

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université de Jijel

Faculté des Sciences de la Nature
et de la Vie



كلية علوم الطبيعة والحياة

H.C. 04/13

Département de Microbiologie Appliquée
et de Sciences Alimentaires

قسم الميكروبيولوجيا التطبيقية وعلوم التغذية

Mémoire De Fin D'étude Pour L'obtention Du Diplôme Master 2 en Biologie

Option : Contrôle de Qualité des Produits Alimentaires

Intitulé

$\frac{1}{2}$

**Etude comparative entre miel naturel local et
miel commercial importé**

Membre de jury :

Président : M^{eme} .AZZOUZ. W.

Examineur : M .LAIB. E.

Encadreur : M^{elle} .AKKOUCHE.Z

Présenté Par :

AMIOUR Samah

BOUDJERDA Sara

BAIBECHE Fairouz



Année universitaire : 2012-2013

Sommaire

Introduction.....	1
--------------------------	----------

Partie bibliographique

Chapitre I. le miel : composition et propriétés

I.1. Définitions.....	2
I.2. Différents types de miel.....	2
I.2.1. Origine botanique.....	2
I.2.2. Origine géographique.....	3
I.3. Elaboration.....	3
I.4. Composition.....	5
I.4.1. Eau.....	6
I.4.2. Glucides.....	6
I.4.3. Acides organiques.....	7
I.4.4. Matière azotées.....	7
I.4.5. Hydroxyméthylfurfural (HMF).....	8
I.4.6. Matières minérale.....	9
I.4.7. Composés phénoliques.....	10
I.5. Autres constituants.....	10
I.5.1. Substances aromatiques.....	10
I.5.2. Vitamines.....	11
I.5.3. Colloïdes.....	11
I.5.4. Lipides.....	11
I.5.5. Pollen.....	13
I.6. Propriétés physico-chimiques du miel.....	16

I.7. Principales modifications physicochimiques subies par le miel pendant le stockage	17
I.8. Falsification.....	19
I.9. Propriétés alimentaires et biologiques	20

Chapitre II. Technologie du miel

II .Technologie du miel	22
II.1. Récolte du miel	22
II.2. L'extraction du miel	23
II .3.Maturation.....	24
II .4. Conditionnement.....	24
II .5. Pasteurisation.....	24
II .6. Emballage et étiquetage.....	25
II .7. Conservation.....	25

Partie expérimentale

Chapitre III. Matériel et méthodes

III.1. Choix des échantillons de miel.....	26
III.2. Description sensorielle.....	26
III.3. Analyse pollinique.....	26
III.4. Analyses physico-chimiques.....	27
III.6. Analyses phyto-chimiques.....	29
III.5. Analyses microbiologiques.....	30
III.7. Analyses statistiques.....	30

I.7. Principales modifications physicochimiques subies par le miel pendant le stockage	17
I.8. Falsification.....	19
I.9. Propriétés alimentaires et biologiques	20

Chapitre II. Technologie du miel

II .Technologie du miel	22
II.1. Récolte du miel	22
II.2. L'extraction du miel	23
II .3.Maturation.....	24
II .4. Conditionnement.....	24
II .5. Pasteurisation.....	24
II .6. Emballage et étiquetage.....	25
II .7. Conservation.....	25

Partie expérimentale

Chapitre III. Matériel et méthodes

III.1. Choix des échantillons de miel.....	26
III.2. Description sensorielle.....	26
III.3. Analyse pollinique.....	26
III.4. Analyses physico-chimiques.....	27
III.6. Analyses phyto-chimiques.....	29
III.5. Analyses microbiologiques.....	30
III.7. Analyses statistiques.....	30

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation sensorielle.....	31
IV.2. Analyse pollinique.....	32
IV.3. Analyses physico-chimiques.....	33
IV.3.1. Humidité.....	33
IV.3.2. pH.....	34
VI.3.3. Acidité titrable.....	35
VI.3.4. Cendre.....	36
IV.3.5. Détermination des métaux lourds par SAA.....	37
IV.3.6. Le Brix (les solides solubles totaux.....	38
IV.3.7. Densité.....	39
IV.3.8. Conductibilité électrique.....	40
IV.3.9. Turbidité.....	41
IV.3.10. Protéine.....	42
IV. 4. Analyses phyto-chimiques.....	43
IV.4.1. Dosage des polyphénols totaux.....	43
IV.4. 2. Dosage des flavonoïdes.....	44
IV.4. 3. Dosage des caroténoïdes.....	45
IV.5. Analyse microbiologique.....	45
IV.5. 1. Flore totale Aérobie Mésophile.....	46
IV.5. 2. Levure et moisissure.....	46
Conclusion.....	47
Références bibliographique	
Annexes	

Liste des abréviations

ANOVA: Analysis Of Variance

EAG: Equivalent d'Acide Gallique

EQ : Equivalent de Quercétine

E β C : Equivalent de β -Carotène.

FTAM : Flore Totale Aérobie Mésophiles

HMF : HydroxyMéthylFurfural

mAU : milli Absorbance Unité

NTU : Néphélométrie Turbidité Unité

SST : Solides Solubles Totaux

SAA : Spectrophotomètre d'Absorption Atomique.

UFC : Unité Format Colonie.

Liste des figures

N°	Titre	page
1	Structure des principaux organes de l'ouvrière	4
2	Composition générale du miel	5
3	Structure d'un grain de pollen	13
4	Photographies de quelques pollens	15
5	Marbrures	18
6	Miel en double phase	19
7	Transport des hausses en brouette jusqu'à la miellerie	22
8	Désoperculation à l'aide d'un couteau à désoperculer	23
9	Photos de l'intérieur d'un extracteur du miel par centrifugation	23
10	Récupération du miel à la sortie de l'extracteur	23
11	Opération de filtration	24
12	Photos d'un maturateur équipé de filtres	24
13	Intérieur du maturateur après trois jours de repos pour maturation	24
14	Taux d'humidité des miels analysés	32
15	Valeurs de pH des miels analysés	33
16	Valeurs d'acidité titrable des miels analysés	34
17	Teneur en cendre des miels analysés	35
18	Concentration des métaux lourds dans les miels analysés	36
19	Taux de Brix des miels analysés	37
20	Valeurs de densité des miels analysés	38
21	Conductivité électrique des miels analysés	39
22	Corrélation entre la conductivité électrique et cendres des miels analysés	40
23	Turbidité des miels analysés	40
24	Teneurs en protéine des miels analysés	41
25	Teneurs en polyphénols totaux des miels analysés	42
26	Teneurs en flavonoïdes des miels analysés	43
27	Teneurs en caroténoïdes des miels analysés	44

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Durée nécessaire pour la formation de 40 mg HMF/kg de miel en fonction de la température de stockage	11
II	Principaux minéraux et oligo-éléments présents dans le miel	12
III	Teneurs du miel en vitamines (par un kilogramme de miel)	13
IV	Quelques normes de miel selon le Codex Alimentarius et directives de l'UE	14
V	Présentations des échantillons du miel étudié	29
VI	Caractérisation sensorielle des miels étudiés	30
VII	Le spectre des pollens de miels étudiés	31
VIII	Résultats de l'analyse microbiologique des quatre échantillons de miel analysés	45

Introduction

Le miel est un produit naturel, qui a accompagné l'homme depuis la plus haute antiquité. Il était le seul édulcorant avant l'apparition de la canne à sucre et de la betterave. C'est un produit de la ruche le mieux connu du grand public et il est utilisé comme ingrédient dans divers produits alimentaires. Il s'agit d'un produit doux et savoureux, qui a été consommée au cours des années pour ses valeurs nutritives élevées et ses effets bénéfiques sur la santé humaine (Khalil *et al.*, 2012 ; Ouchemoukh, 2012).

C'est une substance sucrée naturelle produite par les abeilles à partir du nectar des plantes ou à partir des sécrétions de parties vivantes de plantes, ou d'excrétions d'insectes qui sucent ces parties et que les abeilles récoltent et transforment en les combinant à des substances spécifiques qu'elles produisent, déposent, déshydratent et stockent et font mûrir dans les rayons à miel (Codex Alimentarius, 2001).

Les composants majoritaires du miel sont les glucides, notamment le fructose et le glucose, et l'eau. En outre, il renferme une large gamme de substances mineurs telles que : les acides aminés, les enzymes, les acides organiques, les composés phénoliques...etc. De la diversité de la flore mellifique, il existe différents miels qui se distinguent par leur composition chimique, directement dépendante de plusieurs paramètres. Ainsi, les miels d'acacia, de romarin, de tournesol et d'autres miels monofloraux et polyfloraux sont produits (Mbogning *et al.*, 2011).

Le miel n'est pas seulement un aliment sucré, mais un produit médicinal car il possède plusieurs propriétés biologiques (antimicrobiennes, anti-oxydantes et antiseptiques). Ses vertus curatives sont connues depuis la nuit des temps et son utilisation comme agent antimicrobien est confirmée ces dernières années par la profession médicale. Les utilisations médicinales du miel entrent dans le cadre de l'apithérapie, qui est un concept médical basé sur le traitement de différentes maladies avec les produits de la ruche (Ouchemoukh, 2012).

Cependant, les étapes d'élaboration du miel sont complexes et susceptibles d'être altérées par les activités humaines, de manière volontaire ou non.

Différentes méthodes d'analyse sont aujourd'hui accessibles à l'apiculteur, professionnel ou amateur. Elles lui permettent de vérifier la qualité du miel qu'il commercialise ou qu'il partage avec son entourage. Ces contrôles, qu'ils soient réalisés par lui-même ou par des laboratoires spécialisés, sont importants dans la mesure où, dans une démarche de qualité, ils incitent l'éleveur à améliorer ses pratiques apicoles et ainsi à renforcer la bonne image du miel vis-à-vis du consommateur (Lequet, 2010).

C'est dans cette optique que nous avons essayé de contrôler et de comparer la qualité de deux miels naturels locaux provenant de deux régions de la Wilaya de Jijel (Djimla et El Milia) et deux autres importés commercialisés et largement consommés (Al-Shifa fabriqué en Arabie Saoudite et San Francisco provenant d'Espagne). En absence de normes de qualité des miels nationales, nous nous sommes référés aux normes du Codex Alimentarius.

Au cours du présent travail, nous nous sommes intéressés dans un premier temps à une étude bibliographique, relative à la composition et propriétés de miel, puis à la technologie de ce produit. La deuxième partie est consacrée à l'étude expérimentale, qui porte sur : la description sensorielle, analyse des grains de pollen, contrôle physico-chimique et microbiologique, dosage de quelques composés bioactives (polyphénols totaux, flavonoïdes et caroténoïdes) des quatre échantillons de miel étudiés.

Chapitre I. Le miel : composition et propriétés

I. 1. Définitions

« Le miel est une substance sucrée naturelle produite par les abeilles à partir du nectar des plantes ou à partir des sécrétions de parties vivantes de plantes, ou d'excrétions d'insectes qui sucent les parties vivantes des plantes et que les abeilles récoltent et transforment en les combinant à des substances spécifiques qu'elles produisent, déposent, déshydratent, et stockent et font mûrir dans les rayons à miel" (Codex Alimentarius, 2001).

Selon le journal officielle de la république française (2003) : « Le miel est la substance sucrée naturelle produite par les abeilles de l'espèce *Apis mellifera* à partir du nectar de plantes ou de sécrétions provenant de parties vivantes des plantes ou des excréments laissées sur celles-ci par les insectes suceurs , qu'elles butinent , transforment en les combinant avec des matières spécifiques propres , déposent , déshydratent , entreposent et laissent mûrir dans les rayons de la ruche .A l'exception du miel filtré , aucun pollen ou constituant propre au miel ne doit être retiré , sauf si cela est inévitable lors de matières organiques ou inorganiques étrangers ».

I.2. Différents types de miel

Les abeilles peuvent produire divers types de miel suivant la région dans laquelle elles vivent et les fleurs (plantes et arbres) qui y sont présentes (Romano et Ticinese, 2009).

Le miel peut être classé selon son origine, la façon dont il a été récolté et transformé (Bradbear, 2010).

I.2.1. Origine botanique

Selon leur origine botanique les miels sont séparés en deux catégories distinctes :

I.2.1.1. Miels issus de nectar (Miel de fleurs)

Le nectar est une exsudation sucrée plus ou moins visqueuse, en fonction de sa teneur en eau. Il contient environ 90% de sucres, les plus courants étant le saccharose, le glucose et le fructose. Le nectar contient également des acides organiques (acides fumarique, succinique, malique, oxalique,...etc.), des protéines, notamment des enzymes, des acides aminés libres (acides glutamique et aspartique, méthionine, sérine, tyrosine,...etc.), et des composés inorganiques (comme les phosphates). On distingue deux types de nectaires :

- Les nectaires floraux, souvent situés à la base des organes floraux, étamines, carpelles ;
- Les nectaires extra-floraux, qui peuvent se situer sur les feuilles, les pétioles, les stipules et les tiges, mais le plus souvent, ils sont placés au fond de la corolle des fleurs (Rossant, 2011).

Ce type du miel peut être groupé en monofloral ou multifloral (Ahmed *et al.*, 2012).

- **Miels monofloraux (unifloraux)**

Un miel dit « monofloral » est obtenu principalement à partir du nectar de mêmes espèces collecté par les abeilles. Les types de miel monofloraux courants proviennent du trèfle, de l'acacia, du tilleul et du tournesol (Bradbear, 2010).

Il n'existe pas de miel monofloral pur à 100 %. Pour pouvoir être considéré comme tel, un miel doit être analysé en laboratoire et pour chaque type il est établi un pourcentage minimum de nectar provenant d'une seule origine végétale (Romano et Ticinese, 2009).

- **Miels multif floraux (poly floraux)**

Ce sont des miels produit à partir de plusieurs espèces florales (végétales), qui proviennent de plusieurs sources botaniques. On peut trouver des miels de fleurs mélangées, les miels de châtaignier et tilleul, les miels de fleurs de montagne,... etc. Les abeilles produisent un miel différent chaque année (goût, odeur,...etc.) ; parce que la floraison des plantes dépend du climat. Les abeilles recueillent le nectar des fleurs distantes jusqu'à 2 km de la ruche. Quand deux floraisons arrivent en même temps, les abeilles préfèrent le nectar qui possède la plus grande concentration en sucre (Romano et Ticinese, 2009).

I.2.1.2. Miels issus de miellat

Le miel de miellat est le miel qui provient principalement d'excréments d'insectes butineurs (*Hemiptera*) laissées sur les parties vivantes de plantes ou de sécrétions de parties vivantes de plantes.

Il s'agit d'un liquide épais et visqueux constitué par les excréments liquides des Homoptères (psylles, cochenilles et surtout pucerons). Ces insectes piqueurs perforent les tissus végétaux avec leurs pièces buccales pour prélever les éléments azotés de la sève, et rejettent par leurs anus, des gouttelettes sucrées et riches en acides aminés (le miellat). Le miellat est récolté par les abeilles en complément ou en remplacement du nectar afin de produire un miel plutôt sombre, moins humide que le miel de nectar, plus riche en azote, en acides organiques, en minéraux et sucres complexes. Toutefois, la récolte du miellat par les abeilles est très aléatoire et dépend de nombreux facteurs climatiques notamment (Rossant, 2011).

I.2.2. Origine géographique

Le miel peut être désigné par le nom de la région géographique ou topographique, sous réserve d'être produit exclusivement dans la zone indiquée dans la désignation (Codex Alimentarius, 1999).

Pour déterminer l'origine géographique des miels, on recourt à la détermination et au dénombrement des grains de pollen (analyse qualitative du pollen) et des composants du miel présents dans les sédiments de celui-ci (Bogdanov *et al.*, 2004).

I.3. Elaboration

I.3.1. Abeilles mellifiques

Les abeilles mellifiques sont des insectes de l'ordre des hyménoptères vivant en colonies. L'espèce utilisée en apiculture est *Apis mellifera*. En Algérie, la race d'abeilles existante est *Apis mellifera intermissa*.

Les abeilles sont tributaires les unes des autres et ne peuvent en aucun cas subsister isolément. Chaque colonie d'abeilles, généralement abritée dans une ruche, est constituée :

- D'une reine ;
- De plusieurs centaines de mâles ou de faux bourdons (1000 à 2000) ;
- De plusieurs dizaines de milliers d'ouvrières (de 40000 à 60000 en moyenne) (Ouchemoukh, 2012).

La reine : c'est un insecte un peu plus gros que les autres, elle est la seule de la ruche à être fertile. Protégée sans relâche par les ouvrières, elle est nourrie exclusivement de gelée royale. Une fois fécondée, elle pond sans relâche tout le reste de sa vie : jusqu'à 2000 ou 3000 œufs par jour. Elle peut vivre 4 à 5 ans (Fronty, 1993).

Les mâles : issus d'œufs non fécondés, ils ont pour fonction de s'accoupler avec la reine. Ils sont trapus et possèdent de gros yeux (Ouchemoukh, 2012).

Les ouvrières : leur rôle évolue en fonction de leur âge. D'abord chargées de nettoyer la ruche, la surveiller. Enfin, au bout de trois semaines, elles sortent de la ruche et deviennent des butineuses (Delcourt, 2012).

I.3.2. Récolte et formation

Les abeilles récoltent le pollen en le triturant avec leurs pattes pour en faire des pelotes. Le choix du pollen par les butineuses variant fortement en fonction de l'origine des fleurs butinées. Il se présente sous la forme d'une fine poussière généralement jaunâtre, mais quelques fois blanche, orange, grise, brune, noire et même bleue ou verte (Fronty, 1993 ; Rossant, 2011).

L'abeille butine le nectar de la fleur, c'est-à-dire qu'elle l'aspire avec sa trompe au fond des corolles ainsi que le miellat, puis stocke ce liquide riche en sucre dans son jabot (figure 1). A ce niveau, le saccharose est transformé en fructose et en glucose par l'invertase. L'abeille butineuse rentre ensuite à la ruche et livre sa récolte. Le nectar stocké dans le jabot de la butineuse est aspiré, après de longs contacts avec les antennes et les mandibules, par la receveuse qui ensuite le régurgite et l'ingurgite à nouveau pour le déshydrater (phénomène de trophallaxie). Des échanges successifs entre abeilles vont permettre un enrichissement de ce liquide en enzymes et sa déshydratation (Rossant, 2011 ; Delecourt, 2012).

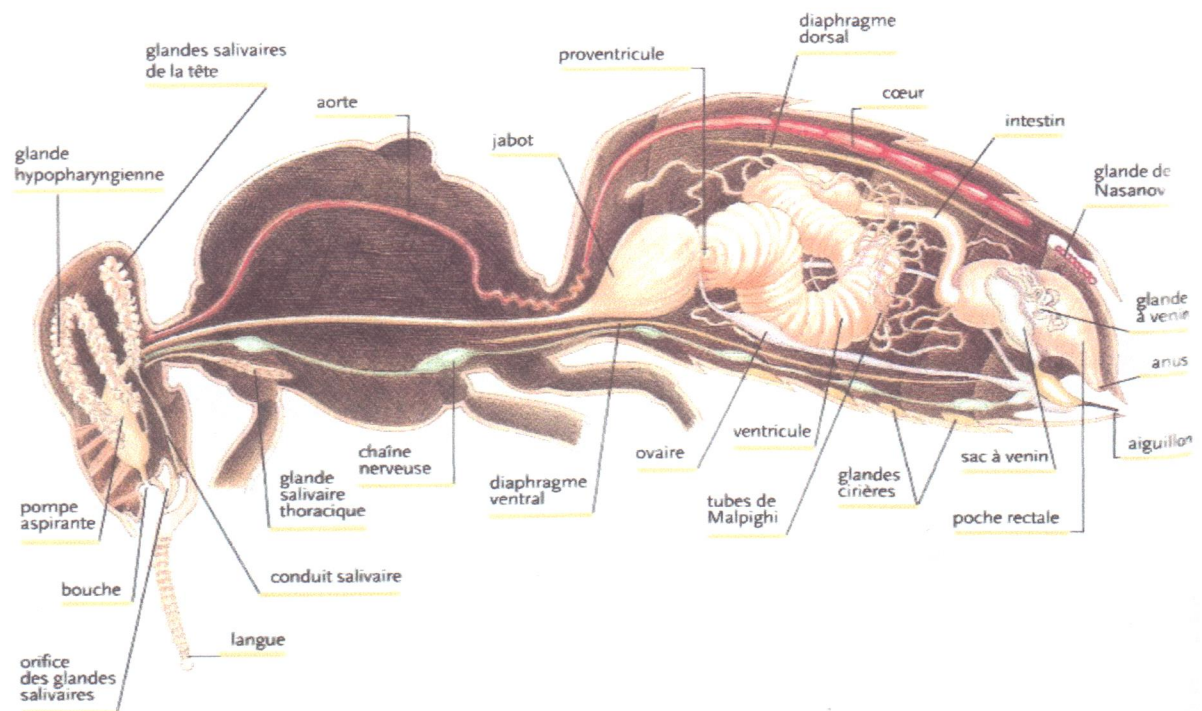


Figure 1 : Structure des principaux organes de l'ouvrière (Rossant, 2011).

La maturation du miel se fait par enrichissement en constituants biologiques et modifications enzymatiques des glucides. Le miel non mûr produit est déposé dans les alvéoles des cadres de cire en vue de subir la diminution de la teneur en eau par évaporation. (La phase d'évaporation passive de l'eau qui dure 1 à 3 jours pendant lesquels les abeilles ventilent les cadres par un mouvement rapide des ailes pour amener la teneur en eau à environ 18%). Les abeilles cirières operculent l'alvéole à l'aide d'une fine couche de cire, imperméable à l'air, ce qui permet une longue conservation du miel (Rossant, 2011 ; Delcourt, 2012 ; Ouchemoukh, 2012).

I.4. Composition

Le miel est un mélange complexe de composition éminemment variable suivant l'origine du produit et les plantes butinées par les abeilles (Bogdanov *et al.*, 2004).

La composition du miel est très complexe ; car il subit de nombreuses étapes et plusieurs facteurs rentrent en compte : transmission d'abeille en abeille, température et ventilation de la ruche, teneur en eau, enzymes de la butineuse, nature de la flore visitée, qualité du sol, état physiologique de la colonie, conditions météorologiques lors de la miellée...etc (Blanc, 2010).

C'est un produit d'origines animale et végétales ; car certains de ses constituants sont ajoutés par l'abeille et d'autres dérivent de plantes. Toutes les substances identifiées dans les nectars et les miellats se retrouvent dans le miel telles quelles ou modifiées. En plus des glucides et de l'eau, le miel contient d'autres composés en petites quantités tels que : les acides organiques, les protéines et les enzymes, les minéraux, les vitamines (B₁, B₂, C), les flavonoïdes, les acides phénoliques, les pigments et des substances volatiles, donnant au miel son arôme (figure 2). Le miel renferme également des éléments figurés (grains de pollen, levures, parfois des bactéries à l'état de spores du genre *Bacillus*, des champignons et des algues microscopiques).

La composition chimique du miel varie d'un échantillon à l'autre et dépend de nombreux facteurs : espèces végétales butinées, nature du sol, état physiologique de la colonie d'abeilles, climat et compétence des apiculteurs (Ouchemoukh, 2012).

Le miel doit, dans la mesure possible, être exempt de matières organiques et inorganiques étrangères à sa composition (particules de cire, résidus ou contaminants) (Lequet, 2010).

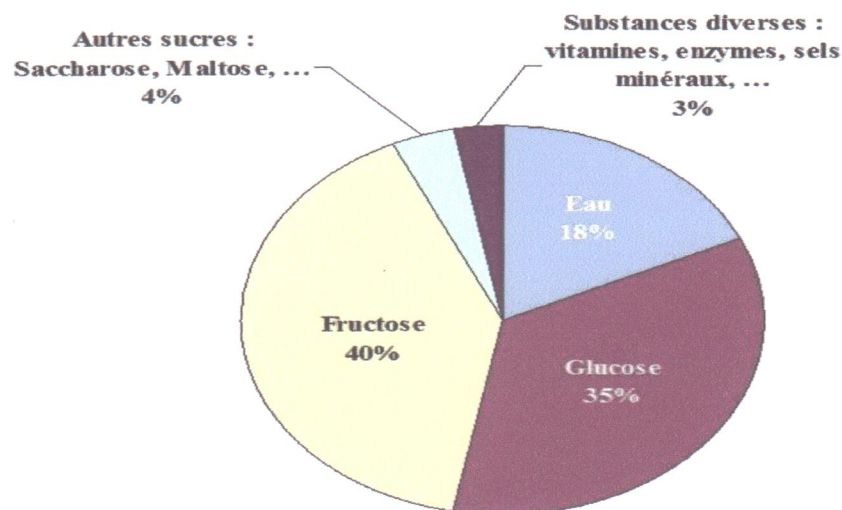


Figure 2: Composition générale du miel (Lequet, 2010).

I.4.1. Eau

La teneur en eau du miel est la quantité d'eau, qui reste une fois que le travail des abeilles terminé, c'est-à-dire lorsque les alvéolés sont operculés. Cette quantité évolue généralement dans des proportions comprises entre 16 et 18% en moyenne. Au delà de 21%, qui sont la limite légale, le risque de fermentation se trouve accru (Khenfer et Fettal, 1997).

Cette eau conditionne la qualité et la conservation de celui-ci (Blanc, 2010).

L'humidité de miel est le critère qui détermine la qualité de miel pour demeurer stable et pour résister à la détérioration par fermentation par les levures ; plus l'humidité est haute, plus la probabilité de fermentation est élevée pendant le stockage.

Le Codex Alimentarius (2001) propose de maintenir la valeur maximale de 20 g d'eau/100 g de miel.

Les teneurs en eau élevées sont à mettre au compte d'une récolte trop précoce et d'un climat humide. Il existe un lien entre la teneur en eau ou l'activité de l'eau et la teneur en levures. La teneur en levures augmente de 5 fois dans le cas d'un accroissement de la teneur en eau de 1 g/100 g. En dessous d'une teneur en eau de 17 g/100 g, le nombre de levures est faible, donc il n'existe qu'un très faible danger de fermentation (Bogdanov *et al.*, 2004).

I.4.2. Glucides

Les sucres constituent la plus grande partie du miel. Selon les miels, les glucides représentent 90 à 99% de la matière sèche. Les principaux sucres constitutifs du miel sont : le fructose et le glucose. De nombreux autres sucres sont également présents, en plus faible quantité. Certains sont d'origine purement végétale (ils entrent dans la composition du nectar ou du miellat) tels que le glucose, le fructose, le saccharose, le kestose, le mélézitose et le raffinose. D'autres, tels que le maltose, l'isomaltose, l'erlose et le dextrantriose, apparaissent seulement comme des produits secondaires après transformation par les enzymes de l'abeille (Khenfer et Fettal, 1997 ; Lequet, 2010).

La teneur moyenne en glucose et fructose respectivement des miels est de 31% et 38%. Ces deux sucres proviennent de l'hydrolyse du saccharose par une enzyme, la gluco-invertase.

Egalement, des études ont montré la présence d'amidon dans le pollen et dans le sédiment de miel. Ce dernier ne contient que très peu d'amidon, car une enzyme de l'abeille, la diastase ou amylase, provoque la dégradation de l'amidon du nectar en dextrine, puis en maltose (Blanc, 2010).

La proportion des différents sucres présents dans un miel est très aléatoire, elle dépend, en effet, directement du type de fleurs butinées par les abeilles. Les nectars de ces fleurs sont caractérisés par leur ratio (saccharose / (glucose + fructose)), qui est constante au sein d'une espèce, mais varie grandement d'une espèce à l'autre (Lequet, 2010).

La teneur totale en fructose et glucose ne doit pas être inférieure à 60g pour 100g d'un miel de fleurs et 45g pour 100 g d'un miel de miellat ou mélange de miel de miellat avec du miel de fleurs. En ce qui concerne le saccharose, on ne doit pas en trouver plus de 5g dans 100g de miel à l'exception de quelques miels monofloraux (Bogdanov, 2002).

La composition en sucre du miel peut être déterminée par différentes méthodes chromatographiques, la chromatographie liquide sous haute pression (HPLC) étant la plus fiable (Bogdanov, 2009).

I.4.3. Acides organiques

Les miels contiennent des acides organiques (dont certains sont volatils), ainsi que des lactones. Leur provenance est diverse : certains sont issus du nectar directement, d'autres sont le fruit de réactions enzymatiques et de fermentations.

Les acides identifiés dans le miel sont : l'acide gluconique (constituant acide majoritaire, issu du glucose), les acides butyriques, l'acide acétique, l'acide formique, l'acide lactique, l'acide succinique, l'acide proglutamique, l'acide malique et l'acide citrique (Lequet, 2010).

Ces acides contribuent non seulement à la saveur de miel, mais est en partie responsable de la stabilité du miel contre des micro-organismes (White *et al.*, 1980).

L'acidité totale est la somme des acides libres et des lactones (Lequet, 2010). Légalement, l'acidité libre ne doit pas dépasser 50 milliéquivalents d'acides par kg. Pour les miels destinés à l'industrie, la limite tolérée est de 80 milliéquivalents d'acides par Kg (Journal officielle de la république française ,2003).

I.4.4. Matière azotées

I.4.4.1. Protéines

Les substances azotées sont en teneur très faibles dans le miel (0,26% de protéines) et proviennent des nectars, des sécrétions des abeilles et des grains de pollen. On retrouve surtout des peptones, albumines, globulines, nucléoprotéines et tous les acides amines essentielles, ainsi que la proline (Blanc, 2010).

Les miels convenablement récoltés sont pauvres en protéines. La source de protéine dans la ruche étant le pollen. Quelques traces de pollen sont cependant inévitables et participent d'ailleurs à son identification florale. La teneur en protéines et en acides aminés varient selon leur origine botanique, géographique et le temps d'entreposage. Elle s'étend généralement de 2 à 5 mg/kg. Il a été constaté que la majorité des protéines du miel est représentée par des enzymes (Bogdanov, 2009 ; Khalil *et al.*, 2012).

Différentes enzymes sont également ajoutées par les abeilles pendant le processus de maturation de miel (Bogdanov, 2009).

I.4.4.2. Acides aminés

Une partie des acides aminés du miel provient des abeilles, une autre du nectar. La teneur en acides aminés d'un miel donne des informations sur l'origine botanique de celui-ci (Bogdanov, 2004).

L'analyse des miels a démontré que les divers miels contiennent de 11 à 20 acides aminés libres. La proline, l'acide glutamique, l'alanine, la phénylalanine, la tyrosine, la leucine, et l'isoleucine sont les plus communs (White *et al.*, 1980).

Le principal acide aminé est la proline, La teneur en ce dernier donne des informations sur la maturité du miel et peut servir à détecter des falsifications. On considère qu'un miel est arrivé à maturité lorsque sa teneur en proline est supérieure à 183 mg/kg. Des valeurs plus basses indiquent un manque de maturité ou une falsification du miel (Bogdanov, 2004 ; Ruoff, 2006 ; Khalil *et al.*, 2012).

Les autres acides aminés ne jouent pas un rôle principal pour la détermination de la qualité ou de l'origine du miel (Bogdanov, 2009).

I.4.4.3. Enzymes

Les enzymes contenues dans le miel sont de deux origines : végétale et animale. Le nectar contient des enzymes produites par les nectaires de la plante. Les abeilles y ajoutent des enzymes provenant de leurs glandes salivaires.

Deux enzymes sont étudiées plus particulièrement : l'**invertase**, qui provoque la scission du saccharose en fructose et en glucose, et l'**amylase** (couramment appelée **diastase**), qui provoque la dégradation de l'amidon en dextrine, puis en maltose.

On trouve également une catalase, une phosphatase et une glucose-oxydase, cette dernière transforme le glucose en acide gluconique, principal acide organique du miel (Lequet, 2010).

Le chauffage exagéré du miel détruit la diastase et conduit à la formation de l'hydroxyméthylfurfural, qui est un indicateur de qualité du celui-ci (Blanc, 2010).

L'activité enzymatique du miel est utilisée comme indicateur de chauffage du miel. D'un point de vue légal, un miel ne doit, en effet, pas être chauffé au point que ses enzymes naturelles soient détruites ou considérablement inactivées. Or cette destruction est proportionnelle au temps et à la température de chauffage (Lequet, 2010).

La diastase et l'invertase jouent un rôle important pour juger la qualité de miel et sont employés comme indicateurs de la fraîcheur de miel. Une valeur minimum de 10 unités de diastase est fixée dans le Codex Alimentarius et Directive Européenne de miel. Cependant, la diastase et l'activité d'invertase changent dans des limites larges selon l'origine botanique du miel (Bogdanov, 2009).

Les activités de la saccharase et de l'amylase varient fortement d'un miel à l'autre et ne sont fiables que dans une mesure limitée pour déterminer les détériorations dues au stockage et à la chaleur. Dans le miel fraîchement récolté, les activités enzymatiques se trouvent dans un rapport déterminé. La saccharase est nettement plus sensible au stockage et à la chaleur que l'amylase (Bogdanov *et al.*, 2004 ; Ruoff, 2006).

I.4.5. Hydroxyméthylfurfural (HMF)

L'hydroxyméthylfurfural (HMF) est un banal précurseur de caramel qui va se former dans les miels par déshydratation moléculaire de fructose due aux chauffages ou au vieillissement naturel. Cette substance instable, apparaît sous l'effet de la chaleur en milieu aqueux et acide (Khenfer et Fettal, 1997).

Il est présent seulement en traces dans le miel frais et sa concentrations augmente pendant le stockage et le chauffage prolongé de miel (tableau II).

Pendant le stockage, l'HMF se forme plus ou moins rapidement à partir du sucre sous l'influence des acides et en fonction de la valeur de pH et de la température du miel. Dans les miels avec des valeurs de pH basses (par exemple le miel de fleurs), l'augmentation de la teneur en HMF est plus rapide que dans les autres miels (par exemple le miel de miellat) (Bogdanov, 2004).

L'analyse quantitative des HMF est donc une excellente méthode pour apprécier la qualité d'un miel. Le contenu en HMF est employé comme indicateur de la fraîcheur et la surchauffe du miel, on peut ainsi détecter certaines fraudes (Huchet *et al.*, 1996 ; Bogdanov, 2009 ; Lequet, 2010).

Selon le Codex Alimentarius (2001) la teneur en HMF du miel est au maximum :

- 40 mg/kg de miel.
- 80 mg/kg de miel pour les mélanges de miel.

Des valeurs supérieures à 40 mg/kg portent préjudice au miel de consommation, puisqu'elles indiquent une détérioration due au stockage ou à la chaleur (Bogdanov, 2009).

Tableau I : Durée nécessaire pour la formation de 40 mg HMF/kg de miel en fonction de la température de stockage (Bogdanov, 2004).

Température (°C)	Durée pour la formation de 40 mg HMF/kg
4	20 - 80 ans
20	2 - 4 ans
30	0,5 - 1 an
40	1 - 2 mois
50	5 - 10 jours
60	1 - 2 jours
70	6 - 20 heures

I.4.6. Matières minérale

La teneur en minéraux du miel (tableau III) est déterminée comme critère de qualité de celui-ci (Bogdanov, 2009).

Elle est en général faible ; les miels de fleurs contiennent de 0,1 à 0,35g de sels minéraux et d'oligo-éléments pour 100 g de miel, tandis que les miels de miellat contiennent jusqu'à 1g ou plus pour 100g de miel, avec d'importantes variations ; les miels foncés en contiennent plus que les miels clairs (Bogdanov *et al.*, 2004 ; Lequet, 2010).

On retrouve essentiellement du potassium, ainsi que de calcium, de sodium, de magnésiums, de cuivre, de chlore, de manganèse et une trentaine d'oligo-éléments (Bogdanov *et al.*, 2004 ; Blanc, 2010).

Les taux de ces minéraux dépendent des plantes visitées et des types de sols, les plus élevés se retrouvant surtout chez les miels poly-floraux : fer (callune, sapin), calcium (tournesol, colza)... (Blanc, 2010).

Aujourd'hui, au lieu de déterminer la teneur en matières minérales (cendres), on détermine la conductivité électrique du miel. Elle est plus facilement mesurable et est utilisée principalement pour la caractérisation des miels monofloraux.

Il est possible de différencier entre différent miels unifloral par la détermination de différents oligo-éléments en mesurant la teneur en : Mg, Ca, Al, Fe, Mn, Zn, B, Cu, Co, Cr, Ni, Cd et P (Bogdanov *et al.*, 2004 ; Bogdanov, 2009).

Tableau II : Principaux minéraux et oligo-éléments présents dans le miel (Rossant, 2011).

Élément	mg/kg	Élément	mg/kg
Potassium	200 à 1500	Chrome	0,1 à 0,3
Sodium	16 à 170	Cobalt	0,01 à 0,5
Calcium	40 à 300	Nickel	0,3 à 1,3
Magnésium	7 à 130	Aluminium	3 à 60
Fer	0,3 à 40	Cuivre	0,2 à 6,0
Zinc	0,5 à 20	Cadmium	0,005 à 0,15
Plomb	0,02 à 0,8		

I.4.7. Composés phénoliques

Les polyphénols sont un autre groupe important des composés de miel. On en distingue trois familles : les acides benzoïques, les acides cinnamiques et les flavonoïdes. Leur composition dans le miel varie avec l'origine florale. Les polyphénols principaux de miel sont les flavonoïdes, leur contenu peut varier entre 60 et 460 µg /100 g de miel, il a été constaté que ces teneurs peuvent augmenter pendant la saison sèche aux températures élevés (Singh *et al.*, 2012 ; Lequet, 2010).

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques à faible poids moléculaire, qui sont les composants essentiels pour l'arôme et les propriétés antioxydants du miel. Ils interviennent également dans la couleur du miel (Lequet, 2010 ; Khalil *et al.*, 2012).

La concentration des phénols du miel dépend fortement de sa source florale. Il a été rapporté que les miels foncés contiennent une grande quantité des acides phénoliques, mais moins de flavonoïdes pour le miel clair. La détermination des flavonoïdes est utile pour la classification de certains miels, mais non tous les miels unifloraux (Bogdanov, 2009 ; Khalil *et al.*, 2012).

Le miel contient également les caroténoïdes, intéressants sur le plan nutritionnel, l'activité antioxydant des miels dépend en grande partie de leur composition chimique, comme les composés phénoliques, flavonoïdes, acide ascorbique et caroténoïdes. Ces substances possèdent d'autres activités biologiques intéressantes : germicide, bactériostatique et anti-inflammatoire (Blanc, 2010 ; Lequet, 2010 ; Khalil *et al.*, 2012).

I.5. Autres constituants

I.5.1. Substances aromatiques

La recherche des composés volatiles du miel a commencé au début des années 60 jusqu' à l'époque actuelle, environ 600 composés ont été caractérisés dans différents miels. L'analyse des substances volatiles du miel peut être employée pour l'authentification de l'origine botanique du miel (Bogdanov, 2009).

Le miel contient des substances aromatiques, qui lui donnent une senteur particulière et qui jouent un rôle dans ses vertus thérapeutiques. L'arôme de miel dépend également de la quantité et de type des acides organiques et des acides aminés présents (Blanc, 2010 ; Khalil *et al.*, 2012).

L'arôme du miel dépend de l'origine végétale de miel, il joue un rôle important dans l'appréciation sensorielle du miel (Journal Officielle de la République Française, 2003 ; Bogdanov *et al.*, 2004).

L'odeur du miel est due à la présence de substances aromatiques diverses en faible quantité représentées par : des alcools, des aldéhydes et des cétones, ainsi que de divers acides organiques (acides acétique, lactique, malique, citrique, oxalique, formique... (Kombo, 1989).

Les substances aromatiques se conservent le mieux si le miel est stocké au froid dans des récipients fermés. Si on chauffe le miel, une partie de ces substances sera dégradée (Bogdanov *et al.*, 2004).

I.5.2. Vitamines

Le miel contient une quantité infime de vitamines. Probablement issues des quelques grains de pollen qu'il renferme (Bogdanov *et al.*, 2004 ; Lequet, 2010).

Quasiment pas de vitamines A et D liposolubles, mais on retrouve la vitamine C et vitamines du groupe B, B₁, B₂, B₃, PP, B₅, B₆, apportées par les grains de pollen (tableau IV) (Blanc, 2010).

Tableau III : Teneurs du miel en vitamines (par un kilogramme de miel) (Kombo, 1989).

Vitamine	Quantité (mg)
vitamine B ₁ (thiamine)	0,1
vitamine B ₂ (riboflavine)	1,5
vitamine B ₃ (acide pantothénique)	2
vitamine B ₅ (acide nicotinique)	1
vitamine B ₆ (pyridoxine)	5
vitamine C (acide ascorbique)	30 à 54

I.5.3. Colloïdes

La teneur en colloïdes varie entre 0,1 et 1%, ils sont constitués principalement par des protéines, des substances cireuses, des pigments, des pentosanes et diverses autres substances. Les colloïdes sont responsables de la turbidité du miel (Lequet, 2010).

I.5.4. Lipides

Le miel est pauvre en lipides, les traces qu'on peut trouver sont probablement des microparticules de cire, qui échappent à la filtration (Huchet *et al.*, 1996).

Voici un tableau récapitulatif de quelques normes concernant la composition du miel :

Tableau IV : Quelques normes de miel selon le Codex Alimentarius (2001).

Caractéristique qualitative	Recommandations Codex
Eau (g/100g) Miel, en général Miel de bruyère, miel de trèfle	max. 20 max. 23
Teneur apparente en sucres réducteurs (g/100 g) Miel de fleurs Miel de miellat, ou mélanges avec miel de fleurs	min. 60 min. 45
Teneur apparente en saccharose (g/100 g) -Miel en général -Miel de miellat, ou mélanges avec miel de fleurs (miel d'acacias, de lavande, de Banska, d'Eucryphia)	max. 5 max. 10
Substances non hydrosolubles (g/100 g)	0,1
Sels minéraux (g/100g) Miel en général	max. 1
Acides libres (milliéquivalent/kg)	50
Indice d'amylase (en unités de Schade) Miel en général Miels pauvres en enzymes, comme le miel d'acacias, de fleurs d'oranger	min. 8 min. 3
Hydroxyméthylfurfural (mg/kg) Miel en général Miel pour les mélanges de miel	max. 40 max. 80

I.5.5. Pollen

I.5.5.1. Définition

Le pollen présente sous forme des grains microscopiques contenus dans les anthères des étamines. Ces grains sont le plus souvent hérissés d'épines et le manteau pollinique est très collant, ce qui favorise leur fixation les uns sur les autres et sur le corps de l'abeille trappe (Rossant, 2011 ; Aparecida *et al.*, 2013).

Le pollen apicole n'est pas générateur d'allergie, il est indispensable à la survie de la ruche, car il représente le principal aliment des larves, d'où l'appellation "pain d'abeille" (Ouchemoukh, 2012).

I.5.5.2. Morphologie

Le grain de pollen est le gamète mâle des végétaux supérieurs, sa partie vivante est entourée de deux parois formant le sporoderme (figure 3) : la paroi interne, ou intine pectocellulosique, est la membrane squelettique qui caractérise toutes les cellules végétales et la paroi externe, ou exine, est constituée pour l'essentiel de sporopollénine et se subdivise en deux couches, l'endexine et l'ectexine (Laaidi *et al.*, 1997).

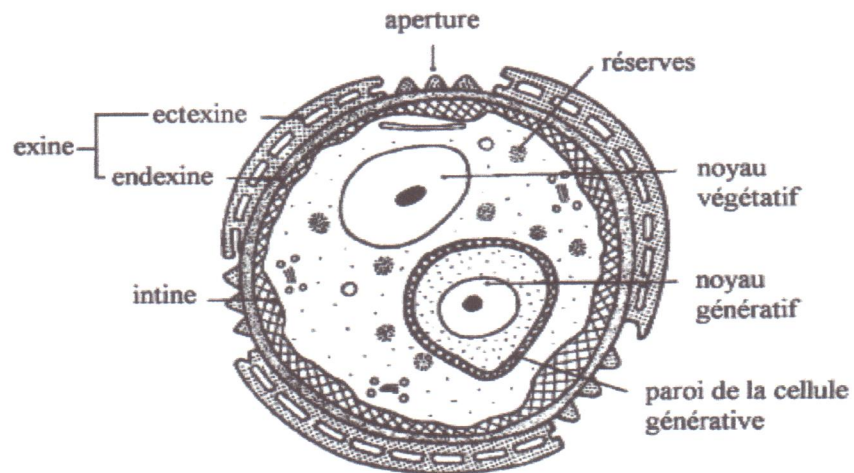


Figure 3 : Structure d'un grain de pollen (Laaidi *et al.*, 1997).

Le pollen contient dans le cytoplasme deux nuclei ; lorsqu'un grain, sous différentes influences, atteint le stigmate d'une fleur compatible, il produit un long tube pollinique qui descend dans le pistil jusqu'au sac embryonnaire (ovaire) pour que les deux nuclei puissent fusionner avec les nuclei de l'ovule. Cette fusion s'achève par une graine (Ouchemoukh, 2012).

I.5.5.3. Différents types de pollens

Il existe ainsi de nombreux types de pollens de constitution différente, suivant les espèces végétales, le climat, la région géographique, la période de récolte ou encore la nature du sol (Blanc, 2010).

I.5.5.4. Composition

On trouve dans un grain de pollen : 20% de protides dont 50% sont des acides aminés indispensables, 5% de lipides, 36% de glucides, 11% d'eau, et 3% de sels minéraux (K, Mg, Ca, Fe, Cb...), de nombreux pigments (caroténoïdes, rutine) et des vitamines des groupes B, C, D, E, et A. Le pollen constitue la principale source de protéines pour l'abeille. Il contient également des oligosaccharides (l'amidon ou la cellulose, ainsi que des hémicelluloses) et d'autres substances dérivées de la lignine à l'état de traces (Rossant, 2011).

IV.5.5. Analyse pollinique du miel (méliissopalynologique)

L'analyse pollinique du miel est une méthode consistant à déterminer l'origine florale du miel, elle donne des informations sur les espèces qui ont été butinées par les abeilles, sur la présence éventuelle de miellat et sur l'origine géographique de celui-ci, ce qui est d'un grand intérêt dans la détermination des appellations et la détection des fraudes concernant l'étiquetage des produits (Feás *et al.*, 2010 ; Lequet, 2010).

Dans l'estimation des fréquences des différents pollens, les termes suivants sont utilisés :

- Pollens dominants, pour les formes qui représentent plus de 45 % de pollen dénombré ;
- Pollens secondaires, pour les grains de pollen qui ont une fréquence comprise entre 16 et 45 %
- Pollens tertiaires, pour les grains de pollen qui ont une fréquence comprise entre 3 et 15 %.
- Pollens rares ou isolés, pour les grains de pollen qui ont une fréquence inférieure à 3 %.

Un miel est considéré monofloral lorsque le nombre de pollens dominants provenant d'une espèce de fleur est supérieur ou égal à 45 % (Bouchema *et Schweitzer*, 2010). Les grains de pollen diffèrent en termes de leurs caractéristiques morphologiques comme la forme, taille, ouverture et aussi la couleur et l'aspect (figure 4) (Aparecida *et al.*, 2013).



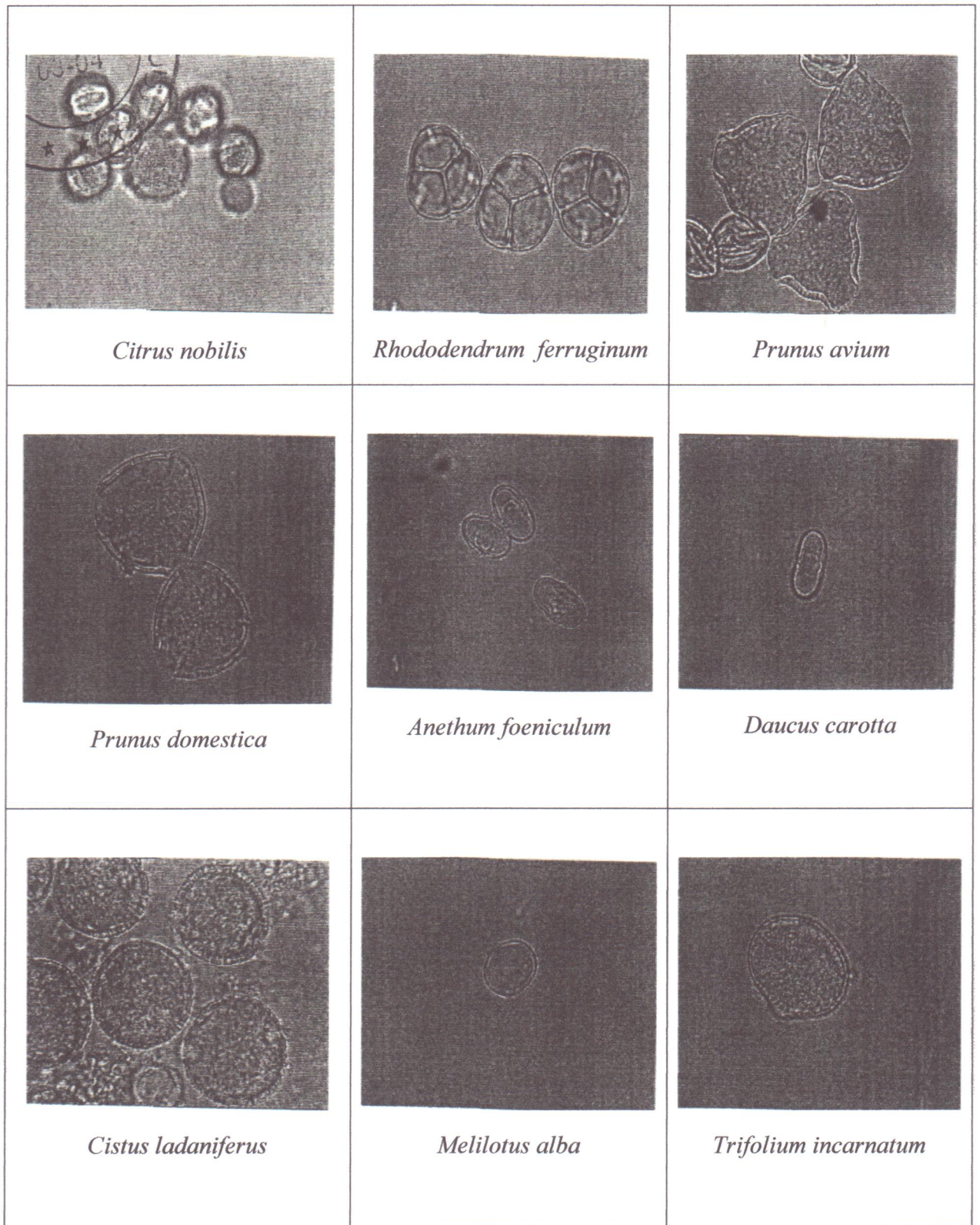


Figure 4: Photographies de quelques pollens (Ouchemoukh, 2012).

I.6. Propriétés physico-chimiques du miel

Ces propriétés sont importantes pour bien différencier les miels les uns des autres mais également pour évaluer la qualité de ceux-ci (Blanc, 2010).

I.6.1. Indice de réfraction

La plupart des miels ont un indice de réfraction compris entre 1,47 et 1,50 pour une teneur en eau de 13 à 18% (Rossant, 2011), cet indice est d'autant plus élevé que sa teneur en eau est plus basse (Ouchemoukh, 2012). Cette propriété est d'ailleurs utilisée pour mesurer la teneur en eau d'un miel en se référant à des tables de correspondance (Lequet, 2010).

I.6.2. Densité et viscosité

La densité varie entre 1,39 et 1,44 à 20°C. Elle est en fonction de la teneur en eau et à moindre degré de la composition chimique du miel (Ouchemoukh, 2012).

La viscosité est l'une des caractéristiques physique la plus significative, car elle affecte la qualité du produit. Elle dépend de trois facteurs qui sont, sa teneur en eau, sa composition chimique et sa température. La viscosité est très élevée à basse température, elle décroît rapidement lorsque la température augmente. Pour 30 à 35°C, la viscosité est minimale; c'est d'ailleurs la température de la ruche. C'est pourquoi les apiculteurs sont contraints, au cours des opérations de centrifugation, d'extraction et de mise en pots, d'opérer à température suffisamment élevée. La viscosité de certains miels Algériens varie de 1,12 à 8,98 mPas (Huchet *et al.*, 1996 ; Bogdanov, 2004 ; Hoyet, 2005 ; Ouchemoukh, 2012)

I.6.3. pH et acidités

Les miels de fleurs possèdent le plus souvent des valeurs de pH faibles (3,3 à 4,6), exception les miels de fleurs de châtaignier qui ont une valeur de pH relativement élevée allant de 5 à 6. Les miels de miellat ont, en raison de leur teneur plus élevée en sel à effet tampon, des valeurs de pH en moyenne élevées (4, 2 à 5, 5) (Bogdanov, 2004).

L'acidité est un critère de qualité important durant l'extraction et le stockage, en raison de son influence sur la texture et la stabilité du miel. Elle est due aux acides organiques qui existent dans les miels (acides citrique, oxalique, acétique...) et qui proviennent soit du nectar, soit des sécrétions des abeilles (Khenfer et Fettal, 1997 ; Ouchemoukh, 2012).

I.6.4. Conductivité électrique

La conductivité électrique représente la capacité d'un corps à permettre le passage du courant électrique, c'est l'un des facteurs les plus importants pour déterminer les caractéristiques physiques du miel (Lequet, 2010 ; Khalil *et al.*, 2012).

Elle représente un bon critère pour la détermination de l'origine botanique du miel. On l'utilise souvent pour différencier le miel de nectar du miel de miellat, de même que pour la caractérisation de miels monofloraux (Bogdanov, 2004).

Elle est exprimée en milli-siemens par centimètre (mS/cm), pour une solution à 20% de matière sèche et à la température de 20°C (Huchet *et al.*, 1996).

Le miel contient des acides organiques et des sels minéraux, composés qui en terme chimique sont dits ionisables, c'est-à-dire qu'ils ont la propriété, lorsqu'ils sont en solution, de conduire le courant électrique (Khenfer et Fettal, 1997).

Selon leur origine florale, les miels ont une conductivité variable. D'une manière générale, les miels de miellat conduisent beaucoup mieux le courant que les miels de fleurs (Lequet, 2010).

I.6.5. Pouvoir rotatoire

Le pouvoir rotatoire est la caractéristique optique que possèdent les sucres de dévier le plan de la lumière polarisée. Il est utilisé pour distinguer entre les miels de nectar et les miels de miellat, mais aussi pour la différenciation entre les miels de nectar. La majorité des miels de miellat ont des valeurs positives « dextrogyres », tandis que les miels de nectar ont des valeurs négatives « Lévygyres » (Ouchemoukh, 2012).

I.6.6. Cristallisation

La cristallisation des miels est un phénomène très important, car c'est de lui que dépend en partie la qualité du miel (Huchet *et al.*, 1996).

Il s'agit d'un phénomène physique, naturel et non une altération. Cependant, dans la ruche à 36°C, le miel est liquide, mais une fois exposé à l'air, il se cristallise. Elle ne dépend pas seulement de la composition du produit, mais aussi de catalyseurs tels que : les cristaux primaires, les pollens, les chocs thermique, les bulles d'air microscopiques et la température (14°C) (Ouchemoukh, 2012).

La tendance des miels à se cristalliser est directement liée à quelques paramètres sensibles (indicateurs de cristallisation) tels que : la teneur en glucose, les rapports glucose /eau et fructose / glucose. En général, les miels ayant des teneurs en glucose et fructose proches cristallisent, alors que les miels dont la teneur en glucose est inférieure à 30% ne cristallisent jamais. La cristallisation est particulièrement fine dans les miels de luzerne, trèfle, colza, pissenlit, bruyère et, au contraire, grossière dans ceux du châtaignier, de l'oranger, du sapin et du tilleul (Ouchemoukh, 2012).

I.6.7. Couleur

La coloration est une caractéristique physique importante des miels, car elle est en rapport avec leur origine florale ainsi qu'avec leur composition, plus elle est claire, moins le miel est riche en minéraux et inversement. Le chauffage, le vieillissement ainsi que la lumière provoquent une intensification de la coloration du miel (Blanc, 2010 ; Lequet, 2010).

La couleur du miel varie du blanc à brun sombre selon l'origine du produit. Il existe des miels transparents (miel de faux acacia), des miels blancs (miels de romarin et d'agrumes), mais la plupart des miels multif floraux sont ambrés et certains sont très foncés (noirs) (miel de *Quercus* sp).

Plusieurs composés sont à l'origine de la couleur du miel tel que : les caroténoïdes (carotènes, xanthophylles), les composés phénoliques (flavonols,...), de même que les minéraux et acides aminés (tyrosine, tryptophane). L'intensité de la couleur est mesurée par l'échelle de Pfund (Pfund color grader) ou par le comparateur visuel de Lovibond (Ouchemoukh, 2012).

I.7. Principales modifications physicochimiques subies par le miel pendant le stockage

I.7.1. Cristallisation

Le miel est une solution sucrée sursaturée et, lorsqu'il est stocké dans les rayons de la ruche, il est généralement à l'état liquide, mais c'est un état instable. Sous l'effet de la température et de la présence des facteurs de cristallisation (poussière, cristaux de glucose, grains de pollen), la

cristallisation du miel s'amorce. Le processus de cristallisation des sucres est dépendants des rapports (glucose/fructose) et (glucose/eau) (Rossant, 2011).

Le rapport (glucose/eau) est un indicateur permettant d'anticiper les réactions du miel. Plus ce rapport est faible, plus le miel contient de l'eau (proportionnellement à la quantité de glucose présent) et plus le miel aura tendance à rester à l'état liquide. Plus ce rapport est élevé, plus le miel cristallisera rapidement. Deux remarques sont toutefois à apporter :

- un miel trop liquide (humidité > 18 %) risque de poser des problèmes de fermentation,
- un miel trop sec (humidité < 15 %) sera trop visqueux et ralentira l'étape de diffusion des molécules de sucres et a fortiori la cristallisation (Dailly, 2008).

La température a un effet similaire, une température basse favorisant la viscosité du miel et une température élevée faisant vibrer les molécules de glucose et les empêchant de former des cristaux (Rossant, 2011).

I.7.2. Problèmes liés à la cristallisation

a. Marbrures

La présence de marbrures, qui se forment à la surface de certains pots et/ou long des parois d'emballage contenant le miel n'est pas liée à l'introduction d'air, mais provient d'un choc thermique lors du stockage des pots cristallisés. Ce phénomène apparaît quel que soit le type de conditionnement utilisé. Lorsque le miel est soumis à des températures plus froides, il se contracte plus rapidement que le verre dans lequel il est placé (figure 5). Si le miel est liquide ou mou, on verra apparaître un léger affaissement de la surface.

Le moyen le plus simple de résoudre ce problème est d'éviter sa formation, donc de choisir avec soin l'endroit où entreposer son produit, et ce dès son conditionnement (Dailly, 2008).



Figure 5: Marbrures (Dailly, 2008).

b. Miel en double phase

Une trop forte teneur en eau ou un rapport fructose /glucose inadéquat (légèrement inférieur à 1,45) amène presque toujours le miel en cours de cristallisation à se séparer en deux couches : une couche liquide vers le haut (essentiellement composée de fructose) et une couche cristallisée grossièrement vers le bas (essentiellement composée de glucose). On parle dans ce cas de double phase (figure 6) (Dailly, 2008).

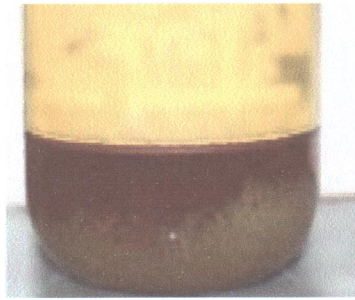


Figure 6: Miel en double phase (Dailly, 2008).

I.7. 2. Influence de vieillissement naturelle

Un miel qui vieillit est un miel qui se dégrade de même qu'un miel que l'on chauffe trop fortement ou trop longtemps (Rossant, 2011).

En vieillissant, le miel se transforme lentement en fonction de sa composition et de la température à laquelle il est conservé. On peut ainsi noter :

- Une intensification de la coloration et une augmentation de l'acidité ;
- Une diminution de la teneur en invertase et en amylase. Leur activité dépend de la température et de l'acidité du miel.
- Une diminution de la concentration en glucose ;
- Un chauffage excessif accélère également la production d'HMF ;
- Une perte des propriétés antibactériennes et antioxydants du miel (Rossant, 2011).

I.7.3. Fermentation

Tous les miels naturels contiennent des levures, responsables des fermentations alcooliques. Une teneur en eau trop importante (à partir de 18%) et une température excessive leur permettent de se développer, ce qui provoque la fermentation du miel. D'autres micro-organismes présents dans le miel peuvent engendrer différentes fermentations (lactique, butyrique, acétique, etc.). Toutes ces fermentations altèrent fortement les miels, qui possèdent alors une acidité supérieure à la normale (Rossant, 2011).

Le miel a une tendance naturelle à fermenter s'il n'est pas conservé au sec et de manière hermétique. Lors de la fermentation, les qualités organoleptiques du miel et ses propriétés sont détériorées (Lequet, 2010).

I.7.4. Influence de l'atmosphère

Le miel tend à absorber l'humidité de l'air et, si on le laisse très longtemps dans une atmosphère humide, lorsque le récipient n'est pas fermé, cela peut conduire à une hausse de la teneur en eau et peut faire fermenter le miel. Pour cela le miel doit être conservé dans des locaux secs et dans des récipients fermés hermétiquement (Huchet, 1996 ; Bradbear, 2010 ; Lequet, 2010).

I.8. Falsification

La législation internationale n'autorise aucun ajout dans le miel, mais les fraudes existent. Le miel n'échappe pas à ces pratiques, qui déstabilisent les prix et la confiance du consommateur (Ouchemoukh, 2012).

I.8.1. Fraudes par adultération

L'adultération est une pratique frauduleuse consistant en l'ajout d'un produit de moindre valeur à un autre produit. On en observe dans le miel depuis la commercialisation de sirops de sucre bon marché et de compositions chimiques voisines de celles des miels. Ces sirops de sucre peuvent être additionnés au miel après la récolte, ou directement durant la miellée.

Trois principaux types de fraudes ont été mentionnés :

- La fraude consistant à ajouter au miel du saccharose est peu courante car facilement détectable du fait de la faible teneur en ce sucre dans la plupart des miels.
- L'adjonction de saccharose inverti (glucose + fructose) chimiquement est possible, mais entraîne la production d'une grande quantité d'HMF.
- L'ajout de sucre de canne, de sirop de sucre de canne ou de miel de sucre sont repérables, notamment par analyse microscopique (Rossant, 2011).

I.8.2. Fraudes par non-conformité

La plupart du temps, il s'agit d'une fausse indication d'origine botanique, en général non intentionnelle. Les analyses polliniques, physico-chimiques et organoleptiques permettent de déceler facilement ces « fraudes » et de reclasser le produit dans la bonne catégorie.

Il peut s'agir également d'un mélange intentionnel de miels, facilement décelable par analyse pollinique.

On peut trouver également des miels d'années non-conformes (un miel de 2009 présenté comme un miel de 2010 par exemple) (Rossant, 2011).

Certains produits obtenus par hydrolyse de l'amidon ont une teneur en HMF plus élevée. C'est pourquoi le miel falsifié par de tels produits enregistre aussi une valeur HMF plus élevée (Bogdanov, 2004).

Un miel mûr, non falsifié enregistre une teneur minimale de proline de 180 mg/par kg. Des teneurs plus basses indiquent une falsification au moyen d'un nourrissage au sucre ou un ajout de sucre dans le miel. En général, le miel falsifié a une activité enzymatique plus basse, une conductivité plus faible et moins de pollen que le miel authentique (Bogdanov, 2004).

Le taux du saccharose est, en général, inférieur à 5g/100g. Les miels issus d'un nourrissage au sucre peuvent enregistrer une teneur élevée en ce disaccharide (Ouchemoukh, 2012).

I.9. Propriétés alimentaires et biologiques

I.9.1 Propriétés alimentaires

Le miel est un aliment naturel, glucidique, riches en sucres simples environ 80 % (glucose - fructose), directement assimilable (le glucose est assimilé directement et le fructose est assimilé après une légère transformation), doué d'un pouvoir sucrant important. Il permet de couvrir les besoins énergétiques de l'organisme dans des conditions optimales, nous pouvons donc l'associer dans la ration alimentaire des nourrissons et des adolescents, Il est également recommandé pour les sportifs et les vieillards (Khenfer et Fattal, 1997).

I.9.2. Propriétés biologiques

I.9.2.1. Propriétés antioxydantes

Les antioxydants jouent un rôle important dans la préservation des aliments et de la santé humaine, par désactivation et stabilisation des agents d'oxydation (espèces réactives oxygénées), qui sont responsables de nombreuses maladies telles que : le cancer, la cataracte, le diabète, les maladies cardio-vasculaires et les différents processus d'inflammation. Le mécanisme protecteur antioxydant du miel est due aux enzymes tels que : la catalase et la peroxydase, aux composants phénoliques, flavonoïdes, les acides organiques comme l'acide ascorbique et des acides aminés comme la proline. Toutefois, les composés phénoliques jouent le rôle antioxydant le plus importants (Rossant, 2011).

Cette activité est variable d'un miel à un autre selon la source botanique et la présence de ces différents composés antioxydants. Ainsi, les composés phénoliques sont des piègeurs efficaces des radicaux pyroxyles à cause de leur structure contenant un anneau aromatique et un groupe hydroxyle. L'action des composés phénoliques est peut être liée à leur capacité de réduire et de chélater l'ion ferrique qui catalyse la peroxydation des lipides (Ouchemoukh, 2012).

I.9.2.2. Propriétés antimicrobiennes

Le miel possède des activités antibactérienne et antifongique. L'activité antimicrobienne du miel est attribuée à des facteurs physique (pression osmotique élevé et acidité) et chimique (peroxyde d'hydrogène et inhibines non peroxydes) (Ouchemoukh, 2012).

De nombreuses publications scientifiques rapportent que, les miels sont plus ou moins actifs sur les souches bactériennes et que leur efficacité dépend de leur origine florale. En fonction de sa concentration et de son origine botanique, un miel peut être bactéricide ou être bactériostatique (Hoyet, 2005).

I.9.2.3. Utilisations thérapeutiques

Le sain coran et le hadith du prophète présentent le miel en tant que remède de maladies. Les vertus curatives de cet aliment sont citées dans la sourate ENAHL (Ouchemoukh, 2012).

Le miel est doué d'un pouvoir bactériostatique important due à la présence des substances à activité antibactérienne (Peroxyde d'hydrogène libre et inhibine). Il est régulièrement utilisé dans le traitement des plaies. L'efficacité du miel dans le traitement des plaies s'explique par sa viscosité qui empêche la contamination par les bactéries, et sa pression osmotique élevée créant un milieu humide autour de la plaie (Lequet, 2010).

Le miel a été utilisé aussi avec succès dans le traitement des brûlures, des inflammations des yeux, de la cornée ou de la conjonctive et des gastroentérites (diarrhée, ulcère gastrique) (Mandal et Mandal, 2011).

En outre le miel diminue les irritations de la gorge et est efficace contre l'anémie car il augmente la teneur du sang en hémoglobine.

En injections intraveineuses, le miel traite les ictères, les troubles de l'élimination urinaire et les démanagements. Aussi, il régularise le rythme cardiaque (Ouchemoukh, 2012).

Chapitre II : technologie du miel

II .Technologie du miel

Lorsque le miel est mature et qu'il a atteint un faible degré d'humidité, la glucose- oxydase devient inactive et le produit se stabilise. Les abeilles cirières operculent l'alvéole à l'aide d'une fine couche de cire, imperméable à l'air, ce qui permet une longue conservation du miel (Lequet, 2010).

Dans le domaine de la fabrication du miel, il est nécessaire de distinguer deux phases : celle de la récolte et celle du conditionnement et de la conservation. L'évolution générale s'est faite dans un sens favorable à l'hygiène du miel et à l'amélioration du rendement du travail de l'apiculteur grâce à une mécanisation plus importante notamment (Huchet *et al.*, 1996).

II.1. La récolte du miel

La récolte du miel peut se pratiquer dès la fin de la miellée, quand les cadres des hausses sont remplis de miel operculé (Hoyet, 2005).

Celle-ci se fait uniquement pendant la saison sèche. Pour le miel monofloral, elle se fera à la fin de la floraison de la plante concernée, tandis que pour un miel toutes fleurs, elle se fera vers la mi-août au moment des dernières floraisons.

Il est préférable de récolter le miel le plus rapidement possible en fin d'après-midi ou pendant la nuit. Il faut uniquement récolter le miel operculé (fermé), car il est arrivé à maturité (Rossant, 2011).

II.1.1. Enlèvement des cadres

L'apiculteur retire les cadres de miel, mais en laissant aux abeilles les provisions nécessaires pour qu'elles puissent nourrir les larves. Comme nous l'avons vu précédemment, la récolte du miel se fait uniquement à partir des hausses. Après avoir enfumé légèrement les cadres, puis brosser délicatement les abeilles à l'aide d'une brosse à abeilles afin qu'elles restent dans la ruche.

L'apiculteur remplace les cadres, qui viennent d'être enlevée par d'autres vides, après avoir placé tous les cadres du miel enlevé dans une hausse vide, et bien fermée avant leur transport vers la miellerie (Rossant, 2011).

II.1.2. Transport

Les hausses pleines de cadres du miel operculés doivent être transportés (figure 7) proprement, et solidement arrimés jusqu'à la miellerie (Lequet, 2010).



Figure 7: Transport des hausses en brouette jusqu'à la miellerie (Lequet, 2010).

II.2. Extraction du miel

II.2.1. Désoperculation

Après avoir fait sortir les cadres des hausses à la miellerie (local réservé à l'obtention du miel), l'apiculteur enlève alors les opercules de cire (Rossant, 2011).

Plusieurs outils permettent d'effectuer cet opération par exemple : le couteau à désoperculer (méthode manuelle), des appareils spéciale,...etc (figure 8) (Hoyet, 2005).

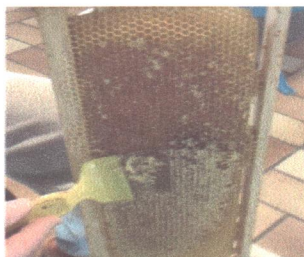


Figure 8 : Désoperculation à l'aide d'un couteau à désoperculer (Lequet, 2010).

Les déchets de cire obtenus sont mis de côté dans un bac spécial, afin de permettre la récupération de la cire (pour en faire des bougies par exemple) et du miel qu'elle emporte avec elle (pour l'utiliser comme nourriture pour les abeilles) (Lequet, 2010).

II.2.2. Centrifugation

Après la désoperculation, les cadres sont portés dans un extracteur qui utilise la force centrifuge (N'diaye, 1974).

Le miel est extrait des cellules par la force centrifuge et séparé ensuite de ses impuretés par une épuration qui s'effectue généralement par filtration, centrifugation, ou décantation (Huchet, 1996).

Les cadres sont placés dans la centrifugeuse, en les répartissant de manière équilibrée selon leur poids. La rotation s'effectue ensuite de manière progressive jusqu'à ce que tout le miel contenu dans les alvéoles soit projeté contre les parois (figure 9). Le miel glisse le long des parois, s'accumule au fond de l'extracteur et est récupéré par l'apiculteur après ouverture de la vanne (figure 10) (Lequet, 2010).

Généralement, avant l'extraction, on pratique un préchauffage léger des hausses contenant le miel, opération qui ne provoque aucune dégradation du miel (Huchet *et al.*, 1996).

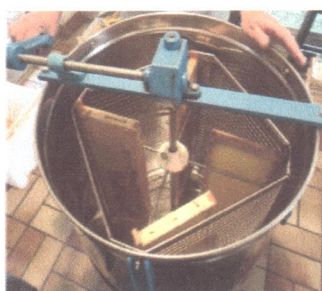


Figure 9 : Photos de l'intérieur d'un extracteur du miel par centrifugation (Lequet, 2010).

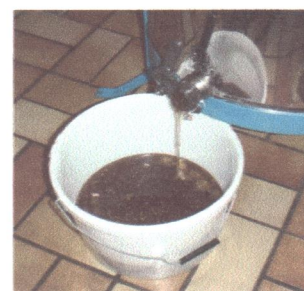


Figure 10 : Récupération du miel à la sortie de l'extracteur (Lequet, 2010).

À la fin de l'extraction, le miel contient de nombreux débris et impuretés, en particulier de cire ou de pollen, qu'il est nécessaire d'éliminer. Le miel est ensuite récupéré et transvasé dans le maturateur, muni de filtres de diamètres décroissants (figure 11) (Lequet, 2010).

A basse température, la viscosité du miel étant très élevée, la filtration ne peut se réaliser convenablement. Par contre, vers 30-35 °C, la viscosité décroissant considérablement, cette opération devient possible. On utilise généralement des tamis à mailles grillagées placés sur le maturateur. Certaines méthodes de filtration provoquent l'élimination de tous les grains de pollen présents dans le miel, ce que la législation européenne interdit (Huchet *et al.*, 1996).



Figure 11: Opération de filtration (Lequet, 2010).

II .3. La maturation

La phase de maturation a lieu dans de grands conteneurs cylindriques, maintenus à 25°C au moins, de manière que les bulles d'air et les impuretés cireuses montent à la surface, pour que l'on puisse les enlever. Cependant les impuretés microscopiques, comme les grains de pollen ne remontent qu'au bout de quelques mois; or il est impraticable de laisser le miel quelques mois dans les maturateurs (figures 12 et 13) (Huchet *et al.*, 1996).



Figure 12 : Photos d'un maturateur équipé de filtres (Lequet, 2010).

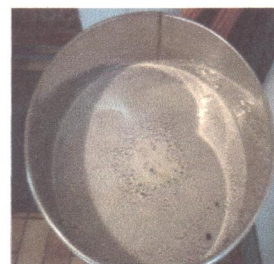


Figure 13 : Intérieur du maturateur après trois jours de repos pour maturation (Lequet, 2010).

II .4. Conditionnement

Il est indispensable que le maturateur soit placé dans un endroit propre et surtout sec. Après ouverture du couvercle de celui-ci, puis de la vanne située en partie déclinée, l'apiculteur soutire le miel du maturateur et le conditionne dans des pots propres (Hoyet, 2005 ; Lequet, 2010).

II .5. Pasteurisation

Cette étape consiste à chauffer le miel très rapidement ; lorsque la température de 78 °C est atteinte, le miel passe dans un circuit de chambrage, puis dans un circuit de refroidissement, il ressort après 5 à 8 minutes, à la température de 42 °C. La pasteurisation a pour but de détruire les levures ainsi que d'autres germes saprophytes et d'éliminer les cristaux restant dans le miel et qui peuvent favoriser la cristallisation. Le miel peut ainsi se conserver à l'état liquide pendant plusieurs mois (Rossant, 2011).

II .6. Emballage et étiquetage

Les récipients doivent être étanches à l'eau et à l'air pour éviter toute pénétration d'humidité dans le miel. Des emballages et cuves en fer blanc, en aluminium, en acier chromé, en plastique et en verre conviennent parfaitement à cet usage (Bogdanov, 1999).

Tous les pots de miel destinés à la vente se verront préciser leur poids et leur origine florale (Lequet, 2010).

II .7. Conservation

Le miel est un produit périssable, qui subit au cours du temps un certain nombre de modifications aboutissant inévitablement à la perte de ses qualités essentielles. La rapidité de la dégradation dépend de la composition du produit, ainsi que des conditions de sa conservation (Huchet *et al.*, 1996).

En règle générale, la conservation du miel se fera à température constante, dans un récipient étanche, placé dans un endroit sec et à l'abri de la lumière. Grâce à sa haute teneur en sucre, il se conserve très longtemps. Il se consomme idéalement dans les deux ans. Un miel cristallisé supporte mal les excès de température (plus de 25 °C), qui risquent de provoquer l'effondrement de sa structure cristalline (déphasage). Il faudra donc le conserver dans un endroit où la température ne dépasse pas 20°C (deux ans au maximum).

Un miel trop humide sera conservé à 11 °C, pour éviter qu'il ne fermente. Comme les miels absorbent l'eau, les pots seront fermés avec un couvercle hermétique et l'on évitera de les stocker dans un endroit trop humide (Rossant, 2010).

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.1. Choix des échantillons de miel

Nous avons travaillé sur quatre échantillons de miel d'année 2012 et 2013 : deux échantillons naturels l'un provenant de Djimla et l'autre d'El-Milia et deux autres échantillons de miels commercialisés (San Francisco et Al Shifa) achetées d'une superette localisée dans la ville de Jijel. Les échantillons sont conservés dans des récipients, parfaitement clos.

Le tableau suivant récapitule toutes les informations concernant les échantillons de miel étudiés.

Tableau V : Présentations des échantillons du miel étudiées.

Les échantillons	Code de l'échantillon	Date d'échantillonnage	Lieu de fabrication	Type de miel
Miels naturels	MJ	Mai 2013	Djimla	Toutes fleurs
	MM	Mai 2013	El Milia	Toutes fleurs
Miels commercialisés	MSh	Mai 2013	Arabie saoudite	Toutes fleurs
	MS	Mai 2013	Espagne	Toutes fleurs

Nous avons essayé selon les moyens disponibles de réaliser cinq types d'analyses pour chaque type de miel étudié :

- Description sensorielle ;
- Analyse pollinique ;
- Analyses physico-chimiques ;
- Analyses microbiologiques ;
- Analyses phyto-chimiques.

Les produits chimiques, réactifs, milieux de culture et appareillage utilisés dans ce travail sont résumés dans l'annexe 1.

III.2. Description sensorielle

La caractérisation sensorielle des miels étudiés (MJ, MM, MSh et MS) portera sur trois caractéristiques principales : visuel, olfactif et gustatif.

III.3. Analyse pollinique

La méthode d'analyse pollinique de miel est décrite par Louveaux *et al.* (1970). 10g de miel sont dissous dans 40ml de l'eau distillée, la solution obtenue est centrifugée à 4500 tour/minute pendant 15minute pour séparer le culot du liquide, puis on aspire le surnageant. Pour une meilleur élimination des résidus, on centrifuge à nouveau le culot pendant 15minute (redissous puis centrifugée), on porte le culot et l'on répartie sur une lame. Le spectre de pollen de miel est déterminé par un microscope couplé à une caméra (PARALLIX. Optique de précision).

III. 4. Analyses physico-chimiques

III.4.1. Humidité

La teneur en eau de miel est déterminée selon la méthode AOAC, (2005). 5g de miel sont séchés dans l'étuve à 105 °C pendant 1 heure, ensuite les échantillons ont été laissé refroidir à température ambiante. La méthode est répété jusqu'à poids stable.

Expression des résultats

La teneur en eau est déterminée selon l'équation suivant :

$$\text{Humidité (\%)} = (A_1 - A_2) \times 100 / A_1$$

Avec :

A_1 : poids de l'échantillon avant étuvage (g) ;

A_2 : poids de l'échantillon sec (g).

III.4.2. pH

Le pH des échantillons du miel est déterminé selon la méthode AOAC, (2005). 10 g de miel sont dissout dans 75 ml d'eau distillée et bien mélangé, la lecture de la valeur du pH est faite à l'aide d'un pH-mètre (HANNA. pH 211). L'analyse est répétée trois fois pour chaque échantillon.

III.4.3. Acidité libre

Selon la méthode AOAC, (1990) l'acidité libre est déterminée par titration potentiométrique. 10g de miel sont pesé et dissout dans 75 ml d'eau distillée, en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine, la solution est titrée avec l'hydroxyde de sodium (NaOH) à 0,1 N en agitant constamment jusqu'à l'apparition de la couleur rose très pâle persistante.

Expression des résultats

L'acidité libre est déterminée selon l'équation suivant :

$$\text{Acidité libre (milliéquivalent d'acide par kilogramme de miel)} = V \times 10$$

Avec :

V : le volume en millilitres d'hydroxyde de sodium versé pour atteindre le point équivalent.

III.4.4. Cendre (matière minérale) AOAC, 1990 (920.181)

La détermination du taux de cendre de miel est déterminée par incinération à 550°C dans un four à moufle. Dans un creuset bien séché, 5 g de miel de chaque échantillon sont pesés, et mis dans le four à moufle à 550°C pendant 4 heures. L'incinération est poursuivie jusqu'à l'obtention de cendres blanchâtres, ensuite les creusets ont été laissés refroidir à température ambiante. L'analyse est répétée trois fois pour chaque échantillon.

Expression des résultats

La détermination de la teneur en cendre de miel est donnée par la formule suivante :

$$\text{Cendre (\%)} = (m_1 - m_2) / m_0 \times 100$$

m_1 : la masse du creuset et d'échantillon avant l'incinération (g) ;
 m_2 : la masse après l'incinération (g);
 m_0 : prise d'essai (5 g).

III.4.5. Détermination des métaux lourds par SAA

La masse de cendre obtenue par la calcination de 5 g de miel à 550 °C est utilisée pour la détermination des éléments minéraux de miel. 5 ml d'acide nitrique (HNO₃) à 0,1 M sont ajoutés aux cendres résultantes, puis le mélange est placé sur une plaque chauffante pour bien sécher le mélange. 10 ml du même acide sont ajoutés et le volume est ajusté à 25 ml avec de l'eau distillée. La détermination de Plomb (Pb), Cadmium (Cd), Chrome (Cr), Fer (Fe), Cuivre (Cu) et Zinc (Zn) est faite par Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA) en utilisant une flamme d'air/acétylène. La détermination quantitative de ces éléments par Spectrométrie d'Absorption Atomique est effectuée après calibrage de l'instrument courbes d'étalonnage (annexe 2) (Terrab *et al.*, 2004).

III.4.6. Solides solubles totaux (Brix)

Les solides solubles totaux (SST) des échantillons de miel sont déterminés par un réfractomètre (Atago) à la température ambiante. La lecture est faite sur l'échelle, qui indique la teneur en matière sèche ou Brix. La lecture doit être corrigée pour ramener la mesure à 20°, en ajoutant le facteur de correction qui est de 0.00023 par 1°C. Les résultats sont exprimés en (%). L'analyse est répétée trois fois pour chaque échantillon (Amin *et al.*, 2010).

III.4.7. Densité

Selon la méthode d'Ouchemoukh *et al.* (2007), la densité est obtenue en calculant le quotient de la masse volumique d'un échantillon de miel (10 ml) et de la même masse volumique d'eau distillée.

Expression des résultats

La densité est exprimée par la relation:

$$D = M / M'$$

Où:

M : Masse du volume du miel (g) ;

M' : Masse de même volume d'eau distillée (g).

III.4.8. Conductivité électrique

Selon la méthode d'Alvez Adalgiza *et al.* (2013), la conductivité électrique est déterminée à l'aide d'un conductimètre (CONDUCTOMETER K120, CONSORT) à 20 °C. Dans un bécher 10 g de miel sont dissout dans 75 ml d'eau distillée, et bien mélangés avant la mesure, la cellule du conductimètre est immergée dans la solution obtenue et la conductivité électrique est lue sur l'écran de l'appareil. Les résultats sont exprimés en (mS/cm).

III.4.9. Turbidité

Selon la méthode de Roldán *et al.* (2011), la turbidité est déterminée à l'aide d'un turbidimètre (PC. Turbidity/Trubung). Les résultats sont exprimés en (NTU).

III.4.10. Protéine

La teneur en protéines est déterminée par la méthode de Bradford. C'est une méthode simple, rapide et qui n'a pas d'interférence ni avec les cations (sodium ou potassium) ni avec les glucides. Le bleu de Coomassie (G-250) existe sous deux formes : la forme libre (couleur vert foncée) avec une absorbance maximale entre 465 - 470 nm ; la forme liée du chromophore aux résidus arginine et aux résidus d'acides aminés hydrophobes des protéines est anionique, de couleur bleue et absorbe à 595 nm. La variation d'absorbance à 595 nm reflète la quantité de protéines dans l'échantillon (Bradford, 1976).

La méthode de dosage des protéines utilisée est celle décrite par Bradford. (1976). Un volume de 0,1 ml de solution de miel (0,5 g/ml) et 5 ml du réactif de Bradford (50 mg de bleu de Coomassie G-250 sont dissout dans 25 ml de l'éthanol à 95 % et 50 ml d'ortho-phosphorique H_3PO_4 à 85 %, puis on complète le volume jusqu'à 500 ml avec l'eau distillée) est mis dans un tube à essai. Après 2 min, l'absorbance est lue au spectrophotomètre (SHIMADZU.UV-VIS SPECTROPHOTOMETER) à 595 nm. La teneur en protéine des échantillons est obtenue en se référant à une courbe d'étalonnage (figure 1, annexe 3) ; les résultats sont exprimés en mg équivalent de sérum-albumine bovine (BSA) par 100 g de miel (mg E BSA /100 g).

III.5. Analyses phyto-chimiques

III.5.1.Composés phénoliques totaux

La teneur en composés phénoliques est évaluée selon la méthode décrite par Singleton *et al.* (1999). 100 μ l de la solution de miel (0,1 g/ml) sont additionnées de 100 μ l du réactif du Folin-Ciocalteu (50 %) et de 2 ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3) 2 %. Après 30 min à l'obscurité, l'absorbance est lue à 750 nm. Les teneurs en composées phénoliques sont déterminées en se référant à la courbe d'étalonnage (figure 2, annexe 3) réalisée avec l'acide gallique ($C_7H_6O_5$), les résultats sont exprimée en mg équivalent d'acide gallique par 100 g de miel (mg EAG/100 g).

III.5.2. Flavonoïdes

La détermination de la teneur en flavonoïde de miel est basée sur la méthode décrit par Kim *et al.* (2003). 1ml de la solution de miel (1 mg/ml) est mélangé avec 300 μ l de nitrate de sodium (Na_2NO_3) 5 % après 5 min, 300 μ l de chlorure d'aluminium($AlCl_3$)10 % est additionné et après 6 min, 2 ml de soude (NaOH) 1M sont ajoutés pour neutraliser les échantillons. L'absorbance est mesurée à 510 nm. Les concentrations en flavonoïdes sont estimées en se référant à la courbe d'étalonnage (figure3, annexe 3). Les résultats sont exprimés en mg équivalent Quercétine par 100 g de miel (mg EQ/100 g).

III.5.3. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des composés insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants apolaires tels que : l'hexane et le chloroforme ($CHCl_3$). L'extraction de ces substances consiste à utiliser deux phases : une phase apolaire, qui permet la récupération des caroténoïdes et une phase polaire (éthanol/acétone) qui élimine les interférents tels que : les polyphénols et les flavonoïdes.

La teneur en caroténoïdes est déterminée selon la méthode de Sass-Kiss *et al.* (2005) avec quelques modifications. 7,5 ml du mélange (hexane, éthanol et acétone) (2/1/1, v/v/v) sont ajoutés à 3,5 g de miel, le mélange obtenu est agité pendant 18 heures. La phase supérieure du surnageant est dosée à 450 nm, les concentrations en caroténoïdes sont estimées en se référant à la courbe d'étalonnage (figure 4, annexe 3) et les résultats sont exprimés en mg équivalent de β -carotène par 100 g de miel.

III.6. Analyses microbiologiques

III.6.1. Préparation de la solution mère et des dilutions décimale

Les dilutions sont réalisées à partir de la suspension mère. 10 g de miel sont pesés, puis on ajoute 90 ml d'eau physiologique stérile, c'est la solution mère (10^{-1}).

9 ml d'eau physiologique stérile sont répartis dans une série de tubes, après avoir homogénéisé la solution mère, puis on transfère à l'aide d'une pipette stérile 1 ml dans le tube n°1 c'est la dilution 10^{-2} .

Après avoir homogénéisé le contenu du tube n°1, on transfère 1 ml à l'aide d'une autre pipette stérile dans le tube n°2, c'est la dilution 10^{-3} et ainsi de suite jusqu'à la dilution 10^{-5} (Dias *et al.*, 2012).

III.6.2. Dénombrement de la flore totale mésophiles « FTAM »

- On fondre la gélose PCA dans un bain-marie à 100 °C, puis la laisser refroidir en surfusion (45 - 47 °C) ;
- On coule aseptiquement la gélose dans les boîtes de Pétri, on laisse solidifier.
- A l'aide d'une pipette stérile, on prélève 0,1 ml de chaque dilution 10^{-4} et 10^{-5} , puis on l'étale à la surface de la gélose ;
On place les boîtes retournées dans une étuve à 37 °C pendant 24 à 48 heures. On utilise deux boîtes pour chaque dilution. Les résultats sont exprimés en (CFU/g de miel) (Dias *et al.*, 2012).

III.6.3. Dénombrement des levures et moisissures

- On coule la gélose Sabouraud déjà fondue et refroidie jusqu'à 47°C dans des boîtes de Pétri et laisser prendre en masse ;
- A l'aide d'une pipette stérile, on prélève 0,1 ml de la dilution 10^{-1} et 10^{-2} puis on dépose sur la surface de la gélose et on étale par un râteau ;
- On incube à 25 °C pendant 3 à 5 jours, on utilise deux boîtes pour chaque dilution (Iurlina et Fritz, 2005).

III.7. Analyses statistiques

Toutes les données représentent la moyenne de trois essais. Pour la comparaison des résultats, l'analyse de la variance, ANOVA (STATISTICA 5.5) est utilisée et le degré de signification de données est pris à la probabilité $P \leq 0,05$.

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation sensorielle

L'analyse descriptive sensorielle de miel permet d'évaluer son aspect, odeur, gout et texture. Elle fournit des informations complémentaires aux données obtenues par les analyses appliquées sur ce produit (Guler *et al.*, 2008).

Pour obtenir un profil organoleptique complet de miel, l'analyse sensorielle est employée pour évaluer si le miel répond aux exigences organoleptiques réglementaires. Le miel ne doit pas avoir aucun mauvais gout ou odeur (Guler *et al.*, 2008).

Le tableau suivant résume la caractérisation sensorielle de nos échantillons.

Tableau VI : Caractérisation sensorielle des miels étudiés.

Caractéristiques		Description			
		M J	MM	MSh	MS
Visuel	Couleur	Jaune pâle	Jaune pâle	Marron clair	Marron foncé
	Limpidité	Légère turbidité	Limpide	Limpide	Limpide
	Fluidité	Cristallisé	Cristallisé	Fluide	Fluide
	Homogénéité	Bulles d'air observées en surface	Homogène	Très homogène	Très homogène
Olfactif	Puissance	Forte	Forte	Forte	Forte
	Caractère générale	Florale et fruité	Florale et fruité	Florale et fruité	Florale et fruité
Gustatif	Puissance	Forte	Forte	Forte	Forte
	Persistance	Moyenne	Moyenne	Moyenne	Moyenne

La caractérisation sensorielle de nos échantillons montre que ces derniers présente presque les même caractéristiques, apart quelques différences signalées concernant la couleur qui apparait plus foncée avec les miels commercialisés (MSh, MS) et leurs fluidité qui est plus élevée, comparé aux naturels (MM, MJ).

Ces propriétés changent selon les conditions géographiques, saisonnières et la source florale (Anupama *et al.*, 2003).

IV.2. Analyse pollinique

L'analyse pollinique est essentielle à la détermination de l'origine botanique et géographique des miels. Elle repose sur l'identification et la quantification des éléments figurés présents dans le culot de centrifugation après examen au microscope photonique (Ouchmoukh, 2012).

L'analyse pollinique révèle que, les quatre échantillons de miels étudiés sont des miels polyfloraux (tableau VII). En outre les miels MJ, MM et MS ont un culot de sédimentation faible, MSh possède un culot moyen.

Selon le nombre des graines des pollens présents, nous avons classé les miels analysés en deux groupes :

Groupes I : riche en pollens (> 3 grains de pollen) ;

Groupes II : pauvre en pollens (< 3 grains de pollen).

Tableau VII : Spectre des pollens de miels étudiés par 10g .

Code d'échantillon	Nombre de grain de pollen	Identification des grains	Type et Groupe de miel
MJ	3	1- <i>Apiaceae sp</i> 2- <i>Prunus domestica</i> 3- <i>Cistus ladaniferus</i>	Polyfloral (I)
MM	4	4- <i>Prunus domestica</i> 5- <i>Anethum foeniculum</i> 6- <i>Apiaceae sp</i> 7- <i>Ecaluptus sp</i>	Polyfloral (I)
MSh	2	8- <i>Cistus ladaniferus</i> 9- <i>Trifolium incarnatum</i>	Polyfloral (II)
MS	2	10- <i>Olea</i> 11- <i>Prunus avium</i>	Polyfloral (II)

IV.3. Analyses physico-chimiques

IV.3.1. Humidité

L'humidité est un indice de fraîcheur et facteur crucial qui détermine la survie et les croissances des microorganismes. Le Codex Alimentarius (2001) a fixé la limite maximale de l'humidité de miel à 20%.

Les résultats de taux d'humidité de nos échantillons de miel sont illustrés dans la figure 18. L'humidité des miels analysés varie de $13,78 \pm 0,18$ % pour MJ à $17,05 \pm 1,00$ % pour MSh. On constate que, les miels naturels ont une humidité inférieure ($13,78 \pm 0,18$ % pour MJ et $14,53 \pm 0,27$ % pour MM) à celles des miels commercialisés ($17,05 \pm 1,00$ % pour MSh et $17 \pm 0,55$ % pour MS).

L'humidité moyenne des miels naturels ($14,15 \pm 0,53$ %) est faible à celle des miels commercialisés ($17,02 \pm 0,03$ %). L'analyse de la variance (ANOVA) révèle que les taux d'humidité des miels étudiés présentent des différences significatives ($p \leq 0,05$).

Ces valeurs sont inférieures à la norme qui exige une limite maximale 20%. Donc l'humidité des échantillons de miels analysés est conforme et ne présente pas de risques de fermentations, ni de cristallisation, ce qui démontre le respect des conditions de stockage.

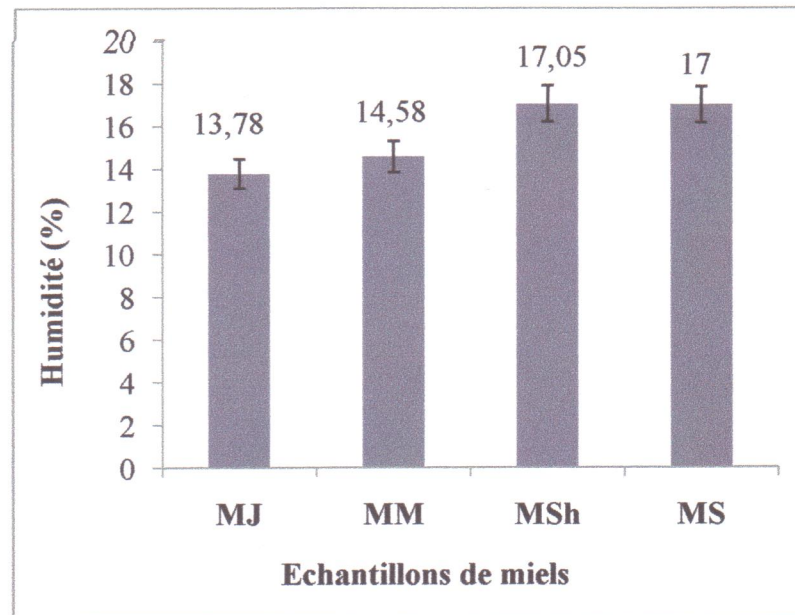


Figure 14 : Humidité des miels analysés.

Ces résultats sont compatibles avec ceux de Gomes *et al.* (2010), qui ont travaillé sur des miels portugais dont le taux d'humidité est égal à 15,9 % et à ceux de Chakir *et al.* (2011), en analysant des miels algériens dont l'humidité ne dépasse pas 16,84%.

Quand l'humidité de miel est conforme à la norme, elle représente une garantie de qualité, car ces miels ne présentent pas de risque de fermentation et une plus longue durée de conservation pendant le stockage (Kenjeric *et al.*, 2007 ; Kahraman *et al.*, 2010).

Selon Bath et Singh. (1999), Nanda *et al.* (2003), Meda *et al.* (2005), Özcan *et al.* (2006) et Escriche *et al.* (2009), les variations d'humidité de miel pourraient être dues aux facteurs

suivants : climat, origine florale, activité des abeilles, degré de maturité dans la ruche, méthodes de récolte, conditionnement et conditions de stockage.

IV.3.2. pH

La mesure de pH est une analyse courante dans les laboratoires de contrôle de qualité des miels. Les valeurs de pH des miels analysés sont illustrées par la figure 19.

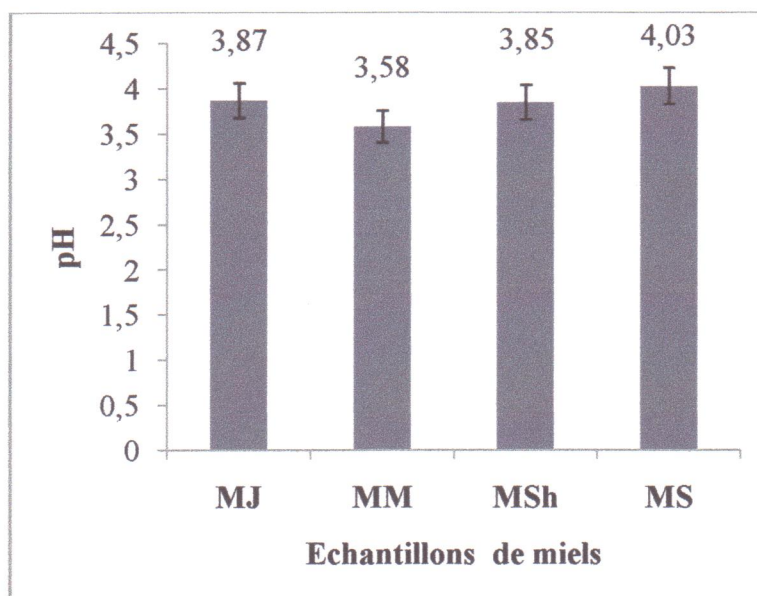


Figure 15 : pH des miels analysés.

Selon la figure 19, les valeurs de pH de nos échantillons sont comprises entre $3,58 \pm 0,02$ pour MM et $4,03 \pm 0,19$ pour MS avec une moyenne de $3,83 \pm 0,07$. Ces résultats confirment bien le caractère acide des miels.

Le miel commercialisé MS possède un pH un peu élevé ($4,03 \pm 0,19$), comparé aux autres miels MJ, MM, MSh ($3,87 \pm 0,11$; $3,58 \pm 0,02$ et $3,85 \pm 0,07$ respectivement). Selon l'analyse statistique de l'ANOVA, les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

Le Codex Alimentarius (2001) a fixé un intervalle de pH de 3,3 à 4,6 pour le miel de nectar et de 4,2 à 5,5 pour le miel de miellat.

D'après les résultats obtenus, on constate que, les valeurs de pH des miels de fleurs étudiées sont conformes à la norme, ce qui confirme la fraîcheur de ces échantillons.

Egalement ces résultats sont en accord avec ceux d'Ouchemoukh *et al.* (2007), qui a analysé des miels algériens (pH compris entre 3,49 et 4,43) et de Silva *et al.* (2009), mesurant le pH de miels portugais compris (3,45 et 4,70).

Les variations du pH peuvent être attribuées à la diversité des plantes mellifères, conditions climatiques, à l'activité des abeilles, sachant que les acides qu'on trouve dans le miel proviennent des fleurs et des sécrétions digestives des abeilles (Mbogning *et al.*, 2011).

Le pH est un paramètre, qui joue une grande importance pendant l'extraction et le stockage du miel en influençant la texture, la stabilité et la durée de conservation de miel (Terrab *et al.*, 2004 ; Downey *et al.*, 2005 ; Baroni *et al.*, 2009).

La plupart des bactéries se développent dans un environnement modérément alcalin, tandis que les levures sont capables de se multiplier dans un environnement acide (pH compris entre 4 et 4,5) (Chua *et al.*, 2012), le pH bas du miel empêche la présence et la croissance de la plupart des micro-organismes (Feás *et al.*, 2010).

Selon Mbogning *et al.* (2011), les miels de saison de pluies présentent un pH plus élevé, que celui des miels de saison sèche. La différence observée pourrait être attribuée à la floraison des plantes mellifères et à l'activité des abeilles.

VI.3.3. Acidité titrable

Les valeurs de l'acidité des miels étudiées sont illustrées par la figure 20.

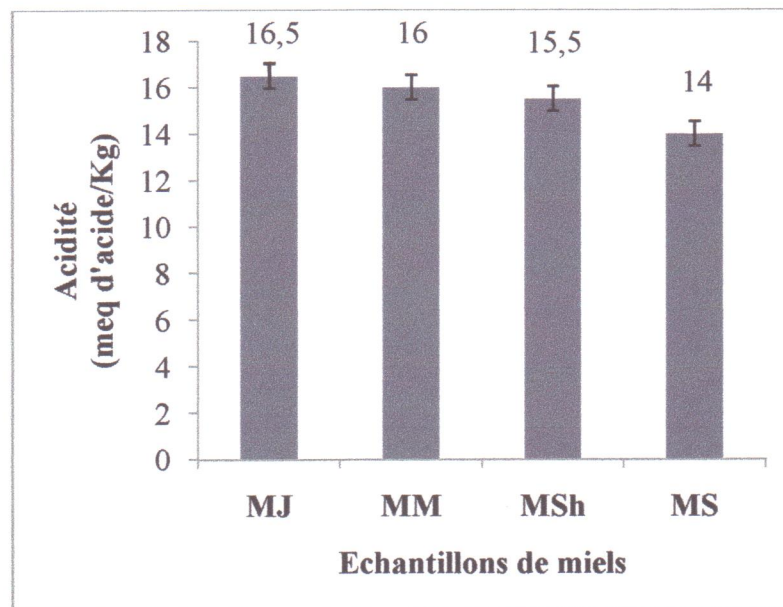


Figure 16 : Acidité titrable des miels analysés.

Selon les résultats obtenus, on constate que l'acidité libre des miels étudiés varie de 14 ± 4.24 milliéquivalent d'acide /kg (MS) à $16,5 \pm 3.53$ milliéquivalent d'acide/kg (MJ), avec une moyenne de 15.5 ± 1.29 milliéquivalent d'acide/kg. L'analyse de la variance (ANOVA) révèle que l'acidité des miels étudiés ne présente pas de différences significatives ($p \leq 0,05$).

Les résultats obtenus sont inférieurs à la limite maximale fixée par le Codex Alimentarius (2001) qui est de 50 méq d'acide /Kg, donc l'acidité de nos miels analysés est conforme aux normes.

Cependant on remarque que l'acidité moyenne des miels naturels MJ et MM ($16,25 \pm 0,35$ méq d'acide/Kg) est légèrement supérieur à celle de miels commercialisés MSh et MS ($14,75 \pm 1,06$ méq d'acide/Kg).

Ces résultats sont similaires à ceux de Ouchemoukh. (2012), en analysant des miels algériens (acidité comprise entre 3 et 22,50 méq d'acide /Kg).

L'acidité de miel provient de sa richesse en acides organiques surtout l'acide gluconique et en quelques ions inorganiques comme le phosphate et le chlorure (Terrab *et al.*, 2002 ; Nanda *et al.*, 2003). La plupart des acides organiques de miel proviennent des sécrétions digestives des abeilles, pendant son élaboration (Mbogning *et al.*, 2011).

La variation de l'acidité des différents miels peut être attribuée à la présence d'acides organique, saison d'extraction, à leurs origine florale et à l'origine géographique (Feás *et al.*, 2010 ; Tornuk *et al.*, 2013).

VI.3.4. Cendre

Les teneurs en cendre des miels étudiés sont illustrées par la figure 21.

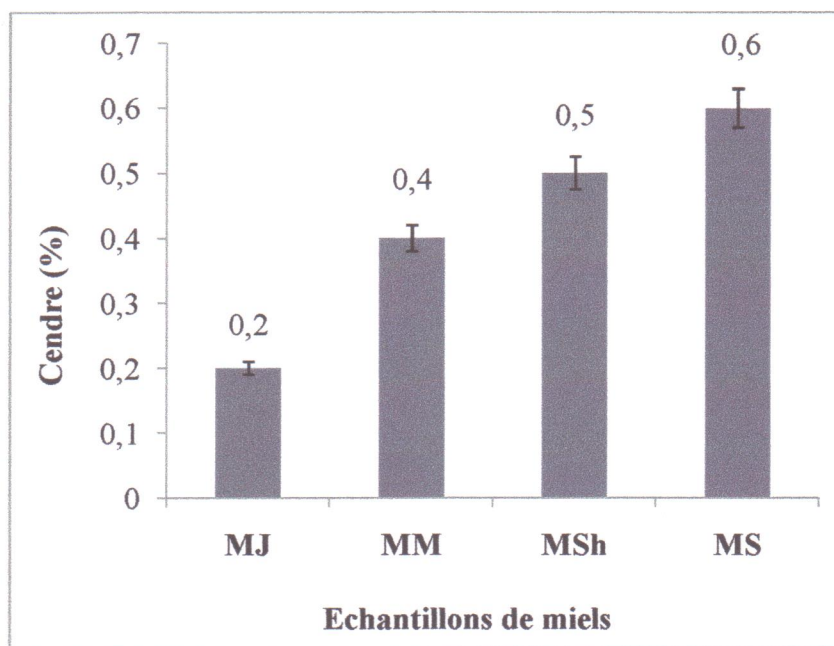


Figure 17 : Cendre des miels analysés.

D'après la figure 21, les teneurs en cendres de nos échantillons sont comprises entre $0,2 \pm 0,00$ % (MJ) à $0,6 \pm 0,04$ % (MS) avec une moyenne de $0,425 \pm 0,17$ %. Selon l'analyse statistique de l'ANOVA, les résultats obtenus ne présentent pas de différences significatives ($p \leq 0,05$).

L'échantillon MS contient la teneur maximale en cendre ($0,6 \pm 0,04$ %), suivi par l'échantillon MSh ($0,5 \pm 0,03$ %), par contre les miels naturels présentent les teneurs les plus faibles MJ ($0,2 \pm 0,00$ %) et MM ($0,4 \pm 0,02$ %). Ces différences pourraient être due à différents facteurs telle que : composition de nectar, type de sol (Anklam, 1998).

Selon Lequet. (2010), les miels foncés sont plus riches en cendre que les miels clairs.

Le codex Alimentarius. (2001) exige une teneur en cendre maximum 1% pour les miels de nectar. Donc la teneur en cendres est un paramètre qui est souvent employé pour la détermination de son origine botanique. Les miels de fleur ont la teneur en cendres inférieure comparée à celle des miels de miellat (Ouchemoukh *et al.*, 2007; Silva *et al.*, 2009).

Nos résultats sont similaires à ceux de Mendes *et al.* (1998), dont le taux de cendre des miels Portugais varie de 0,1 à 0,5 %.

IV.3.5. Détermination des métaux lourds par SAA

Tous les miels analysés contiennent des minéraux et des métaux lourds à des concentrations différentes (figure22). La teneur en métaux lourds est un indice important de pollution environnementale possible (Anklam, 1998).

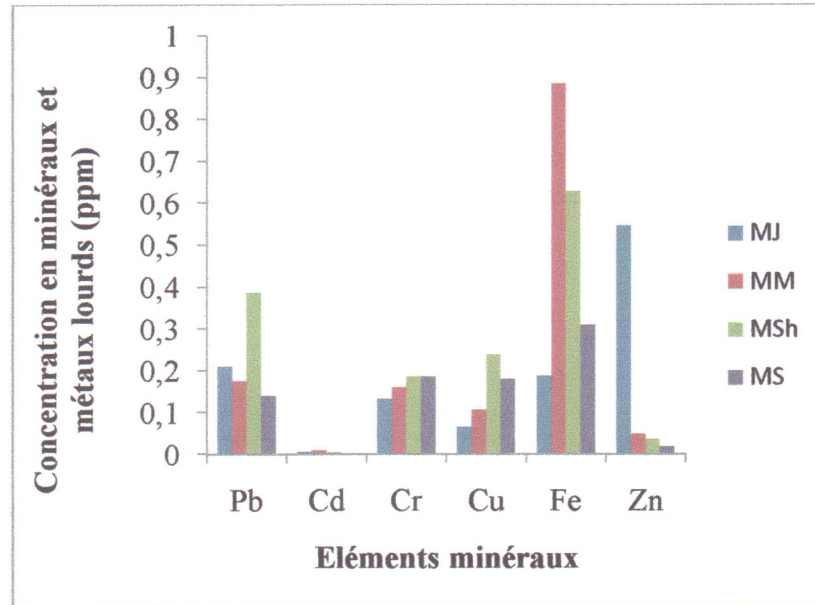


Figure18 : Concentration en métaux lourds dans les miels analysés.

Le miel MSh possède la concentration la plus forte en Plomb (Pb) (0,3865 ppm) (figure1, annexe 2). Par ordre décroissement, les résultats de la concentration en Plomb sont comme suit : MSh > MJ > MM > MS.

Pour le Cadmium (Cd) la concentration plus forte est enregistrée avec le miel naturel MM (0,0099 ppm) (figure 2, annexe 2). Par ordre décroissement, les résultats de la concentration en Cadmium (Cd) sont comme suit : MM > MJ > MSh > MS.

La concentration en Chrome (Cr) la plus forte est enregistrée avec les miels MSh et MS (0,1858 ppm) (figure 3, annexe 2). Par ordre décroissant, les résultats de la concentration en Chrome (Cr) sont comme suit : MSh, MS > MM > MJ.

Le miel MSh possède la concentration plus forte en cuivre (Cu) (0,2371 ppm). En revanche le miel MJ possède la concentration la plus faible (0,0654 ppm) (figure 4, annexe 2).

Par ordre décroissant les résultats de la teneur en Fer (Fe) sont comme suit : MM > MSh > MS > MJ (figure 5, annexe 2).

Pour le Zinc (Zn) la concentration la plus forte est enregistrée avec le miel naturel MJ (0,5463 ppm) (figure 6, annexe 2) Par ordre décroissement, les résultats de la concentration en Zinc (Zn) sont comme suit : MJ > MM > MSh > MS.

Les teneurs en métaux lourds des miels étudiés sont fortement influencées par la région et la saison (Mbogning *et al*, 2011).

IV.3.6. Le Brix (les solides solubles totaux)

Les résultats de Brix sont présentés par la figure suivante :

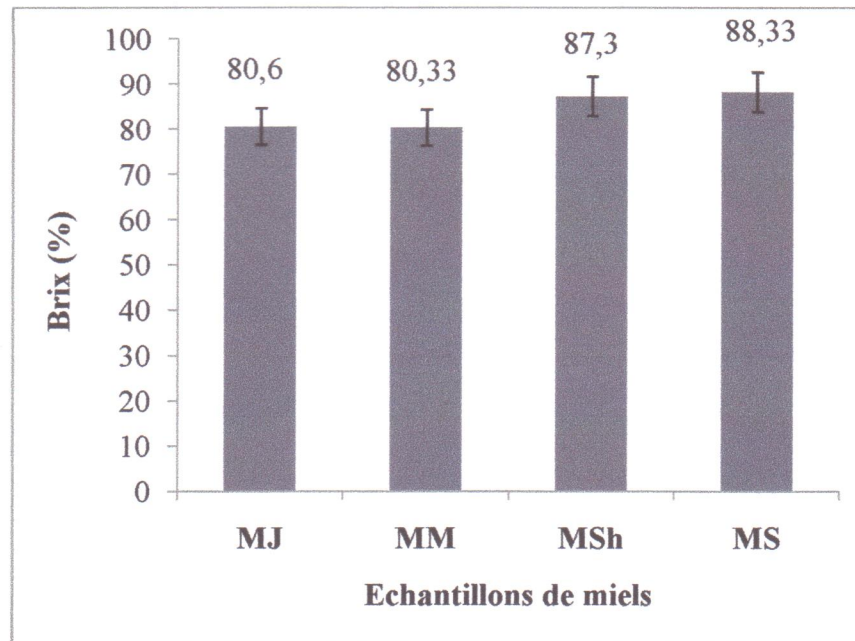


Figure 19 : Brix des miels analysés.

Les solides solubles totaux ou Brix, est une mesure des formes suspendues moléculaires, ionisées ou micro-granulaires combinées, contenu de toutes les substances inorganiques et organiques de miel (solution colloïdale) (Saxena *et al.*, 2010).

Les valeurs de Brix de nos échantillons sont comprises entre $80,33 \pm 1,15$ % pour MM à $88,33 \pm 0,57$ % pour MS avec une moyenne de $84,14 \pm 4,26$ %. L'analyse de la variance révèle que le Brix des miels étudiés présente des différences significatives ($p \leq 0,05$).

Le Brix des miels naturels MJ et MM ($80,6 \pm 0,51$ et $80,33 \pm 1,15$ % respectivement) sont inférieurs à ceux des miels commercialisés MSh et MS ($87,3 \pm 0,3$ % et $88,33 \pm 0,57$ % respectivement).

Les normes des miels exigent que le Brix soit de 70 à 88%. Donc les résultats obtenus sont conformes à ces normes citées.

Ces résultats sont similaires à ceux obtenus au Portugal par Silva *et al.* (2009), avec des Brix allant de 79 à 82,2 %.

IV.3.7. Densité

Les résultats de la densité sont représentés par la figure suivante :

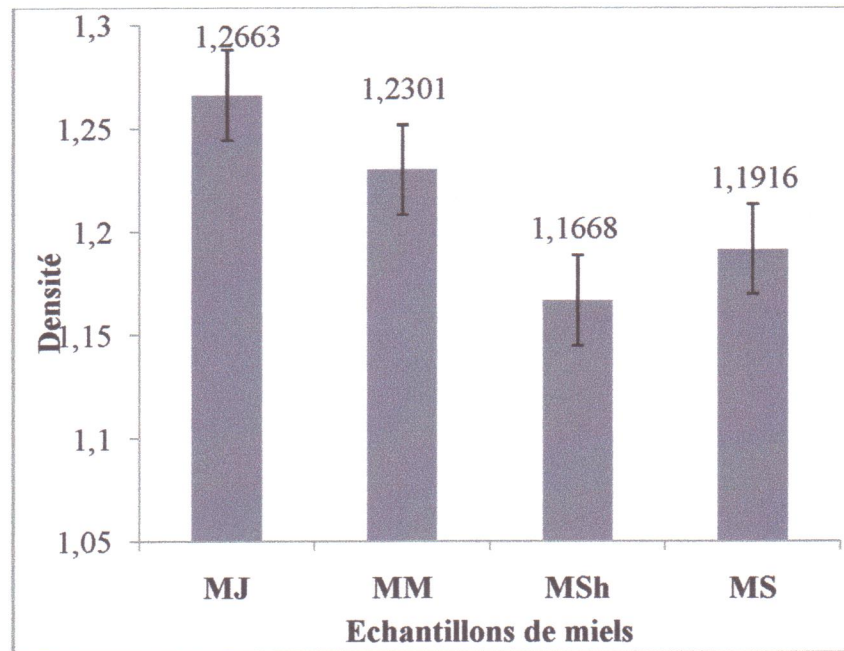


Figure 20: Densité des miels analysés.

D'après les résultats obtenus, on constate que la densité des miels analysés varie de $1,1668 \pm 0,09$ pour MSh à $1,2663 \pm 0,003$ pour MJ, avec une moyenne de $1,2137 \pm 0,043$, et que les miels naturels MJ et MM ($1,2663 \pm 0,003$ et $1,2301 \pm 0,027$ respectivement) sont plus denses que les miels commercialisés MSh et MS ($1,1668 \pm 0,09$ et $1,1916 \pm 0,011$ respectivement). Les résultats obtenus ne présentent pas de différences significatives ($p \leq 0,05$).

Le Codex Alimentarius (2001), exigent une densité de miel, qui varie entre 1,39 et 1,44, donc les valeurs trouvées sont un peu inférieures à cette norme et cela pourrait être dû aux matériels et conditions de travail au niveau du laboratoire.

Aussi ces résultats sont un peu inférieurs comparés à ceux trouvés par Ouchemoukh *et al.* (2007), qui a travaillé sur des miels algériens dont la densité est 1,4257.

Les variations de la densité des miels proviennent surtout des variations de la teneur en eau. Plus un miel est riche en eau, moins il est dense (Ouchemoukh *et al.*, 2007), c'est ainsi que le miel naturel MJ présente l'échantillon le plus dense (densité de $1,2663 \pm 0,003$) avec une humidité la plus faible égale à $13,78 \pm 0,18 \%$. En revanche, le miel commercialisé MSh, est le moins dense (densité de $1,1668 \pm 0,09$) avec une teneur en eau la plus élevée égale à 17,05%.

IV.3.8. Conductivité électrique

Les valeurs de conductivité électrique des échantillons de miel, sont illustrées par la figure suivante :

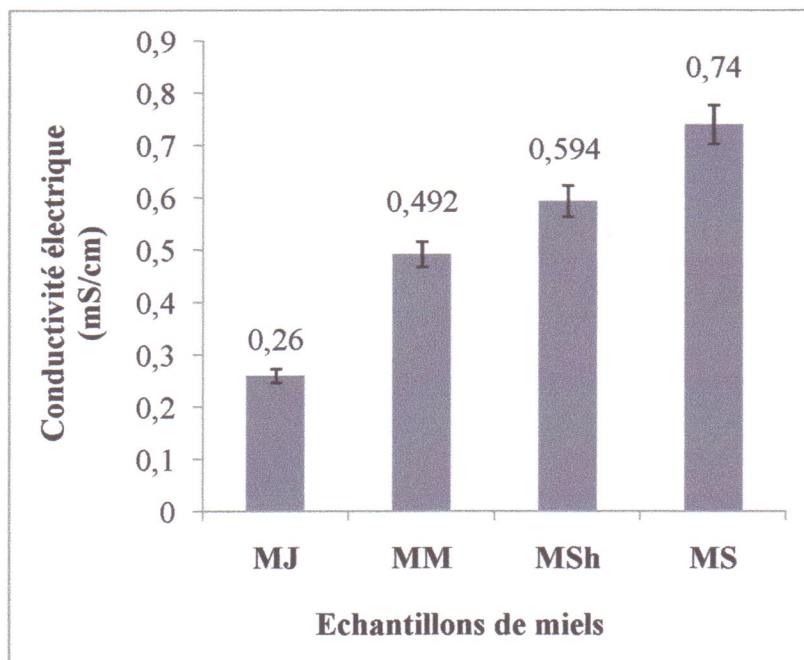


Figure 21 : Conductivité électrique des miels analysés.

Le miel possède une conductivité électrique, car il renferme des molécules ionisables. Il s'agit d'un bon critère afin d'identifier l'origine botanique de celui-ci (Serrano *et al.*, 2004 ; Kirs *et al.*, 2011 ; Ouchemoukh, 2012).

Selon la figure 25, la conductivité électrique des miels analysés varie de $0,260 \pm 0,008$ mS/cm pour (MJ) à $0,740 \pm 0,004$ mS/cm pour (MS), avec une moyenne de $0,521 \pm 0,201$ mS/cm, et que cette mesure est plus élevée dans les miels commercialisés MSh et MS ($0,594 \pm 0,005$ mS/cm et $0,740 \pm 0,004$ mS/cm respectivement) comparé au miels naturels MJ et MM ($0,260 \pm 0,008$ mS/cm et $0,492 \pm 0,006$ mS/cm respectivement). Selon l'analyse statistique les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

Le Codex Alimentarius (2001), a fixé la valeur de conductivité électrique maximale à 0,8 mS/cm pour les miels de nectar, et pas moins de 0,8 mS/cm pour les miels de miellat.

Sachant que tous nos échantillon sont des miels de nectar et que leurs conductivités électriques ne dépassent pas 0,8 mS/cm, donc ils sont conformes aux normes.

Ces valeurs sont compatibles avec celles trouvées par l'algérien Chakir *et al.* (2011) (0,1199 à 1,741 mS/cm) et le marocain Terrab *et al.* (2002), (0,24 à 1,734 mS/cm).

Ces différences entre miels naturels et miels commerciales concernant leurs conductivité électrique pourraient être due à leurs compositions surtout en minéraux ; plus la teneur de ces derniers est élevée, plus la conductivité électrique correspondante est élevée également (Ahmed *et al.*, 2012).

IV.3.8. Conductivité électrique

Les valeurs de conductivité électrique des échantillons de miel, sont illustrées par la figure suivante :

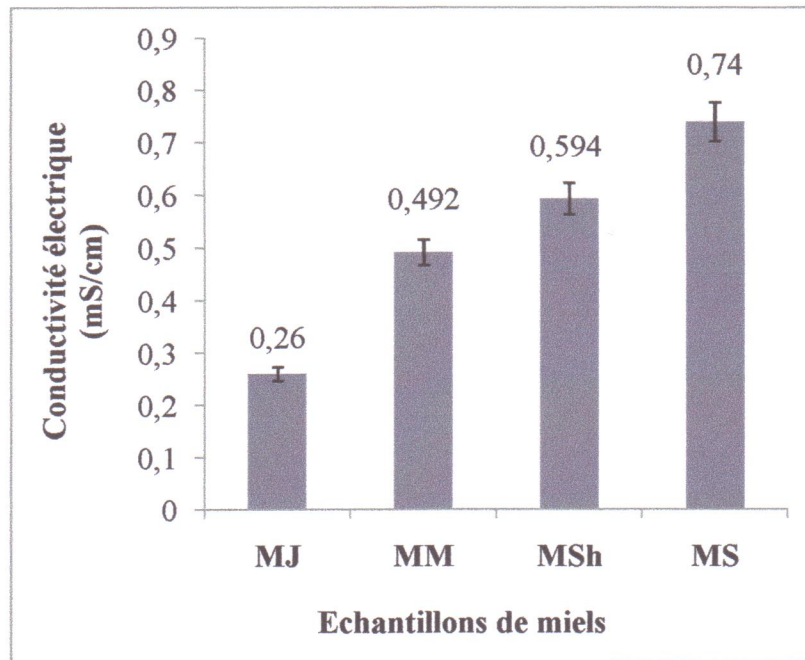


Figure 21 : Conductivité électrique des miels analysés.

Le miel possède une conductivité électrique, car il renferme des molécules ionisables. Il s'agit d'un bon critère afin d'identifier l'origine botanique de celui-ci (Serrano *et al.*, 2004 ; Kirs *et al.*, 2011 ; Ouchemoukh, 2012).

Selon la figure 25, la conductivité électrique des miels analysés varie de $0,260 \pm 0,008$ mS/cm pour (MJ) à $0,740 \pm 0,004$ mS/cm pour (MS), avec une moyenne de $0,521 \pm 0,201$ mS/cm, et que cette mesure est plus élevée dans les miels commercialisés MSh et MS ($0,594 \pm 0,005$ mS/cm et $0,740 \pm 0,004$ mS/cm respectivement) comparé au miels naturels MJ et MM ($0,260 \pm 0,008$ mS/cm et $0,492 \pm 0,006$ mS/cm respectivement). Selon l'analyse statistique les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

Le Codex Alimentarius (2001), a fixé la valeur de conductivité électrique maximale à 0,8 mS/cm pour les miels de nectar, et pas moins de 0,8 mS/cm pour les miels de miellat. Sachant que tous nos échantillon sont des miels de nectar et que leurs conductivités électriques ne dépassent pas 0,8 mS/cm, donc ils sont conformes aux normes.

Ces valeurs sont compatibles avec celles trouvées par l'algérien Chakir *et al.* (2011) (0,1199 à 1,741 mS/cm) et le marocain Terrab *et al.* (2002), (0,24 à 1,734 mS/cm).

Ces différences entre miels naturels et miels commerciales concernant leurs conductivité électrique pourraient être due à leurs compositions surtout en minéraux ; plus la teneur de ces derniers est élevée, plus la conductivité électrique correspondante est élevée également (Ahmed *et al.*, 2012).

La figure 26 illustre cette corrélation entre la teneurs en cendres et la conductivité électrique des miels analysés.

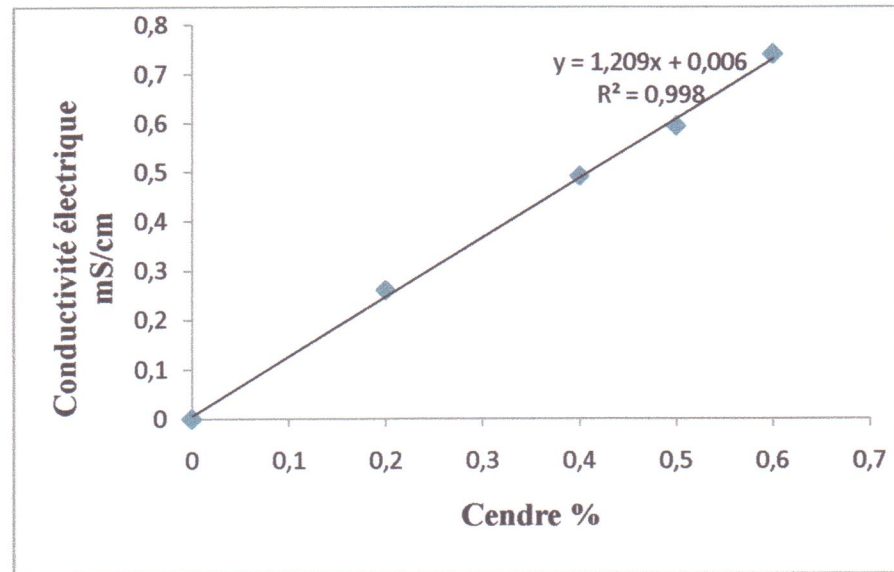


Figure 22 : Corrélation entre la conductivité électrique et cendres des miels analysés.

Selon Fallico *et al.* (2004), Downey *et al.* (2005), une relation linéaire existe entre la conductivité électrique et la teneur en cendres de miel.

Selon Terrab *et al.* (2002), la conductivité électrique est un excellent moyen pour différencier les miels de nectar des miels de miellat.

IV.3.9. Turbidité

Les résultats de la turbidité sont représentés par la figure 27.

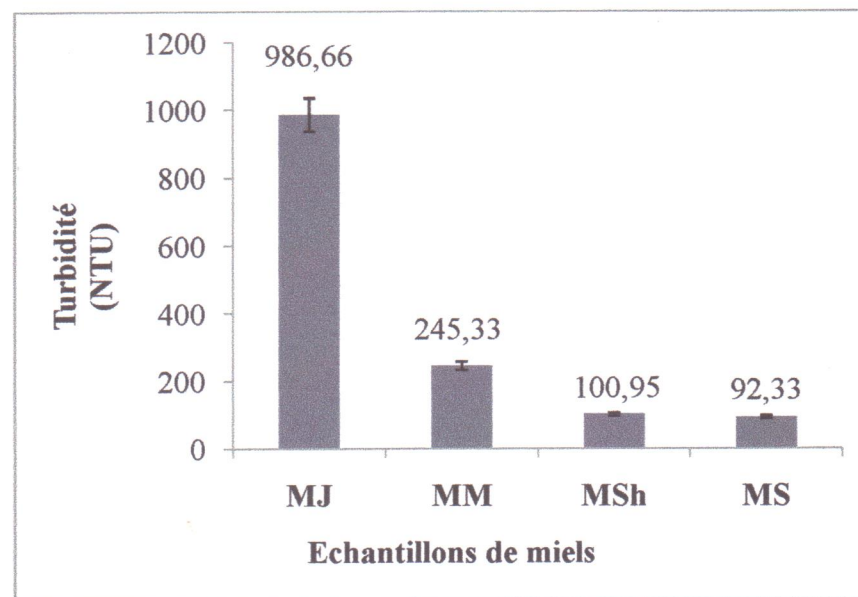


Figure 23 : Turbidité des miels analysés.

La turbidité des miels analysés varie entre de $92,33 \pm 3,51$ NTU (MS) à $986,66 \pm 8,08$ NTU (MJ). Ils sont classés selon l'ordre décroissant suivant : MJ > MM > MSh > MS. Selon l'analyse statistique les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

Selon Roldán *et al.* (2011), la turbidité du miel augmente avec l'augmentation de la quantité de pollen. C'est ainsi que les miels naturels présentent des valeurs de turbidité plus élevées que celles des miels commercialisés qui ont été bien filtrés.

IV.3.10. Protéine

Les résultats de dosage des protéines par la méthode de Bradford des miels étudiés sont représentés par la figure 29.

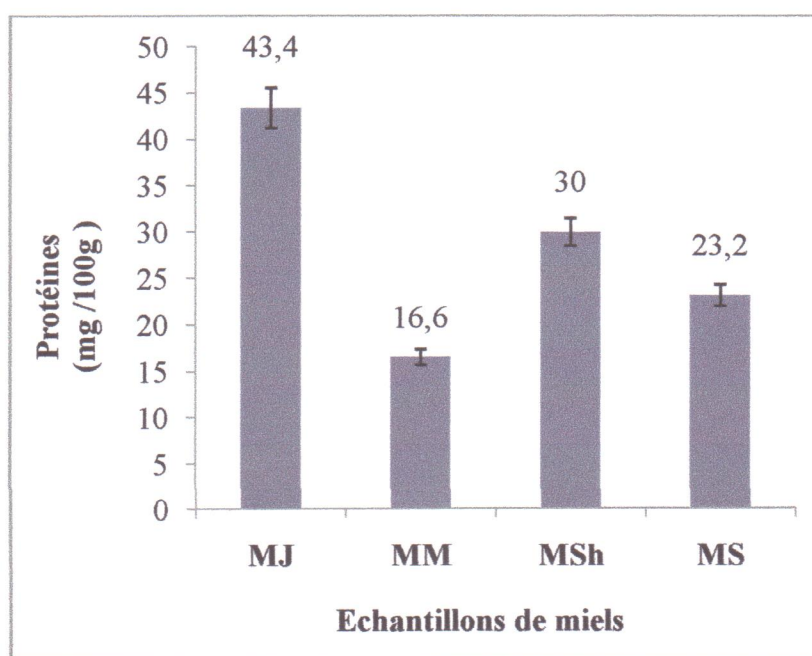


Figure 24 : Teneurs des miels analysés en protéines.

Les teneurs en protéines des miels analysés varient entre $16,6 \pm 0,75$ mg/100g (MM) à $43,4 \pm 0,65$ mg/100g (MJ) avec une moyenne de $28,3 \pm 11,45$ mg /100g. Selon l'analyse statistique les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

On remarque que, le miel naturel provenant de Djimla (MJ) est le plus riche en protéines, tandis que le miel d'El-Milia a la teneur la plus faible (MM), et que les miels commerciaux ont des teneurs intermédiaires (MSh et MS).

Ces résultats se concordent avec ceux d'Alverz-Suarez *et al.* (2010), qui a dosé les protéines de miels de Cuba par la méthode de Bradford (12 à 92,3 mg /100g).

Les différences des teneurs en protéines entre les miels sont expliquées par l'origine florale, et la race des abeilles (Mouniruzzaman *et al.*, 2013).

IV. 4. Analyses phyto-chimiques

IV.4.1. Polyphénols totaux

Les teneurs en composés phénoliques des miels étudiés sont illustrées par la figure suivante :

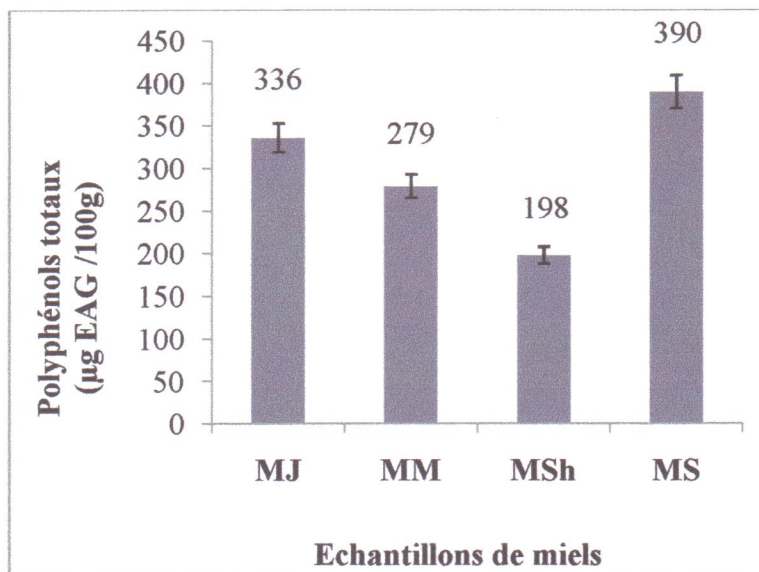


Figure 25 : Teneurs en polyphénols totaux des miels analysés.

La teneur en polyphénols est estimée par la méthode utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Cette méthode est très sensible, mais malheureusement peu spécifique car beaucoup de composés réducteurs non phénoliques peuvent interférer tels que : les caroténoïdes et quelques sucres et acides aminés. Cependant, elle reste la méthode la plus utilisée pour déterminer la concentration des polyphénols totaux (Ouchemoukh, 2012).

Le taux des composés phénoliques totaux des échantillons de miels analysés varie de $198 \pm 2,64 \mu\text{g}/100\text{g}$ (MSh) à $390 \pm 4,58 \mu\text{g}/100\text{g}$ (MS). L'analyse statistique de la variance révèle que la teneur en polyphénol des miels présente des différences significatives ($p \leq 0,05$).

La teneur moyenne en polyphénols de miels naturels MJ et MM ($307,5 \pm 40,30 \mu\text{g EAG}/100\text{g}$) est légèrement supérieure comparée à celle de miels commercialisés MSh et MS ($294 \pm 135,76 \mu\text{g EAG}/100\text{g}$).

Les résultats obtenus sont supérieurs à ceux obtenus par Marghitas *et al.* (2009), qui a travaillé sur les miels de Roumanie ($125 \mu\text{g EAG}/100\text{g}$).

Ces différences peuvent être expliquées par l'utilisation de différentes méthodes d'extraction, de dosage et par l'origine florale.

Les miels naturels et commercialisés possèdent des origines différentes, ce qui conduit à des teneurs différentes en polyphénols.

Selon Isla *et al.* (2011), la variation de teneur en polyphénol dans le miel dépend de l'origine florale.

IV.4. 2. Flavonoïdes

La figure ci-dessous représente les teneurs en flavonoïde, en mg EQ/100g, de différents échantillons de miels analysés.

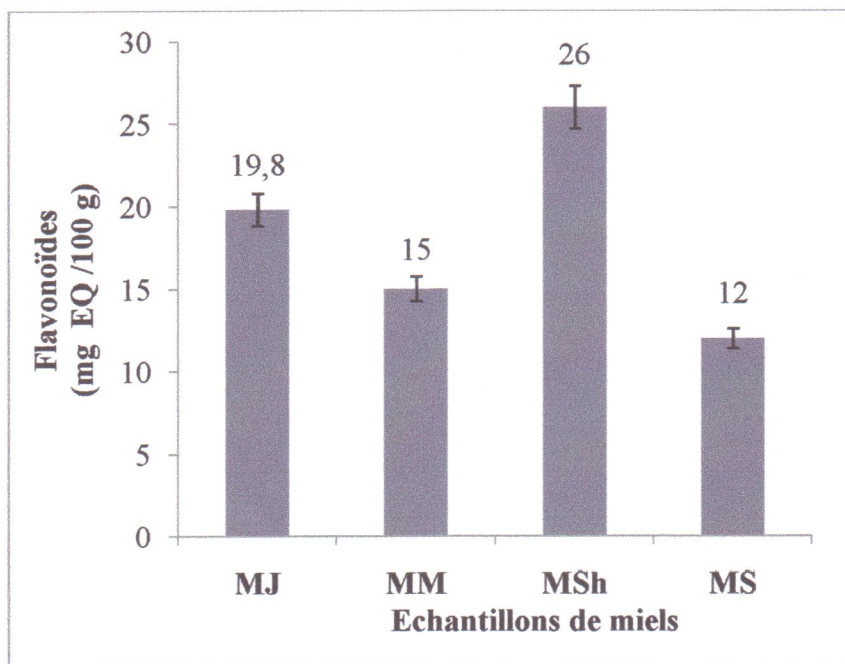


Figure 26: Teneurs en flavonoïdes des miels analysés.

Les flavonoïdes sont des composés phénoliques à faible poids moléculaire, qui sont les composants essentiels pour l'arôme et les propriétés antioxydants du miel (Khalil *et al.*, 2012).

Le taux des flavonoïdes des différents miels analysés est compris entre $12 \pm 3,6$ mg EQ/100 g (MS) et $26 \pm 3,6$ (MSh) mg EQ/100g. Selon l'analyse statistique les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

Ces résultats sont supérieurs à ceux obtenus par Meda *et al.* (2005), allant de 0,17 à 8,35 mg EQ/100g pour les miels de Burkina Faso.

La variation de la teneur en flavonoïde dans les miels pourrait être dues à leurs différentes sources florales (Khalil *et al.*, 2010).

IV.4. 3. Caroténoïdes

Les résultats de dosage des caroténoïdes des quatre échantillons de miel étudiés sont représentés par la figure suivante :

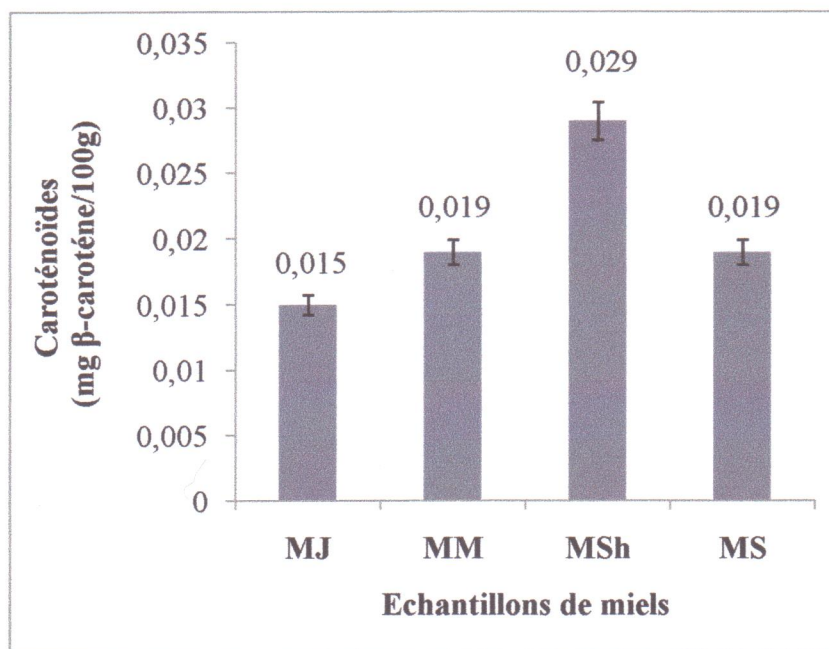


Figure 27 : Teneurs en caroténoïdes des miels analysés

Selon les résultats obtenus, on constate que le taux des caroténoïdes varie de $0,015 \pm 0,0043$ mg β -carotène/100g (MJ) à $0,029 \pm 0,0062$ mg β -carotène /100g (MSh). Selon l'analyse statistique les résultats obtenus sont significativement différents ($p \leq 0,05$).

La moyenne de la teneur en caroténoïde de miels naturels MJ et MM ($0,017 \pm 0,002$ mg β -carotène/100g) est inférieure à ceux des miels commercialisés MSh et MS ($0,024 \pm 0,002$ mg β -carotène/100g).

La variation dans le taux de caroténoïde des miels étudiés, pourrait être expliquée par la variabilité de la source florale, zone géographique, des facteurs saisonniers et environnementaux.

IV.5. Analyse microbiologique

Malgré que le miel est connu par ses propriétés antibactérienne, pH bas, humidité faible et concentration élevée en sucres, il peut être contaminé par des micro-organismes de différentes sources comprenant : les grains de pollens, les régions digestives des abeilles, la poussière, air, sol, nectar et par l'homme manipulateur ou l'apiculteur (Tornuk *et al.*, 2013).

Voici un tableau récapitulatif des résultats de l'analyse microbiologique des différents échantillons de miel, ainsi que les normes exigées.

Tableau VIII : Résultats de l'analyse microbiologique des quatre échantillons de miel analysés.

Echantillons Flores	MJ (UFC/g)	MM (UFC /g)	MSh (UFC /g)	MS (UFC/g)	Normes (UFC/g) (Nish, 2013)
FTAM	$21,1 \times 10^5$	14×10^5	$12,4 \times 10^5$	$11,4 \times 10^5$	$< 10^5$
Levure et moisissure	< 10	< 10	< 10	< 10	< 500

IV.5. 1. Flore Totale Aérobie Mésophiles

Les colonies qui sont développées sur le milieu PCA, sont de couleur blanche, jaune et de forme lenticulaire.

Les résultats de dénombrement de la flore totale mésophile, ont montré que les miels naturels (MM, MJ) sont les plus contaminés par cette flore estimée de 14×10^5 UFC/g et $21,1 \times 10^5$ UFC/g respectivement, par rapport aux miels commercialisés (MS, MSh) estimée de $11,4 \times 10^5$ UFC/g et $12,4 \times 10^5$ UFC/g respectivement, et ils dépassent légèrement la norme. Cela pourrait être expliqué par l'absence de respect des règles d'hygiène soit par l'apiculture pendant la moisson et l'extraction, fabrication et conditionnement, ainsi que par le manipulateur, le matériel et environnement du laboratoire, donc les miels analysés sont de qualité hygiénique médiocre.

IV.5. 2. Levure et moisissure

L'énumération des levures et des moisissures fournit des informations sur la qualité des miels comme la durée de conservation et l'humidité.

Les résultats relatifs à la recherche et dénombrement de cette flore ont montrés la présence d'un nombre faible (< 10 UFC /g) pour chaque échantillon analysé et ces valeurs sont inférieures à la norme (< 500 UFC /g).

Donc ya pas eu lieu de fermentation dans nos échantillons, ce qui démontre le respect de bon conditions de conditionnement et de stockage.

Conclusion

La présente étude est menée en vue de contrôler et de comparer la qualité entre deux miels naturels locaux provenant de deux régions de la wilaya de Jijel Djimla (MJ) et El Milia (MM) et deux autres importés commercialisés et largement consommés Al-Shifa (MSh) fabriqué en Arabie Saoudite et San Francisco (MS) provenant d'Espagne.

La caractérisation sensorielle montre que les quatre miels analysés ont presque les mêmes caractéristiques, sauf quelques différences signalées concernant la couleur qui apparaît plus foncée avec les miels commercialisés (MSh, MS) et leurs fluidité qui est plus élevée, comparé aux miels naturels (MM, MJ).

L'analyse pollinique montre que les miels étudiés sont multif floraux soit riche (MJ, MM) ou pauvre en pollen (MSh, MS).

Les résultats obtenus, concernant les paramètres physico-chimiques, sont en accord, en général, avec les normes de Codex Alimentarius.

L'humidité moyenne des miels naturels est estimée à ($14,15 \pm 0,53\%$) inférieur à celles des miels commercialisés ($17,02 \pm 0,03\%$). Le pH moyen des miels commercialisés ($3,94 \pm 0,12$) est légèrement supérieur comparé à celui des miels naturels ($3,72 \pm 0,2$). L'acidité libre moyenne des échantillons MJ et MM est égale à ($16,25 \pm 0,35$ méq d'acide/Kg), légèrement supérieur à celle des miels MSh et MS ($14,75 \pm 1,06$ méq d'acide/Kg). Le Brix des miels naturels MJ et MM ($80,6 \pm 0,51\%$ et $80,33 \pm 1,15\%$ respectivement) sont inférieurs à ceux des miels commercialisés MSh et MS ($87,3 \pm 0,3\%$ et $88,33 \pm 0,57\%$ respectivement). La conductivité électrique moyenne des miels commercialisés MSh et MS ($0,667 \pm 0,103$ mS/cm) est plus élevée comparée à celle des miels naturels MJ et MM ($0,376 \pm 0,164$ mS/cm), par conséquent les miels commercialisés sont plus sombres que les miels naturels. Les miels naturels présentent des valeurs de turbidité moyenne de $615,995 \pm 524,19$ NTU, plus élevées que celles des miels commercialisés ($96,64 \pm 6,09$ NTU) suite à leur filtration avant conditionnement. Les résultats de dosage des éléments minéraux y compris les métaux lourds par la SAA montrent que les quatre échantillons étudiés sont conforme aux normes. La teneur moyenne en protéines des miels naturels MJ et MM ($30 \pm 18,95$ mg/100g) est légèrement supérieurs comparé à celle des miels commercialisés MSh et MS ($26,6 \pm 4,80$ mg/100g).

Le contrôle microbiologiques a montré que : les miels naturels (MM, MJ) sont plus contaminés par la FTAM estimée de 14×10^5 UFC/g à $21,1 \times 10^5$ UFC/g respectivement, comparés aux miels commercialisés (MS, MSh) estimée de $11,4 \times 10^5$ UFC/g à $12,4 \times 10^5$ UFC/g respectivement, en dépassant légèrement la norme ($<10^5$ UFC/g), la présence d'un nombre faible et inférieur à la norme des levures et moisissures donc les miels analysés sont de qualité hygiénique acceptable.

Les miels naturels MJ et MM possèdent la concentration moyenne en polyphénols totaux égale à ($307,5 \pm 40,30$ µg EAG /100g), légèrement supérieurs comparé à celle des miels commercialisés MSh et MS ($294 \pm 135,76$ µg EAG/100g). Les teneurs moyennes en flavonoïdes et en caroténoïdes respectivement des miels naturels MJ et MM ($17,4 \pm 3,39$ EQ/100g, $0,017 \pm 0,028$ β-carotène/100g) sont inférieurs à celles des miels commercialisés MSh et MS ($19 \pm 9,89$ EQ/100g, $0,024 \pm 0,007$ β-carotène/100g).

Références bibliographiques

- Ahmed M., Djebli N., Aissat S., Meslem A. and Bacha S. (2012). The Influence of Botanical Origin and Physico-chemical Parameters on the Antifungal Activity of Algerian Honey. *Plant Pathology & Microbiology*, 3, 1-5.
- Alvarez- Suarez J.M., Tulipani S., Diaz D., Estevez Y., Romandini S., Giampieri F., Damiani E., Astolfi P., Bompadre S. and Battino M. (2010). Antioxidant and antimicrobial capacity of several monofloral Cuban honeys and their correlation with color, polyphenol content and other chemical compounds. *Food and Chemical Toxicology*, 48, 2490-2499.
- Alves Adalgiza A., Ramos M., Gonçalves M., Bernardo M. and Mendes B. (2013). Antioxidant activity, quality parameters and mineral content of Portuguese monofloral honeys. *Journal of Food Composition and Analysis*, 1-35.
- Amin W. A., Safwat M. et El-Iraki S.M. (1999). Quality criteria of treacle (black honey). *Food Chemistry*, 67, 17-20
- Anklam E. (1998). A review of the analytical methods to determine the geographical and botanical origin of honey. *Food Chemistry*, 63(4), 549-562.
- Anupama D., Bhat K.K. and Sapna V.K. (2003). Sensory and Physico-chemical properties of commercial samples of honey. *Food Research International*, 36, 183-191.
- Aparecida V., Aparecida A., Silva A., Monika O. and Bicudo L. Dried bee pollen: B vitamins physicochemical and botanical composition. *Journal of Food Composition and Analysis*, 29, 100-105.
- Baroni M.V., Arrua C., Nores M.L., Fayé P., Díaz M.D.P., Chiabrando G.A. and Wunderlin D.A. (2009). Composition of honey from Córdoba (Argentina): Assessment of North/South provenance by chemometrics. *Food Chemistry*, 114, 727-733.
- Bath P.K. and Singh N. (1999). A comparison between *Helianthus annuus* and *Eucalyptus lanceolatus* honey. *Food Chemistry*, 67, 389-397.
- Bogdanov S. (1999). Stockage, cristallisation et liquéfaction du miel. *Centre suisse de recherche apicoles*, 1-5.
- Bogdanov S. (2002). Harmonized methods of the international honey commission, 1-60.
- Bogdanov S. (2004). 23A Miel. *Produits apicoles*, 1-37.
- Bogdanov S. (2009). Chapitre 5: Honey Composition. Book of Honey. Bee Product Science, www.bee-hexagon.net.
- Blanc M. (2010). Propriétés et usage médical des produits de la ruche. Th. Doct : université de Limoges Faculté de Médecine et de Pharmacie. Limoges, 1-144.
- Bouchemaa D.B. and Schweitzer P. (2010). Caractérisation des principaux miels des régions du Nord de l'Algérie. 19.

- Bradbear N. (2010). *Le rôle des abeilles dans le développement rural*. Italie: FAO, 1-248. ISBN 978-92-5-206276-9.
- Chakir A., Romane A., Marcazzan G.L. and Ferrazzi P. (2011). Physicochemical properties of some honeys produced from different plants in Morocco. *Arabian Journal of Chemistry*, 1-9.
- Chua L.S., Abdul-Rahaman N.L., Roji Sarmidi M. and Ramlan A. (2012). Multi-elemental composition and physical properties of honey samples from Malaysia. *Food Chemistry*, 135, 880-887.
- Codex Alimentarius (2001). Revised Codex Standard for Honey, Codex STAN 12-1981, Rev. 1 (1987), Rev. 2.
- Commission du Codex Alimentarius. (1999). Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires. Projet de norme codex révisée pour le miel, CX/S 00/3, 1-40.
- Dailly H. (2008). *Cristallisation du miel*, 24-28.
- Delcourt A. L. (2012). *Le miel malin*. Leduc. S. Paris. ISBN : 978-2-84899-993-7, 1-160.
- Dias L. G., Pereira A. P and Estevinho L. M. (2012). Comparative study of different Portuguese samples of propolis: Pollinic, sensorial, physicochemical, microbiological characterization and antibacterial Activity, *Food and Chemical Toxicology*, 50, 4246-4253.
- Downey G., Hussey K., Daniel K. J., Walshe T.F. and Martin P.G. (2005). Preliminary contribution to the characterisation of artisanal honey produced on the island of Ireland by palynological and physico-chemical data. *Food Chemistry*, 91, 347-354.
- Escriche, I., Visquert, M., Juan-Borrás, M., Fito, P. (2009). Influence of simulated industrial thermal treatments on the volatile fractions of different varieties of honey. *Food Chemistry*, 112 (2), 329-338.
- Fallico B., Zappala M., Arena E. and Verzera A. (2004). Effects of conditioning on HMF content in unifloral honeys. *Food Chemistry*, 85, 305-313.
- Feás X., Pires J., Iglesias A. and Estevinho M.L. (2010). Characterization of artisanal honey produced on the Northwest of Portugal by melissopalynological and physico-chemical data. *Food and Chemical Toxicology*, 48, 3462-3470.
- Fronty A. (1993). *L'apiculture aujourd'hui*. Rustica. Paris, 1-207. ISBN 2-84038-026-9.
- Journal Officiel de la République Française (2003). Décret sur le miel (Décret n° 2003-587 du 30 juin 2003). *Bulletin Technique Apicole*, 11102-11103.
- Hoyet C. (2005). *le miel : de la source à la thérapeutique*. Th. Doct. : Université Henri Poincaré. Nancy 1, 1-96.
- Huchet E., Coustel J. and Guinot L. (1996). *Les constituants chimiques du Miel*. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires. 1, Avenue des Olympiades, 91744 Massy CEDEX - France.

- Isla M.I., Craig A., Ordonez R., Zampini C., sayago J., Bedascarrasbure E., Alvarez A., Salmonon V. and Maldonado L. (2011). Physico-chemical and bioactive properties of honeys from Northwestern Argentina. *LWT - Food Science and Technology*, 44, 1922-1930.
- Iurlina M. O. et Fritz R. (2005). Characterization of microorganisms in Argentinean honeys from different sources. *International Journal of Food Microbiology*, 105, 297-304.
- Gomes S., Dias L. G., Moreira L.L., Rodrigues P. and Estevinho L. (2010). Physicochemical, microbiological and antimicrobial properties of commercial honeys from Portugal. *Food and Chemical Toxicology*, 48, 544-548.
- Guler A., Bek Y. and Kement V. (2008). Verification test of sensory analyses of comb and strained honeys produced as pure and feeding intensively with sucrose (*Saccharum officinarum* L.) syrup. *Food Chemistry*, 109, 891-898.
- Kahraman T., Buyukunal S. K., Vural A. and Altunatmaz S. S. (2010). Physico-chemical properties in honey from different regions of Turkey. *Food Chemistry*, 123, 41-44.
- Kenjeric D., Mandic M. L., Primorac L., Bubalo D. and Perl A. (2007). Flavonoid profile of Robinia honeys produced in Croatia. *Food Chemistry*, 102, 683-690.
- Khalil M.I., Moniruzzaman M., Boukraâ L., Benhanifia M., Asiful Islam M., Nazmul Islam M., Sulaiman S. A. and Gan S. H. (2012). Physicochemical and antioxidant properties of Algerian Honey. *Molecules*, 17, 11199 -11215.
- Khenfer A. et Fettal M. (1997). Le miel. Ed. El-OUAFK. Algérie: 1-23
- Kim, Dae-Ok., Jeong, S. W., & Lee, C. Y. (2003). Antioxidant capacity of phenolic phytochemicals from various cultivars of plums. *Food Chemistry*, 81, 321-326.
- Kirs E., Pall R., Martverka K. and Laos K. (2011). Physicochemical and melissopalynological characterization of Estonian summer honeys. *Procedia Food Science*, 1, 616 - 624.
- Kombo P. (1989). Apiculteur et miel dans la province de l'Adamaoua (Cameroun). Th. Doct : Université Cheikh anta Diop De Dakar. Cameroun, 1- 196.
- Laaidi K., Laaidi M. et Besancenot J. P. (1997). pollens, pollinoses et météorologie. *Centre national de la recherche scientifique*, 41-56.
- Lequet L. (2010). Du nectar a un miel de qualité : contrôle analytiques du miel et conseils pratiques a l'intention de l'apiculteur amateur. Th. Doct: Université Claude Bernard-Lyon I. Lyon, 1-195.
- Louveaux. J, Maurizio. A et Vorwohl. G, (1970), Les méthodes de la méliissopalynologie, commission internationale de botanique apicole de l'U.I.S.B. 17p.
- Mandal M.D. and Mandal S. (2011). Honey: its medicinal property and antibacterial activity. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 154 - 160.

- Marghitas L. A., Daniel D., Moise A., Bobis O., Laslo L. and Bogdanov S. (2009). Physico-chemical and bioactive properties of different floral origin honeys from Romania. *Food Chemistry*, 112, 863 -867.
- Mbogning E., Tchoumboue J., Damesse F., Sanou Sobze M. and Canini A. (2011). Caractéristiques physico-chimiques des miels de la zone Soudano-guinéenne de l'Ouest et de l'Adamaoua Cameroun. *Tropicultura*, 29 (3), 168-175.
- Meda A., Lamien C.V., Millogo M. and Nacoulma O.C. (2005). Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. *Food Chemistry*, 91, 571-577.
- Mendes E., Brojo Proenca E., Ferreira I.M.P.L.V.O. and Ferreira M.A. (1998). Quality evaluation of Portuguese honey. *Carbohydrate Polymers*, 37, 219-223.
- Moniruzzaman M., Khalil M. I., Sulaiman S.A. and Gan S. (2013). Physicochemical and antioxydant properties of Malaysian honeys produced by *Apis cerana*, *Apis dorsata* and *Apis mellifera*, 13, 1472-6888.
- Nanda V., Sarkar B. C., Sharma H. K. and Bawa A. S.(2003). Physicochemical properties and estimation of mineral content in honey produced from different plants in Northern India. *Journal of Food Composition and Analysis*, 16,613-619.
- N'diaye M. (1974). L'apiculture au Sénégal. Th. Doct: La Faculté de Médecine et de Pharmacie de DAKAR. Dakar, 1-156.
- Niche.2013. .www.meli.be.
- Ouchemoukh S., Louaileche H. and Schweitzer P. (2007). Physicochemical characteristics and pollen spectrum of some Algerian honeys. *Food Control*, 18, 52-58.
- Ouchmoukh S. (2012). Caractérisation physico-chimique, profils polliniques, glucidiques et phénoliques et phénoliques et activités antioxydants de miels Algériens. Th Doct: Université de Bejaia, 1-149.
- Özcan M., Derya A. and Durmus A.C. (2006). Effect of inverted saccharose on some properties of honey. *Food Chemistry*, 99, 24-29.
- Roldán A., Van Muiswinkel G.C.J., Lasanta C., Palacios V. and Caro I. (2011). Influence of pollen addition on mead elaboration: Physicochemical and sensory characteristics. *Food Chemistry*, 126, 574-582.
- Romano B. and Ticinese U.C. (2009). Le chemin du miel. Ed. Agridea. France: 1-26.
- Rossant A. (2011). Le miel, un compose complexe aux propriétés surprenantes. Th. Doct : université de limoges : faculté de pharmacie. Limoges, 1-136.
- Ruoff K. (2006). Authentication of the botanical origin of honey. Th Doct: University of Helsinki. Zurich, 1-203.
- Sass-Kiss A., Kiss J., Milotay P., Kerek M.M. and Toth-Markus M. (2005). Differences in anthocyanin and carotenoid content of fruits and vegetables. *Food Research International*, 38, 1023-1029.

- Saxena S., Gautam S., Sharma A. (2010). Physical, biochemical and antioxidant properties of some Indian honeys. *Food Chemistry*, 118, 391-397.
- Serrano S., Villarejo M., Espejo R. and Jodral M. (2004). Chemical and physical parameters of Andalusian honey: classification of Citrus and Eucalyptus honeys by discriminant analysis. *Food Chemistry*, 87, 619-625.
- Silva L.R., Romeu V., Monteiro A.P., Valentão P. and Andrade P.B. (2009). Honey from Luso region (Portugal): Physicochemical characteristics and mineral contents. *Microchemical Journal*, 93, 73-77.
- Singh M. P., Hemant R.C., Manish A., Malhotra A., Mukesh S., Deepak S. and Khan S. (2012). Honey as complementary medicine. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 3, 12-31.
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventos, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. In L. Packer (Ed.), *Methods in enzymology, oxidant and antioxidants* (Part A), 299, 152–178).
- Terrab A., Díez M.J. and Heredia F.J. (2002). Characterisation of Moroccan unifloral honeys by their physicochemical characteristics. *Food Chemistry*, 79, 373-379.
- Terrab, A., Recamales, A. F., Hernanz, D., & Heredia, F. J. (2004). Characterisation of Spanish thyme honeys by their physicochemical characteristics and mineral contents. *Food Chemistry*, 88, 537-542.
- Tornuk F., Karaman S., Ozturk I., Toker O.S., Tastemur B., Sagdic O., Dogan M. and Kayacier A. (2013) Quality characterization of artisanal and retail Turkish blossom honeys: Determination of physicochemical, microbiological, bioactive properties and aroma profile. *Industrial Crops and Products*, 46, 124-134.
- White J.W. and Landis W.D. (1980). Honey composition and properties. Research leader and research chemist, 82-91.

Annexe 1 : Matériels, produits chimiques, réactifs, milieux de culture et appareillages utilisés

Matériels	produits chimiques et réactifs	milieux de culture
<p>Béchers Fioles Pipettes graduée Erlens Meyer Anses de platine Tubes de centrifugeuse Creusets Micropipettes Tubes à essai Ballons Burette Boîtes Pétri Pipettes pasteur Flacons stériles Lames Papiers filtre Bain-marie Plaque chauffante Etuve à 105 °C, à 37 °C Four a 550°C Balance analytique Centrifugeuse pH-mètre (HANNA. pH 211) Microscope à caméra (PARALLIX. Optique de précision) Réfractomètre Conductimètre Spectrophotomètre Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA) Turbidimètre (Turbidity/Trubung)</p>	<p>Eau distillée Phénolphtaléine Hydroxyde de sodium (NaOH) Acide nitrique (HNO₃) à 0,1 M Bleu de Coomassie G -250 Ortho- phosphorique H₃PO₄ Sérum-albumine bovine (BSA) Acide acétique Ethanol Méthanol Hexane Acétone Eau physiologique stérile Réactif du Folin-Ciocalteu carbonate de sodium (Na₂CO₃) Acide gallique Acide quercétine Nitrate de sodium (Na₂NO₃) Chlorure d'aluminium(AlCl₃) β-carotène Huile d'émulsion Acide sulfurique (H₂SO₄)</p>	<p>Gélose PCA Géloses Sabouraud</p>

Annexe 2 : Courbes d'étalonnages et résultats des dosages des éléments minéraux des miels étudiés.

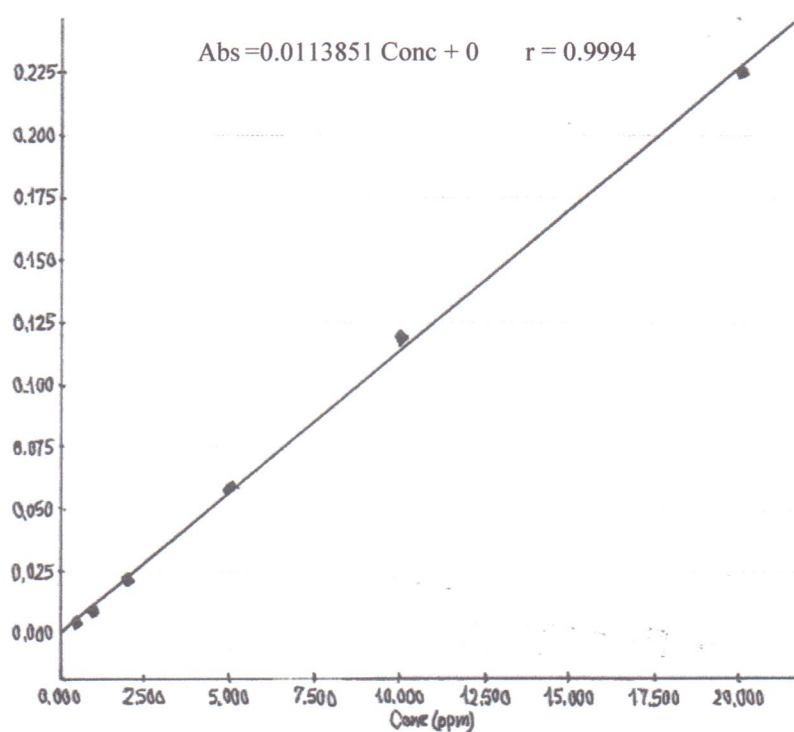


Figure 1 : Courbe d'étalonnage du plomb (Pb)

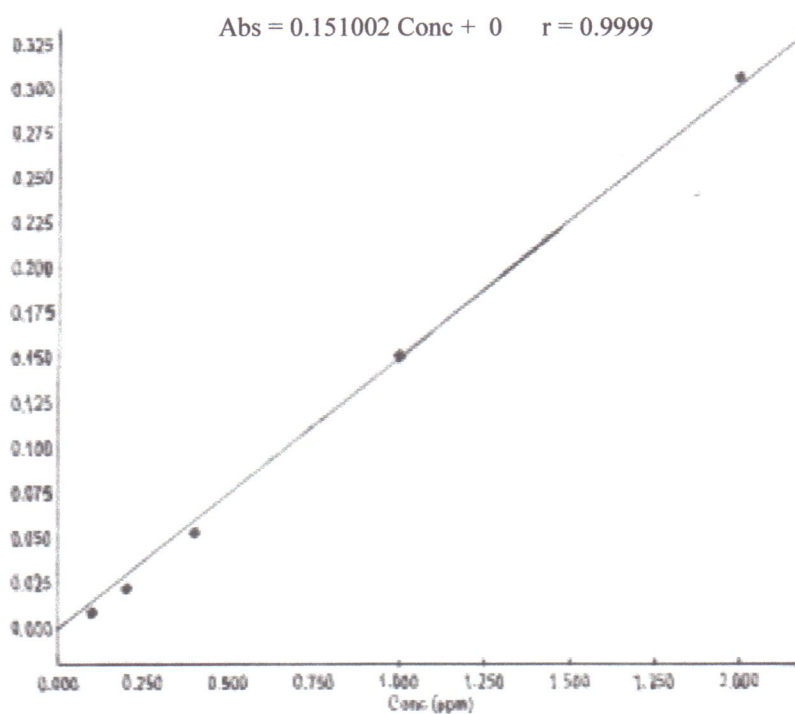


Figure 2 : Courbe d'étalonnage du cadmium (Cd)

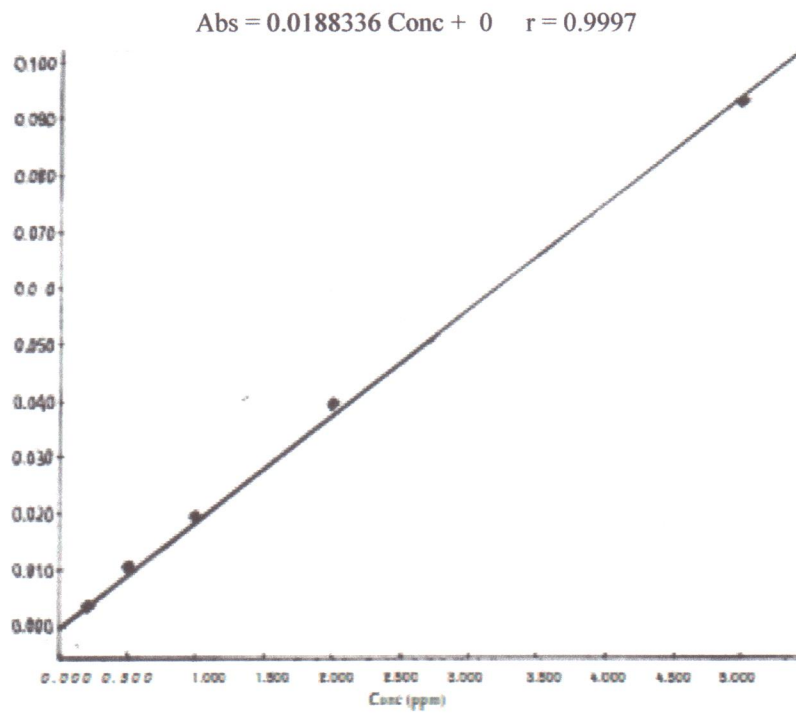


Figure 3: courbe d'étalonnage des Chrome (Cr)

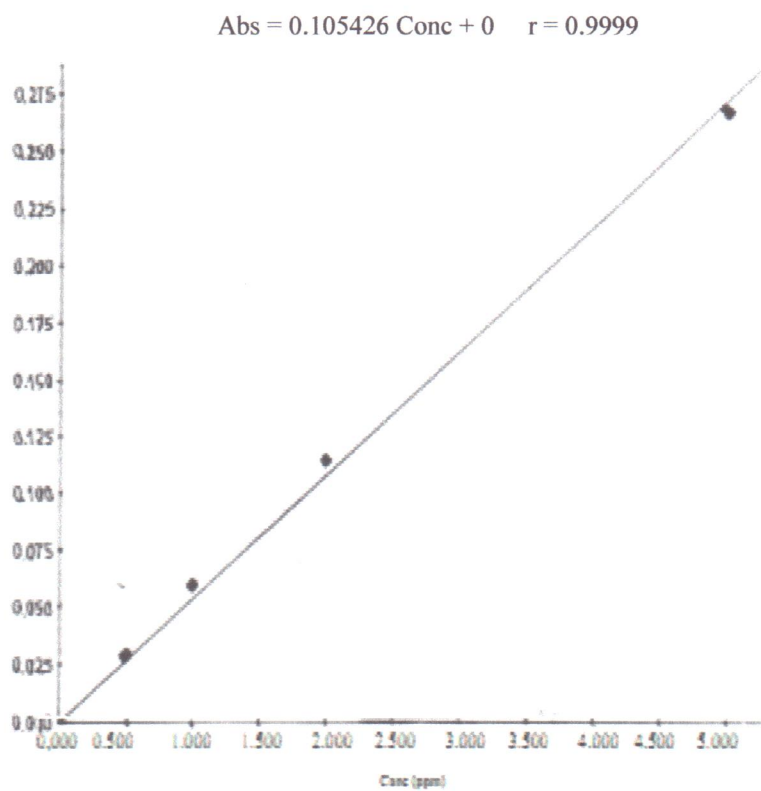


Figure 4 : courbe d'étalonnage du cuivre (Cu)

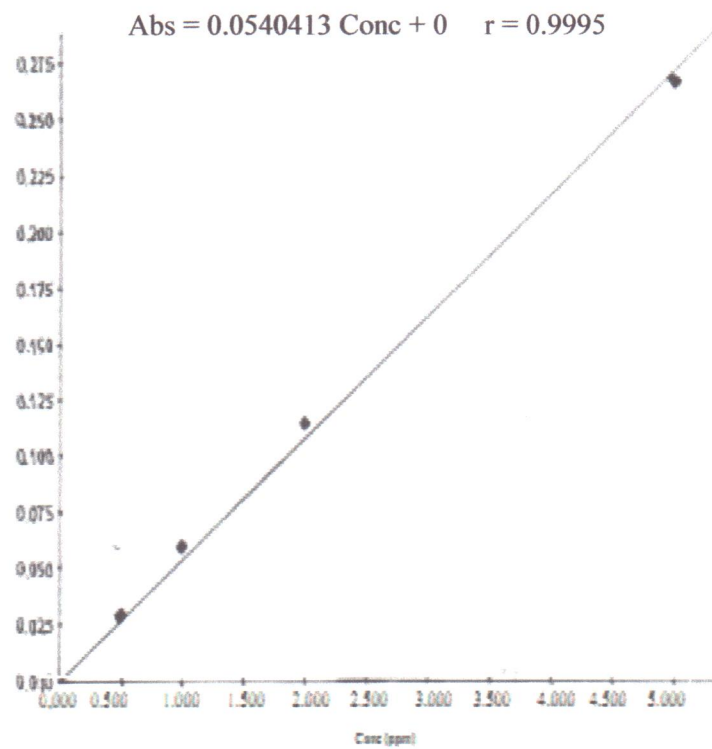


Figure 5 : courbe d'étalonnage du Fer (Fe).

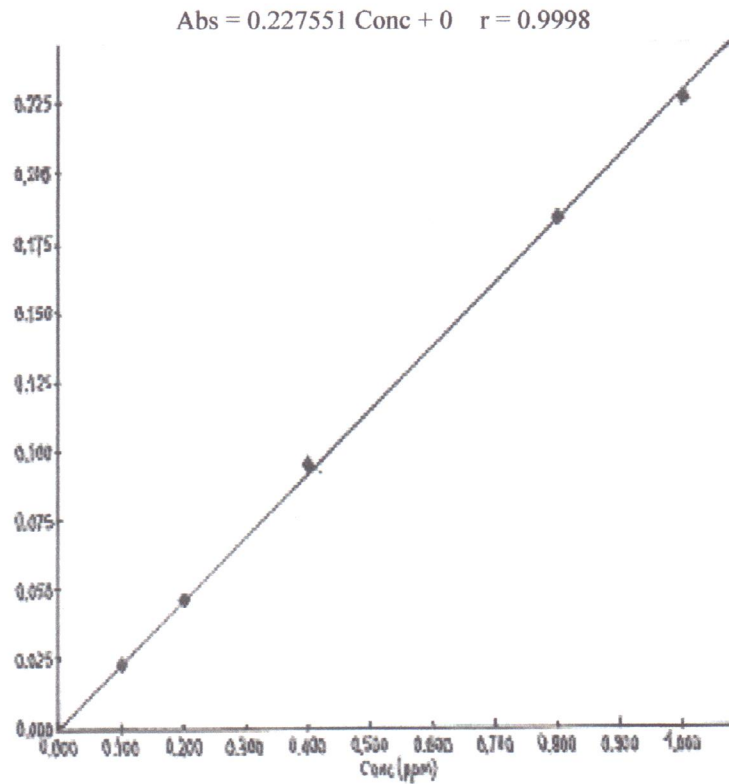


Figure 6 : courbe d'étalonnage du Zinc (Zn).

Tableau I : Résultat des teneurs en minéraux et métaux lourds des miels analysés.

Elements minéraux	Concentrations des échantillons analysés (ppm)			
	MJ	MM	MCh	MS
Plomb (Pb)	0,2108	0,1757	0,3865	0,1405
Cadmium (Cd)	0,0066	0,0099	0,0040	0,0020
Chrome (Cr)	0,1327	0,1593	0,1858	0,1858
Cuivre (Cu)	0,0654	0,1072	0,2371	0,1802
Fer (Fe)	0,1869	0,8864	0,6273	0,3090
Zinc (Zn)	0,5463	0,0484	0,0365	0,0180

Annexe 3 : Courbes d'étalonnage des protéines, polyphénols, flavonoïdes et caroténoïdes

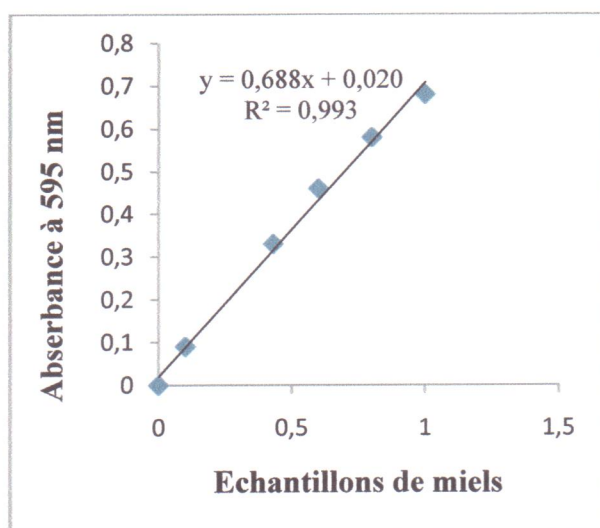


Figure 1 : Courbe d'étalonnage des protéines

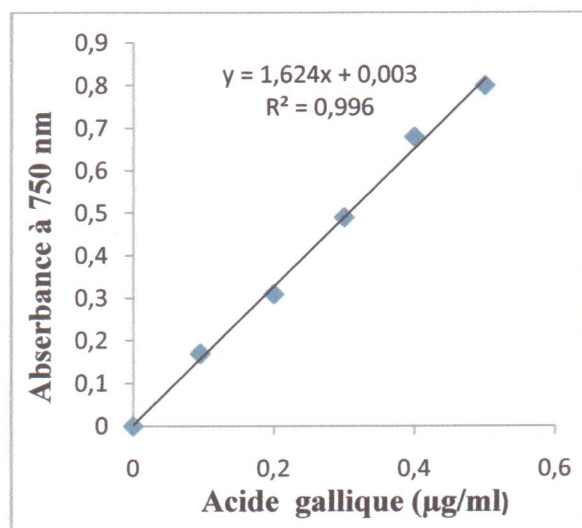


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des polyphénols

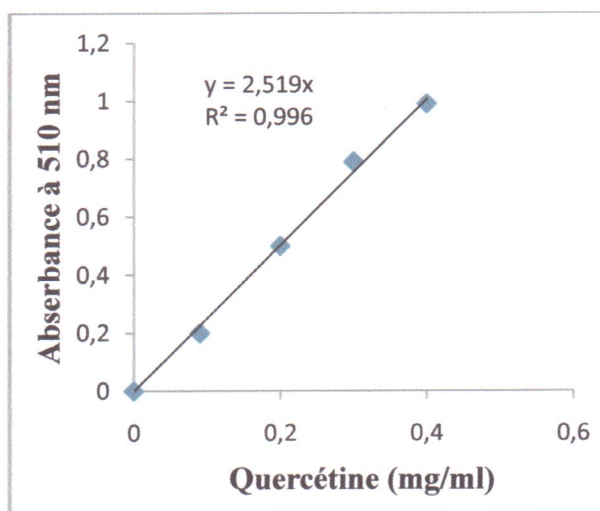


Figure 3 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes

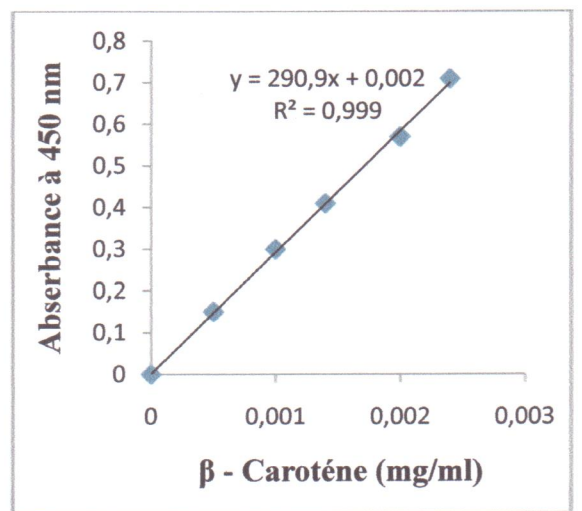


Figure 4 : Courbe d'étalonnage des caroténoïdes

Présenté par : AMIOUR Samah
BOUDJERDA Sarah
BAIBECHE Fairouz

Encadreur : M^{elle}. Akkouche
Date de soutenance : /07/2013

Thème

Etude comparative entre miel naturel locale et miel commerciale importé

Résumé

Le miel est un produit végétale et animale ayant une composition chimique variable et des propriétés diverses. Afin de contrôler et de comparer la qualité entre miels naturels et commerciaux, deux miels naturels locaux provenant de deux régions de la wilaya de Jijel (Djimla MJ et El Milia MM) et deux autres importés commercialisés et largement consommés Al-Shifa (MSh) fabriqué en Arabie Saoudite et San Francisco (MS) provenant d'Espagne sont analysés. Des analyses polliniques, physico-chimiques, microbiologiques et phytochimique sont réalisées.

L'analyse pollinique montre que les miels étudiés sont multif floraux soit riche (MJ, MM) ou pauvre en pollen (MSh, MS). Les résultats obtenus, concernant les paramètres physico-chimiques, sont en accord, en général, avec les normes de Codex Alimentarius. Le contrôle microbiologique a montré que les miels analysés sont de qualité hygiénique acceptable. Les miels naturels MJ et MM possèdent la concentration moyenne en polyphénols totaux égale à $(307,5 \pm 40,30 \mu\text{g EAG} / 100\text{g})$, légèrement supérieurs comparé à celle des miels commercialisés MSh et MS $(294 \pm 135,76 \mu\text{g EAG} / 100\text{g})$. Les teneurs moyennes en flavonoïdes et en caroténoïdes respectivement des miels naturels MJ et MM $(17,4 \pm 3,39 \text{ EQ} / 100\text{g}, 0,017 \pm 0,028 \beta\text{-carotène} / 100\text{g})$ sont inférieurs à celles des miels commercialisés MSh et MS $(19 \pm 9,89 \text{ EQ} / 100\text{g}, 0,024 \pm 0,007 \beta\text{-carotène} / 100\text{g})$.

Mots clés : Miel, pollens, propriétés physico-chimiques, contrôle microbiologique.

Abstract

Honey is a vegetable and animal product which has a variable chemical composition and several properties. In order to control and to compare the quality between natural and commercial honeys, two local natural honeys coming from two regions of the wilaya of Jijel (Djimla MJ and El Milia MM) and two others imported marketed and extensively consumed Al-Shifa (MSh) made in Saudi Arabia and San Francisco (MS) coming from Spain are analyzed. Pollen, physico-chemical, microbiological and phyto-chemical analysis are used.

Pollen analysis show that all samples are polyfloral honeys rich (MJ, MM) or poor with pollen (MSh, MS). The gotten results, concerning the physico-chemical parameters, are in agreement, in general, with the norms of Codex Alimentarius. The microbiological control showed that analyzed honeys are of acceptable hygienic quality. Natural honeys MJ and MM possess the middle concentration in total polyphenols equal to $(307, 5 \pm 40, 30 \mu\text{g EAG} / 100\text{g})$, slightly superior compared to marketed honeys MSh and MS $(294 \pm 135, 76 \mu\text{g EAG} / 100\text{g})$. The middle contents of flavonoids and carotenoids respectively of natural honeys MJ and MM $(17,4 \pm 3,39 \text{ EQ} / 100\text{g}, 0,017 \pm 0,028 \beta\text{-carotene} / 100\text{g})$ are lower than marketed honeys MSh and MS $(19 \pm 9,89 \text{ EQ} / 100\text{g}, 0,024 \pm 0,007 \beta\text{-carotene} / 100\text{g})$.

Key-words: Honey, pollens, physico-chemical properties, microbiological control.

الملخص

العسل هو منتج نباتي وحيواني ذو تركيبة كيميائية متغيرة وخصائص مختلفة. لمراقبة ومقارنة جودة العسل الطبيعي والتجاري، قمنا بتحليل عينتين من العسل الطبيعي المحلي في ولاية جيجل: جيملا (MJ) والميلية (MM) وعينتين تجاريتين مستوردة واسعة الاستهلاك الشفاء (MSh) مصنعة في المملكة العربية السعودية وسان فرانسيسكو (MS) في اسبانيا. قمنا بانجاز تحاليل طلعية، فيزيو كيميائية، ميكروبيولوجية ودراسة كيميو نباتية. قد أثبتت التحاليل الطلعية أن العسل المدروس متعدد الأزهار غني (MJ)، (MM) أو فقير (MSh)، (MS) بحبوب الطلع. النتائج المتحصل عليها المتعلقة بالمقاييس الفيزيوكيميائية متوافقة مع معايير هيئة الدستور الغذائي (Codex Alimentarius, 2001). المراقبة الميكروبيولوجية أثبتت بأن العسل المحلل ذو جودة صحية مقبولة. العسل الطبيعي (MJ) و (MM) يملك تركيز متوسط من البوليفينول $(307,5 \pm 40,30 \text{ mg EAG} / 100\text{g})$ وهي نسبة مرتفعة قليلا مقارنة بالعسل التجاري (MSh) و (MS) $(294 \pm 135,76 \mu\text{g EAG} / 100\text{g})$. القيم المتوسطة من الفلافونويد والكاروتينويد للعسل الطبيعي (MJ) و (MM) على التوالي $(17,4 \pm 3,39 \text{ EQ} / 100\text{g}, \beta\text{-carotène} / 100\text{g})$ أقل من القيم المتوسطة للعسل التجاري (MSh)، (MS) $(19 \pm 9,89 \text{ EQ} / 100\text{g}, 0,017 \pm 0,028 \beta\text{-carotène} / 100\text{g})$.

الكلمات المفتاحية : العسل، حبوب الطلع، الخصائص الفيزيوكيميائية، المراقبة الميكروبيولوجية