma
40	<i>F. ovata</i>	Vahl	Arbuste ou épiphyte	Mont Cameroun, Bayangam, Dschang, Melong, Meiganga, Bafoussam
41	<i>F. platyphylla</i>	Delile	Arbre	Kousseri, Garoua, Mokolo
42	<i>F. polita</i>	Vahl	Arbuste ou épiphyte	Mokolo, Garoua, Kumba, Maroua
43	<i>F. populifolia</i>	Vahl	Arbre	Mokolo, Maroua
44	<i>F. preussii</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Melong, Kumba, Abong Mbang
45	<i>F. pringsheimiana</i>	Braun & K Schumann	Arbuste ou épiphyte	Kribi, Limbé, Foumban
46	<i>F. pseudomargifera</i>	Hutchinson	Arbre ou épiphytes	Sangmélina, Batouri, Ayos
47	<i>F. recurvata</i>	De Wildeman	Arbre	Limbé, Yokadouma
48	<i>F. sagittifolia</i>	Mildbread & Burret	Arbre ou épiphytes	Nkomo
49	<i>F. saussureana*</i>	A.P.de Candolle	Arbuste ou épiphyte	Yokadouma, Ebolowa, Foumban, Banyo
50	<i>F. subcostata</i>	De Wildeman	Arbuste ou épiphytes	Mindourou, Batouri



Tableau I: Répartition de quelques espèces du genre *Ficus* au Cameroun. (Suite et fin)

51	<i>F. subsagittifolia</i>	Mildbread	Arbustes ou épiphytes	Kribi, Yaoundé
52	<i>F. sur</i>	Forsskal	Arbre	Éséka, Edéa, Yaoundé, Dschang, Yoko
53	<i>F. thonningii</i> *	Blume	Arbustes ou arbres ou épiphytes	Buéa, Bangangté, Bayangam, Maroua
54	<i>F. trichopoda</i>	Baker	Arbre	Garoua, Banyo, Bamenda
55	<i>F. umbullata</i>	Vahl	Arbuste ou épiphyte	Yokadouma, Maroua
56	<i>F. vallis-choudae</i>	Delile	Arbre	Lac Baleng, Bangangté, Batouri, Mokolo
57	<i>F. variifolia</i>	Warburg	Arbre	Yakadouma, Bipindi
58	<i>F. verruculosa</i>	Warburg	Arbuste	Bamenda, Bangangté, Loum, Babadjo, Foumban
59	<i>F. vogeliana</i>	Miquel	Arbre	Kribi, Bafoussam, Limbé, Kumba
60	<i>F. wildemaniana</i>	Warburg	Arbuste ou épiphyte	Yaoundé, Djoum

I.1.4- L'espèce *Ficus platyphylla*

Ficus platyphylla Delile est soit un arbre (**Figure 1**) soit un épiphyte de 10 à 20 m de haut à tronc droit atteignant 2 m de diamètre, trapu à la base, à cime étalées et assez dense. C'est un arbre facilement reconnaissable par ses grandes feuilles vertes plus ou moins brillantes aux nervures plus ou moins rose jaunâtre.

Les écorces sont lisses ou écailleuses, gris jaunâtre ou rouille, à tranche rose ou rouge, exsudant abondamment du latex blanc.



Les rameaux sont très épais (1-2 cm de diamètre), pubérulents, marron ou rouille, pubescents sur les cicatrices stipulaires devenant glabre.

Les feuilles (**Figures 2 et 3**) sont alternées, disposées en spirale, elliptiques largement ovale ou obovales, à sommet arrondi ou en coin arrondi, à base arrondie ou cordée. Les nervations des feuilles de *Ficus platyphylla* sont pennées, saillantes, palmées à la base. Elles sont de 3-5 nervures basales et à 8-15 paires de nervures secondaires, alternées ou subopposées se raccordant.

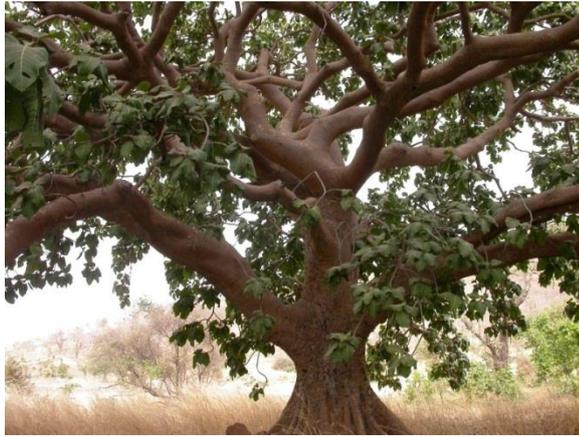


Figure 1: Photo *Ficus platyphylla* (arbre)
(Birnbaum 2005)

Les figes solitaires ou par 2-5 à l'aisselle ou sous les nouvelles feuilles au bout des branches, globuleuses ou ovoïdes, pédonculées plus ou moins pubérulentes, souvent verruqueuses, rougeâtres à maturité (Birnbaum 2005).



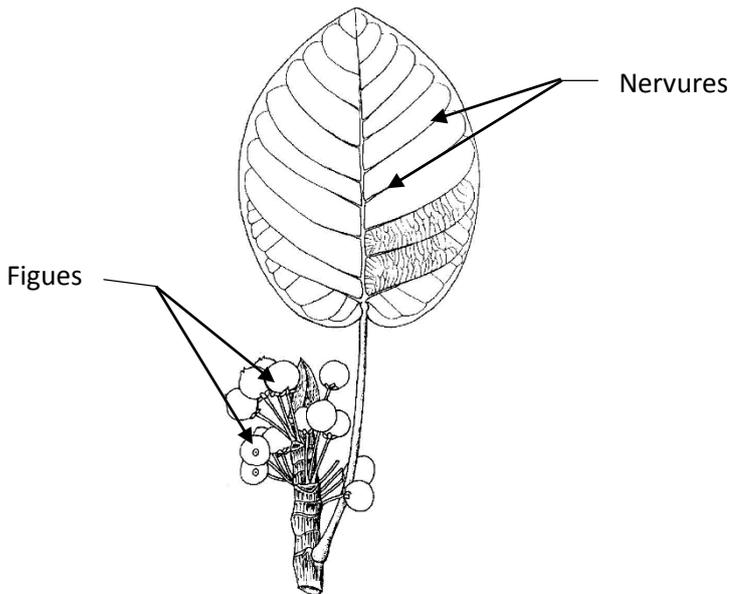


Figure 2: Feuille de *Ficus platyphylla*



**Figure 3: Photo *Ficus platyphylla*
(Feuilles) (Birnbaum 2005)**



**Figure 4: Photo *Ficus platyphylla*
(Figes non mûres) (Birnbaum 2005)**



**Figure 5: Photo *Ficus platyphylla*
(Figes mûres) (Birnbaum 2005)**

I.2-QUELQUES USAGES ET ACTIVITÉS BIOLOGIQUES DES ESPÈCES DU GENRE *FICUS*

Les espèces du genre *Ficus* présentent des usages multiples aussi bien en pharmacopée traditionnelle que dans l'alimentation et l'artisanat.

Dans la pharmacopée traditionnelle sénégalaise, le macérât des écorces de *Ficus exasperata* est administrée en boisson contre la blennorrhagie et le décocté est bu contre les hémorroïdes (Berhaut 1979). Pour soigner la toux et les angines, on emploie le jus obtenu des feuilles de *Ficus exasperata* écrasées avec un demi-citron.



Le décocté des fruits de *Ficus capensis* est donné en boisson aux femmes stériles, et celle des racines favorise l'accouchement. Le macérât des écorces de cette plante est administré en bain aux nouveau-nés et aux enfants rachitiques ou fiévreux tandis que le décocté des tiges feuillées est utilisé en boisson comme anti dysentérique (Berhaut 1979).

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

Les écorces de *Ficus thonigii* pilées et réduites en poudre sont employées pour traiter les blessures et un décocté des écorces est utilisé contre les rhumes et les affections de la gorge (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 de serpents. Le décocté des écorces de son tronc est utilisé 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).

Les extraits aqueux de *Ficus dicranostyla* et *Ficus gnaphalocarpa* présentent des activités antalgiques et anti-inflammatoires et sont utilisés pour le traitement des dysménorrhées (Badiallo 2010).

Le décocté des feuilles de *Ficus platyphylla* avec les coques d'arachide macérées dans l'eau, est utilisé contre l'épilepsie et l'aménorrhée au Sénégal (Kerhara 1974).

Ficus racemosa est comestible, l'intérieur des écorces est gratté puis utilisé pour soigner la diarrhée. La sève lutte contre les oreillons, la gonococcie et la 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 1. Le latex de cette plante a une activité protectrice contre les blessures du foie et une activité inflammatoire (Kerhara 1974).

Ficus benjamina présente lui aussi des usages particuliers. Il est utilisé comme plante d'intérieur dans bon nombre de maisons européennes. Des études de la N.A.S.A (National Aeronautic and Space Administration) dès 1980 ont montré que *Ficus benjamina* possède des propriétés absorbantes, dépolluantes, neutralisantes des divers produits se trouvant dans les matériaux de revêtement du sol, mur, tissu et ainsi que dans les peintures, les parfums. (Seraia et al. 1993). *Ficus benjamina* est aussi malheureusement responsable des intoxications. D'après une étude du centre anti poison de Lille, elle serait la plante d'intérieur à grand risque



d'intoxication car la quantité de sève sujette à une intoxication après ingestion chez l'enfant est sensiblement égale à celle contenue dans une feuille (Bessot et al. 1993).

L'extrait au méthanol des écorces des racines de *Ficus chlamydocarpa* est utilisé au Cameroun pour le traitement des filaires et de la tuberculose (Kueete et al. 2008). L'extrait au méthanol des écorces de son tronc présente une activité hépatoprotectrice (Donfack et al. 2010).

Certains composés isolés de *Ficus retusa* présentent des propriétés antifongiques et antimicrobiennes sur des cellules de *Candida Albicans* et *Salmonella Typhi* (Taha et al. 2011).

L'extrait aqueux des feuilles de *Ficus polita* présente des activités anti HIV (Ayisi et Nyadedzo 2003).

Ficus exasperata pris en décoction possède des propriétés hypotensives (Buniyamin et al. 2007). Des études menées sur cette espèce montrent que l'extrait au méthanol des écorces du tronc de cette espèce présente à une concentration de 250 mg/ml une zone d'inhibition de $18 \pm 2,7$ mm sur *Salmonella Typhi* (Adebayo et al. 2009).

Ficus platyphylla a démontré une activité antifongique notamment sur les dermatophytes, *Cryptococcus neoformans* et les levures du genre *Candida* sauf *Candida krusei*. C'est une plante utilisée en médecine traditionnelle au Togo dans le traitement des maladies opportunistes du SIDA (Gbogbo et al. 2013).

Au vu de la très grande utilisation des plantes du genre *Ficus*, plusieurs chercheurs s'y sont intéressés ces dernières années pour la recherche de leurs principes actifs.

I.3- TRAVAUX CHIMIQUES ANTÉRIEURS

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

- Les alcaloïdes
- Les flavonoïdes
- Les stéroïdes
- Les terpénoïdes
- Les coumarines



I.3.1- LES ALCALOÏDES

I.3.1.1- Description

À l'origine, le terme a été employé pour décrire n'importe quelle base de Lewis contenant un hétérocycle azoté (ou improprement une amine). À cause du doublet électronique non liant de l'azote, les alcaloïdes sont considérés comme des bases de Lewis (Bruneton 1993). On peut définir les alcaloïdes comme des molécules organiques hétérocycliques azotées basiques pouvant avoir une activité pharmacologique. Les alcaloïdes peuvent être classés en fonction de leur précurseur avant leur synthèse dans une voie biologique. On distingue alors trois grandes classes (Bruneton 1993) selon qu'ils possèdent ou non un acide aminé comme précurseur direct, et qu'ils comportent ou non un atome d'azote dans un hétérocycle:

- Les alcaloïdes vrais, dérivent d'acides aminés et comportent un atome d'azote dans un système hétérocyclique.
- Les proto-alcaloïdes, sont des amines simples, dont l'azote n'est pas inclus dans un hétérocycle. Ils dérivent aussi d'acides aminés.
- Les pseudo-alcaloïdes, ne sont pas dérivés d'acides aminés. Ils peuvent cependant être indirectement liés à la voie des acides aminés par l'intermédiaire d'un de leurs précurseurs, ou d'un de leurs postcurseurs (dérivés). Ils peuvent aussi résulter d'amination, ou de réaction de transamination dans une voie connectée avec les précurseurs ou les postcurseurs d'acides aminés.

Le tableau II nous présente quelques alcaloïdes isolés du genre *Ficus*.

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

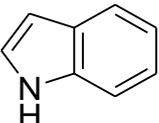
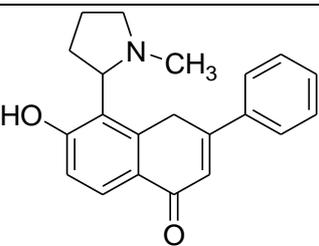
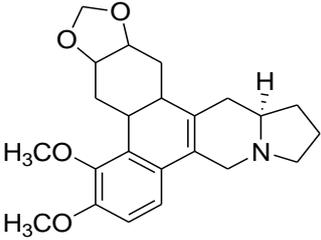
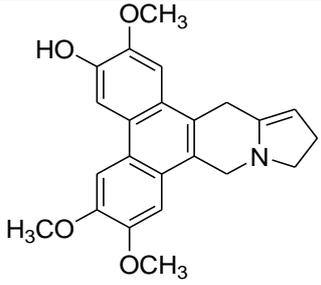
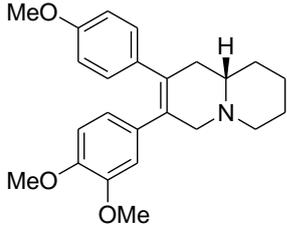
Structures	Noms	Sources	Références
 <p style="text-align: center;">1</p>	Indole	<i>F. carica</i>	Johns et Russel 1965
 <p style="text-align: center;">2</p>	Ficine	<i>F. petoniana</i>	Johns et Russel 1965



Tableau II: Quelques alcaloïdes isolés du genre *Ficus*. (Suite et fin)

 <p style="text-align: center;"><u>3</u></p>	<p>Ficuseptine A</p>	<p><i>F. septica</i></p>	<p>Amoora et al. 2005</p>
 <p style="text-align: center;"><u>4</u></p>	<p>Ficuseptine I</p>	<p><i>F. septica</i></p>	
 <p style="text-align: center;"><u>5</u></p>	<p>Hispidine</p>	<p><i>F. hispida</i></p>	<p>Chemical Abstract 1982.</p>

I.3.1.2-Importance pharmacologique de quelques alcaloïdes

Les alcaloïdes présentent d'importantes activités biologiques parmi lesquelles on peut citer:

- Les propriétés analgésiques ou antalgiques à l'instar de la morphine et de la codéine
- Les propriétés antipaludéennes à l'instar de la quinine et de la chloroquine
- Les propriétés anticancéreuses à l'instar de la vincristine.
- Les propriétés antibactériennes et antifongiques notamment contre certaines mycoses et maladies liées au VIH SIDA (Bruneton 2009).

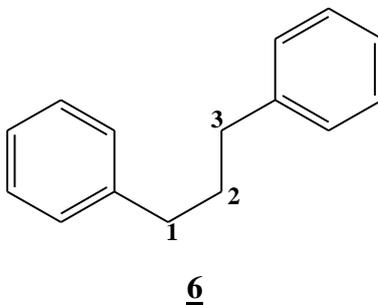
I.3.2- LES FLAVONOÏDES

I.3.2.1- Description

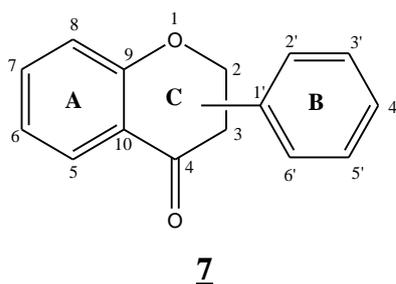
Les flavonoïdes du latin *flavus* qui signifie jaune sont des substances généralement colorées répandues chez les végétaux. Ils sont responsables de la coloration des fruits, des fleurs



et parfois des feuilles. Ils constituent une vaste classe de substances naturelles très répandue dans le règne végétal. Du point de vue structural, les flavonoïdes sont des composés aromatiques dont le squelette carboné en C₁₅ est caractérisé par un enchaînement C₆-C₃-C₆ où (6) correspond à un diphenylpropane soit au phénylchromane (Bruneton 1993, Paris et Moyes, 1965).



De ce fait, ils présentent le même enchaînement structural de base (sauf exception faite des chalcones, aurones, isoflavones), à savoir quinze atomes de carbones constitués de deux cycles en C₆ (A et B) reliés par une chaîne en C₃ (noyau 2-phényl-1-benzopyrane) (7) (Cook et al. 1996).



Structuralement, les flavonoïdes peuvent être classés en deux grands groupes selon la position des groupements phényles sur la chaîne propanique. Ainsi, on distingue:

- les flavonoïdes proprement dit dont le squelette de base est celui du 1,3-diphénylpropane.
- les isoflavonoïdes dont le squelette de base est celui du 1,2-diphénylpropane (Bruneton 1993, Paris et Moyes 1965).

Le tableau III présente quelques flavonoïdes et isoflavonoïdes isolés des *Ficus*



Tableau III: Quelques flavonoïdes et isoflavonoïdes isolés des *Ficus*.

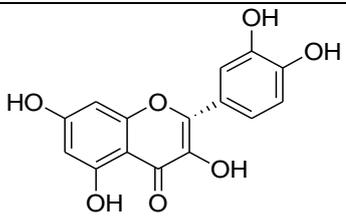
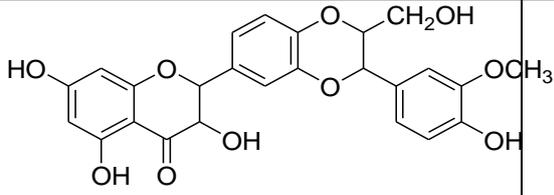
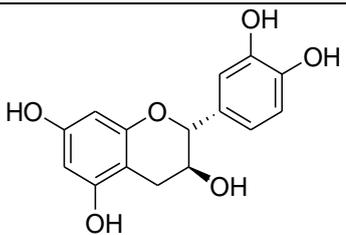
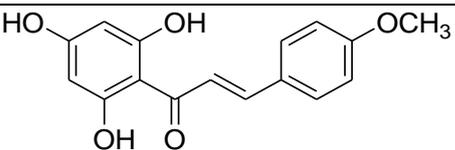
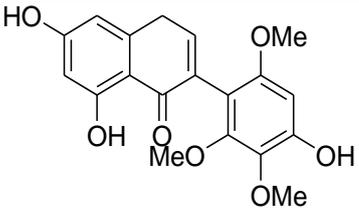
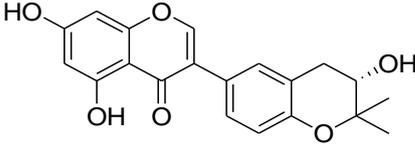
Structures		Noms	Sources	Références
 <p style="text-align: center;"><u>8</u></p>		Quercetine		
 <p style="text-align: center;"><u>9</u></p>		Silybine	<i>F. gnaphalocarpa</i>	Donfack et al. 2011
 <p style="text-align: center;"><u>10</u></p>		Catéchine		
 <p style="text-align: center;"><u>11</u></p>		3,5,7-trihydroxy-4-méthoxychalcone	<i>F. lyrata</i>	Basudan et al. 2005



Tableau III: Quelques flavonoïdes et isoflavonoïdes isolés des *Ficus*. (Suite et fin)

 <p style="text-align: center;">12</p>		<p>5,7,4'- trihydroxy- 2',3',6'- triméthoxyi so-flavone</p>		
 <p style="text-align: center;">13</p>		<p>Ficuisofla- vone</p>	<p><i>F.</i> <i>microcarpa</i></p>	<p>Li et Kuo 1997</p>

I.3.2.2- Importances pharmacologiques de quelques flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés doués de propriétés anti-allergiques, hépatoprotectrices, diurétiques, certains flavonoïdes ont présenté des activités antivirales contre certaines souches de VIH (Gbogbo et *al.* 2013), d'autres flavonoïdes sont capables d'inhiber la production d'histamine, hormone responsable d'allergie. Des études montrent que les flavonoïdes telles que la lutéoline, la quercétine, l'apigénine, agissent comme antioxydants en inhibant les cellules cancéreuses, ce qui permet de prévenir le vieillissement cellulaire. Certains flavanols (épigallocatechine-3-gallate) présentent des effets cytotoxiques sur les cellules cancéreuses de prostate. Ces effets sont corrélés avec leur capacité à inhiber les enzymes clés lipogéniques (Ghedira 2005).

Cadwell et al. furent les premiers à montrer que les flavonoïdes avec leur pouvoir d'absorption de la lumière UV (300-400 nm), sont considérés comme un filtre interne dans les organismes vivants car ils protègent l'usure des chloroplastes et autres organes contre cette lumière (Harbone et Williams 2000).

Cependant, les flavonoïdes peuvent affecter biologiquement une large variété d'enzymes, chélater certains cations métalliques, avoir des propriétés anti oxydantes et spécialement affecter des protéines cellulaires phosphorylées.

Ficus platyphylla a fait l'objet de très peu d'étude chimique, raison pour laquelle il nous a paru opportun de faire une étude approfondie sur l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de cette plante; notre but étant l'extraction, l'isolement et la caractérisation de certains métabolites secondaires.



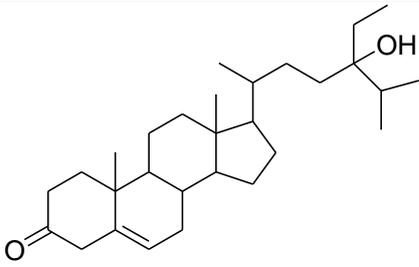
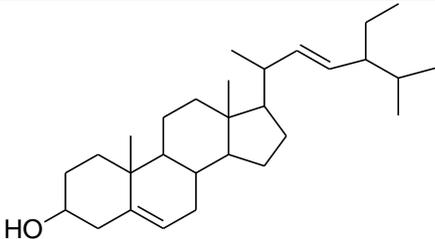
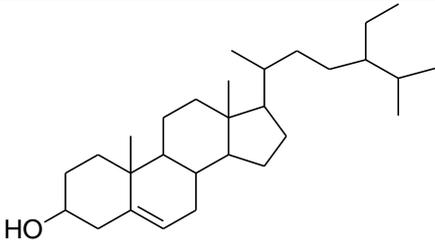
I.3.3- LES STÉROÏDES

I.3.3.1- Description

Les stéroïdes forment le groupe de métabolites secondaires le plus répandu chez les végétaux comme chez les animaux. Parmi eux, on retrouve les composés importants tels que les hormones de reproduction, les corticoïdes, les glucosides cardioniques, les amines stéroïdiennes et les acides biliaires. Les stéroïdes sont biosynthétisés par voie mévalonique. La synthèse débute avec l'acétyl CoA et aboutit au squalène, lequel est par la suite cyclisé (Bruneton 1993).

Le tableau IV présente quelques stéroïdes du genre *Ficus*.

Tableau IV: Quelques stéroïdes du genre *Ficus*.

Structures	Noms	Sources	Références
 <p style="text-align: center;">14</p>	24-hydroxystigmast-5-èn-3-one	<i>F. pumila</i>	Mbosso 2008
 <p style="text-align: center;">15</p>	Stigmastérol		
 <p style="text-align: center;">16</p>	Sitostérol		



I.3.3.2- Importances pharmacologiques des stéroïdes

Les stéroïdes présentent plusieurs propriétés pharmacologiques (Bruneton 1993). C'est ainsi que le β -sitostérol et le stigmastérol sont des matières premières dans la production des médicaments stéroïdiens (contraceptifs, anti-inflammatoire, anabolisant, etc.). Le β -sitostérol joue un rôle essentiel dans la régulation du taux de cholestérol sanguin, il atténue l'hypertrophie bénigne de la prostate et est très réactif contre le venin du serpent (Welter et al. 2000).

I.3.4- LES TRITERPÈNOÏDES

I.3.4.1- Description

Les triterpénoïdes sont subdivisés en 6 classes: les triperpènes acycliques, monocycliques, bicycliques, tricycliques, tétracycliques et pentacycliques qui constituent la classe la plus répandue (Bass 1985). Ce sont des composés en C_{30} issus de la cyclisation du 3(*S*)-2,3-époxy-squalène. Ils sont presque toujours hydroxylés en C_3 du fait de l'ouverture de l'époxyde et présentent une forte unité structurale. Les différences majeures sont d'ordre configurationnel et dépendent de la conformation adoptée par le squalène (**17**) ou l'époxy-squalène (**18**) avant la cyclisation. Les différents squelettes tétra et pentacyclique qui caractérisent ce groupe s'expliquent par une série de migrations 1,2 de protons et de méthyle du cation dammarane (**19**) issu de la cyclisation (**schéma 1**) (Bruneton 1993).

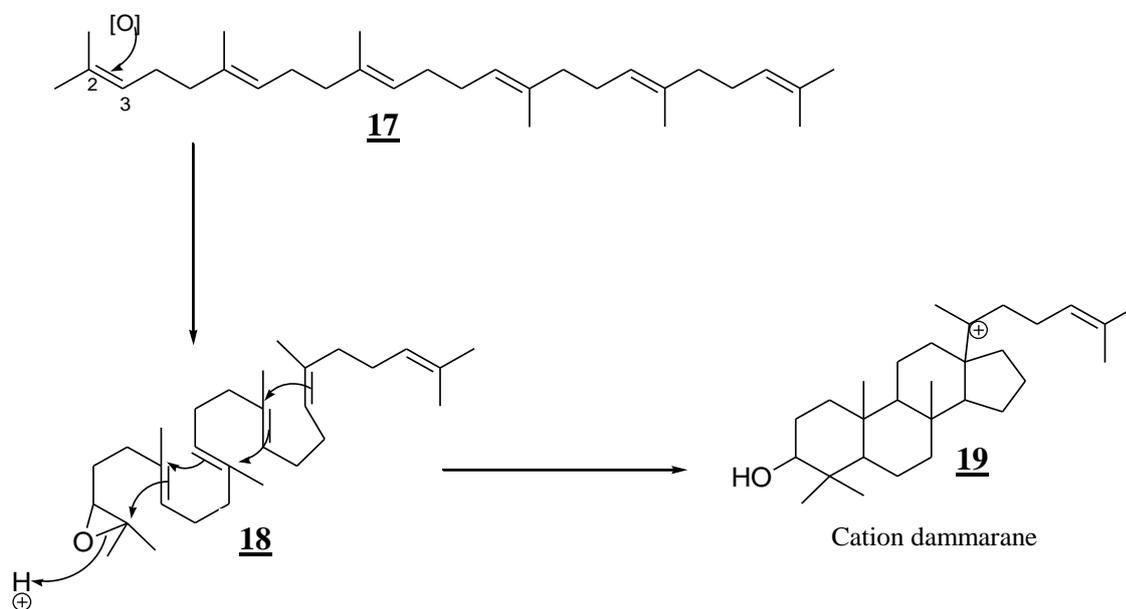


Schéma 1: Formation du cation dammarane



La plupart des triterpènes jusqu'à lors isolés sont des triterpènes pentacycliques.

Quelques-uns sont présentés dans le tableau V.

Tableau V: Quelques triterpénoïdes pentacycliques isolés du genre *Ficus*.

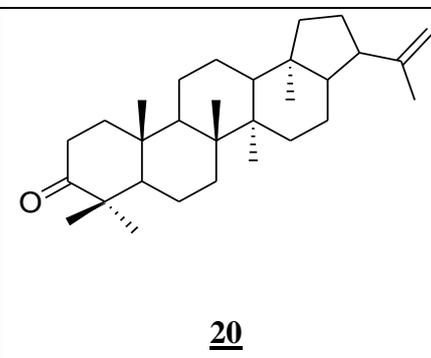
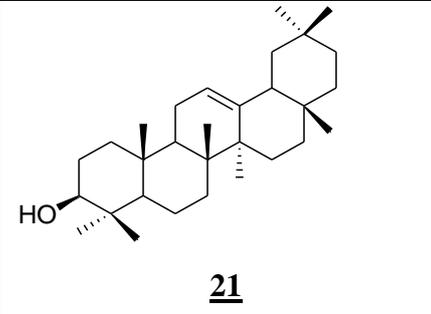
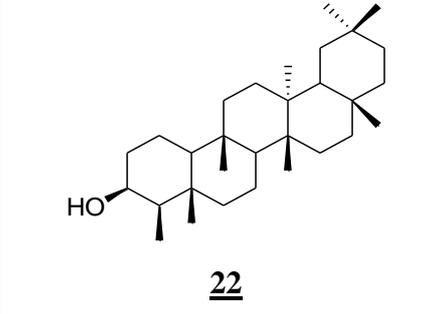
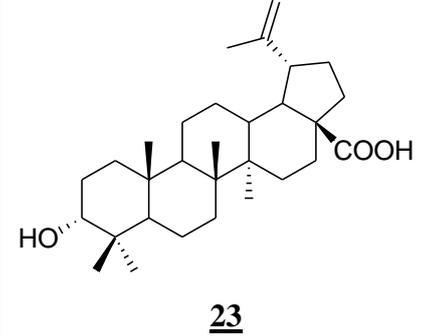
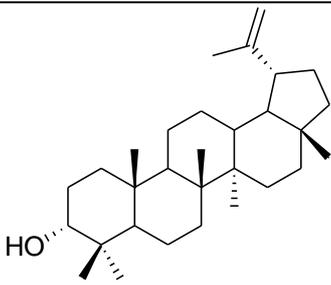
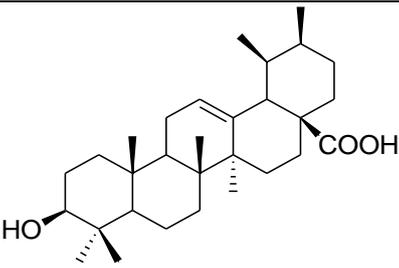
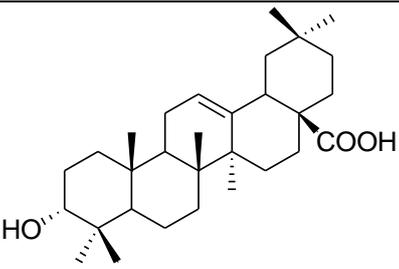
Structures	Noms	Source	Références
 <p style="text-align: center;">20</p>	Moretenone		
 <p style="text-align: center;">21</p>	β -amyrin	<i>F. retusa</i>	Taha et al. 2011
 <p style="text-align: center;">22</p>	Friedelinol		
 <p style="text-align: center;">23</p>	Acide bétulinique	<i>F. gnaphalocarpa</i>	Donfack et al. 2011



Tableau V: Quelques triterpénoïdes pentacycliques isolés du genre *Ficus*. (Suite et fin)

 <p style="text-align: center;"><u>24</u></p>	Lupéol	<i>F. auriculata</i>	Rawia 2011
 <p style="text-align: center;"><u>25</u></p>	Acide ursolique	<i>F. microcarpa</i>	Chiang et <i>al.</i> 2005
 <p style="text-align: center;"><u>26</u></p>	Acide oléanolique		

I.3.4.2- Importances pharmacologiques des triterpènes

Les triterpènes jouent un rôle important dans la physiologie des plantes. Ils présentent des activités antibactériennes, anti-inflammatoires, anti-ulcéreuses, antivirales, antifongiques et cytotoxiques (Bass 1985, Cardose et *al.* 2002). Il a été prouvé que les glucosides de l'acide oléanolique sont de puissants fongicides. Ils ont en outre une activité anti-inflammatoire et anti-ulcéreuse. L'acide ursolique est connu comme un agent anti-inflammatoire, anti-arthritique, anti-ulcéreux et hypolipidémiques (Bass 1985). Par ailleurs, Chiang et *al.* en 2005 ont montré que les acides bétulinique, oléanolique et leurs formes acétates isolés des racines de *F. microcarpa* présentent des activités cytotoxiques sur des cellules cancéreuses HONE-1, KB (oral épidermoïde carcinoma) et HT29 (colorectal carcinoma).



I.3.5- LES COUMARINES

I.3.5.1- Description

La coumarine tire son nom de «*kumarú*», nom dans une langue amérindienne (tupi de Guyane) de l'arbre poussant en Amérique du Sud, le gaiac de Cayenne (*Dipteryx odorata*) encore appelé la *fève tonka*, plante de la famille des *Fabaceae* d'où cette molécule fut isolée pour la première fois en 1820 par Vogel. La coumarine est une substance naturelle organique aromatique connue dans la nomenclature internationale comme 2*H*-1-benzopyrane-2-one dont l'odeur de foin fraîchement coupé a attiré l'attention des parfumeurs sur elle dès le XIX^e siècle (Wikipédia 2016). Il existe 4 grandes classes de coumarines:

- Les coumarines simples 27
- Les dimères de coumarines 28
- Les furanocoumarines 29
- Les pyranocoumarines 30

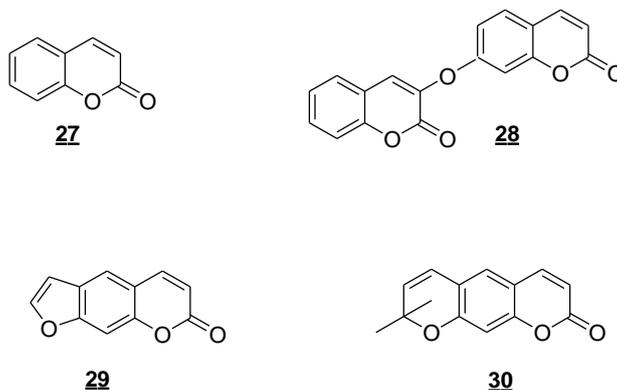


Figure 6: Les grandes classes des coumarines.

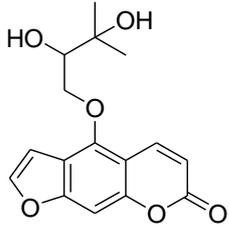
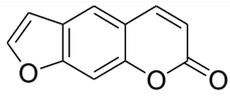
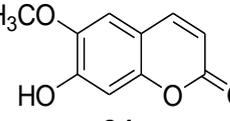
La plupart des coumarines déjà isolées appartiennent à la famille des furanocoumarines dont quelques-unes sont représentées dans le tableau VI suivant.

Tableau VI: Quelques furanocoumarines isolées du genre *Ficus*.

Structures	Noms	Sources	Références
<p style="text-align: center;"><u>31</u></p>	Bergaptène	<i>F. benjamina</i>	Simo et al. 2008



Tableau VI: Quelques furanocoumarines isolées du genre *Ficus*. (Suite et fin)

 <p style="text-align: center;">32</p>	Oxypeucedanine hydrate	<i>F. pumila</i>	Pistelli et al. 2000
 <p style="text-align: center;">33</p>	Psoralène	<i>F. benjamina</i>	Simo et al. 2008
 <p style="text-align: center;">34</p>	Scopolétine	<i>F. auriculata</i>	Rawia 2011

I.3.5.2- Importances pharmacologiques des coumarines

Les coumarines et les furanocoumarines sont des sédatifs. Elles produisent des effets spasmodiques, bactériostatiques et anticoagulants. Elles sont hyperthermisantes et hypotensives. Elles élargissent les vaisseaux, calment la douleur, ce sont des adjuvants utilisés comme additifs dans l'alimentation et les produits cosmétiques (O'Kennedy et Thornes 1997).

La toxicité des coumarines et furanocoumarines s'exprime par voie transcutanée. En effet, les furanocoumarines telles que le psoralène et le bergaptène sont des composés photosensibles utilisés couramment dans le traitement du psoriasis, du vitiligo et d'autres maladies de la peau (Shai et al. 2001).

Certains de ces composés peuvent agir avec l'ADN de l'épiderme absorbant l'énergie. Cependant l'injection ou l'application de ces composés sur la peau peut provoquer des enflures, des rougeurs, des lésions de l'épiderme et dans certains cas le cancer de la peau. Bass et al. en 1985 ont démontré que les dérivés du psoralène ont des propriétés antibactériennes et antifongiques.

Vu que les composés obtenus lors de nos travaux appartiennent à la classe des flavonoïdes, il nous a paru judicieux de faire une revue de la littérature sur les méthodes d'élucidation de leur structure.



I.4-MÉTHODES DE DÉTERMINATION DES STRUCTURES DES FLAVONOÏDES

L'élucidation des structures des flavonoïdes se fait généralement grâce aux méthodes spectroscopiques telles que: l'ultraviolet, l'infrarouge, la résonance magnétique nucléaire à une dimension (RMN du ^1H , RMN du ^{13}C) et à deux dimensions (COSY, HMBC, HMQC, etc.).

I.4.1- Spectroscopie UV

La spectroscopie UV est une méthode couramment utilisée dans l'élucidation des structures des flavonoïdes. La plupart des flavonoïdes présentent sur leur spectre UV deux bandes d'absorption maximales, l'une entre 240-295 nm (bande II), caractérisant le système benzoyle du cycle A et l'autre bande entre 300-400 nm (bande I) caractérisant le système cinnamoyle du cycle B (Harbone et Williams 2000). Les intensités de ces bandes dépendent du degré de conjugaison de la structure. En dehors des bandes d'absorption des différents chromophores présents dans les flavonoïdes, ce spectre nous renseigne aussi sur le type de squelette des flavonoïdes et sur la position des groupements hydroxyles. Le tableau VII donne les différentes bandes d'absorption de quelques classes de flavonoïdes (Bruneton 1999).

Tableau VII: Différentes bandes d'absorption de quelques classes de flavonoïdes

Bande 1 (λ_{max} en nm)	Bande 2 (λ_{max} en nm)	Classe de flavonoïdes
310-330	250-280	Flavones
330-360	250-280	Flavonol
310-330	245-295	Isoflavones
300-330	275-295	Flavones et Isoflavones
340-390	230-270	Chalcones
380-430	230-270	Aurones

I.4.2- Spectroscopie IR

Les spectres IR fournissent des informations sur les groupements fonctionnels présents dans la molécule lorsqu'on examine leurs fréquences de vibration caractéristiques. L'information capitale qui ressort de cette technique pour l'étude des flavonoïdes est la détection des groupements hydroxyles de carbonyles. En effet, la plupart des flavones et isoflavones hydroxylées, des chalcones et dihydrochalcones présentent une large bande d'absorption entre $3300-3600\text{ cm}^{-1}$ due à la présence d'un groupement hydroxyle. De plus une bande intense d'absorption caractéristiques des groupements carbonyles chez les flavonoïdes est observée autour de 1680 cm^{-1} et diminue jusqu'à 1620 cm^{-1} , lorsque le groupement



hydroxyle est chélaté avec le groupement carbonyle. A partir du spectre IR des flavonoïdes, une bande d'absorption est observée autour de 1600 cm^{-1} caractéristique des doubles liaisons aromatiques (Harbone et Williams 2000).

I.4.3- Spectroscopie de Résonance Magnétique Nucléaire à une dimension (RMN 1D)

I.4.3.1- Résonance Magnétique Nucléaire du proton (RMN ^1H) (Kapche 2002)

La RMN à une 1D est l'une des méthodes spectroscopiques très utile dans la détermination des structures des flavonoïdes. Elle permet grâce aux déplacements chimiques des protons et des carbones de savoir le type de squelette des flavonoïdes par identification grâce à leur constante de couplage des protons des cycles A, B et C, d'identifier ceux des groupes hydroxyles et les méthoxyles. Les déplacements chimiques des carbones centraux permettent de déterminer à quelle classe de flavonoïdes on a à faire. Certaines valeurs des déplacements chimiques (δ en ppm) de ces carbones sont consignées dans le tableau VIII.

Tableau VIII: Déplacements chimiques des carbones centraux de quelques classes de flavonoïdes (Grayer 2009).

Classes	C-2	C-3	C-4
Flavones	160,5-165,5 (s)	103,9-112,5 (d)	176,3-183,5 (s)
Flavonol:	145,4-147,1 (s)	133,5-141,4 (s)	171,4-176,7 (s)
3-OH libre	151,4-156,4 (s)	136,0-138,1 (s)	173,6-180 (s)
3-OH chélaté ou glycosylé			
Isoflavones	149,8-155,4 (d)	119,3-125,9 (s)	174,5-180,6 (s)
Dihydroflavonols	78,3-83,6 (d)	70,9-72,5 (d)	189,7-198,4 (s)
Catechines	78,1-81,2 (d)	65,1-66,6 (d)	28,0-28,1 (t)
Isoflavanes	69,6-70,3 (t)	31,4-32,5 (d)	30,1-31,5 (t)
Chalcones	136,5-145,8 (d)	116,6-128,1 (d)	88,6-195,0 (s) C=O
	Carbone β	Carbone α	
Aurones	146,1-147 (s)	111,6-111,9 (d)	182,5-182,7 (s)
		=CH-	C=O
Flavanones	75,0-80,3 (d)	42,0-44,8 (t)	189,5-196,7 (s)
Isoflavanones	71,5-71,7 (t)	50-51,5 (d)	190,4-190,6 (s)



I.4.3.2- Spectroscopie de Résonance Magnétique Nucléaire à deux dimensions (RMN 2D) (Bria et Watkin 1997)

La RMN à deux dimensions permet de mettre en évidence les corrélations entre les différents atomes dans la molécule. Grâce à elle, deux types de corrélations peuvent être observées:

- Les corrélations homonucléaires qui s'établissent entre les noyaux de même nature proton-proton (^1H - ^1H) ou carbone-carbone (^{13}C - ^{13}C). Les principales corrélations homonucléaires utilisées sont NOESY qui donne des corrélations entre les protons proches dans l'espace et COSY ^1H - ^1H qui donne des corrélations entre les protons qui couplent entre eux.
- Les corrélations hétéronucléaires qui s'établissent entre les noyaux de nature différentes ou de spins différents. Les corrélations hétéronucléaires les plus utilisés sont HMBC qui donne les corrélations entre les protons et les carbones séparés par deux ou trois liaisons et HMQC qui donne des corrélations entre les protons et les carbones directement liés.

En somme, les spectres IR, UV, RMN et SM sont très importants et peuvent à eux seuls fournir assez d'information pour la détermination complète des structures des composés organiques. Mais dans certains cas on peut se trouver confronté à un problème, celui de trancher entre deux structures possibles pour un même composé. On est dans ce cas obligé de faire appel aux spectres RMN 2D qui par rapport aux spectres RMN 1D présentent deux avantages principaux:

- Le gain de sensibilité qui permet de travailler avec de petites quantités de produits.
- Le nombre d'informations qui rend encore plus aisée la détermination des structures.

Au vu de la grande variété de composés déjà isolés du genre *Ficus*, de leurs activités biologiques intéressantes et dans la continuité des travaux de notre équipe sur la famille des *Moraceae*, nous nous sommes intéressés à *Ficus platyphylla* qui à notre connaissance n'a pas encore fait l'objet d'étude chimique. Nous nous sommes focalisés sur l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de cette plante dans le but d'extraire, d'isoler et de caractériser quelques-uns de ses métabolites secondaires.





CHAPITRE II: RÉSULTATS ET DISCUSSION

II.1-INTRODUCTION

Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* ont été récoltées en février 2015 dans la région de l'Extrême Nord, plus précisément à Yagoua. Après découpage, séchage et broyage, la poudre obtenue d'une masse de 5,267 kg a été extraite au méthanol par macération à une température ambiante pendant 72 h.

Après filtration, la solution résultante a été concentrée sous pression réduite dans un évaporateur rotatif pour obtenir un extrait au méthanol de masse 520 g. Par la suite, cet extrait brut méthanolique a subi une solubilisation différentielle au chlorure de méthylène pour donner après concentration dans un évaporateur rotatif une masse de 25,4 g d'extrait au chlorure de méthylène.

Une partie de l'extrait au chlorure de méthylène (20 g) a été fixée sur 28,7 g de gel de silice (0,063-0,2 mm) puis séparée par chromatographie sur colonne. L'élution s'est faite successivement à l'hexane pur, puis au mélange hexane-acétone de polarité croissante et enfin à l'acétone pure. Les fractions de 200 mL ont été recueillies concentrées et regroupées sur la base de la chromatographie sur couche mince analytique. À l'issue de toutes ces opérations, trois produits indexés de FPECET 1 à FPECET 3 ont été isolés et deux pour le moment ont été entièrement analysés et caractérisés.

La figure 7 présente le protocole d'extraction et d'isolement des composés.



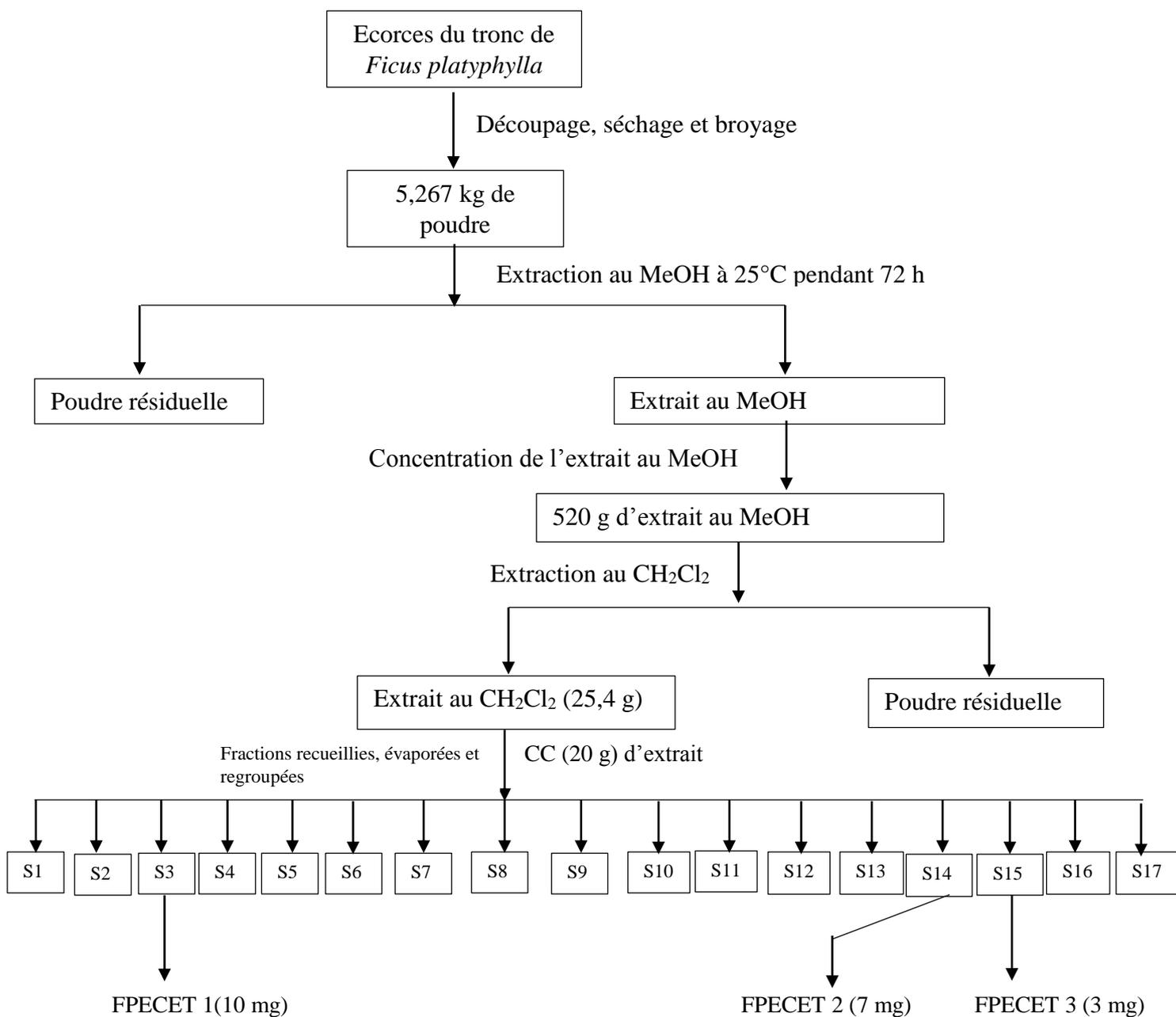


Schéma 2: Protocole d'extraction et d'isolement des composés des écorces du tronc de *F. platyphylla*



II.2-IDENTIFICATION DES STRUCTURES DES COMPOSÉS ISOLÉS

II.2.1-Identification de FPECET 1

FPECET 1 isolé des écorces du tronc de *F. platyphylla*, se présente sous forme de cristaux jaunes dans le mélange hexane-acétone (9:1) et est soluble dans l'acétone. Il a un point de fusion compris entre 239-240°C et répond positivement aux tests au chlorure ferrique et de Shinoda caractéristiques des phénols et des flavonoïdes respectivement. Son spectre de masse ESI à haute résolution présente le pic de l'ion pseudo moléculaire $[M+H]^+$ à m/z 339,1220 compatible avec la formule brute $C_{20}H_{18}O_5$ renfermant 12 insaturations.

L'analyse de son spectre de RMN ^{13}C (Acétone- d_6 , **Figure 7**) fait ressortir les pics caractéristiques des carbones centraux des flavones à δ_C 182,5 (C-4); 103,0 (C-3) et 161,2 (C-2) (Markham 1982).

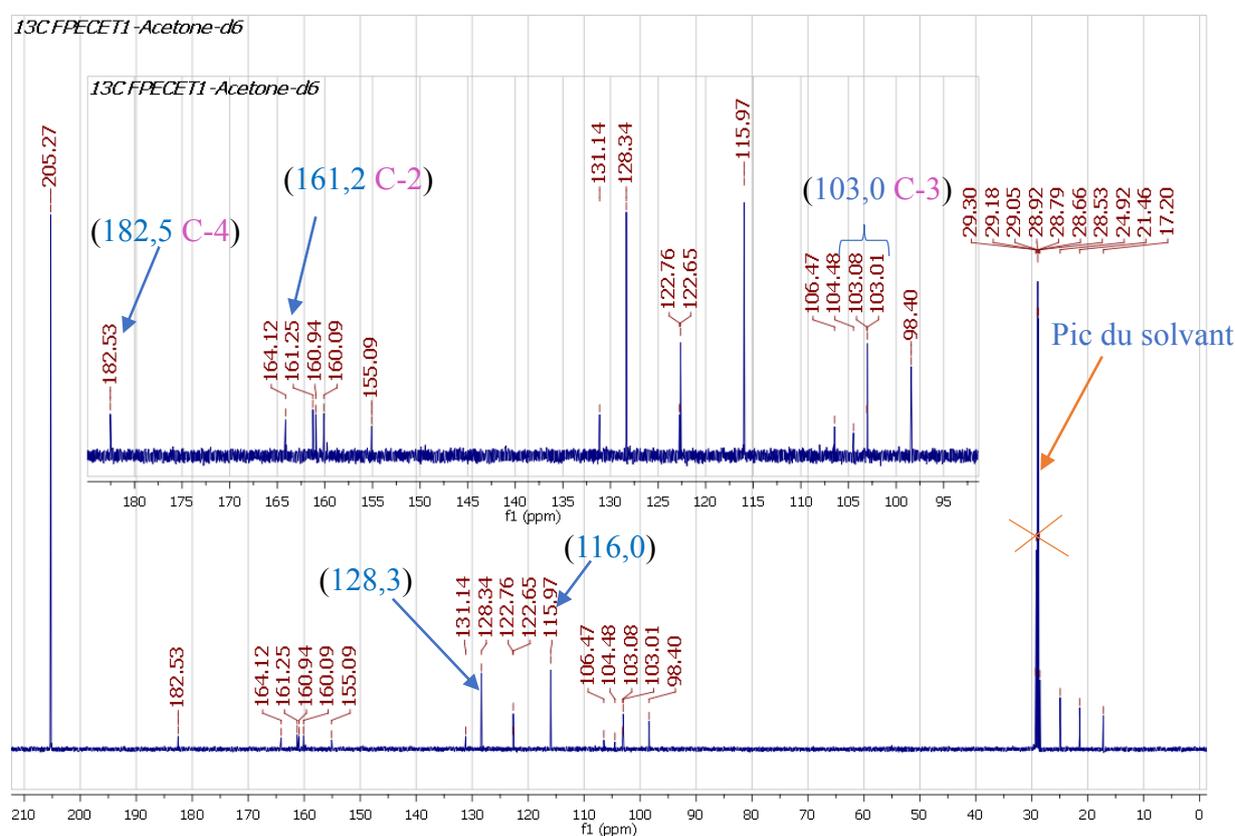
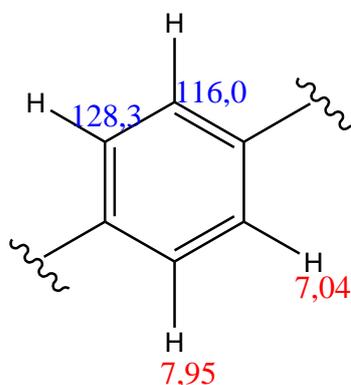


Figure 7: Spectre de RMN ^{13}C (acétone- d_6 , 150 MHz) de FPECET 1

Son spectre de RMN 1H (acétone- d_6 , 600 MHz, **Figures 8a et 8b**) couplé au spectre COSY (acétone- d_6 , **Figures 9a et 9b**) et HMQC (acétone- d_6 , **Figure 10**) met en évidence:



- un système AA'BB' à δ_H 7,04 (2H; d; $J = 8,8$ Hz)/ δ_C 116,0 et 7,95 (2H; d; $J = 8,8$ Hz)/ δ_C 128,3 signaux caractéristiques d'un noyau aromatique para di substitué (Marbry et al. 1970). La présence de ce système AA'BB' est confirmée par l'existence sur le spectre COSY (Acétone- d_6 , **Figures 9a et 9b**) des tâches de corrélations entre les protons à δ_H 7,95 et 7,04 d'où la sous structure **35**.



Par ailleurs, ce spectre de RMN proton montre:

- un singulet d'un proton à δ_H 12,95 indiquant la présence d'un hydroxyle chelaté dans la molécule (Darbour et al. 2007) ;
- un singulet à δ_H 6,62 signal attribuable au proton H-3 du cycle C des flavones. Le spectre HMQC (acétone- d_6 , **Figure 10**) montre que ce proton est lié au carbone à δ_C 103,0.



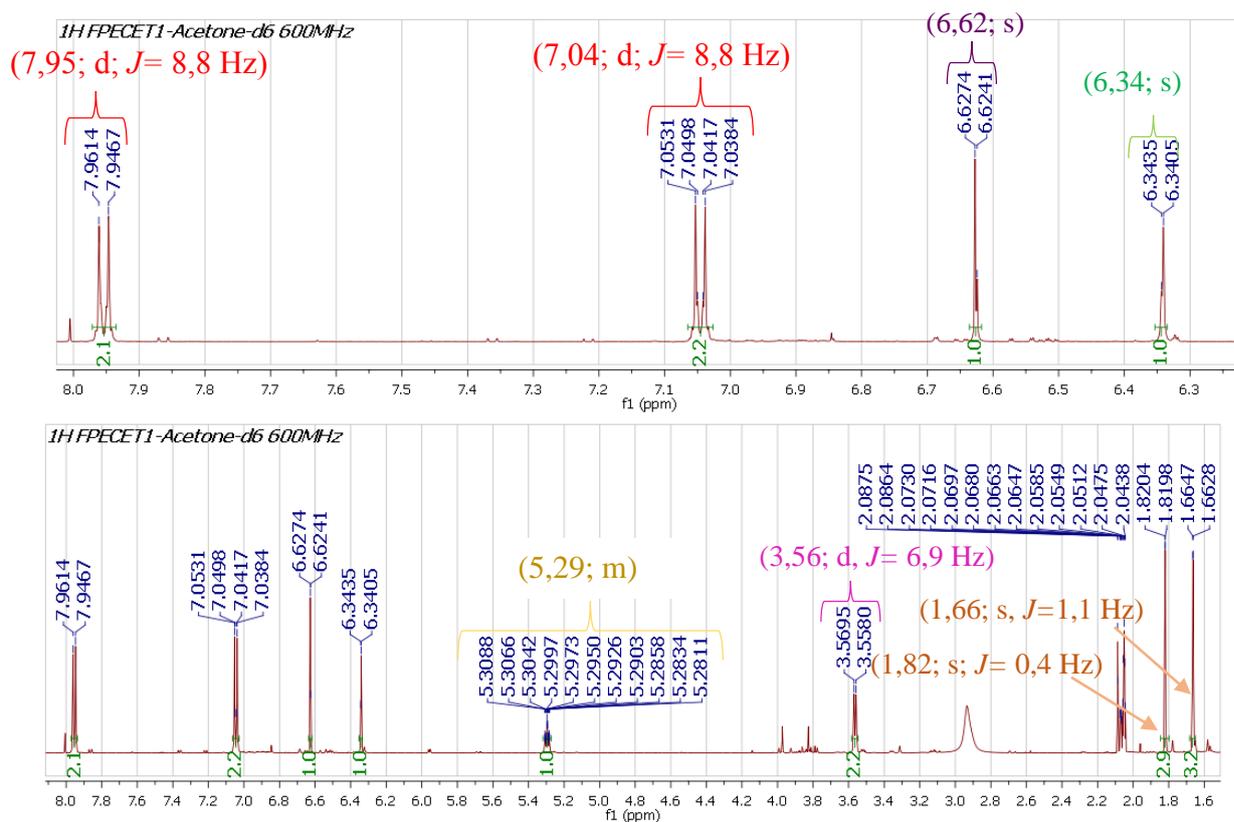


Figure 8a: Spectre de RMN ^1H (acétone- d_6 , 600 MHz) de FPECET 1

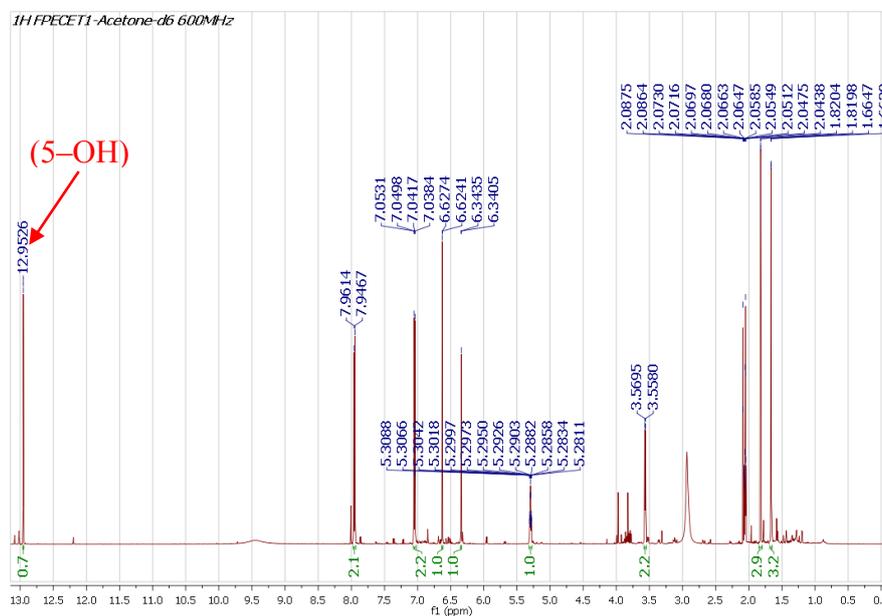


Figure 8b: Spectre de RMN ^1H (acétone- d_6 , 600 MHz) de FPECET 1



1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100

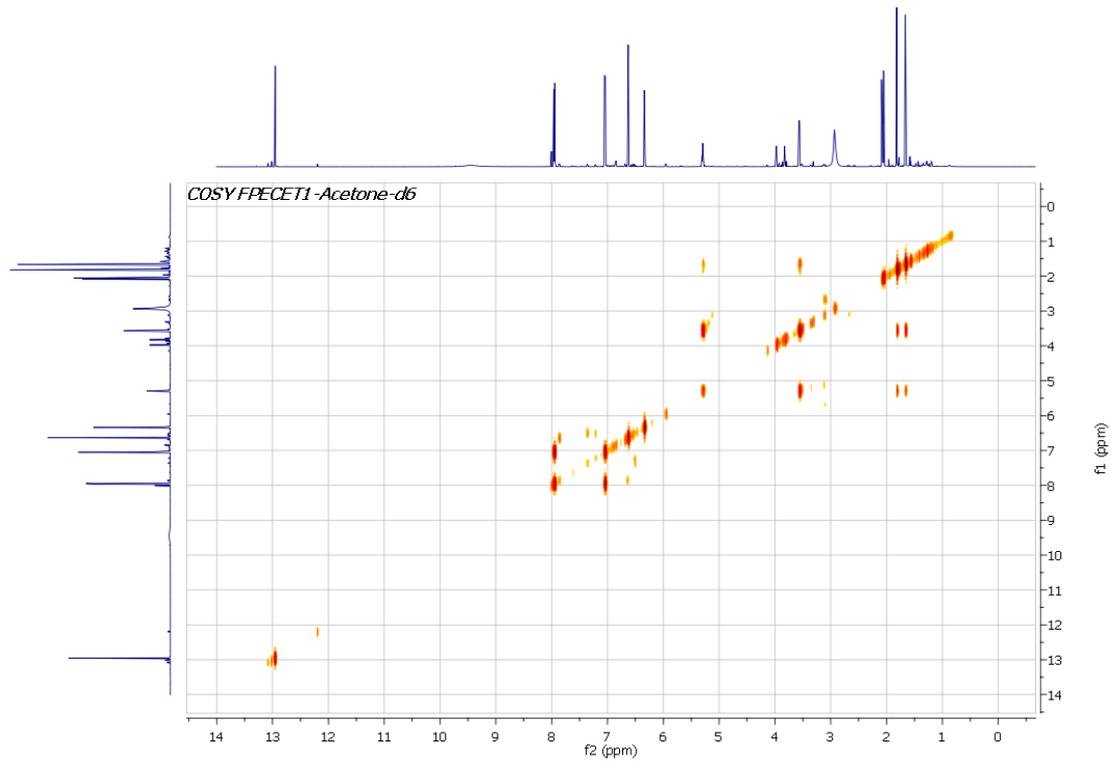


Figure 9a: Spectre COSY ^1H - ^1H (acétone- d_6) de FPECET 1.

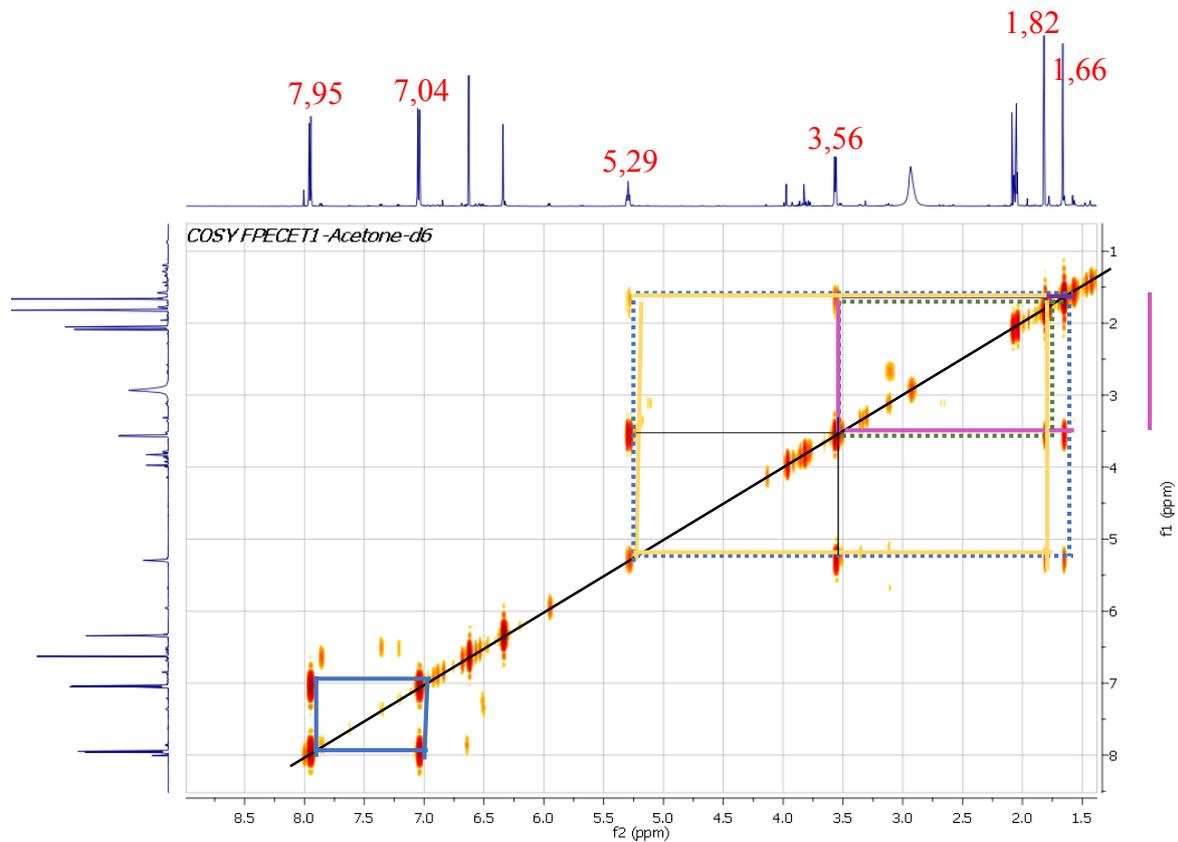
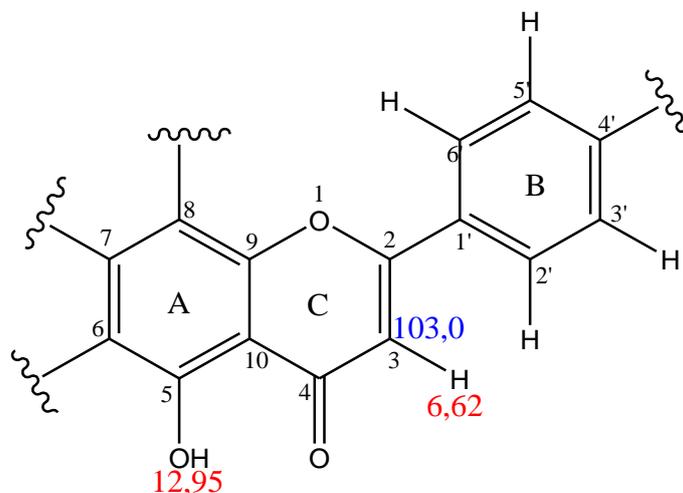


Figure 9b: Spectre COSY ^1H - ^1H (acétone- d_6) de FPECET 1



Sur la base de ce qui précède, nous pouvons attribuer à FPECET 1 la sous structure **36**

suivante:



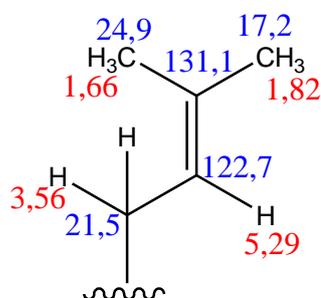
36

On note par ailleurs sur ce même spectre de RMN ^1H un singulet à δ_{H} 6,34 attribuable au proton H-6 ou H-8 du cycle A et un ensemble de signaux caractéristiques des 3,3-diméthylallyle illustrés par un multiplet d'un proton à δ_{H} 5,29 attribuable au proton vinylique couplant avec deux protons benzyliques à δ_{H} 3,56 ($J = 6,9$ Hz) et deux singulets intégrant chacun pour 3 protons à δ_{H} 1,82 et 1,66, signaux attribuables aux protons des méthyles du 3,3-diméthylallyle.

La présence de ce groupement est confirmé par l'existence sur le spectre de RMN ^{13}C (acétone- d_6 , **Figure 7**) des signaux de:

- Deux méthyles à δ_{C} 17,2 et 24,9;
- Un méthylène à δ_{C} 21,5;
- Deux carbones oléfiniques à δ_{C} 122,7 et 131,1

D'où la sous structure **37**

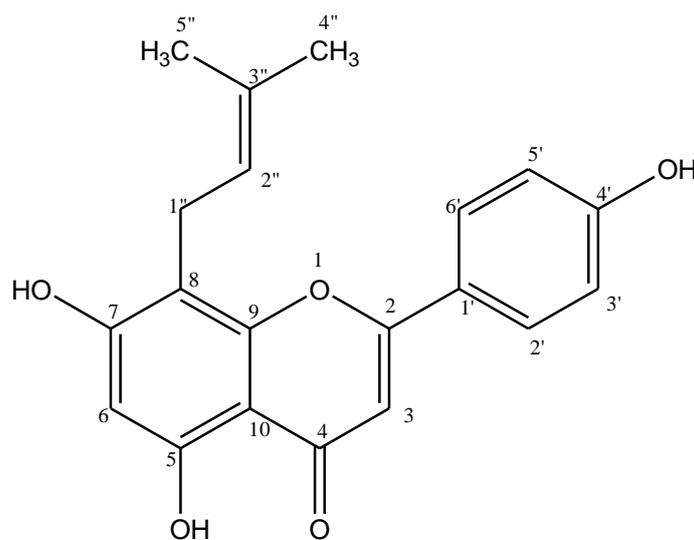


37



Les valeurs des déplacements chimiques d'un méthine et d'un carbone quaternaire observées respectivement à δ_C 98,4 (C-6) et δ_C 104,5 (C-8) nous permettent de suggérer que le groupement 3,3-diméthylallyle est fixé sur le carbone C-8 (Agrawal 1989).

L'ensemble de toutes ces données spectrales en comparaison avec celles publiées dans littérature, permet d'attribuer à FPECET 1 la structure **38** qui est celle de la 8-prénylapigénine ou la 5,7,4'-trihydroxy-6-(3-méthylbut-2-ényl)flavone déjà isolée de *Dorstenia ciliata* (Tableau IX, Ngameni 2003).



38

Les spectres COSY (acétone- d_6 , Figures 9a et 9b), HMQC (acétone- d_6 , Figure 10) et HMBC (acétone- d_6 , Figures 11a, 11b et 11c, Tableau IX) nous ont permis d'attribuer les déplacements chimiques de tous les protons et carbones de la molécule.



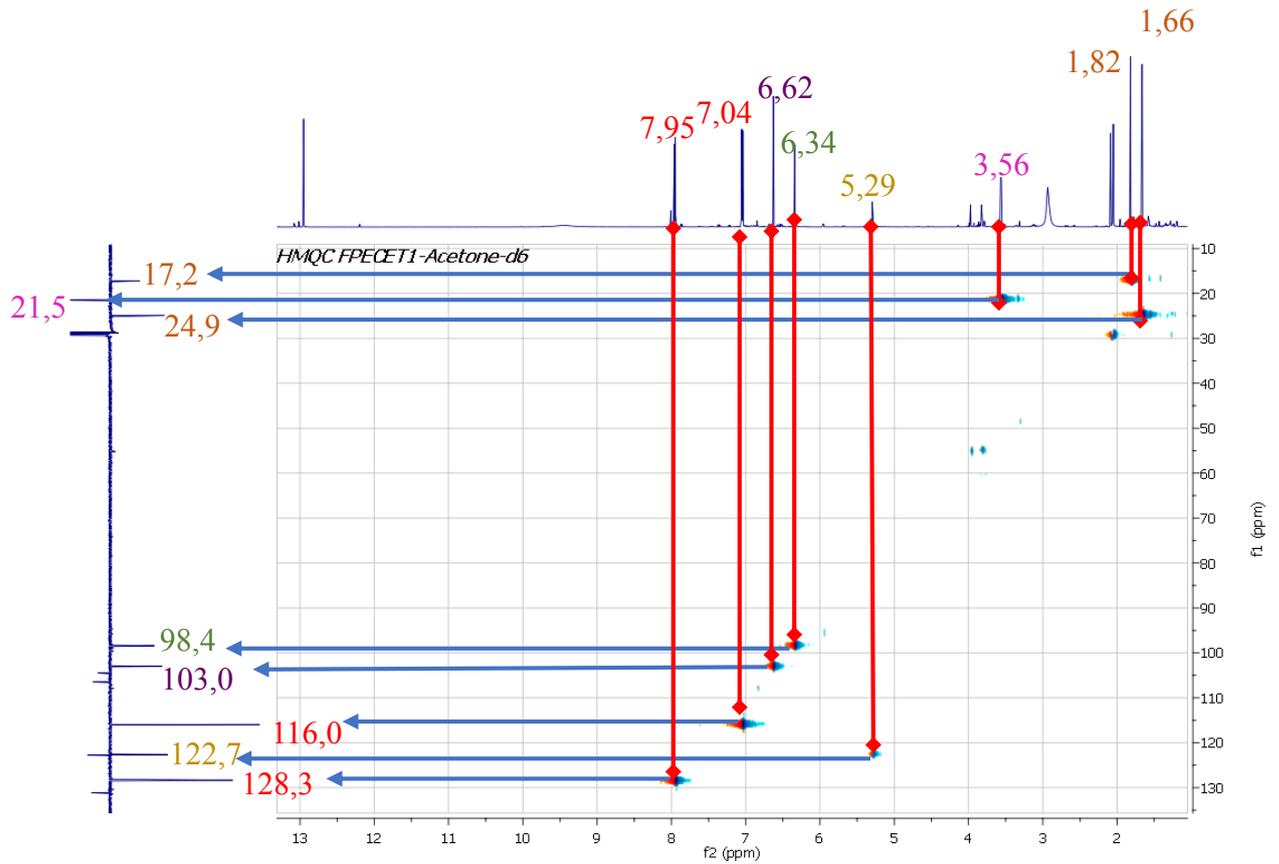


Figure 10: Spectre HMQC (acétone-d₆) de FPECET 1



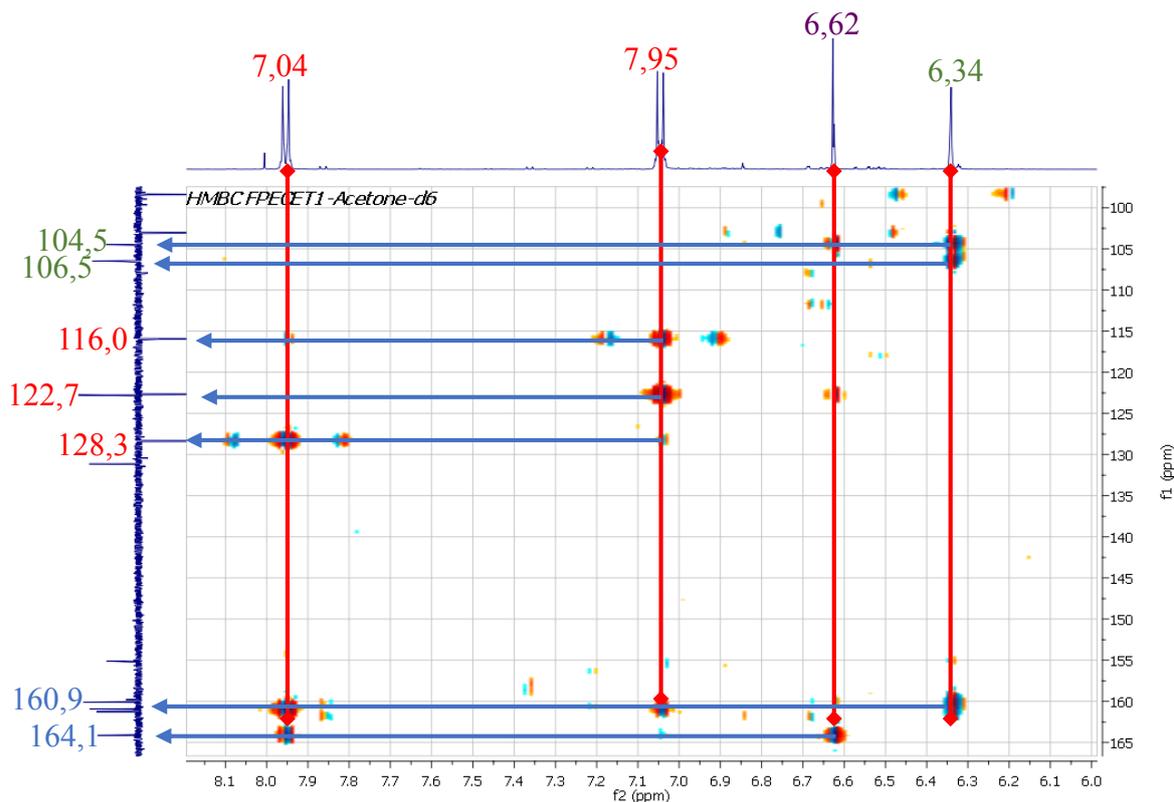


Figure 11c: Spectre HMBC (acétone-d₆) de FPECET 1.

Tableau IX: Comparaison des données spectrales de RMN ¹³C (acétone-d₆, 150 MHz) de FPECET 1 et de la 8-prénylapigénine (Ngameni 2003) et données de RMN ¹H (acétone-d₆, 600 MHz) et de HMBC (acétone-d₆) de FPECET 1

Numéros	δ_C (ppm)	δ_C (m) 8-prénylapigénine (Ngameni 2003)	δ_H (m; J en Hz)	HMBC
2	161,2 (s)	163,8 (s)	-	-
3	103,0 (d)	103,8 (d)	6,62 (d; 2,0)	104,5; 182,5; 164,1; 160,9
4	182,5 (s)	183,9 (s)	-	-
5-OH	160,9 (s)	162,7 (s)	12,95	182,5
6	98,4 (d)	98,3 (d)	6,34 (d; 2,0)	104,5; 160,9; 106,5
7	164,1 (s)	165,8 (s)	-	-
8	104,5 (s)	104,5 (s)	-	-
9	155,1 (s)	152,7 (s)	-	-
10	106,5 (s)	105,2 (s)	-	-
1'	122,7 (s)	123,4 (s)	-	-
2'	128,3 (d)	129,4 (d)	7,95 (d; 8,8)	116,0; 122,7; 160,9; 128,3
3'	116,0 (d)	117,1 (d)	7,04 (d; 8,8)	128,3; 116,0; 160,9
4'	160,1 (s)	160,0 (s)	-	-



Tableau IX: Comparaison des données spectrales de RMN ¹³C (acétone-d₆, 150 MHz) de FPECET 1 et de la 8-prénylapigénine (Ngameni 2003) et données de RMN ¹H (acétone-d₆, 600 MHz) et de HMBC (acétone-d₆) de FPECET 1. (Suite et fin)

5'	116,0 (d)	117,1 (d)	7,04 (d; 8,8)	128,3; 116,0; 160,9
6'	128,3 (d)	129,4 (d)	7,95 (d; 8,8)	116,0; 122,7; 160,9; 128,3
1''	21,5 (t)	22,4 (t)	3,56 (d; 6,9)	106,5; 122,7; 131,1; 155,1; 161,2
2''	122,7 (d)	123,6 (d)	5,29 (m)	17,2; 21,5; 24,9
3''	131,1 (s)	132,1 (s)	-	-
4''	17,2 (q)	15,1 (q)	1,82 (d; 0,4)	24,9; 122,7; 131,1
5''	24,9 (q)	26,1 (q)	1,66(d; 1,1)	17,2; 122,7; 131,1

II.2.2- Identification de FPECET 2

FPECET 2 isolé des écorces du tronc de *F. platyphylla*, se présente sous forme de cristaux jaunes foncés tendant au marron dans le mélange hexane-acétone (3:7) et est soluble dans l'acétone. Il répond positivement aux tests au chlorure ferrique et de Shinoda caractéristique des phénols et des flavonoïdes, respectivement. Son spectre de masse ESI à haute résolution présente le pic de l'ion pseudo moléculaire $[M+H]^+$ à m/z 337,1024 compatible avec la formule brute C₂₀H₁₆O₅ renfermant 13 insaturations.

Les spectres de RMN ¹H (DMSO-d₆, 600 MHz, **Figure 12, Tableau X**) et de RMN ¹³C (DMSO-d₆, 150 MHz, **Figure 13, Tableau X**) de FPECET 1 et FPECET 2 sont presque superposables. Les seules différences majeures révélées sont:

- sur le spectre de RMN ¹H de FPECET 2, on note la présence du signal d'un singulet de six protons à δ_H 1,42 au lieu de deux singulets de trois protons chacun à δ_H 1,66 et 1,82 sur celui de FPECET 1.
- la disparition du signal du multiplet d'un proton à δ_H 5,29 et du doublet de deux protons à δ_H 3,56 et l'apparition de deux doublets à δ_H 6,85 et 5,77 de constante de couplage ($J=9,9$ Hz).

Ces informations nous permettent de dire que le groupement diméthylallyle qui était en position 8 s'est transformé en diméthylpyrano par cyclisation avec le groupement hydroxyle en position 7.



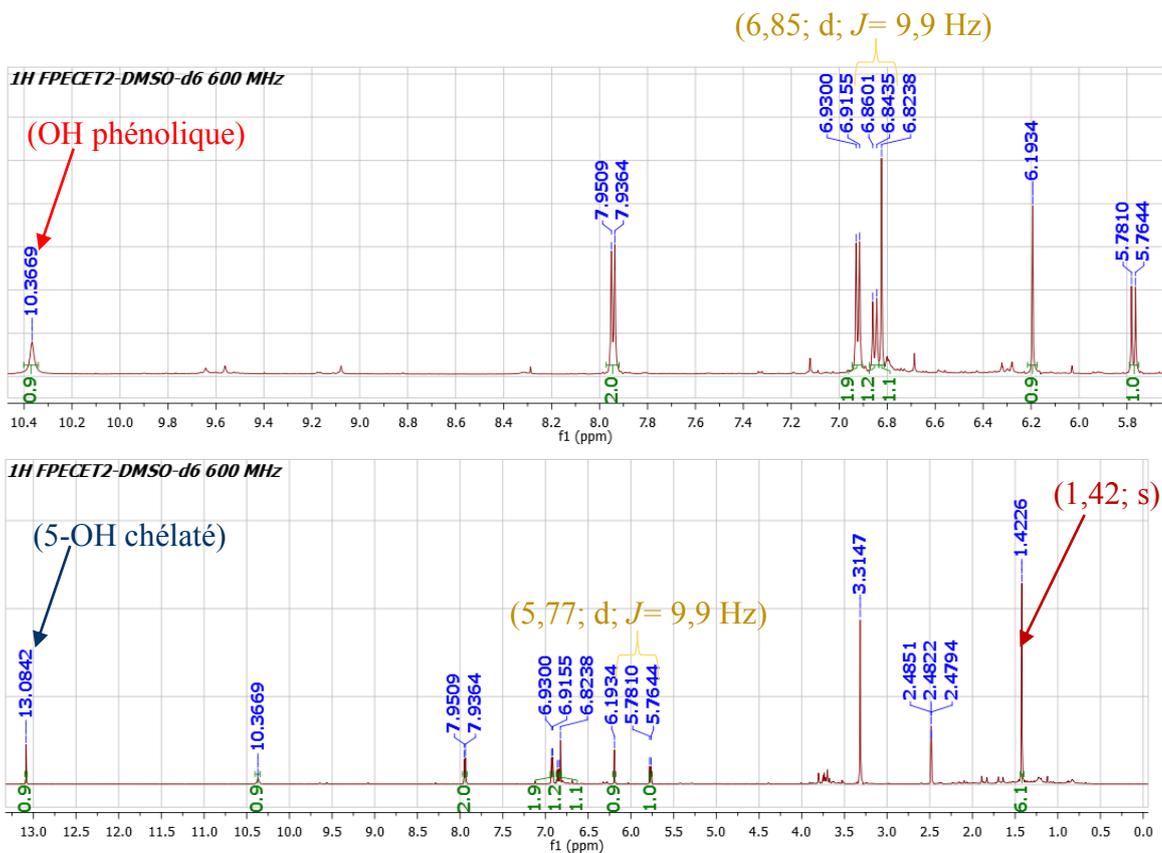


Figure 12: Spectre de RMN ^1H (600 MHz, DMSO- d_6) de FPECET 2



Les autres spectres COSY (DMSO-d₆, **Figure 15**), HMQC (DMSO-d₆, **Figures 16a et 16b**), HMBC (DMSO-d₆, **Figures 17a, 17b et 17c, Tableau X**) nous ont permis d'attribuer tous les déplacements des protons et des carbones jusque-là inconnus.

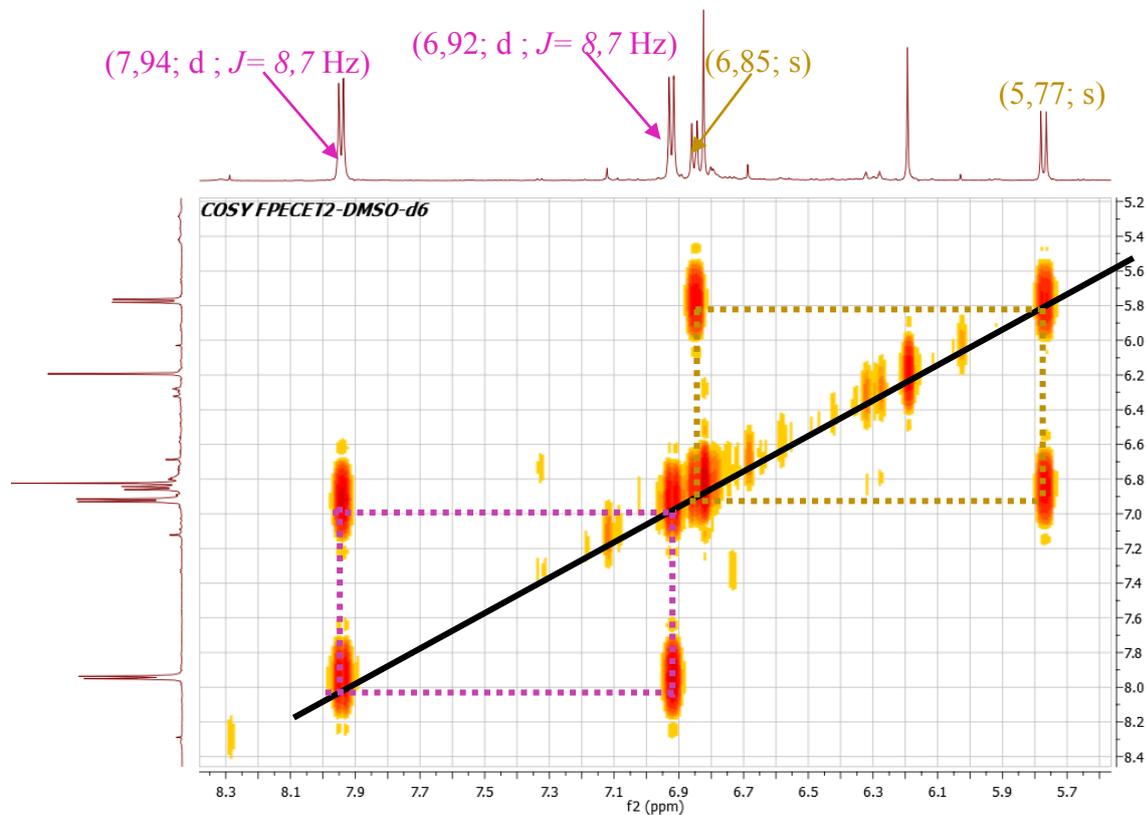


Figure 15: Spectre COSY ¹H-¹H (DMSO-d₆) de FPECET 2.



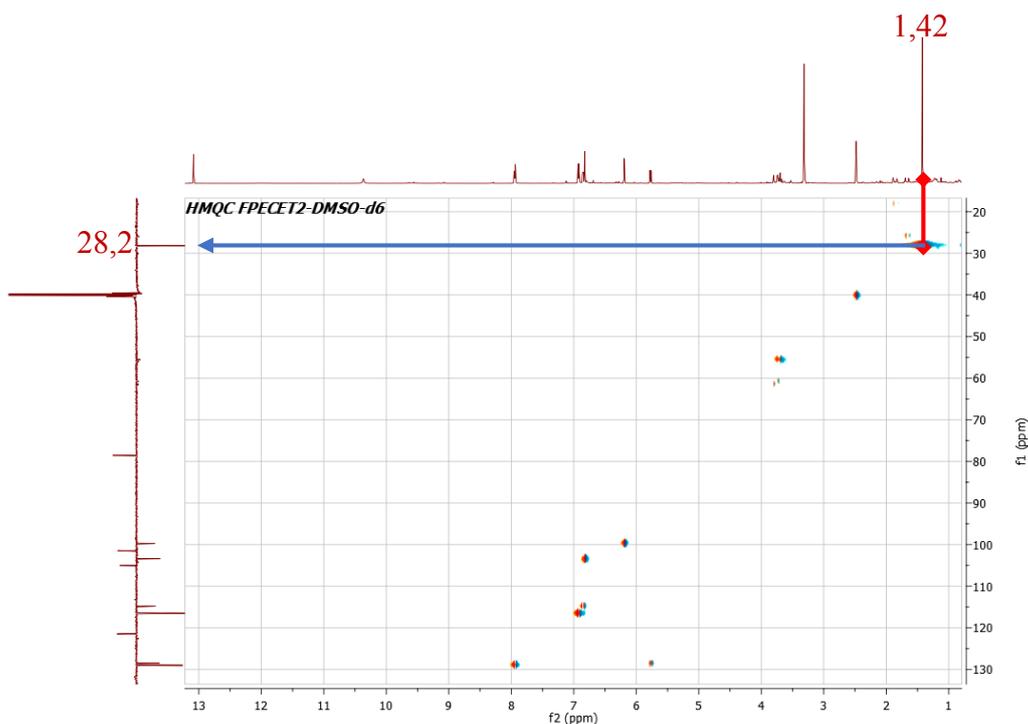


Figure 16a : Spectre HMQC (DMSO-d₆) de FPECET 2

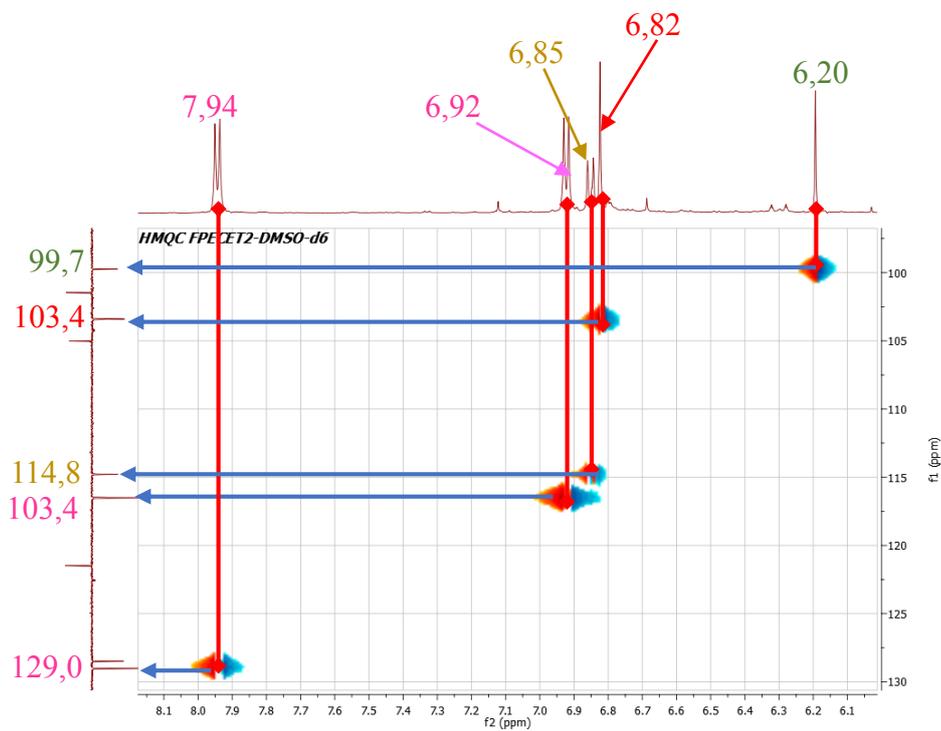


Figure 16b : Spectre HMQC (DMSO-d₆) de FPECET 2



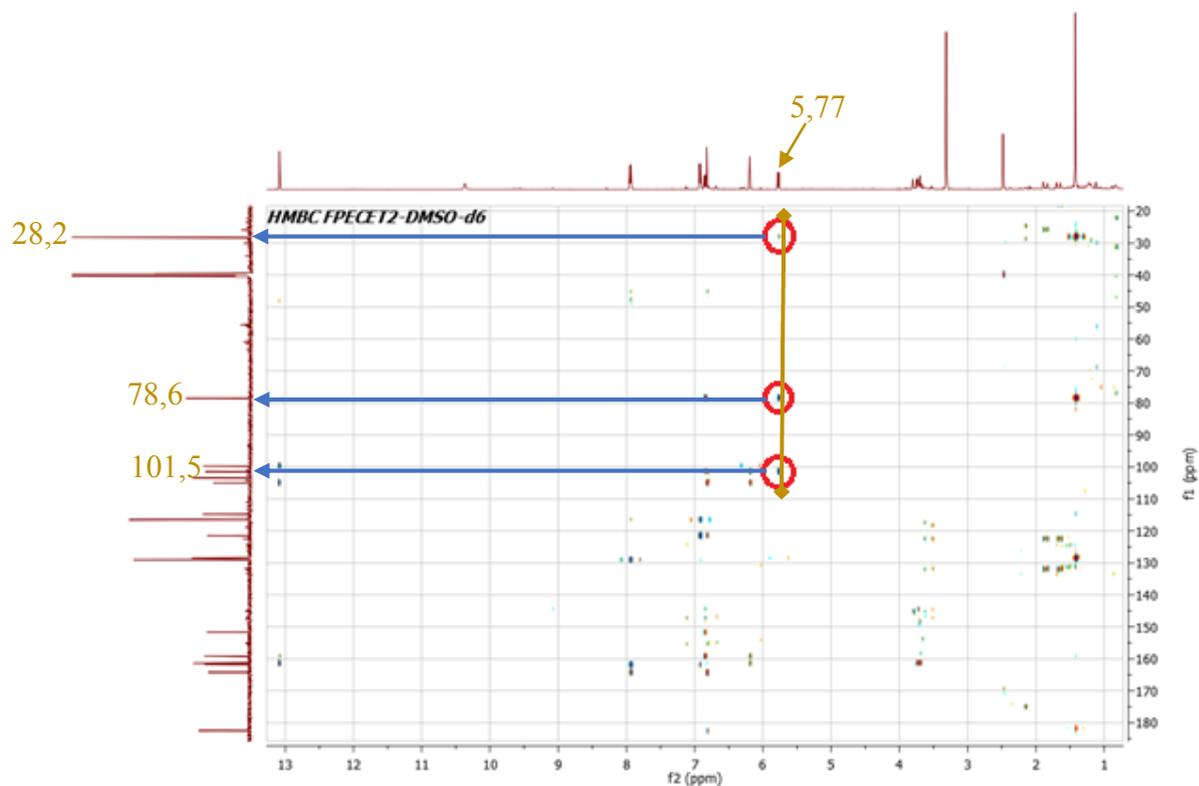


Figure 17a : Spectre HMBC (DMSO-d₆) de FPECET 2.

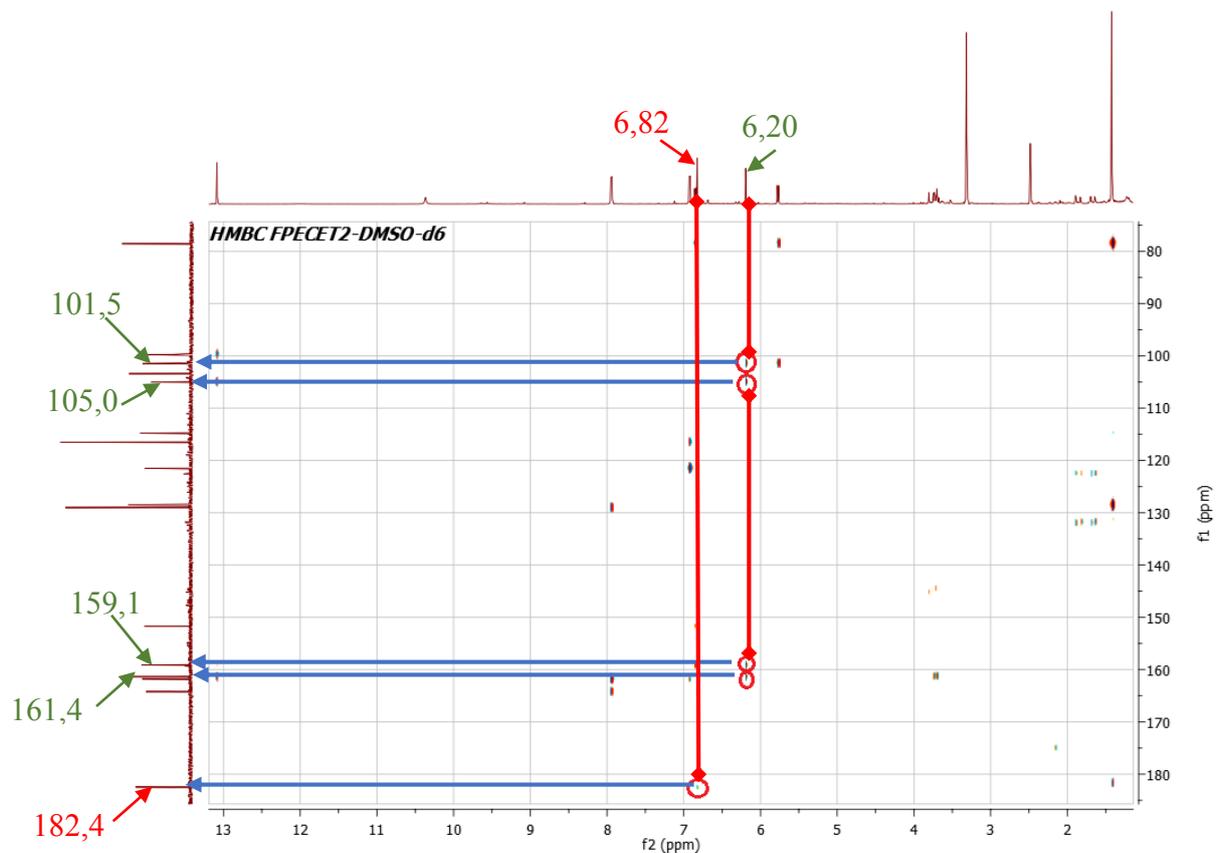


Figure 17b : Spectre HMBC (DMSO-d₆) de FPECET 2



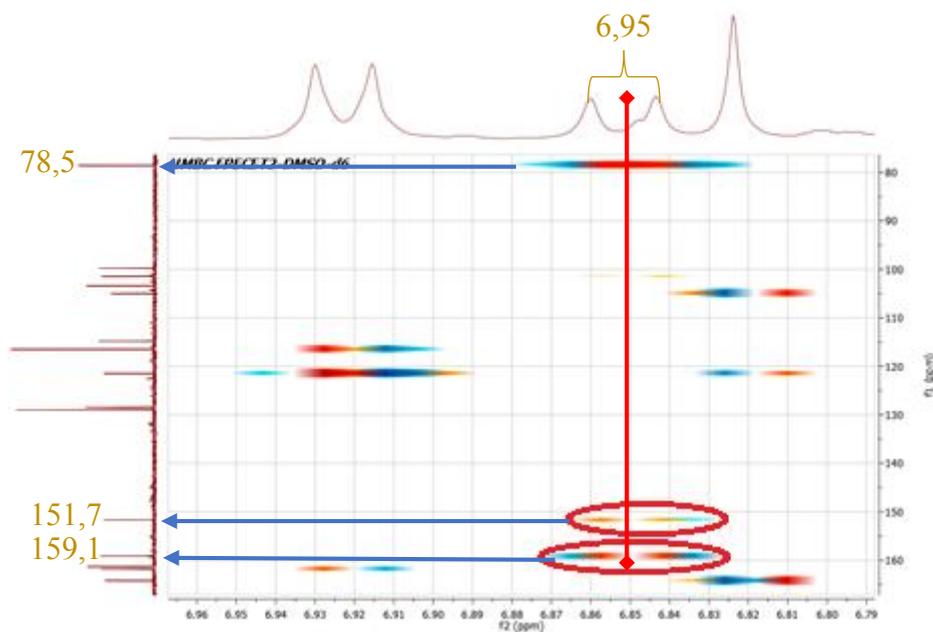
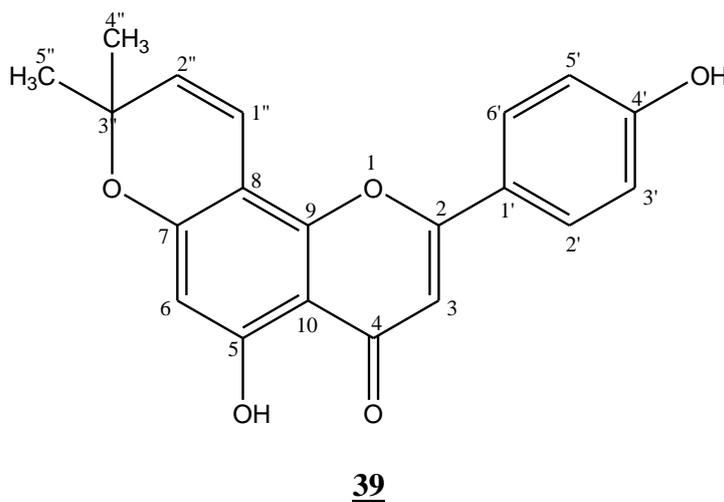


Figure 17c: Spectre HMBC (DMSO-d₆) de FPECET 2

Au regard des différentes données spectrales, on peut donc proposer pour le composé FPECET 2 la structure (39) suivante:



Le **tableau X** fait le récapitulatif des différents spectres de FPECET 2.



Tableau X: Récapitulatif des différents spectres de FPECET 2

Numéros	δ_H (m; <i>J</i> en Hz)	δ_C (ppm)	HMBC
2	-	164,2	182,4; 121,5; 164,2
3	6,82 (s)	103,4	-
4	-	182,5	-
5	-	161,4	-
6	6,20(s)	99,7	-
7	-	105,0	-
8	-	101,5	-
9	-	151,7	-
10	-	159,1	-
1'	-	121,5	-
2'	7,94(d; 8,7)	129,0	116,5; 164,2; 161,8
3'	6,92(d; 8,7)	116,5	116,5; 121,5; 161,8
4'	-	161,8	-
5'	6,92(d; 8,7)	116,5	116,5; 121,5; 161,8
6'	7,94(d; 8,7)	129,0	116,5; 121,5; 161,8
1''	6,85(d; 9,96)	114,8	78,6; 101,5; 151,7; 159,1
2''	5,77(d; 9,7)	128,5	78,6; 28,2; 101,5
3''	-	78,6	-
4'', 5''	1,42(s)	28,2	28,2; 78,6; 129



INTÉRÊTS PÉDAGOGIQUES

La rédaction de ce mémoire nous a permis de nous familiariser à la recherche, ce qui nous sera utile lors de l'élaboration des différents cours de physique et chimie dans les différents lycées et collèges.

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

L'aperçu botanique effectué sur la plante étudiée nous a permis de nous familiariser avec quelques vocables scientifiques de la biologie végétale, ce qui nous permettra de mieux dispenser des cours de science de la vie dans les classes de sixième et cinquième.

L'espèce étudiée nous a conduits à l'identification des différents composés renfermant plusieurs groupements fonctionnels tels que les fonctions cétone, phénol, alcène, aromatique qui sont des contenus dispensés dans les programmes de second cycle notamment les classes de première et terminale scientifiques.

Le processus d'élucidation des différentes structures chimiques des composés ci-dessus nous a permis de nous édifier davantage sur les techniques d'exploitation des différents spectres RMN 1D et 2D. Ceci nous sera utile pour la suite de nos travaux et de nos études postérieures.

Par ailleurs, les travaux effectués aux laboratoires nous ont permis, face à des situations complexes d'optimiser en nous les qualités d'un bon éducateur telles que la patience, l'endurance, l'esprit critique et de logique.

En outre, la rédaction de ce mémoire nous a permis d'approfondir nos connaissances quant à l'outil informatique à travers l'utilisation de logiciels tels que Microsoft Word, Chemdraw, Paint. Elle nous a aussi initié à la recherche d'information qui est une qualité indispensable pour les futurs enseignants que nous sommes.

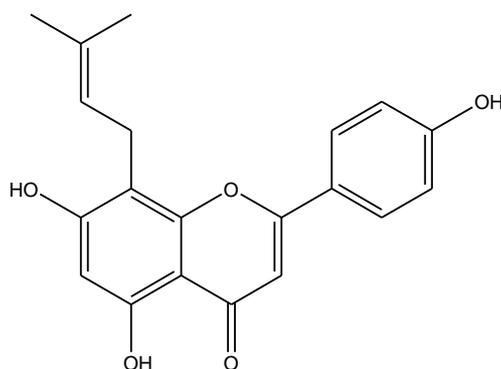


II.3. CONCLUSION GÉNÉRALE

Le présent travail portait sur l'étude chimique de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces du tronc de *Ficus platyphylla*, une plante de la famille des *Moraceae*.

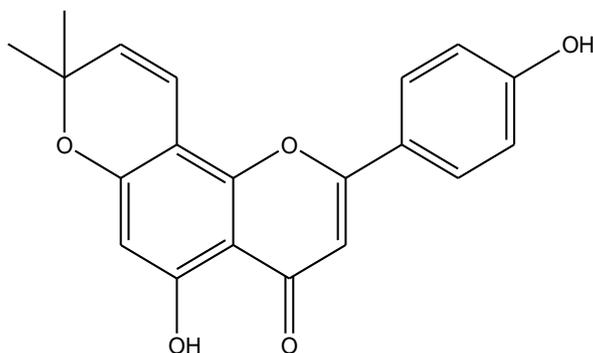
Au terme de nos travaux, trois composés ont été isolés à l'aide des techniques chromatographiques usuelles. Deux de ces composés ont été caractérisés à l'aide des méthodes spectroscopiques (RMN 1D et 2D). Ils ont été attribués respectivement à:

- 8-prénylapigénine (Ngameni 2003)



38

- 5,4'-dihydroxy-6'',6''-diméthylpyrano-(7,8,2'',3'')flavone



39

Dans la suite de nos travaux, nous ferons la caractérisation du composé FPECET 3. Par ailleurs, nous allons déterminer par des tests biologiques les différentes propriétés thérapeutiques que possède les composés de la plante.



CHAPITRE III: PARTIE EXPÉRIMENTALE

EXPERIMENTAL PART

III.1. APPAREILLAGE ET MATÉRIEL VÉGÉTAL

III.1.1-Appareillage

La balance utilisée est de marque COBOS, modèle D-6000-SX.

Les spectres RMN 1D et 2D ont été enregistrés avec un spectromètre opérant à 600MHz. Les solvants utilisés étaient le DMSO-d₆ et l'Acétone-d₆.

Les plaques d'aluminium recouvertes de gel de silice 60 F254 d'épaisseur 2,2 mm et de fabrication Merck ont été utilisées pour les CCM. Les spots ont été visualisés par les deux lumières UV (254 et 366 nm). Les plaques de CCM ont été pulvérisées avec de l'acide sulfurique suivi de la calcination à l'étuve à 100°C.

La silice utilisée pour la chromatographie sur colonne est de fabrication Merck et de granulométrie 0,063-0,2 mm.

III.1.2- Matériel végétal

Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* Del. ont été récoltées en février 2015 dans la région de l'Extrême Nord plus précisément à Yagoua au Cameroun.

III.2- EXTRACTION ET ISOLEMENT DES PRODUITS

III.2.1-Extraction

Les écorces du tronc de *Ficus platyphylla* ont été découpées, séchées et broyées. La poudre obtenue d'une masse de 5,267 kg a fait l'objet d'une extraction par macération ceci par trempage dans du méthanol à température ambiante pendant 72h. L'extrait obtenu de texture collante a été concentré par évaporation dans un évaporateur rotatif à une température de 70°C. Par la suite, on a fait subir à l'extrait obtenu une seconde extraction par solubilisation différentielle au chlorure de méthylène. La concentration dans l'évaporateur rotatif de l'extrait au chlorure de méthylène à une température de 60°C donne une masse d'extrait de 25,4 g de coloration verdâtre.

III.2.2- Isolement des composés

III.2.2.1- Détermination du solvant d'élution

Pour déterminer le solvant d'élution, on a effectué trois chromatographies sur couche mince (CCM) avec des solvants d'élution (éluants) différents:

- 1^{ère} CCM: - éluant: CH₂Cl₂ pur



Observation: on observe une grande trainée sur la plaque, les composés sont donc presque tous entraînés au même moment. Puisqu'il n'y a pas de séparation nette entre les tâches, le CH₂Cl₂ ne constitue pas un bon solvant d'élution.

➤ 2^{ème} CCM: - éluant: Hex/AE (85/15)

Observation: ici on observe sur la plaque une légère séparation des composés du mélange mais on a une grande traînée et les composés sont trop entraînés. Le mélange Hex/AE (85/15) ne constitue donc pas un bon solvant d'élution.

➤ 3^{ème} CCM: - éluant: Hex/ Acétone (85/15)

Observation: la plaque ici nous présente des tâches assez distinctes les unes des autres. Le mélange Hex/Acétone constitue donc un meilleur éluant que ceux sus-cités.

III.2.2.2- Elution de l'extrait au chlorure de méthylène de *F. platyphylla*

Une partie d'extrait au chlorure de méthylène (20 g) obtenu précédemment est fixée sur 28,7g de silice de granulométrie 0,063-0,2 mm et fixé sur gel de silice de masse 151,8 g et de même granulométrie. L'élution s'est faite successivement à l'hexane pur puis au mélange hexane/acétone de polarité croissante et enfin à l'acétone pure. Des fractions de 200 ml ont été recueillies puis regroupées sur la base d'une chromatographie sur couche mince analytique (Tableau XI).

Tableau XI: Chromatogramme de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces de *F. platyphylla*

Eluants	Fractions	Séries	Observations
Hexane pur	1-5	S1	Liquide incolore
Hex/Acétone (5%)	6-10	S2	Liquide vert clair et collant. La fraction 9 présente des cristaux qui précipitent
Hex/Acétone (10%)	11-15	S3	Liquide jaune foncé et apparition de cristaux dans les fractions 12, 13 et 14
Hex/Acétone (15%)	16-19	S4	Liquide vert foncé
Hex/Acétone (20%)	20-27	S5	Liquide collant vert clair
Hex/Acétone (25%)	28-32	S6	Liquide vert clair



Tableau XI: Chromatogramme de l'extrait au chlorure de méthylène des écorces de *F. platyphylla*. (Suite et fin)

Hex/Acétone (30%)	33-38	S7	Liquides verts clairs, des fractions 36 à 38 on a un aspect trouble
Hex/Acétone (35%)	39-45	S8	Liquide vert clair trouble
Hex/Acétone (40%)	46-58	S9	Liquide vert clair trouble
Hex/Acétone (45%)	59-67	S10	Liquide jaunes clair
Hex/Acétone (50%)	68-71	S11	Liquide jaune clair
Hex/Acétone (55%)	72-76	S12	Liquide jaune clair
Hex/Acétone (60%)	77-83	S13	Liquide jaune foncé
Hex/Acétone (70%)	84-89	S14	Liquide jaune foncés avec précipitation de cristaux dans les fractions 85 et 86
Hex/Acétone (80%)	90-94	S15	Liquide jaune clair avec précipitation de cristaux dans les fractions 92 et 93
Hex/Acétone (90%)	95-98	S16	Liquide jaune clair
Acétone pur	98-100	S17	Mélange marron

III.2.2.3- Traitement des séries S₃, S₁₄ et S₁₅ conduisant à FPECET 1, FPECET 2 et FPECET 3

Le composé FPECET 1 a été obtenu par siphonage des fractions 12, 13 et 14 de la série S₃ et a été lavé à l'hexane pur. Les cristaux obtenus sont de coloration blanche et ont été conditionnés dans des épindophes.

Le composé FPECET 2 quant à lui a été obtenu par siphonage des fractions 85 et 86 de la série S₁₄ et a été lavé à l'acétone pure. Les cristaux obtenus sont de coloration jaune et ont été conditionnés dans des épindophes.

Le composé FPECET 3 de coloration marron pour sa part a été obtenu après siphonage des fractions 92 et 93 de la série S₁₅. Le **tableau XII** ci-après fait état des différentes fractions traitées.



Tableau XII: Récapitulatif des séries traitées

Séries	Index des composés isolés	Eluants + polarités	Solvants de solubilité	Aspects des composés isolés
S ₃	FPECET 1	Hex/Acétone 10%	Acétone	Cristaux jaunes
S ₁₄	FPECET 2	Hex/Acétone 70%	DMSO	Cristaux jaunes
S ₁₅	FPECET 3	Hex/Acétone 80%	DMSO	Cristaux jaunes foncés tendant au marron

III.3- TESTS CARACTÉRISTIQUES

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques qui répondent positivement au test au chlorure ferrique (FeCl₃) et au test de Shinoda (Harbone et Williams 2000).

➤ Test au chlorure ferrique (FeCl₃)

A une solution alcoolique de produit, on ajoute quelques gouttes de chlorure ferrique. La présence des phénols se manifeste par un changement de coloration de la solution qui vire au vert.

➤ Test de Shinoda

En présence de quelques gouttes d'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol), de quelques gouttes d'acide chlorhydrique concentré et de 2 à trois copeaux de magnésium, les solutions alcooliques de FPECET 1 et FPECET 2 donnent immédiatement une coloration orange caractéristique des flavones.

III.4- CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DES COMPOSÉS IDENTIFIÉS

➤ 8-isoprénylapigénine

Formule brute: C₂₀H₁₈O₅

Aspect physique: cristaux jaunes



Test au FeCl₃: positif

Test de Shinoda: positif

Point de fusion: 239-240°C

Masse moléculaire: 338g/mol

Spectres RMN ¹H et ¹³C: Tableaux IX et X

➤ **4'-hydroxy-6'',6''-diméthylpyrano-(7,8,2'',3'')-flavone**

Formule brute: C₂₀H₁₆O₅

Description physique: cristaux jaunes

Test au FeCl₃: positif

Test de Shinoda: positif

Masse molaire moléculaire: 336g/mol

Spectres RMN ¹H et ¹³C: Tableaux XII



RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES:

- Adebayo E. A., Ishola O. R., Taiwo O. S., Majolagbe O. N. and Adekeye B. T. (2009). Evaluations of the methanol extract of *Ficus exasperata* stem bark, leaf and root for phytochemical analysis and antimicrobial activities. *African Journal of Plant Science* **3**: 283-287.
- Amoora D.G., Ping-Chung K., Li-Shian S., Chia-Ying L., Chang-Sheng K., Pei-Lin W. and Tian-Shung W. (2005). Phenanthrolindolizidine alkaloids from the stems of *F. septica*. *Journal of Natural Products* **68**: 1071-1075.
- Arbonier M. (1961). Arbre, arbuste et liane des zones sèches d'Afrique de l'Ouest. Paris, 5^e édition Muséum National d'Histoire naturelle, 411.
- Aubreville A. (1954). Flore du Cameroun, *Moraceae* 28. Paris 5^e, édition Muséum national d'histoire naturelle: 113-114.
- Aubreville A. (1964). Flore du Cameroun. Paris 5^e, édition Muséum national d'histoire naturelle, 4, 13, 114, 204, 206.
- Ayisi N.K., Nyadedzor C. (2003). Comparative in vitro effects of AZT and extracts of *Ocinum grastissimum*, *Ficus polita*, *Clausena anisata*, *Alchornea cordifolia*, and *Elaeophorbia drupifera* againts HIV-1 and HIV-2 infections. *Antiviral Research* **58**: 25-33.
- Badiallo D. (2010). Etude de la phytochimie et des activités biologiques de deux *Ficus* utilisées dans le traitement traditionnel des dysmenorrhées. Thèse de Doctorat en Pharmacie. Faculté de Médecine de Pharmacie et d'Odonto-Stomatologie de l'Université de Bamak.
- Basudan O.M., Ilyas M., Parvee M., Muhisen H.M., Kumar R. (2005). A new Chromene from *Ficus lyrata*. *Journal of Asian Natural Product Research* **7** : 81-85.



- Bass W. J. (1985). Natural occurring secoring A- triterpenoids and their possible biological significance. *Phytochemistry* **24**: 1875-1889.
- Berg C.C., Corner E.J.H., Noteboom H.P. (2005). Foundation Flora Malesiana : *Moraceae (Ficus)*. *Flora Malesiana Seed plants* **2**: 730.
- Berg C.C., Hijman M.E.E., Weerdenberg J.C.A (1985). Flore du Cameroun. Yaoundé-Cameroun, B.Statabie, édition Mesres.
- Berhaut J. (1979). Flore illustrée du Sénégal, tome VI, Linaceae A Nymphaeaceae. Dakar, édition Ministère du développement rural et de l'hydraulique, 479-496.
- Bessot J.C., Tannous R., Newinger G., Feuerstoss D., Deblay F., Pauli G. (1993). Revue française d'allergologie et d'immunologie clinique. Paris France, édition Elsever, 319-349.
- Botineau M. (2010). Botanique systématique et appliquée des plantes à fleurs. Amazon France, Technique et Documentation Lavoisier, 1403.
- Bria M. et Watkin P. (1997). La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire à deux dimensions ou l'aide de la détermination structurale des molécules organiques. *Actualité Chimique* **200**: 24-35.
- Bruneton J. (1993). Pharmacognesie, Phytochimie et plantes médicinales: 2^e édition. Techniques de documentation Lavoisier, 816-822.
- Bruneton J. (1999). Phytochimie et plantes médicinales. Pharmacognosie, tome III, 3^e édition Technique et Documentation. Paris, 266-293.
- Bruneton, J. (2009). Pharmacognosie - Phytochimie, plantes médicinales, 4^e édition, revue et augmentée. Technique et Documentation. Paris, médicales internationales, 1288.



- Buniyamin A. A., Omogbai E K. I., and Fabian C. Amaechina (2007). Pharmacognosy and hypotensive evaluation of *Ficus Exaspérata* Vahl. (Moraceae) leaf. *Acta Poloniae Pharmaceutica and Drug Research* **6**: 543-546.
- Cardose C.L.A., villegas W., Barison A., Honda N.K. (2002). Simultaneous determination of furanocoumarins in infusion and decoction from *Carapia* (*Dorstenia specie*) by high performance liquid chromatography. *Journal of Agriculture food chemistry* **50**:1460-1465.
- Chemical abstract (1982). General subject index 97: 1140-1146.
- Chiang Y.M., Chiang J.H., Kuo C.C., Chang C.Y., Kuo Y.H. (2005). Cytotoxic triterpenes from the aerial roots of *Ficus microcarpa*. *Phytochemistry* **66**: 495-501.
- Cook N. et Samman S. (1996). Flavonoids-chemistry, metabolism, cardioprotective effects, and dietary sources. *Nutritional Biochemistry* **7** : 66-76.
- Donfack J. H., Amadou D., Ngueguim T. F., Kapche. W. F. G. D., Tchana N. A., Buonocore D., Vita Finzi P., Vidari G., Ngadjui T. B., Fulvio Marzatico, Moundipa F. P. (2011). In vitro hepatoprotective and antioxidant activities of crude extract and isolated compound from *Ficus gnaphalocarpa*. *Inflammopharmacology* **19**: 35-43.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations (1988). Traditional Food Plants. *FAO Food and Nutrition paper* : 583.
- Gbogbo K., Apeti D., Marra A., Semihinva B., Komlan A. K. (2013). Evaluation de l'activité antifongique de *Ficus platyphylla* del. (Moraceae). *European Scientific Journal* **9** : 243-247.
- Ghedira k. (2005). Les flavonoïdes: structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique. *Phytothérapie* **4**: 162-169.



- Grayer R.J. (1989). Plant phenolics and flavonoïds. *San Diego Academic press* **6** : 283-323.
- Harbone J.B. et Williams C.A. (2000). Advances in flavonoïd research since 1992. *Phytochemistry* **55**: 481-504.
- Johns S., Russel J.H. (1965). Ficin a novel flavonoidal alkaloids from *F. Pantoniana*. *Tetrahedron Letters* **24**: 4414-4438.
- Kapche W.F.G.D (2000). Contribution à l'étude phytochimique de deux plantes médicinales du Cameroun: *Dorstenia poinsettifolia* et *Dorstenia psilurus* (*Moraceae*) et Hémisynthèse de quelques flavonoides. Thèse de Doctorat de troisième cycle en Chimie Organique, Faculté des sciences, Université de Yaoundé I. Cameroun: 22-30.
- Kengap T.R. (2012). Terpénoïdes et flavonoïdes à activités hépatoprotectrices, antioxydante et antimicrobienne de *Ficus cordata* Thunberg et *Ficus conraui* Warburg (*Moraceae*). Thèse de Doctorat en Chimie Organique, Université de Yaoundé I, Faculté des Sciences, Cameroun.
- Kerhara J. (1974). La pharmacopée traditionnelle sénégalaise, plantes médicinales et toxiques. Paris, édition. Vigot –frère, 587-594.
- Kuete V., Simo C.C.F., Ngameni B., Kengap T.R., Ngadjui B.T., Meyer J.J., Lall N., Kuiata J.R. (2008). Antimicrobial activity of the crude extracts and compounds from *Ficus Chlamydocarpa* and *Ficus Cordata* (*Moraceae*). *Journal of Ethnopharmacology* **120**: 17-24.
- Marbry T.J., Markham K.R., Tomas M.B. (1970). The systematic identification of flavoïnoïds. Verlag New-york, 77.
- Mbosso T.J.E. (2008). Valorisation des plantes médicinales du Cameroun : *Glyphaea brevis spreng.* (*Tiliaceae*), *Spathodia campanulata* p. Beauv. (*Bignoniaceae*) et *Ficus bubu*



War. (*Moraceae*). Etude phytochimique et activité antimicrobienne des composés isolés. Thèse de Doctorat/ PhD en Chimie Organique, Université de Yaoundé I, Faculté des Sciences, Cameroun.

- O' Kennedy, Thorne R.O. (1997). Coumarins: biology, application and mode of action. Wiley and sons, Chichester: 5-10.
- Rawia Z., Ahlam El-Fishawy, Sherif A. (2011). Phytochemical and pharmacological studies of *Ficus Auriculata* Lour. *Journal of Natural Products* **4**: 184-195.
- Seraia A.S., Tsybulia N.V., Dul'tseva G.G. (2008). Rôle of some species of *Ficus* in amelioration of environment. *Aviakosmicheskaja I Ekologicheskaja Meditsina* **42**: 66-70.
- Shai R., Yoel K., Ruth R., Michael S., Raphael M. (2001) Suppressors of cancer cell proliferation from *Ficus Carica* resin : isolation and structure elucidation. *Journal of Natural Products* **64**: 993-996.
- Simo C.C.F., Kouam F. S., Poumale H.M.P., Simo I.K., Ngadjui B.T., Green I.R., Krohn K. (2008). Benjaminamide: a new ceramide and other compounds from the twigs of *Ficus benamina* (*Moraceae*). *Biochemical Systematics and Ecology* **36**: 43-238.
- Taha M.S., Fawkeya A.A., Zeinab I. El-Sayed and Ahmed M. M. (2011). Two new polyphenolic compounds from *Ficus retusa* L."variegata" and the biological activity of the different plant extracts. *Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy* **3**: 89-100.
- Li Y.C., Kuo H.Y. (1997). Two new isoflavone from the barks of *Ficus Microcarpa* L. *Journal of Natural Products* **60**: 292-293.
- Paris R.R. et Moyse H. (1965). Précis de matières médicinales tome 1. Masson, Paris 4, 94.



- Pistelli L., Chiellini E.E., Morelli I. (2000). Flavonoids from *Ficus pumila*. *Biochemical Systematics and Ecology* **28**: 287-289.
- Welter W., Bertina M., Nuno A.P. (2000). Natural plant products active against snakebite, the molecula approach. *Phytochemistry* **55**: 463-482.
- WHO (1998). Réglementation des médicaments à base des plantes. La situation dans le monde: 1-4.

RÉFÉRENCES WEBOGRAPHIQUES

- Birnbaum P. (2005). Index.php: West African Plants - A Photo Guide - *Ficus platyphylla* Delile. Available from: <http://www.westafricanplants.senckenberg.de/root> (accessed: 20/05/2016).
- Mark W. C., Reveal J. L. (2009). Classification APG III — Wikipédia. https://fr.wikipedia.org/wiki/Classification_APG_III (accessed: 20/05/2016).

