



## Structures de deux triterpènes, d'un stéroïde et d'un hétéroside isolés de la plante *Cardopatum amethystinum* poussant en tunisie

H. Boukamcha, H. Ben Jannet, Z. Mighri \*

Laboratoire de Chimie des Substances Naturelles et de Synthèse Organique,  
Faculté des Sciences de Monastir, 5000 Monastir, Tunisie

(Reçu le 15 Janvier 2002, accepté le 15 Septembre 2003)

**RESUME:** Le lupéol **1**, le palmitate de lupéol **2**, le stigmastérol **3** et le  $3\beta$ -O- $[\beta$ -D-glucoside] sitostérol **4** ont été isolés et identifiés pour la première fois dans la plante *Cardopatum amethystinum*. Leurs structures ont été confirmées à l'aide de techniques spectroscopiques.

**Mots clés:** *Cardopatum amethystinum*, Composées, triterpènes, hétéroside, RMN 2D.

**Abstract:** lupeol **1**, lupeol palmitate **2**, stigmasterol **3** and sitosterol  $3\beta$ -O- $[\beta$ -D-glucoside] **4** have been isolated and identified for the first time in the *Cardopatum amethystinum* plant. Their structures have been established by spectroscopic means.

**Key words:** *Cardopatum amethystinum*, Compositae, triterpenoids, heteroside, 2D NMR.

### INTRODUCTION:

Soucieux de continuer notre contribution à l'étude biologique et chimique de plantes médicinales poussant en Tunisie [1-4], nous avons choisi la plante *Cardopatum amethystinum* n'ayant présenté, d'après nos recherches bibliographiques, aucun travail de recherche antérieur.

Nous rappelons qu'*amethystinum* constitue l'unique espèce du genre *Cardopatum*, appartenant à la famille des Composés décrite par G. Pottier-Alapetite dans la Flore de la Tunisie [5]. C'est une plante Algéro-Tunisienne de 10 à 25 cm de hauteur, anguleuse atteignant la grosseur du petit doigt et colorée en rouge violacée.

Nous décrivons dans cet article l'isolement de quatre substances naturelles de l'extrait à l'acétate d'éthyle de la partie aérienne de la plante *Cardopatum amethystinum*. Leurs élucidations structurales développées dans cet article nous ont permis de leur proposer les structures du lupéol **1**, le palmitate de lupéol **2**, le stigmastérol **3** et le  $3\beta$ -O- $[\beta$ -D-glucoside] sitostérol **4** toutes signalées pour la première fois dans la plante objet de ce présent travail. Les structures ci-dessus ont été identifiées à l'aide de techniques spectroscopiques en RMN du  $^1\text{H}$  et du  $^{13}\text{C}$  1 et 2D appuyées par la spectrométrie de masse en IE et la spectroscopie IR ainsi que par comparaison de quelques données spectrales avec celles de la littérature.

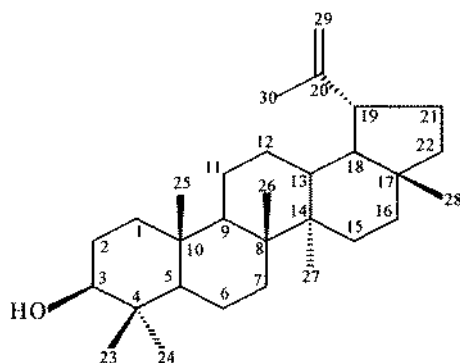
### RESULTATS ET DISCUSSION

**Composé 1:** isolé sous forme d'un solide blanc. Sa formule brute déduite des spectres de RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  et de masse en IE est identifiée à  $\text{C}_{30}\text{H}_{50}\text{O}$  ( $m/z$  426 [ $\text{M}^+$ ]).

\* correspondant



Le spectre de RMN  $^1\text{H}$  du composé **1**, montre dans sa région à champ fort six singulets d'intégration trois chacun ( $\delta_{\text{H}}$  0,70; 0,74; 0,77; 0,88; 0,90; 0,98) correspondant à six groupements méthyles. Ce premier résultat (Tableau I) ainsi que l'allure générale du spectre nous ont laissés penser à la structure d'un triterpène. Le même spectre de RMN  $^1\text{H}$  a permis de relever un autre singulet d'intégration trois ( $\delta_{\text{H}}$  1,65) attribuable à un groupement méthyle porté par un carbone éthylénique et deux doublets d'intégration un chacun [ $\delta_{\text{H}}$  4,52 et 4,63 ( $J=2,2$  Hz)] relatifs à deux protons éthyléniques géminés (Tableau I). Ces données spectrales montrent l'existence d'un groupement isopropényle dans la molécule. D'autre part, l'observation d'un doublet dédoublé d'intégration un [ $\delta_{\text{H}}$  3,18 ( $J=5,3$  et  $10,8$  Hz)] attribuable à un proton porté par un carbone oxygéné prouve la présence d'un groupe hydroxyle dans le composé **1**. La comparaison de ces données spectrales (Tableau I) avec celles de la littérature [6-7] nous a permis d'opter pour la structure du lupéol.



**Composé 1**

Les spectres de RMN  $^{13}\text{C}$  et DEPT 135 ont confirmé ce qui a été déduit du spectre de RMN  $^1\text{H}$  par l'observation de sept signaux positifs dans la région à champ fort relatifs aux groupements méthyles, d'un signal positif à 79,4 ppm correspondant au carbone hydroxylé C-3 et d'un signal négatif à 109,7 ppm attribuable au carbone éthylénique terminal C-29. Le reste des signaux ainsi que les déplacements chimiques correspondants sont en accord avec le nombre des méthylènes (onze), des méthynes (six) et des carbones quaternaires (six) présents dans le lupéol **1**.

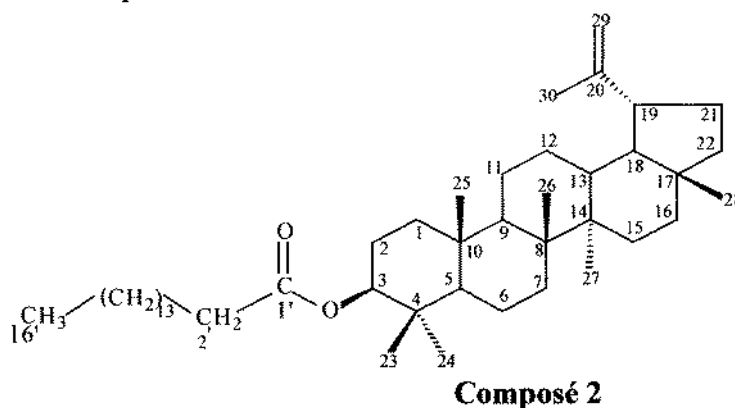
L'étude des spectres de RMN 2D (COSY et XHcorr), développée pour la première fois dans l'élucidation structurale du lupéol **1**, a confirmé la structure proposée. En effet, la tache de corrélation scalaire proton-proton  $\text{H}_{29}\text{-H}_{30}$  relevée du spectre COSY a consolidé la présence du système isopropényle fixé en C-19. L'unique corrélation  $\text{H}_2\text{-H}_3$  relevée du même spectre a confirmé la di-substitution du carbone C-4 (portant deux groupes méthyles). D'autre part, le spectre XHcorr nous a permis de relever certaines corrélations directes proton-carbone confirmant les déplacements chimiques de certains protons et carbones caractéristiques, citons les corrélations  $\text{H}_3\text{-C}_3$ ;  $\text{H}_5\text{-C}_5$ ;  $\text{H}_{29\text{a}}\text{-C}_{29}$ ;  $\text{H}_{29\text{b}}\text{-C}_{29}$  et  $\text{H}_{30}\text{-C}_{30}$ .

**Composé 2** : isolé sous forme d'un solide blanc. Sa formule brute déduite des spectres de RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  et de masse en IE est identifiée à  $\text{C}_{46}\text{H}_{80}\text{O}_2$  ( $m/z$  664 [ $\text{M}^+$ ]). La comparaison du spectre de RMN  $^1\text{H}$  du composé **2** avec celui du lupéol **1** décrit ci-dessus a montré que les zones allant de 0,70 à 1,70 ppm et 4,50 à 4,70 ppm sont presque identiques. Toutefois, nous avons noté, en particulier, la disparition sur le spectre de RMN  $^1\text{H}$  du composé **2**, du doublet dédoublé à 3,18 ppm relatif à H-3 porté par le carbone hydroxylé dans le cas de **1** et l'apparition d'un nouveau doublet dédoublé d'intégration un [ $\delta_{\text{H}}$  4,40 ( $J_1=5,5$  Hz et  $J_2=10,5$  Hz)] attribuable à un proton porté par un carbone lié à un groupe alcoyloxy, d'un triplet d'intégration deux [ $\delta_{\text{H}}$  2,26 ( $J=8,5$  Hz)] relatif à un méthylène

en  $\alpha$  d'un carbonyle et d'un nouveau triplet d'intégration trois [ $\delta_H$  0,90 ( $J=8,5$  Hz)] correspondant à un méthyle terminal d'une chaîne hydrocarbonée. Toutes ces données spectrales (Tableau I) nous ont laissés penser à la structure d'un ester dont l'alcool est le lupéol. Ce résultat a été confirmé par le spectre de RMN  $^{13}C$  qui a montré, en particulier, un signal à 171,0 ppm attribuable au carbonyle de la fonction ester. Le spectre DEPT 135 montre dans la région 29-30 ppm plus de signaux négatifs par comparaison avec celui du composé **1** ce qui prouve la présence d'une chaîne hydrocarbonée qui ne peut correspondre qu'à celle de la partie carboxylique de la molécule (Tableau I).

Vu le blindage des protons et des carbones de déplacements chimiques très similaires de la chaîne hydrocarbonée de la partie carboxylique de formule brute  $C_{15}H_{31}$ , la RMN monodimensionnelle du  $^1H$  et  $^{13}C$  et bidimensionnelle avec ses expériences COSY et HMBC ne nous ont pas permis de déterminer avec certitude sa structure (ramifiée ou linéaire). Afin d'identifier cette partie de la molécule, nous avons pensé à l'hydrolyse de l'ester naturel **2** dans une solution méthanolique de KOH [6]. La phase organique ainsi extraite est analysée à l'aide du couplage CPG/SM. L'unique composé identifié, le palmitate de méthyle de masse moléculaire  $270\text{ gmol}^{-1}$ , nous a permis de conclure que la partie carboxylique est l'hexadécanyloxy.

Le spectre HMBC enregistré pour la première fois dans le cas de ce produit a permis de confirmer, à l'aide des taches de corrélations  $^1H$ - $^{13}C$  à longues distances  $^2J$  et  $^3J$  suivantes, certaines données spectrales déduites des spectres monodimensionnels :  $H_{30}$ - $C_{29}$ ;  $H_{30}$ - $C_{20}$ ;  $H_{29}$ - $C_{19}$ ;  $H_2$ - $C_{1'}$  et  $H_3$ - $C_{1'}$ . Cette étude structurale en RMN 1 et 2D appuyée par la spectrométrie de masse en IE et la CPG/SM nous a permis de proposer au composé **2** la structure du palmitate de lupéol que nous signalons pour la première fois dans la plante étudiée.



**Tableau I.** RMN  $^1H$  (300 MHz,  $CDCl_3$ ) et  $^{13}C$  (75 MHz,  $CDCl_3$ ) des composés **1** et **2**

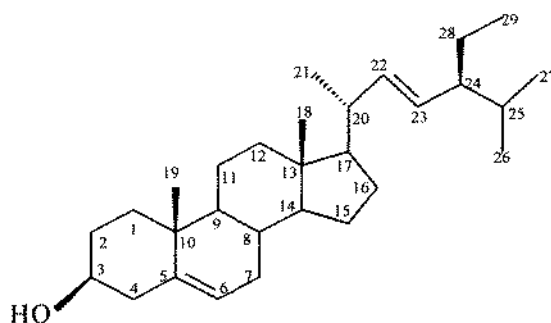
Atome	Composé 1				Composé 2			
	$\delta^{13}C$	$\delta^1H$ $\alpha$ $\beta$	multi.	J (Hz)	$\delta^{13}C$	$\delta^1H$ $\alpha$ $\beta$	multi.	J (Hz)
1	39,1	1,52 1,67	m		38,7	1,45 1,66	m	
2	27,8	1,43 1,70	m		27,8	1,44 1,65	m	
3	79,4	3,18	dd	5,3; 10,8	81,0	4,40	dd	5,5 et 10,5
4	39,2	-			38,5	-		
5	55,7	0,66	m		55,6	0,65	m	
6	18,7	1,32 1,48	m		18,7	1,38 1,48	m	
7	34,6	1,22 1,45	m		32,3	1,20 1,43	m	
8	41,4	-			41,0	-		
9	50,8	1,25	m		50,7	1,25	m	
10	37,5	-			37,5	-		
11	21,3	1,24 1,40	m		21,3	1,20 1,41	m	
12	25,5	1,48 1,61	m		25,5	1,45 1,60	m	
13	38,5	1,64	m		38,6	1,62	m	
14	43,0	-			43,2	-		



15	27,7	1,00	1,20	m	25,5	1,08	1,35	m	
16	36,0	1,35	1,52	m	35,9	1,36	1,50	m	
17	43,2	-			43,4	-			
18	48,4	1,45		m	48,4	1,50		m	
19	48,7	2,32		m	48,7	2,31		m	
20	151,0	-			151,3	-			
21	29,8	0,81	1,05	m	29,8	0,80	1,05	m	
22	40,4	1,28	1,41	m	40,4	1,25	1,40	m	
23	28,3	0,88		s	28,2	0,86		s	
24	17,2	0,74		s	17,1	0,74		s	
25	16,5	0,77		s	16,5	0,76		s	
26	16,2	0,98		s	16,2	0,97		s	
27	14,5	0,90		s	14,8	0,90		s	
28	18,7	0,70		s	18,4	0,70		s	
29	109,7	4,52		d	109,7	4,52		d	2,2
		4,63		d		4,63		d	2,2
30	19,6	1,65		s	19,5	1,64		s	
1'	-	-			171,0	-			
2'	-	-			35,0	2,26		t	8,5
3'-15'	-	-			29-30	0,80-1,60			
16'	-	-			14,5	0,90		t	8,5

**Composé 3:** La comparaison des données spectrales que nous avons relevées respectivement des régions 0,6-1,5 ppm du spectre de RMN  $^1\text{H}$  et 10-26 ppm du spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  (Tableau II) avec celles de la littérature [8-11] nous a permis de penser à une structure stéroïdique. L'analyse du spectre de RMN  $^1\text{H}$  du composé **3** a permis d'observer un multiplet d'intégration un à 3,45 ppm attribuable au proton H-3. Le même spectre de RMN  $^1\text{H}$  a permis de relever un autre multiplet d'intégration un à 5,25 ppm caractéristique de plusieurs structures stéroïdiques et attribuable au proton éthylénique H-6. Les deux doublets dédoublés d'intégration un chacun observés à 4,95 et 5,10 ppm ( $J_1=8,7$  Hz;  $J_2=15,5$  Hz) ont permis de montrer l'existence, dans la chaîne latérale fixée en C<sub>17</sub>, d'une insaturation éthylénique C<sub>22</sub>=C<sub>23</sub> de configuration E, (Tableau II).

La présence du groupe hydroxyle libre en C-3 est justifiée par le spectre IR duquel nous avons relevé une bande large d'absorption à 3440  $\text{cm}^{-1}$ . Ces résultats ont été confirmés par le spectre COSY qui a permis de visualiser les taches de corrélation scalaires: H<sub>22</sub>-H<sub>23</sub>; H<sub>22</sub>-H<sub>20</sub> et H<sub>23</sub>-H<sub>24</sub>. Les informations structurales citées ci-dessus ont été appuyées par les spectres de RMN  $^{13}\text{C}$  et DEPT 135 (Tableau II). L'exploration du spectre XHcorr nous a permis de relever certaines corrélations directes proton-carbone telles que H<sub>3</sub>-C<sub>3</sub>; H<sub>6</sub>-C<sub>6</sub>; H<sub>22</sub>-C<sub>22</sub> et H<sub>23</sub>-C<sub>23</sub> consolidant ce qui a été déduit des spectres  $^1\text{H}$  et  $^{13}\text{C}$  monodimensionnels. D'autre part, l'observation, sur le spectre de masse en IE, du pic ionique moléculaire [ $\text{M}^+$ ] à  $m/z$  412 ainsi que l'interprétation de certains pics ioniques (41, 55, 69, 83, 159, 255, 271, 300, 351 et 369) relevés du même spectre ont permis de confirmer la structure du stigmastérol proposée.



**Composé 3**

**Tableau II.** RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) et  $^{13}\text{C}$  (75 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) du composé 3

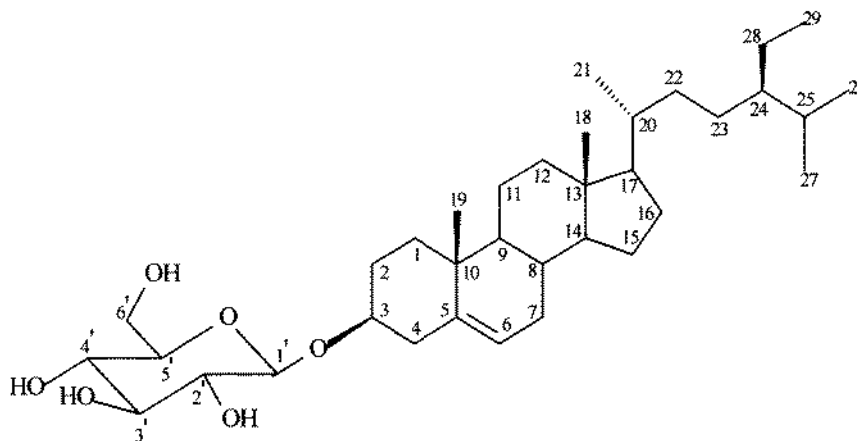
Atome	$\delta^{13}\text{C}$	$\delta^1\text{H}$		multi.	J (Hz)
		$\alpha$	$\beta$		
1	36,9	1,07	1,86	m	
2	31,4	1,55	1,85	m	
3	71,8		3,45	m	
4	42,7	2,25	2,28	m	
5	141,4		-		
6	122,0		5,25	m	
7	31,7	1,52	1,95	m	
8	30,1		1,42	m	
9	50,6		0,90	m	
10	36,5		-		
11	21,5		1,45	m	
12	40,1	1,16	1,98	m	
13	40,8		-		
14	57,2		1,05	m	
15	24,7	1,00	1,55	m	
16	28,6		1,80	m	
17	56,4		0,95	m	
18	12,2		0,63	s	
19	14,6		0,94	s	
20	40,2		1,90	m	
21	21,5		0,96	d	6,3
22	138,7		5,10	dd	8,7 et 15,5
23	129,7		4,95	dd	8,7 et 15,5
24	51,6		1,93	m	
25	29,5		1,52	m	
26	19,3		0,73	m	
27	19,2		0,72	m	
28	25,7		0,78	m	
29	12,5		0,77	m	

**Composé 4:** Isolé sous forme d'un solide blanc de l'extrait à l'acétate d'éthyle de la partie aérienne de la plante *Cardopatum amethystinum*. L'analyse du spectre de RMN  $^1\text{H}$  du composé 4 nous a permis de constater la présence de certains signaux caractéristiques dans les régions allant de 0,80 à 2,60 ppm et de 3,0 à 4,20 ppm relatives respectivement à une structure stéroïdique et à un monosaccharide (Tableau III). Ce résultat nous a permis d'opter pour la structure d'un hétéroside dont l'aglycone est un stéroïde. Cette conclusion a été consolidée par le spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  qui a montré, en particulier, un signal à 101,0 ppm caractéristique des composés hétérosidiques et attribuable au carbone anomérique  $\text{C}_1$  (Tableau III). Le spectre HMQC enregistré montrant la tache de corrélation directe  $\text{H}_1-\text{C}_1$  a permis d'une part de renforcer le résultat avancé et d'autre part de déterminer avec certitude le déplacement chimique du proton anomérique  $\text{H}_1$  ( $\delta=4,20$  ppm, d,  $J=7,5$  Hz).

La structure du monosaccharide a été élucidée grâce au spectre COSY qui a permis de relever les corrélations scalaires suivantes:  $\text{H}_1-\text{H}_2$ ;  $\text{H}_2-\text{C}_3$ ;  $\text{H}_3-\text{C}_4$ ;  $\text{H}_4-\text{C}_5$ ;  $\text{H}_5-\text{C}_{6a}$  et  $\text{H}_5-\text{C}_{6b}$  indiquant qu'il s'agit d'un glucopyranoside. La stéréochimie  $\beta$  correspondante a été établie en se basant sur la valeur de la constante de couplage  $J_{\text{H}_1-\text{H}_2}=7,5$  Hz relative à un couplage axial-axial. La comparaison des données spectrales déduites des spectres mono et bidimensionnels cités ci-dessus avec celles de la littérature [3,12,13] ainsi que la bande large d'absorption, relative aux groupes hydroxyles libres, relevées à  $3415\text{ cm}^{-1}$  du spectre IR ont confirmé la structure du monosaccharide proposée.



La génine a été identifiée en tant que le  $\beta$ -sitostérol et ceci par la comparaison des déplacements chimiques et des multiplicités de certains signaux caractéristiques relevés du spectre de RMN  $^1\text{H}$  en particulier de la région à champ fort (0,80-2,60 ppm) et à 5,35 ppm (H-6) (Tableau III) ainsi que du spectre de RMN  $^{13}\text{C}$  citons C-3 ( $\delta=77,1$  ppm), C-6 ( $\delta=121,4$  ppm), qui ne s'inversent pas sur le spectre DEPT 135 et C-5 ( $\delta=140,6$  ppm), qui disparaît du même spectre (Tableau III). D'autre part, la bande d'absorption à  $1643\text{ cm}^{-1}$  relevée du spectre IR du composé **4** renforce la présence de la double liaison  $\Delta^5$ .



**Composé 4**

**Tableau III.** RMN  $^1\text{H}$  (300 MHz, DMSO- $d_6$ ) et  $^{13}\text{C}$  (75 MHz, DMSO- $d_6$ ) du composé **4**

Atome	$\delta$ $^{13}\text{C}$	$\delta$ $^1\text{H}$	multi.	J (Hz)	COSY
1 $\alpha$	37,0	0,98	m		
1 $\beta$		1,85	m		
2 $\alpha$	31,6	1,45	m		
2 $\beta$		1,90	m		
3	77,1	3,51	m		4 $\beta$ , 4 $\alpha$ , 2 $\beta$ , 6
4 $\alpha$	42,0	2,20	m		
4 $\beta$		2,40	m		
5	140,6				
6	121,4	5,35	d	3,6	7 $\alpha$ , 4 $\beta$ , 4 $\alpha$
7 $\alpha$	29,5	1,55	m		6
7 $\beta$		1,80	m		6
8	31,6	1,44	m		
9	49,8	0,85	m		
10	36,4				
11	20,8	1,40	m		
12 $\alpha$	38,5	1,20	m		
12 $\beta$		2,05			
13	42,0				
14	56,4	1,04	m		
15 $\alpha$	24,0	1,10	m		
15 $\beta$		1,55	m		
16	28,9	1,80	m		
17	55,6	0,94	m		
18	12,0	0,60	s		
19	19,3	0,91	s		
20	35,7	1,35	m		



21	18,8	0,90	d	5,7	
22 $\alpha$	33,5	0,91	m		
22 $\beta$		1,16			
23 $\alpha$	25,6	1,08	m		
23 $\beta$		1,15			
24	45,3	1,65	m		
25	28,0	1,50	m		
26	19,9	0,82	m		
27	19,1	0,80	m		
28	22,8	0,77			
29	11,8	0,83			
1'	101,0	4,20	d	7,5	2'
2'	73,6	2,90	m		1', 3'
3'	76,9	3,11	m		2', 4'
4'	70,3	3,05	m		3', 5'
5'	76,9	3,17	m		4', 6'a, 6'b
6'a	61,3	3,45	dd	3,1 et 9,4	5', 6'b
6'b		3,70	dd	3,1 et 9,4	5', 6'a
OH-2'		4,90	s		
OH-3'		4,92	s		
OH-4'		4,93	s		
OH-6'		4,46	t	8,4	6'

## TECHNIQUES ET APPAREILLAGES

Les spectres de RMN  $^1\text{H}$  et  $^{13}\text{C}$  1 et 2D ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre Bruker AM 300. Le chloroforme deutérié est employé comme solvant. Les déplacements chimiques ( $\delta$ ) sont exprimés en ppm par rapport au  $\text{CDCl}_3$  pris comme référence interne. Les constantes de couplage sont indiquées en Hz. Les spectres IR ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre Bruker après pastillage dans du KBr. Les spectres de masse en IE ont été effectués à l'aide d'un spectromètre de masse par couplage (CPG/SM) en impact électronique (HP 59712). Les paramètres d'analyse et d'acquisition sont les suivants:

- Emission: 50  $\mu\text{A}$ .
- Tension d'accélération : 25 V.
- EMV: 1870 V.
- Température de la source: 170°C.

Les conditions de programmation de l'appareillage de CPG (HP 5890) équipé d'une colonne capillaire HP SMS (30,00 m ; 2,25 mm), sont de 5°C.  $\text{mn}^{-1}$  à partir d'une température de 80°C jusqu'à 240°C. La température de l'injection est de 250°C. L'analyse spectrale des composés est réalisée par une identification de leurs homologues à l'aide de la banque de spectres chemstation HP NBS 75 K.L.

## PARTIE EXPERIMENTALE :

### Matière première :

La plante *Cardopatum amethystinum* a été récoltée au mois de Juillet 2001 de la région de Zaghouan (Tunisie) et a été identifiée à l'Ecole Supérieure d'Horticulture, Chott Méricm (Université du Centre, Sousse, TUNISIE) par le Docteur Féthia HARZALLAH-SKHIRI.

### Extraction :

La poudre de la partie aérienne préalablement séchée (2500 g) de la plante *Cardopatum amethystinum* a été soumise à une extraction par macération à froid dans du méthanol. Le résidu obtenu (340 g), après évaporation du solvant, a été ensuite soumis à une suite d'extractions successives par des solvants non miscibles à l'eau et de polarité croissante (l'acétate d'éthyle et le butan-1-ol). Après évaporation des solvants, les extraits à l'acétate d'éthyle (45 g) et butanolique (80 g) ont été obtenus.



### Isolement :

La figure 1 suivante résume les simplifications chromatographiques grossières et fines portées sur l'extrait à l'acétate d'éthyle aboutissant aux quatre substances naturelles **1**, **2**, **3** et **4**.

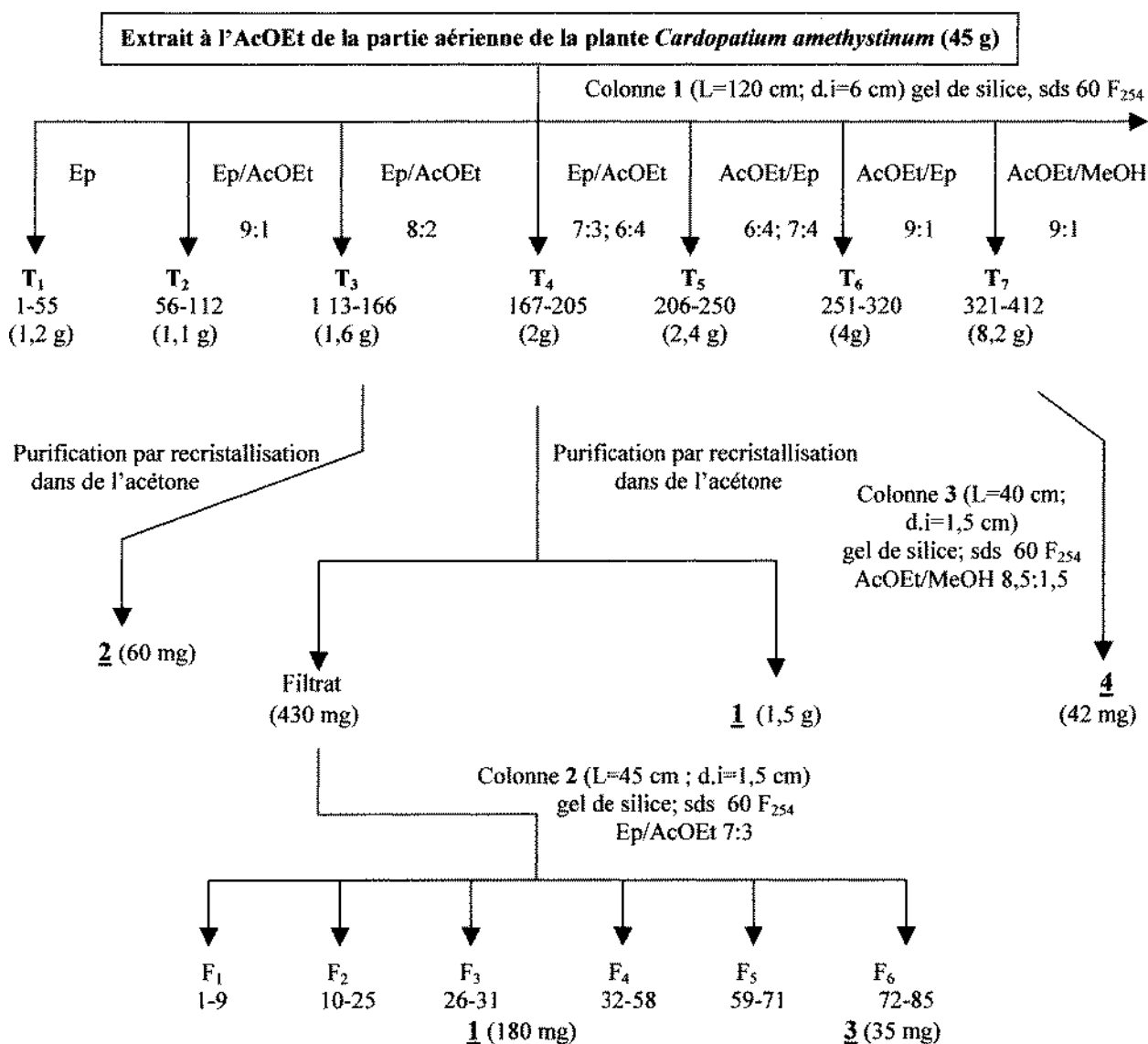


Figure 1

**Composé 1:** solide blanc (1,68 g); pf=148-150 °C (CHCl<sub>3</sub>); IR  $\nu_{\max}$  cm<sup>-1</sup> (KBr): 3316 (OH), 2943, 1639 (C=C) et 880; SM-IE  $m/z$  426 [M<sup>+</sup>], 411, 315, 257, 189, 81, 68, 55; RMN <sup>1</sup>H et <sup>13</sup>C voir Tableau I.

**Composé 2:** solide blanc (60 mg); IR  $\nu_{\max}$  cm<sup>-1</sup> (KBr): 1729 (CO ester), 1646 (C=C), 2916, 1383, 1266, 882; SM-IE  $m/z$  664 [M<sup>+</sup>], 647, 408, 317, 239, 191, 147, 57; RMN <sup>1</sup>H et <sup>13</sup>C voir Tableau I.

**Composé 3:** Cristaux blancs (35 mg); pf=167-169 °C (CHCl<sub>3</sub>); IR  $\nu_{\max}$  cm<sup>-1</sup> (KBr): 3440 (OH), 1654 (C=C), 1379, 964, 837; SM-IE  $m/z$  412 [M<sup>+</sup>], 351, 300, 271, 255, 159, 83, 69, 55, 41; RMN <sup>1</sup>H et <sup>13</sup>C voir Tableau II.

**Composé 4:** solide blanc (42 mg); pf= 257-259 °C (MeOH); IR  $\nu_{\max}$  cm<sup>-1</sup> (KBr): 3415 (OH), 1643 (C=C), 2934, 2874; SM-FAB:  $m/z$  599 [M+Na]<sup>+</sup>; RMN <sup>1</sup>H et <sup>13</sup>C voir Tableau III.





**Hydrolyse du composé 2 :** 40 mg du composé 2 ont été traités à reflux par une solution méthanolique de KOH (5%) pendant 3 heures. L'extrait chloroformique du mélange réactionnel a été lavé deux fois avec de l'eau distillée, puis séché sur Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydre. L'analyse par CPG/SM de l'extrait récupéré a montré l'existence du palmitate de méthyle 5. Sa purification sur une colonne de gel de silice éluee par EP/AcOEt 9:1 a permis l'obtention à l'état pur du composé 5 (15 mg, pf=30-33 °C).

#### REMERCIEMENTS :

Les auteurs expriment leurs remerciements à :

- Madame le Dr Féthia HARZALLAH-SKHIR (Ecole Supérieure d'Horticulture, Chott Mériem, Université du Centre, Sousse, TUNISIE) pour l'identification botanique de la plante objet du présent travail.
- Monsieur le Dr. S. ACHOUR (Institut National de la Recherche Scientifique et Technologique Borj-Sédria, Tunis, TUNISIE) pour l'enregistrement des spectres IR.

#### BIBLIOGRAPHIE

- [1] H. Ben Jannet, F. Harzallah-Skhiri, Z. Mighri, M.S.J. Simmonds, W.M. Blaney, *Fitoterapia*, **2000**, *71*, 105-112.
- [2] Y. Bouazizi, H. Ben Jannet, H. Boukamcha, J. Chriaa, F. Harzallah-Skhiri, Z. Mighri, *J. Soc. Alger. Chim.*, **2002**, *12*, 117-126.
- [3] M. A. Mahjoub, H. Ben Jannet, P. J. M. Abreu, Z. Mighri, *J. Soc. Chim. Tun.*, **2002**, *4*, 1419-1426.
- [4] H. Boukamcha, H. Ben Jannet, Y. Bouazizi, Z. Mighri, *Nat. Prod. Res.*, **2003**, *17*, 63-66.
- [5] G. Pottier-Alapetite, *Flore de la Tunisie*, **1981**, Publications Scientifiques Tunisiennes, Imprimerie Officielle de la République Tunisienne, Tunis, p.1026.
- [6] G. Mustapha, E. Anis, S. Ahmed, I. Anis, H. Ahmed, A. Malik, S. Shahzad-ul-Hassan and M. I. Ghoudhary, *J. Nat. Prod.*, **2000**, *63*, 881-883.
- [7] H. Kojima, H. Tominaga, S. Sato and H. Ogura, *Phytochemistry*, **1987**, *4*, 1107-1111.
- [8] N. Jahan, W. Ahmed and A. Malik, *J.Nat.Prod.*, **1995**, *58*,1244-1247.
- [9] A. Suae, J. Rovirosa et A. San-Martin, *Tetrahedron*, **1988**, *44*, 1359.
- [10] Goad L. In *Marine Natural Product: Chemical and Biological Perspectives*. (P.J. Scheuer. Ed). *Academic Press*. New York, **1978**, *2*, 75.
- [11] C. Lin, W. Tome, *J.Nat.Prod.*, **1991**, *54*, 998.
- [12] *Structure elucidation by NMR in Organic Chemistry, A proctocl guide*, Eberhard Breitmair, **1993**, John Wiley and Sons Ltd, p. 219.
- [13] H. Ben Salah, M. Bouaziz, A. Bahroun, M. Damak, A. Mc Killop, M. Simmonds, *J. Soc. Chim. Tun.*, **2000**, *4*, 647-652.

