

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

*Université Ibn Khaldoun, Tiaret
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la Nature et de la Vie*



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du Diplôme de Master académique

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Biotechnologie

Spécialité : Biotechnologie microbienne

THEME

**Caractérisation des extraits issus de *Papaver Rhoeas*
et valorisation potentielle de ces extraits
dans des applications tinctoriales**

Présenté par :

OULD MOKHTAR Rachida

Soutenu publiquement le 28/09/2020 devant le jury

Président : Mr SASSI M	Pr	Université de Tiaret
Examineur : Mr ALI-NEHARI AEK	MCA	Université de Tiaret
Encadreur : Mr BOUSSOUM M O	MCA	Université de Tiaret

Année Universitaire 2019-2020

Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier ALLAH de m'avoir donné du courage et de patience afin de réaliser ce travail.

*Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Mr **BOUSSOUM M.O** pour tous ses efforts, sa patience, sa sincérité et constante présence durant la réalisation de cette étude.*

*Je tiens à remercier le président Mr **SASSI M**, et Mr **ALI-NEHARI AEK** de bien vouloir examiner ce travail*

*Je tiens particulièrement à remercier tous les professeurs qui ont attribués à la formation de la spécialité **Biotechnologie microbienne**.*

Ainsi que tous ceux qui ont participé à la réalisation de ce travail de prêt ou de loin

Dédicaces

A la mémoire de mon père qui aurait aimé voir ce que je suis devenue.

*A ma mère pour son sacrifice, ses multiples soutiens, et pour son affection
quotidienne, merci d'être présente dans toutes circonstances. Je pris le tout puissant
de vous donner une longue vie*

A mes frères et ma sœur

A mon beau-frère et mes belles-sœurs

A mes petits neveux et ma petite nièce

A l'ensemble de ma respectueuse famille

A mes amies et ce qui m'aiment

A toute la promotion de Biotechnologie microbienne

*Quoi que je fasse ou je dise, je ne saurai point vous exprimer mon amour et mon
affection*

Tables des matières

<i>Liste des abréviations</i>	i
<i>Liste des tableaux</i>	ii
<i>Liste des figures</i>	iii

Introduction générale

Introduction.

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthode

I.1. Objectif du travail	04
I.2. Période et lieu de travail	04
I.3. Matériel	06
I.3.1. Matériel végétal	06
I.3.2. Matériel textile	07
I.3.3. Matériel biologique	07
I.4. Dispositifs expérimentaux	07
I.4.1. Extraction du colorant	07
I.4.2. Méthode de coloration	08
I.4.3. Extraction des huiles essentielles	09
I.4.3.1. Dispositif d'hydrodistillation de type Clevenger	09
I.4.3.2. Extraction en mode batch	11
I.5. Analyse chimique	11
I.6. Détermination des phénols totaux et proanthocyanidines (tannins condensés) contenus dans les extractibles	13
I.6.1. Dosage des phénols totaux	13
I.6.2. Dosage des proanthocyanidines ou contenu en tannins condensés (TC)	13
I.7. Etude de l'activité biologique	14
I.7.1. Activité antibactérienne	14
I.7.2. Activité antioxydante	15
I.8. Méthodes d'analyses	16
I.8.1. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/MS)	16
I.8.2. Chromatographie liquide (LC-MS/MS)	17

Chapitre II : Résultats et discussions

II.1. Valorisation en tant que colorant.....	19
II.1.2. Taux d'extractibles	20
II.1.2. Teinte des fibres sans l'utilisation d'un mordant.	20
II.1.3. Influence des mordants	21
II.1.4. Solidité de la coloration sur la fibre.....	26
II.2. Taux des extractibles des essences de Papaver.....	28
II.3. Criblage phytochimique des extractibles.....	30
II.4. Détermination des phénols totaux et proanthocyanidines (tannins condensés) contenus dans les extractibles.....	31
II.4.1. Dosage des phénols totaux	31
II.4.2. Dosage des proanthocyanidines ou contenu en tannins condensés	32
II.5. Etude de l'activité biologique.....	32
II.5.1. Activité antibactérienne	32
II.5.2. Valorisation des extractibles en tant qu'antioxydant.....	33
II.6. Méthodes d'analyses	34
II.6.1. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/MS) ...	34

Conclusion et perspectives
Référence bibliographiques
Annexe

Liste des abréviations

CG/MS : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

CMI : Concentration minimale inhibitrice

DHC : Détergent Hygiène Corporel

DPPH : 2,2-diphényle-1-picrylhydrazyle

E_{AG} : Equivalent acide gallique

HEs : Huiles essentielles

IC₅₀ : Concentration d'extrait à 50 % d'inhibition

ISO : International Organization for Standardization

LC-MS/MS : chromatographie liquide en phase inverse couplée à un détecteur UV et à un spectromètre de masse

NIST: National Institute of Standards and Technology

R (%) : Rendement en pourcentage

SARL : Société à responsabilité limitée

TE (%) : Taux d'extraction en pourcentage

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau.I. 1 : Matériels et produits utilisés.....	06
Tableau.I. 2: Fibres utilisées	07

Chapitre II

Tableau.II 1: Taux d'extractibles (moyenne de trois essais, écart type) obtenus.	20
Tableau.II 2: Résultats de coloration des fibres naturelles et artificielles sans mordant.....	21
Tableau.II 3: Résultats de coloration des fibres utilisées.	22
Tableau.II 4: Taux d'extractibles (%) (Moyenne de trois essais, écart type).....	28
Tableau.II 5: Résultat du criblage phytochimique des parties aériennes du <i>Papaver Rhoëas</i>	30
Tableau.II 6: Composés phénoliques totaux en équivalent acide gallique extraits des feuilles du <i>Papaver rhoëas</i>	31
Tableau.II 7: Teneurs moyennes en tannins condensés du <i>Papaver rhoëas</i>	32
Tableau.II 8: activité antioxydante des extraits du <i>Papaver rhoëas</i>	33
Tableau.II 9: Constituants de l'huile essentielle du <i>Papaver rhoëas</i>	34

Liste des figures

Chapitre I

Figure.I. 1: Organigramme de la partie expérimentale	04
Figure.I. 2: <i>Papaver rhoeas</i>	07
Figure.I. 3: Schéma des différentes étapes d'absorption et de fixation du colorant sur la fibre	08
Figure.I. 4: Schéma du dispositif d'hydrodistillation type « Clevenger »	10
Figure.I. 5: Dispositif expérimental d'extraction en mode batch.	11
Figure.I. 6: Appareil de GC-MS	17
Figure.I. 7: Appareil de LC-MS/MS	18

Chapitre II

Figure.II. 1: Fibres utilisées (témoins)	19
Figure.II. 2: Extraits obtenus	19
Figure.II. 3: Teinte obtenue après coloration des échantillons à base de fer	24
Figure.II. 4: Teinte obtenue après coloration des échantillons avec l'acide acétique.....	25
Figure.II. 5: Teint avec les extraits aqueux de <i>Papaver</i> à base de fer et lessivage	27
Figure.II. 6: Teint avec les extraits aqueux de <i>Papaver</i> à base de l'acide acétique et lessivage	28
Figure.II. 7: Taux d'extractibles d'essences de <i>Papaver</i>	29

*Introduction
générale*

Introduction générale

Les avancées scientifiques dans le domaine de la valorisation des substances naturelles issues des plantes (feuilles, écorces, sciures) permettent d'envisager à terme que des produits de la chimie verte, substituables et compétitifs, remplacent ceux issus des matières fossiles, dans les domaines des énergies, des matériaux et de la chimie fine. Ces matières fossiles étant en voie d'épuisement, les chercheurs se tournent ainsi vers des sources facilement renouvelables comme le *Papaver Rhoëas*.

Les colorants naturels, extraits généralement de minéraux, d'animaux ou de végétaux étaient largement utilisés pour teindre les fibres naturelles (laine, soie, coton) ou artificielles (polyamides, polyacryliques, polyester) jusqu'à ce qu'ils soient supplantés par les colorants synthétiques dans la 2^{ème} moitié du XIX^{ème} siècle (**Mirjalili et al., 2011**). Ces derniers, issus de la pétrochimie, présentent certains avantages (étendue de la gamme des couleurs, disponibilité, coût...) mais aussi des inconvénients notables (toxicité vis-à-vis de l'homme et de l'environnement). En effet, ces substances qui peuvent se retrouver dans des effluents industriels sont généralement plus résistantes à la biodégradation et perdurent dans l'environnement (**Samanta et Agarwal 2009**).

De ce fait, l'industrie a attiré l'intérêt pour la teinture naturelle des textiles en raison de leur biodégradabilité, leur caractère non toxique, leur nature non allergique ainsi que leur compatibilité avec l'environnement. Les colorants naturels comprennent des colorants obtenus à partir de matière animale, végétale ou minérale sans aucun traitement chimique, de telle manière d'accroître la sensibilisation aux risques environnementaux et sanitaires. La source de colorants naturels la plus importante est les végétaux, qui selon **Nigar et al.**, sont généralement obtenus à partir des feuilles, des fleurs, des cônes, d'écorce de tige et de la racine.

Ces substances naturelles peuvent être extraites via des procédés traditionnels comme l'extraction par solvant (le plus souvent l'eau, additionnée ou non d'acide ou de base) (**Ali et al., 2009**) mais des procédés sous ultrasons, utilisant des fluides supercritiques ou des enzymes peuvent également être mis en œuvre.

Lors du procédé de teinture à partir des colorants naturels, on a très souvent recours au mordantage qui consiste en un prétraitement de la fibre avec un sel métallique (alun et sulfate de fer II principalement) pour améliorer la fixation du colorant et qui a aussi pour effet d'élargir la palette des couleurs (**Manhita et al., 2011**). Les mordants conventionnels tendent à être remplacés par des mordants eux aussi naturels à base de plantes riches en tannins (**Prabhu et Teli, 2014**) ou plantes hyper accumulatrices de métaux (**Cunningham et al., 2011**).

Etudier les propriétés tinctoriales d'extraits provenant d'autres sources comme le *Papaver Rhoeas* comme on le propose est donc tout à fait envisageable. De plus, après un survol rapide de la littérature, il s'avère que très peu de recherches ont été menées sur ce type de substances pour ce domaine particulier d'application (**Gedik et al., 2013 ; Merdan et al., 2012**) alors que l'étude du caractère antioxydant de *Papaver Rhoeas* a fait l'objet de plusieurs articles (**Maurizi et al., 2015 ; Sebnem et al., 2012 ; Bayram et al., 2015**).

Les quelques rares études s'intéressant à l'aspect teinture montrent qu'il est possible de teindre du coton brut ou cationisé (en présence ou absence de mordant) ou encore de la soie (procédé de teinture conventionnel ou sous ultrasons) et que les substrats ainsi teints présentent généralement une bonne résistance au lavage, une résistance à l'abrasion à sec ou humide ainsi qu'une solidité à la transpiration juste convenable mais une résistance à la lumière assez mauvaise.

Nous pourrions venir enrichir ces premiers travaux en modifiant les conditions du procédé de teinture, en choisissant d'autres substrats qu'il serait possible de prétraiter par des procédés innovants et respectueux de l'environnement (traitement corona de surface, sous rayonnement UV, utilisation de mordants plus « verts » ...).

Ce travail a pour objectifs :

- ✓ de quantifier et caractériser la nature des substances extractibles présentes dans *Papaver Rhoeas* ;
- ✓ de mesurer les propriétés antioxydantes, antibactériennes de ces extractibles et leur aptitude à teindre des fibres naturelles et artificielles ;
- ✓ d'étudier l'effet antifongique des extractibles vis-à-vis des champignons afin de mieux comprendre les raisons de la durabilité naturelle de cette essence.

Introduction générale

Le mémoire est subdivisé en deux parties :

- le premier chapitre se rapporte à la partie expérimentale ;
- le deuxième chapitre dans lequel sont présentés les résultats de l'extraction, de la quantification des extractibles et de la valorisation des extractibles comme antioxydants, antibactériens et comme substance pour teindre deux fibres naturelles et une fibre artificielle ainsi de la caractérisation de ces derniers par différentes méthodes chromatographiques.

Chapitre I
Matériels et méthodes

Dans ce chapitre nous allons détailler le protocole expérimental suivi et décrire le matériel qui a été utilisé lors des expérimentations.

I.1. Objectif du travail

Le but de notre travail est d'une part, d'étudier les propriétés tinctoriales d'extraits provenant d'autres sources comme le *Papaver Rhoeas*, et d'autre part, d'extraire les huiles essentielles, d'évaluer l'activité antimicrobienne, antifongique et antioxydante de ces extraits sur deux types bactéries : un gram négatif (*Escherichia coli*) et deux grams positifs (*staphylocoque* et *Bacillus*).

I.2. Période et lieu de travail

Notre étude expérimentale a été réalisée au niveau des laboratoires de biochimie et de microbiologie de la faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'université Ibn Khaldoun de TIARET, durant une période qui s'étale du 23 février au 11 mars 2020, et du 27 au 30 Juillet 2020.

Notre travail est résumé dans l'organigramme suivant :

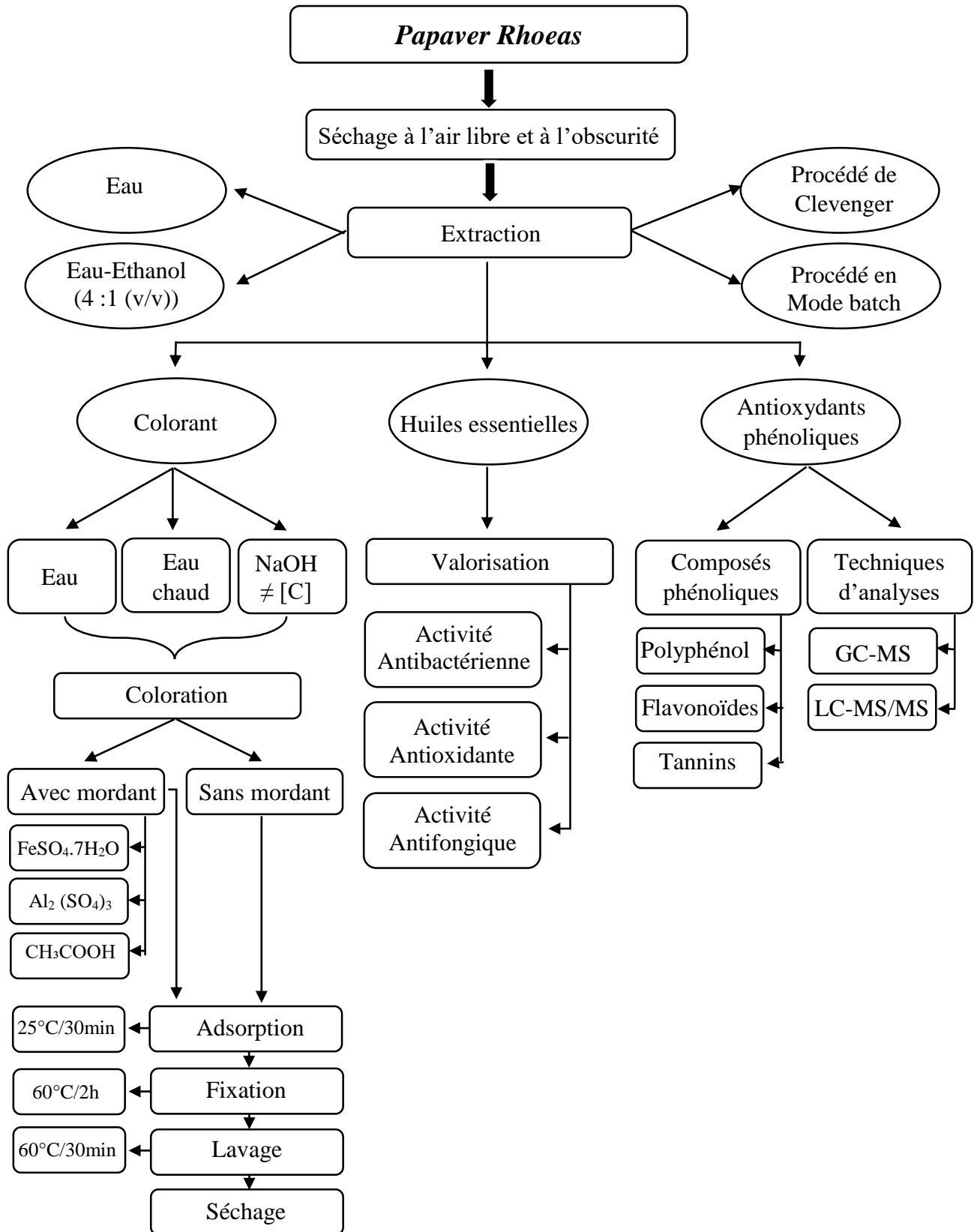


Figure.I.1 : Organigramme de la partie expérimentale

I.3. Matériels

L'appareillage, la verrerie et les produits utilisés pour la réalisation de ce travail sont illustrés dans le tableau.I.1.

Tableau.I.1 : Matériels et produits utilisés

Appareillages	Verreries	Produits
– Agitateur	– Erlenmeyer	– Eau distillée
– Plaque chauffante	– Entonnoir	– Hydroxyde de sodium
– Etuve	– Béchers	– Sulfate d'aluminium
– Réfrigérateur	– Tubes à essais	– Sulfate de fer
– Centrifugeuse	– Eprouvettes graduées	– Acide acétique
– Balance électrique	– Boîtes de pétri	– Acide chlorhydrique
– Bain marie	– Fioles jaugées	– Tournure de magnésium
– Spectrophotomètre		– Chloroforme
– Vortex		– Anhydride acétique
– Datacolor		– Réactifs de Mayer

I.3.1. Matériel végétal

Papaver Rhoeas appelé aussi coquelicot (figure.I.2), est une plante typique des cultures répandue dans tous les champs de céréales (**Benamer et sahraoui, 2006**), qui appartient à la famille des Papavéracées (**Grin, 2009**). Il est annuel de 20-80 cm, à floraison remarquable, couverte de poils hirsutes, poussant souvent en groupes (**Couplan et Styner, 2009**).



Figure.I.2 : *Papaver Rhoeas* (photo originale)

I.3.2. Matériels textiles

Les différents types de tissus utilisés dans lors de la réalisation de nos expériences sont représentés dans le tableau.I.2.

Tableau.I.2 : Fibres utilisées

Fibres	Origine	Tissu
Naturelles	Végétale	Cotton
	Animale	Laine
Chimiques	Artificielle	Viscose

I.3.3. Matériel biologique

Les souches bactériennes utilisées pour notre étude sont des germes à gram négatif (*Escherichia coli*) et deux à grams positifs (*staphylocoque* et *Bacillus*).

I.4. Dispositifs expérimentaux

I.4.1. Extraction du colorant

L'extraction a été faite avec un rapport fibre-liquide (F/L) de 1/10 (m/v).

Le solvant utilisé pour l'extraction des colorants est de l'eau distillée, d'une part, et une solution aqueuse de soude (NaOH) à différentes concentrations : 0,05M ; 0,1M ; 0,2M ; 0,3M ; 0,4M et 0,5M, d'autre part. 15 g de Papaver sont introduites dans un Erlenmeyer et recouverts de 150 mL de solvant, l'ensemble étant hermétiquement fermé avec une couche de parafilm et du papier aluminium sur le goulot. L'ensemble

est porté à reflux pendant une heure sous agitation. Sans étape de refroidissement, le mélange est filtré sous vide et le filtrat récupéré servira comme matière colorante des fibres choisies avec ou sans mordant. Le taux d'extractibles est déterminé après séchage à l'étuve à 103 °C pendant 24 h du résidu obtenu après extraction par la formule ci-dessous :

$$\text{TE (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (\text{I.1}) \text{ où :}$$

m₁ : masse de Papaver sèche;

m₂ : masse de Papaver après extraction et séchage à l'étuve pendant 24 h à 103 °C.

I.4.2. Méthodes de coloration

➤ Sans mordant

La solution colorante est préparée par dilution au cinquième de la solution mère (solution obtenue après extraction de Papaver). 1 g de fibre à colorer est introduit dans un bécher de 75 mL et recouvert de 25 mL de solution colorante. L'ensemble étant hermétiquement fermé et mis dans un bain thermostaté à 25°C sous agitation pendant 30 minutes pour permettre l'adsorption du colorant par la fibre. Après cette période d'adsorption, la température est élevée à 60 °C pendant 2 heures pour permettre la fixation du colorant sur la fibre. Après ce temps, la fibre colorée est enlevée et débarrassée du reste de solution, puis lavée avec 75 mL d'eau distillée à 60 °C pendant 30 minutes pour débarrasser la fibre du reste de colorant non fixé.

La figure.I.3 nous montre les étapes d'absorption et de fixation du colorant sur la fibre.

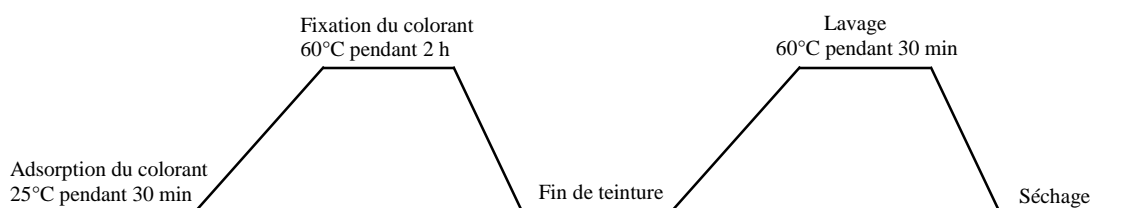


Figure.I.3 : Schéma des différentes étapes d'absorption et de fixation du colorant sur la fibre

➤ **Avec mordant**

Avant d'introduire la solution colorante, les fibres sont initialement traitées avec 25 mL de mordant à base de :

- ✓ Sulfate de fer ($\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$) à 1% ;
- ✓ Sulfate d'aluminium ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) à 3% ;
- ✓ Acide acétique (CH_3COOH) à 3%.

Les fibres sont trempées dans 25 mL de mordant pendant 30 min à température ambiante, après ce temps de traitement, 10 mL de la solution colorante préparée y est ajouté.

➤ **Lessivage**

Il est effectué selon la norme ISO 105-C10. Nous avons préparé une solution de lavage à l'aide du détergent de la société Test produit par SARL Hayat DHC Algérie sous licence de Hayat Kimya Sanayi A.Ş Turquie, (5ml pour 1L d'eau) les échantillons colorés sont lavés dans cette solution de savon à 60 °C pendant 30 minutes, avec un rapport matériel/liquide de 1 :50 (m/v). Après lavage, le matériel est rincé à de l'eau distillée et séché à 70 °C pendant 48 heures.

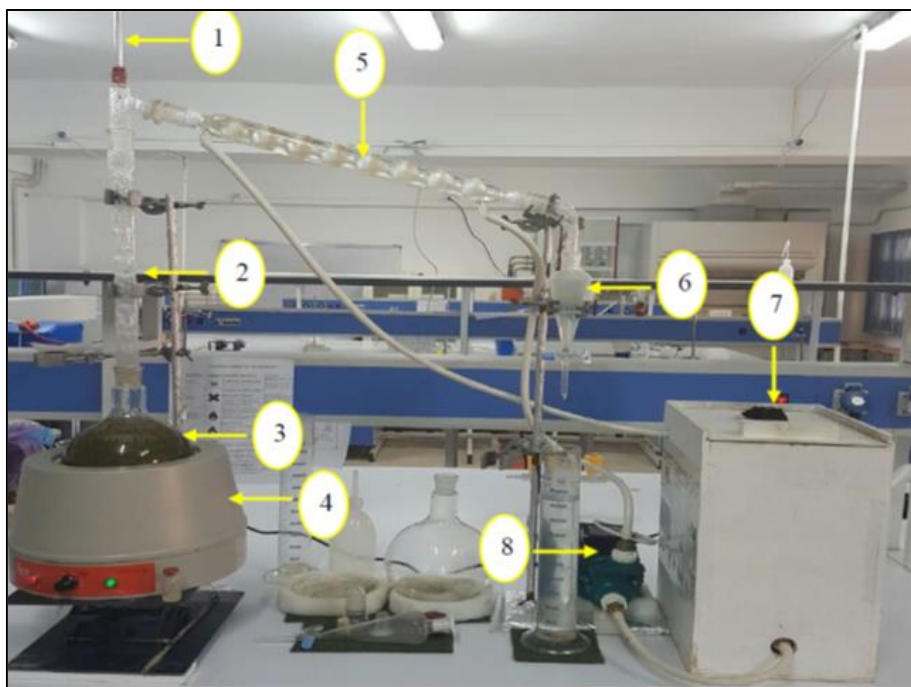
➤ **Mesure de la couleur**

Les mesures de variations de couleurs sont effectuées à l'aide d'un Datascolor D65°10 qui fournit les valeurs de L^* , a^* , b^* , a^* et b^* représentant l'écart de teinte par rapport à une référence.

I.4.3. Extraction des huiles essentielles

I.4.3.1. Dispositif d'hydrodistillation de type Clevenger

Pour l'extraction des huiles essentielles, on a opté par le procédé d'hydrodistillation en utilisant un appareil de type « Clevenger » (figure.I.4), où le principe est basé sur le fait que les composés volatiles des produits naturels sont susceptibles d'être entraînés par la vapeur d'eau. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité.



- | | |
|----------------------------|------------------------|
| 1. Thermomètre | 5.Colonne réfrigérante |
| 2. Colonne de distillation | 6. Ampoule a décanté |
| 3. Ballon | 7. Réservoir d'eau |
| 4. Chauffe ballon | 8. Pompe à eau |

Figure.I.4 : Schéma du dispositif d'hydrodistillation type « Clevenger »

✓ Méthode d'extraction

Cette technique d'extraction consiste à submerger 50 mg de matière végétale sèche dans 500 ml d'eau distillé dans un ballon, ce dernier étant ensuite chauffé à l'aide d'un chauffe ballon pour une période de 3 heures provoquant ainsi la condensation des substances volatiles au contact du froid.

Les HEs obtenues sont conservées à l'obscurité dans des flacons en verre à une température de 4 °C pour les analyses futures.

✓ Calcule du rendement

Le rendement d'HE est le rapport entre le poids d'huile extraite et le poids du matériel végétal utilisé (Bssaibis et al, 2009). Il est exprimé en pourcentage :

$$R (\%) = (M_1 / M_0) \times 100 \dots\dots\dots (I.2) \text{ où :}$$

R : rendement en huile essentielle ;

M₁ : quantité d'HE extraite exprimé en (g) ;

M₂ : quantité de la matière sèche utilisé pour l'extraction (g).

I.4.3.2. Extraction en mode batch

Le processus d'extraction s'agit d'un dispositif composé d'un ballon de 1000 mL (à bi col) surmonté d'un réfrigérant à reflux et un bain marie, l'agitation a été maximale grâce à un barreau aimanté à vitesse d'agitation constante.

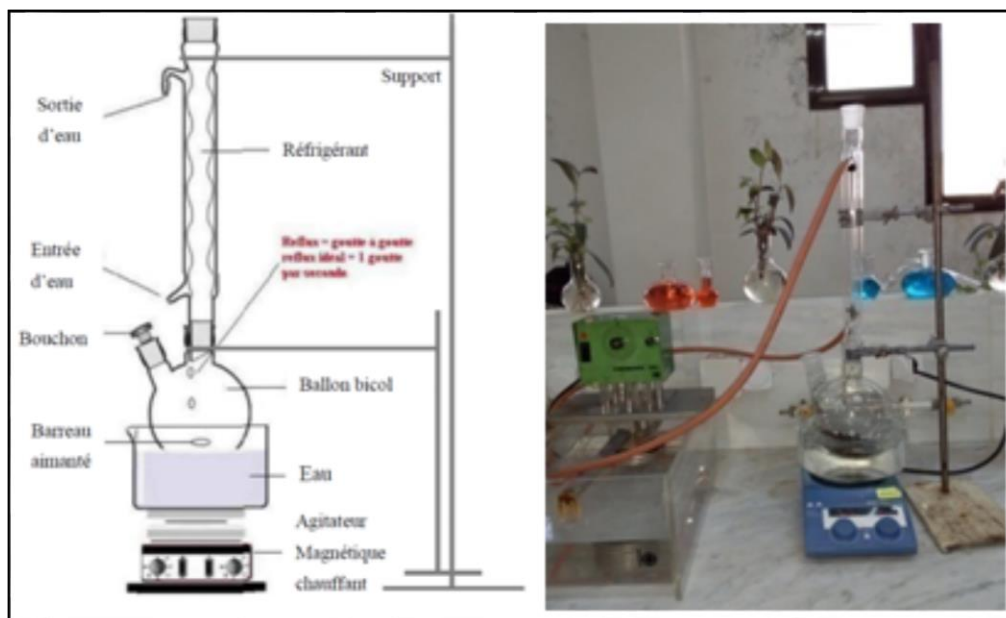


Figure I.5 : Dispositif expérimental d'extraction en mode batch.

L'échantillon de la matière végétale obtenu par le broyage, préalablement pesé, est mis en contact avec le mélange solvant (éthanol-eau, 80%) dans le ballon. Le mélange est agité et maintenu à une température fixée, selon les conditions opératoires.

Après un temps d'extraction bien déterminé, les phases solide et liquide sont séparées par centrifugation à une vitesse de 3500 trs/min pendant 20 minutes. La phase liquide contenant les composés phénoliques est récupérée et conservée à l'abri de la lumière (Singleton et Rossi, 1965).

I.5. Analyse chimique

✓ Criblage phytochimique

Afin de mieux comprendre les propriétés des extractibles, il a été effectué un criblage phytochimique pour identifier les grandes familles chimiques présentes dans les extractibles selon (Uddin et al., 2011) avec des changements.

✓ *Test des polyphénols*

2 mL d'extractible (1 g/L) sont introduit avec une goutte de perchlorure de fer à 10% dans un tube à essai. L'apparition d'une coloration noirâtre intense, montre la présence des phénols dans l'extra.

✓ *Test des saponines*

L'extractible (25 mg) est mélangé à 15 mL d'eau distillée dans un tube à essai et l'ensemble est porté au bain-marie (30 °C) pendant 5 minutes. Après refroidissement, 10 mL de cette solution sont introduit dans un tube à essai et agitée vigoureusement pendant 10 secondes au vortex. La présence d'une mousse persistante d'un cm d'épaisseur après agitation indique la présence des saponines.

✓ *Test des flavonoïdes*

Dans un tube à essai, 2 mg d'extractible sont dissous dans 2 mL d'éthanol à 95% avec quelques gouttes d'acide chlorhydrique et 0,5 g de tournure de magnésium. La coloration rose prise par la solution indique la présence des flavonoïdes.

✓ *Test des stérols et terpènes*

20 mg d'extractible, 3 mL de chloroforme, 10 gouttes d'anhydride acétique et 2 gouttes d'acide sulfurique concentré sont introduit dans un tube essai. L'ensemble est bien agité avec précaution et le changement de la coloration bleue à la coloration verte indique la présence des stérols et terpènes (**Akinjogunla et al., 2010**).

✓ *Test des alcaloïdes*

20 mg d'extractible et 10 mL d'une solution diluée d'acide sulfurique à 10% sont introduit dans un tube à essai. L'ensemble est bien agité pendant deux minutes et quelques gouttes de réactifs de **Mayer ou de Bouchardart** y sont ajoutées. L'apparition d'un précipité jaunâtre avec le réactif de Mayer et d'un précipité brun avec le réactif Bouchardart sont caractéristiques de la présence des alcaloïdes.

I.6. Détermination des phénols totaux et proanthocyanidines (tannins condensés) contenus dans les extractibles

I.6.1. Dosage des phénols totaux

Le dosage des phénols totaux a été réalisé par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu décrite par **Scalbert *et al.* 1989** avec une légère modification. L'extractible est dilué dans du méthanol pour obtenir une absorbance finale comprise entre 0 et 0,5. Pour réaliser le dosage, 2,5 mL de réactif de Folin-Ciocalteu (dilué 10 fois dans de l'eau distillée) sont ajoutés à 0,5 mL d'extractible. On ajoute ensuite 2 mL de Na_2CO_3 (75 g. L^{-1}). Il faut noter que le carbonate de sodium est ajouté 30 secondes à 8 minutes après ajout du réactif de Folin-Ciocalteu à l'extractible. Le blanc de la réaction ne contenant pas de polyphénol est réalisé. Les mélanges réactionnels, correspondant à chaque point de la gamme et échantillon, sont agités et incubés pendant 5 min à $50 \text{ }^\circ\text{C}$ dans un bain d'eau. Après ce temps de réaction, les tubes à essais sont transférés dans un bain d'eau froide. Le mélange est centrifugé avec une centrifugeuse à $4,4 \text{ trs/min}$ pendant 10 minutes et l'absorbance est lue à 760 nm grâce à un spectrophotomètre UV-Visible (de marque ...). On réalise une gamme étalon (6 points de concentrations de 0 à 25 mg L^{-1}) avec un polyphénol témoin, de l'acide gallique. Par le biais de la gamme étalon, on calcule la concentration moyenne des polyphénols présents dans les extractibles en mg équivalents d'acide gallique/g d'extractible que l'on a choisi comme témoin.

I.6.2. Dosage des proanthocyanidines ou contenu en tannins condensés (TC)

La technique d'acide/butanol décrite par **Chamorro S. *et al.*, 2012** a été utilisée pour évaluer les proanthocyanidines contenus dans les extractibles. $0,7 \text{ g}$ de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ont été introduits dans une fiole d'un litre et dissout avec le mélange 1-butanol/HCl 950/50 (v/v). L'ensemble est placé dans un bain à ultrasons pour dissoudre totalement le solide. Dans un tube à essai, on introduit 7 mL de la solution préparée et 50 mg d'extractible. Les tubes à essais sont agités avec précaution pour dissoudre les extractibles, ensuite ils sont chauffés à $95 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 50 minutes. Après ce temps de réaction, les tubes sont refroidis dans un bain de glace et l'absorbance des différentes solutions est lue à 550 nm en utilisant un spectrophotomètre UV-Visible.

Le blanc de la réaction est effectué dans les mêmes conditions sans addition d'extractibles dans le tube à essai. Les tannins condensés (TC) sont exprimés en équivalents de cyanidin-3-O-glucoside après avoir fait une gamme étalon en utilisant les solutions de ce composé comprises entre 0 et 200 mg/L.

I.7. Etude de l'activité biologique

I.7.1. Activité antibactérienne

Les tests antibactériens ont été effectués par technique de fluorescence en microplaques. Cette technique a l'avantage qu'elle permet de faire quarante tests simultanés plus un témoin négatif et positif en duplicat.

✓ Mode opératoire

Les solutions des extractibles ont été préparées à des concentrations de 100, 500 et 1000 ppm. Les essais ont été réalisés sur une microplaque de 96 puits. Les solutions préparées sont stérilisées à l'aide d'un micro-onde pendant deux minutes. 50 µl d'extractibles à une concentration donnée, 60 µl de réactif (résazurine = sonde fluorescente), 120 µl de bouillon (milieu riche ou milieu pauvre constitué de glucose à 0,1 g/L) et 20 µl de la culture bactérienne sont introduits à l'aide d'une pipette eppendorf dans les puits de la microplaque de marque Greiner. Lors de chaque essai d'une microplaque, on réalise un témoin négatif (constitué de la bactérie et de l'eau) et un témoin positif (constitué du milieu de culture sans extractibles). Chaque essai est réalisé en duplicat. Après avoir rempli la microplaque, on la recouvre à l'aide d'un adhésif perméable au dioxygène. Ce dispositif permet de protéger le système des contaminations extérieures et surtout l'oxygénation pendant la période d'incubation. La microplaque est ensuite incubée à $(30,0 \pm 0,5)$ °C pendant 72 heures au Fluorimètre Flx800 de marque Biotek. La lecture de la fluorescence (réduction de la résazurine en résorufine suite à l'oxydation du substrat) de chaque puits est faite toutes les 15 minutes et les données enregistrées durant toute la durée de l'incubation. Les données transférées et traitées dans Excel, nous ont permis de calculer l'indice antibactérien (I_{AB}) par la formule :

$$I_{AB} (\%) = \frac{A-B}{A} \times 100 \dots\dots\dots (\text{I. 3}) \text{ où :}$$

A : est la fluorescence du témoin positif,

B : est la fluorescence du puits contenant l'extractible

I.7.2 Activité antioxydante

Pour étudier l'activité antioxydante des différents extraits du *Pavaver Rhoeas*, nous avons opté pour la méthode qui utilise le DPPH (diphényl picrylhydrazyl) comme un radical libre relativement stable, selon le protocole décrit par (Brand et al.,1995).

✓ Principe

Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH·) qui est un radical libre instable, en acceptant un électron ou un radical hydrogène, devient une molécule stable. L'effet des antioxydants sur ce radical se traduit par leur capacité à lui donner un radical hydrogène. Cette capacité de réduction (sur le radical DPPH·) est déterminée par la diminution des absorbances à 515 nm, qui est induite par l'antioxydant. Cela est visualisé par le changement de couleur du violet au jaune (Majhenič et al., 2007).

✓ Mode opératoire :

Pour chaque extrait, un volume de 1 mL de la solution de DPPH (0.1 mg/mL) est mélangé avec 0.5 mL d'extrait. Après 15 minutes d'incubation à l'obscurité et à température ambiante, l'absorbance est lue à 515 nm.

▪ Calcul des pourcentages d'inhibition

Le pourcentage d'inhibition est estimé selon l'équation suivante :

$$\text{PI \%} = [(A_0 - A_1) / A_0] \times 100 \dots\dots\dots (I.4) \text{ où :}$$

PI : Pourcentage d'inhibition.

A₀ : Absorbance du contrôle.

A₁ : Absorbance du test effectué.

▪ Calcul des concentrations inhibitrices

La concentration inhibitrice (IC₅₀) de 50 % est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50% de radical DPPH.

Les IC₅₀ sont calculées graphiquement par les régressions logarithmiques des pourcentages d'inhibition en fonction de différentes concentrations de chacun des extraits testés (Scherer *et al.*, 2009 ; Fabri *et al.*, 2009).

Ainsi, l'activité antiradicalaire (A_{AR}) est déterminée en calculant l'inverse des valeurs des IC₅₀ (Maisuthisakul *et al.*, 2007) selon la formule suivante :

$$A_{AR} = 1/IC_{50}..... (I.5)$$

I.8. Méthodes d'analyses

I.8.1. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/MS)

L'analyse GC-MS (figure.I.5) est réalisée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse de type PERKIN ELMER CLARUS 680, couplé à un spectromètre de masse de type PERKIN ELMER CLARUS SQ8, un ensemble piloté par le logiciel TurboMass v.6.1 et disposant d'une base de données NIST MS Search 2.0 de 2011.

Avant injection, les échantillons sont dérivés afin de faciliter la détection de tous les composés présents. Pour cela, 2 mg d'extractibles sont solubilisés avec 50 µl de BSTFA+TMSCl 1% (un agent de silylation) dans un pilulier de 2 mL. Cette préparation est placée pendant 120 min, pilulier fermé, dans une étuve à 70 °C, pour permettre la réaction de l'agent de dérivation sur les extractibles. Le pilulier est ensuite ouvert pour laisser s'évaporer le BSTFA. 1 mL d'acétate d'éthyle est enfin ajouté dans le pilulier pour solubiliser les extractibles silylés, puis 1 µl de cette dernière solution est injectée en mode splitless dans la GC, via un injecteur chauffé à 250 °C.

La séparation chromatographique est réalisée avec une phase stationnaire DB-5MS (diméthyl-/ diphényl-polysiloxane 95%/5% ; longueur : 30 m ; diamètre interne : 0.25 mm ; épaisseur du film : 0.25 µm) avec un programme de température de four de 40 min, comprenant un palier de 2 min à 80 °C, une montée à 10 °C.min⁻¹ jusqu'à 190 °C, une montée à 15°C.min⁻¹ jusqu'à 280 °C, température maintenue ensuite pendant 10 min et enfin un dernier palier à 300 °C atteint à 10 °C.min⁻¹ et maintenu 14 min et une phase mobile constituée d'Hélium à 1 mL/min.

Après séparation, les composés sont envoyés dans le spectromètre de masse via une ligne de transfert thermostatée à 250 °C puis ionisés à 70eV.

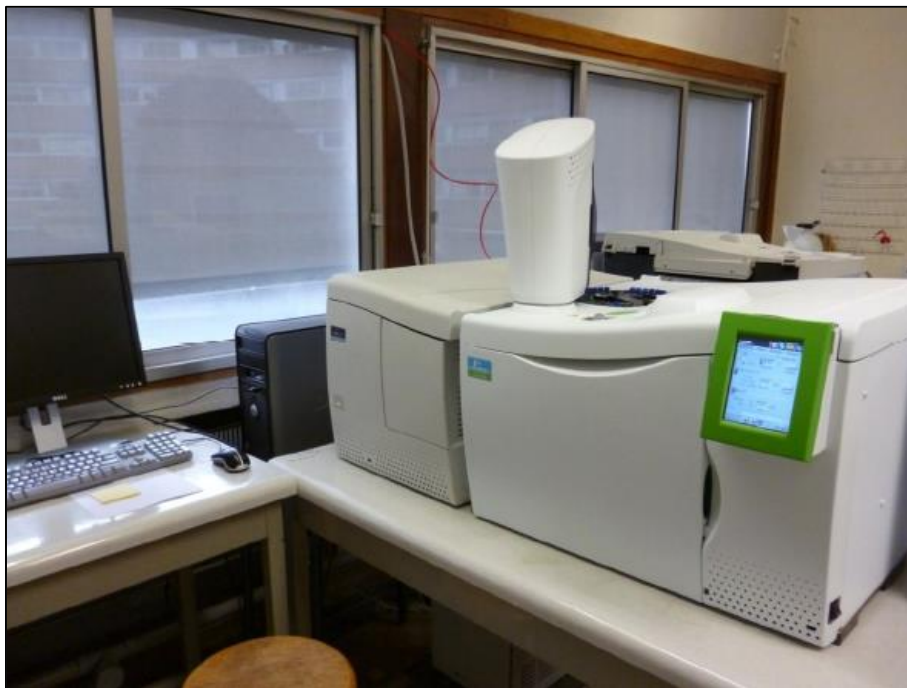


Figure.I.6 : Appareil de GC-MS

I.8.2. Chromatographie liquide (LC-MS/MS)

La séparation des extraits a été réalisée par chromatographie liquide en phase inverse couplée à un détecteur UV à barrettes de diodes et à un spectromètre de masse de type triple quadrupôle de marque Shimadzu LC-MS/MS 8030 (figure I.7) La séparation des composés est réalisée sur une colonne Phenomenex Luna 3u C18, thermostatée à 40 °C. Les solvants utilisés pour l'élution sont l'eau et l'acétonitrile contenant chacun 0,1% l'acide formique. L'élution est effectuée en mode gradient avec un débit de 0,4 mL/min et le volume d'injection de 2,0 µl. La détection est effectuée en utilisant le détecteur UV à barrettes de diodes sur une gamme de détection comprise entre 190 et 800 nm. Les paramètres de détection MS sont : le gaz de nébulisation (N₂) avec un débit 3,0 L/min, le gaz de séchage avec un débit 15 L/min, le voltage d'interface : 4,5 Kv, la pression du gaz 230 kPa, la CDL température : 250 °C, « block heater temperature » 400 °C, gamme m/z 100-2000.



Figure.I.7 : Appareil de LC-MS/MS

Chapitre II
Résultats et discussions

Dans ce chapitre est présenté les résultats du taux d'extractibles, du criblage phytochimique des extractibles, du taux de phénols et de tannins condensés et enfin l'identification des composés présents dans les extractibles par GC-MS et/ou LC/MS-MS.

II.1. Valorisation en tant que colorant

Pour valoriser les extractibles en tant que colorant, les extractibles obtenus après filtration ont servi à faire des teintures sur deux fibres naturelles (coton et laine) et une fibre artificielle (viscose) avec ou sans mordant, comme illustre la figure II.1.



Figure.II.1 : Fibres utilisées (témoins)

La figure.II.2 montre l'aspect des solutions après extraction à l'eau, à l'eau chaude et à la soude à différentes concentrations.

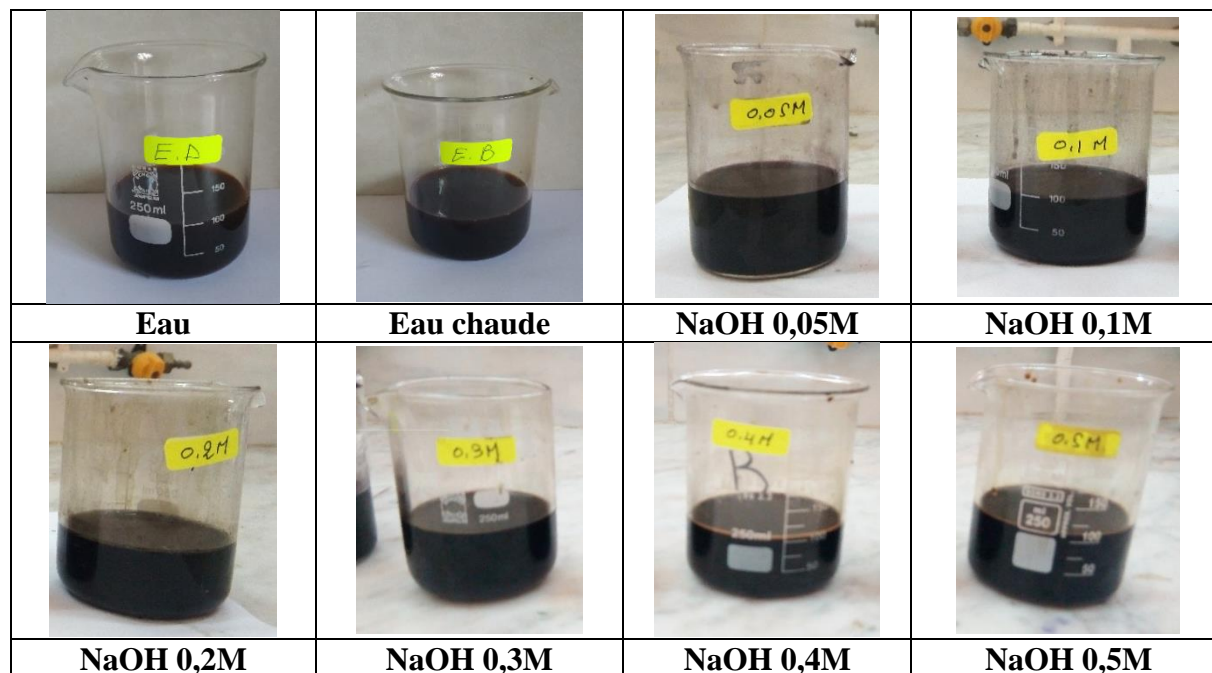


Figure.II.2 : Extraits obtenus

II.1.2. Taux d'extractibles

L'extractible a été utilisé pour teindre différents matériaux. Tandis que les solides ont été récupérés après filtration et séchés dans une étuve à 103 °C pendant 24 heures puis pesés à l'aide d'une balance de marque KERN ALS 12C-4N de précision de 10^{-4} pour servir aux calculs des rendements. Les expériences ont été réalisées en triple exemplaire pour assurer la reproductibilité des résultats. Les valeurs moyennes et les écarts-types sont indiqués dans le tableau.II.1.

Tableau.II.1 : Taux d'extractibles (moyenne de trois essais, écart type) obtenus.

Taux d'extractibles (%)		
Solvants d'extraction	Eau	9,667 ± 0,20
	Eau chaude	9,675 ± 0,06
	NaOH 0,05M	10.22 ± 0,28
	NaOH 0,1M	9.810 ± 0,50
	NaOH 0,2M	10.24 ± 0,34
	NaOH 0,3M	9.750 ± 0,20
	NaOH 0,4M	9.940 ± 0,36
	NaOH 0,5M	9.880 ± 0,17

Il ressort que le taux d'extractibles varie d'un solvant à l'autre. Les taux d'extraction donnent pratiquement le même résultat quel que soit le type de solvant utilisé. On note que le taux d'extractible le plus élevé est obtenu avec de la soude à une concentration de 0.2M (10,24%) et le plus faible est obtenu pour solvant d'extraction eau (9,667%).

Dans la continuité de la valorisation des extractibles, il a été question de regarder s'il était possible que ces extractibles soient utilisés pour teindre les fibres.

II.1.2. Teinte des fibres sans l'utilisation d'un mordant.

Les résultats de fixation du colorant obtenus après extraction sur les fibres naturelles et artificielle sans l'utilisation d'un mordant sont représentés dans le tableau.II.2.

Tableau.II.2 : Résultats de coloration des fibres naturelles et artificielles sans mordant

Supports testés	Cotton	Laine	Viscose
Eau	+	-	-
Eau chaude	+	+	+
NaOH 0,05M	+	+	-
NaOH 0,1M	-	+	-
NaOH 0,2M	-	+	-
NaOH 0,3M	-	-	-
NaOH 0,4M	-	-	-
NaOH 0,5M	-	-	-

Coloration : (+) présence, (-) absence.

De ce tableau, il ressort que la coloration des trois fibres utilisées, à savoir, le Coton, la laine et la viscose a été produite avec l'eau chaude et absente dans le cas des solutions de soude à des concentrations, respectivement, de 0.3, 0.4 et 0.5M ainsi que dans la laine avec la soude à des concentrations de 0.05, 0.1 et 0.2M et avec l'eau, alors que la coloration de la viscose n'a pas été produite par les autres solvants. À noter que les autres images des différentes colorations sans l'utilisation d'un mordant sont présentées dans l'Annexe A2.

Le colorant extrait à l'aide d'eau chaude a donné des nuances grises sur l'ensemble des fibres teintées par rapport aux fibres témoins, contrairement aux extraits obtenus à partir des solutions aqueuses de soude (NaOH) ou encore de l'eau, qui n'ont pas eu un grand effet sur les fibres. Ceci peut s'expliquer par l'affinité des solvants utilisés par rapport à la composition des fibres utilisées.

Ayant obtenu de meilleurs résultats avec les extractibles sans mordant, nous avons donc pensé à faire de la coloration en utilisant des mordants en fer, en aluminium et en acide acétique pour mieux fixer le colorant sur la fibre ou alors pour faire des nuances des couleurs.

II.1.3. Influence des mordants

La teinture des fibres avec des colorants naturels conduit souvent à des problèmes tels que la gamme étroite de couleur et une faible solidité de la couleur des fibres teintées. Pour pallier ce problème, on utilise généralement un mordant au

cours de la teinture. En plus de créer une affinité entre le colorant et la fibre, l'utilisation du mordant permet de changer la teinte (couleur) de certains colorants.

La fixation du colorant se fait par l'intermédiaire du mordant ainsi qu'il suit :



À noter que les mordants ont été utilisé pour augmenter l'affinité, la solidité et enfin les nuances des colorants avec les fibres. Pour un même colorant utilisé avec plusieurs types de mordants, on peut éclaircir, foncer ou modifier radicalement la couleur finale de la fibre teinte. Les résultats de fixation du colorant obtenus après extraction sur les fibres naturelles et artificielle avec l'utilisation d'un mordant (fer, aluminium et acide acétique) sont présentés dans le tableau.II.3.

Tableau.II.3 : Résultats de coloration des fibres utilisées.

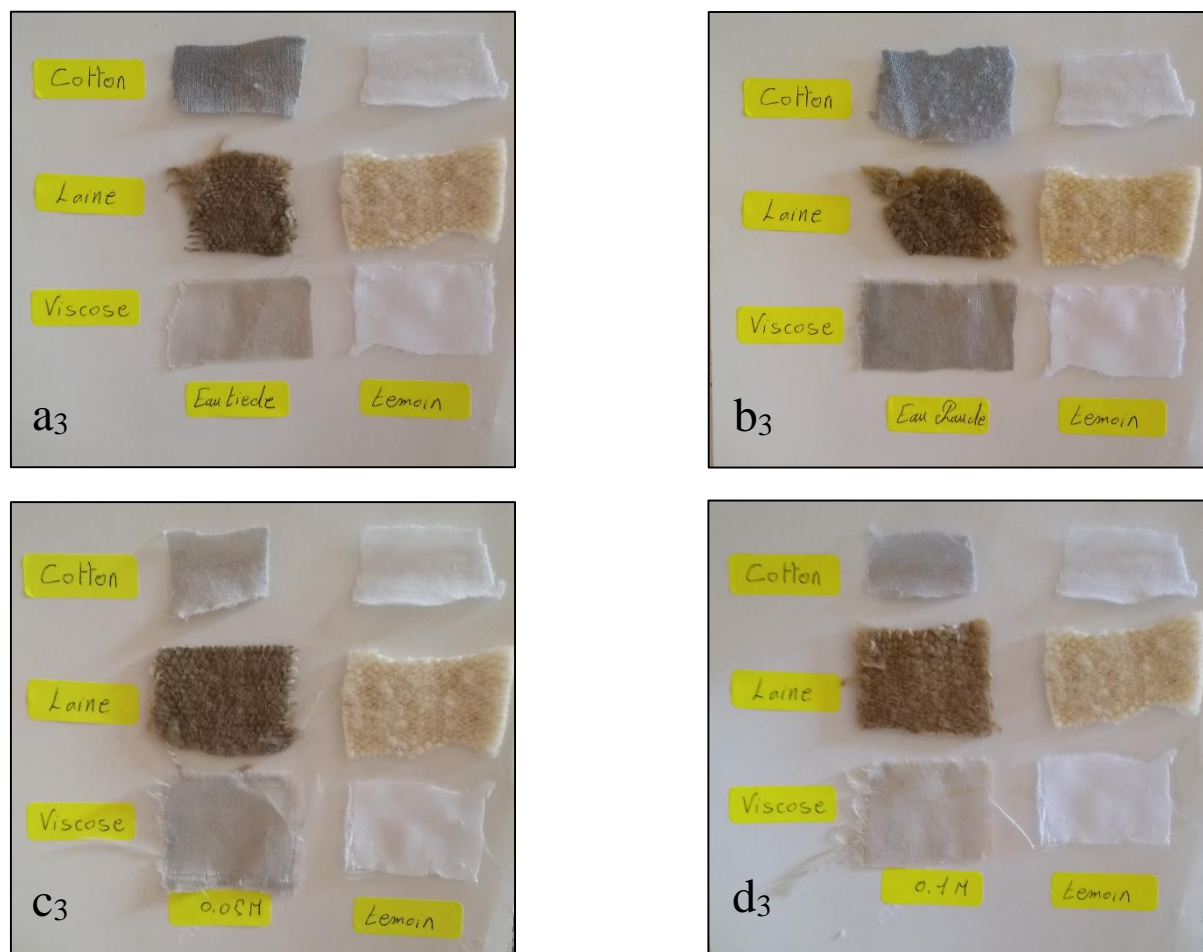
Mordants	FeSO ₄ , 7H ₂ O (1%)			Al ₂ (SO ₄) ₃ (3%)			CH ₃ COOH (3%)		
	Cotton	Laine	Viscose	Cotton	Laine	Viscose	Cotton	Laine	Viscose
Eau	+++	+++	++	-	-	-	+	+	+
Eau chaude	+++	+++	+++	+	+	+	++	++	+
NaOH 0,05M	++	+++	++	-	-	-	++	+	+
NaOH 0,1M	++	++	+	-	-	-	+	+	-
NaOH 0,2M	+	+	-	-	-	-	+	+	-
NaOH 0,3M	+	+	-	-	-	-	+	+	-
NaOH 0,4M	+	+	-	-	-	-	+	-	-
NaOH 0,5M	-	+	-	-	-	-	-	-	-

Coloration : (+++) très intense, (++) moyennement intense, (+) peut intense, (-) absence.

Selon les résultats obtenus, on constate une forte fixation des extraits obtenus à l'eau, à l'eau chaude et les solutions aqueuses à faibles concentrations d'hydroxyde de sodium des différents échantillons traités initialement par le sulfate de fer (FeSO₄, 7H₂O), ceci signifie que la fibre est devenue plus sombre que le standard et une faible fixation pour les tissus teintés par

les solutions aqueuses de NaOH de 0.2 à 0.4M pour les fibres naturelles et une absence totale de coloration pour la fibre artificielle. La teinte est restée de couleur inchangée, ce qui nous amène à conclure que le mordant n'a pas eu un grand effet pour la nuance de couleur. En outre, on a obtenu une fixation moyenne des extraits sur les fibres naturelles traitées initialement avec de l'acide acétique (CH_3COOH), et une faible à une absence totale de coloration sur la fibre artificielle. Par conséquent, nous avons constaté une absence de coloration des trois fibres traitées avec le sulfate d'aluminium ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) de l'ensemble des extraits colorants, exception de l'extrait obtenu à l'eau chaude qui a donné une légère coloration à la fibre.

Les tissus teintés aux extraits du *Papaver Rhoeas* avec l'utilisation d'un mordant ont donnés une meilleure coloration sont présentés dans les figures.II.3 et II.4 (à gauche : tissus teintés, à droite : tissus témoins), et ceux qui ont montrés une absence de coloration sont présentés dans les annexes A3, A4 et A5.



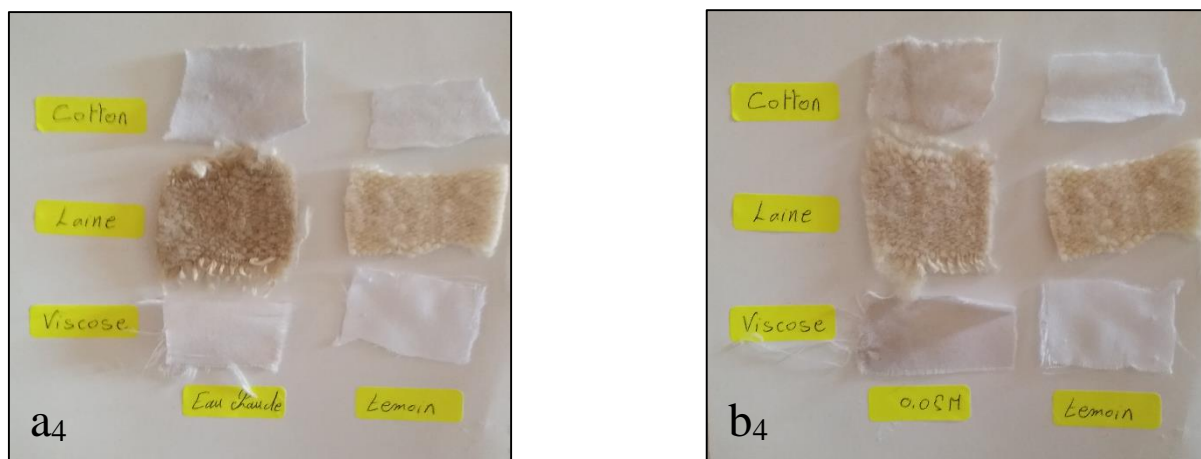
a₃ : teinture avec colorant extrais par l'eau

b₃ : teinture avec colorant extrais par l'eau chaude

c₃ : teinture avec colorant extrais par NaOH 0,05M

d₃ : teinture avec colorant extrais par NaOH 0,1M

Figure.II.3. Teinte obtenue après coloration des échantillons traités par le sulfate de fer



a4 : teinture avec colorant extrais par l'eau chaude

b4 : teinture avec colorant extrais par NaOH 0,05M

Figure.II.4. Teinte obtenue après coloration des échantillons traités par l'acide acétique

De ces figures, il ressort que les mordants utilisés en combinaison dans différents rapports ont donné différentes nuances aux échantillons de tissus teintés naturellement et artificiellement. Les résultats d'intensité de couleur et les différentes nuances dépendent du mordant utilisé.

De ce fait, les meilleurs résultats de coloration ont été obtenus après traitement des fibres avec le sulfate de fer ($\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$). Les fibres semblent prendre globalement une coloration sombre en comparaison aux standard lorsqu'on utilise le mordant à la concentration de 1% sur les tissus. Ces résultats nous montrent une nuance de couleur grise sur l'ensemble de tissus teintés, par contre, une faible fixation a été déterminée pour les tissus teintés par les solutions aqueuses à fortes concentrations de NaOH.

Par ailleurs, on constate une légère coloration grise pour les fibres naturelles traitées initialement par l'acide acétique à 3% avec les extraits aqueux et alcalins, contrairement aux fibres artificielles ou on a constaté une légère fixation qu'avec les extraits aqueux.

Par contre, les teintures obtenues en utilisant l'aluminium à 3% était les plus faibles de tous les échantillons. L'utilisation du mordant en aluminium a eu aucun effet sur les fibres avec les extraits alcalins, cependant, on peut noter que l'utilisation du mordant en aluminium a eu un léger effet par rapport aux standards sur les fibres naturelles et artificielles avec les extraits obtenus à l'eau chaude.

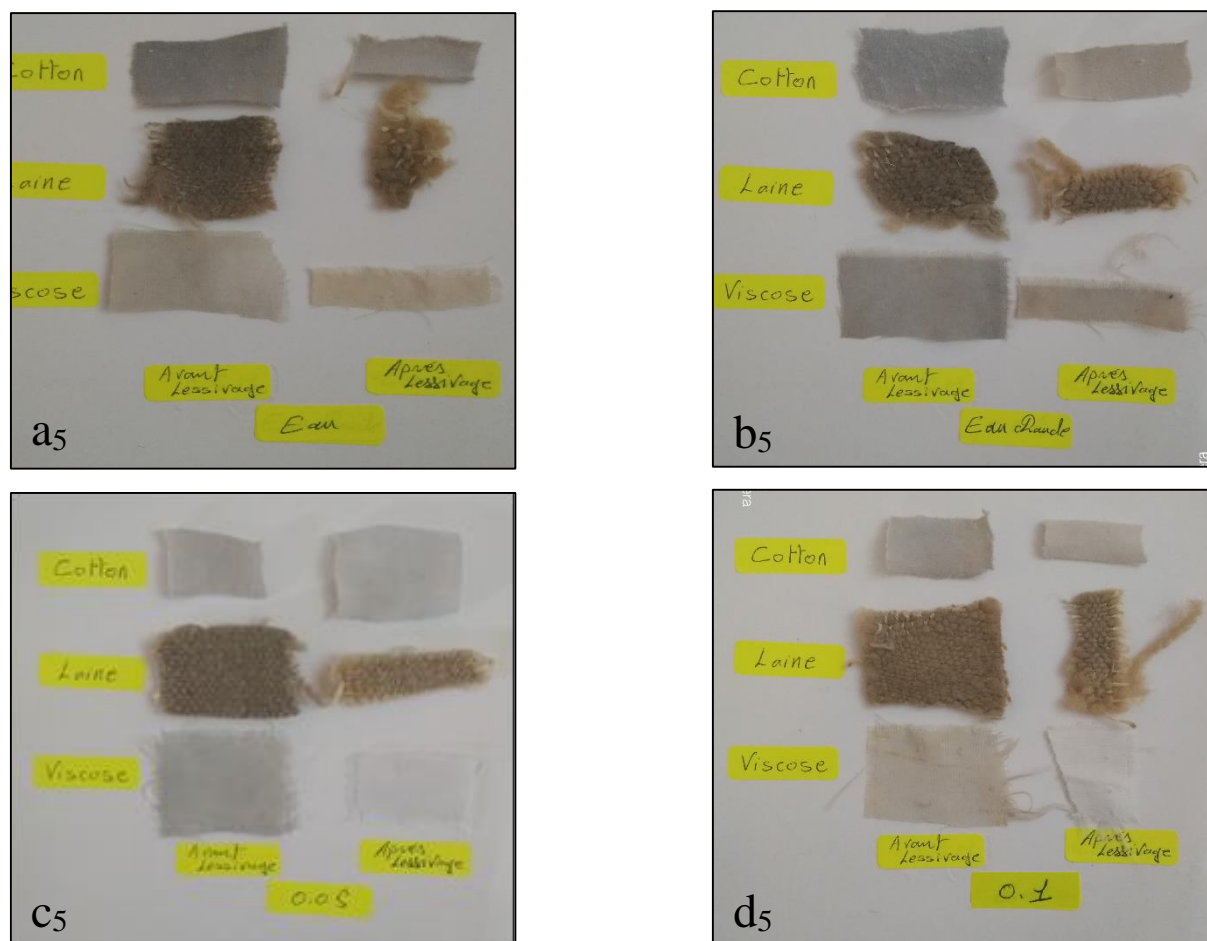
Ceci confirme une fois de plus que les extraits aqueux teint mieux les fibres que les extraits alcalins.

II.1.4. Solidité de la coloration sur la fibre

Après cette étape de mordantage, les fibres colorées ont été lessivées avec de l'eau savonneuse (figures II.5 et II.6). L'utilisation du mordant entraîne une meilleure résistance des colorants au lessivage.

D'après les résultats obtenus après le lessivage (figures II.5 et II.6), la coloration des fibres n'a pas été fortement influencé par le lavage quelle que soit la nature de l'extrait (aqueux ou alcaline), les couleurs restent liées au support textile. De plus, quelle que soit la nature chimique de la fibre (naturelle ou artificielle) le lessivage influence peu la rigidité de la tenue du colorant par la fibre. Donc, le lien couleur support textile est donc assez fort en général.

En outre, la solidité des couleurs pour le frottement a donné d'excellents résultats en frottement sec et humide. Les tissus teints en laine ont données une meilleure résistance au lavage.



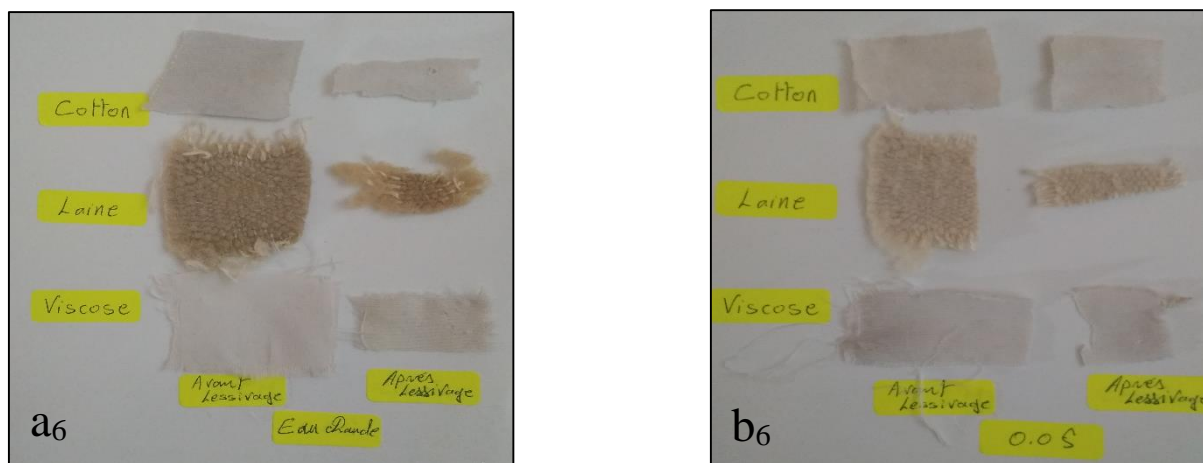
a5 : Teint avec les extraits aqueux de Papaver et lessivage –eau-

b5 : Teint avec les extraits aqueux de Papaver et lessivage –eau chaude-

c5 : Teint avec les extraits aqueux de Papaver et lessivage –NaOH 0,05M-

d5 : Teint avec les extraits aqueux de Papaver et lessivage –NaOH 0,1M-

Figure.II.5. Teint avec les extraits aqueux de Papaver traités par le sulfate de fer et lessivage



a6 : Teint avec les extraits aqueux de Papaver et lessivage –eau chaude-

b6 : Teint avec les extraits aqueux de Papaver et lessivage –NaOH 0,05M-

Figure.II.6. Teint avec les extraits aqueux de Papaver traités par l'acide acétique et lessivage

II.2. Taux des extractibles des essences de Papaver

Deux types d'extraction ont été effectués : une extraction par le procédé de Clevenger et une extraction en mode batch. Le mélange eau-éthanol (4:1 ; v/v) et de l'eau ont été utilisés comme solvant d'extraction. Les résultats de ces extractions sont consignés dans le tableau II.4 et représenté dans la figure.II.7.

Tableau II.4 : Taux d'extractibles (%) (Moyenne de trois essais, écart type)

Solvants	Essences de Papaver
obtenus par le procédé en mode batch	
Eau-Ethanol (4 :1 (v/v))	0,83 ± 0,01
Eau	0,54 ± 0,01
obtenus par le procédé de Clevenger	
Eau-Ethanol (4 :1 (v/v))	1,67 ± 0,01
Eau	0,73 ± 0,01

Il ressort que le taux d'extractibles varie d'un solvant à l'autre et d'un procédé à l'autre. Les taux d'extraction à l'eau donnent pratiquement le même résultat quel que soit le type d'extraction. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'aucun des solvants utilisés ne peut extraire seul tous les extractibles du Papaver. Dans le cas de l'extraction par (éthanol-eau, 80%), le taux d'extractibles le plus élevé a été obtenu avec le procédé de Clevenger.

En effet, l'extraction qui combine solvants apolaires et polaires permet de partitionner les extractibles de *Papaver* en différentes fractions. Par ailleurs, les substrats végétaux peuvent atteindre des teneurs en eau dépassant les 80% pour les matières fraîches, par conséquent l'affinité eau/solvant conditionne la diffusion dans les tissus riches en eau interstitielle et dans les cellules où l'eau libre est abondante. De plus, la polarité d'un solvant est un indicateur de son affinité vis-à-vis de l'eau, une forte polarité se traduit soit par une action directe du solvant sur les constituants polaires du contenu cellulaire, soit par une solubilisation de certains de ces constituants ou encore par une rupture des interactions (**Schultz et Ambroscheit, 1989**).

En effet, l'estimation du pouvoir solubilisant ne doit pas se reposer sur la seule solubilité (ou l'insolubilité) des corps purs dans le solvant, mais doit tenir compte que les principes existent dans la plante, le plus souvent, sous forme de complexes ce qui modifie les solubilités, ainsi une substance insoluble dans l'eau à l'état pur pourra se trouver en abondance dans un soluté aqueux végétal (**Schultz et Ambroscheit, 1989**).

Ce qui nous a permis de conclure que le procédé de Clevenger peut être considéré comme meilleur procédé qui donne un bon rendement en favorisant les conditions d'extraction et en minimisant les pertes.

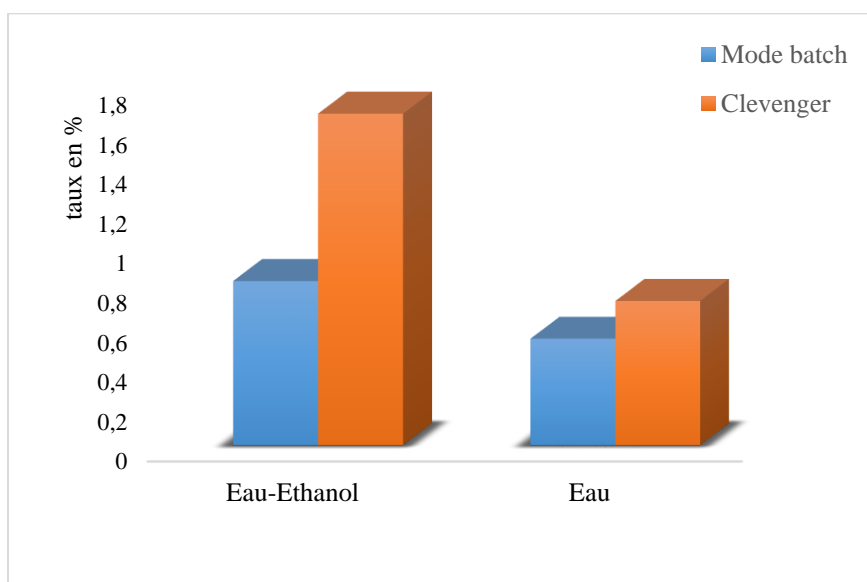


Figure.II.7 : Taux d'extractibles d'essences de *Papaver*

Après obtention des extractibles, nous sommes passés ensuite au test qualitatif des différents groupes de molécules que l'on peut retrouver dans les extractibles.

II.3. Criblage phytochimique des extractibles

Le criblage phytochimique permet l'identification qualitative des différentes familles de composés présentes dans les extractibles. Ceci permet d'avoir une idée sur la réactivité des extractibles lors des essais sur l'efficacité antifongique des extractibles par exemple. Le tableau II.5 montre les résultats du criblage phytochimique obtenus.

Tableau.II.5 : Résultats du criblage phytochimique des parties aériennes du *Papaver Rhoeas*

Composés recherchés	Procédure d'identification	Solvants	<i>Papaver Rhoeas</i>
Polyphénols	Chlorure de fer (III)	Eau-Ethanol	+
		Eau	+
Saponines	Pouvoir aphrogène	Eau-Ethanol	+
		Eau	+
Flavonoïdes	Test de Shinoda	Eau-Ethanol	+
		Eau	+
Stérols et terpènes	Liebermann Buchard	Eau-Ethanol	-
		Eau	-
Alcaloïdes	Mayer, Bouchardat	Eau-Ethanol	+
		Eau	+

Le screening phytochimique nous a permis de mettre en évidence la présence des métabolites secondaires au niveau des feuilles du *Papaver Rhoeas*, la détection de ces composés est basée sur des réactions de précipitations et de changements de couleurs.

L'étude de criblage phytochimique de l'extrait des feuilles du *Papaver Rhoeas*, montre que cette plante contient : les polyphénols, les saponines, les stérols et les alcaloïdes ainsi que les flavonoïdes, d'une part, et on constate l'absence des Stérols dans les extractibles, d'autre part.

II.4. Détermination des phénols totaux et proanthocyanidines (tannins condensés) contenus dans les extractibles

II.4.1. Dosage des phénols totaux

Les teneurs en phénols totaux de papaver étudié ont été déterminées par (Sebnem et Ayten, 2012) en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu, et en calculant l'équivalence d'acide gallique (E_{AG}). Sachant que les extraits de feuilles de *Papaver rhoeas* ont été obtenus à la suite de différentes extractions par l'utilisation de trois solvants : l'eau distillée, l'éthanol et l'acétone.

Tableau.II.6 : Composés phénoliques totaux en équivalent acide gallique extraits des feuilles du *Papaver rhoeas*.

Solvants	Phénoliques totaux en (mg E_{AG} /g d'extrait)
Eau distillée	100.05 ± 4.38
Ethanol	100.88 ± 8.65
Acétone	78.79 ± 5.90

Les résultats illustrés dans le tableau.II.6 montrent que le taux des composés phénoliques totaux était les plus élevés dans l'extrait à l'éthanol (100,88 ± 8,65 mg E_{AG} /g extrait) et l'extrait aqueux (100,05 ± 4,38 mg E_{AG} /g extrait), tandis que le plus faible est l'extrait à l'acétone (78,79 ± 5,90 mg de E_{AG} /g d'extrait). Ceci peut s'expliquer par le fait que dans le cas de l'extraction aqueuse et à l'éthanol, les extractibles agissent en synergies d'où l'obtention des résultats très élevés par rapport à l'extraction par l'acétone. Il a également été signalé par (Oliveira, I *et al.*, 2009) que le solvant utilisé dans l'extraction d'échantillons de feuilles avait un effet significatif sur la teneur totale en phénols d'extraits.

II.4.2. Dosage des proanthocyanidines ou contenu en tannins condensés

Pour évaluer les proanthocyanidines dans les extractibles, **Akrout et al. (2010)**, ont effectués des analyses sur le *Papaver rhoeas* poussant dans le sud Tunisie, Des échantillons ont été analysés pour la présence des tannins en se basant sur des procédures phytochimiques standards en utilisant une solution de chlorure ferrique. Les résultats du dépistage phytochimique après addition de quelques gouttes d'une solution aqueuse de chlorure ferrique (FeCl₃) à 2 %, sont illustrés dans le tableau.II.7

Tableau.II.7 : Teneurs moyennes en tannins condensés du *Papaver rhoeas*

Solvants	Teneurs moyennes en tannins condensés (en %)
Eau distillée	0.15 ± 0.00
Ethanol	0.21 ± 0.01

D'après les résultats obtenu dans le tableau.II.7, on constate que l'extraction a l'éthanol présentent un pourcentage important (0.21 ± 0.01), tandis que l'extrait a l'eau distillée montre un taux moyen (0.15 ± 0.00).

II.5. Etude de l'activité biologique

I.5.1. Activité antibactérienne

Les parties aériennes de la plante *P. rhoeas*, étaient étudié par (**Ünsal et al, 2009**) en utilisant la technique de dilution microbroth. L'activité antimicrobienne de l'extrait du *Papaver rhoeas* a été évalué contre *Staphylococcus aureus* (ATCC 65538), *Staphylococcus epidermidis* (ATCC 12228), *Klebsiella pneumoniae* (ATCC 4352), *Proteus mirabilis* (ATCC 14153), *Candida albicans* (ATCC 10231). (**İlkan et al, 2017**).

Il a pu être observé que les extraits du *papaver rhoeas* ont montré une bonne activité antimicrobienne contre *S. aureus*, *S. epidermidis* et *K. pneumoniae*. Aucune activité a été vue contre *P. mirabilis*. L'activité la plus importante était observé pour l'extrait contre *S.aureus* (CMI = 1,22 µg/mL) et *Candida albicans* (CMI = 2,4 µg/mL).

I.5.2. Valorisation des extractibles en tant qu'antioxydant

Sebnem et Ayten., 2012 ont évalué les propriétés antioxydantes d'extraits d'eau, d'éthanol et d'acétone du *Papaver rhoeas* en utilisant différents tests antioxydants, y compris, l'activité de piégeage du DPPH. Les résultats obtenus sont illustrés dans le tableau.II.8.

Tableau.II.8 : activité antioxydante des extrais du *Papaver rhoeas*

Solvants	activité de piégeage du DPPH (en % \pm écart type)
Eau distillée	88,46 \pm 0,08
Ethanol	86,81 \pm 0,37
Acétone	79.51 \pm 4.05

De ce fait, on constate que les extraits obtenus à partir d'eau distillée et de l'éthanol ont montré une activité de piégeage du DPPH plus forte que ceux de l'acétone, l'activité des extraits était supérieure à 85% à concentration de 400 $\mu\text{g/mL}$.

L'activité de récupération d'extraits d'eau et d'éthanol sur le radical DPPH était trouvé à 88,46 \pm 0,08% et 86,81 \pm 0,37% à concentration de 800 $\mu\text{g/mL}$, respectivement, qui résulte par comparaison aux antioxydants standards butylhydroxyanisole (BHA) 94,00 \pm 0,98 et α -tocophérol (α -TP) 89,07 \pm 1,06.

En outre, il a également été rapporté par (Barclay, et Vinqvist, 2003) que différents composés phénoliques ont montré des activités antioxydantes différentes, en fonction de leurs structures chimiques. Basé sur ces données, les différentes activités antioxydantes des présents extraits pourraient être dues à leurs teneurs en phénol et à leurs structures chimiques. Dans cette étude, et suite au criblage phytochimique, il a été révélé la présence des composés phénoliques dans le *Papaver rhoeas*.

Selon des études précédentes, une corrélation positive entre les phénols totaux et l'activité antioxydante des extraits de plantes ont été identifiés. Les composés phénoliques sont couramment trouvés dans les plantes, et ils ont de multiples effets (K~ahkonen *et al.*, 1999).

II.6. Méthodes d'analyses

II.6.1. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/MS)

L'huile essentielle obtenu par (G. Doğan et E. Bağcı, 2014) des parties aériennes extrait par hydrodistillation à partir de *Papaver rhoeas* a été étudiée par GC et GC-MS. Vingt et un constituant constituaient les 98,6% de l'huile essentielle totale extraite de la plante. L'analyse de différents pics par la base NIST a permis de déceler la présence des composés suivants présentés dans le tableau II.9.

Tableau II.9 : Constituants de l'huile essentielle de *P. rhoeas* (G. Doğan et E. Bağcı, 2014)

Composants	indice de rétention	<i>Papaver rhoeas</i>
Benzène,1,3-bis(3 phénoxy)	930	3,3
L'α-pinène	1021	2,8
Le linalol (3,7-diméthyl-1,6-octadién-3 ol)	1147	0,7
L'α-terpinéol	1215	0,5
2,6-octadiène-1-ol	1234	0,6
L'isocaryophyllène	1385	3,4
Le caryophyllène	1393	2,1
La β-ionone	1432	1,7
Le Delta-germacrène	1435	0,9
Bicyclogermacrène	1444	0,7
Oxyde de caryophyllène	1498	0,8
Cyclohexene-1-méthyl-4	1543	0,5
2-pentadécane	1631	6
Le nonadécane	1660	0,7
Farnesyl-acétone-C	1664	3,7
Acide hexadécanoïque	1692	1,2
L'heneicosane	1789	5,3
Le phytol	1794	52,8
Le tricosane	1902	7,8
Le tétracosane	1948	1,5
1,15-hexadécadiène	1961	0,9
Totale		98,6

Conclusion

La présente étude a révélé que la fleur du *Papaver Rhoeas*, d'une part, a le potentiel tinctorial en tant que source naturelle pour la teinture des fibres (coton, laine et viscose), et d'autre part, comme une source riche en huiles essentielles. Ainsi la possibilité de la valorisation de ses extraits dans les domaines des antibactériens, des antioxydants ou des antifongiques.

L'utilisation des extractibles aqueux et alcalins du *Papaver Rhoeas* comme source de colorant naturel pour teindre des fibres naturelles et artificielles a données d'excellent résultats. Différentes nuances grise ont été remarqué sur les fibres teintées. L'expérience a montré que la teinte avec les extraits obtenus à l'eau chaude est meilleure que celle obtenue grâce à l'eau et aux solutions d'hydroxyde de sodium. L'utilisation de mordants a permis de mieux fixer le colorant sur les fibres naturelles et artificielles et de donner plusieurs variations de nuances. Les meilleurs résultats de teinture ont été obtenus par l'utilisation de mordant à base du fer. La meilleure teinte a été obtenue avec les fibres naturelles (coton, laine). Le colorant des fibres teintées par les extraits du *Papaver Rhoeas* a montré une résistance satisfaisante au lavage et au frottement effectué.

Les résultats ont aussi montré que des taux d'extractibles variaient d'un solvant à un autre et selon la nature d'une essence utilisée. Le procédé Clevenger a donné le taux d'extractibles le plus élevé, faisant de ce dernier le meilleur procédé qui donne un bon rendement en favorisant les conditions d'extraction et en minimisant les pertes.

Le criblage photochimique a révélé la présence de différents groupes de molécules telles que des polyphénols, les saponines, les stérols et les alcaloïdes ainsi que les flavonoïdes dans les extractibles.

D'une manière générale, la valorisation des extractibles du *Papaver Rhoeas* donne une grande valeur ajoutée à l'exploitation de cette plante.

Comme perspectives à notre travail, il serait intéressant pour la suite de ce travail :

- ✓ d'évaluer les propriétés des extractibles pour des applications dans le domaine médical, cosmétique et alimentaire ;
- ✓ d'élargir la palette des couleurs en utilisant d'autre mordants ;

- ✓ d'isoler les composés responsables de l'activité des extractibles et de tester leurs propriétés antifongiques, antioxydantes et de colorants naturels ;
- ✓ d'évaluer la capacité des mordants naturels à base de plantes riches en tannins à remplacer les mordants conventionnels.

*Références
bibliographiques*

Références Bibliographiques

- 📖 **Akinjogunla O.J., Yah C.S., Eghafona N.O., Ogbemudia F.O., (2010).** Antibacterial activity of leave extracts of *Nymphaea lotus* (*Nymphaeaceae*) on *Methicillin* resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA) and *Vancomycin* resistant *Staphylococcus aureus* (VRSA) isolated from clinical samples. *Annals of Biological Research*, 1(2):174-184.
- 📖 **Akrout Ahmed, Hajer El Jani, Tarek Zammouri, Hédi Mighri, Mohamed Neffati, (2010),** phytochemical screening and mineral contents of annual plants growing wild in the southern of Tunisia, *Journal of Phytology* 2010, 2(1): 034–040 ISSN: 2075-6240.
- 📖 **Ali S., Hussai T. and Nawaz R., (2009).** Optimization of alkaline extraction of natural dye from Henna leaves and its dyeing on cotton by exhaust method, *Journal of Cleaner Production*, vol. 17, pp. 61–66.
- 📖 **Barclay L.R.C; Vinqvist M.R., (2003).** Phénols en tant qu'antioxydants. Dans : *La chimie des Phénols*; Rappoport, Z. ; Ed. ; John Wiley & Sons: Angleterre; 839-908.
- 📖 **Bayram DD, Yigit E, Akbulut GB., (2015).** The effects of salicylic acid on *Helianthus annuus* L. exposed to quizalofop-p-ethyl. *Am J Plant Sci* ;6:2412-25.
- 📖 **Benamer B. et sahraoui I., (2006),** Contribution à l'étude du seuil de nuisibilité de quelques adventices des céréales dans la région de Remchi Tlemcen. *Mémoire d'ingénieur en biologie*. Université de Tlemcen, Algérie, 78p.
- 📖 **Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., Berset, C., (1995).** Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensm Wiss Technology*. Vol. (28) :25-30.
- 📖 **Bssaibis F. et al ; (2009),** Activité antibactérienne de *Dittrichia viscosa* L. ; *Rev. Microbiol. Ind. San et Environn* 3(1) ; p: 44-55.
- 📖 **Ç. Ünsal, G. Sarıyar, B. Akarsu, Gürbüz, A. Çevikbaş, (2009),** Antimicrobial activity and phytochemical studies on Turkish samples of *Papaver macrostomum*, *Pharm Biol.*, 45, 626-630.
- 📖 **Chamorro S, A. Viveros, I. Alvarez, E. Vega, A. Brenes., (2012).** Changes in polyphenol and polysaccharide content of grape seed extract and grape pomace after enzymatic treatment *Food Chemistry*, 133 (2), pp. 308-314
- 📖 **Couplan Fet Styner E., (1994),** *Guide des plantes comestibles et toxiques*. Edition Delauchaux et Nestlé. Paris. 415p.
- 📖 **Cunningham A.B., Maduarta I.M., Howe J., Ingram W., Jansen S., (2011).** Hanging by a Thread: Natural Metallic Mordant Processes in Traditional Indonesian Textiles. *Economic Botany*, 65(3): 241-259.
- 📖 **Doğan G et Bağcı E, (2014).** Essential Oil Composition of *Papaver rhoeas* L. (Corn poppy) (*Papaveraceae*) from Turkey Hacettepe *J. Biol. & Chem.*, 42 (4), 545-549.
- 📖 **Fabri, R. L., Nogueira, M. S., Braga, F. G., Coimbra, E. S., Scio, E., (2009).** *Mitracarpus frigidus* aerial parts exhibited potent antimicrobial, antileishmanial, and antioxidant effects. *Bioresource technology*, 100, 428-433.

- 📖 **Gedik gorkem, Arzu yavas, Ozan avinc, Ömer simsek., (2013).** Cationized Natural Dyeing of Cotton Fabrics with Corn Poppy (*Papaver rhoeas*) and Investigation of Antibacterial Activity, *Asian Journal of Chemistry*; Vol. 25, No. 15, 8475-8483.
- 📖 **Grin database,(2009),** Germplasm Resources Information Network, National Germplasm Resources Laboratory, Beltsville, Maryland.
- 📖 **İlkan Çoban, Gizem Gülsoy Toplan, Berna Özbek, Çağlayan Unsal Gürer & Günay Şarıyar., (2017).** Variation of alkaloid contents and antimicrobial activities of *Papaver rhoeas* L. growing in Turkey and northern Cyprus, ISSN: 1388-0209.
- 📖 **ISO 105-C03,(1989),** Textiles - Tests for Colour Fastness - Part C03: Colour Fastness to Washing: Test 3
- 📖 **K̄ahkonen, M.P.; Hopia, A.I.; Vuorela, H.J.; Rauha, J.P.; Pihlaja, K.; Kujala, T.S.; Heinonen, M.Antioxidant., (1999).** activity of plant extracts containing phenolic compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 3954–3962.
- 📖 **Kostic DA, SS Mitic, MN Mitic, AR Zarubica, JL Velickovic, AS Dordevic et SS Randelovic, J. Med. Res., (2010).** *Plantes* 4, 1727.
- 📖 **Maisuthisakul, P., Suttajit, M., Pongsawatmanit, R., (2007).** Assessment of phenolic content and free radical-scavenging capacity of some Thai indigenous plants. *Food chemistry*, 100, 1409-1418.
- 📖 **Majhenić, L., Skerget, M., Kenz, Z., (2007).** Antioxydant and antimicrobial activity of guarana seed extracts. *Food Chemnistry*, 104, 1258-1268.
- 📖 **Manhita Ana, Teresa Ferreira, António Candeias, Cristina Barrocas Dias., (2011).** Extracting natural dyes from wool—an evaluation of extraction methods, Chemistry Department and Évora Chemistry Centre, University of Évora, DOI 10.1007/s00216-011 4858.
- 📖 **Maurizi A, De Michele A, Ranfa A, Ricci A, Roscini V, Coli R, Bodesmo M, Burini G, (2015).** Bioactive compounds and antioxidant characterization of three edible wild plants traditionally consumed in the Umbria Region (Central Italy): *Bunias erucago* L. (corn rocket), *Lactuca perennis* L. (mountain lettuce) and *Papaver rhoeas* L. (poppy). *J Appl Bot Food Qual* 88:109–114.
- 📖 **Merdan N, B.Y Sahinbaskan, D. Kocak, G. ARI., (2012),** Colour and Fastness Properties of Silk Fabrics Dyed With Colours Obtained From The Flowers of The *Papaver Rhoeas* L. (Common Poppy) *Asian Journal of Chemistry*; Vol. 24, No. 10 (2012), 4295-4299.
- 📖 **Mirjalili M., Nazarpoor K. and Karimi L., (2011),** Extraction and identification of dye from walnut green husks for silk dyeing, *Asian Journal of Chemistry*, vol. 23(3), pp. 1055– 1059.
- 📖 **Nigar Merdan, Kamil ACAR, Burcu korkmaz., (2011).** Investigation on colour and fastness properties of wool fabrics dyed with *Papaver rhoeas* L. University of istanbul,1019 s.89-99.
- 📖 **Oliveira I.; Coelho V .; Baltasar, R .; Pereira, JA; Baptista, P., (2009).** Capacité de nécrophage arbousier (*Arbutus unedo* L.) laisse sur les radicaux libres. *Food and Chemical Toxicology*, 47.

- 📖 **Prabhu K.H., Teli M.D., (2014).** Eco-dyeing using *Tamarindus indica* L. seed coat tannin as a natural mordant for textiles with antibacterial activity, *Journal of Saudi Chemical Society*, 18, 864–872.
- 📖 **Samanta A.K, Agarwal P., (2009),** Application of natural dyes on textiles. *Indian Journal of Fibre and Textile Research*, 384-399.
- 📖 **Scalbert, A., Monties, B., Janin, G.,(1989).** Tannins in wood: comparison of different estimation methods. *J. Agr. Food Chem.* 37:1324–1329
- 📖 **Scherer, R., & Godoy, H. T., (2009).** Antioxidant activity index (AAI) by the 2, 2-diphenyl-1 picrylhydrazyl method. *Food chemistry*, 112, 654-658.
- 📖 **Schultz T.P., Harms W.B., Fisher T.H., Mcmurtrey K.D., Minn J., Nicholas D.D., (1995).** Durability of angiosperm heartwood: The importance of extractives. *Holzforschung*, 49(1): 29-34.
- 📖 **Sebnem Selen Isbilir; Ayten Sagiroglu., (2012).** Une évaluation des In vitro Activités anti oxydantes de différents extraits de *Papaver rhoeas* L. Feuilles *International Journal des propriétés alimentaires*, 15 : 6, 1300-1308, DOI: 10.1080 / 10942912.2010.520542.
- 📖 **Singleton VL, Rossi JA., (1965).** Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdicphosphotungstic acid reagents. *Am J Enol Vitic* 16:144-158.
- 📖 **T. Bechtold et R. Mussak., 2009.** *Handbook of Natural Colorant*, John Wiley & Sons, Ltd.
- 📖 **Uddin G., Rauf A., Siddiqui S.B., Shah Q.S., (2011).** Preliminary Comparative Phytochemical Screening of *Diospyros lotus* Stewart. *Middle-East Journal of Scientific Research*, 10(1): 78_81.

Annexes

Annexe A1 : Mordants

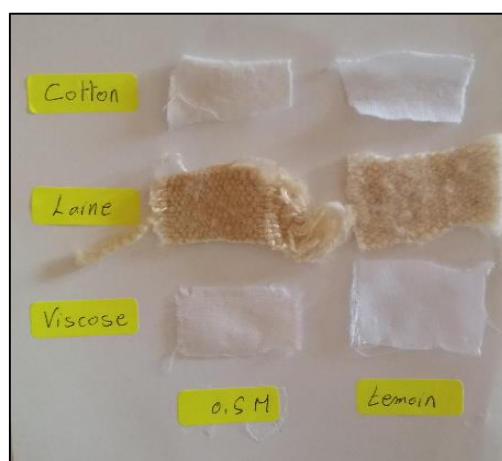
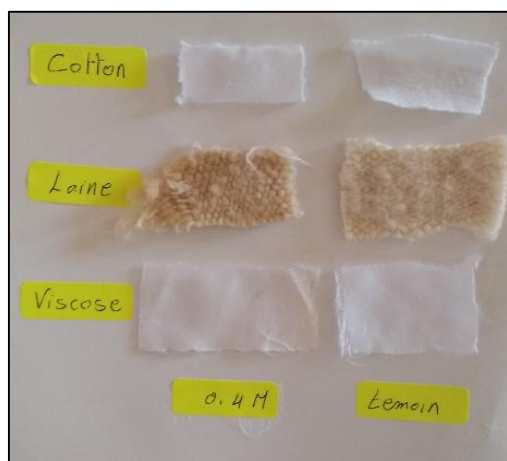
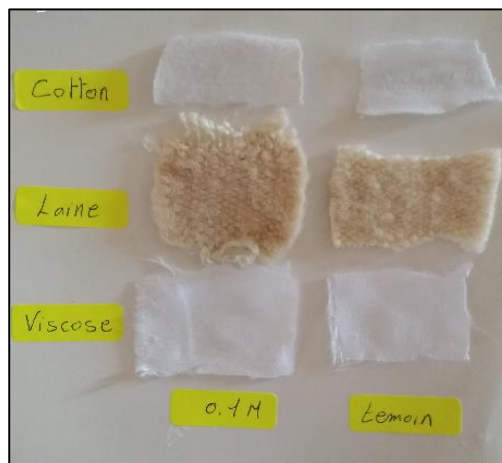
La plupart des colorants naturels n'ont pas d'affinité naturelle pour les fibres textiles et nécessitent donc un produit chimique ou un catalyseur pour rendre la couleur permanente appelée mordant. (**Samanta A.K. et Agarwal., 2009**).

Les mordants sont des substances tinctoriales capables de former des complexes avec les molécules de colorants. Il en résulte une augmentation de la teinture faiblement affinée du bain de teinture et donc une amélioration de la solidité de la couleur. Ceci améliore particulièrement la solidité au lavage et parfois la solidité à la lumière. La fibre peut être teintée initialement puis mordancée (post mordante), teintée et mordancée simultanément (Co mordante), ou mordancée puis teintée (pré mordante).

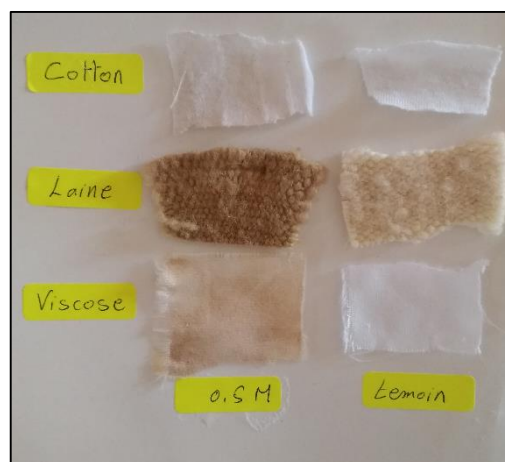
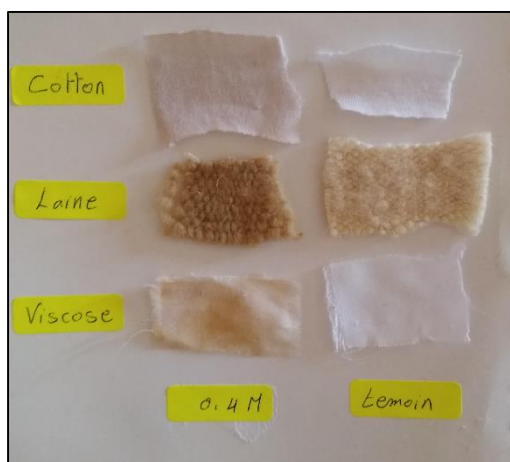
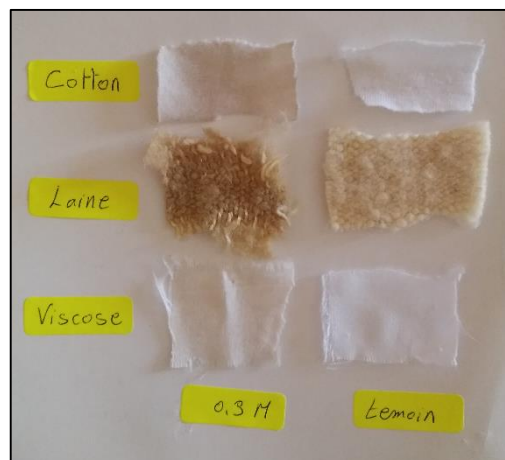
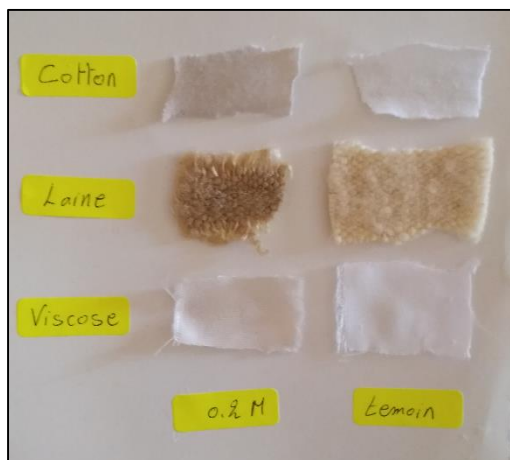
Propriétés du mordant

- Les mordants peuvent former des liaisons efficaces avec différents types de fibres et de colorants, et ainsi aider à la fixation des colorants. (L'interaction entre la fibre et le colorant est établie par des liaisons ioniques très fortes, qui se forment entre les groupes anioniques du colorant et les cations ammonium sur la fibre. L'ion métallique agit comme un pont entre le colorant et la fibre, ce qui donne lieu à une liaison très forte, résultant en d'excellentes propriétés de solidité).
- Les mordants sont économiques et sont généralement utilisés pour produire des nuances sombres.
- La majorité des mordants sont solubles dans l'eau.
- Les mordants peuvent être naturels ou synthétiques
- Les mordants sont principalement appliqués sur les fibres naturelles ainsi que les fibres synthétiques.

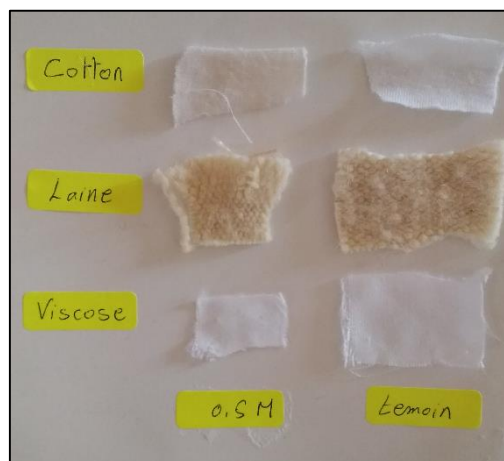
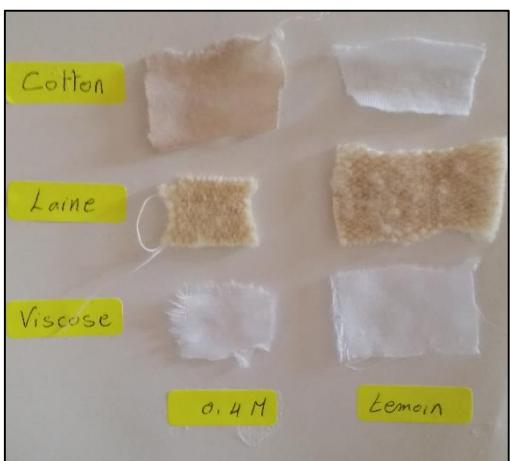
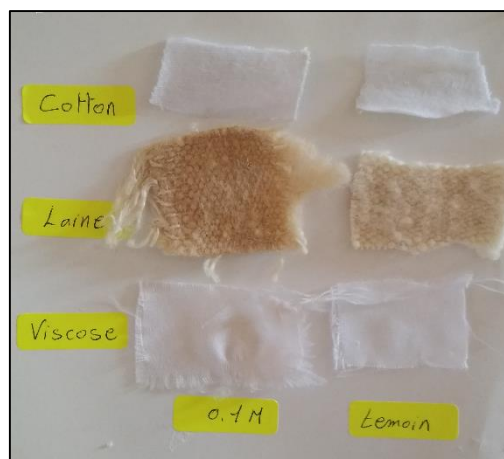
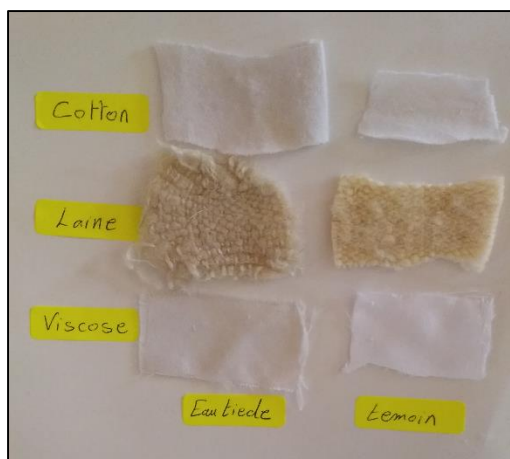
Annexe.A2. Teinte obtenue après coloration des échantillons sans mordant



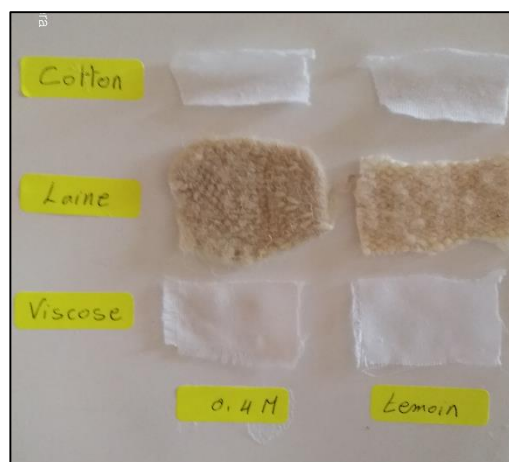
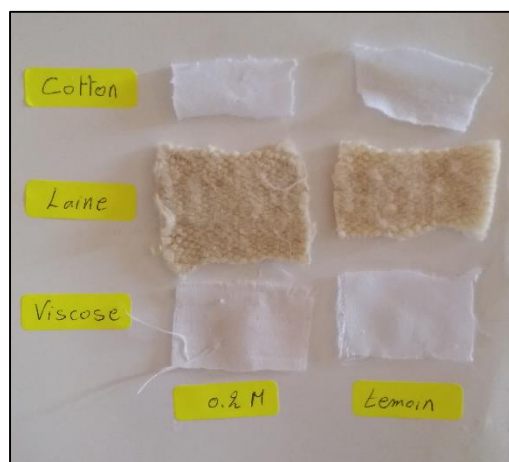
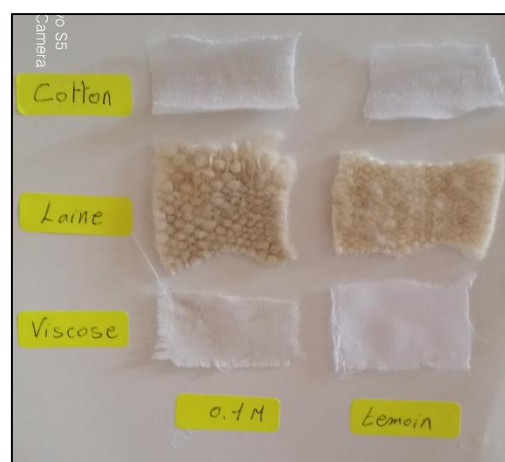
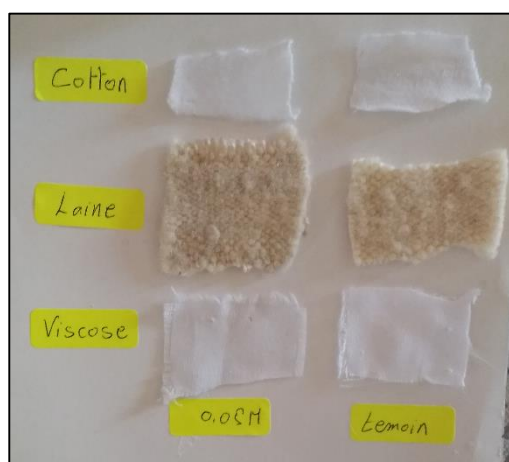
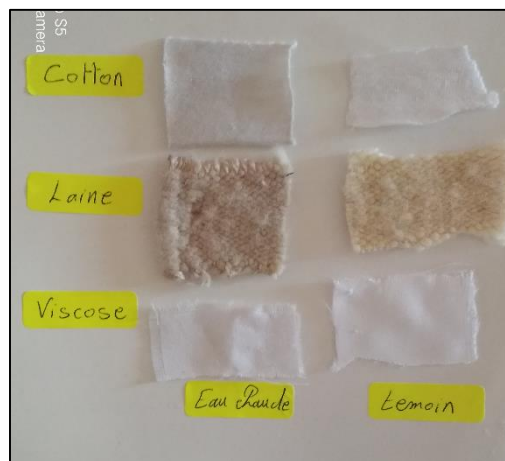
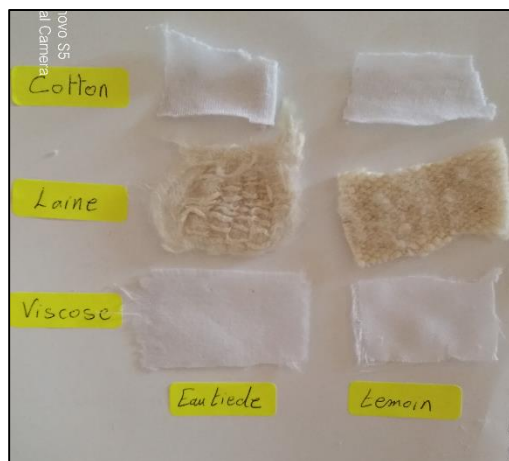
Annexe A3. Teinte obtenue après coloration des échantillons traités par le sulfate de fer



Annexe A4. Teinte obtenue après coloration des échantillons traités par l'acide acétique



Annexe A5. Teinte obtenue après coloration des échantillons traités par le sulfate d'aluminium



Résumé

L'objectif de notre étude est d'étudier les propriétés tinctoriales d'extraits provenant de source naturelle comme le *Papaver Rhoeas* en modifiant les conditions du procédé de teinture, en choisissant d'autres substrats qu'il serait possible de prétraiter par des procédés innovants et respectueux de l'environnement.

Les résultats obtenus montrent une fixation assez importante des extraits sur les fibres naturelles et artificielles, L'utilisation de mordants a permis de mieux fixer le colorant sur les fibres teintées et de donner plusieurs nuances au tissus. Le taux d'essence du *Papaver Rhoeas* a été jugé important par procédé Clevenger. Le screening des extractibles a révélé la présence de polyphénols, les saponines, les stérols, les alcaloïdes et les flavonoïdes. Au cours de cette présente étude, les extractibles du *Papaver Rhoeas* ont été explorée comme colorants textiles.

Mots clés : *Papaver Rhoeas* ; colorant ; huile essentielle ; mordant ; fibres ; valorisation ; teinture.

المخلص

الهدف من دراستنا هو دراسة خصائص الصباغة للمستخلصات من المصادر الطبيعية مثل الخشخاش المُنثور من خلال تعديل ظروف عملية الصباغة، عن طريق اختيار ركائز أخرى يمكن معالجتها مسبقاً بعمليات مبتكرة ومحترمة للبيئة.

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها تشبيهاً كبيراً للخلاصات على الألياف الطبيعية والاصطناعية، وقد سمح استخدام المرسخ اللوني بتثبيت الصبغة بشكل أفضل على الألياف المصبوغة وإعطاء العديد من الظلال للأقمشة. واعتبرت نسبة الزيوت الأساسية المتواجدة في الخشخاش المُنثور مهمة من خلال عملية Clevenger. كشف فحص المواد المستخلصة عن وجود البوليفينول والصابونين والستيرويدات والقلويدات والفلافونويد. في سياق هذه الدراسة، تم اكتشاف مستخلصات الخشخاش المُنثور كأصباغ نسيج.

الكلمات المفتاحية: الخشخاش المُنثور؛ صبغ؛ زيت أساسي؛ المرسخ اللوني؛ ألياف؛ تقييم؛ صباغة.

Abstract

The aim of our study is to study the dyeing properties of extracts from natural sources such as *Papaver Rhoeas* by modifying the conditions of the dyeing process, choosing other substrates that could be pre-treated by innovative and environmentally friendly processes.

The results obtained show a fairly high fixation of the extracts on the natural and artificial fibers. The use of mordants allowed the dye to be better fixed on the dyed fibers and to give several shades to the fabric. The rate of essential oil contained in *Papaver Rhoeas* was considered important by the Clevenger process. Screening of the extractive revealed the presence of polyphenols, saponins, sterols, alkaloids and flavonoids. In this study, the extractive from *Papaver Rhoeas* were investigated as textile dyestuff.

Keywords: *Papaver Rhoeas* ; dye ; essential oil ; mordant ; fibre ; valuation; dyeing.