

Institut Royal Colonial Belge

SECTION DES SCIENCES NATURELLES
ET MÉDICALES

Mémoires. — Collection in-8°.
Tome VI, fascicule 3.

Koninklijk Belgisch Koloniaal Instituut

AFDEELING DER NATUUR-
EN GENEESKUNDIGE WETENSCHAPPEN

Verhandelingen. — Verzameling
in-8°. — T. VI, aflevering 3.

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE CHIMIQUE
DES
LÉGUMINEUSES INSECTICIDES
DU CONGO BELGE

PAR

E. CASTAGNE,

INGÉNIEUR CHIMISTE, INGÉNIEUR BRASSEUR,

LICENCIÉ EN PHILOSOPHIE,

CHIMISTE AU LABORATOIRE DE RECHERCHES CHIMIQUES ET ONILOGIQUES
DE TERVUEREN.

(Mémoire couronné au Concours annuel de 1937.)



BRUXELLES

Librairie Falk fils,

GEORGES VAN CAMPENHOUT, Successeur,

22, Rue des Paroissiens, 22.

1938

LISTE DES MÉMOIRES PUBLIÉS

COLLECTION IN-8°

SECTION DES SCIENCES MORALES ET POLITIQUES

Tome I.

PAGÈS, le R. P., *Au Ruanda, sur les bords du lac Kivu (Congo Belge). Un royaume hamite au centre de l'Afrique* (703 pages, 29 planches, 1 carte, 1933) . . . fr. 125 »

Tome II.

LAMAN, K.-É., *Dictionnaire kikongo-français* (XCIV-1183 pages, 1 carte, 1936) . . . fr. 300 »

Tome III.

1. PLANQUAERT, le R. P. M., *Les Jaga et les Bayaka du Kwango* (184 pages, 18 planches, 1 carte, 1932) . . . fr. 45 »
2. LOUWERS, O., *Le problème financier et le problème économique au Congo Belge en 1932* (69 pages, 1933) . . . 12 »
3. MOUTOULLE, le D^r L., *Contribution à l'étude du déterminisme fonctionnel de l'industrie dans l'éducation de l'indigène congolais* (48 pages, 16 planches, 1934) . . . 30 »

Tome IV.

MERTENS, le R. P. J., *Les Ba dzing de la Kamisha (1^{re} partie : Ethnographie)* (381 pages, 3 cartes, 42 figures, 10 planches, 1935) . . . 60 »

Tome V.

1. VAN REETH, de E. P., *De Rol van den moederlijken oom in de inlandsche familie* (Verhandeling bekroond in den jaarlijkschen Wedstrijd voor 1935) (35 bl., 1935) . . . 5 »
2. LOUWERS, O., *Le problème colonial du point de vue international* (130 pages, 1936) . . . 20 »
3. BITTREMIEUX, le R. P. L., *La Société secrète des Bakhimba au Mayombe* (327 pages, 1 carte, 8 planches, 1936) . . . 55 »

Tome VI.

MOELLER, A., *Les grandes lignes des migrations des Bantous de la Province Orientale du Congo belge* (578 pages, 2 cartes, 6 planches, 1936) . . . 100 »

Tome VII.

1. STRUYF, le R. P. I., *Les Bakongo dans leurs légendes* (280 pages, 1936) . . . 55 »
2. LOTAR, le R. P. L., *La grande chronique de l'Ubangi* (99 pages, 1 figure, 1937) . . . 15 »
3. VAN CAENEGHEM, de E. P. R., *Studie over de gewoontelijke strafbepalingen tegen het overspel bij de Baluba en Ba Lulua van Kasai* (Verhandeling welke in den Jaarlijkschen Wedstrijd voor 1937, den tweeden prijs bekomen heeft) (56 bl., 1938) . . . 10 »

Tome VIII.

HULSTAERT, le R. P. G., *Le mariage des Nkundó* (520 pages, 1 carte, 1938) . . . 100 »

SECTION DES SCIENCES NATURELLES ET MÉDICALES

Tome I.

1. ROBYNS, W., *La colonisation végétale des laves récentes du volcan Rumoka (laves de Kateruzi)* (33 pages, 10 planches, 1 carte, 1932) . . . fr. 15 »
2. DUBOIS, le D^r A., *La lèpre dans la région de Wamba-Pawa (Uele-Nepokô)* (87 pages, 1932) . . . 13 »
3. LEPLAE, E., *La crise agricole coloniale et les phases du développement de l'agriculture dans le Congo central* (31 pages, 1932) . . . 5 »
4. DE WILDEMAN, E., *Le port suffrutescent de certains végétaux tropicaux dépend de facteurs de l'ambiance!* (51 pages, 2 planches, 1933) . . . 10 »
5. ADRIAENS, L., CASTAGNE, E. et VLASSOV, S., *Contribution à l'étude histologique et chimique du Sterculia Bequaerli De Wild.* (112 pages, 2 planches, 28 fig., 1933) . . . 24 »
6. VAN NITSEN, le D^r R., *L'hygiène des travailleurs noirs dans les camps industriels du Haut-Katanga* (248 pages, 4 planches, carte et diagrammes, 1933) . . . 45 »
7. STEYAERT, R. et VRYDAGH, J., *Etude sur une maladie grave du cotonnier provoquée par les piqûres d'Helopeltis* (55 pages, 32 figures, 1933) . . . 29 »
8. DELEVOY, G., *Contribution à l'étude de la végétation forestière de la vallée de la Lukuga (Katanga septentrional)* (124 pages, 5 planches, 2 diagr., 1 carte, 1933) . . . 40 »

Tome II.

1. HAUMAN, L., *Les Lobelia géants des montagnes du Congo belge* (52 pages, 6 figures, 7 planches, 1934) . . . 15 »
2. DE WILDEMAN, E., *Remarques à propos de la forêt équatoriale congolaise* (120 p., 3 cartes hors texte, 1934) . . . 26 »
3. HENRY, G., *Etude géologique et recherches minières dans la contrée située entre Ponthierville et le lac Kivu* (51 pages, 6 figures, 3 planches, 1934) . . . 16 »
4. DE WILDEMAN, E., *Documents pour l'étude de l'alimentation végétale de l'indigène du Congo belge* (264 pages, 1934) . . . 35 »
5. POLINARD, E., *Constitution géologique de l'Entre-Lulua-Bushimaie, du 7° au 8° parallèle* (74 pages, 6 planches, 2 cartes, 1934) . . . 22 »

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE CHIMIQUE
DES
LÉGUMINEUSES INSECTICIDES
DU CONGO BELGE

PAR

E. CASTAGNE,

INGÉNIEUR CHIMISTE, INGÉNIEUR BRASSEUR,
LICENCIÉ EN PHILOSOPHIE,
CHIMISTE AU LABORATOIRE DE RECHERCHES CHIMIQUES ET ONTOLOGIQUES
DE TERVUEREN.

Mémoire couronné au Concours annuel de 1937.

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE CHIMIQUE
DES
LÉGUMINEUSES INSECTICIDES
DU CONGO BELGE

PREMIERE PARTIE

GENERALITES ET METHODES.

On sait qu'un certain nombre de plantes, appartenant toutes à la famille des Légumineuses, contiennent des corps qui, tout en étant très peu toxiques pour les animaux à sang chaud, constituent de violents poisons pour les animaux inférieurs.

L'immense intérêt économique que présente la lutte contre les invasions croissantes des insectes a incité les chimistes et les agronomes à diriger leurs investigations vers l'étude de ces plantes et des produits qu'elles renferment.

Aussi, depuis quelques années une foule de recherches sur ces questions ont été entreprises. En avril 1932, Roark publiait déjà un relevé contenant 456 références se rapportant à des travaux parus sur les Derris et autres espèces voisines utilisées comme insecticides. Depuis lors les publications sur les mêmes sujets se sont succédé à un rythme accéléré.

Nous ne nous proposons pas d'en donner la liste.

Toutes les espèces étudiées jusqu'ici appartiennent aux genres suivants :

<i>Derris</i> (<i>Galedupa-Deguelia</i>);	<i>Lonchocarpus</i> ;
<i>Tephrosia</i> (<i>Cracca</i>);	<i>Pachyrhizus</i> ;
<i>Cuculus</i> ;	<i>Mondulea</i> ;
<i>Milletia</i> ;	<i>Spatholobus</i> .

Le champ livré à l'investigation reste immense encore si l'on songe, par exemple, que des 400 espèces environ que comporte le seul genre *Tephrosia*, quelques-unes seulement ont fait l'objet d'études systématiques.

Les résultats des modestes recherches qui sont exposées dans les pages qui suivent se rapportent à l'étude chimique de quelques échantillons de Légumineuses provenant du Congo belge.

Sans vouloir refaire ici l'histoire, si souvent répétée ⁽¹⁾ déjà, des plantes dites à « Rotenone », il nous semble utile, pour préciser les idées, de rappeler quelques faits se rapportant à la nature, à la composition et au dosage des produits contenus dans ces plantes.

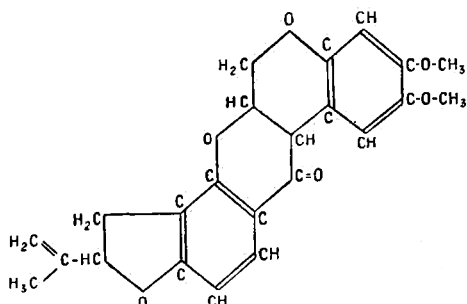
I. — LES CONSTITUANTS DES LEGUMINEUSES INSECTICIDES.

A. — ROTENONE.

Le plus important des principes actifs contenus dans ces plantes est la *Roténone* C₂₃H₂₂O₆. Sa constitution a été établie par les travaux de La Forge, Butenandt et Robertson. Elle est constituée par un noyau central de déhydro-pyrone en liaison, d'une part, avec une déhydrobenzopyrane et, d'autre part, avec une déhydrobenzofurane. Elle contient deux groupes méthoxyles.

⁽¹⁾ Voir, à ce sujet, l'étude très documentée de F. WILBAUX dans les *Annales de Gembloux*, janvier-février 1935.

Voici la formule proposée :



La roténone se présente à l'état pur sous forme de cristaux orthorhombiques, transparents et incolores, fondant à 163°.

Elle réduit la liqueur de Fehling et le nitrate d'argent ammoniacal. Elle possède un pouvoir rotatoire lévogyre élevé qui varie fortement avec le solvant employé pour la dissoudre. On trouverait, par exemple :

Benzène	— 233°
Toluène	— 109°
C ₆ H ₄	— 108°
Alcool absolu	— 124°
Acétone	— 105°

Jones et Smith ont déterminé la solubilité de la roténone à 20° dans divers dissolvants. Ils indiquent les chiffres suivants :

100 cc. acétone dissolvant . . .	6,9 gr. de roténone
100 cc. alcool absolu	0,2 gr. id.
100 cc. méthano!	0,2 gr. id.
100 cc. benzène	8,5 gr. id.
100 cc. tétrachlorure de carbone	0,6 gr. id.
100 cc. sulfure de carbone . . .	1,6 gr. id.
100 cc. chloroforme	73,4 gr. id.
100 cc. éther	0,4 gr. id.
100 cc. toluène	6,7 gr. id.
100 cc. xylène	3,5 gr. id.
100 cc. trichloréthylène	19,0 gr. id.
100 cc. acide acétique	8,6 gr. id.

La solubilité de la roténone dans les solvants organiques augmente fortement avec la température.

Elle forme, suivant Jones, des combinaisons moléculaires cristallines avec l'acide acétique, le tétrachlorure de carbone, le chloroforme et le benzène. Ces composés contiennent respectivement 7,2-27, 5-22,5 et 16,3% de solvant.

L'air et la lumière ont une action profonde sur les solutions de roténone dans les solvants organiques.

Sous leur action elles passent de l'incolore au jaune, puis à l'orangé et finalement au rouge foncé. Cette variation dans la couleur est accompagnée d'un dépôt de cristaux de déshydroroténone et de roténonone, corps inactifs comme insecticides.

A l'état cristallin la roténone est plus stable. Elle serait inaltérable dans cet état à la lumière diffuse. Suivant Roark, réduite à l'état de poussière, elle perdrait tout pouvoir insecticide après dix jours d'exposition à la lumière solaire.

En solution aqueuse elle s'altère également, surtout si le milieu est alcalin.

La roténone possède une série de réactions colorées qui sont fréquemment utilisées pour son identification.

1. RÉACTION DE JONES ET SMITH ⁽¹⁾. — Traitée en solution acétonique par son volume d'acide nitrique, la roténone donne une coloration rouge brillant qui, après neutralisation par le bicarbonate de soude, passe au bleu sous l'action des alcalis.

Lorsqu'on dilue la liqueur rouge avant l'action de l'alcali, la coloration est plus stable et l'on peut déceler jusqu'à 1/10^e de milligramme de roténone.

On a tenté sans succès de rendre cette réaction quantitative pour le dosage colorimétrique de la roténone.

⁽¹⁾ H. A. JONES et C. M. SMITH, *Ind. Engen. Chim.* (Analyt. Edition), t. 5, n° 1, pp. 75-76, 15 janvier 1933.

Cette réaction serait également positive avec le toxicarol, la téphrosine et la déguéline.

Wattiez, Lagrange, Ghigny ⁽¹⁾ opèrent de la façon suivante :

Une solution acétonique à 0,1 % de roténone ou d'un corps voisin est traitée par son volume d'acide nitrique 1/1; après trente secondes, on dilue, on neutralise par NaHCO_3 , puis on alcalinise par NH_4OH .

2. RÉACTION DE DANKWORT, V. BUDDÉ ET BAUMGARTEN. — Si à 1 milligramme de roténone on ajoute 6 à 8 gouttes d'acide sulfurique, il apparaît une coloration jaune orangé intense qui, par addition d'un cristal de nitrite de sodium, vire peu à peu au violet-rouge intense: on peut en déceler ainsi 0,1 mgr.

D'après Wattiez, Lagrange et Ghigny, la réaction est également positive avec la téphrosine et la déguéline.

Ces auteurs remplacent le nitrite de soude par la chloramine. Dans ces conditions la réaction est positive avec les corps suivants : déguéline, roténone, déhydroroténone, déhydrodéguéline, isodéhydroroténone, déhydroroténone.

3. ROGERS ET CALAMARI ⁽²⁾ signalent que la roténone dissoute dans des solvants organiques tels que le chloroforme, le dichlorétane, le tétrachlorure de carbone, l'éther, l'alcool et l'acétone développe des colorations bleues ou violacées en présence des phénols et d'acide chlorhydrique. Ils proposent en particulier le mode opératoire suivant :

Agiter une solution chloroformique de thymol contenant une trace de roténone avec HCl concentré, plus 0,2 % de HNO_3 concentré. L'apparition de la teinte a lieu au bout de deux minutes.

(1) WATTIEZ, LAGRANGE, GHIGNY. *Bull. Institut Col.*, VI, 1935, 2, p. 418.

(2) H. et B. ROGERS et J. A. CALAMARI, *Ind. Engen. Chim. (Analyt. Edition)*, t. 8, p. 135, 1936.

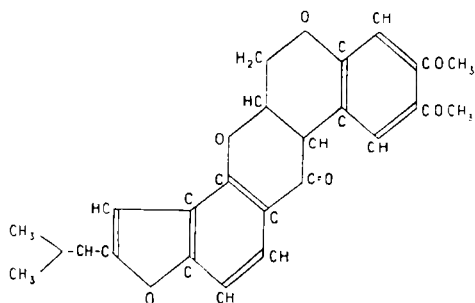
Cahn et Boam (1) signalent que la vitesse de production et l'intensité de la coloration sont profondément affectées par la teneur en HNO_2 de HNO_3 .

Produits dérivés de la roténone.

1. Isoroténone $\text{C}_{23}\text{H}_{22}\text{O}_6$.

C'est un isomère de la roténone qui se forme par l'action de l'acide sulfurique concentré sur la roténone.

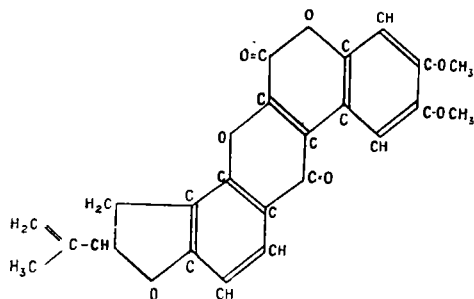
On lui attribue la formule suivante :



Elle fond à 184° et donne les réactions colorées de la roténone.

2. Roténonone $\text{C}_{23}\text{H}_{18}\text{O}_7$.

C'est un produit d'oxydation de la roténone par l'acide chromique. Sa formule paraît être la suivante :

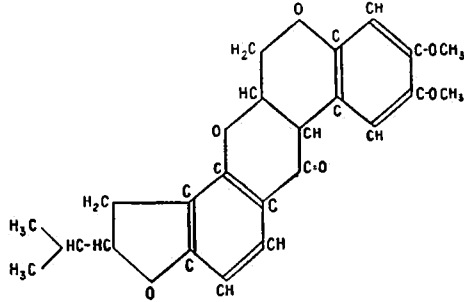


(1) CAHN, R. S., et BOAM, J. J., *Chemistry Industry*, 55, 384, 1936.

Se présente sous forme d'aiguilles jaune foncé, fondant à 298° et ne réduisant pas la liqueur de Fehling.

3. Dihydroroténone $C_{23}H_{21}O_6$.

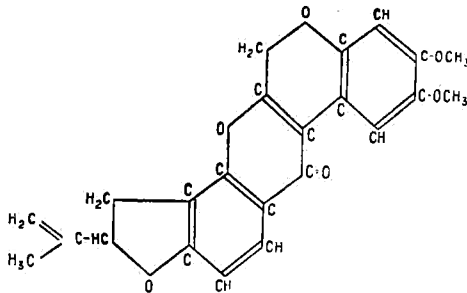
Produit d'hydrogénation catalytique de la roténone ayant pour formule :



Ce sont des cristaux incolores fondant à 164° , ayant un pouvoir rotatoire dans le chloroforme de -225° à 20° pour la raie α du sodium et donnant les réactions colorées de la roténone.

4. Déshydroroténone $C_{23}H_{20}O_6$.

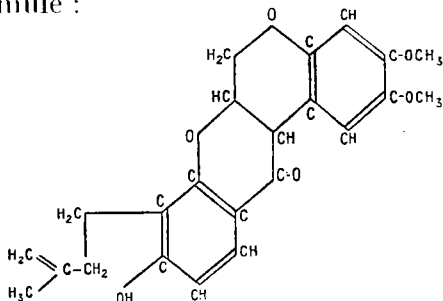
Ce corps se forme en oxydant la roténone par le ferri-cyanure de potasse ou l'iode. Il a pour formule :



Ce sont des cristaux jaunes fondant à 225° ayant α_D^{20} de -43° dans le chloroforme.

5. **Acide roténonique** $C_{23}H_{24}O_6$.

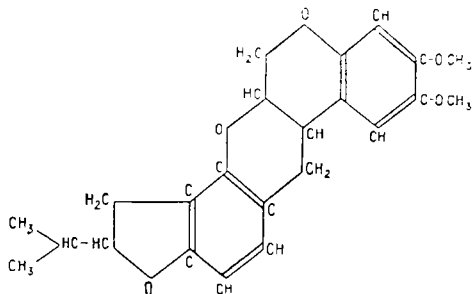
Provient également de l'hydrogénation de la roténone;
il a pour formule :



Cet acide fond à 209° et a un α_D^{20} de $+45''$.

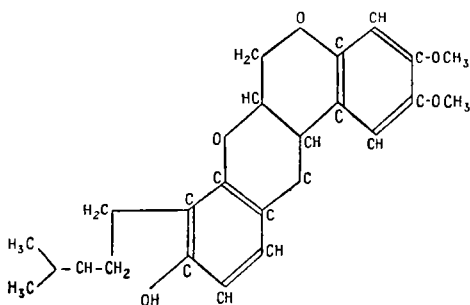
6. **Dihydro-désoxyroténone** $C_{26}H_{26}O_5$.

Se produit au cours de l'hydrogénation catalytique de la roténone. On lui attribue la formule de structure suivante :



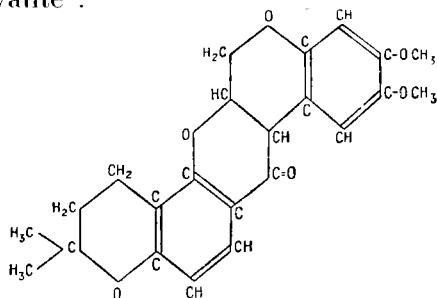
7. **Acide dihydroroténonique** $C_{23}H_{26}O_6$.

Se produit par l'hydrogénation catalytique de la dihydroroténone. Elle a pour formule de structure :



8. β dihydrotroténone $C_{23}H_{26}O_6$.

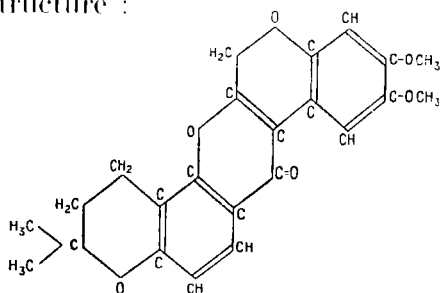
Se produit par l'action de l'acide sulfurique concentré sur l'acide roténonique. On lui attribue la formule de structure suivante :



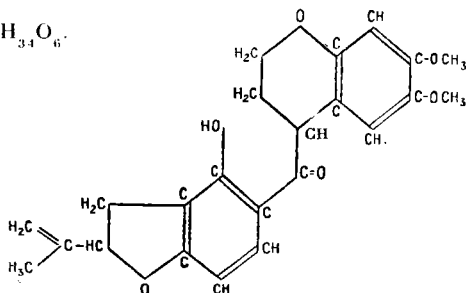
Son point de fusion est de 156° et son α_D à 34° dans le chloroforme est de $-26^{\circ}5$.

9. Déhydro β dihydrotroténone $C_{23}H_{22}O_6$.

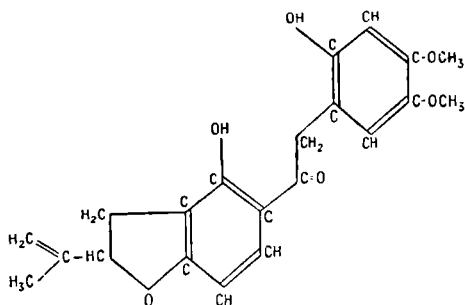
S'obtient par oxydation du corps précédent. Il a pour formule de structure :



Fond à 269° .

10. Roténol $C_{24}H_{34}O_6$.

Point de fusion 120° ; $\alpha_D^{20} = -77^{\circ}$ dans le chloroforme.

11. Derritol $C_{21}H_{22}O_6$.

Corps cristallin, jaune, fondant à 164° et possédant un α_D de $-66^\circ 2$ dans le chloroforme.

Nous ne ferons que citer les corps provenant de la rupture complète de la molécule de la roténone :

Acide tubaïque ($C_{12}H_{12}O_4$) P. F. = 129° — $\alpha_D^{20} = 82^\circ, 2$

Acide roténique ($C_{12}H_{12}O_4$) P. F. = 183° — *inactif*

Tubanol $C_{11}H_{11}-O-OH$.

Acide dihydrotubaïque.

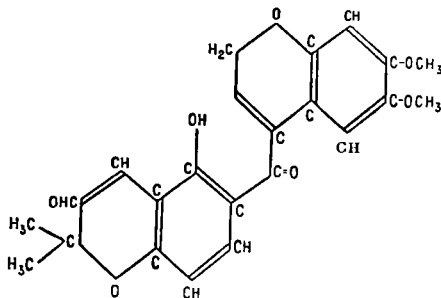
Acide tétrahydrotubaïque.

Acide nétorique $C_{12}H_{14}O_5$.

La roténone donne également des produits de chloruration, de bromuration et de méthylation.

B. — LE TOXICAROL.

Le toxicarol s'obtient par saponification des extraits de différentes légumineuses douées de propriétés insecticides.



Il cristallise en aiguilles jaune soufre fondant à 219°. Il répond à la formule $C_{23}H_{22}O_7$. Bultenandt et Hilgetag lui attribuent la formule de structure ci-dessus.

Il présente, comme nous l'avons déjà dit, les mêmes réactions de la coloration que la roténone.

Produits dérivés du toxicarol.

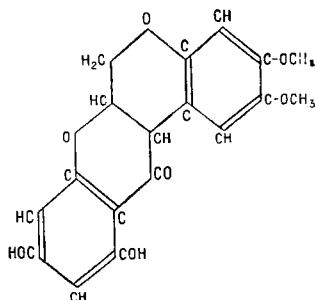
1. Déhydrotoxicarol.

Par oxydation faible, le toxicarol produit le *déhydrotoxicarol*, corps jaune, cristallin, fondant à 234°.

Ce corps a été trouvé par Clark et Keenan (1) dans des extraits de racines de Derris où il n'y avait pas de roténone, et par Merz (2) dans les graines de *Tephrosia Vogellii*.

2. Apotoxicarol.

Ce corps répond à la formule $C_{28}H_{16}O_7$; il fond à 245°5 et se présente sous forme d'aiguilles cristallines incolores. Sa formule de constitution serait la suivante :



Il prend naissance lorsqu'on traite le toxicarol par une solution alcoolique de potasse.

3. Dihydrotoxicarol.

C'est un produit d'hydrogénation du toxicarol. Il se présente sous forme d'aiguilles légèrement verdâtres, fondant à 109°, et répond à la formule $C_{22}H_{24}O_7$.

(1) CLARK et KEENAN, *Journal of the American chemical Society*, vol. 55, n° 1, p. 422, janvier 1933.

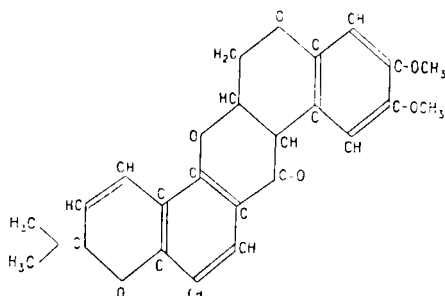
(2) MERZ, *Arch. Pharm.*, 270, 362, 1932.

C. — LA DEGUÉLINE.

La déguéline est un isomère de la roténone, $C_{23}H_{22}O_6$; elle se présente sous forme de cristaux vert pâle ou incolores, fondant à 171° .

Telle qu'on l'obtient par saponification des extraits végétaux, elle est optiquement inactive.

Clark lui attribue la formule de constitution suivante :

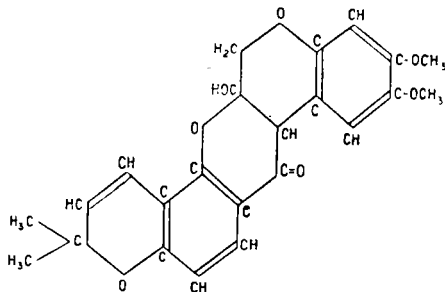


Elle donne les mêmes réactions colorées que la roténone et le toxicarol et notamment la réaction de Jones.

Dérivés de la déguéline.

1. Déhydrodéguéline.

C'est un produit d'oxydation de la déguéline par le ferricyanure de potassium en milieu alcalin. Il cristallise en aiguilles jaune clair et fond à 223° . La formule brute est $C_{23}H_{20}O_6$. Sa constitution serait représentée par la formule suivante :



C'est aussi un produit naturel. Il a été extrait par Clark et Keenan des extraits de racines de Derris en même temps que le déhydrotoxicarol.

2. Dihydro-déhydrodéguéline.

La formule de ce corps, $C_{22}H_{22}O_6$, est identique à celle de la déhydro-beta dihydroroténone dont nous avons parlé déjà.

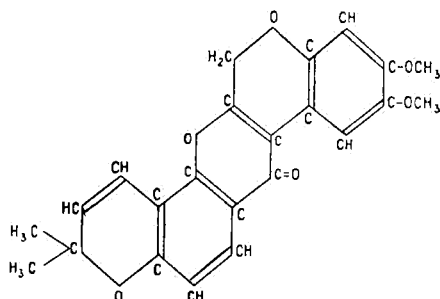
Il est obtenu par hydrogénation de la déhydrodéguéline.

3. Déhydrodéguéline.

Ce corps de formule $C_{23}H_{18}O_7$ fond à 287° . Il est obtenu par oxydation de la déguéline par l'acide chromique.

D. — TEPHROSINE ET ISOTEPHROSINE $C_{23}H_{22}O_7$.

Ces corps répondent à la formule suivante :



Ils diffèrent par la position du groupement OH, qui peut se trouver comme il est indiqué dans la formule ci-dessus ou sur l'atome de carbone qui lui fait face.

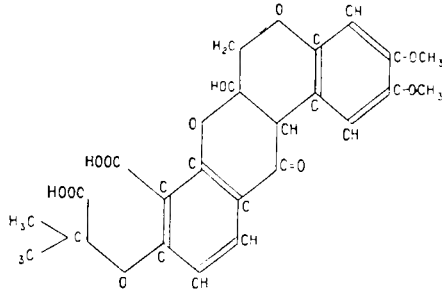
On ne sait d'ailleurs pas encore auquel des deux corps, téphrosine ou isotéphrosine, correspond chaque structure.

La téphrosine fond à 198° et l'isotéphrosine à 252° . Elles sont l'une et l'autre inactives dans les conditions où on les obtient au laboratoire.

Dérivés de la Téphrosine.

1. Acide téphrosine-dicarboxylique $C_{23}H_{22}O_{11}$.

Par oxydation de la téphrosine au moyen du permanganate de potasse on obtient l'acide *téphrosine-dicarboxylique*, $C_{23}H_{22}O_{11}$, fondant à 221°. On lui donne la formule de structure suivante :



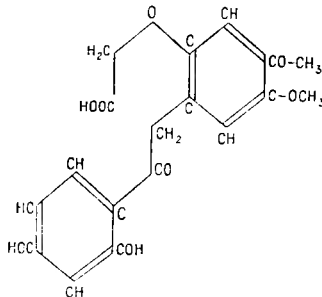
Il se présente sous forme de cristaux jaunes.

2. Acide téphrosine monocarboxylique.

Par hydrolyse cet acide donne un acide monobasique, de l'acide *téphrosine monocarboxylique* et de l'acide hydroxy-isobutylique $C_4H_8O_3$.

3. Acide téphrosique.

Cet acide, $C_{18}H_{18}O_8$, fond à 196°. Il est obtenu par oxydation au moyen du permanganate de l'acide téphrosine dicarboxylique. On lui attribue la constitution suivante :



II. — DOSAGE DE LA ROTENONE ET DES CORPS VOISINS.

De tous les corps que l'on vient de passer en revue, la plupart sont des produits de synthèse obtenus au laboratoire. Un petit nombre seulement ont été rencontrés dans la nature. Ce sont, en ordre principal, la rotenone, le toxicarol, la déguéline et la téphrosine. Ont été rencontrés aussi, mais beaucoup plus rarement, la déhydrodéguéline et le déhydrotoxicarol, extraits par Clark et Keenan de certaines racines de Derris, comme nous l'avons signalé déjà; l'isotéphrosine, extraite par Clark et Claborn du *Lonchocarpus Nicou* et la déhydroroténone obtenue par Clark, également des racines de *Tephrosia (Cracca) Virginiana*.

Tous ces composés, la *rotenone* exceptée, n'ont été obtenus qu'après saponification des extraits de plantes, saponification qui semble, comme l'ont fait remarquer justement Haller et La Forge (1), modifier plus ou moins profondément l'état naturel de ces corps et surtout provoquer leur racémisation. Nous reviendrons plus loin sur ce fait en traitant de la puissance insecticide de ces divers composés.

On a admis jusqu'en ces derniers temps que la toxicité des Légumineuses pour les insectes était fonction de leur teneur en rotenone. De là l'usage qui a prévalu de fixer la valeur des produits livrés au commerce en déterminant par analyse leur richesse en rotenone.

De là aussi l'empressement mis par les chimistes à mettre au point une méthode exacte et rapide de dosage de la rotenone. Ils se sont malheureusement heurtés à

(1) H. I. HALLER et P. B. LA FORGE, *Journal of American chemical Society*, vol. 56, p. 2415, novembre 1934.

toutes les difficultés qu'on rencontre toujours quand il s'agit de doser un produit organique dans un mélange aussi complexe qu'un extrait de plantes. Aussi il n'existe à l'heure actuelle aucune méthode parfaite de dosage de la roténone.

Nous allons passer en revue les plus importantes de celles qui ont été proposées et nous signalerons en même temps celles auxquelles nous avons donné notre préférence au cours de ce travail.

A. — Méthodes pondérales.

a) MÉTHODES UTILISANT L'ÉTHÉR SULFURIQUE COMME SOLVANT.

1. MÉTHODE DE ROARK. — Cette méthode fut la première utilisée. Elle consiste à épuiser par l'éther sulfurique le produit à analyser, finement moulu, à faire cristalliser la roténone par concentration de l'extrait, et à le peser.

Spoon⁽¹⁾ a établi une technique bien définie que voici :

L'échantillon est moulu assez finement, de manière à passer à travers un tamis de soie à mailles de $\frac{1}{2}$ mm. 100 gr. de mouture sont extraits pendant 15 heures dans un appareil Soxhlet au moyen d'éther pur et anhydre, puis la solution obtenue est concentrée au volume de 25 cc. La roténone cristallisée est séparée après 2 jours de repos, séchée à 100°-102° et pesée.

L'extrait éthéré est déterminé en extrayant dans les mêmes conditions 5 gr. de mouture et en séchant à 100°-102°.

L'humidité est déterminée en séchant à 100°-102° 5 gr. de mouture.

Cette méthode, que nous avons souvent utilisée, donne

(1) I. W. SPOON, *Berichten van de Afdeeling Handelsmuseum van de Koninklijke Vereeniging Koloniaal Instituut*, n° 63, blz. 11.

des résultats satisfaisants, quand la teneur en roténone est suffisamment élevée.

Ces résultats dépendent essentiellement du degré de finesse de la mouture. Beaucoup d'échantillons, de racines surtout, sont très fibreux et il n'est pas toujours commode de les réduire entièrement en poudre impalpable. Nous avons toujours obtenu de bons résultats en utilisant de petits moulins centrifuges à marteaux mobiles et tournant à grande vitesse.

Un autre écueil est que, lorsque la teneur en roténone du matériel analysé est trop faible, elle ne cristallise pas.

Il arrive aussi que la roténone est accompagnée de grandes quantités de produits résineux non cristallisés. Il peut encore se faire que la roténone obtenue soit très impure. Il faut alors lui faire subir une ou plusieurs cristallisations supplémentaires, ce qui ne se fait jamais sans perte.

2. KOOLHAAS⁽¹⁾ a cru se mettre à l'abri de ces causes d'erreurs en opérant comme suit :

La matière est finement pulvérisée, de manière à passer à travers un tamis n° 80 (29 mailles par cm.), puis est extraite au Soxhlet pendant 48 heures, avec de l'éther pur et sec, rectifié sur sodium. L'extrait est centrifugé dans un tube de 100 cc. et abandonné à la température ordinaire, puis 2 jours à 0°.

Après ce terme on centrifuge de nouveau pendant 2 ou 3 minutes, en se servant d'une gaine de métal refroidie et d'une centrifuge tournant à 3,500 tours par minute. On lave les cristaux obtenus au moyen de 10 cc. d'éther refroidi à 0° pendant 24 heures.

Les liquides restants sont mis à la glacière pendant un jour. La roténone qui se dépose encore est ajoutée à la masse principale, tandis que les cristaux restés dans le

(1) KOOLHAAS, *Bull. Jardin botanique Buitenzorg*, 53, 12, blz. 565.

tube sont chauffés à 80° sous vide, puis séchés sous exsiccateur.

On s'assure alors de l'état de pureté de la roténone en prenant son point de fusion. S'il est inférieur à 120°, on la reprend par 10 cc. d'éther et l'on recommence la série des opérations ci-dessus.

Enfin, pour fixer la quantité d'impuretés restant, on se sert d'une courbe analogue à celle figurée ci-contre et dressée de la manière suivante :

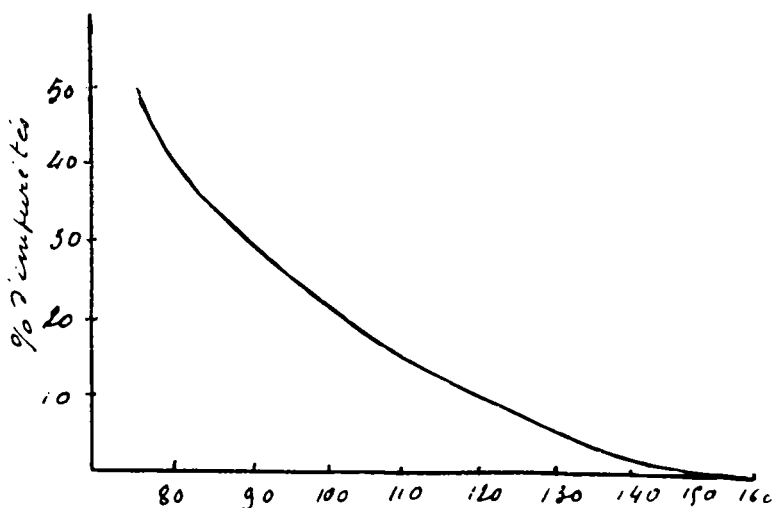


FIG. 1.

Le résidu de cristallisation de la roténone est évaporé sous vide et séché à 80°. De la roténone est ajoutée en quantité variable à ce résidu et chaque fois on détermine le point de fusion du mélange.

Il est entendu qu'une courbe doit être établie pour chaque plante, la nature des impuretés étant variable de l'une à l'autre.

Cette méthode est sans doute élégante, mais longue et compliquée. De l'aveu de Koolhaas lui-même, elle n'est qu'approximative.

b) MÉTHODES UTILISANT LE TÉTRACHLORURE DE CARBONE
COMME SOLVANT.

1. JONES ⁽¹⁾ propose la technique suivante :

50 gr. de plante séchée sont extraits au Soxhlet par le tétrachlorure de carbone pendant huit à dix heures. L'extrait est concentré à 25 cc. et abandonné pendant 24 heures. La roténone se sépare sous forme d'aiguilles cristallines contenant par molécule une molécule de solvant. Avant filtration, on refroidit l'extrait dans la glace pour obtenir une cristallisation intégrale. Le précipité, lavé au tétrachlorure de carbone, est essoré et séché à l'air libre. Il retient dans ces conditions une molécule de CCl_4 . Il faut multiplier son poids par 0,719 pour obtenir le poids de roténone.

2. GEORGI ET TEIK ⁽²⁾ opèrent à peu près de la même manière, mais ils redissolvent le précipité obtenu dans l'alcool bouillant à raison de 25 cc. par gramme. Ils filtrent et lavent le filtre avec 5 cc. d'alcool bouillant. Le filtrat est laissé au repos pendant au moins 12 heures. La roténone pure cristallise de nouveau. Elle est filtrée sur papier, dans un creuset de Gooch, lavée avec 5 cc. d'alcool froid et pesée. On détermine en outre le volume du filtrat alcoolique et l'on tient compte de la quantité de roténone qui s'y trouve contenue, en se basant sur une solubilité de 0,2 gr. de roténone pour 100 cc. de solution.

Le dosage de l'humidité se fait par la méthode au xylène.

Ces méthodes donnent sans doute de bons résultats, mais on peut leur faire le même reproche qu'à celle de Roark.

(1) JONES, *Ind. Engen. Chim.* (Analyt. Edition), t. 5, n° 1, pp. 23-26, 15 janvier 1923.

(2) GEORGI et TEIK, *Depart. Agric. Straits Shlts Scientif. Ser.*, n° 12, pp. 1-30, 1933.

3. CAHN ET BOAM (1) prétendent obtenir des résultats plus précis, surtout quand on se trouve en présence de faibles teneurs en roténone, en utilisant la méthode suivante :

La racine de Derris est broyée et passée au tamis de 50 mailles.

Avant extraction on la sèche dans un dessiccateur à vide, jusqu'à ce que la teneur en eau soit de 5%. On soumet alors à l'épuisement par du trichloréthylène bouillant une quantité de racines suffisante pour donner 5 à 10 gr. d'extrait.

Après 8 heures on change le solvant et l'on continue l'extraction encore pendant 4 heures. Si la solution obtenue a une coloration jaune prononcée on prolonge l'opération, avec du solvant frais, pendant 4 nouvelles heures. On réunit toutes ces solutions, on les filtre au besoin, et l'on évapore jusqu'à ce que l'extrait s'épaississe. On laisse passer un courant d'air à travers le flacon contenant l'extrait et l'on chauffe. Lorsque l'odeur du solvant a disparu, on pèse le flacon, et l'on détermine ainsi la quantité approximative de la résine. On la dissout alors rapidement dans deux parties de tétrachlorure de carbone chaud (x gr. de résine dans $2x$ de solvant) saturé de roténone; on refroidit, on amorce avec quelques cristaux de roténone et on laisse reposer jusqu'au lendemain. On filtre alors dans un creuset de Gooch recouvert de papier filtre; on lave les cristaux avec du tétrachlorure de carbone saturé de roténone jusqu'à ce que le filtrat soit presque incolore, et l'on sèche jusqu'à poids constant. Le poids des cristaux multiplié par 0,72 donne la quantité de roténone.

On détermine l'extrait total en évaporant la solution de trichloréthylène à sec et en séchant jusqu'à poids constant dans une étuve à 100° C.

(1) R. S. CAHN et J. J. BOAM, *J. Soc. chim. Ind.*, t. 54, n° 8, février 1935.

Si la résine est pauvre en roténone, on dissout 1 gr. de roténone et 4 gr. de résine de Derris dans 10 cc. de tétrachlorure de carbone; on laisse reposer la solution jusqu'au lendemain et l'on opère comme ci-dessus.

B. — Méthode polarimétrique.

De tous les composants actifs des plantes légumineuses insecticides la roténone est le seul corps à posséder un pouvoir rotatoire notable. Aussi a-t-on songé à utiliser cette propriété à son dosage. Dankwort, Budde et Baumgarten ⁽¹⁾ ont décrit la technique suivante :

Faire macérer 3 gr. de poudre de racines dans 30 cc. de benzène pendant 24 heures à la température ordinaire. La solution benzénique est examinée au tube de 1 dm. La teneur pour cent de roténone est donnée par la formule $\frac{\alpha \times 1000}{233}$. Cette méthode donne des résultats généralement un peu plus forts que ceux des autres méthodes, parce qu'il existe généralement, à côté de la roténone, d'autres substances légèrement optiquement actives.

Avec des teneurs faibles en roténone la déviation lue au polarimètre est généralement très peu importante. Aussi avons-nous jugé utile d'opérer sur des quantités plus importantes de produits. Nous faisons macérer 25 gr. de substance dans 25 cc. de benzène. Il arrive cependant que cette quantité de dissolvant ne mouille pas complètement le produit. Dans ce cas nous en avons utilisé un multiple simple de 25, soit 50,75, ou même 100 cc. En outre, chaque fois que c'est possible nous utilisons un tube de 2 dm.

Il faut évidemment tenir compte de ces concentrations nouvelles dans le calcul des résultats.

Une remarque importante doit être faite au sujet de cette méthode. Elle ne vaut réellement que si la roténone

(1) P. W. DANKWORT, H. BUDDÉ et G. BAUMGARTEN, *Arch. Pharmacie*, n° 4, pp. 561-569, avril 1934.

est le seul corps à posséder un pouvoir rotatoire notable. Or nous avons déjà fait remarquer que si des corps comme le toxicarol, la déguéline et la téphrosine tels qu'on les obtient après saponification sont inactifs sur la lumière polarisée, rien n'autorise à dire qu'ils n'ont pas été racémisés et qu'ils n'existent pas dans la plante sous une forme optiquement active.

C. — Méthodes colorimétriques.

Nous avons signalé déjà les réactions de coloration que donne la roténone en solution dans les dissolvants organiques en présence de phénols et d'acide chlorhydrique. Cette réaction a été récemment utilisée pour le dosage de la roténone. Roger et Calamari ⁽¹⁾ proposent les deux techniques suivantes :

1. Mélanger 10 cc. d'une solution chloroformique renfermant 0,05 à 2,5 mgr. de roténone par centimètre cube, 10 cc. d'une solution chloroformique de thymol (10 gr. de thymol pour 100 cc. de chloroforme) et 2 cc. d'un réactif préparé par addition de 2,5 cc. d'une solution à 3 % d'eau oxygénée à 100 cc. d'acide chlorhydrique concentré. Agiter pendant une minute et exposer le mélange à l'action intense d'une lampe à vapeur de mercure. Au bout de 15 minutes environ, une coloration vert-bleu apparaît dans la couche chloroformique. Au bout de 30 minutes, comparer la teinte avec celles des solutions étalons. En utilisant la lumière solaire, il faut 3 heures pour arriver au même résultat. Si l'échantillon de roténone n'est pas en solution dans un hydrocarbure, remplacer l'eau oxygénée par de l'acide chlorhydrique concentré seul.

(1) H. P. ROGER et J. A. CALAMARI, *Ind. Engen. Chim.* (Analyt. Edition), t. 8, n° 2, p. 135, mars 1936.

2. Le second procédé consiste à mélanger 5 cc. d'une solution acétonique de roténone contenant 0,1 à 1 mgr. de roténone par cc., 5 cc. d'une solution acétonique de thymol (10 gr. de thymol pour 100 cc. d'acétone), 0,1 cc. d'une solution à 3 % d'eau oxygénée et 5 cc. d'acide chlorhydrique concentré. En moins de 30 secondes il se forme une coloration violet-rouge. Au bout d'une minute, placer le récipient en verre dans un thermostat à 20° C. Vingt minutes après, comparer la teinte à celle des solutions étalons.

D. — Méthode basée sur le pouvoir réducteur de la roténone vis-à-vis des solutions alcalines de cuivre.

WHITTAKER ET GLIEKMAN (1) proposent d'adapter au dosage de la roténone la méthode utilisée par Gnadinger et Corl au dosage des pyréthrinés.

Ils procèdent de la manière suivante :

Réactifs utilisés.

a) ALCOOL SANS ALDÉHYDES. — De l'alcool à 95° est mis en contact pendant 20 heures avec du chlorure de métaphénylènediamine. On distille en rejetant les cinq premiers et derniers pour cent du produit de la distillation.

b) SOLUTION ALCALINE DE CUIVRE. — Dissoudre 2,5 gr. de CuSO_4 pur dans 100 cc. d'eau. Dissoudre 5 gr. de tartrate de soude chimiquement pur et 7,5 gr. de soude caustique dans 100 cc. d'eau. Mélanger les deux solutions et porter au volume de 500 cc. Cette solution ne se conserve que trois jours.

c) RÉACTIF DE FOLIN. — Dissoudre 150 gr. de molybdate de soude dans 300 cc. d'eau, filtrer et laver le filtre avec

(1) ROLAND W. WHITTAKER et IRVING GLIEKMAN, *Rec. trav. chim. des Pays-Bas*, t. III, n° 2, p. 1146, décembre 1934.

75 cc. d'eau. Ajouter 0,1 à 0,2 cc. de brome et agiter jusqu'à dissolution du brome. Laisser reposer une heure et ajouter 225 cc. d'acide phosphorique à 85 % et 150 cc. d'acide sulfurique dilué (un volume d'acide sulfurique concentré pour trois volumes d'eau). Eliminer le brome libéré par un courant d'air. Ajouter 75 cc. d'acide acétique à 99 % et porter au volume de 1 litre.

d) SOLUTION STANDARD DE DEXTROSE. — 1 gr., exactement pesé, de dextrose anhydre et pur est dissous dans l'eau. On ajoute 40 cc. d'alcool exempt d'aldéhyde et l'on porte au volume de 200 cc.

Pour l'usage on prélève 10 cc. de cette solution, qu'on porte au volume de 250 cc. au moyen de 210 cc. d'alcool exempt d'aldéhyde et de 30 cc. d'eau.

Mode opératoire.

2 gr. de produit à analyser sont extraits, par un dissolvant quelconque, puis le dissolvant est chassé et l'extrait est repris par de l'alcool à 95° exempt d'aldéhyde et porté au volume de 100 cc.

10 cc. de cette solution sont placés dans un tube de Folin. On ajoute 6 cc. de solution cupro-alcaline et l'on place dans un thermostat réglé à 78° pendant 25 minutes. On retire le tube après ce temps et on le place pendant 20 minutes dans un bain d'eau à 20° pendant 3 minutes. On ajoute 10 cc. de réactif de Folin et on laisse reposer pendant 10 minutes. On ajoute de l'eau distillée jusqu'au volume de 90 cc. environ, on filtre sur asbeste, au creuset de Gooch, et l'on porte exactement au volume de 100 cc. On opère exactement de la même manière avec 10 cc. de solution témoin de dextrose.

On compare les deux solutions au colorimètre.

La quantité de roténone est donnée par la formule suivante :

$$Y = 0,6195 - 0,006858 X + 0,008371 X^2$$

où Y = milligrammes de dextrose, et X = milligrammes de roténone.

Cette méthode, sans doute intéressante quand il s'agit de produit pur, ne semble pas devoir donner des résultats précis quand on part d'extraits végétaux. Les auteurs expriment d'ailleurs leur désillusion dans leurs conclusions par cette phrase laconique : *The procedure has not yet been successfully adapted to the assay of plant materials for rotenone content.*

E. — Méthode basée sur le dosage de la fonction méthoxyle.

Plusieurs auteurs ayant remarqué que la toxicité des plantes « à roténone » ne correspondait pas à leur teneur en ce produit, ont suggéré déjà d'apprécier la valeur insecticide des extraits de Derris en déterminant leur richesse en groupement méthoxyle. On doserait ainsi, non plus la roténone seule, mais aussi le toxicarol, la déguéline, la téphrosine et tous les composés voisins qui contiennent tous, comme on a déjà pu s'en rendre compte, deux groupements O—CH₃.

Nous n'avons trouvé nulle part, cependant, que des déterminations de ce genre aient été faites.

Nous avons tâché d'appliquer aux extraits de légumineuses insecticides la méthode de Zeisel pour le dosage du méthoxyle et nous avons opéré de la manière suivante :

10 gr. de plantes moulues sont extraits par l'éther sulfurique pur et sec, dans un extracteur Soxhlet pendant 48 heures. L'éther est chassé et l'extrait pesé. On détermine ainsi la teneur % en extrait.

Ce dernier est repris par quelques centimètres cubes d'éther sulfurique, en chauffant légèrement sur un bain-marie. On transvase alors tout ou partie de cette solution dans un ballon taré de Bamberger pour dosage du méthoxyle. On s'arrange, à vue, de manière à y introduire

une quantité de 0,1 à 0,4 gr. d'extrait. Généralement il est nécessaire de prendre la totalité de celui-ci.

On chasse à nouveau l'éther en plongeant le ballon de Bamberger pendant quelques minutes dans un récipient contenant de l'eau chaude, puis on chasse les dernières traces de solvant en faisant passer un violent courant d'air. On pèse de nouveau et l'on obtient, par différence, le poids de l'extrait introduit dans le ballon.

Il est utile de s'assurer que toutes traces de dissolvant aient disparu. A cette fin, on chauffe une seconde fois le ballon; on y fait passer encore un courant d'air et l'on pèse de nouveau. Il faut répéter cette opération jusqu'à ce qu'on obtienne un poids constant.

Au lieu d'air on peut utiliser aussi un courant de CO_2 . Mais dans ce cas, il faut terminer encore par un léger courant d'air le CO_2 restant dans le ballon étant de nature à fausser la pesée.

Tout le dissolvant étant chassé on introduit dans le ballon 10 cc. d'acide iodhydrique densité 1,70. On surmonte le ballon de Bamberger du tube de Zeisel. On chauffe doucement pendant une heure dans un courant de CO_2 sec. Les vapeurs qui distillent sont lavées par passage dans de l'eau contenant un peu de phosphore rouge et viennent finalement barboter dans un petit Erlenmeyer contenant deux gouttes d' HNO_3 pur et 20 cc. du réactif suivant :

AgNO_3	2 gr.
H_2O	5 cc.
Alcool absolu.	45 cc.

L'opération terminée on ajoute 50 cc. d'eau dans le petit Erlenmeyer et l'on reçoit le précipité de AgI sur filtre taré. On lave avec un peu d'eau, puis un peu d'alcool, on sèche à l'étuve et l'on pèse.

Généralement l'extrait se dissout complètement à *chaud* dans l'acide iodhydrique. S'il n'en est pas ainsi, il convient

d'y ajouter un peu d'un corps capable de le dissoudre, ne possédant pas de fonction méthoxyle et ayant un point d'ébullition assez élevé (+ 50°), acide acétique ou phénol, par exemple.

Cette manière de procéder nous a donné des résultats corrects en opérant sur de la roténone, du toxicarol, de la déguéline et de la téphrosine purs.

Si l'on exprime le résultat de ce dosage en roténone, on commet une erreur, due, comme nous l'avons dit déjà, à ce qu'on dose bien autre chose. Aussi trouvons-nous plus rationnel de l'exprimer en *iodure d'argent*.

En rapportant la quantité d'iodure d'argent, exprimée en grammes, à 100 gr. de produit sec, on peut établir ainsi un *indice*, analogue à l'indice de saponification ou à l'indice d'iode des matières grasses. C'est ce que nous avons appelé dans les pages qui suivent l'*Indice de Méthoxyle*.

L'indice de méthoxyle de la roténone, dont le poids moléculaire est 394, et qui contient deux groupes méthoxyles correspondant à la formation de deux molécules d'iodure d'argent, sera de

$$\frac{469,6 \times 100}{394} = 119,18.$$

L'indice de méthoxyle du toxicarol, dont le poids moléculaire est 410, sera de

$$\frac{469,6 \times 100}{410} = 112,09.$$

L'indice de la déguéline est le même que celui de la roténone, et celui de la téphrosine le même que celui du toxicarol.

De même, par exemple, si 0,1351 gr. d'un extrait éthéré

fourni 0,0298 gr. d'AgI, on calculera que son indice de méthoxyle est de

$$\frac{0,0298 \times 100}{0,1351} = 22,05.$$

On peut aussi passer facilement de cet indice au pourcentage de corps actifs présents. Si l'on exprime le pourcentage en roténone ou en toxicarol, on ne commet pas une grosse erreur, étant donné que tous ces corps ont des poids moléculaires voisins et très élevés (400 environ).

Cette méthode, simple et rapide, nous paraît apte à servir à l'appréciation des produits commerciaux. On y tient compte, en effet, non seulement de la roténone, mais aussi des autres corps qui l'accompagnent. En outre elle évite de tromper l'esprit par l'indication fallacieuse d'un pourcentage précis, le chiffre qui l'exprime n'étant, comme l'indice de méthoxyle d'ailleurs, que le résultat numériquement exprimé d'une opération de laboratoire.

DOSAGE DU TOXICAROL.

En modifiant légèrement le procédé imaginé par Clark pour l'extraction du toxicarol, il est possible d'apprécier le toxicarol des extraits végétaux. Voici la méthode que nous utilisons :

Le produit à analyser est extrait à l'éther sulfurique. L'extrait est concentré et l'on y fait cristalliser la roténone, s'il y en a; on la sépare, puis le reste de l'extrait est introduit dans un petit flacon taré et débarrassé autant que possible de toute trace d'éther. Une pesée permet de déterminer, par différence, le poids d'extrait. On le reprend par de l'alcool méthylique à raison de 3 cc. par gramme. On chauffe à reflux pour le dissoudre complètement et l'on y ajoute à chaud 0,2 cc. de solution aqueuse de soude caustique à 10 % par gramme d'extrait; on laisse encore

bouillir quelques instants, puis on met au repos pendant un jour. Il se dépose un mélange de toxicarol, de déguéline et d'impuretés. On décante la solution, puis on reprend le dépôt par le moins possible de chloroforme bouillant. Le volume de chloroforme est soigneusement noté. Quand la dissolution est complète, on ajoute une quantité d'alcool éthylique égale à cinq fois le volume de CHCl_3 . On distille alors les deux tiers du volume total des deux dissolvants. De cette façon, tout le CHCl_3 est pratiquement entraîné et et il ne reste que l'alcool dans lequel le toxicarol est très peu soluble à froid. Souvent d'ailleurs la cristallisation se produit déjà pendant la distillation.

Après repos de 24 heures, le précipité est filtré sur filtre taré, puis séché à l'étuve à 100° et pesé.

Pour déterminer le degré de pureté du toxicarol obtenu, on prend son point de fusion. S'il s'écarte trop de 219° on le recristallise une nouvelle fois comme il vient d'être dit. On peut aussi utiliser pour cette purification l'éther sulfurique.

Il n'existe pas jusqu'ici de méthode pour le dosage de la déguéline et de la téphrosine. On peut, après élimination du toxicarol comme on vient de le dire, faire cristalliser ces corps dans le résidu restant. Il faut pour les séparer recourir à une série de cristallisations fractionnées très laborieuses. On ne peut songer à les séparer complètement ainsi et à les peser. Mais peut-être serait-il possible de les faire cristalliser ensemble et de prendre le point de fusion du mélange.

En déterminant, d'autre part, le point de fusion de mélanges de composition connue, il serait peut-être possible d'établir une courbe qui permettrait par interpolation d'apprécier dans les mélanges le pourcentage de ces deux corps. Nous n'avons pu encore pousser jusque-là nos investigations.

III. — EXTRACTION ET SEPARATION DES CONSTITUANTS TOXIQUES.

A. — EXTRACTION.

Au cours des travaux que nous exposerons plus loin, nous avons été souvent obligé d'épuiser des quantités assez importantes de matériel. L'extraction dans des appareils Soxhlet est longue. Ceux de grande capacité ne permettent pas d'extraire à la fois plus de 200 à 300 gr. de produit, suivant leur densité. L'emploi de simples flacons dans lesquels on fait macérer le produit à extraire est désagréable et demande, surtout quand il s'agit de corps relativement peu solubles dans les dissolvants utilisés, de nombreuses manipulations : décantations, filtrations, distillations.

Pour remédier à ces inconvénients, nous avons utilisé un appareil que nous croyons utile de décrire ici :

Il se compose d'un récipient en verre résistant (fig. 2), de forme cylindro-conique, ouvert aux deux bouts et pouvant contenir 4 à 5 kilos de produit. L'ouverture supérieure est adaptée à un réfrigérant à reflux. L'ouverture inférieure est munie d'un bouchon traversé par un tube de verre A, qui dans sa partie supérieure est emboîté dans un tube B plus large, auquel il est fixé au moyen d'un bouchon C muni de cannelures, de manière à soutenir le tube B sans obstruer complètement l'ouverture annulaire entourant le tube A. L'entrée de ces cannelures est recouverte, ainsi que le fond du récipient, d'un gros tampon de coton. L'appareil ainsi préparé est ajusté sur un ballon à large col de 4 à 5 litres de capacité chauffé dans un bain d'eau. Les vapeurs du dissolvant montent par le tube A et vont se condenser dans le réfrigérant. L'extrémité courbée du tube B oblige le liquide condensé à couler dans le produit à extraire, où il s'accumule jusqu'à ce que son niveau

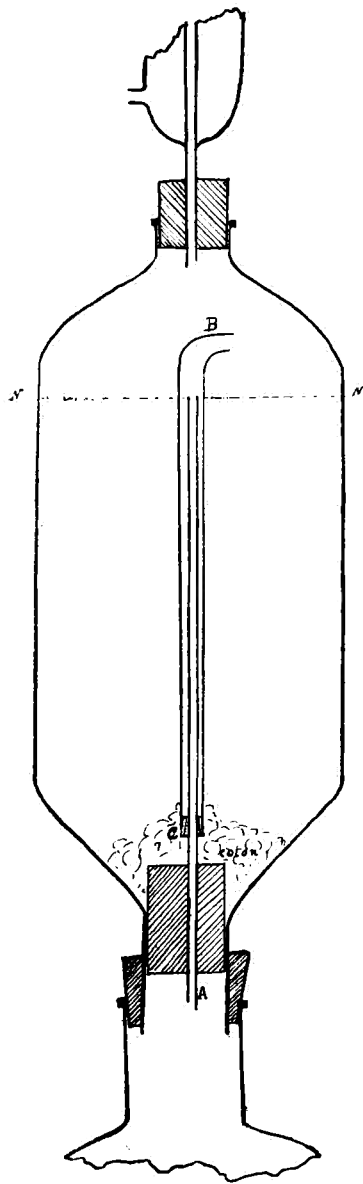


FIG. 2.

atteigne la hauteur N-N de l'extrémité supérieure du tube intérieur A. Il monte en même temps dans l'espace séparant les tubes A et B, qui n'est qu'imparfaitement obturé par le bouchon à cannelures. Mais pour s'introduire dans cet espace il doit subir la filtration que lui impose le passage à travers le tampon de coton. Quand il est arrivé à la hauteur N-N il déborde simplement dans le ballon de distillation.

Ce niveau N-N est d'ailleurs réglé un peu plus haut que celui du produit à extraire, en faisant glisser le tube A dans son bouchon.

Quand l'extraction est terminée il suffit de soulever le récipient, de retirer le tube A par le bas et de laisser égoutter le solvant contenu dans le produit à extraire par le trou du bouchon, le tampon de coton servant toujours de filtre.

On peut construire des appareils de ce genre de toutes capacités.

B. — SÉPARATION.

Simple dans leur principe, variables dans leurs applications, les méthodes utilisées pour séparer les corps dont nous avons parlé jusqu'ici sont des modifications plus ou moins profondes de celle primitivement utilisée par Clark et dont voici la marche générale :

Extraire le produit pulvérisé par l'éther sulfurique, concentrer pour faire cristalliser la roténone s'il y en a, puis saponifier le résidu repris par l'alcool méthylique; d'où, généralement, séparation d'un mélange de produits cristallisés et d'un résidu. Les produits cristallisés sont séparés par cristallisation fractionnée.

Les techniques proposées par les divers auteurs se différencient par l'ordre de succession des dissolvants et par le produit sur lequel porte finalement la saponification.

Dans les essais que nous avons effectués, et dont nous rendrons compte plus loin, nous ne nous sommes pas non plus tenu à un procédé rigide. Nous signalerons dans

chaque cas particulier la marche suivie. Nous attirons cependant dès maintenant l'attention sur les deux points suivants :

1° Nous avons tâché de retarder le plus possible la saponification et l'introduction dans les extraits, de produits minéraux quelconques, tâchant de séparer, à l'état pur, les corps présents, uniquement par l'usage d'un choix judicieux de solvants. Nous pensions extraire ainsi les produits dans un état se rapprochant davantage de celui sous lequel ils se trouvent dans la plante et éviter notamment leur racémisation. Nous avons réussi quelquefois.

2° Nous avons utilisé, souvent avec succès, l'éther acétique, rarement employé jusqu'ici. Il nous a surtout donné de bons résultats pour séparer et purifier complètement la déguéline et la téphrosine.

IV. — LOCALISATION DES PRODUITS ACTIFS DANS LA PLANTE.

Wattiez, Lagrange et Ghigny ⁽¹⁾ ont mis au point une application élégante de la méthode de coloration de Jones et Smith à la localisation de la téphrosine et des corps analogues, dans les différents tissus des plantes. Nous citons le texte de ces auteurs :

« Des coupes, représentant quelques plans cellulaires intacts, sont plongées dans de l'acide nitrique dilué 1/1 pendant trente secondes. On les porte sur une lame porte-objet et l'on traite par un excès de bicarbonate sodique. On absorbe, au moyen d'un papier-filtre, l'excès de solution bicarbonatée. On recouvre d'une lamelle et, tout en faisant l'observation microscopique, on amène, entre lame et lamelle, par capillarité, de l'ammoniaque

⁽¹⁾ *Institut Royal Colonial Belge, Bulletin des séances, VI-1932, 2, pp. 412 et suiv.*

concentré. On voit l'ammoniaque, arrivant au contact des coupes, colorer en bleu verdâtre intense les idioblastes. La coloration est très nette, mais fugace.

Nous avons utilisé plusieurs fois avec succès cette belle réaction. Mais une remarque s'impose : Il arrive, et les auteurs précités l'ont constaté comme nous, avec les racines de *Tephrosia Vogelii*, que la réaction ne donne pas, alors que par ailleurs on peut isoler de ces matériaux, des corps qui donnent la réaction de Jones et Smith.

C'est là un fait étrange. Nous n'en avons pas trouvé l'explication définitive, mais nous nous permettons cependant une supposition basée sur les deux observations suivantes :

1° Nous avons observé que les matériaux qui ne donnent pas la réaction de localisation sont précisément ceux possédant un *indice de méthoxy* relativement bas.

2° Il arrive que des coupes d'un matériel donnant normalement la réaction ne la donnent pas quand elles ont séjourné pendant quelques instants dans l'eau, ou même si on utilise simplement un volume un peu trop grand de HNO_3 .

On pourrait donc supposer que, dans certains cas, les petites quantités de corps actifs seraient solubilisées dans l'eau nécessaire pour ramollir les matériaux secs et permettre d'y pratiquer des coupes, ou simplement dans les réactifs utilisés.

V. — TOXICITE DES LEGUMINEUSES « A ROTENONE » ET DES PRODUITS QU'ON EN RETIRE.

L'innocuité pour les animaux inférieurs de la rotenone et des corps voisins a été longtemps érigée en axiome. Il semble bien cependant que ce principe ne soit pas absolu. Il en est sans doute ainsi quand ces produits sont ingérés *per os* et en quantités relativement faibles, comme celles

utilisées pour la préparation des insecticides. Par contre, on sait déjà que la roténone est toxique en injections intraveineuses. On sait d'ailleurs, d'après les travaux récents de Lightbody et Mathews, que les extraits de Derris, même ingérés *per os*, sont toxiques, à certaines doses, pour les rats et cobayes, surtout s'ils sont accompagnés de certains corps, comme des huiles, par exemple, qui exaltent leurs propriétés toxiques.

D'autre part, ces mêmes produits semblent sans action sur certains insectes. Les plantes « à roténone » ont leurs parasites et nous avons nous-même reçu du Congo des racines de *Tephrosia toxicaria*, remplies d'*Apate monachus* L. et de *Coptops aedificator* L.

Nous ne touchons ici à ces intéressantes questions que pour rappeler que tous les auteurs constatent qu'il n'y a pas de correspondance entre les résultats analytiques fournis par les laboratoires et les expériences de toxicité effectuées *in vivo*.

Ginsburg ⁽¹⁾ a même reconnu des propriétés insecticides à des poudres de Derris réputées *complètement épuisées*.

Nous n'avons pas pu, faute de temps surtout, effectuer d'essais de ce genre avec les produits que nous avons isolés, et nous le regrettons vivement. Toutefois, nous nous permettons à priori de douter qu'il puisse jamais y avoir de relation absolue et directe entre les essais chimiques et biologiques, et cela pour les raisons suivantes :

1° La toxicité d'un produit varie suivant l'animal sur lequel on expérimente, et pour qu'il y ait *correspondance* parfaite entre les essais chimiques et biologiques, il faudrait trouver, ce qui ne paraît pas possible, un animal dont les réactions seraient toujours directement proportionnelles au pourcentage de *tous* les corps présents dans

(1) *J. Econ. Entomol.*, t. 27, n° 2, p. 393, avril 1934.

les extraits, comme le sont en somme les balances des chimistes.

2° La toxicité des extraits ne semble pas être la somme de celle des produits contenus dans les extraits, envisagés chacun séparément.

Il semble au contraire y avoir entre eux des interactions.

En outre certains corps présents et par eux-mêmes indifférents au point de vue toxicologique exaltent ou diminuent leur nocivité. En somme il semble qu'on puisse admettre, à priori, que les extraits de plantes se comportent comme des « unités toxicologiques », bien qu'ils soient des mélanges chimiques.

DEUXIEME PARTIE

ETUDE DE QUELQUES LEGUMINEUSES

A PROPRIETES INSECTICIDES.

Une série d'échantillons de Légumineuses provenant du Congo belge ont été examinés.

Pour chacun d'eux on a effectué l'analyse immédiate et l'analyse des cendres. Puis on a fixé autant que possible leur teneur en principes réputés insecticides.

Ici quelques remarques s'imposent :

1° On a déterminé le pouvoir rotatoire de l'extrait benzénique suivant la méthode détaillée précédemment. Le résultat a été exprimé en roténone %.

Toutes réserves doivent être faites quant aux pourcentages ainsi exprimés, dans tous les cas où de la roténone n'a pu être isolée dans la suite. Nous avons donné la préférence à la méthode polarimétrique, parce que c'était pratiquement la seule que nous puissions utiliser en présence des faibles quantités de ce produit contenues dans les matériaux étudiés.

2° Pour chaque échantillon également on a déterminé l'*Indice de Méthoxylyle*, tel qu'il a été défini déjà. Ceci permet d'apprécier la richesse en produits actifs autres que la roténone, dans le produit lui-même ainsi que dans son extrait étheré.

3° Quelquefois on a pu doser le toxicarol par pesée.

Armé de ces indications préliminaires, on a tenté de contrôler les résultats fournis par l'analyse et d'isoler les

corps qu'elle décelait. Au cours de ce travail, quelques corps apparemment nouveaux ont été obtenus.

Malheureusement cette étude approfondie n'a pas toujours été poussée aussi loin que nous l'aurions souhaité, faute de matériel en quantité suffisante ou de temps.

Il est, par exemple, arrivé plusieurs fois que les quantités de corps isolés ne permettaient de les soumettre à toutes les déterminations nécessaires pour établir quelle était leur nature.

Enfin, utilisant la méthode préconisée par Wattiez et ses collaborateurs, nous avons pu localiser, dans la plante même, les cellules contenant les corps donnant la réaction de Jones et Smith.



TEPHROSIA TOXICARIA PERS.

I. — *TEPHROSIA TOXICARIA* Pers.

Le *Tephrosia toxicaria* est un arbuste de 50 cm. à 1 m. 50 de haut, à feuilles imparipennées, longues de 30 cm., à folioles étroitement oblongues, courtement pétiolulées, soyeuses, surtout à la face inférieure. Ses stipules sont plus ou moins tronquées. Ses fleurs sont blanches ou un peu pourprées, disposées en grappes de 10 à 15 cm. de long. Le calice est soyeux, à sépales ovales. L'étendard de la corolle est couvert extérieurement d'un duvet soyeux. Le fruit, couvert d'une pubescence roussâtre, mesure 6 cm. environ de long, sur 0,5 cm. de large; il contient une dizaine de petites graines d'un brun foncé.

Cette plante est connue depuis longtemps pour ses propriétés ichtyotoxiques. Elle est introduite au Congo belge.

I. — RACINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	8,40 %
Matière sèche	91,60 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,32
Matières albuminoïdes	8,25
Cellulose	49,31
Sucres réducteurs préformés et sucres hydrolysables par H_2SO_4 à 3 %	20,74
Extrait étheré	4,25
Cendres	6,66
Silice (SiO_2)	1,34
Sulfates (SO_3)	0,68
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,96

Fer et Alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	0,20
Chaux (CaO)	0,97
Magnésie (MgO)	0,94
Potasse (K_2O)	1,89
Soude (Na_2O)	0,11

100 grammes de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	20,20
Sulfates (SO_3)	10,31
Acide phosphorique (P_2O_5)	14,37
Fer et Alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	3,07
Chaux (CaO)	14,41
Magnésie (MgO)	14,15
Potasse (K_2O)	25,24
Soude (Na_2O)	1,76

2. Teneur en produits actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,56
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	35,00
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,98
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	23,07

B. — Séparation des produits actifs.

1.702 gr. de racines moulues furent extraits à fond par l'éther sulfurique, ce qui a permis d'obtenir 65 gr. d'extrait étheré, qui furent épuisés par un très grand volume d'éther de pétrole, avec l'intention d'en éliminer certains corps résineux qui paraissaient gêner toute cristallisation.

Les liqueurs pétroléiques furent concentrées et laissées pendant longtemps au repos à basse température.

Il s'y forma peu à peu un dépôt de cristaux jaune pâle, qui furent séparés et purifiés par plusieurs cristallisations dans l'éther sulfurique. Ils présentaient les propriétés du toxicarol, avec une seule différence : c'est que leur solution benzénique était optiquement active.

Voici, mises en présence, les constantes de ce corps et celles du toxicarol :

	Corps isolé.	Toxicarol.
Aspect... ..	Aiguilles jaunes.	Aiguilles jaunes.
Point de fusion.	218°	219°-220°
Analyse élémentaire :		
Carbone %	68,20	67,31
Hydrogène %	5,73	5,36
Réaction de Jones et Smith.	positive (moins nette qu'avec la roténone).	positive (moins nette qu'avec la roténone).
Pouvoir rotatoire	— 0°17	Nul.
Indice de méthoxyle ...	111,58	112,09

Il nous semble donc pouvoir considérer ce corps, isolé sans saponification, comme une *variété active de toxicarol* non racémisée par l'action des alcalis.

Les liqueurs pétroléiques provenant de cette cristallisation furent distillées à sec et le résidu réuni à l'extrait éthéré primitif, qui fut alors redissous dans l'éther sulfurique concentré jusqu'à consistance légèrement sirupeuse et abandonné pendant un temps assez long à basse température, dans un flacon bien bouché.

Il se forma peu à peu de petits sphéro-cristaux de roténone qui, après purification, présentaient les caractères suivants :

Point de fusion	162°,5
Analyse élémentaire :	
Carbone %	69,98
Hydrogène %	5,62
Indice de méthoxyle	118,95
Réaction de Jones et Smith	positive et très nette.

Ce corps ayant été séparé, l'extrait résiduaire fut repris par divers dissolvants, concentré et laissé de longs jours

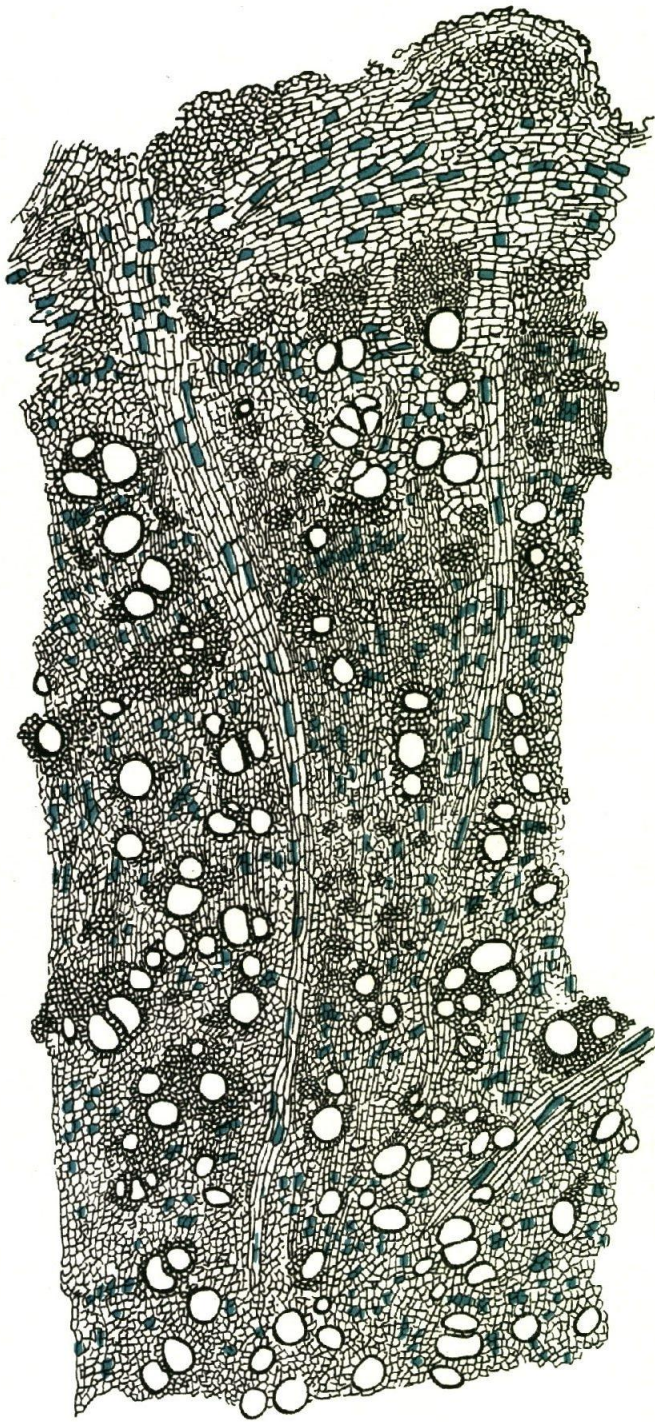
en repos sans qu'il fût possible d'en séparer un corps cristallin. Finalement il fut repris par l'alcool méthylique à raison de 3 cc. par gr. d'extrait, additionné à chaud de soude à 10 % et mis à reposer. Après 48 heures il s'était formé un dépôt qui fut séparé par décantation, redissous dans le moins possible de chloroforme et additionné d'un volume d'alcool éthylique égal au quintuple du volume de chloroforme utilisé. On distilla un volume suffisant pour chasser le chloroforme, puis on laissa cristalliser plusieurs jours. On obtint un mélange de cristaux d'une belle couleur rouge vif. Ils furent repris par l'éther acétique. A la solution obtenue on ajouta de l'eau goutte à goutte, jusqu'à ce qu'apparaisse un commencement de trouble, puis on traita à chaud par du noir animal en assez grande quantité. Après refroidissement la solution fut filtrée. L'éther acétique fut chassé par distillation et le résidu, d'abord séché, fut soumis à une cristallisation fractionnée dans l'éther acétique pur, ce qui permit de séparer deux corps différents.

Le moins soluble était constitué par des aiguilles parfaitement blanches possédant les caractères de la déguéline :

Point de fusion	175°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	69,5
Hydrogène %	5,5
Indice de méthoxyle	119,00

Le second était cristallisé en petits prismes massifs, présentant les caractères de la téphrosine :

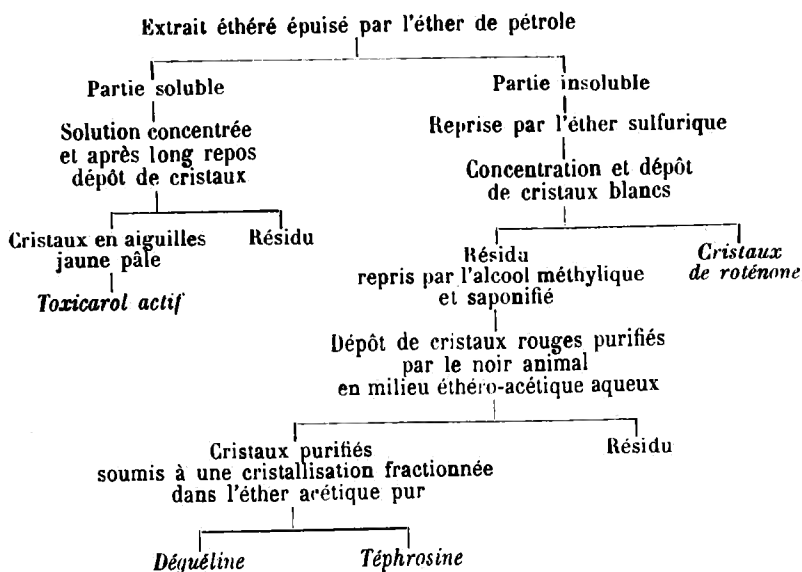
Point de fusion	198°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	66,6
Hydrogène %	5,2
Indice de méthoxyle	112



TEPHROSIA TOXICARIA PERS.

Coupe transversale de la racine montrant la localisation des cellules contenant les corps donnant la réaction de Jones et Smith.

Le schéma ci-dessous résume la marche suivie pour séparer ces différents corps :



C. — Localisation.

En coupe, la racine de *Tephrosia toxicaria* présente des rayons médullaires longs et étroits partant généralement du centre pour se prolonger sans interruption jusqu'à peu de distance de la périphérie; quelques-uns prennent naissance dans des régions plus rapprochées de l'écorce. Le bois est constitué par de petites cellules assez régulières et par des vaisseaux isolés ou rapprochés en petits groupes, le plus souvent entourés de gros paquets de tissus fibreux.

Le liber et les zones d'accroissement annuel sont peu distincts.

La méthode de localisation de Wattiez, Lagrange et Ghigny permet de constater que les cellules contenant les principes actifs sont disséminées sans ordre dans toutes les parties de la racine : rayons médullaires, liber, cellules du bois.

La figure ci-contre rend compte de ces dispositions.

II. — GOUSSE.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	13,92 %
Matière sèche	86,08 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,80
Matières albuminoïdes	11,25
Cellulose	53,78
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	17,80
Extrait éthéré	1,69
Cendres	3,26
Silice (SiO_2)	0,27
Sulfates (SO_3)	0,15
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,51
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,14
Chaux (CaO)	0,74
Magnésie (MgO)	0,26
Potasse (K_2O)	1,13
Soude (Na_2O)	0,09

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	8,36
Sulfates (SO_3)	4,60
Acide phosphorique (P_2O_5)	15,49
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	4,55
Chaux (CaO)	22,75
Magnésie (MgO)	8,19
Potasse (K_2O)	34,31
Soude (Na_2O)	2,94

2. Teneur en principe actif.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,17
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	10,05
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,32
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	19,03

B. — Extraction des corps actifs.

Une certaine quantité de gousses moulues fut extraite par l'éther sulfurique; l'extrait fut concentré jusqu'à consistance légèrement épaisse et abandonné au repos pendant plusieurs semaines.

Il s'y forma peu à peu un dépôt de substance plus ou moins cristalline. On laissa alors ouvert le flacon contenant l'extrait, jusqu'à évaporation complète du solvant. La masse résineuse restante fut épuisée à froid par de l'alcool méthylique, puis on sépara la partie insoluble en essorant.

Le filtrat fut concentré à sec et repris à l'ébullition par l'éther sulfurique, dont il fut ajouté un très grand volume pour obtenir une dissolution complète. On distilla une partie du solvant et par refroidissement la solution concentrée se remplit immédiatement de beaux cristaux blancs en aiguilles.

Après purification par plusieurs cristallisations dans l'éther sulfurique on obtient un corps possédant le point de fusion de la roténone et à peu près son aspect, mais qui en diffère profondément par d'autres propriétés.

Voici d'ailleurs ses constantes :

Point de fusion	163°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	54,00
Hydrogène %	4,41
Oxygène % (par différence)	41,59
Pouvoir rotatoire	—43°,59
Poids moléculaire, déterminé par ébullioscopie	
dans le chloroforme	397
Formule probable	$C_{18}H_{17}O_{10}$
Indice de méthoxyle	55,22
Réaction colorée de Jones et Smith : très nette.	

Ce corps ne nous paraît pouvoir être assimilé à aucun de ceux retirés jusqu'ici des *Tephrosia* ou des plantes voi-

sines. Nous proposons de lui donner le nom de *Tephrotoxine*, en raison de son origine.

Les liqueurs mères de cette cristallisation furent concentrées et l'on parvint à y faire cristalliser, avec un peu du corps précédent, un autre produit qui se présentait sous forme de petits prismes massifs et incolores, d'un aspect analogue à la téphrosine. Ils furent séparés à la pince et cristallisés. La très petite quantité obtenue n'a permis que de déterminer son point de fusion, qui est de 118-120°.

Nous nous proposons de poursuivre l'étude de ce corps dès que nous serons parvenu à nous en procurer des quantités plus importantes.

Quant à la partie de l'extrait étheré insoluble dans l'alcool méthylique froid, elle fut reprise par le même dissolvant à l'ébullition et saponifiée par la soude à 10 %; après un jour de repos la partie insoluble fut séparée par décantation, redissoute dans le moins possible de chloroforme, puis additionnée d'alcool méthylique. On distilla pour chasser le chloroforme et on laissa cristalliser pendant plusieurs jours. Il se déposa une masse cristalline d'où, par plusieurs cristallisations dans l'éther acétique on put séparer de la *déguéline* et de la *téphrosine*, présentant respectivement les constantes suivantes :

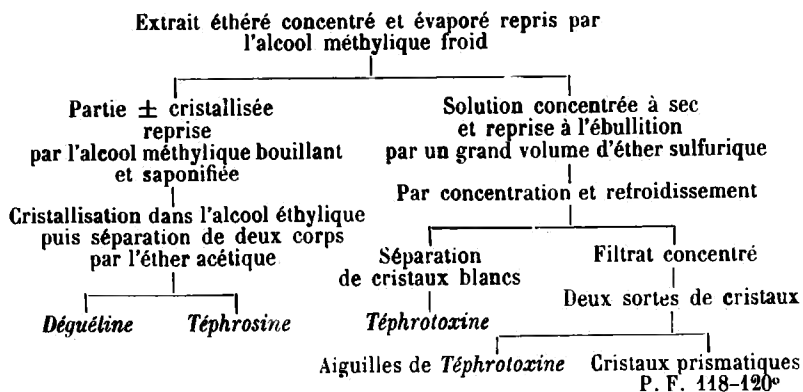
Déguéline :

Point de fusion	170°,5
Analyse élémentaire :	
Carbone %	69,80
Hydrogène %	5,75
Indice de méhoxyle	119,2

Téphrosine :

Point de fusion	197°,5
Analyse élémentaire :	
Carbone %	68,00
Hydrogène %	5,60
Indice de méthoxyle	111,9

La marche suivie pour isoler ces différents corps peut être résumée de la manière suivante :



C. — Localisation.

Des coupes pratiquées à travers les gousses de *Tephrosia toxicaria*, traitées par la méthode ordinaire de localisation, n'ont présenté aucune réaction.

Remarquons, en passant, que leur indice de méthoxyle 0,32 est faible.

III. — GRAINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	8,54 %
Matière sèche	91,46 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	6,58
Matières albuminoïdes	41,13
Cellulose	12,87
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H ₂ SO ₄ à 3 %	13,12
Extrait étheré	12,50
Cendres	4,40
Silice (SiO ₂)	0,06

Sulfates (SO_3)	0,24
Acide phosphorique (P_2O_5)	1,11
Fer et alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	0,06
Chaux (CaO)	0,49
Magnésie (MgO)	0,34
Potasse (K_2O)	1,49
Soude (Na_2O)	0,13

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	1,29
Sulfates (SO_3)	5,65
Acide phosphorique (P_2O_5)	25,41
Fer et alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	1,19
Chaux (CaO)	11,11
Magnésie (MgO)	7,89
Potasse (K_2O)	33,84
Soude (Na_2O)	3,16

2. Teneur en produits actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % sur matière sèche	0,44
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	3,52
Indice de méthoxyle de la matière sèche	1,33
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	10,65

B. — Séparation des produits actifs.

Les graines de *Tephrosia toxicaria* contiennent une assez forte quantité d'huile. Pour qu'elle n'entrave pas la cristallisation de la roténone et des corps qui l'accompagnent, nous avons soumis ces graines à une extraction par l'éther de pétrole avant de les épuiser par l'éther sulfurique. Nous aurons donc ici deux extraits à examiner:

1. EXTRAIT PÉTROLÉIQUE.

L'extraction par l'éther de pétrole permet de séparer environ 10 % d'huile et une petite proportion d'autres corps. Après avoir chassé la majeure partie du solvant on

a laissé l'extrait reposer longtemps à basse température. Il s'y est formé un dépôt, peu dense, de couleur jaune pâle, que l'on a séparé par essorage. Repris par l'éther sulfurique bouillant, une partie de ce dépôt est restée insoluble, malgré l'emploi d'un grand volume de solvant.

La fraction insoluble dans l'éther sulfurique est très soluble dans le chloroforme, d'où elle cristallise, par concentration, en belles aiguilles blanches et soyeuses. Un kilo de graines environ nous a fourni 0,02 gr. de ces cristaux. Nous n'avons pu déterminer leurs propriétés. Disons seulement qu'ils possèdent un point de fusion de 88° et qu'ils ne donnent pas la réaction de Jones et Smith.

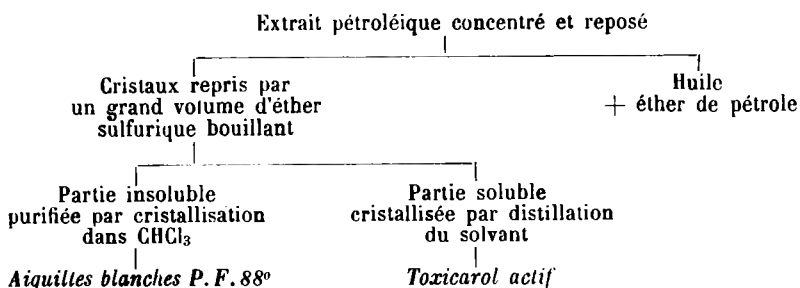
Quant à la solution étherée, après concentration elle abandonna une petite quantité d'un corps jaune pâle, qui présentait les propriétés du *Toxicarol actif* déjà rencontré dans la racine :

Point de fusion	219°,5
Analyse élémentaire :	
Carbone %	66,8
Hydrogène %	5,2
Pouvoir rotatoire	-17°,3
Indice de méthoxyle	111,90

L'extrait pétroléique purifié par la séparation de ces différents corps et débarrassé de toute trace d'éther de pétrole est constitué par une huile d'un jaune foncé, possédant l'odeur particulière des huiles de légumineuses et présentant les caractères suivants :

Indice de réfraction à 18°	1,4791
Densité à 18°	0,933
Indice d'acidité	9,6
Indice d'éther	163,3
Indice de saponification	172,9
Indice d'iode	103,3

Le schéma suivant rend compte de la séparation de ces différents corps :



2. EXTRAIT ÉTHÉRÉ.

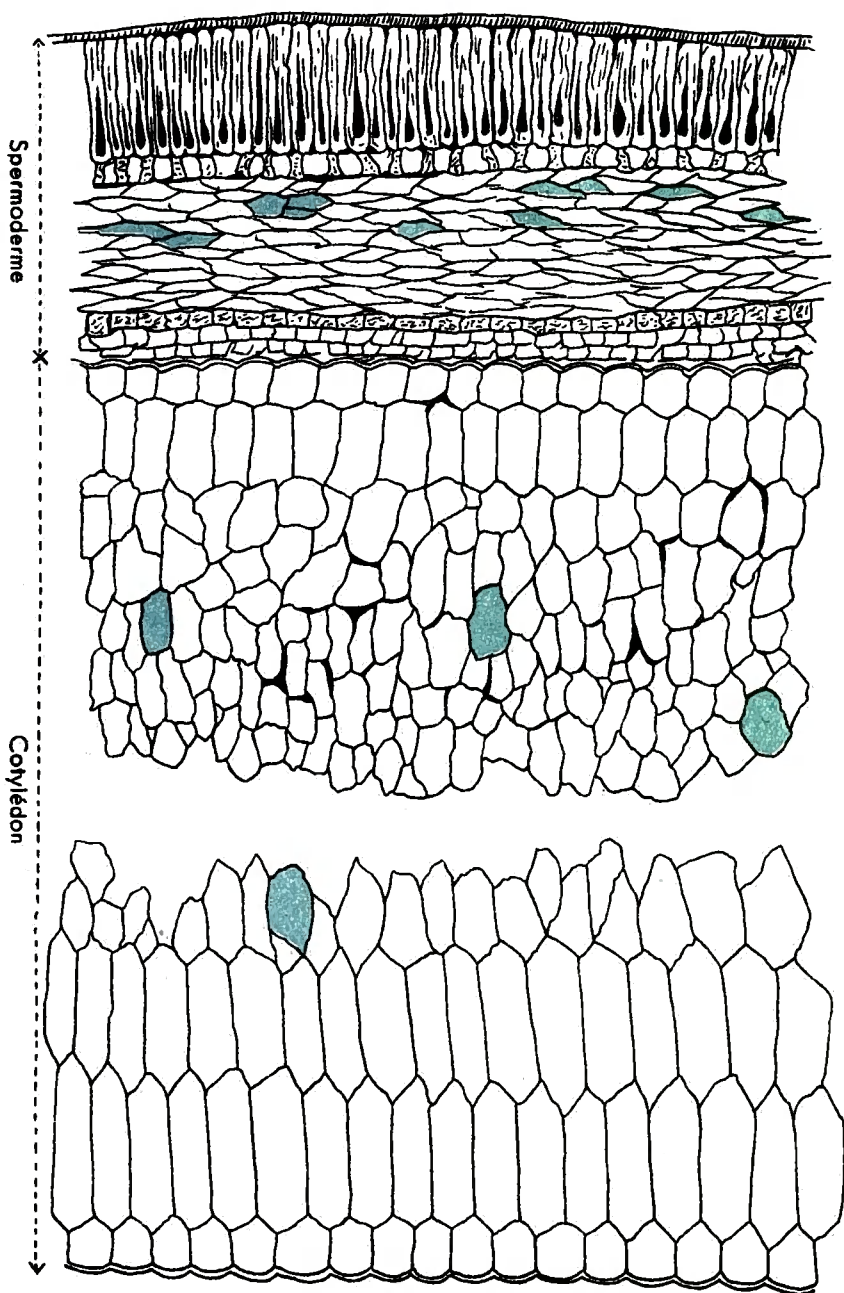
1 kgr. de graines nous a donné, après séparation de l'extrait pétroléique, environ 9 gr. de produits solubles dans l'éther sulfurique.

Par concentration, cet extrait a laissé déposer une petite quantité de roténone que nous avons reconnue aux propriétés suivantes :

Point de fusion	162°,8
Indice de méthoxyle	118,8
Réaction de Jones et Smith : positive.	

Ce corps étant séparé, l'extrait fut repris par l'alcool méthylique et saponifié par la soude suivant le procédé déjà décrit, ce qui a permis de séparer un magma cristallin dont on a pu retirer, après purification et cristallisation fractionnée dans l'éther acétique, de la déguéline et de la téphrosine, en quantité assez faible, mais suffisante pour qu'on puisse les identifier par leur point de fusion et leur indice de méthoxyle qui étaient :

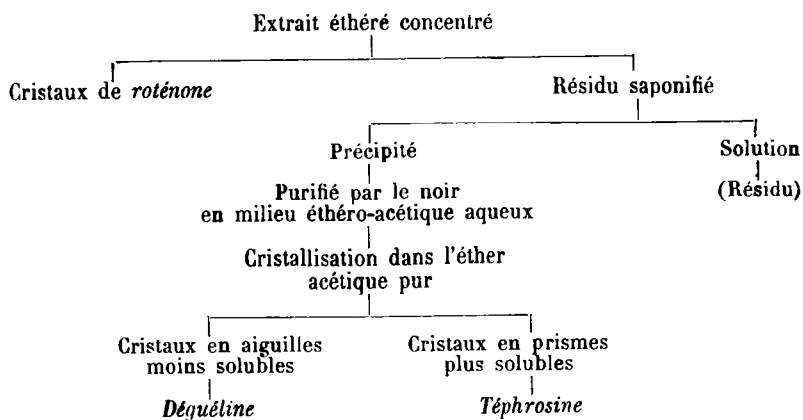
Pour la <i>déguéline</i> :	
Point de fusion	169,7
Indice de méthoxyle	119
Pour la <i>téphrosine</i> :	
Point de fusion	197,5
Indice de méthoxyle	111,5



TEPHROSIA TOXICARIA PERS.

Coupe transversale de la graine montrant la localisation des cellules contenant les corps donnant la réaction de Jones et Smith.

Le schéma suivant rend compte de la suite de ces opérations :



C. — Localisation.

Les graines de *Tephrosia toxicaria* présentent l'organisation générale des graines du genre.

Le spermodermes est constitué, de l'extérieur à l'intérieur, par les couches cellulaires suivantes :

1° Une assise de longues cellules prismatiques, à parois épaisses et à lumen étroit et orientées radialement;

2° Une assise beaucoup plus étroite de cellules dites en sablier, à parois épaisses et cintrées;

3° Une couche formée de 8 à 10 rangées de cellules aplaties, irrégulières, à parois minces.

Dans cette couche se trouvent des cellules isolées, ou réunies par deux ou trois, qui contiennent un produit résineux donnant fortement la réaction de Jones et Smith. Ces cellules sont situées vers les parties externes de la couche.

4° Trois assises de cellules régulières presque cubiques, dont l'externe est fortement colorée en brun.

Les cotylédons présentent une structure homogène; ils sont constitués par un massif de grandes cellules irrégulières, à parois minces, gorgées de grains d'amidon. L'assise externe est formée de cellules régulières à peu près isodiamétrales, à paroi externe épaissie en réticule. Sous cette assise se trouvent, sur la face dorsale de la feuille cotylédonnaire, une, et sur la face ventrale, deux assises de cellules régulièrement disposées et allongées dans le sens radial.

C'est plus profondément dans les premières assises de cellules irrégulières que se trouvent disséminées des cellules de même forme que leurs voisines, mais dont le contenu est constitué par une matière résineuse donnant fortement la réaction de Jones et Smith.

II. — *TEPHROSIA CANDIDA* D. C.

Le *Tephrosia candida* est un arbuste de 1 à 3 m. de haut. Ses branches sont couvertes d'une pubescence blanche. Ses feuilles sont imparipennées, à folioles étroitement oblongues, à surface supérieure glabre et à face inférieure couverte d'un duvet gris et soyeux. Les fleurs sont blanches, roses ou jaunes, réunies en grappes terminales ou latérales. Le calice est long et soyeux, à dents triangulaires plus courtes que le tube. Corolle à étendard très soyeux à la face externe. Les gousses sont longues de 9 à 10 cm. et larges de 0,70 à 0,80 cm. Elles sont couvertes d'une pubescence brune, courte et dense. Elles contiennent 7 à 8 graines grisâtres, chagrinées, aplaties, à hile prééminent. Cette plante est introduite au Congo belge.

Nous avons eu à notre disposition des racines, des graines et des gousses de cette plante.

Voici les résultats que nous a fournis leur étude :

I. — RACINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	5,62 %
Matière sèche	94,38 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote total	0,86
Cellulose	56,98
Sucres réducteurs préformés et sucres hydrolysables par H_2SO_4 à 3 %	19,95
Extrait éthéré	1,62
Cendres	1,70

Silice (SiO_2)	0,36
Sulfates (SO_3)	0,10
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,23
Fer et alumine ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$)	0,17
Chaux (CaO)	0,31
Magnésie (MgO)	0,15
Potasse (K_2O)	0,32
Soude (Na_2O)	0,06

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	21,40
Sulfates (SO_3)	6,02
Acide phosphorique (P_2O_5)	13,30
Fer et alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	10,12
Chaux (CaO)	15,90
Magnésie (MgO)	8,60
Potasse (K_2O)	19,10
Soude (Na_2O)	3,50

2. Teneur en corps actif.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,16
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	10,06
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,39
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	24,03
Toxicarol % de la matière sèche	0,15
Toxicarol % de l'extrait éthéré	9,5

B. — Extraction des produits actifs.

1.640 gr. de racines de *Tephrosia candida* furent mou-lus et extraits par l'éther sulfurique. L'éther fut chassé par distillation et l'extrait repris par l'alcool méthylique bouillant et abandonné à un long repos. Peu à peu il se déposa des cristaux qui furent séparés et purifiés par plusieurs cristallisations successives dans l'éther sulfurique d'abord, puis dans l'alcool méthylique ensuite. On obtint

finalemeut de beaux cristaux blancs, dont voici les constantes principales :

Point de fusion	63°,5
Analyse élémentaire :	
Carbone %	77,03
Hydrogène %	11,46
Oxygène % (p. différence)	11,51
Indice de réfraction à 80°	1,4381
Indice de saponification	207,21

Ces constantes correspondent assez bien à celles de la *tripalmitine* que nous rappelons ci-dessous :

Point de fusion	64-65°
Composition élémentaire calculée pour $C_{51}H_{98}O_6$	
Carbone %	75,9
Hydrogène %	12,1
Oxygène % (p. différence)	12,0
Indice de réfraction à 80°	1,43807
Indice de saponification	208,4

Ce corps étant séparé, l'alcool méthylique restant dans le résidu fut chassé par distillation. On essaya de reprendre successivement par différents dissolvants et d'obtenir de nouveau un corps cristallisé, mais ce fut sans succès. Il restait 17,6 gr. de résine qui furent mis de nouveau en solution dans 50 cc. d'alcool méthylique et additionnés, à l'ébullition, de 5 cc. d'une solution à 10 % de NaOH. Après repos de deux jours un dépôt plus ou moins cristallisé s'était formé. On décanta le liquide brun foncé surnageant et l'on reprit le résidu par quelques centimètres cubes de chloroforme bouillant. On additionna d'alcool méthylique et l'on distilla jusqu'à ce que le liquide condensé ne sentît plus le chloroforme. On laissa reposer plusieurs jours et il se déposa des cristaux jaunes impurs

qui furent séparés et purifiés par plusieurs cristallisations dans l'éther sulfurique : leurs propriétés correspondaient à celles du toxicarol, comme on peut le voir :

	Corps isolé.	Toxicarol.
Point de fusion.	219°-220°	219°
Analyse élémentaire :		
Carbone %	67,1	67,31
Hydrogène %	5,4	5,36
Indice de méthoxyle	111,8	112,09
Réaction de Jones et Smith.	Positive.	Positive.
Pouvoir rotatoire	Inactif.	Inactif.

Après séparation du toxicarol, les liqueurs résiduelles furent réunies et l'on chassa le dissolvant, puis on reprit par de l'éther acétique à chaud et en excès. Par refroidissement il se déposa une sorte de matière mucilagineuse qui fut séparée. Le liquide restant fut soumis à une lente évaporation; il s'y déposa une petite quantité de cristaux fort impurs qui paraissaient de deux formes, mais en quantités trop faibles pour permettre une purification. Quelques déterminations sommaires nous permettent de supposer qu'il s'agit d'un mélange de déguéline et de téphrosine.

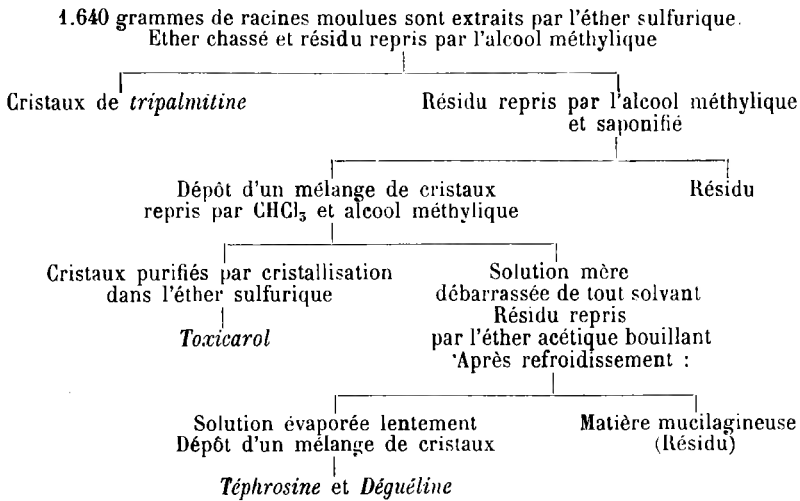
Point de fusion 188°

Réaction de Jones et Smith : positive.

Formes cristallines se rapprochant de celles de la déguéline et de la téphrosine pures.

Wattiez, Lagrange et Ghigny ont isolé du *Tephrosia Vogelii*, également un mélange de téphrosine et de déguéline, auquel ils attribuent un point de fusion de 186°.

Le schéma ci-dessous rend compte de la marche suivie pour isoler ces différents corps :



Nous aurions voulu localiser dans les racines les produits isolés; malheureusement, un moment d'inattention nous a fait passer au moulin toute notre provision de ce matériel. C'est une lacune que nous regrettons.

II. — GOUSSES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	6,64%
Matière sèche	93,36%

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,28
Matières albuminoïdes	8,03
Cellulose	53,76
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables p. H ₂ SO ₄ à 3%	23,16
Extrait éthéré	1,46
Cendres	1,34
Silice (SiO ₂)	0,09
Sulfates (SO ₃)	0,09

Acide phosphorique (P_2O_5)	0,10
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,07
Chaux (CaO)	0,26
Magnésie (MgO)	0,14
Potasse (K_2O)	0,35
Soude (Na_2O)	0,08

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	6,50
Sulfates (SO_3)	6,75
Acide phosphorique (P_2O_5)	19,31
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	5,39
Chaux (CaO)	18,98
Magnésie (MgO)	10,82
Potasse (K_2O)	26,30
Soude (Na_2O)	6,15

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % sur matière sèche	0,114
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % sur extrait étheré	7,75
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,341
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	22,05

B. — Extraction des produits actifs.

N'ayant eu à notre disposition qu'une faible quantité de gousses de *Tephrosia candida*, nous n'avons pu pousser très loin l'étude des produits qu'elles renferment.

Les gousses moulues furent extraites par l'éther sulfurique, puis, l'éther ayant été chassé, l'extrait fut repris par l'alcool méthylique et laissé en repos pendant plusieurs jours. Il s'y forma un dépôt d'une matière plus ou moins cristallisée, à bas point de fusion et présentant les caractères d'un glycéride, mais nous n'en possédions pas une quantité suffisamment importante pour pouvoir en entreprendre la purification et en déterminer la nature exacte.

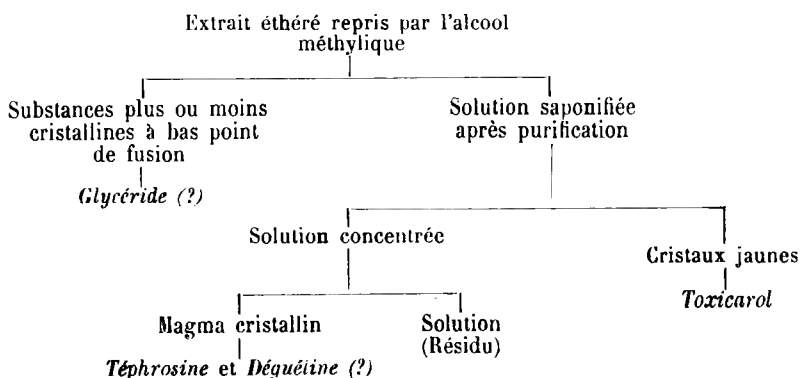
Le reste de l'extrait, qui se trouvait en solution dans l'alcool méthylique, fut additionné de soude à 10 %,

chauffé quelques minutes au bain-marie, puis abandonné au repos pendant quelques jours. Les matières qui se déposèrent furent séparées par décantation, puis reprises par le chloroforme et l'alcool éthylique. On distilla un volume suffisant du mélange pour éliminer le chloroforme et on laissa cristalliser. On put ainsi séparer un peu d'un corps jaune et cristallin, qui présentait les caractères du *toricarol* :

Point de fusion	220°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	67,45
Hydrogène %	5,40
Réaction de Jones et Smith : positive.	

Par concentration de la solution, on put obtenir une petite quantité d'un magma plus ou moins cristallin, qui semble être un mélange de téphrosine et de déguéline. La quantité que nous possédions ne nous a pas permis d'en poursuivre l'étude.

Le schéma suivant rend compte de la marche suivie pour séparer ces divers corps :



C. — Localisation des produits actifs.

Nous avons traité des coupes faites à travers des gousses par le procédé de Wattiez, Lagrange et Ghigny. Nous n'avons obtenu aucun résultat positif.

Il s'agit ici d'une substance dont l'indice de méthoxyle est de 0,114 seulement. Sans doute faut-il attribuer à la faible quantité de produits donnant la réaction de Jones et Smith, contenus dans ces gousses, la raison de l'impossibilité de les localiser.

III. — GRAINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,13 %
Matière sèche	91,97 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	6,81
Matières albuminoïdes	42,53
Cellulose	14,05
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	11,96
Extrait étheré	10,43
Cendres	4,31
Silice (SiO_2)	0,039
Sulfates (SO_3)	0,22
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,55
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,025
Chaux (CaO)	0,26
Magnésie (MgO)	0,14
Potasse (K_2O)	1,48
Soude (Na_2O)	0,08

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	0,91
Sulfates (SO_3)	5,48
Acide phosphorique (P_2O_5)	32,08
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,60
Chaux (CaO)	8,05
Magnésie (MgO)	8,59
Potasse (K_2O)	36,77
Soude (Na_2O)	2,96

2. Teneur en produits actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,44
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	4,14
Indice de méthoxyle de la matière sèche	2,06
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	20,43

Les graines de *Tephrosia candida* contiennent, comme toutes celles des espèces du genre, une certaine proportion d'huile. Aussi, avant de les épuiser par l'éther sulfurique, afin d'en séparer les corps actifs, avons-nous jugé utile de les soumettre à une extraction par l'éther de pétrole. Ceci nous amène à étudier séparément l'extrait pétroléique et l'extrait étheré.

1. EXTRAIT PÉTROLIQUE.

Par un long repos à basse température il a été possible de faire cristalliser dans cet extrait une petite quantité d'un corps cristallin blanc, possédant un point de fusion de 85° et ne donnant pas les réactions colorées de la roténone. Nous n'en possédions pas une quantité suffisante pour le purifier et en déterminer les constantes. Nous en poursuivrons l'étude.

L'huile, débarrassée par filtration de ce corps cristallisé, possédait les constantes suivantes :

Indice de réfraction à 18°	1,4784
Densité à 18°	0,918
Indice d'acidité	32,18
Indice d'éther	142,25
Indice de saponification	174,43
Indice d'iode	102,7

2. EXTRAIT ÉTHÉRÉ.

Après extraction par l'éther de pétrole, les graines moules furent épuisées par l'éther sulfurique.

Par forte concentration de cet extrait et long repos à basse température, il s'est formé un dépôt de cristaux

blancs, qui après purification possédaient les propriétés de la *roténone* :

Point de fusion	103°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	70,00
Hydrogène %	5,60
Indice de méthoxyle	119,2

C'est le seul corps qu'on ait pu séparer de cet extrait sans saponification. Après plusieurs essais infructueux d'en obtenir d'autres, par cristallisation dans divers solvants, l'extrait résineux fut dissous dans l'alcool méthylique et saponifié suivant le procédé déjà indiqué. Par repos on a pu faire cristalliser dans l'alcool éthylique, d'abord du toxicarol, puis, par concentration, un mélange de cristaux qui furent redissous et soumis à une cristallisation fractionnée dans l'éther acétique, ce qui permit d'obtenir d'abord des cristaux en fines aiguilles et ensuite des cristaux en prismes massifs. Les uns et les autres fortement colorés en rouge, comme le cas s'était présenté déjà avec les racines de *Tephrosia toxicaria*.

Pour les obtenir à l'état de blancheur parfaite ils furent mis en solution dans un excès d'éther acétique auquel il fut ajouté de l'eau, goutte à goutte, jusqu'à commencement de trouble. Après traitement à chaud par du noir animal, la solution fut filtrée, puis distillée. Le résidu fut séché à l'étuve et finalement soumis à une cristallisation fractionnée dans l'éther acétique.

On a pu obtenir ainsi :

1° Des cristaux blancs en aiguilles dont les propriétés correspondent à celles de la déguéline.

Point de fusion	169°,9
Analyse élémentaire :	
Carbone %	68,9
Hydrogène %	5,5
Indice de méthoxyle	118,7
Réaction de Jones et Smith : positive.	

2° Des cristaux blancs légèrement jaunâtres en prisme, dont les propriétés correspondent à celles de la téphrosine.

Point de fusion	197,8
Analyse élémentaire :	
Carbone %	66,75
Hydrogène %	5,25
Indice de méthoxyle	111,2
Réaction de Jones et Smith : positive.	

C. — Localisation.

L'analogie entre les graines de *Tephrosia candida* et celles de *Tephrosia toxicaria* est si grande que nous n'avons pas cru utile de figurer par une planche l'aspect qu'elles présentent en coupe microscopique. Elles ne diffèrent entre elles que par des détails et la dimension des cellules.

Si l'on traite par la méthode de localisation déjà mentionnée des coupes pratiquées à travers les graines de *Tephrosia candida*, on s'aperçoit que les corps donnant la réaction de Jones et Smith sont eux aussi localisés aux mêmes endroits que dans les graines de *Tephrosia toxicaria*.

1° Dans le spermoderme : Des groupes formés de 2 ou 3 cellules réunies, et situées dans la couche de cellules aplaties, qui succèdent à l'assise de cellules en sabliers, se colorent fortement en vert bleuâtre;

2° Dans les cotylédons : Des cellules disséminées dans toute la masse de la feuille cotylédonnaire contiennent les principes actifs.

III. — *TEPHROSIA VOGELII* Hook. fils.

Le *Tephrosia Vogelii* est un arbuste à rameaux tomenteux. Ses feuilles sont imparipennées et portent 8 à 12 paires de folioles oblongues ou lancéolées obtuses. Elles sont couvertes, surtout à la face inférieure, d'un duvet soyeux qui leur donne un aspect grisâtre (le nom du genre est tiré de *τεφρός* = cendré), et munies de stipules lancéolées, caduques. Les fleurs sont pourpres ou blanches et disposées en grappes amples. La gousse est droite, longue de 15 cm. environ et large de 1 à 1,5 cm. Elle est couverte d'un épais duvet ochracé et contient une quinzaine de graines noires à hile blanc, proéminent.

Le *Tephrosia Vogelii* est indigène au Congo belge

Wattiez, Lagrange et Ghigny (1) ont déjà étudié cette plante. Ils ont extrait des feuilles, des rameaux et des graines une substance cristalline fondant à 186°. Ils considèrent comme un mélange de déguélin et de téphrosine. Ils ont en outre retiré des graines un corps jaune cristallin fondant à 192°. L'examen histologique des différentes parties de la plante a surtout retenu l'attention de ces auteurs.

I. — RACINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	,12%
Matière sèche	,88%

(1) *Bulletin des séances de l'Institut Royal Colonial Belge* 1-1935, 2, pp. 412 et suiv.



TEPHROSIA VOGELII HOOK. F.

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	0,79
Matières albuminoïdes	4,94
Cellulose	65,96
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	15,70
Extrait étheré	1,39
Cendres	2,30
Silice (SiO_2)	0,34
Sulfates (SO_3)	1,12
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,32
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,05
Chaux (CaO)	0,37
Magnésie (MgO)	0,27
Potasse (K_2O)	0,76
Soude (Na_2O)	0,05

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	14,70
Sulfates (SO_3)	5,08
Acide phosphorique (P_2O_5)	14,47
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	2,36
Chaux (CaO)	16,91
Magnésie (MgO)	11,66
Potasse (K_2O)	33,35
Soude (Na_2O)	2,20

2. Teneur en principes actifs.

α_D , de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,27
α_D , de l'extrait benzénique, en roténone %, de l'extrait étheré	1,94
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,68
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	48,92

B. — Séparation des corps actifs.

2.300 gr. de racines moulues sont épuisés à fond par l'éther sulfurique. L'extrait est concentré et laissé en repos pendant plusieurs semaines à basse température. Il s'y

forme peu à peu un dépôt d'un produit blanchâtre, résineux, qui est séparé. Recristallisé dans l'éther sulfurique, il présente les propriétés de la roténone.

Point de fusion	163°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	69,58
Hydrogène %	5,72
Indice de méthoxyle.	118,95
Réaction de Jones et Smith : positive.	

Après séparation de la roténone, l'extrait est dissous dans l'alcool méthylique et saponifié par la soude. Après repos de quelques jours la partie insoluble est séparée par décantation et dissoute dans le chloroforme. On ajoute de l'alcool éthylique et l'on distille jusqu'à élimination du chloroforme. On laisse cristalliser pendant quelques jours et l'on peut séparer un peu d'un corps jaune et cristallin qui n'est autre que du toxicarol :

Point de fusion	218°,3
Analyse élémentaire :	
Carbone %	66,72
Hydrogène %	5,44
Indice de méthoxyle.	111,49

La solution alcoolique restante est distillée à sec et le résidu repris par l'éther acétique. Après purification par le noir, on a pu, par cristallisation fractionnée, séparer deux corps blancs, de la déguéline et de la téphrosine, dont les constantes étaient les suivantes :

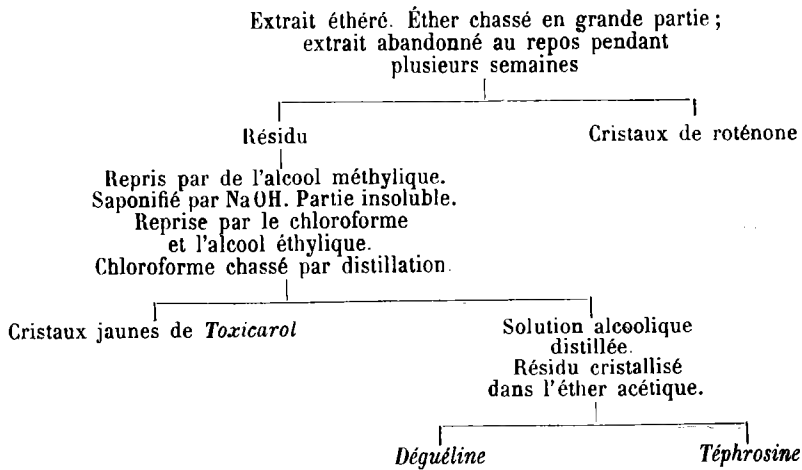
1° *Déguéline* :

Point de fusion	171°,2
Analyse élémentaire :	
Carbone %	71,00
Hydrogène %	5,90
Indice de méthoxyle	119,00

2° *Téphrosine* :

Point de fusion	197°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	67,20
Hydrogène %	5,14
Indice de méthoxyle.	112,00

La marche suivie pour la séparation de ces différents corps est résumée dans le schéma suivant :



C. — Localisation.

Comme Wattiez et ses collaborateurs, nous ne sommes pas parvenu à obtenir, dans les coupes pratiquées dans les racines de *Tephrosia Vogelii*, de réaction de localisation. Remarquons, en passant, qu'ici encore l'indice de méthoxyle est bas.

II. — GOUSSES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	8,93 %
Matière sèche	91,07 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,09
Cellulose	61,94
Matières albuminoïdes	6,81
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	19,02
Extrait éthéré	4,07
Cendres	3,04
Silice (SiO_2)	0,61
Sulfates (SO_3)	1,13
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,54
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,15
Chaux (CaO)	0,33
Magnésie (MgO)	0,28
Potasse (K_2O)	0,95
Soude (Na_2O)	0,11

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	20,11
Sulfates (SO_3)	4,05
Acide phosphorique (P_2O_5)	17,77
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	5,05
Chaux (CaO)	11,00
Magnésie (MgO)	9,42
Potasse (K_2O)	31,40
Soude (Na_2O)	3,31

2. Teneur en produit toxique.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,05
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	1,20
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,95
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	7,14

B. — Séparation des corps actifs.

4 kilos de gousses moulues furent extraites par l'éther sulfurique. L'extrait concentré laissa déposer une matière blanche, non cristallisée, fondant mal vers 70° et donnant nettement la réaction de Jones et Smith. Nous ne sommes

pas encore parvenu jusqu'ici à purifier ce produit. L'extrait restant fut repris successivement par divers solvants, sans qu'il fût possible d'obtenir, par concentration et repos des solutions obtenues, de dépôt cristallisé.

Finalement toutes les solutions furent évaporées, les résidus réunis, repris par l'alcool méthylique et saponifiés par la soude à 10 %, puis purifiés au moyen de chloroforme et d'alcool éthylique, suivant le processus déjà décrit. On obtint ainsi une masse plus ou moins cristalline qui fut soumise à une cristallisation fractionnée dans l'éther acétique. On put obtenir une petite quantité de deux corps qui, après purification par le noir animal, en milieu éthéro-acétique aqueux, et plusieurs cristallisations dans l'éther acétique pur, purent être identifiés comme étant de la déguéline et de la téphrosine. Ils présentaient notamment les caractères suivants :

Déguéline :

Aspect : Aiguilles blanches.	
Point de fusion	170°,5
Indice de méthoxyle	118,8

Téphrosine :

Aspect : petits prismes incolores.	
Point de fusion	197°,2
Indice de méthoxyle	111,0

C. — Localisation.

Pas plus que les coupes des racines, les coupes pratiquées dans les gousses de *Tephrosia Vogelii* ne nous ont fourni de résultats positifs.

III. — GRAINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	8,07 %
Matière sèche	91,93 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	6,43
Matières albuminoïdes	40,19
Cellulose	18,12
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	13,87
Extrait éthéré	13,40
Cendres	4,54
Silice (SiO_2)	0,15
Sulfates (SO_3)	0,35
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,69
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,16
Chaux (CaO)	0,33
Magnésie (MgO)	0,49
Potasse (K_2O)	3,92
Soude (Na_2O)	0,07

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	3,35
Sulfates (SO_3)	7,73
Acide phosphorique (P_2O_5)	15,22
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	5,59
Chaux (CaO)	7,42
Magnésie (MgO)	10,76
Potasse (K_2O)	46,36
Soude (Na_2O)	1,54

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,62
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	4,55
Indice de méthoxyle de la matière sèche	3,97
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	29,68

B. — Séparation des produits actifs.

Comme celles des deux *Tephrosia* déjà étudiées, les graines du *Tephrosia Vogelii* contiennent assez bien d'huile. Elles ont été épuisées par l'éther de pétrole avant extraction par l'éther sulfurique.

1. EXTRAIT PÉTROLÉIQUE.

Extraites par l'éther de pétrole, les graines ont fourni 10 % environ d'une huile fortement colorée en jaune qui, par long repos, a laissé déposer un corps jaune qui fut séparé. Après plusieurs cristallisations dans l'éther sulfurique, il présentait les caractères du toxicarol actif.

Voici d'ailleurs ses constantes :

Point de fusion	219°-220°
Analyse élémentaire :	
Carbone %	67,90
Hydrogène %	5,75
Indice de méthoxyle.	111,52
Pouvoir rotatoire	—0°,17

Après séparation de ce corps, l'huile présentait les caractéristiques suivantes :

Indice de réfraction à 18°	1,4848
Densité à 18°	0,948
Indice d'acidité	10,00
Indice d'éther	152,8
Indice de saponification	162,8
Indice d'iode	103,3

2. EXTRAIT ÉTHÉRÉ.

Après extraction par l'éther de pétrole les graines furent extraites par l'éther sulfurique. L'extrait concentré fut gardé longtemps à basse température, ce qui permit d'y faire cristalliser une petite quantité de roténone qui fut reconnue aux caractères suivants :

Point de fusion	163°
Indice de méthoxyle	118,2
Analyse élémentaire :	
Carbone %	69,69
Hydrogène %	5,53
Réaction de Jones et Smith : positive.	

Après séparation de la roténone, l'extrait repris par l'alcool méthylique fut saponifié par la soude à 10 % et la partie insolubilisée fut purifiée suivant le procédé déjà décrit, au moyen de chloroforme et d'alcool méthylique. On a pu obtenir ainsi un mélange cristallisé de déguéline et de téphrosine. Ces corps ont été séparés par cristallisation fractionnée dans l'éther acétique.

Ils présentaient les caractères suivants :

Déguéline :

Aspect : Aiguilles blanches.

Point de fusion 170°

Indice de méthoxyle 118°

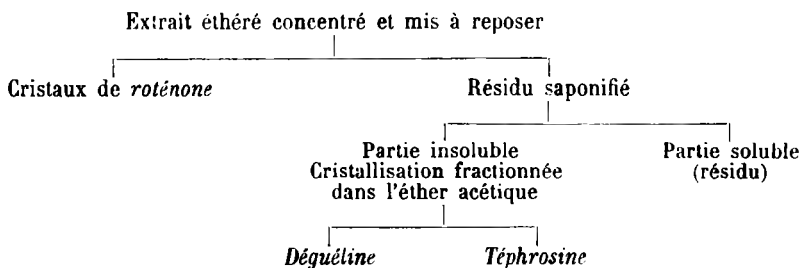
Téphrosine :

Aspect : petits prismes incolores.

Point de fusion 119,0

Indice de méthoxyle 111,4

Schéma de la marche suivie :



C. — Localisation des principes actifs.

Wattiez, Lagrange et Ghigny, dans leur étude sur le *Tephrosia Vogelii*, souvent citée déjà, ont effectué la localisation des principes actifs dans la graine de cette plante. Nos observations n'ont fait que confirmer les leurs. Rappelons que les cellules donnant la réaction de Jones et Smith se trouvent disposées, comme dans les graines de *Tephrosia toxicaria* et de *Tephrosia candida*, c'est-à-dire,

d'une part, dans le spermodermis, à la périphérie de l'épaisse couche médiane de cellules aplaties, et, d'autre part, dans la masse des feuilles cotylédonnaires.

IV. — FEUILLES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,53 %
Matière sèche	90,47 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	4,20
Matières albuminoïdes	26,25
Cellulose	18,76
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	12,15
Extrait éthéré	9,91
Cendres	9,64
Silice (SiO_2)	0,82
Sulfates (SO_3)	0,28
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,99
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,29
Chaux (CaO)	0,55
Magnésie (MgO)	1,24
Potasse (K_2O)	3,71
Soude (Na_2O)	0,06

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	8,60
Sulfates (SO_3)	2,85
Acide phosphorique (P_2O_5)	10,46
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	1,32
Chaux (CaO)	15,45
Magnésie (MgO)	19,22
Potasse (K_2O)	38,57
Soude (Na_2O)	0,62

2. Teneur en produits actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche.	1,61
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	16,21
Indice de méthoxyle de la matière sèche	4,05
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	40,88

B. — Séparation des produits actifs.

Épuisées par l'éther sulfurique, les feuilles de *Tephrosia Vogelii* ont donné un extrait extrêmement sale, qui fut repris par l'alcool méthylique. Par refroidissement il s'y forma un dépôt de produit plus ou moins résineux qui fut séparé en l'essorant. Il fut redissous à plusieurs reprises dans l'alcool méthylique et filtré après refroidissement, puis finalement traité par du noir animal pour le décolorer. On a obtenu ainsi un produit plus ou moins cristallin blanc, fondant à basse température (vers 35°), mais dont l'identification n'a pu être poursuivie faute de matériel suffisant. Quant à la partie restante de l'extrait étheré, elle fut soumise à la saponification suivant le procédé habituel. Le produit insoluble dans l'alcool méthylique, après cette saponification, fut purifié par une série de cristallisations dans l'éther sulfurique, puis dans l'éther acétique, traité par le noir animal en solution éthéro-acétique aqueuse et finalement soumis à une cristallisation fractionnée dans l'éther acétique, ce qui a permis de séparer de la déguéline et de la téphrosine, caractérisées par les constantes suivantes :

Déguéline :

Aspect : aiguilles blanches.	
Point de fusion	171°
Indice de méthoxyle.	119

Téphrosine.

Aspect : prismes incolores.

Point de fusion 196°,5

Indice de méthoxyle. 110,98

C. — Localisation.

Comme l'ont montré Wattiez, Lagrange et Ghigny, les cellules contenant les corps donnant la réaction de Jones et Smith se trouvent disséminées dans le parenchyme foliaire, principalement vers la zone de séparation entre le tissu lacuneux et le tissu palissadique.

Des figures représentant ces dispositions ayant été publiées déjà dans le travail cité, nous n'avons pas jugé utile d'y revenir.

IV. — *TEPHROSIA VIRGINIANA* Pers.

Le *Tephrosia Virginiana* Pers. est une espèce américaine. Les matériaux d'études que nous avons examinés sont dus à l'amabilité du Professeur V. A. Little, de l'« Agricultural and Mechanical College of Texas », qui a bien voulu nous les faire parvenir par l'intermédiaire de M. R. C. Patterson, Consul de Belgique à Houston (Texas). Nous les prions de trouver ici, l'un et l'autre, l'expression de nos vifs remerciements.

Ces matériaux sont les seuls, dont nous rendons compte de l'étude au cours de ce travail, qui ne soient pas d'origine congolaise.

Nous avons cependant cru intéressant de nous y arrêter en raison de l'intérêt que pourrait présenter l'introduction dans la Colonie de cette plante qui se contente d'un sol *extrêmement pauvre* et dont la teneur en roténone, sans être comparable, à celle des *Derris*, par exemple, n'est pas négligeable.

Le *Tephrosia Virginiana* est une plante dressée, de 30 à 60 cm. de haut, velue, à feuilles composées imparipennées, présentant 7 à 13 paires de folioles oblongues et mucronées et courtement pétiolulées. Les fleurs sont rosées, disposées en racème terminal. Le calice est très velu. Les graines sont noirâtres, légèrement aplaties et renfermées dans de petites gousses velues.

D'après les indications du Professeur Little, ces graines, à spermodermes dur, doivent être plongées pendant une quinzaine de minutes dans l'acide sulfurique avant d'être plantées.

Les matériaux que nous avons reçus se composaient de racines et d'une petite quantité de graines. Les racines



TEPHROSIA VIRGINIANA PERS.

seules ont été examinées; nous y avons trouvé, dosé par la méthode à l'éther sulfurique de Roark, 1,7 % de roténone. Le Professeur Little leur attribue une richesse moyenne de 1 à 2 %.

Voici d'ailleurs les résultats que nous a fournis l'analyse de ces racines :

1. Analyse immédiate.

Humidité	7,60 %
Matière sèche	92,40 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,64
Matières albuminoïdes	10,25
Cellulose	42,52
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	16,45
Extrait éthéré	7,39
Cendres	2,14
Silice (SiO_2)	0,56
Sulfates (SO_3)	0,18
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,54
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,11
Chaux (CaO)	0,34
Magnésie (MgO)	0,42
Potasse (K_2O)	0,10
Soude (Na_2O)	0,09

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	26,36
Sulfates (SO_3)	3,33
Acide phosphorique (P_2O_5)	9,98
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	5,10
Chaux (CaO)	16,32
Magnésie (MgO)	19,98
Potasse (K_2O)	4,67
Soude (Na_2O)	4,21

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	1,95
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	26,32
Indice de méthoxyle de la matière sèche	2,72
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	36,80
Roténone % (dosée par la méthode pondérale de Roark)	1,7

A. — Extraction de produits actifs.

L'extrait étheré des racines moulues, abandonné au repos pendant quelque temps, laisse déposer facilement des macles de cristaux blancs de roténone, que nous avons reconnue à son point de fusion de 163° et à son indice de méthoxyle de 119-2.

Après séparation de la roténone, l'extrait restant a été dissous dans l'alcool méthylique et saponifié par la soude. Après repos la partie insoluble a été reprise par le chloroforme et additionnée, à chaud, d'alcool éthylique, puis le chloroforme fut chassé par distillation. Par repos il se déposa un mélange cristallin d'où, après purification et cristallisation fractionnée dans l'éther acétique, on put retirer de la déguéline et de la téphrosine. Ces corps, obtenus en fort petites quantités, ne purent être identifiés que par leur aspect et leur point de fusion.

Déguéline :

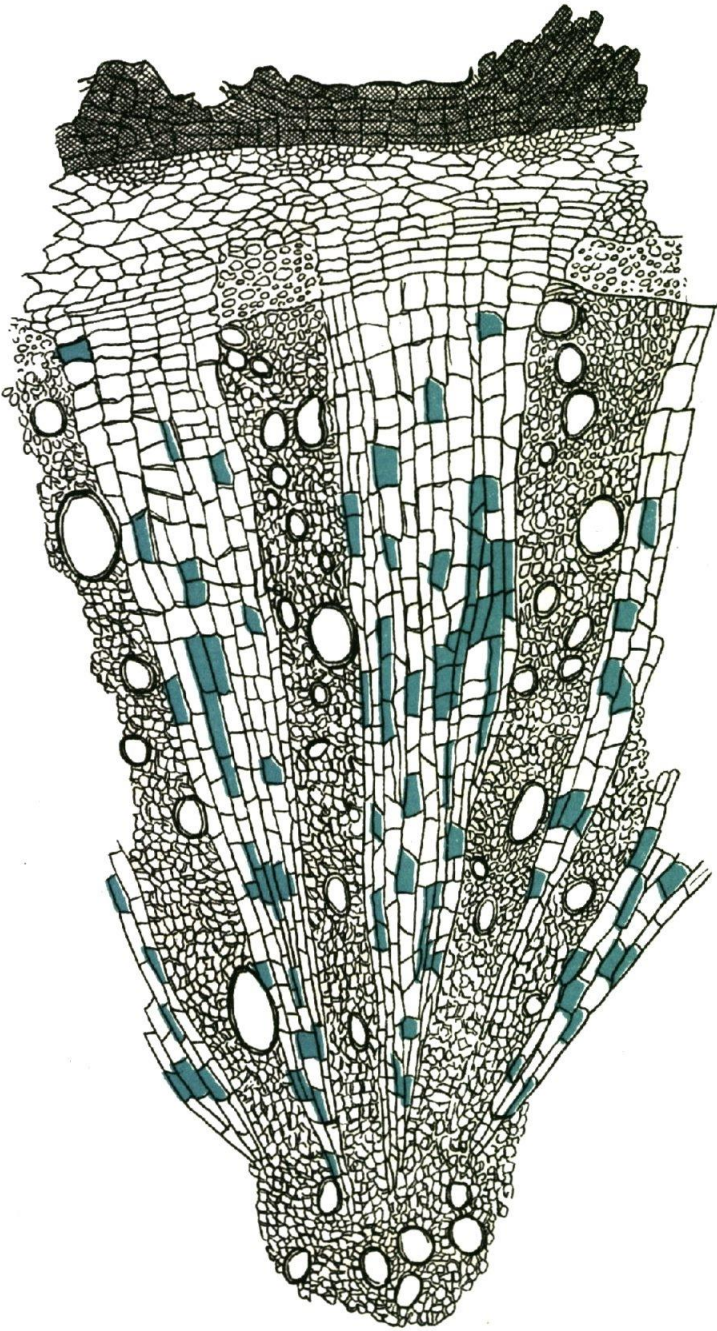
Aiguilles blanches fondant à 170°-5.

Téphrosine :

Prismes incolores, plus solubles dans l'éther acétique fondant à 197°-198°.

B. — Localisation.

Une coupe transversale pratiquée à travers une racine de *Tephrosia Virginiana* laisse apparaître une structure



TEPHROSIA VIRGINIANA PERS.

**Coupe transversale de la racine montrant la localisation des cellules
contenant les corps donnant la réaction de Jones et Smith.**

très régulière. Les rayons médullaires larges sont de longueur uniforme; ils courent sans interruption de la région centrale de la racine jusqu'à la région médullaire. Ils séparent des zones triangulaires aussi régulières qu'eux, constituées par de petites cellules à parois épaisses dans lesquelles baignent les vaisseaux du bois, larges et peu nombreux. Les zones d'accroissement annuel ne sont pas distinctes.

Quant aux cellules contenant les corps donnant la réaction de Jones et Smith, elles sont localisées uniquement dans les rayons médullaires, contrairement à ce qui se passe dans le *Tephrosia toxicaria*.

La figure ci-contre met en évidence ces particularités.

V. — LONCHOCARPUS SERICEUS H. B. et K.

Les *Lonchocarpus* ont été étudiés depuis longtemps au point de vue de leurs propriétés insecticides. Le *Lonchocarpus Nicou* est utilisé déjà industriellement. Ses racines contiennent de 0 à 8 % de roténone (suivant Spoon et Rowaan). Le *Lonchocarpus chrysophyllus* en contient un peu moins.

Nous avons eu entre les mains quelques matériaux d'étude se rapportant au *Lonchocarpus sericeus*, indigène au Congo belge. Bien que nous n'ayons pas encore pu pousser très loin nos recherches, nous croyons intéressant de rendre compte des résultats déjà obtenus.

Le *Lonchocarpus sericeus* est un arbre qui peut atteindre 20 m. de haut et 0,40 m. de diamètre; son écorce est lisse et mince. Il fleurit de février à juillet et fructifie de novembre à mai.

Ses feuilles sont imparipennées à 3 ou 4 paires de folioles latérales, de forme elliptique, obtusément acuminées, arrondies à la base, de 6 à 14 cm. de long sur 3 à 9 cm. de large.

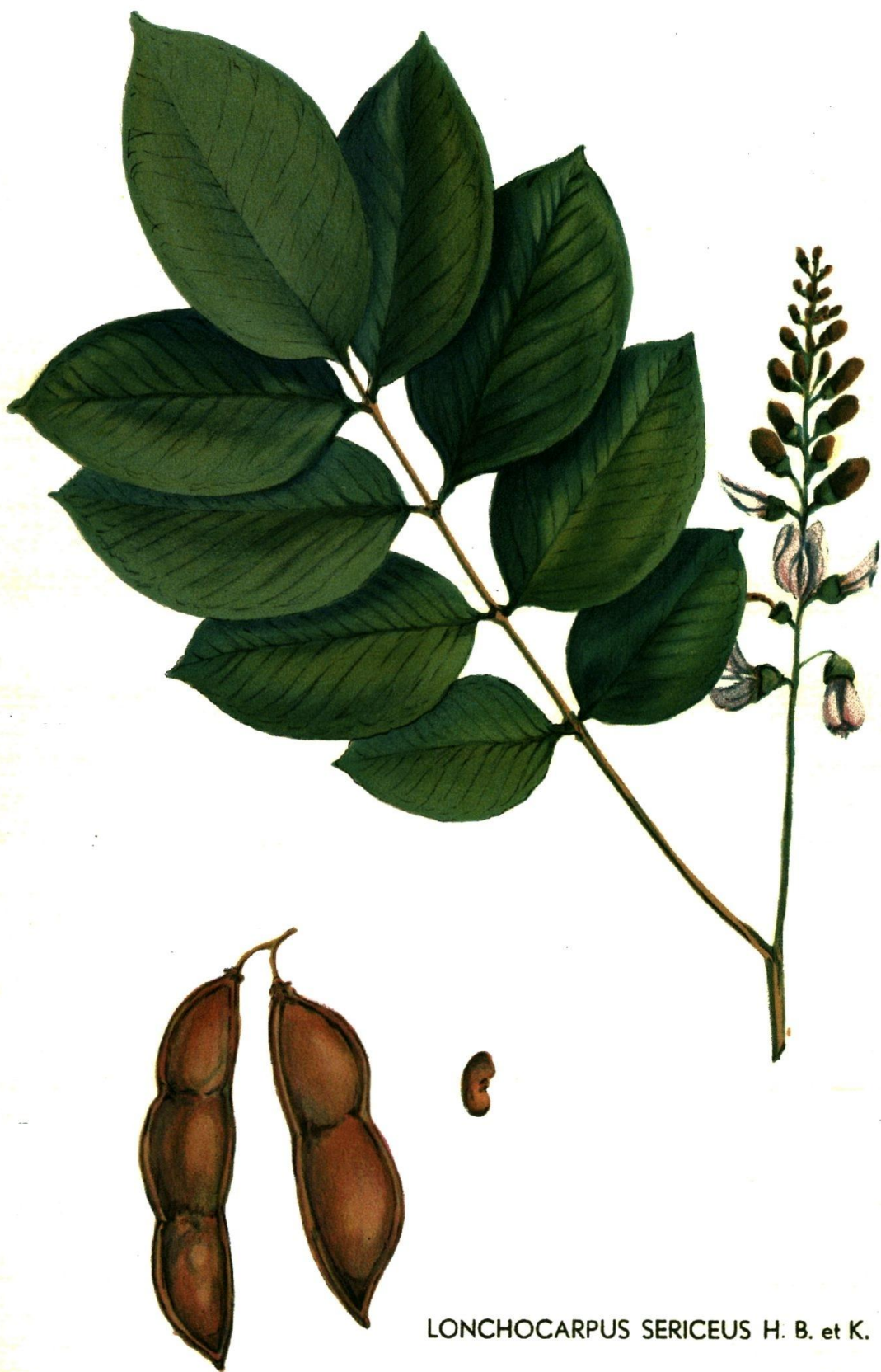
Les feuilles sont pubescentes, à l'état jeune, sur toute leur surface, à l'état adulte, en dessous seulement et principalement sur les nervures.

Les fleurs sont disposées en longues grappes; elles sont de couleur mauve avec des reflets argentés. Le calice est orbiculaire, entier, subsessile, très soyeux intérieurement.

Les bourgeons et les boutons floraux sont très velus.

L'ovaire est également très velu. Les gousses, plates, contiennent de 2 à 5 graines. Les graines ressemblent à des fèves plates.

Dans plusieurs régions le fruit est considéré comme un violent poison.



LONCHOCARPUS SERICEUS H. B. et K.

I. — RACINES.

A. — Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	8,92 %
Matière sèche	91,08 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,47
Matières albuminoïdes	9,19
Cellulose	53,46
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	10,60
Extrait éthéré	2,31
Cendres	3,05
Silice (SiO_2)	0,24
Sulfates (SO_3)	0,25
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,71
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,12
Chaux (CaO)	1,49
Magnésie (MgO)	0,19
Potasse (K_2O)	0,52
Soude (Na_2O)	0,11

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	8,13
Sulfates (SO_3)	3,40
Acide phosphorique (P_2O_5)	9,46
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	3,28
Chaux (CaO)	49,14
Magnésie (MgO)	5,91
Potasse (K_2O)	17,05
Soude (Na_2O)	3,60

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,15
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	6,50
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,43
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	18,64

B. — Extraction des principes actifs.

Si l'on extrait les racines moulues par l'éther sulfurique on obtient, par concentration lente de la solution étherée, un corps qui cristallise en belles aiguilles d'un jaune orange et qui présente les constantes suivantes :

Point de fusion	89°
Pouvoir de rotatoire (α_D^{20})	—8°,33
Analyse élémentaire :	
Carbone %	76,75
Hydrogène %	6,43
Oxygène % (par différence)	16,82

Il ne contient pas d'azote ni de fonction méthoxyle.

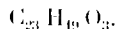
Son poids moléculaire a été déterminé par ébullioscopie dans le chloroforme :

Poids de solvant utilisé	25,4000 gr.
Poids de corps dissous	0,5010 gr.
Dépression	0°,236

En prenant pour constante ébullioscopique du chloroforme la valeur 35,9, on trouve un poids moléculaire de

$$\frac{100 \times 0,501 \times 35,9}{25,49 \times 0,236} = 298,75.$$

En tenant compte de ces données on est amené à calculer la formule suivante :



A ce corps, qui ne semble pas encore avoir été isolé jusqu'ici, nous proposons de donner le nom de *Loncho-carpine*.

II. — GRAINES.

Analyse immédiate.

Humidité	6,30 %
Matière sèche	93,70 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	4,41
Matières albuminoïdes	26,45
Cellulose	7,46
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	22,20
Extrait pétroléique	34,21
Cendres	4,73
Silice (SiO_2)	0,05
Sulfates (SO_3)	0,36
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,82
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,04
Chaux (CaO)	0,60
Magnésie (MgO)	0,33
Potasse (K_2O)	2,58
Soude (Na_2O)	0,05

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	1,05
Sulfates (SO_3)	7,87
Acide phosphorique (P_2O_5)	15,46
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,87
Chaux (CaO)	13,07
Magnésie (MgO)	7,10
Potasse (K_2O)	54,60
Soude (Na_2O)	1,1

Si l'on extrait les graines moulues de *Lonchocarpus* par l'éther de pétrole on obtient un volumineux extrait constitué par une belle huile jaune orange, tenant en dissolution différents corps qui se déposent par un long repos.

L'huile que nous avons extraite a été abandonnée long-

temps à une température relativement basse. Le dépôt qui s'est formé a été séparé. En le faisant cristalliser à plusieurs reprises dans l'alcool, puis dans l'éther sulfurique, nous avons pu en extraire de la *Lonchocarpine*, présentant les mêmes propriétés que celle retirée de la racine.

Déarrassée de ces produits, l'huile présente les constantes suivantes :

Indice de réfraction à 18°	1,4778
Densité à 18°	0,922
Indice d'acidité	2,7
Indice d'éther	167,0
Indice de saponification	169,7
Indice d'iode	98,74

III. — FEUILLES.

Analyse.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,53 %
Matière sèche	90,47 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	3,35
Matières albuminoïdes	20,94
Cellulose	30,41
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	11,82
Extrait éthéré	3,26
Cendres	7,21
Silice (SiO_2)	1,84
Sulfates (SO_3)	0,31
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,69
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,40
Chaux (CaO)	0,99
Magnésie (MgO)	0,72
Potasse (K_2O)	2,04
Soude (Na_2O)	0,06

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	25,56
Sulfates (SO_3)	1,77
Acide phosphorique (P_2O_5)	3,89
Fer et alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	5,64
Chaux (CaO)	13,74
Magnésie (MgO)	10,00
Potasse (K_2O)	28,44
Soude (Na_2O)	2,65

2. Teneur en principes actifs.

α_p de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,35
α_p de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	10,73
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,41
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	12,62

VI. — LES MILLETIA.

Plusieurs espèces du genre *Milletia* ont déjà été signalées comme contenant des produits pouvant servir comme insecticides.

Nous avons effectué quelques analyses de racines, de feuilles et de rameaux appartenant à différentes espèces de *Milletia* et provenant du Congo belge. Bien que nous n'ayons pu jusqu'à présent étudier les extraits de ces matériaux, nous croyons utile de signaler ici les résultats de nos analyses.

***Milletia Laurentii* De Wild.**

Cette espèce a été décrite en 1904 par De Wildeman (1). C'est un grand arbre à tronc pouvant atteindre 80 cm. de diamètre. Les feuilles, dont la longueur peut dépasser 25 cm., sont imparipennées à 6 ou 7 paires de folioles latérales.

Les folioles sont glabres, obovales, acuminées.

Les fleurs, disposées en racèmes terminaux, sont de couleur violacée.

Le calice est velu, brunâtre, à dents lancéolées, la supérieure plus grande et triangulaire.

Le fruit est glabre à l'état adulte, à bord proéminent, d'une quinzaine de centimètres de long sur 4 à 5 cm. de large. Les graines sont au nombre de 2 à 3 par gousse, aplaties et mesurant 3 cm. de long.

(1) *La Belgique Coloniale*, 1904, p. 378

ANALYSE DES RACINES.

1. Analyse immédiate.

Humidité	8,80 %
Matière sèche	91,20 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	0,82
Matières albuminoïdes	5,13
Cellulose	61,72
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	14,13
Extrait éthéré	1,93
Cendres	2,80
Silice (SiO_2)	0,34
Sulfates (SO_3)	0,10
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,18
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,07
Chaux (CaO)	1,11
Magnésie (MgO)	0,17
Potasse (K_2O)	0,56
Soude (Na_2O)	0,08

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	11,95
Sulfates (SO_3)	3,51
Acide phosphorique (P_2O_5)	6,61
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	2,55
Chaux (CaO)	39,68
Magnésie (MgO)	6,43
Potasse (K_2O)	20,00
Soude (Na_2O)	2,85

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,23
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	11,91
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,86
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	44,95

ANALYSE DES FEUILLES.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,87 %
Matière sèche	90,13 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	3,08
Matières albuminoïdes	19,25
Cellulose	30,08
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	12,54
Extrait étheré	4,75
Cendres	8,97
Silice (SiO_2)	2,46
Sulfates (SO_3)	0,22
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,91
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,11
Chaux (CaO)	2,04
Magnésie (MgO)	1,13
Potasse (K_2O)	1,83
Soude (Na_2O)	0,07

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	27,37
Sulfates (SO_3)	2,40
Acide phosphorique (P_2O_5)	9,73
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	1,29
Chaux (CaO)	22,79
Magnésie (MgO)	13,52
Potasse (K_2O)	20,40
Soude (Na_2O)	0,79

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,14
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	2,95
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,53
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	11,20

ANALYSE DES RAMEAUX.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,70 %
Matière sèche	90,30 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,51
Matières albuminoïdes	9,44
Cellulose	47,26
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	15,50
Extrait éthéré	1,72
Cendres	5,63
Silice (SiO_2)	0,60
Sulfates (SO_3)	0,23
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,37
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,06
Chaux (CaO)	2,24
Magnésie (MgO)	0,35
Potasse (K_2O)	1,42
Soude (Na_2O)	0,07

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	10,67
Sulfates (SO_3)	4,14
Acide phosphorique (P_2O_5)	6,59
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	1,03
Chaux (CaO)	39,77
Magnésie (MgO)	6,45
Potasse (K_2O)	25,23
Soude (Na_2O)	1,22

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,24
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	13,95
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,18
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	11,20

Milletia versicolor Welw.

Le *Milletia versicolor* est un arbuste de 1,50 à 3 m. de haut, à rameaux glabres. Les feuilles, de 20 à 30 cm. de long, sont imparipennées; à 11 ou 13 folioles ovales ou oblongues, acuminées, glabres.

Fleurs en grappes terminales, à étendard jaune et ailes violet pourpre, calice largement campanulé, densément pubescent. Gousses brunes, veloutées (ce qui les différencie des gousses de *Milletia Laurentii*), contenant 2 à 3 graines.

ANALYSE DES RACINES.**1. Analyse immédiate.**

Humidité	10,76 %
Matière sèche	89,24 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,43
Matières albuminoïdes	9,25
Cellulose	46,77
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	20,53
Extrait étheré	1,47
Cendres	4,53
Silice (SiO_2)	0,42
Sulfates (SO_3)	0,24
Acide phosphorique (P_2O_5)	0,30
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,12
Chaux (CaO)	1,54
Magnésie (MgO)	0,29
Potasse (K_2O)	1,17
Soude (Na_2O)	0,06

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	9,20
Sulfates (SO_3)	4,84
Acide phosphorique (P_2O_5)	6,03
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	2,88
Chaux (CaO)	33,17

Magnésie (MgO)	7,05
Potasse (K ₂ O)	25,80
Soude (Na ₂ O)	1,32

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,19
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait éthéré	12,92
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,30
Indice de méthoxyle de l'extrait éthéré	20,65

ANALYSE DES FEUILLES.**1. Analyse immédiate.**

Humidité	9,36 %
Matière sèche	90,64 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	3,34
Matières albuminoïdes	20,88
Cellulose	28,47
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H ₂ SO ₄ à 3 %	10,29
Extrait éthéré	11,62
Cendres	13,21
Silice (SiO ₂)	5,10
Sulfates (SO ₃)	0,21
Acide phosphorique (P ₂ O ₅)	0,56
Fer et alumine (Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃)	0,09
Chaux (CaO)	1,45
Magnésie (MgO)	2,07
Potasse (K ₂ O)	2,87
Soude (Na ₂ O)	0,03

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO ₂)	38,58
Sulfates (SO ₃)	1,57
Acide phosphorique (P ₂ O ₅)	4,10
Fer et alumine (Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃)	0,69

Chaux (CaO)	11,45
Magnésie (MgO)	16,36
Potasse (K ₂ O)	21,80
Soude (Na ₂ O)	0,23

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,16
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	1,38
Indice de méthoxyle de la matière sèche	1,51
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	13,04

ANALYSE DES RAMEAUX.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,75 %
Matière sèche	90,25 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,67
Matières albuminoïdes	10,44
Cellulose	45,78
Sucres réducteurs préformés et sucres hydrolysables par H ₂ SO ₄ à 3 %	12,91
Extrait étheré	1,66
Cendres	7,78
Silice (SiO ₂)	0,50
Sulfates (SO ₃)	0,18
Acide phosphorique (P ₂ O ₅)	0,43
Fer et alumine (Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃)	0,05
Chaux (CaO)	4,88
Magnésie (MgO)	1,43
Potasse (K ₂ O)	3,03
Soude (Na ₂ O)	0,05

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO ₂)	7,59
Sulfates (SO ₃)	2,44
Acide phosphorique (P ₂ O ₅)	5,70

Fer et alumine ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$)	0,67
Chaux (CaO)	23,90
Magnésie (MgO)	18,22
Potasse (K_2O)	39,01
Soude (Na_2O)	0,64

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,17
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	10,24
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,27
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	17,24

Milletia Mannii Bak.

Le *Milletia Mannii* est un arbre ou un arbuste à rameaux glabres. Les feuilles sont longues de 20 à 25 cm.; elles sont imparipennées et portent 15 à 17 folioles obovales ou oblongues, acuminées, glabres et plus ou moins coriaces. Les fleurs sont rougeâtres et disposées en grappes. Le calice est campanulé, brunâtre, soyeux. Ovaire linéaire, très velu.

ANALYSE DES RACINES.

1. Analyse immédiate.

Humidité	9,32 %
Matière sèche	90,68 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,82
Matières albuminoïdes	11,38
Cellulose	47,89
Sucres réducteurs préformés et sucres hydrolysables par H_2SO_4 à 3 %	24,25
Extrait étheré	3,50
Cendres	1,63
Silice (SiO_2)	0,22
Sulfates (SO_3)	0,11

Acide phosphorique (P_2O_5)	0,51
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,13
Chaux (CaO)	0,49
Magnésie (MgO)	0,16
Potasse (K_2O)	0,34
Soude (Na_2O)	0,09

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	13,55
Sulfates (SO_3)	2,81
Acide phosphorique (P_2O_5)	12,87
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	7,73
Chaux (CaO)	29,60
Magnésie (MgO)	10,08
Potasse (K_2O)	20,85
Soude (Na_2O)	5,52

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,27
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	7,71
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,48
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	13,80

ANALYSE DES FEUILLES.

1. Analyse immédiate.

Matière sèche	9,76 %
Humidité	90,24 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	4,13
Matières albuminoïdes	25,81
Cellulose	25,98
Sucres réducteurs préformés et sucres hydrolysables par H_2SO_4 à 3 %	11,08
Extrait étheré	3,71
Cendres	5,28
Silice (SiO_2)	0,68
Sulfates (SO_3)	0,14

Acide phosphorique (P_2O_5)	1,41
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,22
Chaux (CaO)	0,54
Magnésie (MgO)	0,61
Potasse (K_2O)	1,77
Soude (Na_2O)	0,13

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	13,04
Sulfates (SO_3)	1,12
Acide phosphorique (P_2O_5)	10,88
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	4,13
Chaux (CaO)	10,08
Magnésie (MgO)	11,36
Potasse (K_2O)	33,52
Soude (Na_2O)	2,46

2. Teneur en principes actifs.

α_D , de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,15
α_D , de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	4,09
Indice de méthoxyle de la matière sèche	1,16
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	31,66

ANALYSE DES RAMEAUX.

1. Analyse immédiate.

Humidité	10,03 %
Matière sèche	89,97 %

100 parties de matière sèche contiennent :

Azote	1,72
Matières albuminoïdes	10,75
Cellulose	46,79
Sucres réducteurs préformés et sucres hydroly- sables par H_2SO_4 à 3 %	14,07
Extrait étheré	3,24
Cendres	3,80
Silice (SiO_2)	0,21
Sulfates (SO_3)	0,10

Acide phosphorique (P_2O_5)	1,06
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	0,09
Chaux (CaO)	0,96
Magnésie (MgO)	0,48
Potasse (K_2O)	0,76
Soude (Na_2O)	0,11

100 parties de cendres contiennent :

Silice (SiO_2)	5,60
Sulfates (SO_3)	1,15
Acide phosphorique (P_2O_5)	11,16
Fer et alumine ($Fe_2O_3 + Al_2O_3$)	2,50
Chaux (CaO)	25,86
Magnésie (MgO)	12,74
Potasse (K_2O)	20,00
Soude (Na_2O)	2,89

2. Teneur en principes actifs.

α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de la matière sèche	0,01
α_D de l'extrait benzénique, en roténone % de l'extrait étheré	0,40
Indice de méthoxyle de la matière sèche	0,09
Indice de méthoxyle de l'extrait étheré	2,71

VII. — LES DERRIS.

Les *Derris* sont des légumineuses assez connues par les nombreuses publications auxquelles elles ont donné lieu depuis quelques années, pour qu'il soit inutile de les décrire encore.

Quelques espèces de *Derris* sont indigènes au Congo belge, les *Derris brachyptera*, *Derris congolensis* et *Derris nobilis*, par exemple. Les deux espèces qui ont donné jusqu'ici les meilleurs rendements en roténone et les seules qui fassent encore l'objet d'une culture industrielle, le *Derris elliptica* et le *Derris malaccensis*, ont été introduites dans notre colonie. Les premiers essais de culture expérimentale qui y ont été faits ont donné de bons résultats et il est regrettable que la culture de ces deux plantes ne se répande pas davantage au Congo.

Les industriels belges doivent encore, à l'heure actuelle, s'approvisionner en racines de *Derris* aux Indes néerlandaises.

La composition des *Derris elliptica* et *Derris malaccensis* est bien connue. Nous citerons seulement les résultats que nous a fournis l'analyse de quelques échantillons congolais :

La roténone y a été dosée par la méthode à l'éther de Roark, et le toxicarol par celle que nous avons décrite dans la première partie de ce travail.

Ayant effectué ces analyses à un moment où nous n'avions pas encore songé à déterminer l'indice de méthoxyle, nous regrettons de ne pouvoir fournir cette donnée qui aurait été sans doute intéressante.

Extrait étheré % sur matière sèche.	ROTENONE %		TOXICAROL %	
	sur matière sèche.	sur extrait étheré.	sur matière sèche.	sur extrait étheré.

Derris elliptica.

TIGES

1,23	1,00	6,50	—	—
1,07	0,08	7,57	—	—
2,13	0,04	2,06	—	—
1,91	0,07	3,56	—	—
2,04	0,10	4,90	—	—
0,87	0,05	6,32	—	—
1,05	0,04	4,00	—	—
0,94	0,48	51,00	—	—

RACINES

23,76	1,00	4,20	—	—
19,64	8,56	44,04	—	—
11,13	7,56	33,98	—	—
2,75	0,39	14,18	—	—
12,25	7,59	61,95	—	—
1,65	0,46	27,87	—	—
2,38	0,03	1,38	—	—
3,36	0,81	21,01	—	—
6,80	1,49	21,91	1,07	15,73

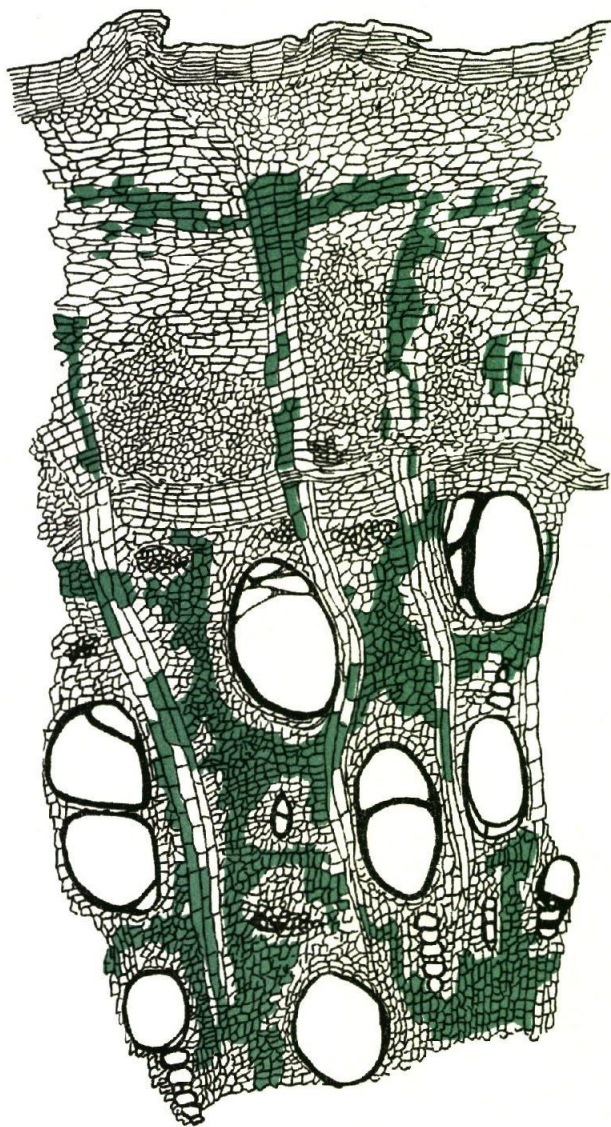
Derris malaccensis.

TIGES

1,17	0,06	5,81	—	—
1,41	0,06	4,68	—	—
0,76	0,14	18,42	—	—
3,37	0,02	0,77	—	—
0,86	0,10	11,62	—	—
0,65	0,09	14,46	—	—
0,76	0,12	16,62	—	—

RACINES

19,16	1,93	10,07	7,4	38,6
28,82	1,70	5,89	4,5	15,6
11,07	3,88	3,50	5,7	51,4
21,21	5,90	23,10	5,8	27,3
17,41	2,40	13,00	6,9	39,6
17,36	0,50	2,83	7,9	45,5
3,14	0,49	15,60	0,2	6,3
13,83	2,90	20,96	5,17	37,32
19,33	1,27	6,05	3,97	20,53
24,27	1,89	7,41	8,49	34,82



DERRIS ELLIPTICA BENTH.

**Coupe transversale de la racine montrant la localisation des corps
donnant la réaction de Jones et Smith.**

Enfin le bois est constitué par une masse de tissus parenchymateux enrobant des vaisseaux ligneux. Ces derniers sont de dimensions fort variables. Certains, très grands, sont réunis en petit nombre ou isolés.

D'autres, beaucoup plus petits, sont réunis en petites files radiales comportant de 2 à 8 vaisseaux.

Les rayons médullaires se prolongent directement du liber dans le bois, mais ils s'arrêtent toujours à une distance notable du centre de la racine.

Des paquets de fibres sont disposés çà et là, sans ordre apparent.

Les cellules dont le contenu présente la réaction de Jones et Smith sont :

1° Des paquets de cellules parenchymateuses, situées entre les vaisseaux du bois;

2° Des cellules des rayons médullaires;

3° Une zone circulaire de cellules se trouvant à la limite du liber et de l'écorce.

2. Racines de *DERRIS MALACCENSIS*.

Les racines de *Derris malaccensis* présentent une structure analogue, mais beaucoup moins nette que celles de *Derris elliptica*. La zone cambiale et les rayons médullaires y sont à peine distincts.

Les corps donnant la réaction de Jones et Smith y sont localisés comme dans les racines de *Derris elliptica* :

1° Dans les cellules parenchymateuses, séparant les vaisseaux du bois;

2° Dans les rayons médullaires;

3° Dans une série de couches concentriques, situées dans le tissu libérien.

ERRATUM.

Pages 14-15 :

Intervertir les formules de structure de la déhydrodéguéline et de la téphrosine.

L'étude micrographique des *Derris elliptica* et *uliginosa* a été effectuée déjà, dès 1925, par J. Maheu (1).

Cet auteur ne parle pas encore de roténone, ce corps n'ayant été isolé par Takey qu'en 1925 et sa formule établie en 1928 seulement.

Maheu signale seulement dans les coupes des *Derris*, qu'il a examinées, la présence de cellules renfermant de la résine.

Nous avons essayé de localiser la roténone ou, plus exactement, l'ensemble des corps donnant la réaction de Jones et Smith, dans les tiges et les racines des *Derris elliptica* et *Derris maluccensis*.

Les coupes des tiges de ces deux plantes ne donnent aucune coloration verte ou bleue quand on les traite par la méthode utilisée par Wattiez, Lagrange et Ghigny. Ici encore nous croyons pouvoir attribuer ce fait à ce que les tiges sont beaucoup plus pauvres que les racines en principes pouvant donner la réaction de Jones et Smith.

Les coupes de racines donnent au contraire de très belles réactions de localisation.

1. Racines de DERRIS ELLIPTICA.

Cette racine présente, de la périphérie au centre, la succession de tissus suivante :

Une assise de liège formée de cellules rectangulaires, disposées régulièrement.

Une écorce constituée par des cellules irrégulières et de dimensions variables.

Puis vient le liber, représenté par des amas de petites cellules assez régulières et séparées par de larges rayons médullaires. Le liber est séparé du bois par une assise cambiale bien distincte, formée de cellules rectangulaires régulièrement disposées.

(1) *Bulletin des Sciences pharmacologiques*, 1925, t. XXXII, pp. 134, 281.

Coupe transversale de la racine montrant la localisation des corps
donnant la réaction de Jones et Smith.

DERRIS MALACCENSIS PRAIN.





Tome III.

1. LEBRUN, J., *Les espèces congolaises du genre Ficus L.* (79 pages, 4 figures, 1934). 12 »
2. SCHWEIZ, le Dr J., *Contribution à l'étude endémiologique de la malaria dans la forêt et dans la savane du Congo oriental* (45 pages, 1 carte, 1934). 8 »
3. DE WILDEMAN, E., TROLLI, GREGOIRE et OROLOVITCH, *À propos de médicaments indigènes congolais* (127 pages, 1935). 17 »
4. DELEVOY, G. et ROBERT, M., *Le milieu physique du Centre africain méridional et la phytogéographie* (104 pages, 2 cartes, 1935). 16 »
5. LEPLAE, E., *Les plantations de café au Congo belge. — Leur histoire (1881-1935). — Leur importance actuelle* (248 pages, 12 planches, 1936). 40 »

Tome IV.

1. JADIN, le Dr J., *Les groupes sanguins des Pygmées* (Mémoire couronné au Concours annuel de 1935) (26 pages, 1935). 5 »
2. JULIEN, le Dr P., *Bloedgroeponderzoek der Efé-pygmeëën en der omwonende Negerstammen* (Verhandeling welke in den jaarlijkschen Wedstrijd voor 1935 eene eervolle vermelding verwierf) (32 bl., 1935). 6 »
3. VLASSOV, S., *Espèces alimentaires du genre Artocarpus. — 1. L'Artocarpus integrifolia L. ou le Jacquier* (80 pages, 10 planches, 1936). 18 »
4. DE WILDEMAN, E., *Remarques à propos de formes du genre Uragoga L. (Rubiaceées). — Afrique occidentale et centrale* (188 pages, 1936). 27 »
5. DE WILDEMAN, E., *Contributions à l'étude des espèces du genre Uapaga BAILL. (Euphorbiacées)* (192 pages, 43 figures, 5 planches, 1936). 35 »

Tome V.

1. DE WILDEMAN, E., *Sur la distribution des saponines dans le règne végétal* (94 pages, 1936). fr. 16 »
2. ZAHLBRUCKNER, A. et HAUMAN, L., *Les lichens des hautes altitudes au Ruwenzori* (31 pages, 5 planches, 1936). 10 »
3. DE WILDEMAN, E., *À propos de plantes contre la lèpre (Crinum sp. Amaryllidacées)* (58 pages, 1937). 10 »
4. HISSSETTE, le Dr J., *Onchocercose oculaire* (120 pages, 5 planches, 1937). 25 »
5. DUREN, le Dr A., *Un essai d'étude d'ensemble du paludisme au Congo belge* (86 pages, 4 figures, 2 planches, 1937). 16 »
6. STANER, P. et BOUTIQUE, R., *Matériaux pour les plantes médicinales indigènes du Congo belge* (228 pages, 17 figures, 1937). 40 »

Tome VI.

1. BURGEON, L., *Liste des Coléoptères récoltés au cours de la mission belge au Ruwenzori* (140 pages, 1937). 25 »
2. LEPERSONNE, J., *Les terrasses du fleuve Congo au Stanley-Pool et leurs relations avec celles d'autres régions de la cuvette congolaise* (68 pages, 6 figures, 1937). 12 »
3. CASTAGNE, E., *Contribution à l'étude chimique des légumineuses insecticides du Congo belge* (Mémoire couronné au Concours annuel de 1937) (102 pages, 2 figures, 9 planches, 1938). 45 »

SECTION DES SCIENCES TECHNIQUES

Tome I.

1. FONTAINAS, P., *La force motrice pour les petites entreprises coloniales* (188 p., 1935). 19 »
2. HELLINCKX, L., *Études sur le Copal-Congo* (Mémoire couronné au Concours annuel de 1935) (64 pages, 7 figures, 1935). 11 »

COLLECTION IN-4°

SECTION DES SCIENCES NATURELLES ET MÉDICALES

Tome I.

1. ROBYNS, W., *Les espèces congolaises du genre Digitaria Hall* (52 p., 6 pl., 1931). fr. 20 »
2. VANDERYST, le R. P. H., *Les roches oolithiques du système schisto-calcaireux dans le Congo occidental* (70 pages, 10 figures, 1932). 20 »
3. VANDERYST, le R. P. H., *Introduction à la phytogéographie agréostologique de la province Congo-Kasai. (Les formations et associations)* (154 pages, 1932). 32 »
4. SCAËTTA, H., *Les famines périodiques dans le Ruanda. — Contribution à l'étude des aspects biologiques du phénomène* (42 pages, 1 carte, 12 diagrammes, 10 planches, 1932). 26 »
5. FONTAINAS, P. et ANSOTTE, M., *Perspectives minières de la région comprise entre le Nil, le lac Victoria et la frontière orientale du Congo belge* (27 p., 2 cartes, 1932). 10 »
6. ROBYNS, W., *Les espèces congolaises du genre Panicum L.* (80 pages, 5 planches, 1932). 25 »
7. VANDERYST, le R. P. H., *Introduction générale à l'étude agronomique du Haut-Kasai. Les domaines, districts, régions et sous-régions géo-agronomiques du Vicariat aposiolique du Haut-Kasai* (82 pages, 12 figures, 1933). 25 »

Tome II.

1. THOREAU, J. et DU TRIEU DE TERDONCK, R., *Le gîte d'uranium de Shinkolobwe-Kasolo (Katanga)* (70 pages, 17 planches, 1933). fr. 50 »

2. SCAËTTA, H., *Les précipitations dans le bassin du Kivu et dans les zones limitrophes du fossé tectonique (Afrique centrale équatoriale). — Communication préliminaire* (108 pages, 28 figures, cartes, plans et croquis, 18 diagrammes, 10 planches, 1933) 60 »
3. VANDERYST, le R. P. H., *L'élevage extensif du gros bétail par les Bampombos et Baholos du Congo portugais* (50 pages, 5 figures, 1933) 14 »
4. POLINARD, E., *Le socle ancien inférieur à la série schisto-calcaire du Bas-Congo. Son étude le long du chemin de fer de Matadi à Léopoldville* (116 pages, 7 figures, 8 planches, 1 carte, 1934) 40 »

Tome III.

- SCAËTTA, H., *Le climat écologique de la dorsale Congo-Nû* (335 pages, 61 diagrammes, 20 planches, 1 carte, 1934) 100 »

Tome IV.

1. POLINARD, E., *La géographie physique de la région du Lubilash, de la Bushimate et de la Lubi vers le 6° parallèle Sud* (38 pages, 9 figures, 4 planches, 2 cartes, 1935) 25 »
2. POLINARD, E., *Contribution à l'étude des roches éruptives et des schistes cristallins de la région de Bondo* (42 pages, 1 carte, 2 planches, 1935) 15 »
3. POLINARD, E., *Constitution géologique et pétrographique des bassins de la Kollo et du M'Bari, dans la région de Bria-Yalanga (Oubangui-Chari)* (160 pages, 21 figures, 3 cartes, 13 planches, 1935) 60 »

Tome V.

1. ROBYNS, W., *Contribution à l'étude des formations herbeuses du district forestier central du Congo belge* (151 pages, 3 figures, 2 cartes, 13 planches, 1936) 60 »
2. SCAËTTA, H., *La genèse climatique des sols montagnards de l'Afrique centrale. — Les formations végétales qui en caractérisent les stades de dégradation* (351 pages, 10 planches, 1937) 115 »

Tome VI.

1. GYSIN, M., *Recherches géologiques et pétrographiques dans le Katanga méridional* (259 pages, 4 figures, 1 carte, 4 planches, 1937) 65 »

SECTION DES SCIENCES TECHNIQUES

Tome I.

1. MAURY, J., *Triangulation du Katanga* (140 pages, fig., 1930) fr. 25 »
2. ANTHOINE, R., *Traitement des minerais aurifères d'origine filonienne aux mines d'or de Kilo-Moto* (163 pages, 63 croquis, 12 planches, 1933) 50 »
3. MAURY, J., *Triangulation du Congo oriental* (177 pages, 4 fig., 3 planches, 1934) 50 »

Tome II.

1. ANTHOINE, R., *L'amalgamation des minerais à or libre à basse teneur de la mine du mont Tsi* (29 pages, 2 figures, 2 planches, 1936) 10 »
2. MOLLE, A., *Observations magnétiques faites à Elisabethville (Congo belge) pendant l'année internationale polaire* (120 pages, 16 figures, 3 planches, 1936) 45 »

Sous presse.

- HULSTAERT (le R. P. G.), *Les sanctions coutumières contre l'adultère chez les Nkundó* (in-8°).
 P. MICHOT, *Etude pétrographique et géologique du Ruwenzori septentrional* (in-8°).
 E. DE WILDEMAN, *Sur des plantes médicinales ou utiles du Mayumbe (Congo belge), d'après des notes du R. P. WELLENS † (1891-1924)* (in-8°).
 J. LEBRUN, *Recherches morphologiques et systématiques sur les cafciers du Congo* (in-8°).
 L. ADRIAENS, *Le ricin au Congo belge. — Etude chimique des graines, des huiles et des sous-produits* (in-8°).
 E. DE WILDEMAN, *Dioscorea alimentaires et toxiques* (in-8°).
 SCHEBESTA (le R. P. P.), *Die Bãmbuti-Pygmaën vom Ituri* (in-8°).

BULLETIN DE L'INSTITUT ROYAL COLONIAL BELGE

	Belgique.	Congo belge.	Union postale universelle.
Abonnement annuel	fr. 60.—	fr. 70.—	fr. 75.— (15 Belgas)
Prix par fascicule	fr. 25.—	fr. 30.—	fr. 30.— (6 Belgas)
<hr/>			
Tome I (1929-1930)	608 pages	Tome V (1934) 738 pages	
Tome II (1931)	694 »	Tome VI (1935) 765 »	
Tome III (1932)	680 »	Tome VII (1936) 626 »	
Tome IV (1933)	884 »	Tome VIII (1937) 895 »	

M. HAYEZ, imprimeur de l'Académie royale de Belgique, rue de Louvain, 112, Bruxelles.

Made in Belgium.