

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**



UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA-

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE BIOCHIMIE

LABORATOIRE DE BIOCHIMIE APPLIQUEE

MEMOIRE DE MAGISTERE

SPECIALITE : BIOCHIMIE

OPTION : BIOCHIMIE APPLIQUEE « Application en agro-alimentaire et santé »

**Évaluation physico-chimique et détermination
De l'origine botanique
de quelques variétés de miel produites
à l'Est d'Algérie**

Présenté par : M^{LLE} AMRI ASSIA

Directeur de mémoire : Professeur LADJAMA . A

Jury :

Président :	Bouzerna. N	Professeur	Université d'Annaba
Examineur :	Boughdiri .A	Professeur	Université d'Annaba
Examineur :	Aouadi .S	Maître de conférences	Université d'Annaba
Examineur :	Tahar .A	Professeur	Université d'Annaba

-Année 2006-

REMERCIEMENTS

L'occasion m'est offerte de témoigner mes remerciements à monsieur **Bouzerna .N** ; professeur au département de biochimie pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury.

Il m'est particulièrement agréable d'exprimer ma vive gratitude et mes sincères remerciements à Monsieur **Ladjama .A** ; professeur au département de biochimie de me diriger tout au long de la réalisation de ce travail.

A monsieur. **Boughdiri. A** ; professeur au département de biologie ; à monsieur **Aouadi .S** ; maître de conférences au département de biochimie ; à monsieur **Tahar .A** ; professeur au département de biologie qui m'ont fait l'honneur de participer à la commission d'examen et de juger mon travail. Qu'ils trouvent ici, l'expression de ma reconnaissance la plus sincère.

Enfin ; je ne saurai oublier ma famille et tous mes amis pour leurs encouragements.

Plan de travail

Introduction et données bibliographique.....	1
I. Matériel et méthodes	
I.1.Matériel biologique.....	16
I.2. Méthodes analytiques	
I.2.1.Mesure de l'humidité.....	18
I.2.2.Mesure de la conductivité électrique.....	18
I.2.3.Mesure de la teneur en cendres.....	18
I.2.4.Mesure du pH, l'acidité libre, acidité des lactones et l'acidité totale	19
I.2.5.Mesure de la teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural.	20
I.2.6.Mesure de la teneur en proline.....	22
I.2.7.Mesure de la teneur en protéine.....	23
I.2.8.Mesure de l'indice diastasique (l'activité de α –amylase).....	25
I.2.9. Analyse qualitative et quantitative des sucres.....	26
I.2.10. L'analyse pollinique	
I.2.10.1.Détermination de la richesse pollinique.....	27
I.2.10.2Analyse qualitative des grains de pollen.....	28
II. Analyses statistiques.....	29

III- Résultats et discussion

III.1.La teneur en eau ou taux d'humidité.....	30
III.2.Détermination de la conductivité électrique	33
III.3.La teneur en cendres.....	35
III.4. Détermination du pH, l'acidité libre, acidité des lactones et l'acidité totale	
III.4.1.Détermination de pH	37
III.4.2.Détermination de l'acidité libre Acidité des lactones et acidité totale.....	38
III.5.La teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural).....	45
III.6.La teneur en proline	49
III.7.La teneur en protéines.....	51
III.8.Détermination de l'indice diastasique (activité de α amylase).....	54
III.9.Analyse qualitative et quantitative des sucres	57
III.10. L'analyse pollinique	
III.10.1.Détermination de la richesse pollinique.....	72
III.10.2. Analyse qualitative des grains de pollen.....	74
III.10.2.1Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Bouteldja E1.....	74
III.10.2.2.Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Annaba E2.....	75

III.10.2.3. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Bougouss E3.....	76
III.10.2.4. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Skikda E4.....	77
III.10.2.5. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Skikda E5.....	78
III.10.2.6. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Ain essel E6.....	79
III.10.2.7. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Soukahrass E7.....	80
III.10.2.8. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Tebéssa E8.....	81
III.10.2.9. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Arabie Saoudite E9.....	82
III.10.2.10. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de l'Espagne E10.....	83

IV. Conclusion et perspectives.....	85
Les résumés.....	88
Annexe.....	91
Bibliographie.....	97

SOMMAIRE DES TABLEAUX

Tableau I : Les normes de miel selon Codex Alimentarius et l'Union Européenne.....	12
Tableau II : Teneur en sucre et conductivité électrique: Proposition d'une nouvelle norme.....	14
Tableau III : Variétés de miel utilisées.....	17
Tableau IV: Préparation de la solution d'essai de mesure de la teneur en HMF	21
Tableau V : Préparation des solutions d'essai pour la mesure de la teneur en proline.....	22
Tableau VI : Réalisation de la gamme d'étalonnage (Dosage des protéines)...	24
Tableau VII : La teneur en eau de chaque variété de miel.....	30
Tableau VIII : la conductivité électrique de chaque variété de miel.....	33
Tableau IX : La teneur en matière minérale (cendres) de chaque variété de miel.....	35
Tableau X: Les valeurs de pH de chaque variété de mie.....	38

Tableau XI : L'acidité libre, acidité des lactones et acidité totale de chaque variété	39
Tableau XII : La teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural) de chaque variété de miel.....	45
Tableau XIII : La teneur en proline de chaque variété de miel.....	49
Tableau XIV : La teneur en protéines de chaque variété de miel.....	52
Tableau XV : L'indice diastasique de chaque variété de miel.....	54
Tableau XVI : Analyse quantitative et qualitative des sucres par HPLC de chaque variété de miel.....	58
Tableau XVII: La richesse pollinique et la classification selon Maurizio ,1979 de chaque variété de miel	72
Tableau XVIII: Tableau des standards pour la détermination de teneur en humidité.....	91
Tableau XIX : La composition des solutions standard pour le dosage des sucres.....	95
Tableau XX : les conditions de détecteur.....	96

SOMMAIRE DES FIGURES

Figure 1: La teneur en humidité de chaque variété de miel.....	31
Figure 2: La conductivité électrique de chaque variété de miel.....	34
Figure 3: La teneur en cendres de chaque variété de miel.....	36
Figure 4: Les valeurs de pH de chaque variété de miel.....	40
Figure 5: L'acidité libre de chaque variété de miel.....	41
Figure 6: L'acidité des lactones de chaque variété de miel.....	42
Figure 7: L'acidité totale de chaque variété de miel.....	43
Figure 8: La teneur en HMF de chaque variété de miel.....	46
Figure 9: La teneur en proline de chaque variété de miel.....	50
Figure10 : Dosage quantitative des protéines : courbe de référence exprimant l'absorbance en fonction de la quantité de protéine standard (B.S.A).....	51
Figure 11: La teneur en protéines de chaque variété de miel.....	53
Figure 12: L'indice diastasique de chaque variété de miel.....	55
Figure 13: La teneur en glucose de chaque variété de miel.....	61

Figure 14: La teneur en fructose de chaque variété de miel.....	62
Figure 15: La teneur en isomaltose de chaque variété de miel.....	63
Figure 16: La teneur en saccharose de chaque variété de miel.....	64
Figure 17: La teneur en turanose de chaque variété de miel.....	65
Figure 18: La teneur en raffinose de chaque variété de miel.....	66
Figure 19: La teneur en maltose de chaque variété de miel.....	67
Figure 20: La teneur en erlose de chaque variété de miel.....	68
Figure 21: Les valeurs du rapport fructose/glucose de chaque variété de miel.....	69
Figure 22: La teneur en glucose+fructose de chaque variété de miel.....	70
Figure 23: La richesse pollinique dans 10 g de miel de chaque variété de miel.....	73

Introduction et données bibliographique

Le miel est une denrée produite par les abeilles mellifiques à partir du nectar des fleurs ou de sécrétions provenant de parties vivantes de plantes ou se trouvant sur elles, qu'elles butinent, transforment, combinent avec des matières spécifiques propres, emmagasinent et laissent mûrir dans les rayons de la ruche (**Louveaux, 1985**).

L'élaboration du miel commence dans le jabot des abeilles butineuses. Sitôt prélevée, la matière première est mélangée aux sécrétions des glandes salivaires de l'insecte, qui la modifie (**Lipp et col. ,1994**). Ce miel brut est ensuite travaillé et stocké par de jeunes ouvrières. L'élaboration du miel comporte les phases suivantes: l'abeille dégorge tout d'abord rapidement, par saccades, le contenu de son jabot et l'étale en une goutte à l'aide de sa trompe puis le réabsorbe. La goutte de miel sera alors mélangée à de nouvelles sécrétions, provenant principalement des glandes du pharynx. Ce processus durera de 15 à 20 minutes. Parallèlement, une partie de l'eau s'évapore, de sorte que le miel brut, qui contenait 25 à 40 g de matière sèche, deviendra du miel à demi mûri contenant 60 % de matière sèche. À ce stade, il est à nouveau déposé dans les alvéoles où se déroulera la deuxième phase de l'élaboration: sous l'influence de l'air sec passant au travers des rayons de la ruche, le miel s'épaissira jusqu'à ce que sa teneur en eau ne soit plus que de 17 à 20%. Lorsqu'il est ainsi parvenu à maturité, les abeilles ferment les alvéoles au moyen de la cire. Quand le miel est extrait des rayons, il contient en général plus de 20 g d'eau/100 g de miel et ne peut être conservé que dans certaines conditions (miel non mûr) (**Kloft et col. ,1985 ;Gusita et col. ,1985**). Lors de la préparation du miel, les teneurs en protéines, enzymes, en acides organiques et en sels minéraux augmentent. Pendant le processus de maturation de même que plus tard dans les alvéoles operculées, le miel subit des transformations chimiques

importantes, en particulier une augmentation des hexoses (fructose et glucose) suite à l'hydrolyse du saccharose en même temps que la formation de nouveaux types de sucre (oligosaccharides), à haut poids moléculaire (**Crane et col. ,1984 ;Maurizio et col. ,1975**).Le miel est un produit dont sa composition et ses caractéristiques sont liées à son origine géographique et botanique (**Moteo et col., 1993**).Ainsi, les types de miel sont définis par leurs caractéristiques sensorielles : couleur, arôme, saveur et tendance à cristalliser au cours du processus de conditionnement.La qualité des miels diffère entre eux du point de vue de leur composition chimique : acidité, contenu en sucres, acides organiques, minéraux et en composés azotés. Les principaux paramètres de qualité du miel, en plus des caractéristiques organoleptiques (couleur, saveur et arôme) sont :

Masse volumique : Selon les nouvelles normes, la masse volumique pour le miel est en moyenne de 1422,5 à 20 °C .Par rapport à l'eau pure, la densité du miel est de 1,4225,est donc un produit relativement dense. Les variations de la densité proviennent surtout des variations de la teneur en eau. (White, 1975).

La viscosité : La majorité des miel ont une viscosité normale, c'est-à-dire qu'il suivent les lois de Newton sur l'écoulement des fluides. La teneur en eau influe sur la viscosité du miel. Plus un miel riche en eau, plus il est fluide (**Horn et col.,1992**).

La conductivité thermique : elle a été calculée pour un miel finement cristallisé. La conductivité thermique du miel est de 0, 540 W/ (m.K) (**White, 1975**), elle est variée avec la teneur en eau et avec la température. Cette donnée est très importante en technologie du miel (**Rugg et col. ,1981**).

La coloration : la coloration des miels est, par nature, extrêmement variable puisque les plus clairs sont presque incolores alors les plus foncés sont pratiquement noirs (**Bogdanov et col. ,2004**) .Entre ces deux

extrêmes, on trouve toute la gamme des jaunes et des roux .La coloration des miels est due à la présence de substances encore mal identifiées, mais parmi lesquelles semble bien figurer le carotène et les minéraux. Sur le plan commercial la couleur d'un miel étant un caractère très important (**Bagdanov, 2003**).

Indice de réfraction : indice de réfraction des miels varie de façon presque linéaire avec la teneur en eau (**Louveaux, 1985**).

Pouvoir rotatoire : La majorité des miels font tourner à gauche la lumière polarisée, mais il existe des miels dextrogyres, qui par conséquent font tourner le plan de polarisation à droite .Le pouvoir rotatoire du miel est une donnée peu significative, car les divers sucres qu'il contient ont tous un pouvoir rotatoire différent (**Louveaux, 1985**).

Conductivité électrique : la conductivité électrique est un excellent critère de détermination de l'origine botanique du miel .Cette mesure est liée a la teneur en minéraux et à l'acidité du miel. Des travaux de recherches (**Surendra et col. ,2000**) ont montré qu'il existe une relation linéaire entre ces trois paramètres. D'autres travaux de **Surendra et col. ,2000** sur le miel d'*Apis dorsata* ont mis en évidence une corrélation positive entre la conductivité électrique, l'invertase et la proline .Les mêmes travaux ont trouvé qu'il existe une corrélation entre la conductivité électrique et l'oligosaccharide L₂.Il pouvait donc être possible de déterminer si le miel est un miel de fleurs ou de miellat.

Cet oligosaccharide L₂ est détecté dans des échantillons de miel ayant une conductivité électrique supérieur à 0,7 ms/Cm. La conductivité électrique est d'autant plus élevée que le miel est plus riche en substance ionisables ; les matières minérales constituent l'essentiel de ces substances .Ce sont les miellats et d'une façon générale les miels foncés, qui ont la conductivité électrique la plus forte (**Accorti et col., 1987 ;Samcjo et col., 1991**).

Le miel est un mélange complexe de composition variable suivant l'origine du produit et les plantes butinées par les abeilles, dont les plus importants sont :

Teneur en eau : La teneur en eau des miels varie assez largement en fonction de leur origine florale, de la saison...etc.et de la façon dont l'apiculteur aura faite la récolte. (**Stephen ,1946**).

Les sucres : Les sucres présentent 95 à 99% de la matière sèche du miel .Encore faut- il distinguer dans les sucres ceux qui sont présents de façon absolument régulière et en proportion élevée et ceux qu'on ne trouve que plus irrégulièrement en quantités faible .Les deux sucres les plus abondants dans le miel sont le glucose et le fructose (**Donner, 1977 ;Siddque 1970**) avec des teneurs moyennes en glucose des miels est de 31% et 38% pour le fructose.On note également la présence des disaccharide essentiellement : Saccharose 7.3% et maltose 1.3%. Des travaux de recherches (**Siddique et col.,1967**) ont mis en évidence la présence d'autres sucres tel que : L'isomaltose, le turanose, le maltulose, le raffinose, le kojibiose,l'erlose, leucrose, le nigérose , kestose,et le dextrantriose. Le spectre des différents types de sucres est parfois lié à la région et c'est le cas du mélézitose retrouvé dans le miel de Mèlèze en France due à un puceron *Cinara laricis*.La présence de ce sucre cristallisant facilement explique les difficultés d'extraction du miel. (**Bagdanov,2003**).

Les acides organiques : Tous les miels ont un goût acide, en effet le miel contient un grand nombre d'acides organiques. La plupart d'entre eux sont ajoutés par les abeilles (**Echigo et col., 1974**). L'acide principal est l'acide gluconique. On trouve aussi d'autres acides organiques : Acides formique, tartrique, malique, citrique, succinique, butyrique, lactique et oxalique de même que différents acides aromatiques. Les normes de l'Union européenne (**Bagdanov,1999**) préconisent jusqu'à 40 Meq/kg de miel. Il

peut arriver que cette teneur soit dépassée dans différentes sortes de miel. **(White, 1975)**.

Matières azotées (protéines et acides aminés): De telles matières se trouvent dans les miels de fleurs (environ 0,3 g/par 100 g) et dans les miels de miellat (1 g/100 g et plus).**(White ,1978)**. Jusqu'à aujourd'hui, elles ne sont d'aucune utilité pour l'appréciation des miels, à l'exception des activités enzymatiques **(Bogdanov ,1981)**.

Les enzymes: les principaux enzymes du miel sont : l'invertase (α -1,4 glucosidase), l'amylase (α amylase; diastase), glucose oxydase, catalase et la phosphatase (**Vorlovi et col. ,2002**). Elles proviennent principalement des abeilles **(White et col., 1978)**. L'invertase et l'amylase sont importantes pour l'appréciation du miel .Même dans les miels fraîchement récoltés, il existe une grande variabilité de l'activité enzymatique **(Bagdanov, 2003)**.

Les acides aminés: une partie des acides aminés du miel provient des abeilles, une autre du nectar **(Bergner et col., 1972)** dont Le principal acide aminé est la proline. La teneur en acides aminés d'un miel donne des informations sur l'origine botanique de celui-ci **(Bosi et col.,1978 ;Davies, 1975)**. La teneur en proline donne des informations sur la maturité du miel et peut servir à détecter des falsifications **(von der Ohe et col., 1991)**. 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.

Les sels minéraux et les oligo-éléments : les miels de fleurs contiennent 0,1 à 0,35 g de sels minéraux et d'oligo-éléments/100 g de miel (exception : le miel de châtaignier avec plus de 1 g/100 g), les miels de miellat quant à eux jusqu'à 1 g/100 g et plus. La substance minérale principale est le potassium **(Morse et col., 1980 ;Petrov, 1970)**. Actuellement, on cherche beaucoup plus la conductivité électrique du miel qui est plus facilement mesurable et est utilisée principalement pour la caractérisation des miels

monofloraux (**Petrov, 1970**). Selon l'origine géographique et botanique des miels, la teneur en matières minérales et la conductivité seront différentes. Il existe un rapport linéaire entre conductivité électrique et teneur en matières minérales d'un miel sur la base duquel il est possible de calculer la teneur en matières minérales à partir des mesures de la conductivité électrique (**Accorti et col., 1987 ; Samcjo et col., 1991**).

Les substances aromatiques: environ 100 à 150 différentes substances aromatiques de miel ont été isolées et caractérisées (**Bousseta et al, 1992 ; Häusler et al, 1990 ; Maga 1983**). Ces arômes jouent un rôle important dans l'appréciation sensorielle du miel.

Les substances aromatiques se conservent le mieux si le miel est stocké au froid dans des récipients fermés. Si l'on chauffe le miel, une part de ces substances est dégradée (**Bogdanov, 2003**).

Les lipides : La fraction lipidique des miels est très faible et n'a guère fait l'objet de recherche. Il est probable que l'extrait éthéré du miel contient surtout de la cire provenant de l'extraction (**Louveaux, 1985**).

Les vitamines : Le miel est relativement pauvre en vitamines si on le compare à d'autres aliments. On n'y trouve aucune vitamine liposoluble, mais un peu de vitamines du groupe B un peu de vitamine C, la thiamine, la riboflavine, la pyridoxine, l'acide pantothénique, l'acide nicotinique, la biotine et l'acide folique. Les vitamines du miel ont presque toujours leur origine dans les grains de pollen qu'il contient en suspension (**Louveaux, 1985**).

Les substances antibactériennes: l'effet antibactérien du miel est dû à la haute teneur en sucre et à la présence de substances antibactériennes spécifiques (inhibines). Même dans les miels fortement dilués, les inhibines qui s'y trouvent sont efficaces. Une partie de l'action de ces inhibines est à mettre sur le compte du peroxyde d'hydrogène (**White et col., 1963**), qui se forme à partir de la glucose oxydase. Cette inhibine est à la fois photo et

thermosensible. Une autre partie de ces inhibines résistent à la chaleur et à la lumière (**Bogdanov ,1984 ; Molan ,1992**) et se compose de différents composants tels des acides du miel, des flavonoïdes et des substances volatiles d'origine inconnue.

Pour déterminer l'origine géographique des miels, on fait recourt à la détermination et au dénombrement des grains de pollen (analyse qualitative du pollen) et des composants de miel présents dans le sédiment de celui-ci. Il s'agit là d'un instrument efficace pour découvrir l'origine botanique et géographique d'un miel (**Rosello et col. ,1996**).

À ce propos, on ne se limite pas à des pays délimités par des frontières politiques, mais à des régions géographiquement et climatiquement plus étendues (**Mateo et col. ,1998**).

La détermination de l'origine botanique du miel a pour objectif d'apprécier la proportion des différentes plantes dans le miel. Il est important pour cela de tenir compte des particularités biologiques des différentes fleurs, particularités qui conduisent à une sur ou sous--représentation du pollen dans le miel. Il faut, en plus de l'analyse au microscope du pollen et des composants du miellat (champignons et algues), tenir également compte des propriétés chimiques, physiques et sensorielles (**Barbie ,1954**). Toutes fois cette partie n'a été étudiée dans ce travail de recherche.

Les toxines: il existe des études sur les miels toxiques en particulier de (**White ,1981 ;Culvenor ,1986 ; Lampe ,1988**). Il s'agit le plus souvent de miels provenant de plantes de la famille des Ericaceae. Les empoisonnement se limitent la plupart du temps à des cas. On trouve aussi des études sur des miels toxiques au Japon, en Nouvelle-Zélande, en Australie et aux USA. On ne connaît pas de cas de miel toxique en Europe centrale. Les substances qui provoquent cette toxicité ont été caractérisées (**White ,1981**). Les empoisonnements dus à du miel toxique sont en particulier provoqués par la consommation de miel qui contient des

substances du groupe des andromédotoxines, des tutines et des hyénanchines (**White ,1981 ;Gösinger et col., 1983**). On ne connaît aucun cas d'empoisonnement dû à la consommation de miels d'*Echium plantagineum* qui contiennent des alcaloïdes de la pyrrolicidine (**Culvenor et col., 1981**).

Le miel peut contenir des impuretés provenant de différentes substances étrangères et de contaminations. On peut à l'oeil nu constater si le miel est exempt de cire, de souillures et de parties d'insectes, en particulier de couvain de même que d'autres impuretés macroscopiques. Le miel prêt à la consommation, pré-emballé, qui est fortement souillé (constat à l'oeil nu) peut être contesté. Au plan international, une valeur de maximum 0,1 g/100 g est tolérée pour la teneur totale en substances non solubles dans l'eau; pour le miel pressé, cette valeur s'élève à maximum 0,5 g/100 g (**Bagdanov, 2003**).Egalement des substances étrangères peuvent en raison de l'activité de récolte des abeilles parvenir dans le miel. D'autres sont apportées dans la colonie par l'apiculteur (*Bogdanov ,1988*) ou parviennent dans le miel au moment de l'emballage. Comme les sels minéraux et oligo-éléments. Le miel contient naturellement un grand nombre de sels minéraux et d'oligo-éléments en différentes concentrations. Certains oligo-éléments comme le plomb, le cadmium, le mercure, le fer, le zinc, l'aluminium, etc. peuvent parvenir dans le miel à partir de matériaux d'emballage inappropriés, d'outils apicoles de même que directement de l'environnement. En ce qui concerne les contaminations dues à l'environnement, l'abeilles agit comme un filtre de sorte que le miel n'est que faiblement contaminé (**Bogdanov et col., 1991 ; Bogdanov ,1985 ;Bogdanov, 1988**). Les teneurs élevées en fer et en zinc, responsables du goût de métal du miel, proviennent principalement de récipients à miel inappropriés.

Ainsi les médicaments vétérinaires et substances auxiliaires apicoles qui sont actuellement utilisées en apiculture et qui peuvent laisser des résidus dans le miel. La liste complète des substances actives utilisées au niveau international est importante.

Les traitements de lutte contre les épizooties des abeilles les plus importants sont les acaricides pour lesquels il existe plus de 50 substances actives différentes à travers le monde. À quelques exceptions près (par exemple les acides organiques), ces substances sont pour la plupart des substances lipophiles, c'est-à-dire qu'elles s'accumulent dans la cire, mais ne contaminent que peu le miel (**Bogdanov ,1988 ;Bogdanov *et col.*, 1990**). Les acides organiques que l'on utilise en tant qu'acaricides sont présents naturellement dans le miel et leur teneur varie très fortement d'un miel à l'autre. (**Horn *et col.*, 1992**)

Pour lutter contre les épizooties des abeilles, on utilise aussi des antibiotiques. La plupart sont toutefois très rapidement éliminés du miel.

Le paradichlorobenzène est utilisé pour lutter contre la fausse teigne des abeilles. Les résidus dans le miel sont faibles. (**Hamman *et col.*,1990**) ont pu en détecter jusqu'à 0,04 mg/kg de miel. L'utilisation de phénol comme répulsif pour les insectes (insectifuge) peut entraîner des résidus dans le miel s'élevant jusqu'à 12 mg/kg (**Daharu *et col.*, 1985**).

En plus des pesticides usuels, utilisés principalement en agriculture, le miel est aussi contaminé par des substances provenant de l'environnement, tel le diphényle polychloré.

L'apiculteur peut pour sa part contaminer le miel en utilisant des produits de protection pour le bois (par ex. le pentachlorophénol) que l'on trouve dans la couleur des ruches (**Kalnis *et col.*, 1984**). La plupart des pesticides et des hydrocarbures halogénés sont des substances lipophiles qui s'accumulent principalement dans la cire d'abeille et de ce fait ne laissent que peu de traces dans le miel (**Bogdanov ,1988**).

Le miel est un produit vivant qui subit au cours du temps un certain nombre de modifications aboutissant à la perte de ses qualités essentielles, la teneur en eau est un critère essentiel car il garantit la conservation du miel, (la fermentation dégrade irrémédiablement un miel). Les critères de qualité tels que l'hydroxyméthylfurfural (HMF), l'activité de l'invertase (α glucosidase) et de l'amylase (α amylase; diastase) sont utilisés pour apprécier les détériorations dues au stockage et à la chaleur (**Hadorn et col., 1962; White et col., 1964 ;Sancho et col., 1992**).

Les autres critères de qualité sont la teneur en glycérol (recherche d'un début de fermentation), la présence de résidus, le taux de proline (recherche d'adultération des miels), la conductivité électrique, l'acidimétrie, le dosage des sucres, la coloration et l'analyse pollinique. Ces cinq derniers critères sont des contrôles d'appellation et/ou d'origine.

Ainsi, il existe différentes façons de falsifier le miel. La plus courante est le nourrissage au sucre ou l'ajout de sucre (**Donner et col. ,1979**). Dans la plupart des pays industrialisés, on nourrit les abeilles avec du sucre durant l'hiver. Il s'agit de sucre pur (saccharose), de sucre inverti ou de produits contenant des sucres dérivés du maïs, des pommes de terre, du blé, du riz, etc. (**Diefel et col. ,1985**), qui ont été extraits par inversion enzymatique ou hydrolyse. On ne peut toutefois parler d'une falsification que si ces produits ont été distribués aux abeilles pendant la miellée ou directement ajoutés au miel (**White et col. ,1980**). D'autres façons de falsifier le miel est l'ajout de sel (augmentation de la conductivité du miel de forêt pour faire croire qu'il s'agit de miel de sapin), d'eau et de pollen. Celles-ci sont toutefois de moindre importance. Donner de fausses indications quant à l'origine botanique et géographique est aussi considéré comme une falsification. Lors d'un contrôle de routine du miel, on devrait déterminer l'activité enzymatique, la teneur en HMF, la conductivité (cendres) et la teneur en

proline. En général, le miel falsifié a une activité enzymatique plus basse, une conductivité plus faible et moins de pollen que le miel authentique (**Vender ohl et col. ,1991**). Ces critères peuvent indiquer une falsification, ils ne suffisent toutefois pas à prouver qu'il s'agit réellement d'un acte délibéré de falsification, étant donné que la variation de ces paramètres est très importante d'un miel à l'autre. Les teneurs en HMF et en proline sont plus fiables mais ne suffisent pas non plus à prouver la falsification (**lipp et col. ,1988**).

En Algérie aucune législation n'existe concernant les miels cultivés par les apiculteurs. Les miels se vendent dans des bouteilles en verres sans aucun étiquetage et le consommateur achète le miel par tradition en tenant compte essentiellement de l'origine géographique .Ces miels ne sont pas donc soumis a une analyse de qualité physico-chimique ou son origine botanique. En Europe les critères de qualité du miel figurent dans une directive européenne et dans les normes du codex alimentarius (tableau I) (**Bogdanov ,1999**), de nouveaux critères de qualité tels que la teneur en sucres spécifiques et la conductivité électrique sont pris en considération (Tableau II) .Les taches futures de la commission internationale du miel consisteront a rassembler et a harmoniser les méthodes et les critères pour la caractérisation des miels monofloraux.

Tableau I : Les normes de miel selon Codex Alimentarius et l'Union Européenne (Bogdanov ,1999).

Critères de qualité	Codex-	l'UE
Teneur en eau		
Général	≤ 21 g/100g	≤ 21 g/100g
Miel de bruyère, de trèfle	≤ 23 g/100g	≤ 23 g/100g
Miel industriel ou miel de pâtisserie	≤ 25 g/100g	≤ 25 g/100g
Teneur en sucres réducteurs		
Miels qui ne sont pas mentionnés ci-dessous	≥ 65 g /100 g	≥ 65 g /100 g
Miel de miellat ou mélanges de miel de miellat et de nectar	≥ 45 g /100 g	≥ 60 g /100 g
<i>Xanthorrhoea pr.</i>	≥ 53 g /100 g	≥ 53 g /100 g
Teneur en saccharose apparent		
Miels qui ne sont pas mentionnés ci-dessous	≤ 5 g/100 g	≤ 5 g/100 g
<i>Robini, Lavandula, Hedysarum, Trifolium, Zitrus, Medicago,</i>	≤ 10 g/100 g	≤ 10 g/100 g
<i>Eucalyptus cam., Eucryphia luc. Banksia menz.*</i>		
<i>Calothamnus san., Eucalyptus scab., Banksia</i>		

Suite du tableau I

<i>gr., Xanthorrhoea pr.</i> Miel de miellat et mélanges de miel de miellat et de nectar	≤ 15 g/100 g	-
Teneur en matières insolubles dans l'eau		
Général	≤ 0,1 g/100 g	≤ 0,1 g/100 g
Miel pressé	≤ 0,5 g/100 g	≤ 0,5 g/100 g
Teneur en matières minérales (cendres)		
Miel de miellat ou mélanges de miel de miellat et de nectar, miel de châtaignier	≤ 0,6 g/100 g	≤ 0,6 g/100 g
	≤ 1,2 g/100 g	≤ 1,2 g/100 g
Acidité	≤ 50 meq/kg	≤ 40 meq/kg
Activité diastasique , (indice diastasique en unités de Schade) Après traitement et mise en pot (Codex)		
Tous les miels du commerce (UE)	≥ 8	≥ 8
Général		
Miels avec une teneur enzymatique naturellement faible	≥ 3	≥ 3
Teneur en hydroxyméthylfurfural		
Après traitement et mise en pot (Codex)	≤ 60 mg/kg	≤ 40 mg/kg
Tous les miels du commerce (UE)		

Tableau II. Teneur en sucre et conductivité électrique: Proposition d'une nouvelle norme (*Bogdanov ,1999*).

Nouveaux critères de qualité proposés	Valeur proposée
<p>Teneur en sucre</p> <p><i>Somme du fructose et du glucose</i></p> <p>Miel de nectar</p> <p>Miel de miellat ou mélanges de miel de miellat et de nectar</p> <p><i>Saccharose</i></p> <p>Miels qui ne sont pas énumérés ci-dessous</p> <p><i>Banksia, Zitrus, Hedysarum, Medicago, Robinia, Rosmarinus</i></p> <p><i>Lavandula</i></p>	<p>≥ 60 g / 100 g</p> <p>≥ 45 g / 100 g</p> <p>≤ 5 g/ 100 g</p> <p>≤ 10 g/ 100 g</p> <p>≤ 15 g/ 100 g</p>
<p>Conductivité électrique</p> <p>Miel de nectar à l'exception des miels énumérés ci-dessous et des mélanges de ceux-ci; mélanges de miel de miellat et de nectar.</p> <p>Miel de miellat et de chataîgnier, à l'exception des miels énumérés ci-dessous et des mélanges de ceux-ci.</p> <p>Exceptions: <i>Banksia, Erika, Eucalyptus, Eucryphia, Leptospermum, Melaleuca, Tilia.</i></p>	<p>≤ 0,8 mS/cm</p> <p>≥ 0,8 mS/cm</p>

Par ailleurs La production du miel en Algérie reste insuffisante elle est de 10680 Tonnes par an alors que la production mondiale est de 1263000 Tonnes par an soit 120 fois plus. Pour combler ce déficit le pays importe 550 tonnes de miel par an (**F.A.A, 1996**). Peu de travaux de recherche également dans ce domaine sont réalisés, toutes fois l'équipe du professeur **Boughdiri** et collaborateurs au département de biologie (Université d'Annaba) travaillent essentiellement sur les pollens et l'identification botanique des miels.

Ces différents centres d'intérêt nous ont conduit à faire un travail de recherche qui consiste à évaluer la qualité physico-chimique de huit variétés de miel produites à l'Est Algérien et deux d'origine commerciale .

I. Matériel et méthodes

I.1. Matériel biologique

Huit variétés de miel locales d'origine botanique inconnue ont été collectées chez des apiculteurs à l'Est algérien et deux variétés commerciales ont été utilisées (Tableau III) dans ce travail de recherche. La collecte des échantillons de miel a été effectuée au cours l'été de l'année 2004. Les variétés collectées sont conservées à la température de 4 °C pour éviter une éventuelle altération. Les différentes variétés serviront pour toutes les analyses physico-chimiques et polliniques. Ce travail de recherche a été effectué au niveau laboratoire de biochimie appliquée de département de biochimie, laboratoire de contrôle de qualité de la Wilaya d'Annaba et au niveau de laboratoire d'analyses et d'écologie apicole CETAM-LORRAINE en France.

Tableau III : Variétés de miel utilisées

Echantillons	Localité	Année de collecte
Les échantillons locaux		
E1	Bouteldja (El Taref)	Eté 2004
E2	Annaba	Eté 2004
E3	Bougous (El Taref)	Eté 2004
E4	BenAzzouz (Skikda)	Eté 2004
E5	Skikda	Eté 2004
E6	Ain assel (El Taref)	Eté 2004
E7	Soukahress	Eté 2004
E8	Tebessa	Eté 2004
Les échantillons commerciaux		
E9	Arabie Saudite	Eté 2004
E8	Espagne	Eté 2004

Remarque : Les méthodes d'extraction des miels n'ont pas été données par les apiculteurs de la région mais en général l'extraction se fait par pression à froid.

I.2. Méthodes analytiques

I.2.1. Mesure de l'humidité

Pour la mesure du taux d'humidité la méthode de **Chataway ,1935** a été utilisée et dont le principe est basé sur la mesure de l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre. Cet indice est corrélé avec la teneur en eau.

L'échantillon de miel est déposé sur le prisme du réfractomètre. Deux lectures sont effectuées à 20 °C et la moyenne permet de déterminer la teneur en eau par rapport à des standards [Tableau N° XVIII annexe]. Des valeurs de correction sont effectuées. Ainsi, lorsque la température est supérieure à 20 °C on ajoute 0.00023 par degré et quand la température est inférieure à 20 °C cette même valeur est retranchée.

I.2.2. Mesure de la conductivité électrique

La mesure de la conductivité électrique de chaque échantillon de miel est effectuée à l'aide d'un conductimètre selon la méthode de **Vorwohl ,1964**. La technique est basée sur la mesure de la résistance électrique à 20 °C qui est exprimée en milliSiemens par centimètre (mS.cm-1) selon le mode opératoire suivant : Une solution de miel de 20% est déposée dans le conductimètre et on lit la valeur à 20 °C.

I.2.3. Mesure de la teneur en cendres

La teneur en cendres est déterminée selon la méthode de **Williams ,198** dont le principe est basé sur l'incinération du miel dans un four. 5 à 10 g de miel sont additionnées de quelques gouttes d'huile d'olive et l'ensemble est chauffé à 600 °C pendant une heure. La formule suivante permet de calculer la teneur en cendres

$$W_A = \frac{P_1 - P_2}{P_0} \times 100$$

W_A : teneur en cendres

P_1 : poids du plat de cendres plus les cendres

P_2 : poids de plat de cendres

P_0 : poids de miel

I.2.4. Mesure du pH, l'acidité libre, acidité des lactones et l'acidité totale

La méthode selon **AOAC, 1990** est utilisée pour la mesure de ces quatre paramètres. Le pH est mesuré à l'aide d'un pH mètre sur une solution de miel à 10% calibré par des solutions standards. L'acidité libre est obtenue par la neutralisation de 25 ml de cette solution avec NaOH (0.05N).

L'acidité des lactones est obtenue par l'addition d'un excès NaOH (10 ml) à la solution de miel et le titrage de retour avec de l'acide sulfurique (0.05 N).

Pour mesurer l'acidité libre, acidité des lactones et acidité totale on utilise les formules suivantes :

$$\text{Acidité libre} = \frac{1000 \cdot V \cdot 0,05}{P}$$

$$\text{Acidité des lactones} = \frac{1000 \cdot (0,05(10-V) - 0,05 \cdot V')}{P}$$

$$\text{Acidité totale} = \text{Acidité libre} + \text{Acidité des lactones}$$

P : poids du miel

V : volume de NaOH

V' : volume de H₂SO₄

I.2.5. Mesure de la teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural)

Cette méthode est basée sur la technique de **Winkler, 1955**. On ajoute au miel des solutions de la p-toluidine et l'acide barbiturique et l'absorbance résultante est mesurée par rapport à un blanc à 550 nm. La réalisation de la solution d'essai a été effectuée selon le tableau IV. La préparation des réactifs et le mode d'opérateur est présenté dans l'annexe.

Tableau IV: Préparation de la solution d'essai

Solution témoin	Blanc	Solution testée
-----------------	-------	-----------------

Pour déterminer la teneur des HMF on utilise la formule suivante

192. A.10

$$\text{HMF} = \frac{A}{192} \times 1000$$

Le poids du miel en gramme

192: Facteur de dilution

A: Absorbance

Les résultats sont exprimés en mg/Kg de miel.

I.2.6.Mesure de la teneur en proline

Le dosage de l'acide aminé est réalisé d'après la méthode de **Ough ,1991** dont le principe est basé sur l'action de la ninhydrine sur la proline en milieu acide pour donner une coloration dont le maximum d'absorbance est situé entre 500 et 520nm..Le dosage de proline se fait par rapport une solution standard de proline 40mg/50ml. La préparation des solutions et le mode

opérateur sont présentés dans annexe. La mesure de teneur en proline est effectuée selon le protocole présenté dans le tableau V

Tableau V : Préparation des solutions d'essai

Solutions	Blanc	noituloS ecneréfér	Solution testée
Solution de miel ml	0	0	0,5
Solution mère de proline ml	0	0,5	0
Eau distillée ml	0,5	0	0
euqimrof edicA lm	1	1	1
ed noituloS enirdyhnnin	1	1	1
2-Propanol ml	5	5	5

Pour déterminer la teneur en proline on utilise la formule suivante :

$$\text{Proline (mg/kg)} = \frac{P_s}{A} \times \frac{P}{P_2} \times 80$$

P : Le poids de prolines utilisé dans la solution référence en mg

P₂ : le poids du miel en grammes

P_s : l'absorbance de la solution de miel

A : l'absorbance de la solution de référence de proline.

80 : facteur de dilution.

I.2.7.Mesure de la teneur en protéine

Les protéines de miel sont dosées selon la méthode de **Bradford ,1976** qui utilise le bleu brillant de coomassie G250 (BBC) et la sérum albumine bovine (SAB) à 1 mg/ml comme standard. Le dosage des protéines a été effectué à l'aide une gamme d'étalonnage (Tableua VI) et La mesure est effectuée sur une prise d'essai de 100µl à 595 nm par rapport à un blanc.

Tableau VI : Réalisation de la gamme d'étalonnage

Soluble Starch	100	80	60	40	20	0
de (µl)	0	20	40	60	80	100
B.S.A (µl)						

I.2.8.Mesure de l'indice diastasique (l'activité de α –amylase)

L'indice diastasique est déterminé par la méthode de **Schade et col. ,1958** modifié par **Hadorn et col. ,1972** et **Din et col. ,1990** .

Le principe est basé sur la réaction entre l'amidon et l'iode donnant une coloration bleue et l'action de l' α amylase provoque une diminution de cette couleur. L'unité d'activité correspond à la quantité d'enzyme qui transforme 10^{-2} g d'amidon pendant une heure à 40°C .On exprime cette activité en

unités de Schade par gramme de miel. Les réactifs et la préparation des solutions sont présentés dans l'annexe.

Dans un flacon, 10 ml de solution de miel sont mis dans un bain Marie à 40°C et un deuxième flacon contenant 10 ml de solution d'amidon. Après 15 minutes, on mélange 5 ml de la solution d'amidon avec 10ml de solution de miel. L'ensemble est bien mélangé et après 5 minutes, une prise de 0,5 ml est de nouveau additionnée à 5 ml d'iode. Par la suite, la quantité de l'eau, (comme déterminé dans le calibrage de la solution d'amidon) est additionnée et immédiatement l'absorbance à 660nm est lue toutes les 5 min pendant 15 min.

Pour déterminer l'indice diastasique en utilisant la formule suivante :

$$DN = \frac{60 \text{ min} \cdot 0,1 \cdot 1,0}{T_x \cdot 0,01 \cdot 2,0} = \frac{300}{T_x}$$

T_x : Temps de réaction en minutes obtenues pour l'absorbance $A=0.235$, on peut calculer temps pour $A = 0.235$ à partir de l'équation de régression du graphe.

I.2.9. Analyse qualitative et quantitative des sucres

L'identification et le dosage des sucres des différents échantillons de miel collectés sont réalisés par chromatographie à haute performance (HPLC) au laboratoire CETAM-LORRAINE en France selon la méthode **Pourtalier et col. ,1990 et Swalow et col. ,1994.**

Les conditions chromatographiques sont présentées [voir annexe] .Le chromatographe est de type DIONEX modèle (e.g. Dionex Bio LC 40001) et une colonne de référence: Carbopac-AS6 (Dionex).Ce type de colonne est un échangeur anionique avec matrice ammonium quaternaire .En milieu basique les sucres sont légèrement ionisés ce qui les fixe sur l'échangeur. L'élution des différents sucres est détectée par détecteur ampérométrique pulsé et qui mesure le potentiel d'oxydation des fonctions hydrolyses secondaires. L'élution est réalisé à l'aide d'une solution d'eau ultra-pure (45%) contenant la soude à 55%. Le débit de travail est de 0.1ml/min pendant 16 min et par la suite le gradient est réalisé à 0.1 ml/min.

L'étalonnage de la colonne est effectué avec un standard externe réalisée à partir de solution de sucres connus (Glucose, fructose turanose , isomaltose, saccharose, mélézitose, raffinose, maltose et erlose).Des volumes de 1ml sont injectés dans le chromatographe et l'enregistreur permet de suivre l'élution de chaque sucre .Un intégrateur de type (e.g.Sindzu C.RSA chromatopac) permet de calculer la surface des pics et de doser les sucres L'ensemble est piloté par un micro-ordinateur avec logiciel Peuk Net.

L'échantillon de miel est dilué dans de l'eau ultra-pure et par la suite un volume de 1 ml est injecté dans le chromatographe de la même manière que les standards. La comparaison des surfaces des pics par rapport au chromatogramme des étalons permet de calculer la quantité de sucre de chaque variété de miel.

I.2.10. L'analyse pollinique

I.2.10.1.Détermination de la richesse pollinique

La richesse pollinique a été déterminée selon la méthode de **Layka ,1989**

La méthode est basée sur l'observation microscopique d'une lame contenant du miel. On ajoute dans un tube à essai une quantité de miel, l'ensemble est placé sur un bain Marie à 100 C pendant 10 minutes pour dissoudre tous les cristaux, puis 5 mg de miel est pesé sur une lame. Ensuite la goutte de miel est étalée sur la lame sous forme des lignes droites à l'aide d'une épingle pour faciliter la lecture. La lecture est effectuée avec un microscope optique à l'agrandissement $\times 60$ et $\times 90$.

I.2.10.2 Analyse qualitative des grains de pollen

Le pollen est toujours présent dans le miel, et permet d'identifier ses origines botaniques. L'apiculture fait appel à la méliissopalynologie qui est la science du miel et du pollen. Analyse qualitative des grains de pollen est déterminé selon la méthode de la Commission Internationale de miel. (**VON DER OHE et col. ,2004**)

10 g de miel est pesé dans un tube à centrifuger de verre aigu (capacité. 50 ml). 20 ml d'eau distillée ($^{\circ}\text{C}$ 20-40) est ajouté. On centrifuge cette solution pendant 10 minutes à 1000 g puis on retire le surnageant. On ajoute 20 ml d'eau distillée pour dissoudre complètement le reste puis la centrifugation pendant 5 minutes à 1000g. On retire le surnageant et enlève tout le liquide sauf les dernières gouttes. Enfin avec une pipette, les dernière gouttes sont prélevées et la déposées délicatement au centre d'une lame de microscope. Une goutte de glycérine gélatinée teintée légèrement, avec la solution de base d'éthanol de fuchsine (0.5-1 ml de cette solution en 10 ml de gelée liquide de glycérine) est versée, puis recouvrir d'une lamelle. Les bords sont lutés avec du vernis à ongles. On peut alors examiner les différents grains de pollen et tenter leur identification.

L'analyse pollinique d'un miel comporte deux étapes. La première est l'identification des grains de pollen observés. La seconde sera leur dénombrement.

L'identification ne peut se faire que par comparaison de la morphologie et des dimensions des grains de pollens observés avec celles de grains connus qui constituent des références. Celles-ci peuvent être des microphotographies numérisées : elles constituent une banque de données que l'on peut consulter pour comparaison. Les photographies ne sont utilisables que lorsqu'elles sont de qualité et effectuées selon différents plans. Le laboratoire d'analyses et d'écologie apicole CETAM-LORRAINE est équipé d'un prototype de logiciel. Cet équipement est composé de :

Un microscope trioculaire pouvant travailler en immersion avec ou sans contraste de phase et avec ou sans polarisation

Une caméra CCD

Un moniteur de contrôle

Un micro ordinateur PC équipé d'un logiciel et d'une carte d'acquisition

Des logiciels annexes permettant le traitement des images

Les images microscopiques numérisées ont déjà permis un archivage de milliers de pollen. Le même travail sera également effectué avec du pollen acétolyse. Cette banque de données permet de retrouver rapidement, grâce à une classification judicieuse, un pollen présent dans les miels. Le système permet également des mesures morphométriques précises Grâce à ces mesures et à des mesures colorimétriques par densité optique. Le système " repère " avec la même efficacité les éléments indicateurs de miellat comme les spores,

les mycéliums, les asques, les algues. Il peut également comptabiliser les levures, les fibres végétales, les grains d'amidon...

II. Analyses statistiques

La comparaison des mesures des différents paramètres physico-chimiques entre les variétés de miel a été réalisée à l'aide de l'analyse de la variance à un seul critère de classification (ANOVA) et le test de la comparaison multiple des moyennes (p.p.d.s) (La plus petite différence significative) pour $p=0.05$ et 20 ddl (degré de liberté).

III. Résultats et discussion

III.1. La teneur en eau ou taux d'humidité

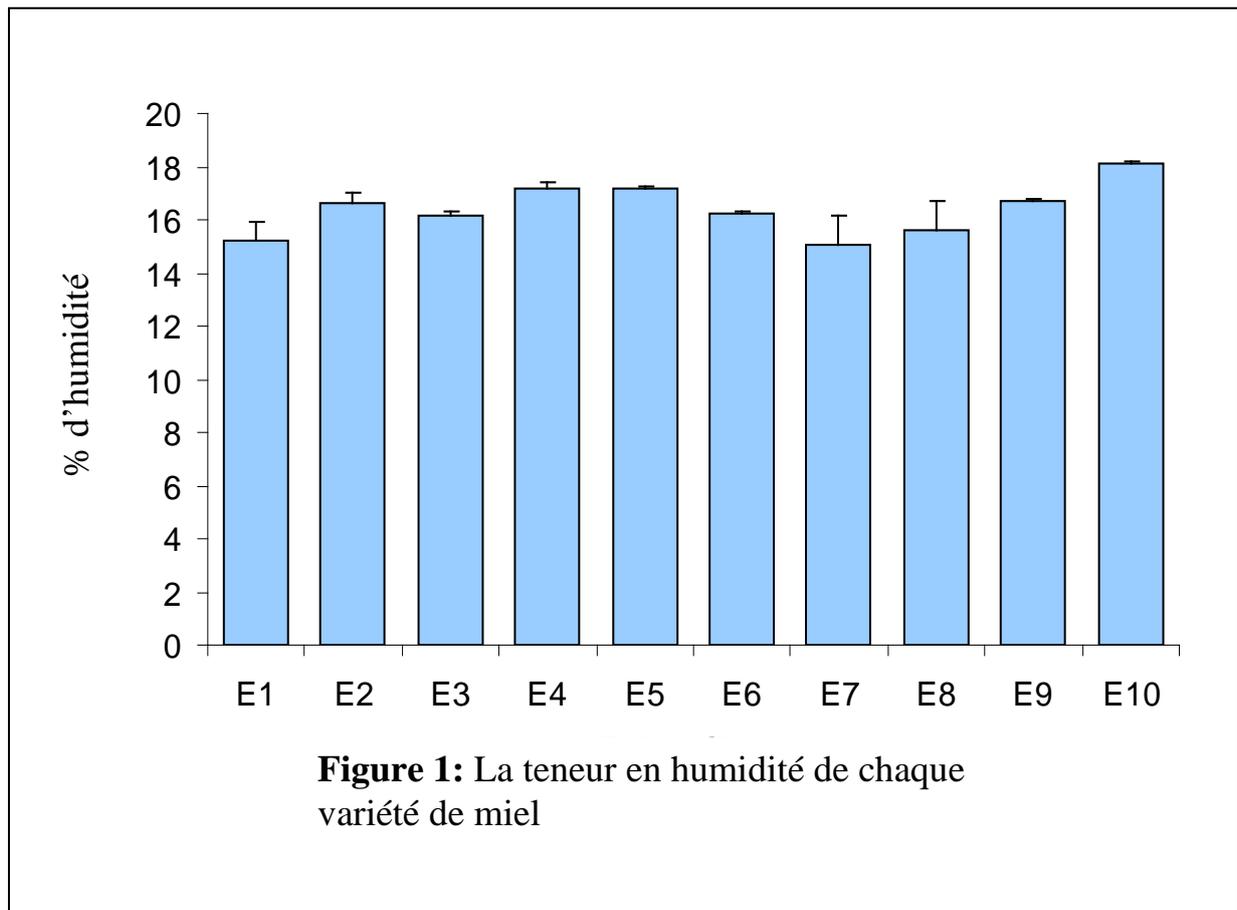
La teneur en eau est parmi les caractéristiques les plus importantes du miel, car elle joue un rôle primordial dans la qualité et utilisée par les normes internationales (Codex Alimentarius). Le taux d'humidité nous renseigne sur les variations de teneur en eau de chaque variété de miel collectée.

Les résultats obtenus figurent dans le tableau VII et représentés par la figure 1.

Tableau VII : La teneur en eau de chaque variété de miel

Echantillons	Humidité % (m \pm SD)
E1	15.21 \pm 0.685
E2	16.633 \pm 0.349
E3	16.18 \pm 0.161
E4	17.177 \pm 0.264
E5	17.14 \pm 0.140
E6	16.243 \pm 0.084
E7	15.043 \pm 1.092
E8	15.633 \pm 1.041
E9	16.07 \pm 0.113
E10	18.09 \pm 0.131

L'examen des résultats montre que la teneur en eau dans tous les échantillons varie entre 15,043% pour la variété de Soukahrass (E7) à 18,09% pour la variété de l'Espagne (E10). Ces valeurs cadrent les normes qui sont respectivement inférieures à 21% pour Les miels de nectar et 23% pour le miel de bruyère (*Calluna*) et de miel de trèfle (*Trifolium*) (Bogdanov ,1999).



La comparaison des teneur en eau par la comparaison multiple des moyennes (test de P.P.D.S) montre qu'il n'existe pas une différence significative de teneur en eau entre la variété de Soukahrass (E7) et les variétés de Tebessa (E8) et de bouteldja (E1) par contre il existe une différence significative de la teneur en eau de cette variété avec toutes les autres variétés étudiées. La teneur en eau de la variété de Bouteldja (E1) ne diffère significativement avec la teneur en eau de la variété de Tebessa (E8).

En ce qui concerne la teneur en eau de la variété de Tebessa (E8) diffère significativement avec les variétés de Skikda (E4), de Skikda (E5) et d'Espagne (E10).

Il existe une différence significative de teneur en eau entre les variétés de Arabie Saoudite (E9), E3, E6 avec les variétés de Skikda (E4), de Skikda (E5) et d'Espagne (E10). L'étude statistique montre qu'il existe une différence significative de teneur en eau entre la variété d'Annaba (E2) et la variété de l'Espagne (E10).

Enfin l'examen des résultats montre que la teneur en eau de la variété de l'Espagne (E10) diffère significativement avec la teneur d'eau de toutes les autres variétés de miel étudiées.

En effet, l'humidité est un excellent critère de qualité qui intervient dans la viscosité, la cristallisation, la saveur et la fermentation du miel (**Ricciarelli et col.,1994 ; Stephen ,1945**) .En revanche lorsque le taux d'humidité est plus ou moins élevé, la conservation ou le travail du miel devient difficile (**Wen et col.,1995 ; Bogdanov et col.,1995**). Toutes fois, les miels d'origine commerciales contiennent un taux d'humidité compris entre 13.5 et 21 % lorsque la norme ne dépasse pas 21%. D'autres laboratoires travaillent avec un taux d'humidité ne dépassant pas 18%, parce que Le risque de fermentation des miels est très faible pour les miels qui contiennent moins de 18% d'eau et nul en dessous de 17%. (**Estupinan et col.,1993 ; Estupinan et col.,1998**). Ainsi, la variété d'Espagne (E10) qui est de 18.09 % d'humidité serait moins bonne que les autres variétés .En dehors de l'origine botanique et de l'environnement l'apiculteur peut également influencer le miel par augmentation de l'humidité l'ors de la récolte et l'extraction des miels dans les locaux ayant un taux d'humidité supérieur à 60%. (**Mendes et col.,1997 ; Cano,2003**).

III.2.Détermination de la conductivité électrique

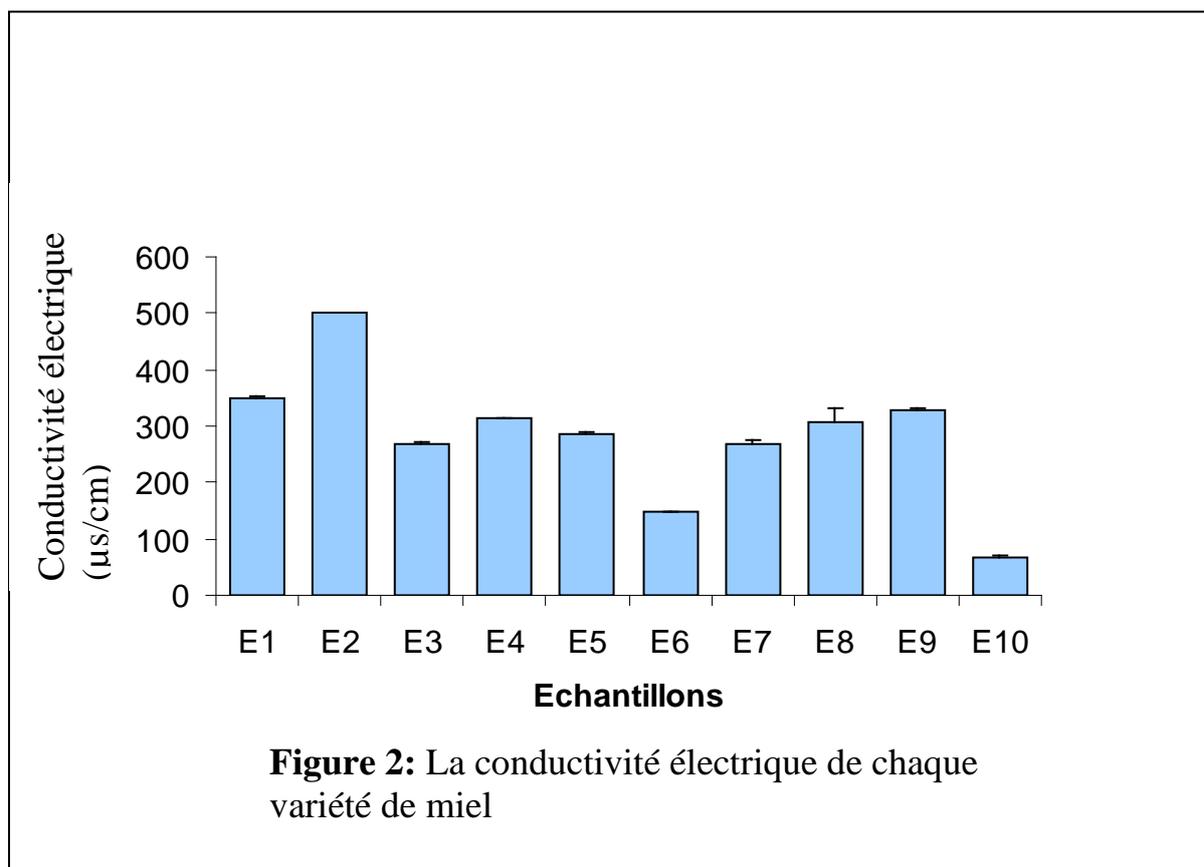
La conductivité représente un bon critère pour la détermination de l'origine botanique du miel et elle est désignée aujourd'hui lors de contrôles de routine du miel et qui remplace la teneur en cendres. Elle est utilisée par les nouvelles normes de Codex Alimentarius et l'Union Européenne Les résultats obtenus figurent dans le tableau VIII et présentés par la figure 2 .

Tableau VIII : la conductivité électrique de chaque variété de miel

Echantillons	Conductivité électrique $\mu\text{s}/\text{cm}(\text{m}\pm\text{SD})$
E1	349 ± 5.13
E2	499.5 ± 1.5
E3	269.33 ± 1.15
E4	312.67 ± 1.15
E5	286 ± 2.00
E6	147.97 ± 0.55
E7	266.67 ± 9.02
E8	307 ± 23.07
E9	328.83 ± 3.69
E10	67.83 ± 2.57

L'examen des résultats montre que la conductivité électrique des échantillons varie entre 67,83 et 499,5 $\mu\text{s}/\text{cm}$.La variété de l'Espagne possède une valeur plus faible (67.83 $\mu\text{s}/\text{cm}$) par rapport à les autres variétés de miel. Toutes fois les valeurs obtenues cadrent les normes internationales et qui sont $\leq 08\text{ms}/\text{cm}$ pour les miel de nectar et $\geq 0.8 \text{ ms}/\text{cm}$ pour le miel de miellat.

(**Bogdanov ,1999**)



L'analyse statistique des valeurs de la conductivité électrique des variétés de miels étudiées par le test P.P.D.S montre qu'il existe une différence significative entre toutes les variétés de miels étudiées à part entre les deux variétés de Soukaharrass (E7) avec la variété de Bougouss (E3).

La mesure de la conductivité donne de précieux renseignements sur l'origine botanique et permet notamment de différencier les miels de fleurs des miels de miellat (**Bogdanov ,2003**). Le miel de miellat, se fait à partir d'une substance élaborée par les pucerons grâce à la sève des végétaux, a une conductivité plus élevée (>0,8 mS/cm) qu'un miel de nectar (**Bogdanov ,1999**). Les écarts sont très importants d'un miel à l'autre. Cependant, la conductivité à elle seule ne suffit pas à déterminer une appellation florale (**Thrasylvoulou et col., 1995**).

Certains miels de fleurs possèdent une conductivité plus élevée (pissenlit, bruyère...). (Mateo et col., 1998) Enfin la conductivité électrique donne des informations sur la présence éventuelle de miellat dans un miel (Thrasylvoulou et col., 1995).

III.3.La teneur en cendres

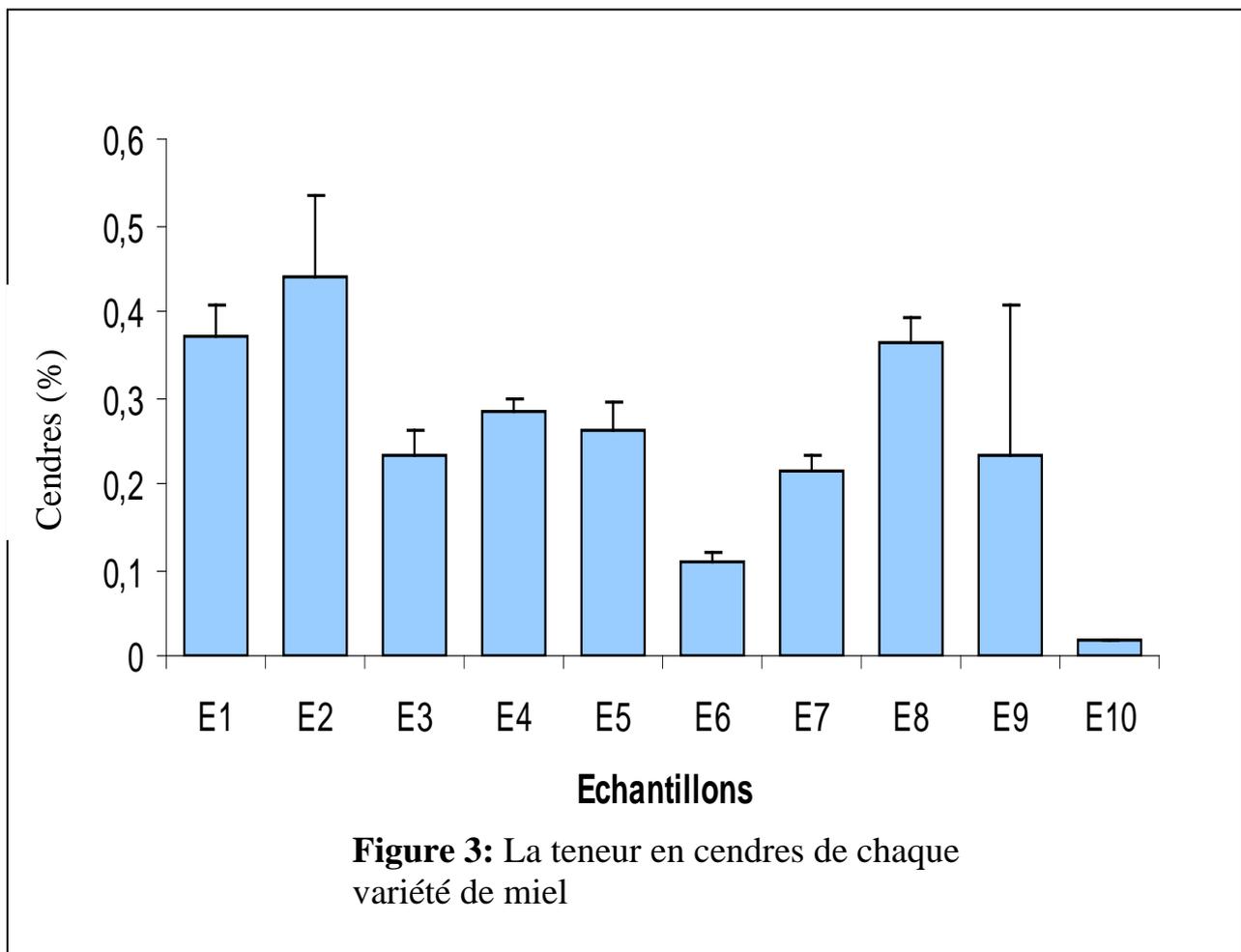
La teneur en cendres est un critère de qualité qui dépend de l'origine botanique du miel. La teneur en matière minérale est un critère utilisé dans les normes internationales. L'ensemble des résultats obtenus est regroupé dans le tableau IX et représenté par la figure 3.

Tableau IX : La teneur en matière minérale (cendres) de chaque variété de miel

Echantillons	Cendres %(m±SD)
E1	0,37 ± 0.036
E2	0,44 ± 0.095
E3	0,233 ± 0.030
E4	0,283 ± 0.015
E5	0,263 ± 0.032
E6	0,11 ± 0.01
E7	0,213 ± 0.020
E8	0,363 ± 0.028
E9	0,234 ± 0.173
E10	0,019 ± 0.001

La matière minérale dans les variétés étudiées varie entre 0,019%-0,44%.La comparaison de nos échantillons par rapport aux variétés importées montre que

la variété d'Espagne présente un taux le plus faible. Tous les résultats obtenus cadrent les normes internationales qui sont inférieure à 0.6% pour le miel de nectar. Cependant, La limite établie est de 0,6% pour le miel de nectar et 1% pour le miel de miellé ou mixte (Bogdanov ,1999).



L'analyse statistique des teneurs en cendre, montre qu'il existe une différence significative entre la variété de l'Espagne (E10) avec toutes les autres variétés étudiées .Egalement il existe une différence significative entre la variété de Ain Essel (E6) avec les variétés de SkikdaE4, TebessaE8, BouteldjaE1et d'Annaba E2.

Par contre il n'existe pas de différence significative des teneurs en cendres entre les autres variétés étudiées.

La teneur des substances minérales dépend des éléments chimiques (Na,Fe,Cl, S....etc) du terrain dans le quel poussent les plantes où les abeilles cueillent leur nectar ou leur miellé (**Vorwohl, 1964**).Des travaux de recherche (**Bogdanov ,2003**)montrent également que La teneur en cendres est liée à l'origine botanique du miel. Le taux de cendre est présent en pourcentage majeur dans les miels sombres et c'est le cas du miel châtaigne, qui normalement dépasse la limite, et de miellé. Actuellement, la détermination de la teneur en cendres est en voie d'être remplacée par la mesure de la conductivité électrique. Ainsi, la teneur en cendres pourrait être maintenue provisoirement jusqu'à ce que la conductivité électrique soit reconnue comme norme internationale.(**Sancho et col.,1991 ;Bogdanov ,2003**)

III.4. Détermination du pH, l'acidité libre, acidité des lactones et l'acidité totale

III.4.1.Détermination de pH

Le pH est un critère de qualité et qui figure dans les normes internationales .Les valeurs des pH des variétés de miel étudiées obtenues sont regroupées dans le tableau X et représentées par la figure 4

Tableau X: Les valeurs de pH de chaque variété de mie

Echantillons	pH(m±SD)
E1	3.333 ± 0.351
E2	4.027 ± 0.006
E3	3.476 ± 0.334
E4	3.816 ± 0.025
E5	3.503 ± 0.055
E6	4.34 ± 0.274
E7	4.2 ± 0.396
E8	4.096 ± 0.215
E9	3.846 ± 0.064
E10	4.053 ± 0.055

L'examen des résultats montre que Le pH mesuré varie entre 3,33 à 4,34 Les valeurs obtenues sont acides et cela rentre dans les normes internationales et qui sont situées entre pH 3.5et 4.5 (**Bogdanov ,1999**), à part les deux variétés de Bougouss (E3)et la variété de Bouteldja (E1) qui sont inférieure .

III.4.2.Détermination de l'acidité libre Acidité des lactones et acidité totale

L'acidité est un critère de qualité important. La fermentation du miel provoque une augmentation de l'acidité dans le miel, c'est pourquoi une valeur maximale est très utile, bien qu'il existe une fluctuation naturelle considérable.

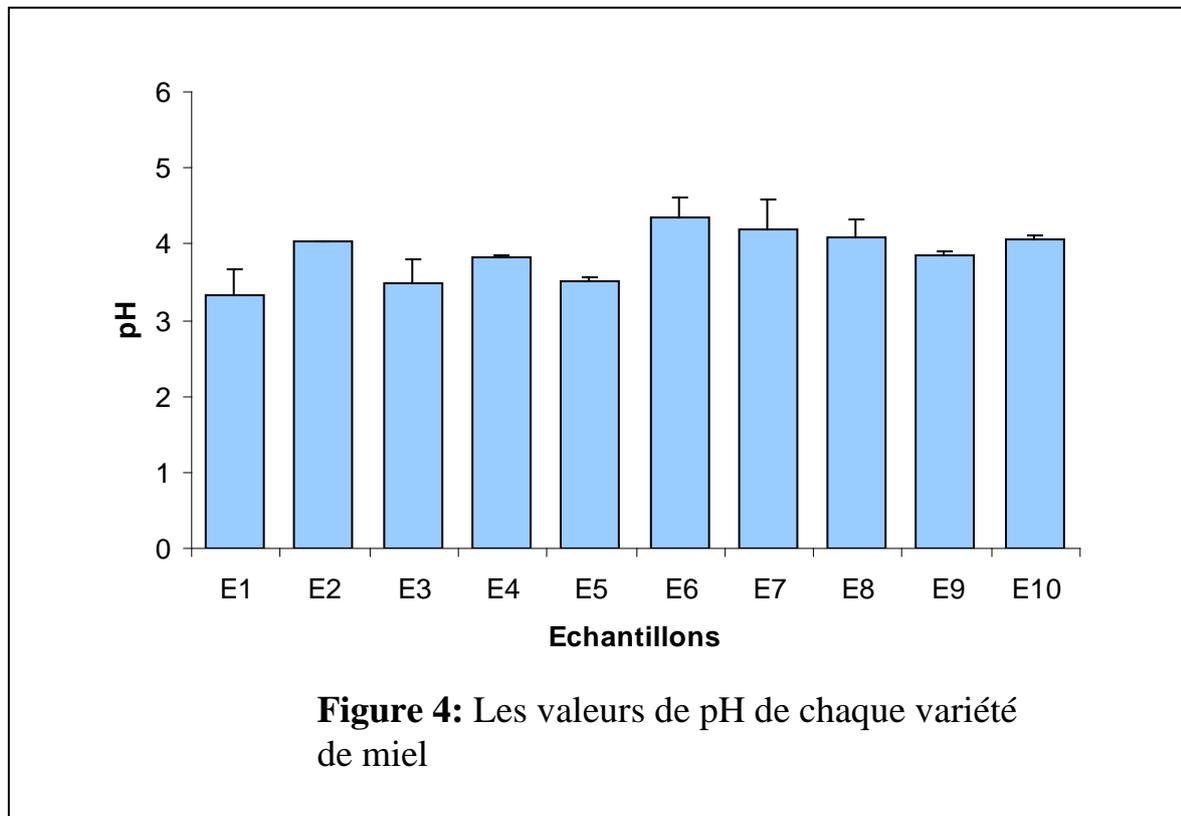
La teneur en acide est utilisée par les normes internationales. Tous les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XI et représentés par la figure 5 ,6 et 7.

Tableau XI : L'acidité libre, acidité des lactones et acidité totale de chaque variété

Echantillons	Acidité libre Meq/kg (m±SD)	Acidité des lactones Meq/kg (m±SD)	Acidité total Meq/kg(m±SD)
E1	29.9±1.00	7.063±1.00	36.963± 0.110
E2	44.884±2.517	9.10±0.90	54.317 ± 0.593
E3	28.023±2.00	8.0±1.50	36.023± 1.985
E4	27.02±2.00	10.02±2.02	37.04 ± 0.96
E5	33.3±3.00	10.067±1.034	43.367±2.454
E6	40.0±2.50	10.38±2.00	50.38± 4.481
E7	31.68±1.756	11.033±1.033	42.713± 2.87
E8	42.033±2.033	9±1.50	51.033 ± 1.975
E9	27.5±2.5	9.5±0.7	37 ± 1.00
E10	35.3±3.30	8.033±2.00	43.333 ± 1.528

Les résultats obtenus révèlent que les valeurs d'acidité libre varient entre 27.02 Meq/Kg de la variété de Skikda (E4) et de 44.884 Meq/Kg de la variété d'Annaba (E2). En ce qui concerne l'acidité des lactones, les valeurs obtenues varient entre 7.03 pour la variété de Bouteldja (E1) et de 110.33 Meq/Kg pour la variété de Soukahrass (E7). Néanmoins, l'examen des résultats montre que les valeurs de l'acidité totale des variétés étudiées se situent entre 36.023 pour la variété de Bougouss (E3) et la valeur 54.317 pour la variété d'Annaba

(E2). On enregistre que tous les résultats cadrent les normes qui sont Max 50mek/Kg d'acidité libre(Bogdanov ,1999).



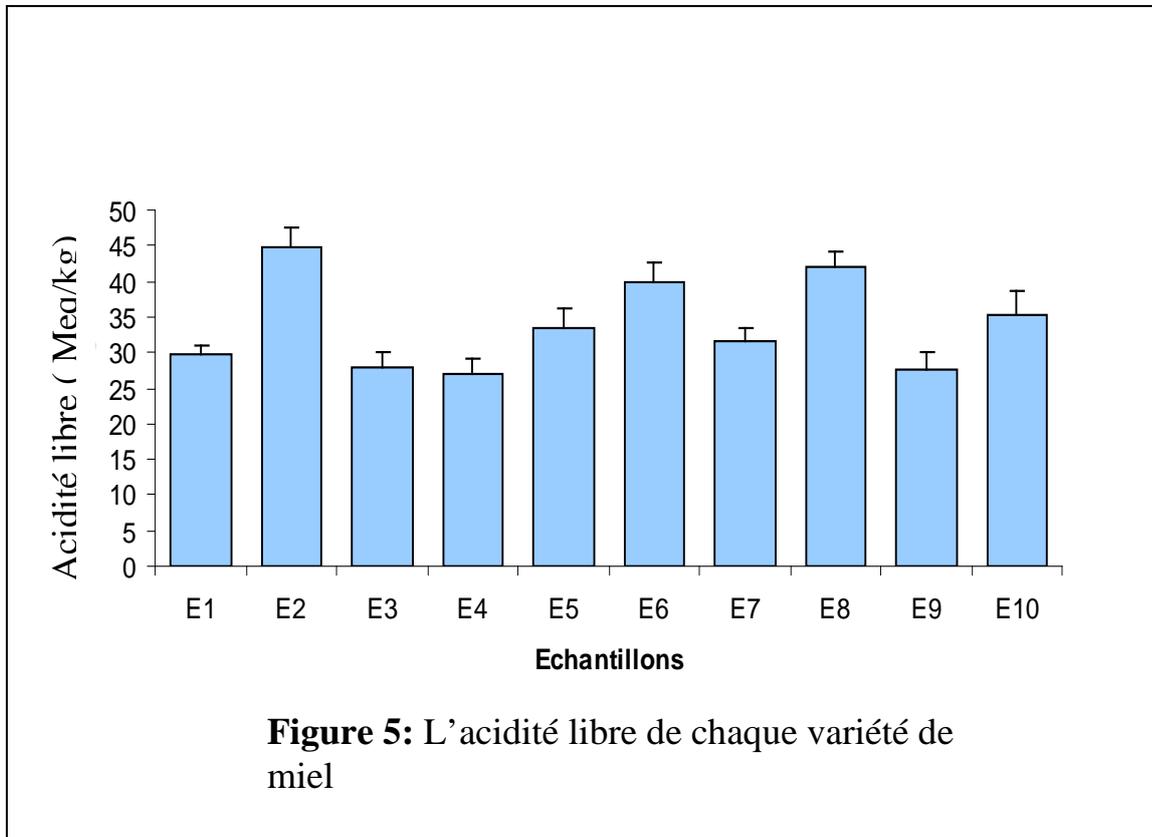
L'analyse statistique des résultats de pH des variétés de miel étudiées révèle qu'il n'existe pas de différence significative entre la variété de Bouteldja (E1) et les variétés de Bougouss (E3), et a variété de Skikda (E4) ; la variété de Skikda (E5) et avec la variété d'Arabie Saoudite (E9).

En ce qui concerne le pH de la variété de Bougouss(E3), celui ci ne diffère significativement avec les variétés de Skikda E4 ; Skikda E5 et d'Arabie Saoudite E9 .

La valeur de pH de la variété de Skikda E5 ne présente une différence significative avec le pH des variétés de Bouteldja E1 ; Bougouss(E3).

L'examen des résultats montre qu'il n'existe pas une différence significative de pH entre la variété de Skikda (E4) avec la variété d'Arabie Saoudite (E9). Pour les autres variétés (Annaba E2 ,AinEssel E6 , SoukahrassE7, Tebessa E8,

Arabie Saoudite E9 et d'Espagne E10) on enregistre qu'il n'existe pas de différence significative de pH entre ces variétés.



En ce qui concerne ; les valeurs d'acidité libre on enregistre que les valeurs des deux variétés : Bouteldja E1 et la variété d' AinEssel E6 diffèrent significativement avec toutes les variétés des miels étudiées. L'acidité libre de la variété Tebessa E8 ne diffère significativement qu'avec la variété d'Annaba E2. Par contre il existe une différence significative de l'acidité libre entre les deux variétés de l'Espagne et la variété de Skikda E5 avec les variétés de Annaba E2, d' AinEssel E6 et de Tebessa E8. L'acidité libre de la variété de Soukahrass E7 ne diffère significativement avec la variété de Skikda E5. La valeur de l'acidité libre de Bougouss ne présente une différence significative avec les deux variétés de Skikda E4 et d'Arabie Saoudite E9.

Une différence significative existe entre l'acidité libre de la variété de Skikda E4 avec toutes les autres variétés étudiées à part les deux variétés d'Arabie saoudite E9 et la variété de Bougouss E3.

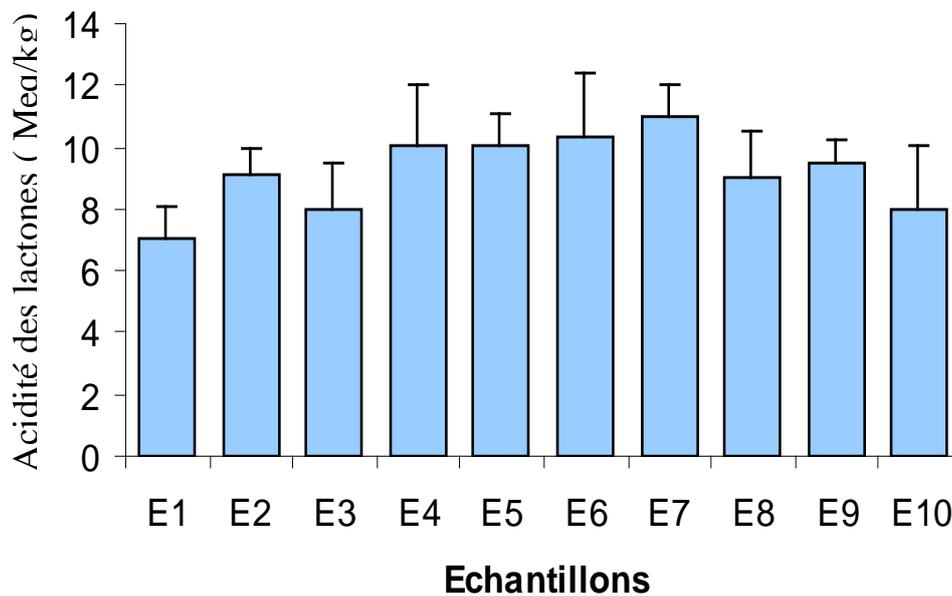


Figure 6: L'acidité des lactones de chaque variété de miel

L'analyse statistique des résultats de l'acidité des lactones montre qu'il existe une différence significative entre la variété de Soukahrass E7 avec toutes les autres variétés de miel étudiées à part la variété de Skikda E5 et d'AinEssel E6. Par contre il n'existe pas une différence signification entre les valeurs d'acidité des lactones des variétés de l'Espagne E10, la variété de Bougouss E3 et la variété de Bouteldja E1. L'examen des résultats montre qu'il n'existe pas de différence significative entre les valeurs d'acidité des lactones des variétés de Tebessa E8, Annaba E2, Arabie Saoudite E9, Skikda E4 et Skikda E5

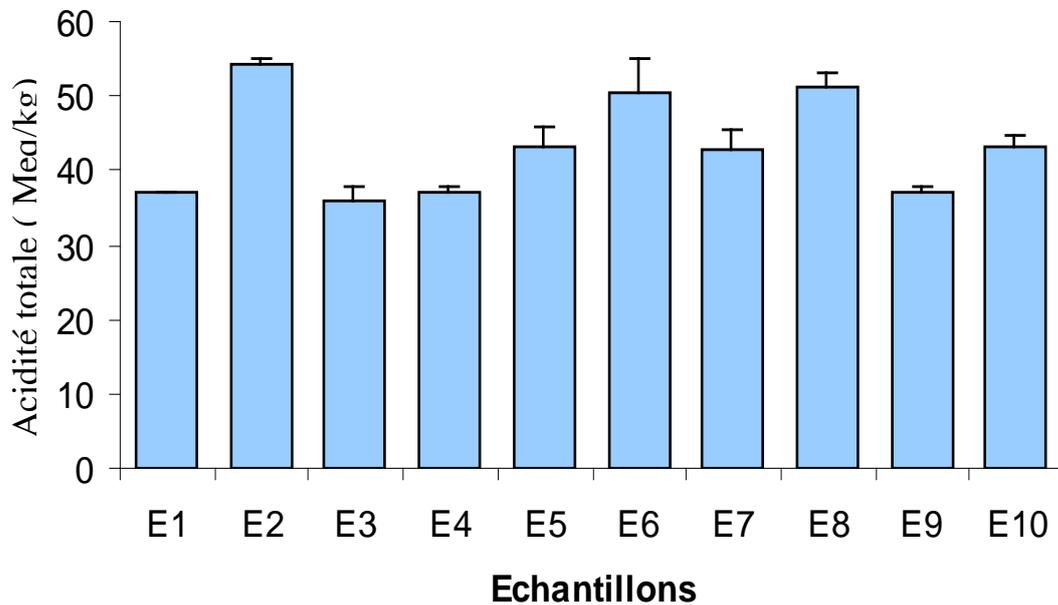


Figure 7: L'acidité totale de chaque variété de miel

L'examen des résultats de l'acidité totale de chaque variété de miel étudiée montre qu'il existe une différence significative entre la valeur d'acidité totale de la variété d'Annaba E2 avec toutes les variétés de miel étudiées. Par contre l'acidité totale de la variété de Bougouss E3 ne diffère significativement avec les deux variétés de Bouteldja E1 et la variété de l'Arabie saoudite E9. L'acidité totale de la variété de Bouteldja E1 diffère significativement avec toutes les autres variétés à part les variétés de Bougouss E3, Arabie Saoudite E9 et de Skikda E4.

Il n'existe pas de différence significative entre la valeur d'acidité totale de la variété de Soukahrass et les deux variétés d'Espagne E10 et de Skikda E5.

La valeur d'acidité totale de la variété de l'Arabie saoudite présente une différence significative entre les valeurs d'acidité totale des variétés de Soukahrass E7, Skikda E5, AinEssel E6, d'Espagne E10, Tebessa E8 et d'Annaba E2.

En ce qui concerne l'acidité totale de la variété de l'Espagne ne diffère significativement qu'avec la variété de Skikda E5. Il n'existe pas une différence significative entre les valeurs d'acidité totale des variétés d'AinEssel E6 et de Tebessa E8

Le pH caractérise l'acidité ou la basicité d'un produit (le miel est toujours acide). IL influence fortement la vitesse de dégradation des sucres et des enzymes (**Russo,1997; Singh et col.,1997**). Les miels plus acides (ronces, phacélie...) vont se décomposer rapidement Tous les miels sont acides et c'est probablement l'abeille qui leur confère cette propriété. Le pH et l'acidité libre vont influencer la stabilité du miel et ses conditions de conservation. Ils nous donnent également des informations sur son origine géographique ou botanique .La fermentation du miel provoque une augmentation de l'acidité dans le miel, c'est pourquoi une valeur maximale est très utile, bien qu'il existe une fluctuation naturelle considérable (**Kohlich et col. ,1985**). L'ancienne norme prescrit une valeur maximale de 40 Meq/kg. Dans le projet du Codex Alimentarius, elle a été augmentée à 50 Meq/kg, étant donné qu'il existe quelques sortes de miels qui ont une teneur naturelle en acide plus élevée ((**Horn et Lüllmann, 1992**) .

L'acidité des miels est essentiellement due à l'acide gluconique. Cet acide est présent dans tous les miels. C'est une enzyme de l'abeille, la gluco-oxydase qui est à l'origine de celui-ci (**Russo,1997; Singh et col.,1997**). D'après les travaux de (**RAMÍREZ CERVANTES et al.,2000**) Le traitement thermique n'a pas eu d'influence significative sur l'acidité de miel. Néanmoins, la croissance a été significative durant l'entreposage et proportionnelle à sa durée ce qui concorde avec les résultats rapportés par (**HADORN ,1962;IMÁN ,1990**).

III.5.La teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural)

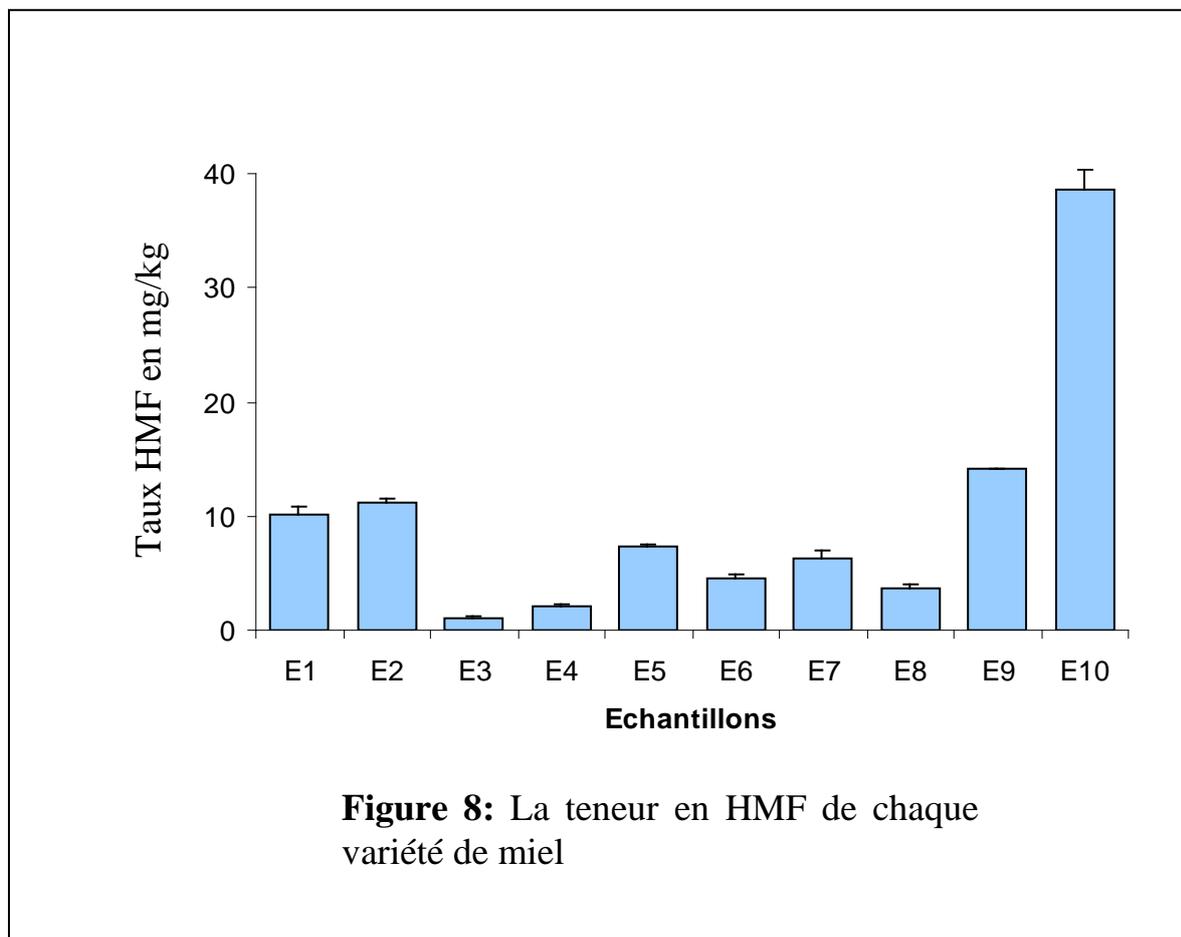
La mesure de la teneur en HMF est très importante pour connaître la qualité de nos variétés de miel étudiées et ce critère est retenu par Codex Alimentarius. L'ensemble des résultats obtenus est regroupé dans le tableau XII et représenté par la figure 8 .

Tableau XII : La teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural) de chaque variété de miel

Echantillons	HMF mg/Kg(m±SD)
E1	10.217 ± 0.529
E2	11.26 ± 0.276
E3	1.12 ± 0.11
E4	2.115 ± 0.094
E5	7.276 ± 0.216
E6	4.483 ± 0.379
E7	6.217 ± 0.758
E8	3.747 ± 0.357
E9	14.153 ± 0.055
E10	38.599 ± 1.678

L'examen des résultats montre que les HMF varient entre 1, 12-38,599mg/kg de miel ce qui cadrent les normes qui sont aussi fonction des zones de production et c'est le cas de le cas de l 'Union Européenne qui tolère le taux des HMF jusqu'à 40mg/Kg de miel. (Bogdanov ,1999). Par contre Quelques associations européennes d'apiculteurs (Allemagne, Belgique, Italie, Autriche, Espagne) vendent une partie de leur miel en tant que "miel de qualité" avec un taux

maximal de 15 mg/Kg. La comparaison de ces taux de HMF par rapport à ceux des deux variétés importées d'Espagne et d'Arabie saoudite montre que nos échantillons contiennent moins de HMF. Ainsi, la variété de Bougous présente 38 fois moins de HMF par rapport à la variété d'Espagne ce qui est considérable. Actuellement, les travaux de recherche s'orientent vers les effets des traitements thermiques sur la qualité du miel pendant l'entreposage particulièrement les HMF



L'analyse statistique des teneurs en HMF des variétés de miel étudiées révèle qu'il existe une différence significative entre toutes les variétés miel de teneur en HMF.

Les principaux paramètres de qualité utilisés dans le commerce international du miel, en plus des caractéristiques sensorielles (couleur, arôme et saveur), sont l'humidité, le taux d'hydroxyméthylfurfural (HMF) et l'indice de diastase, ces deux derniers étant fortement influencés par le traitement thermique et la durée de l'entreposage du produit (**Bachmann et col., 1989**). Le paramètre qui ces dernières années a compté le plus dans le commerce international est le taux de HMF(**Karabournioti et col.,2001**).

Le vieillissement a des conséquences sur l'arôme, le goût, la couleur devient de plus en plus foncée, des modifications chimiques interviennent. La plus connue est l'apparition d'HMF ou hydroxyméthylfurfural (**Kubis ,1998 ;Maria et col., 2003**) qui est un aldéhyde cyclique (C₆H₆O₃) issu de la dégradation des sucres, en premier lieu par déshydrogénation du fructose et du glucose en milieu acide et à la température élevée (**Badui, 1986; Espinoza et col., 1993**).On a constaté que la thermogénèse du HMF dans le miel suit une courbe du premier degré (**Juárez et Valle , 1995**) et que c'est très probablement un processus autocatalytique (**Ghoshdastidar Et Chakrabarti ,1992**).

Parfois, au cours du traitement et du conditionnement, le miel est soumis à un traitement thermique contrôlé, dans un dispositif échangeur de chaleur, à des fins diverses: réduction de la viscosité, dissolution des cristaux grossiers, destruction des levures, etc. (**Detroy, 1979; Skowronek et col., 1994; Crane, 1985**). Néanmoins, ce traitement thermique, ainsi que l'exposition du miel à de hautes températures au cours du conditionnement et de l'entreposage dans de mauvaises conditions, peut déterminer une faible hausse du taux de HMF (**Singh et col., 1948; Whie,1980**) . La mesure de teneur en HMF dans toutes les variétés étudiées montre que la qualité des variétés locales est meilleure par rapport à les variétés importées cela peut être lié aux conditions de stockage, transport, et... etc

Plusieurs études ont été conduites sur la formation de HMF au cours de l'entreposage du miel et sur la modification des principaux paramètres de qualité

(**Abdel-Aal-ESM et col.,1995**) . Toutefois, la littérature que nous avons pu consulter ne contenait aucune donnée sur l'influence du type du miel sur la dynamique de la formation de HMF.

L'extraction du miel au rucher par des méthodes convenables contribue à la bonne qualité du miel obtenu, mais sa manipulation défectueuse peut entraîner la baisse de la qualité (**Garcia et col.,1994 ; ROOT, 1976**). Toutefois, quelques études ont démontré que la température est le principal élément qui doit être contrôlé pour avoir un miel de bonne qualité (**Cosentino et col.,1996 , WINKLER ,1955**). Il est important de tenir compte du fait que dans les zones tropicales les températures moyennes dépassent facilement le niveau de celles enregistrées couramment dans les zones à climat tempéré. Dans les zones tropicales, il n'est pas rare que les récipients contenant le miel collecté soient laissés en plein soleil, ce qui conduit à la surchauffe du produit (**Root, 1976**) ; c'est le cas de les deux variété importées .D'autres travaux de recherchent (**Narpinder et col.,2000**) considèrent que le taux des HMF serait lié également à l'origine botanique.

Dans le cas d'un stockage normal, les valeurs HMF enregistrent annuellement une augmentation d'environ 5 à 10 mg/par kg comparativement Dans le cas d'un stockage au chaud et lors de la fonte à des températures plus élevées (50 à 70°C), la teneur en HMF augmente plus rapide (**Han et col. ,1985 Hadorn et col. ,1962**).

III.6.La teneur en proline

Le principal acide aminé de miel est la proline. La proline est un caractère de qualité de miel mais non utilisé dans le Codex Alimentarius. Les résultats de la teneur en proline obtenus sont regroupés dans le tableau XIII et représentés par la figure 9

Tableau XIII : La teneur en proline de chaque variété de miel

Echantillons	Proline mg/kg(m±SD)
E1	403.36 ± 0.557
E2	305.67 ±0.58
E3	407.593 ± 0.713
E4	203.99 ± 0.165
E5	201.133 ±1.002
E6	206.983 ± 0.076
E7	506.863 ± 1.091
E8	309.5 ±0.608
E9	156.167 ± 1.258
E10	104.567 ± 0.833

La teneur en proline varie entre 104 ,567-506,863 mg/kg dans les variétés de miel étudiées.L'examen des résultats révèle que le taux de proline dans nos échantillons est plus élevé par rapport aux variétés importées. Ainsi, la variété de Soukahrass (E7) donne un taux 4 fois supérieur à celui d Espagne.

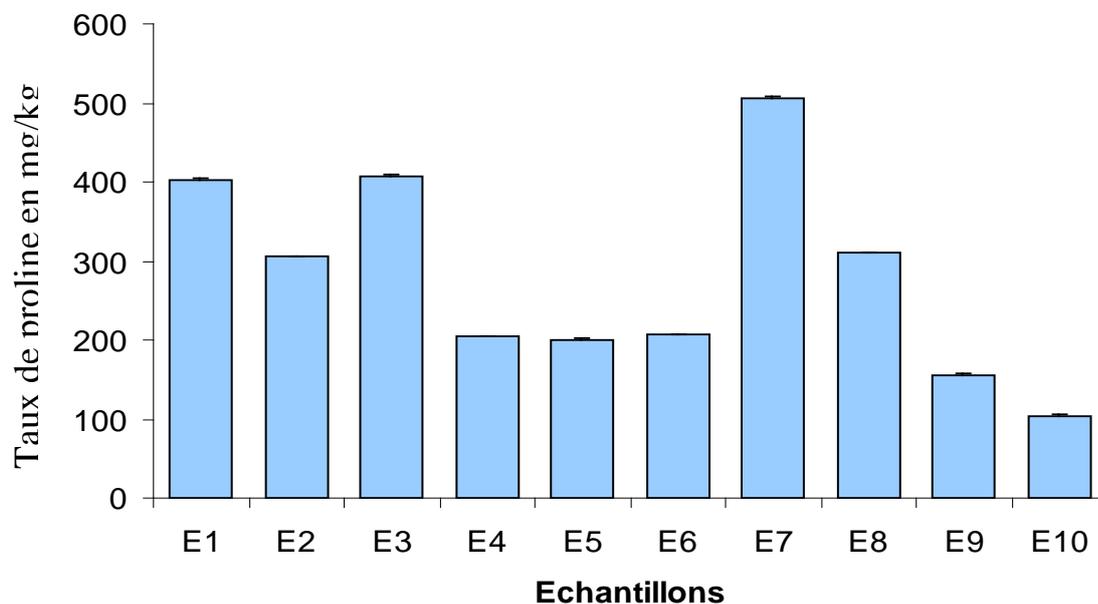


Figure 9: La teneur en proline de chaque variété de miel

L'analyse statistique des teneurs en proline des variétés de miel étudiées révèle qu'il existe une différence significative entre toutes les variétés de teneur en proline.

La proline du miel provient des abeilles et du nectar des plantes (**Bergner et col., 1972 ;Jonathane et col., 1977**)Cet acide aminé donne des informations sur l'origine botanique (**Bosi et col. ,1978 ; Davies , 1975**) et sur la maturité du miel souvent falsifié (**von der Ohe et col., 1991 ; Komanine ,1960**). On considère qu'un miel est arrivé à maturité lorsque sa teneur en proline est supérieure à 183 mg/kg (**Cotte et col.,2004**).. Des valeurs plus basses, et c'est le cas des variétés d'Arabie saoudite et d'Espagne indiquent un manque de maturité ou de fraîcheur ou une falsification (**Petrov ,1974 ;von der Ohe et col. , 1991**).

III.7.La teneur en protéines

Le dosage des protéines de miel est un caractère qui ne figure pas les normes internationales. Cependant, leur richesse donne une valeur nutritionnelle aux miels. La quantification des protéines de chaque variété de miel a été réalisée à partir d'une courbe de référence présentée par la figure10.

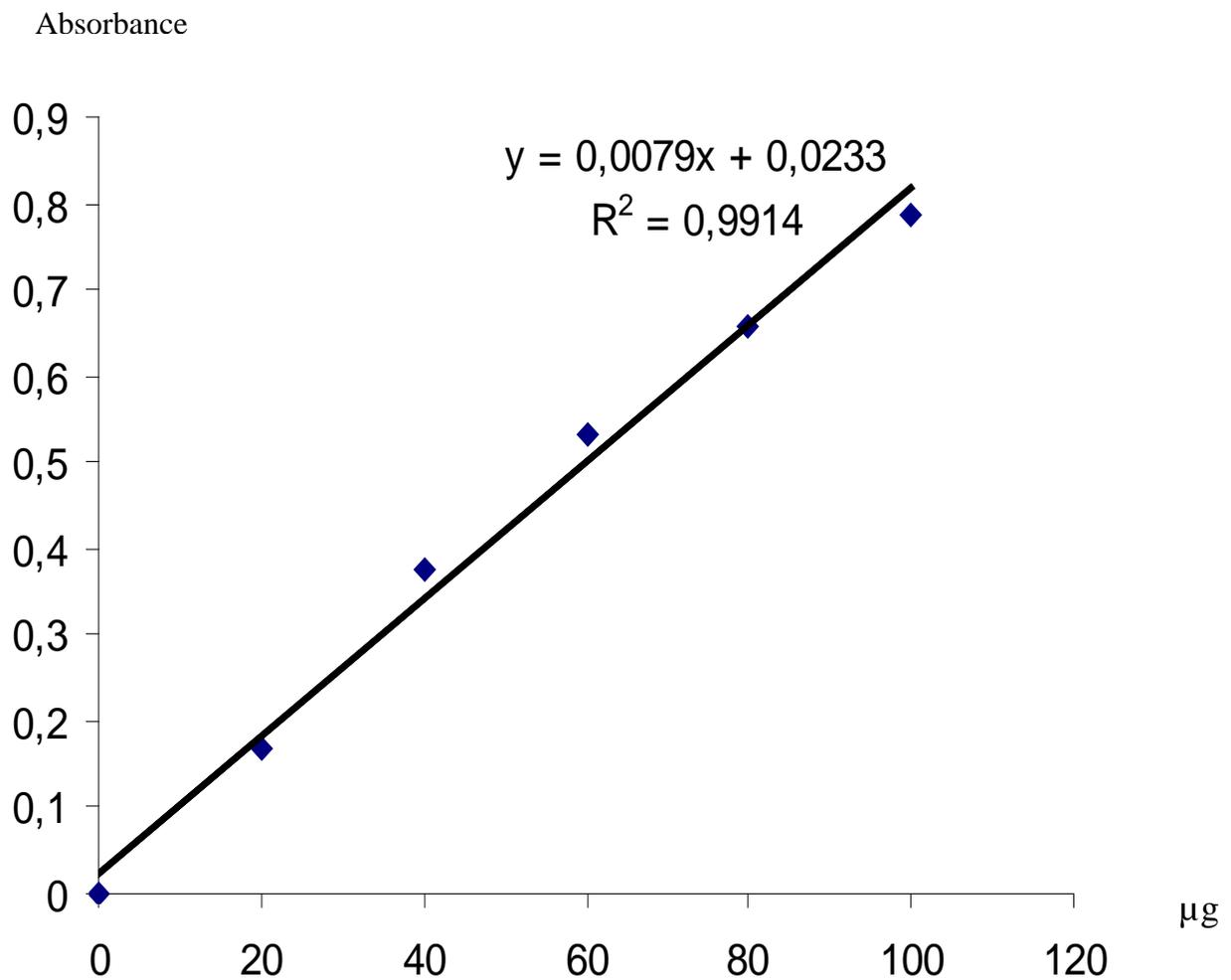


Figure10 : Dosage quantitative des protéines : courbe de référence exprimant l'absorbance en fonction de la quantité de protéine standard (B.S.A)

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XIV et représentés par la figure 11.

Tableau XIV : La teneur en protéines de chaque variété de miel.

Echantillons	Protéine%(m±SD)
E1	0.212 ± 0.062
E2	0.141 ± 0.042
E3	0.266 ± 0.061
E4	0.215 ± 0.067
E5	0.162 ± 0.019
E6	0.194 ± 0.053
E7	0.2 ± 0.026
E8	0.144 ± 0.012
E9	0.133 ± 0.031
E10	0.076 ± 0.025

En ce qui concerne la teneur en protéines dans les variétés de miel, on enregistre que la teneur en protéines est située entre 0,076 et 0,266 % . la comparaison du taux de protéines de nos échantillons par rapport aux variétés importées montre que les variétés locales contiennent un taux élevée en protéines et c'est le cas de la variété de Bougous (E3) avec un taux (0.266%) plus de trois fois supérieur à celle de l'Espagne (E10) avec un taux (0.076%).

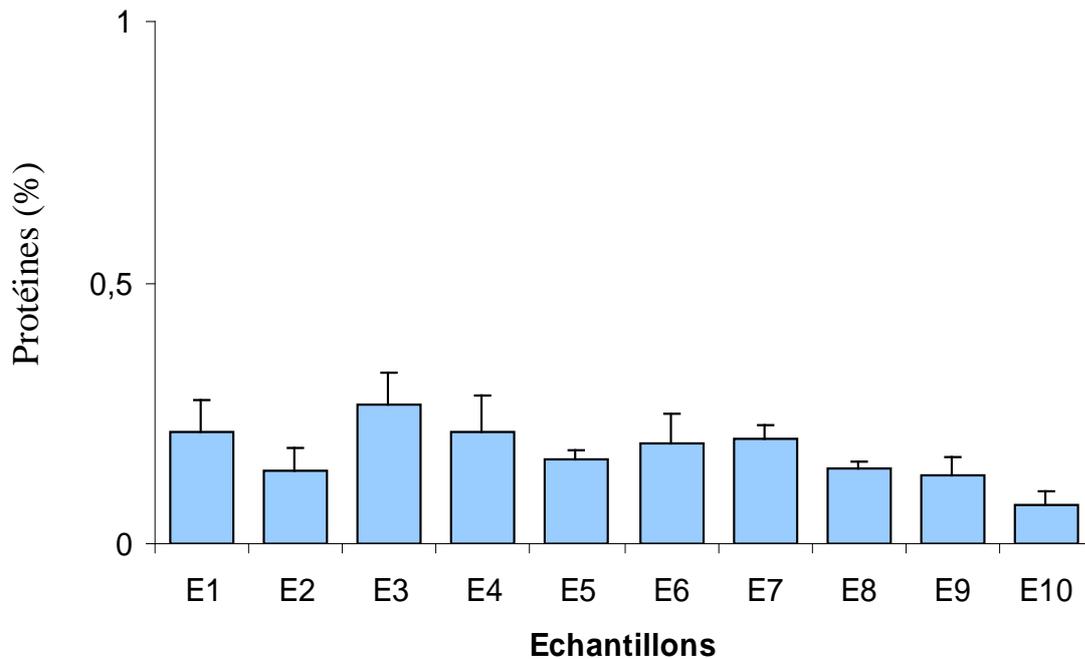


Figure 11: La teneur en protéines de chaque variété de miel

L'analyse statistique des teneurs en protéines des variétés de miel étudiées révèle qu'il n'existe pas de différence significative entre toutes les variétés de miel étudiées de teneur en protéines. Il est montré que la richesse en protéines essentiellement les peptones, des albumines, des globulines et des nucleo-protéines proviennent de la plante, et/ou de l'abeille et qui diffère selon l'origine botanique des miels. (Jonathan *et col.*, 1978 .White *et col.*, 1967).

III.8.Détermination de l'indice diastasique (activité de α amylase)

La détermination de l'indice diastasique est un critère utilisé dans les normes internationales. L'indice diastasique de miel est très intéressant pour connaître la fraîcheur du miel et les conditions de stockage. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau XV et représentés par la figure 12

Tableau XV : L'indice diastasique de chaque variété de miel

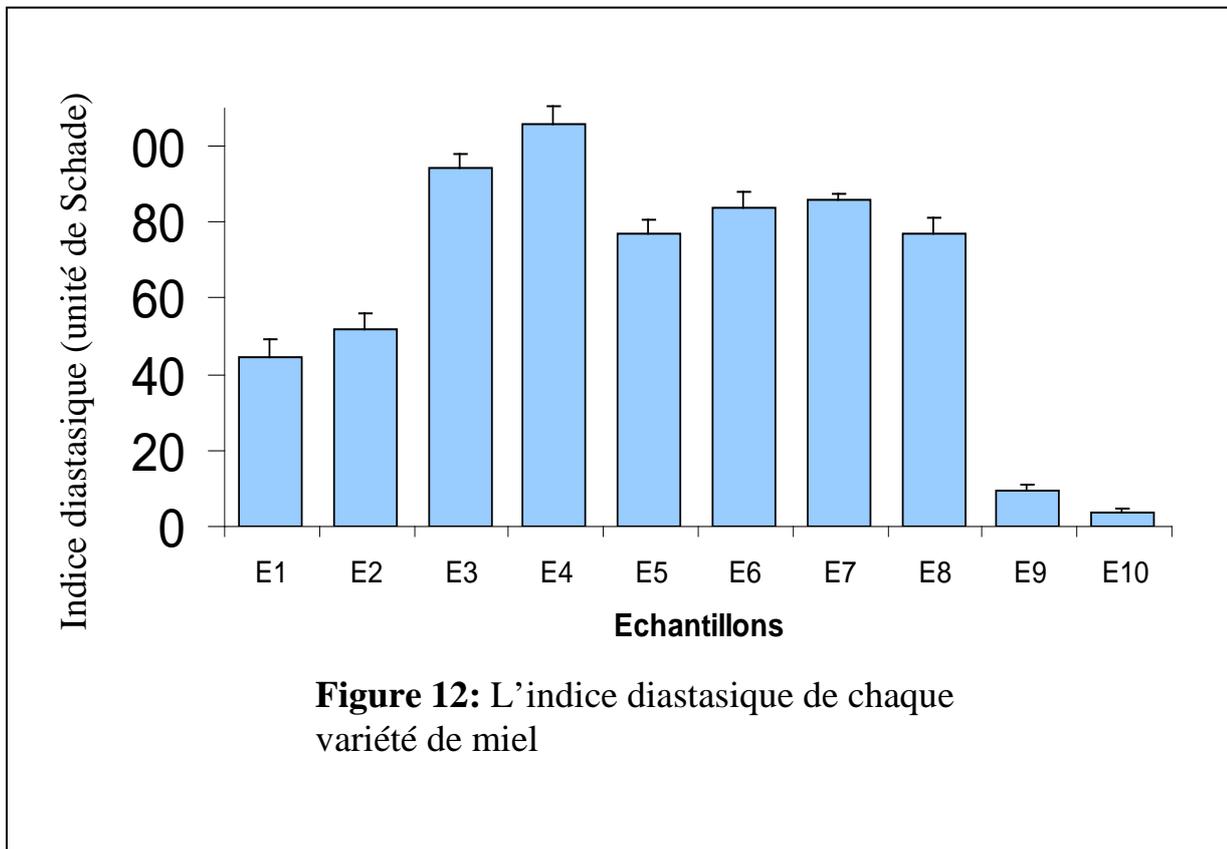
Echantillons	Indice diastasique (Unité de Schade)(m\pmSD)
E1	44.45 \pm 4.0
E2	51.82 \pm 4.06
E3	94.23 \pm 3.6
E4	105.63 \pm 4.41
E5	76.85 \pm 1.61
E6	83.81 \pm 4.81
E7	86.08 \pm 4.01
E8	76.96 \pm 4.95
E9	9.28 \pm 1.95
E10	3.67 \pm 1.10

L'analyse des résultats indique que les valeurs de l'indice diastasique

Obtenues varient entre 3.67 unité de schade pour la variété de l'Espagne et la valeur de 106.63 pour la variété Skikda (E4).

On enregistre que les valeurs de l'indice diastasique des variétés locales sont supérieures par rapport de celle si des variétés commerciales.

En ce qui concerne l'indice diastasique, tous les résultats cadrent les normes (>8 unité de schade) (**Bogdanov ,1999**), à part la valeur de l'Espagne qu'est inférieure à la norme.



L'analyse statistique des valeurs de l'indice diastasique des variétés de miels étudiées montre qu'il existe une différence significative entre toutes les variétés de miel étudiées à part la variété de Soukahrass (E7) avec la variété d'AinEssel (E6).et la variété de Skikda (E5) avec la variété de Tebessa (E8) .

En effet, Les enzymes sont sécrétés par les abeilles (invertase, glucose oxydase, amylase) ou par les végétaux (amylase, catalase, phosphatase) (**Vorlová ,2002**).Des travaux de recherche ont montré qu'il existe une corrélation entre l'effet thermique, l'activité amylolytique et les HMF qui sont utilisés comme un indice de fraîcheur du miel (**RAMÍREZ et col. ,2000 ; White,1992**). L'activité de cet enzyme change selon le type de miel qui sont naturellement moins riches en enzymes, ainsi ces miels ayant un indice

diastasique ne doit pas être inférieur à 3, alors que pour les autres miels la limite inférieure est de 8.

La diastase donne des renseignements les plus utiles. Par rapport à les autres enzymes rencontrées dans le miel, Elle est très sensibles à la chaleur et au vieillissement. Leur quantité varie en fonction de l'origine botanique du miel et de l'intensité de la miellée (**Cosentino et col.,1996 ; Yilmaz et Yavuz 1999; Caroli et col. , 1999 ;Kump et col. , 1996**). Elle donne une information plus précise que le HMF sur les chocs thermiques subit par le miel (**Piro et col.,1996 ;TSIGOURI et col.,2000**). Généralement, un miel non dégradé a un ID supérieur à 8 , c'est le cas de toutes les variétés étudiées à part la variété de l'Espagne .

Il faut tenir compte du fait que certains miels monofloraux ont une activité diastasique naturellement basse .Bien que dans le projet du Codex, la norme de l'indice diastasique est valable pour chaque type de miel par contre dans le projet de l'Union européenne, elle est valable pour l'ensemble des miels du commerce. Cela signifie que la norme européenne est plus sévère, car plus le stockage est long, plus l'activité de la diastase diminue. (**Bogdanov,1999 ; White,1994**)

III.9. Analyse qualitative et quantitative des sucres

Le spectre de sucres spécifiques donne des renseignements sur l'authenticité du miel et la falsification des sucres. Le taux de saccharose et la somme des teneurs en fructose glucose sont utilisés dans les normes internationales. Cependant, les sucres spécifiques du miel sont analysés pour obtenir des renseignements concernant différents aspects de la qualité du miel. Ainsi, le rapport fructose/glucose et la concentration de saccharose sont de bons critères pour différencier les miels monofloraux. La teneur en oligosaccharides tels que le mélézitose et le maltotriose sont de bons indicateurs pour la teneur en miellat d'un miel. L'Analyse quantitative et qualitative des sucres dans les variétés de miel étudiées est réalisé par HPLC. Tous les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau et représentés par les figures 13,14,15,16,17,18,19,20,21 et 22.

En ce qui concerne la teneur en glucose toutes les valeurs varient entre 28.1% et 37.8%, on enregistre que la teneur la plus grande en glucose est détectée dans la variété d'Annaba (E2) et la teneur la plus basse est de la variété de Skikda (E4) .

Par contre, les teneurs de fructose varient entre 41.5 est observé dans la variété de Bougouss (E3) et 36.2% de la variété de skikda (E4).

L'analyse par HPLC des sucres montre que les trois sucres tréalose ,mélibiose et mélézitose n'a pas détectés dans toutes les variétés de miel étudiées.

L'analyse des résultats révèle que les teneurs en isomaltose dans les variétés de miel varient entre 0.8% de la variété de Bouteldja (E1) et 1.6% de la variété de Bougouss (E3).

En ce qui concerne le taux de saccharose dans les variétés de miel étudiées, les résultats montrent que le taux de saccharose varient entre 1.8 % détecté dans la variété de Tebessa (E8) et de 5.5 % détecté dans la variété de Bouteldja (E1). On observe que toutes les valeurs de saccharose cadrent les normes ($\leq 10\%$)(**Bogdanov ,1999**), .

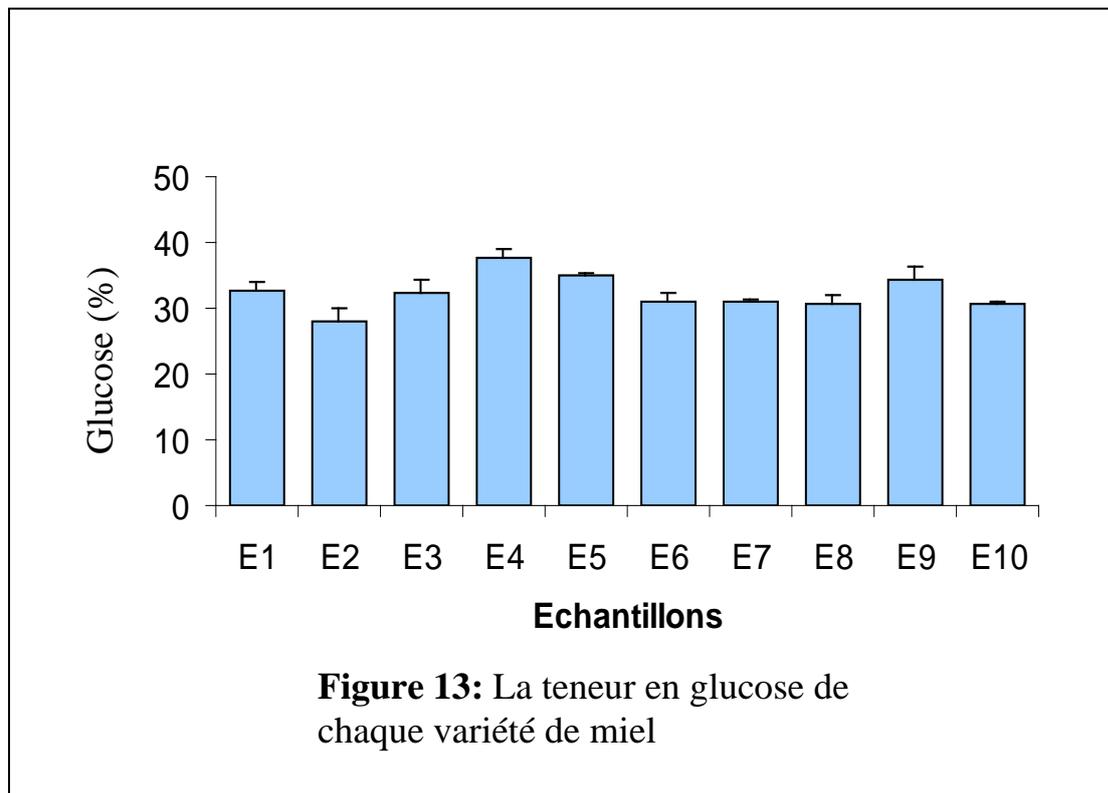
Les teneurs en turanose détectés dans les variétés étudiées est entre 1.2% de la variété de l'Espagne (E10) et de 3.4% d'Annaba (E2).

Les résultats révèlent qu'il existe des traces de raffinose dans les variétés de Skikda(E5) et l'Espagne (E10). Pour la variété de Bouteldja (E1) le raffinose est non détecté. Par contre les valeurs de ce sucre dans les autres variétés sont situées entre 0.1 % dans la variété de Skikda (E4) et 0.4% dans les deux variétés de Bougouss(E3) et de Tebessa(E8).

Les teneurs en maltose dans les variétés de miel étudiées varient entre 3.3% dans la variété d'Annaba (E2) et 1.4 % dans la variété de Soukahrass (E7).

L'erlose est détecté dans toutes les variétés étudiées et leur teneur varie entre 0.1% dans la variété de Bougouss (E3) et 1% dans les variétés de Bouteldja (E1) et la variété d'Annaba (E2). La détermination du rapport entre le fructose et le glucose est très importante pour connaître le type et la vitesse de cristallisation de miel. Les valeurs de fructose/glucose dans les variétés étudiées varient entre

1.31 dans les deux variétés d'Espagne (E10) et Soukahrass (E7) et de 0.99 dans la variété de Skikda (E4). En ce qui concerne la somme de glucose et fructose ; tous les résultats obtenus cadrent les normes (>65%)(Bogdanov ,1999) .On enregistre que les valeurs de glucose+ fructose obtenues varient entre 69.3% dans la variété d'Annaba(E2) et 75.4 % dans la variété de Skikda (E5).

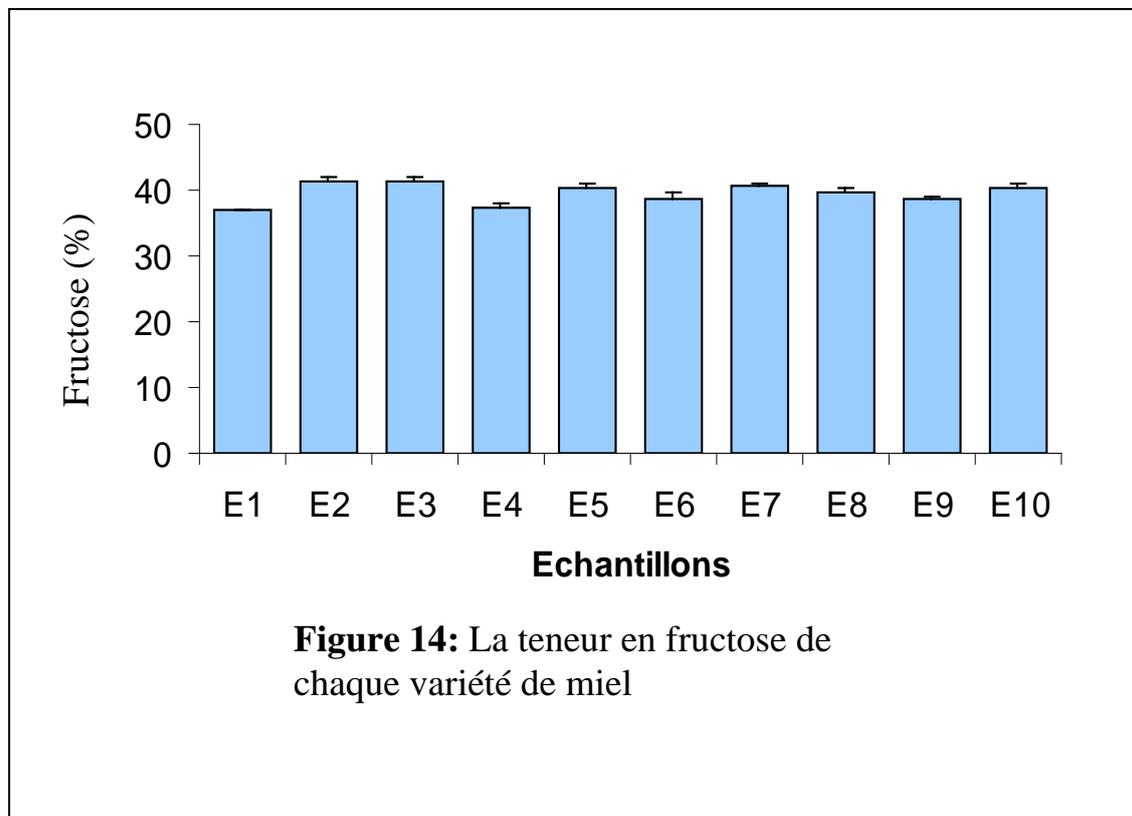


Après l'analyse statistique des teneurs en glucose, on observe qu'il existe une différence significative entre les deux variétés d'Annaba (E2) et de la variété de Skikda (E4) avec toutes les autres variétés étudiées. Également, il n'existe pas de différence significative entre la variété de Bouteldja (E1) avec les variétés de BougoussE3..

Il n'existe pas de différence significative des teneurs en glucose entre la variété E3 avec les variétés de Soukahrass E7, TebessaE8, EspagneE10 et d'AinEssel E6.

Il n'existe pas de différence significative entre la variété d'AinEssel E6 avec de Soukahrass E7 et la variété d'Espagne E10 avec les deux variétés d'AinEssel E6, de Tebessa E8 et de Soukahrass E7.

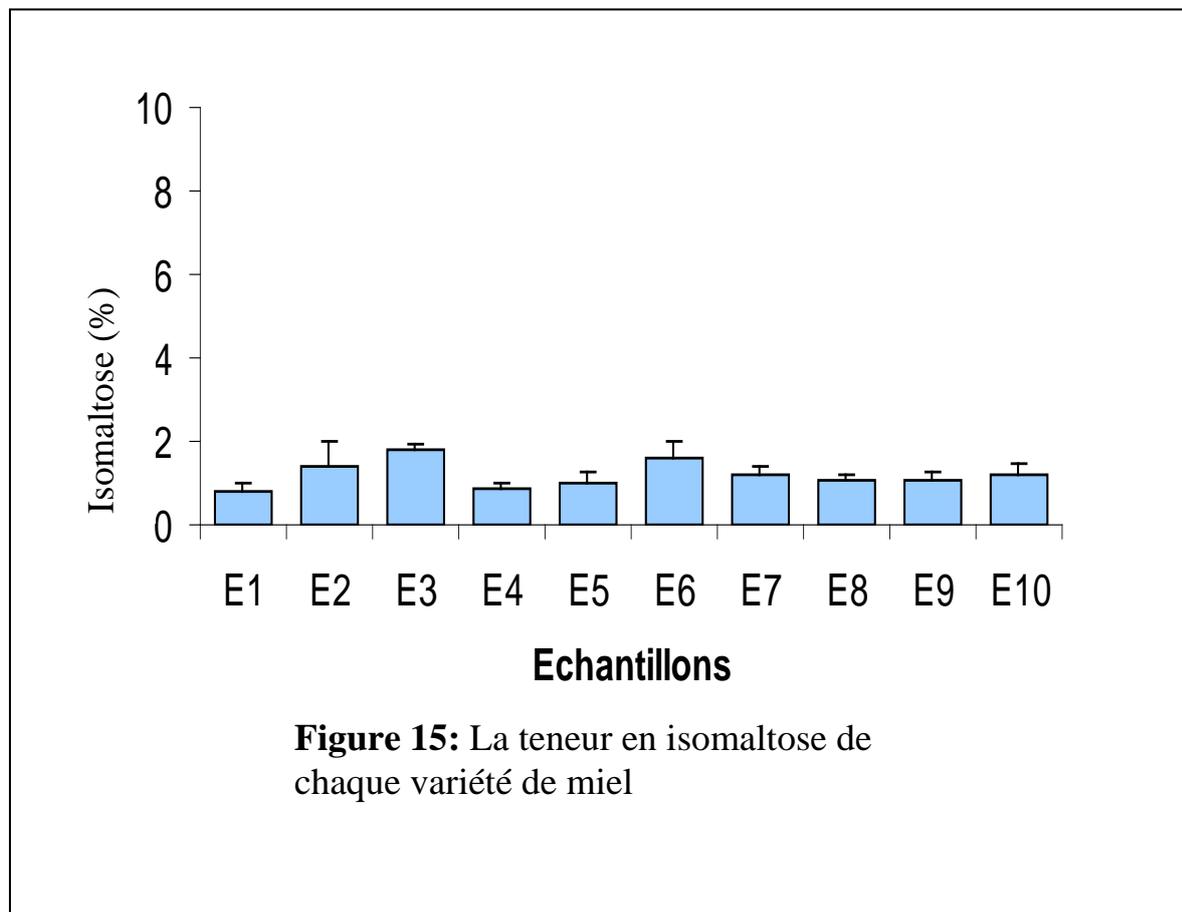
Aussi Il n'existe pas de différence significative entre la variété de Skikda E5 avec la variété d'Arabie Saoudite E9 et la variété d'Espagne E10 avec les deux variétés d'Arabie Saoudite E9 et de Bouteldja E1.



L'analyse statistique des teneurs en fructose montre qu'il n'existe pas une différence significative entre les deux variétés de Bouteldja (E1) et de la variété de Skikda (E4) par contre il existe de différence significative entre les deux variétés avec toutes les autres variétés étudiées. Egalement il n'existe pas de différence significative entre la variété d'AinEssel (E6) avec les variétés de d'Arabie Saoudite E9 et de Tebessa E8. Par contre il existe une différence significative de ces deux variétés d'Arabie Saoudite E9 et Tebessa E8 avec toutes les autres variétés à part la variété d'AinEssel E6.

Il n'existe pas de différence significative entre la variété de Skikda E5 avec la variété de Soukahrass E7 et la variété d'Espagne E10. Aussi Il n'existe pas de différence significative entre la variété d'Espagne E10 avec la variété de Soukahrass E7 et la variété d'Annaba E2.

Il n'existe pas de différence significative entre les variétés d'Annaba E2 , de Bougouss E3 et la variété de Soukahrass E7 .



Il n'existe pas de différence significative de teneur en isomaltose entre les deux variétés de Bouteldja E1 et de SkikdaE4 a part avec les variétés de Bougouss E3 et d'AinEsselE6 .Egalement il n'existe pas de différence significative entre les variétés de Skikda E5, TebessaE8, Arabie Saoudite E9, Soukahrass E7, Espagne E10 avec seulement la variété de Bougouss E3. Par contre il existe une différence significative ente les variétés d'Annaba E2, d'AinEssel E6 et de BougoussE3.

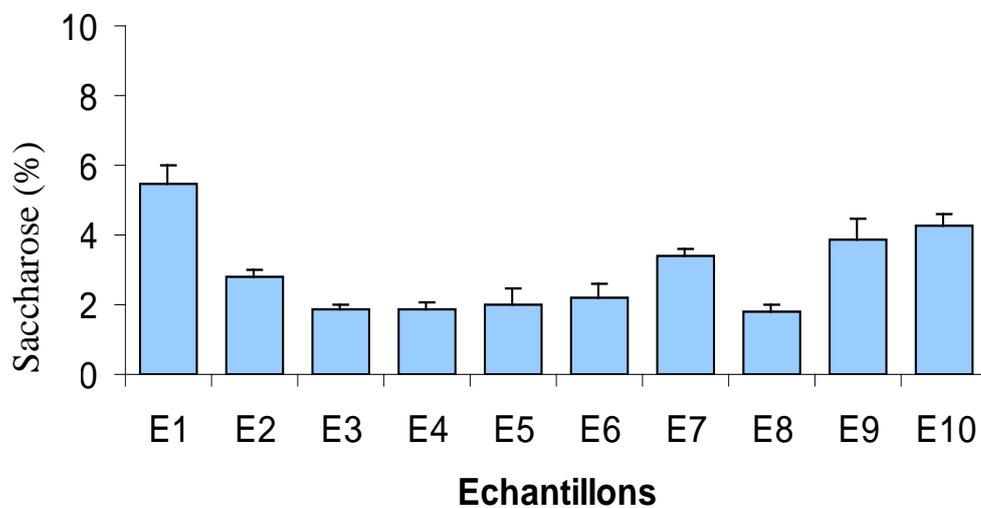
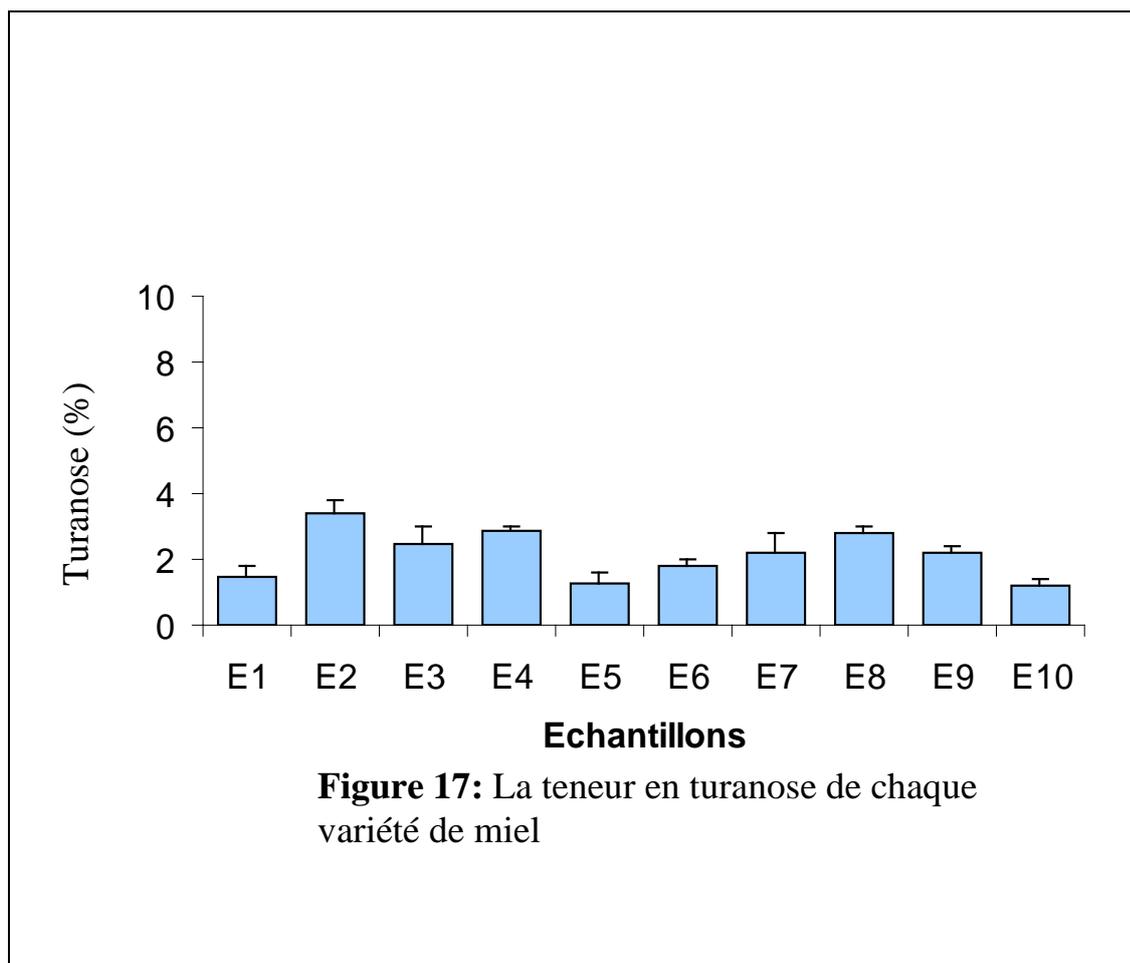


Figure 16: La teneur en saccharose de chaque variété de miel

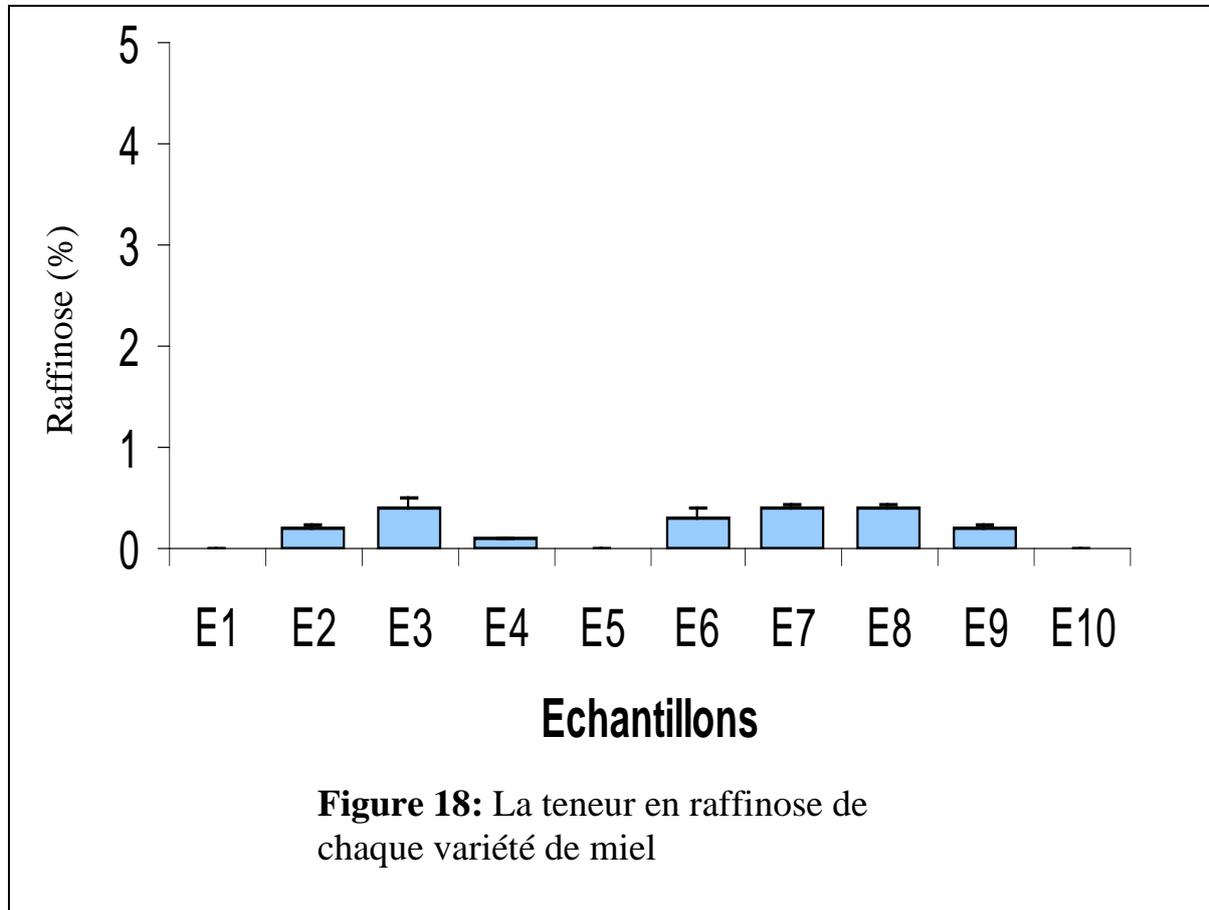
L'analyse statistique des teneurs en saccharose montre qu'il n'existe pas une différence significative entre les deux variétés de Skikda (E5) avec les variétés de Skikda E4, de BougoussE3 et d'AinEssel E6. Par contre il existe de différence significative entre la variété de Bouteldja E1 avec toutes les autres variétés étudiées .Egalement il n'existe pas de différence significative entre la variété d'Espagne (E10) avec la variété d'Arabie Saoudite E9 . Il existe de différence significative entre la variété de Soukahrass E7 avec toutes les autres variétés étudiées a part la variété d'Arabie Saoudite E9 . Aussi Il existe de différence significative entre la variété d'Annaba E2 avec toutes les autres variétés étudiées à part la variété d'AinEssel E6.



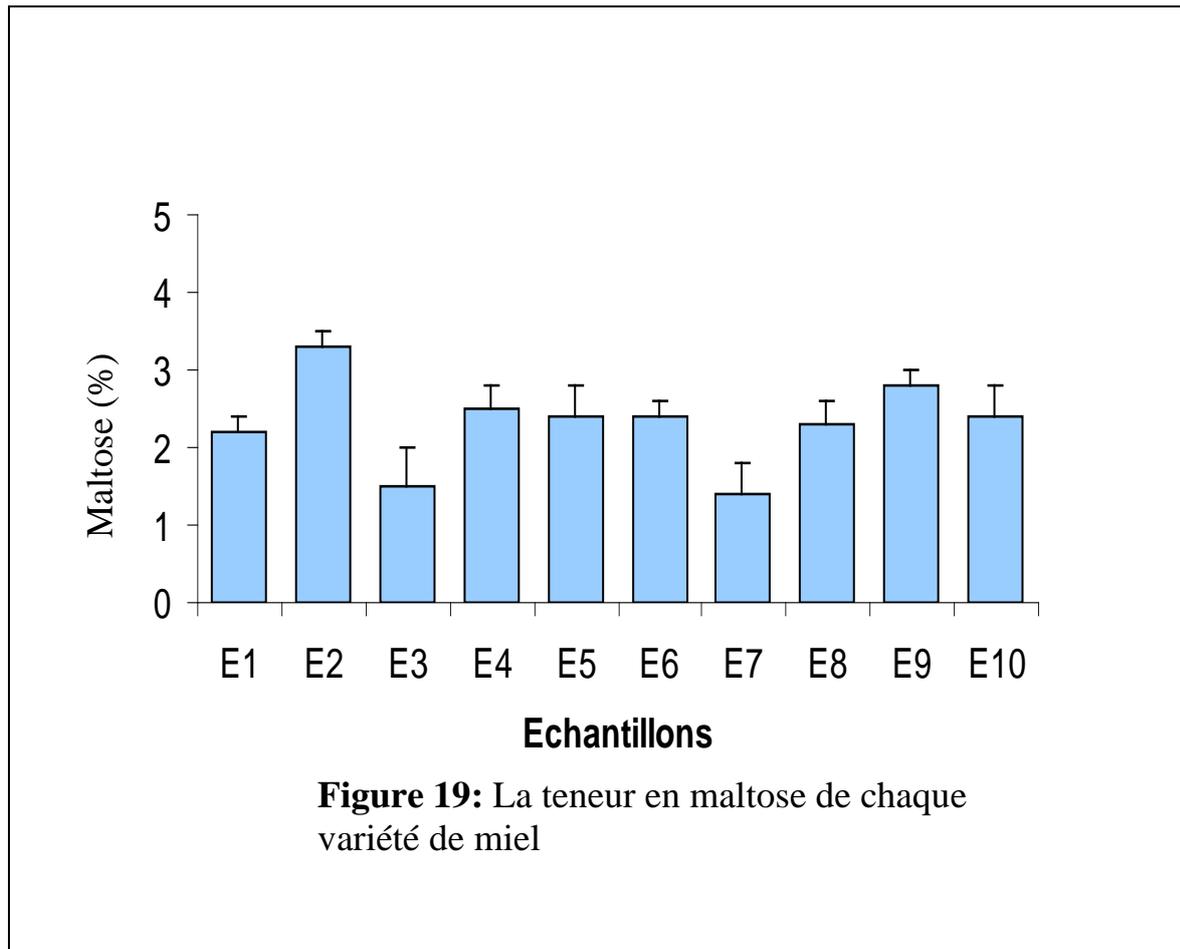
L'analyse statistique des teneurs en turanose montre qu'il n'existe pas une différence significative entre la variété d'Espagne (E10) avec les deux variétés de Bouteldja E1 et Skikda E5. La teneur en turanose de la variété de Skikda E5 ne diffère significativement avec les deux variétés de Bouteldja E1 et d'AinEsselE6. Egalement il n'existe pas de différence significative entre la variété de Bouteldja (E1) avec les variétés d'AinEssel E6 et de Soukahrass E7. aussi il n'existe pas de différence significative de la variété d'AinEssel E6 avec les variétés de Bouteldja E1, de SoukahrassE7, d'Arabie Saoudite E9 et de Bougouss E3.

Il n'existe pas de différence significative entre la variété de SoukahrassE7 avec les variété de Skikda E4, de BougoussE3, de TebessaE8 et d'Arabie Saoudite E9. Aussi. Il n'existe pas de différence significative entre la variété de Bougouss E3 avec de Skikda E4 et la variété de Tebessa E8.

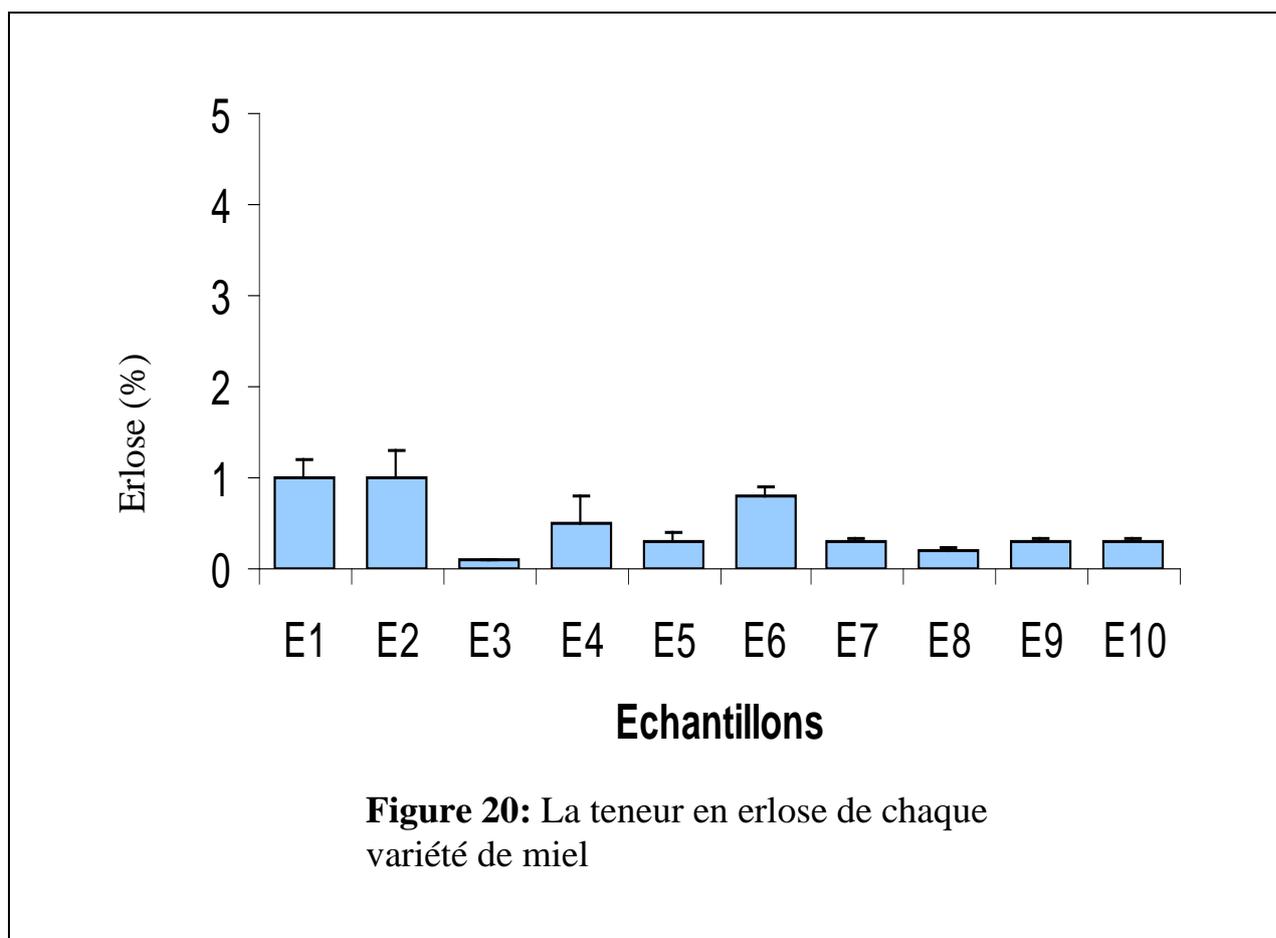
Il n'existe pas de différence significative entre les trois variétés d'Annaba E2, de Skikda E4 et de Tebessa E8.



L'analyse statistique des teneurs en raffinose montre qu'il existe une différence significative entre les variétés d'Espagne E10, Skikda E5 et Bouteldja E1 avec toutes les variétés étudiées. Par contre il existe de différence significative entre la variété Skikda E4 avec les autres variétés d'Annaba E2 et AinEssel E6. Egalement les deux variétés d'Annaba E2 et d'Arabie Saoudite E9 ne diffèrent significativement avec les variétés de Bougouss E3, AinEssel E6 et de Soukahrass E7. Il n'existe pas de différence significative entre les variétés AinEssel E6, Bougouss E3, Soukahrass E7, Tebessa E8.



L'analyse statistique de teneur en maltose des variétés de miels étudiées par le test P.P.D.S montre qu'il existe une différence significative entre la variété d'Annaba E2 avec toutes les variétés de miel étudiées ; à part le variété de Arabie saoudite E9. Egalement. Il n'existe pas de différence significative entre les variétés de Bouteldja E1, SkikdaE4, SkikdaE5, AinEssel E6 et d'EspagneE10. La variété de Bougouss ne diffère significativement avec la variété de Soukahrass E7, par contre il existe une différence significative entre la variété de Soukahrass E7 avec les autres variétés.



L'analyse statistique des teneurs en erlose montre qu'il n'existe pas de différence significative entre les variétés de BouteldjaE1, AnnabaE2, Skikda E4 et AinEssel E6. Aussi il n'existe pas de différence significative entre les variétés de BougoussE3, Skikda E4,Skikda E5, SoukahrassE7,Tebessa E8,Arabie Saoudite E9et l'Espagne E10.

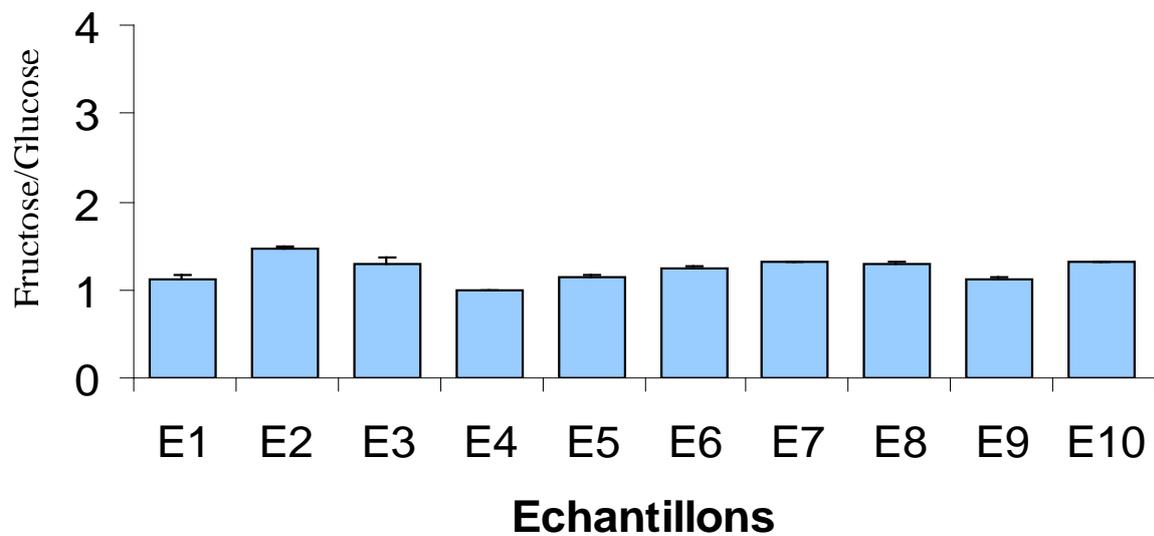


Figure 21: Les valeurs de rapport fructose/glucose de chaque variété de miel

L'analyse statistique des valeurs du rapport F/G montre qu'il n'existe pas de différence significative entre toutes les variétés à part la variété d'Arabie Saoudite E9 avec les deux variétés d'Espagne E10 et d'Annaba E2. Egalement il existe une différence significative entre la variété d'Annaba E2 avec toutes variétés étudiées.

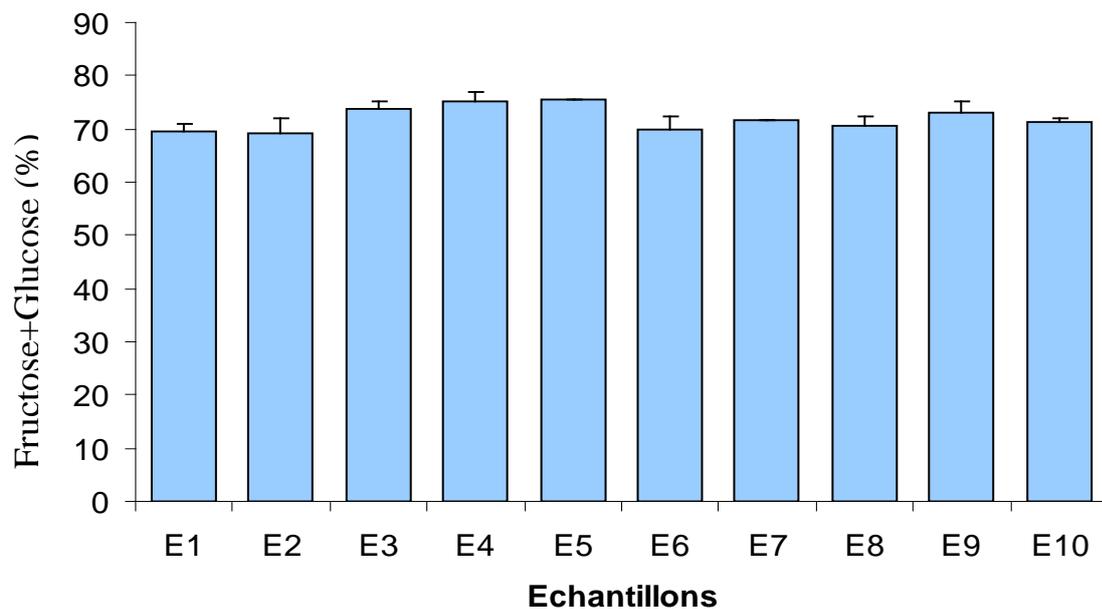


Figure 22: La teneur en glucose+fructose de chaque variété de miel

L'analyse statistique des teneurs en F+G montre qu'il n'existe pas de différence significative entre la variété de Skikda E4 avec la variété de Skikda E5 par contre il existe une différence significative entre la variété de skikdaE5 avec toutes les autres variétés étudiées. Il n'existe pas de différence significative entre les variétés d'AinEssel E6,Soukahrass E7,Tebessa E8et l'Espagne E10.Egalement il n'existe une différence significative entre la variété d'Arabie Saoudite E9 avec la variété de Bougouss E3. Il n'existe une différence significative entre la variété de BougoussE3 avec la variété de Skikda E4.Il n'existe pas de différence significative entre ces deux variétés avec la variété Tebessa E8.

Les sucres des miels sont responsables de sa viscosité, de son hygroscopicité et de sa cristallisation. La répartition entre les différents sucres va donner de précieux renseignements qui permettront de prévoir la vitesse de cristallisation et la stabilité de la structure d'un miel (**Pourtallier et col., 1970**). Elle donnera également des informations sur l'origine du miel. Le miel de miellat est moins riche en monosaccharides que le miel de nectar mais sa teneur en di- et trisaccharides est plus élevée (**Medai et col., 2005**). Le miel est hygroscopique a la capacité d'absorber l'humidité de l'air lorsqu'elle est supérieure à 55 %. Le fructose est largement responsable de l'hygroscopicité du miel. Le glucose, quant à lui, est le principal responsable de la cristallisation (**Manikis et col., 2001**).

La cristallisation du miel est ainsi un processus naturel. Le rapport entre le glucose et le fructose est important car il détermine la vitesse de cristallisation du miel et sa stabilité. Si ce rapport n'est pas équilibré ($F/G > 1,1$), la cristallisation pourra être plus grossière et une double phase risque d'apparaître en cas d'élévation de la température. Les miels dont la teneur en glucose est < 28 g/100 g ou dont le rapport glucose/eau est $< 1,7$ restent plus longtemps liquides ((**Phillips, 1929; Kodounis, 1962; Bogdanov, 1993**). Les miels à cristallisation rapide se cristallisent le plus souvent très finement, alors que les miels à cristallisation lente ont tendance à avoir une cristallisation grossière. (**Maurizio, 1964; Pourtallier et Taliercio, 1970**) Seuls les miels très riches en fructose (acacia, châtaignier, miellat...) peuvent rester liquides longtemps (**Bogdanov et col., 1988**).

Le spectre des différents types de sucres est parfois caractéristique pour certaines sortes de miel. On note que le miel de tilleul présente plus de gentobiose. Le miel de pissenlit possède beaucoup de saccharose. Le mélézitose et le raffinose font partie de la composition des miels de miellat (**Schley et col., 1987**).

III.10. L'analyse pollinique

III.10.1.Détermination de la richesse pollinique

Les résultats obtenus de La richesse pollinique ainsi que la classification selon **Maurizio ,1979** des variétés de miel étudiées sont regroupés dans le tableau XVII et représentés par la figure 23 .

Tableau XVII : La richesse pollinique et la classification selon **Maurizio ,1979** de chaque variété de miel

Echantillons	La richesse pollinique Dans 5 mg de miel(m±SD)	La richesse pollinique Dans 10 g de miel	Classe
E1	204.5±55	409000	III
E2	28±4	56000	II
E3	734.5±66	1469000	V
E4	61±33	122000	III
E5	190±59	380000	III
E6	58±39	116000	III
E7	595.5±106	1191000	V
E8	52±12	104000	III
E9	20.5±6	41000	II
E10	14±2	28000	II

L'examen des résultats de l'analyse quantitative des pollens montre que les variétés de Bougouss E3 et de Soukahrass E7 sont les plus riches en grains de pollen (Classe V) que les autres variétés de miel. La majorité des variété (E1,E4,E5,E6) sont classées dans la classe III. On observe aussi que la variété d'Annaba E2 est dans la classe II. Les variétés les moins riches en grains de pollen sont les deux variétés importées qui sont dans la classe II.

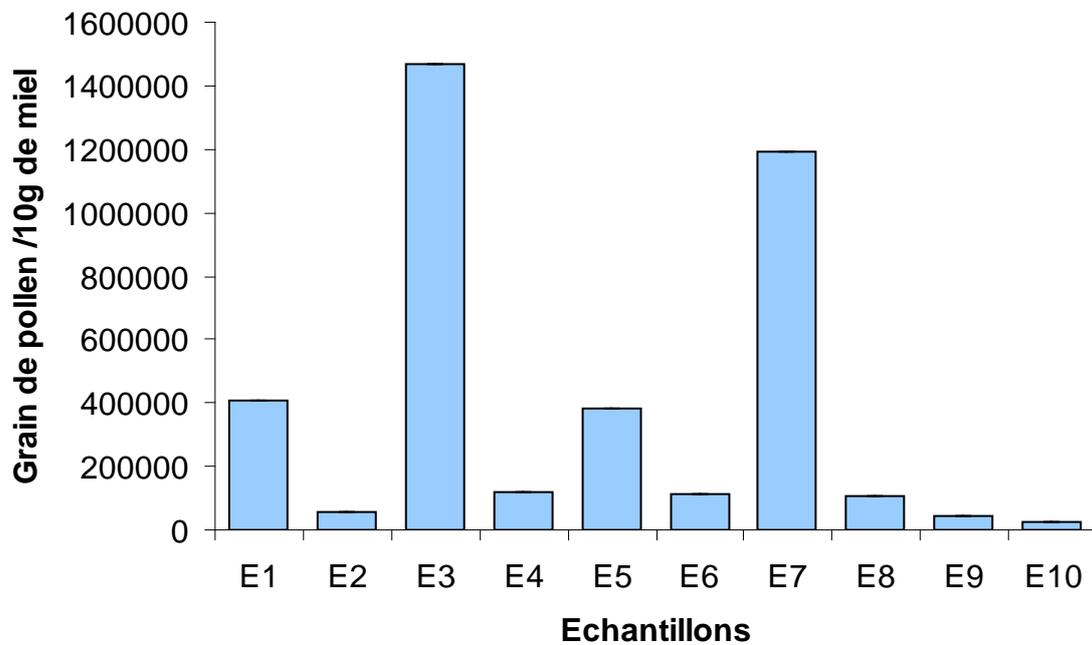


Figure 23: La richesse pollinique dans 10 g de miel de chaque variété

L'analyse statistique de la richesse pollinique des variétés de miels étudiées révèle qu'il existe une différence significative entre toutes les variétés de miel étudiées.

III.10.2. Analyse qualitative des grains de pollen

III.10.2.1 Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Bouteldja E1

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) *Eucalyptus* 51%

Pollens d'accompagnement: (>16•<45%) *Trifolium sp* 23%

Pollens minoritaires: (>3 • <16%) *Hedysarium corornarium* 10%, *Echium* 9%

Pollens très minoritaires ou isolés : (<3%) *Carduus*, *Apiaceæ*, *Asteraceæ* (échinulé), *Mentha spp*, *Arbutus unedo*, *Erica arborea*, *Lavandula stoechas*, X(espèces indéterminés).

Pollens anémophiles ou de plantes réputées non nectarifères : *Quercus*, *Poaceæ*.

Le profil pollinique de la variété de Bouteldja E1 est celui d'un miel de fleurs.

La teneur en pollen d'eucalyptus est assez élevée mais ce miel est toujours représenté comme miel de fleurs.

III.10.2.2. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Annaba E2

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) Néant

P. d'accompagnement: (>16•<45%) *Trifolium sp* 21%, Eucalyptus 17%

Pollens minoritaires: (>3 • <16%) *Echium* 12%, *Hedysarium coronarium* 11%,
Prunus/Pyrus 9%, Fabaceæ 6%, *Carduus* 5%, *Erica arborea* 5%

Pollens très minoritaires ou isolés : (<3%) *Allium spp*, *Apiaceæ*, *Lavandula asphodelus*, *Lavandula stoechas*, *Lamiaceæ*, *Brassicaceæ*, *Taraxacum*, *Euphorbiaceæ*, X(espèces indéterminés).

Pollens anémophiles ou de plantes réputées non nectarifères (% donnés par rapport aux pollens totaux):

Helianthemum, *Olea*, *Quercus*.

Le profil pollinique de la variété d'Annaba est celui d'un miel de fleurs.

III.10.2.3. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Bougouss E3

Amidon: Traces

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Quelques fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) Néant

Pollens d'accompagnement: (>16•<45%) *Hedysarium coronarium* 21%,
Echium 16%

Pollens minoritaires: (>3 • <16%) *Brassicaceæ* 7%, *Trifolium sp* 6%,
Eucalyptus 6%, *Fabaceæ* 5%, *Carduus* 5%, *Asteraceæ*(*liguliflore*) 3%

Pollens très minoritaires ou isolés : (<3%) *Rhamnaceæ*, *Asteraceæ* (échinulé),
Erica arborea, *Prunus/Pyrus*, *Mimosa pudica*, *Lamiaceæ*, *Helianthus*, *Apiaceæ*,
type mimosa bimucromata, *type Arctium*, X(espèces indéterminés).

Le profil pollinique de la variété de Bougouss E3 est celui d'un miel de fleurs

III.10.2.4. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Skikda E4

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) *Eucalyptus* 63%

Pollens d'accompagnement : (>16•<45%) *Hedysarium coronarium* 19%

Pollens minoritaires: (>3 • <16%) *Echium* 9%, *Carduus* 5%

Pollens très minoritaires ou isolés : (<3%) *Acacia spp*, *Trifolium sp*, *asteraceæ (liguliflore)*, *Lavandula stoechas*, X(espèces indéterminés).

Pollens anémophiles ou de plantes réputées non nectarifères (% donnés par rapport aux pollens totaux):

Olea, *Cistus*, *Helianthemum*

Le profil pollinique de la variété de skikda E4 est celui d'un miel de fleurs. Le pollen d'eucalyptus est dominant mais ce miel est toujours représenté un miel de fleurs.

III.10.2.5. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Skikda E5

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Assez nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) Eucalyptus 59%

Pollens d'accompagnement : (>16•<45%) *Trifolium sp* ,*Echium* 20%

Pollens minoritaires: (>3 • <16%) *Hedysarium corornarium* 4%, *Lavandula stoechas* 4%

Pollens très minoritaires ou isolés : (<3%) *Lamiaceæ*, *Mentha*, type *Genista* , , *Erica arborea*, *Carduus*, *Rhamnaceæ*, *Citrus*, *Apiaceæ*, *Acacia spp*, *Fabaceæ*, X(espèces indéterminés).

Pollens anémophiles ou de plantes réputées non nectarifères (% donnés par rapport aux pollens totaux):

Le profil pollinique de la variété de skikda E5 est celui d'un miel de fleurs. Le pollen d'eucalyptus est dominant mais ce miel est toujours représenté un miel de fleurs.

III.10.2.6. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Ain essel E6

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) Néant

Pollens d'accompagnement : (>16•<45%) *Eucalyptus* 44%, *Echium* 17%,

Pollens minoritaires : (>3 •<16%) *Hedysarium coronarium* 6%, *Acacia sp* 5%, *Carduus* 5%, *Erica arborea* 5%, *Lavandula stoechas* 4%

Pollens trèsminoritaires ou isolés: (<3%) *Citrus sp.*, *Apiacea*, *Lavandula asphodelus* *Lamiacea*.

Le profil pollinique de la variété d'Ain Elssel E6 est celui d'un miel de fleurs.

III.10.2.7. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Soukahrass E7

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Assez nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) *Echium* 49%

Pollens d'accompagnement: (>16 • <45%) *Eucalyptus* 25% *Trifolium sp* 20%

Pollens minoritaires: (>3 • <16%) *Hedysarium corornarium* 3%, *Lavandula stoechas* 3%

Pollens très minoritaires ou isolés: (<3%) *Cistus*, *Mentha*, type *Genista*, , *Erica arborea*, *Carduus*, *Rhamnaceæ*, *Citrus*, *Apiaceæ*, *Acacia spp*, *Fabaceæ*, X(espèces indéterminés).

Pollens anémophiles ou de plantes réputées non nectarifères (% donnés par rapport aux pollens totaux):

Le profil pollinique de la variété de Soukaheass E7 est celui d'un miel de fleurs. Le pollen d'*Echium* est dominant mais ce miel est toujours représenté miel de fleurs.

III.10.2.8. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Tebéssa E8

Amidon: Quelques grains

Eléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Eléments divers: Nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) Néant

Pollens d'accompagnement : (>16•<45%) *Trifolium* 38 % *Eucalyptus* 18%,
Rosaceae 17%

Pollens minoritaires: (>3 •<16%) *Convolvulus sp* 10% , *Apiaceæ* 9%, *Echium* 5%, *Mentha spp* 3%, *Lavandula stoechas* 3%

Pollens très minoritaire ou isolés : (<3%) *Citrus sp*, *Carduus*, *Arbutus unedo*,
Erica arborea, *Taraxacum*, *Euphorbiaceae*

Le profil pollinique de la variété de Tebéssa E8 est celui d'un miel de fleurs.

III.10.2.9. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de Arabie Saoudite E9

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants :(>45%) Néant

Pollens d'accompagnement :(>16•<45%) *Rhamnus sp* 35%, *Medicago ssp* 23%

Pollens minoritaires:(>3 •<16%) *Citrus* 16% , *Zyziphus ssp* 15%, *Calendula ssp* 9% , *carduus* 5%,

Pollen très minoritaires ou isolés :(<3%) *Lythrum salicaria* *Lamiaceae*,
Lavandula Stoechas, *Brassicaceae*, *Apiaceae*,

Le profil pollinique de la variété d'Arabie Saoudite E9 est celui d'un miel de fleurs.

III.10.2.10. Analyse qualitative des grains de pollen de la variété de l'Espagne E10

Amidon: Quelques grains

Éléments indicateurs de miellat: Spores, hyphes

Éléments divers: Nombreuses fibres et particules végétales

Pollens dominants: (>45%) Néanr

Pollens d'accompagnement : (>16•<45%) *Echium* 35%, *Thymus* 17%

Pollens minoritaires: (>3 •<16%) *Eucalyptus* 15%, *Trifolium sp* 9%,

Hedysarium corornarium 5%.

, *Carduus sp* 5%, *Genista type* 5%, X (espèces indéterminés).

Pollens très minoritaire ou isolés : (<3%) *Lythrum salicaria* ,

Lavandula asphodelus, *Apiateae*.

Le profil pollinique de la variété d'Espagne E10 est celui d'un miel de fleurs.

L'examen des résultats de l'analyse pollinique qualitative et quantitative montre que les variétés de miel locales sont plus riches en grains de pollens comparativement aux variétés commerciales. En ce qui concerne l'analyse qualitative des pollens, les résultats obtenus révèlent que toutes les variétés étudiées sont d'origine miel de fleurs ce qui concorde avec les résultats de l'étude physico-chimiques obtenus. On note également que les pollens dominants dans la majorité des variétés sont : les pollens de l'Eucalyptus, Trèfle, Vipérine (*Echium sp*) et le Sainfoin d'Espagne (*Hedysarium coronarium*).

L'analyse du pollen du miel (melissopalynologie) est de grande importance pour le contrôle de qualité des miels. Le miel inclut toujours de nombreux grains de pollen (principalement des espèces d'usine forgées par des abeilles de miel) et éléments de miellée (comme des tubes de cire, des algues et des spores fongiques) qui fournissent une bonne empreinte digitale de l'environnement de l'origine du miel (**Behm et col.,1996 ; Terrab et col., 2003**). L'analyse qualitative et quantitative du pollen peut donc être utile pour déterminer l'origine botanique et géographique de miel (**Terrab et col., 2001 ; Szabo ,1988**). Egalement le contenu pollinique de miel défère selon la richesse botanique de la région, les conditions climatiques, la nourriture de l'abeille et les méthodes d'extraction de miel. (**Louveaux ,1989 ;Serra et col., 1993**).

IV. Conclusion et perspectives

Ce travail de recherche réalisé, nous a permis d'étudier certains paramètres physico-chimiques et l'analyse pollinique de quelques variétés de miel cultivées à l'Est Algérien du fait qu'aucun travail de recherche n'a été effectué dans ce sens. Cette analyse physico-chimique a apporté des résultats très intéressants et exploitables dans le domaine agro-alimentaire et la santé. Ainsi, nos miels étudiés ont été comparés aux normes internationales et aux miels importés. L'étude physico-chimique a montré que:

La détermination de la teneur en eau dans les variétés de miel étudiées est importante pour la qualité du miel. Elle nous a permis de connaître les conditions de stockage, la fermentation de miel le climat et les conditions d'extraction et de stockage de miel. Les résultats obtenus montrent que toutes les variétés de miel étudiées contiennent un taux d'humidité inférieur à 18% comparativement à la variété de miel d'Espagne.

La détermination de la conductivité électrique et le contenu des cendres dans les variétés de miel nous a permis de connaître l'origine de miel et le contenu minérale de nectar .Les résultats des conductivités électriques et les teneurs en cendres obtenus révèlent que toutes les variétés de miel étudiées sont des miels de nectar.

La mesure du pH et l'acidité pour toutes les variétés de miel étudiées sont aussi importants pour connaître le type de miel .Les résultats du pH révèlent que les deux variétés de Bougouss et de Bouteldja présentent un pH inférieur à 3.5 .Les valeurs de pH de miel diffèrent selon le type de nectar (par exemple le miel de nectar de trèfle est plus acide que les autres miels.).

La détermination de la teneur en proline 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.

Les résultats de teneur en proline obtenus montrent que la variété d'Espagne présente un taux de proline faible par rapport à les autres variétés de miel.

Les critères de qualité tels que l'hydroxyméthylfurfural (HMF) et l'activité de l'amylase (diastase) sont utilisés pour apprécier les détériorations dues au stockage et à la chaleur. Les résultats obtenus de ces deux paramètres montrent que nos miels locaux sont des miels frais. On enregistre aussi que les variétés locales présentent des taux en HMF très bas et des valeurs d'indice diastasique très élevées par rapport à les variétés importées.

Le spectre de sucres spécifiques nous a permis de connaître l'authenticité du miel et la falsification des sucres. Cependant, les sucres spécifiques du miel sont analysés pour obtenir des renseignements concernant différents aspects de la qualité du miel. Ainsi, le rapport fructose/glucose et la concentration de saccharose sont de bons critères pour différencier les miels monofloraux.

L'analyse pollinique qualitative et quantitative montre que les variétés de miel locales sont plus riches en grains de pollens comparativement aux variétés commerciales. En ce qui concerne l'analyse qualitative des pollens, les résultats obtenus révèlent que toutes les variétés étudiées sont d'origine miel de fleurs ce qui concorde avec les résultats de l'étude physico-chimiques obtenus.

Les différents paramètres étudiés montrent que les variétés locales sont de bonnes qualités par rapport aux miels importés. Les deux variétés provenant de Bougous wilaya El Taref et celle de Soukahrass semblent de meilleures qualités par rapport à toutes les variétés étudiées. Toutes fois la qualité du miel est affectée par différents facteurs dont dépend la qualité :L'origine botanique et géographique, les conditions climatiques de récolte,les conditions et les méthodes d'extraction,les conditions de stockage et de transport,la nourriture de l'abeille et la richesse botanique de la région.

Il convient de poursuivre ces recherches par la détermination de l'activité de l'invertase de miel dans les conditions normales et avec un traitement thermique. A cet effet, la détermination des contaminants de miel tel que les métaux lourds,

les antibiotiques et les pesticides une attention afin de mieux comprendre l'influence de l'environnement sur la qualité de miel.

Résumé

Le miel est un produit largement connu et utilisé dans notre pays. Toutefois, en Algérie le miel est consommé en grande quantité. Ce produit naturel n'est pas soumis à un contrôle de qualité et le consommateur est exposé à des risques de santé. A l'échelle Européenne et Américaine il existe une commission internationale de contrôle de qualité et qui définis les normes de qualité de miel. Dans ce contexte nous nous sommes proposés d'analyser quelques variétés de miels collectées à l'Est algérien ou l'apiculture occupe une place de choix dans l'agriculture et deux variétés importées. Par ailleurs l'Algérie importe chaque année des quantités considérables de miel.

Ce travail de recherche a permis donc d'étudier certaines propriétés physico-chimiques et pollinique (pH, humidité, conductivité, cendres, HMF, protéines, proline, indice diastasique, analyse quantitative et qualitative des sucres par HPLC, analyse quantitative et qualitative des grains de pollens) de chaque variété collectée.

Ainsi, l'étude nous a renseigné sur les paramètres suivants : l'origine du miel, l'activité butinage de l'abeille, la nourriture de l'abeille, la période et la technique d'extraction du miel, la conservation, les conditions de stockage et en fin la fraîcheur du miel. La comparaison de ces différentes variétés par apport aux normes internationales et par apport aux miels commerciaux a permis d'avoir une idée sur la qualité de nos miels cultivés à l'Est algérien.

Mots clés : Miel, qualité du miel, apiculture, melissopalynology, produits abeilles

Summary

Honey is a product largely known and used in our country. However, in Algeria honey is consumed in great quantity. This natural product is not sowing with a quality control and the consumer is exposed at the risks of health. In the Européenne and American scale there is an international commission of quality control and which definite standards of quality of honey. In this context we proposed to analyze some varieties of honey collected in the Algerian East in the bee-keeping occupies a place of choice in agriculture and two imported varieties. In addition Algeria imports each year of the considerable quantities of honey.

This research task thus made it possible to study certain properties physicochemical and pollinic (pH, moisture, conductivity, ashes, HMF, proteins, proline, diastatic index, analyzes quantitative and qualitative sugars by HPLC, analyze quantitative and qualitative grains of pollens) of each collected variety.

Thus, the study informed us about the following parameters: the origin of honey, the butinage activity of the bee, the food of the bee, the period and technique of extraction of honey, conservation, conditions of storage and in end the freshness of honey. The comparison of these various varieties per contribution to the international standards and contribution with commercial honeies allowed having an idea on the quality of our honeies cultivated in the Algerian East.

Key words: Honey, quality of honey, bee-keeping, melissopalynology, produced bees.

الملخص

العسل هو مادة غذائية واسعة الاستعمال في بلادنا, حيث يستهلك بكميات كبيرة في الجزائر. إن هذه المادة لا تخضع لأي إجراءات مراقبة ولهذا فإن المستهلك معرض لعدة أخطار صحية. على الصعيد الأوروبي والأمريكي توجد هناك منظمة عالمية لمراقبة نوعية العسل والتي أصدرت مقاييس عالمية لمراقبة نوعية العسل. وفي هذا الإطار اقترحنا القيام ببعض التحاليل لعينات مختلفة من عسل تم جنيه في الشرق الجزائري. أين تحتل تربية النحل مكانة هامة في الميدان الفلاحي وكذلك عينتين من العسل المستورد. حيث تستورد الجزائر كميات هائلة منه كل سنة.

هذا البحث يسمح لنا بدراسة بعض الخصائص الفيزيوكيميائية وكذا حبوب الطلع HMF, pH, رطوبة, ناقلية الكهربائية, الرماد, بروتين, بروتين و نشاط أنزلم الأميلاز, تحليل كمي و نوعي للسكريات بواسطة كروماتوغرافيا الضغط العالي HPLC وكذا تحليل كمي ونوعي لحبوب الطلع العسل لكل عينة من العينات المدروسة. هذه الدراسة تعرفنا على المعايير التالية:

مصدر العسل, نشاط النحل في جني الرحيق, تغذية النحل, مدة استخلاص العسل, طريقة الحفظ وشروط التخزين وأخيرا إن المقارنة بين مختلف العينات مع المقاييس العالمية وكذا العينات المستوردة يعطينا فكرة على نوعية العسل المحلي.

كلمات مفتاح: melissopalynology, عسل, نوعية العسل, تنحيل, مواد النحل

BIBLIOGRAPHIE

- Abdel-Aal-ESM** ,**Ziena-HM** , **Youssef-Millimètre** .(1995)
Adultération de miel avec le sirop de maïs à haut pourcentage de fructose détection par différentes méthodes. *Nourriture-Chimie*. 48 (2): 209-212.
- Accorti, M., Piazza, M.G. et Persano-Oddo ,L. (1987)**. La conductivité électrique et le contenu en cendres du miel. *Apiacta*. 22: 19-20.
- Angeliki Tsigouri., Maria Passaloglou-Katrali.(2000)**. A scientific note on the characteristics of thyme honey from the Greek island of Kithira. *Apidologie* 31 : 457–458
- AOAC Official Methods of Analysis (1990)**.Acidity of Honey . 19: 962-1033.
- Bachmann, S., Meier ,M ., Kaenzig, A .(1989)**. [5-hydroxymethyl-2-furfural (HMF) en nourritures.] 5-Hydroxymethyl-2-furfural (HMF) dans Lebensmitteln. *Lebensmittelchemie-* .51 (3) : 49-50.
- Badui ,D.S., (1986)** *Química de los alimentos*. Ed. Alhambra,
- Barbier,E ; Claude .,Yolande .P.(1954)**.Origine botanique et caractéristiques physico-chimiques des miels .*Ann.Abeille*.4(1) :51-65.
- Behm ,F., Ohe,K.von-der; Henrich,W.(1996)**.Reliability of pollen analysis in honey.*Deutsche-Lebensmittel-Rundschau*. 92(6): 183-188.
- Bergner, K.G., und Hahn, H.J. (1972)**. Zum Vorkommen und zur Herkunft der freien Aminosäuren in Honig, *Apidologie* 3:5-34
- Bergner, K.G., und Hahn , H.J. (1972)**. Zum Vorkommen und zur Herkunft der freien Aminosäurenin Honig, *Apidologie* 3:5-34
- Bogdanov, S.(1993)**. Liquefaction of honey. *Apiacta* .XXVIII : 4-10.
- Bogdanov, S. (1984)**. Characterization of Antibacterial Substances in Honey, *Lebensm. Wiss. u.Technol*.17: 74-76 .

- Bogdanov, S. (1988).** Bienenvolk und Schadstoffbelastung. Schweiz. Bienenztg.111: 571-575
- Bogdanov, S. (1981).**Bestimmung von Honigprotein mit Coomassie Brilliantblau G 250, Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 72: 411-417
- Bogdanov, S. a., Imdorf, A. v., Kilchenmann, V.(1990).** und I. Gerig, I.: Rückstände von Fluvalinat in Bienenwachs, Futter und Honig. Schweiz. Bienenztg. 113, 130-134 sowie 113, 250-254 (Rückstände von Folbex in Wachs, Futter und Honig)
- Bogdanov, S., und Kilchenmann, V. (1991).** Zink- und Aluminiumrückstände aus Varroagittern. Schweiz. Bienenztg.(114:197-199
- Bogdanov, S., Zimmerli, B. und Erard, M. (1985).** Schwermetalle in Honig. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 77:153-158
- Bogdanov, S. (1999).** International Honey Commission. Honey quality and international regulatory standards: review by the International Honey commission. Bee-World. . 80(2) :61-69.
- Bogdanov, S., Ruof, K., Oddo, L.(2004)** Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys. Apidologie. 35 :4-17 .
- Bogdanov, S.(2003).** miel. Apidologie.23(A) :1-31
- Bogdanov, S., Bieri, K., Figar, M., Figueiredo, Kanzig, A.(1995).** Miel: définition et directives pour l'analyse et l'appréciation. Apic.17:1-17
- Bosi, G. und Battaglini, M. (1978).** Gas chromatographic analysis of free and protein amino acids in some unifloral honeys, J. apic. res. 17: 152-166
- Bosi, G; und Battaglini, M. (1978).** Gas chromatographic analysis of free and protein amino acids in some unifloral honeys, J. apic. res. 17:152-166 .
- Bousseta, A., Collins, S. and Dufour, J.P. (1992).**Characteristic aroma profiles of unifloral honeys obtained with dynamic headspace GC-MS system, J. Apic. Res. 31: 96-109
- Bradfort, M.M.(1976).**Arapid sensitive methode for the quantitation of microgram quantity on proteine utilizing the principe of proteine-dye binding. Anal.biochem .72: 248-254.

- Ough, C.** (1991). Rapid determination of proline in grapes and wines, J.Food Science. 34 228-230 .
- Cano, C.B. (2003)** .Characterization of eucalyptus and citrus monofloral honey in São Paulo State by pollen and physical –chemical analysis. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 62(1): 63 .
- CAROLI, S., FORTE, G., IAMICELI, AL., GALOPPI, B .(1999)** .Determination of essential and potentially toxic trace elements in honey by ICP techniques. Talanta. **50**: 327-336.
- Casuta ,G. (1985).** Der Schweizerische Bienenvater. Fachbuch für Imker. Verlag Sauerländer, Aarau .
- Chataway ,H. D. (1932).**Canadian J. Res. 6, 532-547.
- Cosentino,S., Tuberoso,CIG., Pisano,B., Cherchi,A., Spanedda,L., Palmas,F .(1996).**Influence of different storage conditions on honey quality. Rivista-di-Scienza-dell'Alimentazione. 25 (3): 253-260.
- Cosentino,S ., TUBEROSO,CIG ., Pisano,B ., Cherchi,A .,Spanedda,L ; Palmas,F .(1996).** Influence de différentes conditions de stockage sur la qualité de miel. Rivista-Di-Scienza-dell'Alimentazione .25 (3): 253-260.
- Cotte,F.,Casabianca,H.,Chardon,S.(2004).** Chromatographic analysis of sugars applied to characterisation of honey.Anal Bioanal Chem 380:698-705.
- Crane ,E., Walker, P., und Day ,L.(1984).** Directory of important world honey sources. International Bee Research Association
- Crane ,Eva. (1985).** "El libro de la miel". Marilus Coso. Ed. Breviarios del Fondo de Cultura Económica,
- Culvenor, C.C.J. (1986).** Patterson's curse and toxic alkaloids. Search. Australia .16: 219-223.
- Daharu, P., and Sporns, P. (1985).** Residue levels and sensory evaluation of bee repellent phenol found in honey. Can. Inst. Food Sci. Technol. 18: 63-66
- Davies, A. (1975).** Amino acid analysis of honeys from eleven countries. J. Apicultural research .14: 29-39

- Deifel, A., Gierschner, K., und Vorwohl, G. (1985).** Saccharose im Honig: Saccharose und deren Transglykosidierungsprodukte in natürlichen und Zuckerfütterungshonigen; Dtsch. Lebensm.-Rundsch. 81: 356-362
- Detroy, B.F. (1979).** Elaboración, envase y distribución de la miel. En La Apicultura en los Estados Unidos, S.E. Mc Gregor, editor.
- DIN, Norm. (1990).** Bestimmung der Diastase-Aktivität,
- Donner, L. (1977).** Sugar of honey. A review. J. Sci. Fd. Agric. 28:443-456
- Donner, L., White, J. und Philips, J. (1979).** Gas-liquid chromatographic test for honey adulteration by high fructose corn syrup; J. Assoc. Off. Anal. Chem.62: 186-189
- Echigo, T.E. and Takenaka, T. (1974).** Production of organic acids in honey by honeybees. J. of the Agr. Chem. Soc. of Japan (japanisch). 48: 225-230
- Espinoza Mansilla ,A., Muñoz de la Peña, Salinas, F., Semiautomatic.(1993).** determination of furanic aldehydes in food and pharmaceutical samples by a stopped-flow injection analysis method. J. of the AOAC International. .
- Estupinan,S., Sanjuan,E., Millan,R., Gonzalez-Cortes,M.A .(1993)** Quality parameters for honey “Microbiological, physico-chemical and ageing characteristics”. Alimentaria. 296: 89-94.
- Estupinan,S., Sanjuan,E., Millan,R., Gonzalez-Cortes,M.A .(1998).** Quality parameters of honey: 1. Microbiology, physicochemical characteristics and oldness .Alimentaria.. 296: 89-94.
- F A A .Fédération Algérienne des Associations d'Apiculture 1996.**
<http://www.beekeeping.com/countries/algeria.htm>.
- Garcia,A., Valcarcel,M., Fernandez,M.I., Herrero,C., Latorre,M.J., Mesas,J.M .(1994)** .Effect of industrial processing on the quality of Galician honeys. Industria-Conserve. 69(2); 353-357.
- Ghoshdastidar, N., Chakrabarti ,J. (1992).** Studies on hydroxymethylfurfural formation during storage of honey. J. of Food Science and Technology.29 (6) 399

- Gössinger, H., Hruby, K., Pohl, A., Davogg, S., Sutterlüthi, G. und Mathis, G. (1983).** Vergiftungen mit andromedotoxinhaltigem Honig. Dtsch. med. Wschr. 108: 1555-1558
- Hadorn, H. (1962).** "Über Wärme und Lagerschädigungen von Bienenhonig". Trac. Chim. Alim. Hyg. (Berne). 53 (3) :191-192
- Hadorn, H and K, Zürcher (1972).** Eine einfache kinetische Methode zur Bestimmung der Diastasezahl in Honig. Deutsche Lebensmittel Rundschau 68 :209-216
- Hadorn, H., Zürcher, K., und Doevelaar, F., Über Wärme- und Lagerschädigungen, von. (1962).** Bienenhonig, Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 53:191-229
- Hamman, K., Zehnder, C. und Wald, B. (1990).** Bestimmung von 1,4-Dichlorbenzol in Honig mittels GC. Lebensmittelchem. Gerichtl. Chem. 44:90-91 .
- Han, J.G., Kim, K., Kim, D.Y., Lee, S.K (1985).** The aggregation state of melittin in lipid bilayers: an energy transfer study. Korean-Journal-of-Food-Science-and-Technology. 17(3). 155-162.
- Häusler, M., und Montag, A. (1990).** Minorbestandteile des Honigs mit Aromarelevanz. Dtsch. Lebensm.-Rundsch. 86: 171-174
- Horn, H., und Lüllmann, C. (1992).** Das grosse Honigbuch. Verlag Ehrenwirth. München
- Imán Morales, C. (1990)** ."Evaluación de las principales características del envase ideal para la miel y la influencia del material de éste sobre sus propiedades durante su conservación". Tesis. UADY,.
- Jonathane, W., White, Jr et Orest, N. (1978).** Protein content of united states honeys. Journal of apicultural research .17(2) :89-93.
- Jonathane, W., White, Jr et Orest, N. (1978).** Protein content of honey. Journal of apicultural research .17(4) :234-238.
- Juárez-Salomo, A., Valle-Vega, P. (1995).** Termogeneración de hidroximetilfurfural (HMF) en miel de abeja como parámetro de calidad. .Tecnología de Alimentos.6 :13- 30.

- Kalnins, M., and Detroy, B. (1984).** Effect of Wood preservative treatment of beehives and hive products. *J. Agric. Food Chem.* 32 : 1176-1180
- Karabournioti ,S.,P,Zervalaki. (2001).**Les effets du chauffage sur le HMF et l'invertase du miel .*Apiacta.*36(4) :178-181.
- Kloft ,W.J., und Kunkel ,H. (1985).** Waldtracht und Waldhonig in der Imkerei. Herkunft, Gewinnung und Eigenschaften des Waldhonigs. Verlag Ehrenwirth, München
- Kohlich,A., Krenn,H .(1985).**effect of pH and concentration of sodium dodecyl sulphate. *Mitteilungen-Klosterneuburg-Rebe-und-Wein,-Obstbau-und-Fruchteverwertung.* 35(5) :210-217.
- Komanine ,K., Hahn ,H .(1960)** .Amino acids in honey .*Acta chem .Fenn.*B.33 :185-187.
- Koudounis, M.I.(1962).**The crystallization of honey. Ph. D. Thesis. Athens, University of Athens, Ministry of Agriculture, 88 pp.
- Kubis,I., Ingr,I .(1998)** .Effects inducing changes in hydroxymethylfurfural content in honey . *Czech-Journal-of-Animal-Science.* 43 (8): 379-383.
- KUMP, P., NEâEMER, M., NAJDER, J .(1996).** Determination of trace elements in bee honey, pollen and tissue by total reflection and radioisotope X-ray fluorescence spectrometry. *Spectrochim Acta Part B* **51**: 499-507.
- Lampe, K.F. (1988).** Rhododendrons, mountain laurel and mad honey. *JAMA* 259.
- Lipp ,J. (1994).** Der Honig. Verlag Eugen Ulmer.Stuttgart .792-794
- Lipp, J., Ziegler, H., and Conrady, E. (1988).**Detection of high fructose- and other syrups in honey using high-pressure liquid chromatography; *Z. Lebensm.-Unters. Forsch.* 187: 334-338
- Louveaux ,L.(1985).**Les abeilles et leur élevage.*Opiada* .125-207
- Lyka ,S.(1989).**Les méthodes de la palynologie appliquée a l'étude des papaver ale, these de 1^{er} fascicule,I.NR.S,Montepellier,France ;pp18-25

- Maga, J. (1983).** Honey flavour, *Lebensm. Wiss. u. Technol.* 16 :65-68
- Manikis, I et. Thrasyvoulou .. A (2001).** la relation entre les caractéristiques physiques et chimiques des miels et leurs paramètres de cristallisation. *apiacta* . 36 (2): 106 – 112.
- Mari,L.,Maria,D., Nitev.C., Agust.O.(2003).** 2-Furoylmethyl amino acids and hydroxymethylfurfural indicator of honey quality. *J.Aгри.Food Chem*, 51 :4278-4283.
- Mateo,R.,Bosch-Reig,F.(1998).** Classification of Spanish unifloral honeys by discriminant analysis analysis of electricconductivity, color, water content, sugar and pH. *Journal of Agricultural and food chemistry* 46:393-400.
- Maurizio ,A., Duisberg ,H .(1975).** Der Honig: Herkunft, Gewinnung, Eigenschaften und Untersuchung des Honigs. Ulmer Verlag, Stuttgart.
- Maurizio, A. .(1964).** Das Zuckerbild Blütenreiner Sortenhonige. *Ann Abeille*. 7 : 289-299
- Maurizio,A.(1979).** Microscopy of honey. In :CraneE,ed.Honey.A comprehensive survey.London:Heinemann.240-257.
- MEDA,A, C. E .,LAMIEN, J.,MILLOGO, M ., ROMITO, O., G, NACOULMA1(2005).** Physicochemical Analyses of Burkina Fasan Honey. *ACTA VET. BRNO*. 74: 147-152
- Mendes,E., Proenca,EB., Ferreira,IMPLVO., Ferreira,MA., Bento,LSM .(1997).** Quality evaluation of Portuguese honey. Special issue. Gluportwo - Second International Meeting of the Portuguese Carbohydrate Chemistry Group. Porto. Portugal.21-25 .
- Molan, P. (1992).** The antibacterial activity of honey, *Bee world* 73: 5-28 und 59-76
- Morse, R., Lisk, D.J. (1980).** Elemental analysis of honeys from several nations, *Am. Bee J.Nr.* 7 :522-523
- Narpinder,Singh.,Parminder,Kaur-Bath.(2000).** Relationship between heating and hydroxymethylfurfural formation

in different honey types. *Journal-of-Food-Science-and-Technology,-India*. 35 (2): 154-156.

Petrov ,V.1974). Quantification of amino acids in some Australian honeys.*F.apic.Res*.13(1):61-66.

Petrov, V. (1970). Mineral constituents of some australian honeys as determined by atomic absorption. *J. Apic.Res*. 9: 95-101

Phillips ,E.F.(1929). Some physical peculiarities of honey. *Gleanings in Bee Culture* .57 (9): 570-572.

Piro,R; Capolongo,F; Baggio,A; Guidetti,G; Mutinelli,F.(1996). Honey storage: kinetics of hydroxymethylfurfural production and of the degradation of enzymes (diastase and invertase). *Apicoltore-Moderno*.87 (3) :105-114.

Pourtallier ,J., C, Rognone ., R, Davico.(1990). Une nouvelle technique d'analyse des sucres des miels par chromatographie liquide à haute performance, *L'Abeille de France*. 754: 448-451.

Pourtallier ,J., Taliercio ,Y.(1970) .Les caracteristiques physicochimiques des miels en fonction de leur origine florale. 1. Application à un project pour les grandes variétés de miels. *Bull. Aic. Doc. Sci. Techn. Inf*. 13: 58-68.

Ramírez cervantes ,M.a., s.a, González novelo., Sauri duch .(2000).

Les effets du traitement thermique sur la qualité du miel pendant l'entreposage *Apiacta*. 35 (4):162 - 170

Ricciardelli-d'-Albore,G.(1994). Characterization of honeys from the Veneto region [Italy] by quality and geographical origin. *Annali-della-Facolta-di-Agraria,-Universita-degli-Studi-di-Perugia*. 48: 457-492.

Root, A.I. (1976).ABC y XYZ de la Apicultura. Librería Hachette S.A., Buenos Aires.London.

Rosello-caselle.J,Bergaz-Mareno .,E,Mateu-Andres .,I,Gomez-Ferreras,C.(1996). Espectro polinico de mieles de Labiadas valencianas. *Botanica Macoronesica* .23:155-166.

- Rüegg, M., Blanc, B(1989).** The water activity of honey and related solutions, *Lebensmitt. F.apic.Res.*163-178.
- Russo-Almeida,P.A .(1997).** Some chemical parameters of honey from transmontane Terra Quente .*Apicultor.* 5(16): 29-35.
- Sancho, M.T., Muniategui, S., Huidobro, J.F. and Simal, J. (1992).** Aging of honey. *J. Agric. Food Chem.* 40: 134-138
- Sancho, M.T., Muniategui, S., Sanchez, M.P., Huidobro, J.F. and Simal, J.(1991).** Relationship between electrical conductivity and total and sulphated ash contents in Basque honeys. *Apidologie.*22.487-494
- Schley,P.,und Schultz, B(1987).**Die Kristallisation des Bienenhonigs, *Die Biene.* 5: 245-247
- Schade, J.E., G.L.Marsh and J.E,Eckert .(1958).**Diastase activity and hydroxymethylfurfural in honey and their usefulness in detecting heat adulteration. *Food Research.* 23: 446-463
- Serra-Bonvehi,J.,Ventura-Coll,F.(1993)**
Physico-chemical properties, composition and pollen spectrum of honey produced in Spain.*Zeitschrift-fuer-Lebensmittel-Untersuchung-und-Forschung.*196(6):511-517 .
- Siddique, I.(1970).** The sugars of honey. *Advances in carbohydrate chemistry and biochemistry* .25 :285-309
- Singh ,B., Dean ,G.R., Cantor, S.M. (1948).** The role of 5-(hydroxymethyl)furfural in the discoloration of sugar solutions. *J. Am. Chem. Soc.* 70:507
- Singh,N., Bath,PK .(1997).**Quality evaluation of different types of Indian honey. *Food-Chemistry.* 58 (2) : 129-133.
- Skowronek ,W., Rybak Chmielewska ,H., Szczesna ,T., Pidek, A. (1994).** Study of optimum conditions for slowing down the crystalization of honey. *Pszczelnicze Zeszyty Naukowe.* 38 -75 .
- Stephen ,W.(1945).**The relationship of moisture content and yeast count in honey fermentation.*Scientific agriculture* .26:258-264.

- Stephen, W. (1946).** The relationship of moisture content and yeast count in honey fermentation. *Scientific Agriculture* .26: 258-264
- Surendra Rai JOSHI., Hermann PECHHACKER., Alfons WILLAMb., Werner von der OHE.(2000).** Physico-chemical characteristics of *Apis dorsata*, *A. cerana* and *A. mellifera* honey from Chitwan district, central Nepal. *Apidologie*. 31 : 367–375.
- Swallow ,K. W., N. H, Low . (1994).** Determination of honey authenticity by anion-exchange liquid chromatography *J. AOAC Internat.* 77(3): 695-702
- Szabo, TI., Lefkovitch, LP .(1988).** Pollen analysis of honeys from the northwest of Buenos Aires province (Argentina). *Apidologie*. 19 (3) :259-273.
- Terrab, A., Diez, MJ., Heredia, FJ .(2003).** Palynological, physico-chemical and colour characterization of Moroccan honeys .*International-Journal-of-Food-Science-and-Technology*. 38 (4) :379-386.
- Terrab, A., Valdes, B., Diez, MJ.(2001).** pollen analysis of honeys from north-western Morocco. *Journal-of-Food-Science-and-Technology* 22: 51-58.
- Thrasyvoulou, A., Mankis, J.(1995).** Some physico-chemical and microscopic characteristics of Greek honeys. *Apidologie*. 26:441-452.
- Volva, L., Celechovska, O.(2002).** Activity of enzymes and trace element content in bee honey .*Actz Vet.*71:375-378.
- Von Der Ohe, W., Dustman, J., Von der Ohe, K. (1991).** Prolin als Kriterium der Reife des Honigs, *Dtsch. Lebensm.-Rundsch.* 87 :383-386
- Vorwohl, G. (1964).** Messung der elektrischen Leitfähigkeit des Honigs und der Verwendung der Messwerte zur Sortendiagnose und zum Nachweis von Verfälschungen mit Zuckerfütterungshonig. *Zeitschr. Bienenforsch.* 7 :37-47
- Vorwohl, G.(1964).** Die Beziehungen zwischen der elektrischen leitahigkeit der honige und ihrer trachmassigen Herkunft. *Ann Abeille* 7(4) :301-309.

- Wen,HweiMei., Chern, JiingChuan., Chen,SuHwa., Wen, HM., Chern, JC., Chen, SH.(1995).**Quality survey of commercial honey products. *Journal-of-Food-and-Drug-Analysis*. 3 (4): 295-305.
- Werner VON DER OHE., Livia PERSANO ODDO., Maria Lucia PIANA., Monique MORLOT., Peter MARTIN .(2004).** Harmonized methods of melissopalynology . *Apidologie* 35 :18–25
- White, J., Kushnir, I.(1967).** Composition of honey.VII.Proteins .
- White, J.W (1992)**Quality evaluation of honey: Role of HMF and diastase assays in honey quality evaluation. *American Bee Journal* 132 (11/12):737-742.
- White, J. (1981).**in "Honey"; *Ed. E. Crane: Physical Characteristics of Honey*. Heinemann, Wiss. Technol. 14:1-6
- White,J., Doner, L. (1978).** Mass spectrometric detection of high fructose corn syrup in honey by use of $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ratio; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61: 746-750
- White, J., Siciliano,J. (1980).** Hydroxymethylfurfural and honey adulteration; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63: 7-10
- White, J., Kushnir, I., and Subers, M. (1964).** Effect of storage and processing temperatures on honey quality. *Food Technology*. 18:153-156
- White, J., Subers, M. and Schepartz, A. (1963).**The identification of inhibine, the antibacterial factor in honey, as hydrogen peroxide and its origin in a honey glucose oxidase system; *Biochim. Biophys. Acta* .73: 57-70 .
- White,J. (1981).** Natural honey toxicants. *Bee world* .62: 23-28
- White,JW. (1994)** .The role of HMF and diastase assays in honey quality evaluation. *Bee World* 75(3): 104-117.
- Williams, S. (1984):** Official Methods of Analysis, 14. ed. Arlington AOAC Inc. International Bee Research Association, London .
- Winkler. (1955)** . "Beitrag zum Nachweis und zur Bestimmung von Hydroximethylfurfural in Honig und Kunsthonig". *Lebensm. Unters. und Forsch.* 3 : 102.

Winkler, O. (1955). Beitrag zum Nachweis und zur Bestimmung von Oxymethylfurfural in Honig und Kunsthonig. Z.Lebensm.Unters.Forsch.102 :160-167

YILMAZ, H., YAVUZ, O .(1999). Content of some trace metals in honey from south-eastern Anatolia. Food Chem . 65: 475-476.

Tableau XVI : Analyse quantitative et qualitative des sucres par HPLC de chaque variété de miel

	ulG	urF	érT	mosI	biléM	ccaS	aruT	ffaR	zéléM	tlaM	olrE	F/G	F+G
E1	32.8±1.2	36.9±0.1	ND	0.8±0.2	ND	5.5±0.5	1.5±0.3	ND	ND	2.2±0.2	1±0.2	1.13±0.03	69.7±1.3
E2	28.1±2	41.2±0.8	ND	1.4±0.6	ND	2.8±0.2	3.4±0.4	0.2±0.02	ND	3.3±0.2	1±0.3	1.47±0.028	69.3±2.8
E3	32.3±2	41.5±0.5	ND	1.8±0.1	ND	1.9±0.1	2.5±0.5	0.4±0.1	ND	1.5±0.5	0.1±0.01	1.28±0.095	73.8±1.5
E4	37.8±1.2	37.3±0.7	ND	0.9±0.1	ND	1.9±0.2	2.9±0.1	0.1±0.01	ND	2.5±0.3	0.5±0.3	0.99±0.01	75.1±1.9
E5	35±0.5	40.4±0.6	ND	1±0.3	ND	2±0.5	1.3±0.3	Traces	ND	2.4±0.4	0.3±0.1	1.15±0.03	75.4±0.1

La suite du **Tableau XVI** : Analyse quantitative et qualitative des sucres par HPLC de chaque variété de miel

	ulG	urF	érT	mosI	biléM	ccaS	aruT	ffaR	zéléM	tlaM	olrE	F/G	F+G
E6	31±1.5	38.8±1	ND	1.6±0.4	ND	2.2±0.4	1.8±0.2	0.3±0.1	ND	2.4±0.2	0.8±0.1	1.25±0.02	69.8±2.5
E7	31±0.2	40.8±0.2	ND	1.2±0.2	ND	3.4±0.2	2.2±0.6	0.4±0.05	ND	1.4±0.4	0.3±0.05	1.31±0.01	71.8±0.00
E8	30.8±1.2	39.8±0.6	ND	1.1±0.1	ND	1.8±0.2	2.8±0.2	0.4±0.03	ND	2.3±0.3	0.2±0.02	1.29±0.03	70.6±1.8
E9	34.2±2	38.8±0.2	ND	1.1±0.2	ND	3.9±0.6	2.2±0.2	0.2±0.02	ND	2.8±0.2	0.3±0.05	1.13±0.0173	73±2.2
E10	30.8±0.2	40.5±0.5	ND	1.2±0.3	ND	4.3±0.3	1.2±0.2	Traces	ND	2.4±0.4	0.3±0.03	1.31±0.01	71.3±0.7

Tableau XVII: Tableau des standards pour la détermination de teneur en humidité

Water Content,	Refractive Index	Water Content	Refractive Index
g/100 g	20°C	g/100 g	20°C
13.0	1.5044	19.0	1.4890
13.2	1.5038	19.2	1.4885
13.4	1.5033	19.4	1.4880
13.6	1.5028	19.6	1.4875
13.8	1.5023	19.8	1.4870
14.0	1.5018	20.0	1.4865
14.2	1.5012	20.2	1.4860
14.4	1.5007	20.4	1.4855
14.6	1.5002	20.6	1.4850
14.8	1.4997	20.8	1.4845
15.0	1.4992	21.0	1.4840
15.2	1.4987	21.2	1.4835
15.4	1.4982	21.4	1.4830
15.6	1.4976	21.6	1.4825
15.8	1.4971	21.8	1.4820
16.0	1.4966	22.0	1.4815
16.2	1.4961	22.2	1.4810
16.4	1.4956	22.4	1.4805
16.6	1.4951	22.6	1.4800
16.8	1.4946	22.8	1.4795
17.0	1.4940	23.0	1.4790
17.2	1.4935	23.2	1.4785
17.4	1.4930	23.4	1.4780
17.6	1.4925	23.6	1.4775
17.8	1.4920	23.8	1.4770
18.0	1.4915	24.0	1.4765
18.2	1.4910	24.2	1.4760
18.4	1.4905	24.4	1.4755
18.6	1.4900	24.6	1.4750
18.8	1.4895	24.8	1.4745
		25.0	1.4740

Mesure de la teneur en HMF (Hydroxyméthylfurfural)

Solution de paratoluidine

Dissoudre 10.0 g de p-toluidine dans 50 ml de 2-propanol en chauffant doucement sur un bain d'eau. La solution est transférée avec quelques ml de 2-propanol dans une fiole de 100 ml et on ajoute 10 ml de l'acide acétique glacé. Après refroidissement à la température ambiante, on complète au volume par le 2-propanol. La solution est conservée dans l'obscurité pendant au moins 24 heures avant l'utilisation.

Solution acide barbiturique

Dans une fiole de 100 ml on pèse 500 mg de l'acide barbiturique puis 70 ml d'eau distillée sont ajoutés. Le flacon est fermé bien et le chauffé doucement sur un bain Marie. Refroidir à la température ambiante et on complète au volume avec de l'eau.

Solution 1 : on ajoute 15 g de hexacyanoferrate (II) de potassium ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$) dans l'eau et faites jusqu'à 100 ml

Solution 2: on ajoute 30 g d'acétate de zinc ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) dans l'eau et l'ensemble est dilué à 100 ml avec de l'eau.

La préparation de la solution d'essai

10g de miel dissoudre en environ 20 ml d'eau et quantitativement le mélange est transféré dans une fiole jaugée de 50 ml. On ajoute 1 ml de la solution 1, après l'agitation 1 ml de la solution 2 est ajoutée. La solution est mélangée une fois de plus et la diluée au volume avec de l'eau. La solution est filtrée à l'aide du papier filtre. On jette les 10 premiers ml du filtrat.

Détermination

A l'aide d'une pipette 2.0 ml de la solution témoin sont ajoutés à chacun de deux tubes et 5.0ml de la solution de p-toluidine sont additionnés à tous les deux. Plus 1.0 ml de l'eau à un tube (valeur blanche) et 1.0 ml de solution acide barbiturique à l'autre avec agitation douce. L'absorbance de l'échantillon est mesurée par rapport au blanc, en utilisant des cuves de 1cm à longueur d'onde de 550nm.

Mesure de la teneur en proline

Préparation de la solution référence de proline

On prépare une solution de proline contenant 40mg/50ml. 1ml de la solution mère est dilué à 25ml avec de l'eau pour donner une solution contenant 0.8mg/25ml.

Préparation de la solution d'essai

On pèse 5g de miel dans un bêcher et les dissoudre en 50 ml d'eau, la solution est transférée quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml. Le mélange est Dilué au volume avec de l'eau et la solution est homogénéisée bien.

Détermination

A l'aide d'une micropipette 0.5 ml de la solution d'échantillon sont ajoutés dans un tube et 0.5 ml de l'eau (essai blanc) dans un deuxième tube et 0.5 ml de solution de référence de proline dans un troisième tubes. 1ml d'acide formique et 1ml de solution de ninhydrine à chaque tube sont ajoutés. Les tubes sont bien fermés et on agite pendant 15 minutes. Les tubes sont placés sur un bain d'eau bouillant pendant 15 minutes. Les Transfère à un bain d'eau à 70 C pendant 10 minutes. 5ml de 2-propanol sont ajoutés à chaque tube et on ferme les tubes immédiatement. Refroidir les tubes sous l'eau courante et l'absorbance est déterminé après 45 minutes à 510 nm.

Mesure de l'indice diastasique (l'activité α-D-glucosidase –amylase) Préparation de la solution de chlorure de sodium

Dans une fiole jugée de 100 ml dissoudre 2.9 g du chlorure de sodium dans l'eau et les dilués à 100 ml.

Préparation de la solution tampon d'acétate

Dissoudre 43.5g d'acétate de sodium ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans l'eau, le pH de la solution à été ajusté sur 5.3 avec environ de 5 ml d'acide acétique glacé et l'ensemble est dilué à 250 ml avec de l'eau.

Préparation de solution d'amidon

Pèse dans une fiole de 100 ml la quantité d'amidon qui est équivalente à 2.000 g d'amidon anhydre. 90 ml de l'eau sont ajoutés et on mélange bien la solution. La suspension est apportée rapidement à l'ébullition, et la bouillir doucement pendant 3 minutes. Refroidir rapidement à la température ambiante dans l'eau courante, faites jusqu'au volume avec de l'eau. La solution est mélangée bien.

NB : La solution doit être faite le jour de l'utilisation.

Préparation de solution d'iode

Dissoudre 11.0 g d'iode et 22.0 g d'iodure de potassium en 30 à 40 ml de l'eau et le mélange est dilué à 500 ml. La solution peut être gardée pendant une année dans une bouteille fermée et foncée.

Préparation de solution d'iode diluée

Dissoudre 20.0 g d'iodure de potassium dans l'eau, 2 ml de solution d'iode sont ajoutés et l'ensemble est dilué à 500 ml. Cette solution diluée d'iode doit être faite le jour de l'utilisation et devrait être protégée contre l'air.

Préparation d'échantillon d'essai

On pèse 10.0 g de miel dans un bêcher et dissoudre le miel complètement en 15 ml de l'eau et 5 ml de solution tampon d'acétate sont ajoutés sans chauffage. La solution est transférée quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml contenant 3 ml de la solution de chlorure de sodium et le volume est ajusté au trait de jauge avec de l'eau.

Le calibrage de la solution d'amidon

Ce procédé est effectué pour déterminer la quantité de l'eau qui doit être ajoutée au mélange de la réaction de sorte que la gamme d'absorbance de la solution d'amidon d'iode soit de 0.745 à 0.770.

On pipette dans 6 tubes à essai appropriés 20, 21, 22, 23, 24 et 25 ml de l'eau et 5 ml de solution diluée d'iode.

On commence par le premier tube à essai, 0.5 ml d'un mélange contenant 10 ml de l'eau et 5 ml de solution d'amidon est additionné, l'ensemble est mélangé bien par l'agitateur et immédiatement l'absorbance à 660 nm est lue contre un blanc de l'eau.

On procède de la même manière aux autres tubes à essai, jusqu'à l'obtention d'une absorbance dans la gamme 0.770 à 0.745. La quantité de l'eau déterminée de cette façon est la dilution standard pour chaque détermination effectuée avec la solution d'amidon.

Détermination

On ajoute 10 ml de solution de miel dans une fiole de 50 ml et la fiole est placée dans un bain d'eau 40°C avec un deuxième flacon contenant environ 10 ml de solution d'amidon. Après 15 minutes, on ajoute 5 ml de la solution d'amidon dans la solution de miel, la solution est bien mélangée et après 5 minutes, on enlève une parties aliquotes

de 0.5 ml et on ajoute rapidement à 5 ml de solution diluée d'iode la quantité de l'eau, (comme déterminé dans le calibrage de la solution d'amidon)est additionnée et immédiatement l'absorbance est lu chaque 5 min pendant 15 min de chaque solution séparée à 660 nm contre un blanc de l'eau .

Analyse qualitative et quantitative des sucres Par HPLC

Préparation d'éluant solution B

On ajoute dans une fiole jaugée de 1L contienne 1/2 L d'eau ultra-pure 16 ml de la solution d'hydroxyde de sodium par pipette graduée, après refroidissement on complète au trait de jauge avec l'eau ultra-pure; et la solution est bien mélangée.

Préparation des solutions standard

On pèse exactement la masse correspondante du premier sucre (voir le tableau5 ci-dessous) et on ajoute la quantité dans un bêcher de 25 ml avec quelques millilitres d'eau ultra- pure. On transfère quantitativement dans une fiole de 100 ml. On répète l'opération avec les autres sucres, on complète au trait de jauge avec l'eau ultra-pure, les solutions standard sont devisées dans des tubes de 5 ml et les tubes sont placés dans congélateur.

Tableau XIX : La composition des solutions standard

SUCRES	La masse (mg)	SUCRES	La masse (mg)
Tréhalose	13,0	Turanose	21,2
Glucose	34,5	Mélézitose	13,9
Fructose	41,3	Raffinose	14,4
Isomaltose	13,2	Maltose	11,2
Saccharose	23,8	Erlose	8,4

Calibrage

On pipete 1 ml de la solution étalon avec une seringue. Le filtre de 0.02 μ est inséré et puis l'injection de la solution dans la boucle du chromatographe.

Composition de gradient d'élution

-Solution A: (L'eau ultra-pure) 45%

-Solution B:55%

Ecoulement : 0.5 ml/min pendant 16 minutes, puis écoulement de gradient à +0.1 ml/min pendant 5 minutes, puis 1 ml/min pour 16 min.

Les conditions de détecteur

Tableau XX : les conditions de détecteur

Potentiel d'oxydation	E1 = +0.18 V	t1 = 300 ms
Potentiel de nettoyage	E2 = +1.00 V	t2 = 240 ms
Potentiel de réduction (désorption des produits oxydes)	E3 = -0.95 V	t3 = 300 ms

Préparation et analyse des échantillons

On pèse exactement 200mg de miel, on ajoute la quantité dans un bêcher de 25 ml avec quelques millilitres d'eau ultra- pure .On transfère le mélange quantitativement dans une fiole de 100 ml,le complète au trait de jauge avec l'eau ultra-pure, puis la solution est bien mélangée .On Pipete 1 ml de solution avec la seringue. Le filtre de 0.02µl est inséré et puis l'injection de la solution dans la boucle du chromatographe aux mêmes conditions que les solutions standard.