

République Algérienne Démocratique et  
Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et  
la Recherche Scientifique  
Ecole Nationale Supérieure Vétérinaire  
Rabie BOUCHAMA

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
المدرسة الوطنية العليا للبيطرة  
ربيع بوشامة



## THESE

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat Es-Sciences  
En Sciences Vétérinaires

### Thème :

**Caractérisation des paramètres physicochimiques et  
Melissopalynologiques des miels algériens en comparaison avec les  
miels d'importation et proposition de critères de qualité pour leur  
labellisation**

Présentée par : **Mme DAHMANI ISSIAKHEM Kheira**

Soutenue le : 24 Janvier 2022.

Les membres du jury :

<b>Président</b>	HAMDI TAHA Mossadek	Professeur	ENSV
<b>Rapporteur</b>	BENDEDOUCHE Badis	Professeur	ENSV
<b>Examineurs</b>	MOHAMMEDI Dahmane	Professeur	ENSV
	BENCHABANE Othmane	Professeur	ENSA
	DJAZOULI Zahreddine	Professeur	ESSAIA
	HOUICHER Abderrahmane	Professeur	Université de Laghouat

Année universitaire : 2021/2022

## **REMERCIEMENTS**

*Ce travail a été réalisé sous la direction du Professeur BENDEDDOUCHE Badis. Sa grande expérience et ses précieux conseils m'ont toujours guidée et encouragée tout au long de ma thèse. Je veux le remercier aussi pour la disponibilité qu'il m'a toujours réservée malgré ses accaparantes responsabilités. Je le remercie, enfin de s'être soucié, comme il l'a fait, de mon devenir et pour la confiance qu'il m'a toujours accordée. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde reconnaissance.*

*Je tiens à remercier tout particulièrement la professeure Maria Theresa SANCHO ORTIS de m'avoir accueillie au sein de l'unité miel du laboratoire de nutrition et de bromatologie de l'université de Burgos et de m'avoir guidée par son expérience et ses compétences.*

*J'adresse également mes remerciements aux membres du jury,*

*- Le Professeur HAMDI TAHA Mossadek d'avoir bien voulu nous faire l'honneur de présider le jury. Qu'il trouve ici l'expression de mes sentiments les plus respectueux.*

*- Le professeur MOHAMMEDI Dahmane ; Le professeur DJAZOULI Zahreddine ; Le professeur BENCHABANE Othmane ; ainsi que Le professeur HOUICHER Abderrahmane pour l'attention qu'ils ont bien voulu apporter à ce travail en acceptant de participer au jury. Je suis très heureuse de bénéficier de leurs observations et je tiens à leur exprimer ma sincère gratitude pour cette marque d'intérêt.*

*Un grand merci au Dr Jinane HOUDAIB et au Dr Amina ZOUAMBI pour leurs grandes qualités scientifiques et leurs conseils éclairés. Qu'elles trouvent ici ma reconnaissance et mon amitié.*

*Je suis également reconnaissante au Dr Ramila GUENDEZ pour la supervision des analyses sensorielles et au Dr Hanene ZOUAIDIA pour l'interprétation des données climatiques.*

*Merci à mes parents, ma reconnaissance envers eux est indescriptible,*

*Merci à mon mari, son accompagnement et ses encouragements ont été décisifs,*

*Merci à mes enfants, leur présence seule, justifie tous ces efforts,*

*À ma famille et mes amies pour m'avoir toujours soutenue et encouragée durant cette thèse.*

## **Préliminaires à la rédaction de la thèse :**

Entre mythes populaires, traditions, convictions religieuses, expériences empiriques, connaissances scientifiques, tout un chacun trouve dans son histoire personnelle une raison pour apprécier le miel.

Il y a de cela près de trente ans mon père nouvellement retraité s'est mis à l'apiculture, à cette époque, je ne connaissais du miel que sa couleur ambrée et son goût suave, lorsque je l'étais cristallisé et crémeux, parce que c'est ainsi que je le préférais, sur une tartine de pain. Depuis, j'ai vu à quel point obtenir ce précieux produit demandait du travail, du temps, de la passion.

Quelques années plus tard, le professeur Bendeddouche me proposa de travailler sur la qualité du miel pour mon mémoire de magistère, et c'est tout naturellement que j'ai accepté. Mais pour la thèse de doctorat lorsque nous avons réfléchi à reprendre le travail sur le miel, après quelques déboires sur lesquels je ne reviendrai pas ici, j'ai compris que c'était mon destin d'approfondir mes connaissances sur ce sujet et que c'était une excellente opportunité qui s'offrait à moi.

Plus tard je me trouvais devant les étals d'un super marché de la capitale, lorsque j'ai surpris la discussion de deux hommes d'un certain âge, l'un expliquait à l'autre que le miel du Canada, qui était en grande quantité sur les présentoirs, était extraordinaire et incroyablement efficace contre la toux, ce dernier me voyant scruter, comme j'ai pris l'habitude de le faire l'étiquette d'un miel, m'a conseillé ce miel d'importation, j'ai répondu que pour ma part je préférais les miels locaux ; mais je me suis rendu compte à ce moment là que même si mon travail jusque là m'avait permis d'avoir une certaine confiance dans le miel algérien, rien ne me permettait de préjuger de la bonne ou mauvaise qualité des miels d'importation et c'est là que l'idée de comparer de manière empirique et scientifique entre les miels locaux et ceux importés prenait tout son sens. Ce travail devait apporter un éclairage scientifique à des convictions plus ou moins subjectives que chacun pouvait avoir selon sa propre expérience sur ce produit.

Au cours de ce cheminement, j'ai dû d'abord me former pour pouvoir atteindre mes objectifs, les différents stages que j'ai passé au niveau de l'ITELV pour apprendre les rudiments des analyses physicochimiques, ensuite au CRAPC pour m'initier à l'étude melissopalynologique et enfin au laboratoire de nutrition et de bromatologie de l'université de Burgos pour apprendre différentes méthodes permettant d'analyser un miel ont été des étapes essentielles.

Les différentes rencontres que j'ai pu faire, m'ont aidé à trouver ma route dans le dédale tortueux de la recherche scientifique apicole et ses différents aspects.

# SOMMAIRE

## Remerciements

## Liste des tableaux

## Liste des figures

## Liste des abréviations

## Introduction générale

<b>1.1</b>	<b>Généralités</b>	<b>5</b>
1.1.1	Définition du miel	5
1.1.2	Historique	5
<b>1.2</b>	<b>Situation mondiale du commerce du miel</b>	<b>6</b>
1.2.1	Production et Commerce du miel en Algérie	8
<b>1.3</b>	<b>La production mellifère par l'abeille</b>	<b>10</b>
1.3.1	L'abeille mellifère	10
1.3.2	Le nectar	12
1.3.3	Le miellat	13
1.3.4	Collecte du nectar et du miellat par l'abeille	13
1.3.5	Transformation du nectar et du miellat en miel	13
<b>1.4</b>	<b>Production du miel</b>	<b>14</b>
1.4.1	Récolte et extraction du miel à l'échelle artisanale	14
1.4.2	Procédé industriel de production du miel	14
1.4.3	La conservation du miel	17
<b>1.5</b>	<b>Composition chimique du miel</b>	<b>18</b>
1.5.1	L'eau	18
1.5.2	Les glucides	19
1.5.3	Le 5-hydroxy-2-méthyl- Furfural (HMF)	20
1.5.4	Les acides	20
1.5.5	Les Protides	21
1.5.6	Les Enzymes	21
1.5.7	Les sels minéraux	22
1.5.8	Les vitamines	22
1.5.9	Les composés phénoliques et les substances aromatiques	22
<b>1.6</b>	<b>Propriétés du miel</b>	<b>25</b>
1.6.1	Propriétés physiques	25
1.6.1.1	La couleur	25
1.6.1.2	La densité	25
1.6.1.3	La viscosité	25
1.6.1.4	Indice de réfraction	25
1.6.2	Propriétés organoleptiques	26

1.6.3	Propriétés thérapeutiques	27
<b>1.7</b>	<b>Les différents types de miel</b>	<b>29</b>
1.7.1	Les miels monofloraux	29
1.7.2	Les miels polyfloraux	29
1.7.3	Les Miels de Miellat	29
<b>1.8</b>	<b>La qualité du miel</b>	<b>30</b>
1.8.1	Fraudes, surveillance et moyens de contrôle	30
1.8.2	Résidus de pesticides	34
1.8.3	Miels toxiques	34
1.8.4	Authenticité	34
<b>1.9</b>	<b>Labellisation des miels</b>	<b>36</b>
<b>2.</b>	<b>PARTIE EXPERIMENTALE</b>	<b>42</b>
<b>2.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>42</b>
<b>2.2</b>	<b>Protocole expérimental</b>	<b>43</b>
<b>2.3</b>	<b>Evaluation de la qualité des miels algériens sur la base des paramètres légaux de qualité et influence du bioclimat</b>	<b>44</b>
2.3.1	Introduction	44
2.3.2	Objectifs	44
2.3.3	Matériels et méthodes	44
2.3.3.1	Échantillons de miel	44
2.3.3.2	Méthodes	45
2.3.3.2.1	Traitement des échantillons	45
2.3.3.2.2	Conductivité électrique (CE)	46
2.3.3.2.3	Taux d'humidité et degré Brix :	46
2.3.3.2.4	pH	47
2.3.3.2.5	Acidité libre	48
2.3.3.2.6	Teneur en Hydroxy –méthyle- furfural	48
2.3.3.3	Analyses statistiques	50
2.3.4	Résultats et discussion	50
2.3.4.1	Conductivité électrique (CE)	51
2.3.4.2	Taux d'humidité	53
2.3.4.3	La valeur du degré Brix (Brix°)	54
2.3.4.4	Le pH	54
2.3.4.5	L'Acidité libre	55
2.3.4.6	L'Hydroxyméthylfurfural (HMF)	55
2.3.5	Analyse statistique montrant l'influence de l'origine climatique sur la qualité du miel	56
2.3.6	Conclusion	57
<b>2.4</b>	<b>Etude comparative de la qualité des miels locaux et importés commercialisés en Algérie</b>	<b>58</b>
2.4.1	Introduction	58
2.4.2	Objectifs	58
2.4.3	Matériels et méthodes	59

2.4.3.1	Echantillons de miel.	59
2.4.3.2	Méthodes	60
2.4.3.2.1	L'activité diastasique (échelle de SCHADE)	60
2.4.3.2.2	L'activité de l'invertase (U/kg)	62
2.4.3.2.3	La phosphatase acide (U/kg)	63
2.4.3.2.4	La proline	65
2.4.3.2.5	Les caroténoïdes	66
2.4.3.2.6	L'activité anti-oxydante TEAC (Trolox equivalent antioxidant capacity)	66
2.4.3.2.7	Taux de phénols totaux, flavonoides totaux, O-Diphénols	68
2.4.3.3	Analyses statistiques	70
2.4.4	Résultats et discussion	70
2.4.5	Conclusion :	78
<b>2.5</b>	<b>Analyse melissopalynologique</b>	<b>79</b>
2.5.1	Introduction	79
2.5.2	Objectif	79
2.5.3	Matériels et méthode	79
2.5.3.1	Echantillons	79
2.5.3.2	Appareillage et réactifs	80
2.5.3.3	Méthode	80
2.5.3.3.1	Analyse pollinique qualitative	80
2.5.3.3.2	Analyse pollinique quantitative	82
2.5.4	Résultats et discussion	84
2.5.4.1	Analyse pollinique qualitative	84
2.5.4.2	Analyse pollinique quantitative	95
2.5.5	Conclusion	98
<b>2.6</b>	<b>Etude de l'activité antibactérienne des miels</b>	<b>99</b>
2.6.1	Introduction	99
2.6.2	Objectifs	99
2.6.3	Matériels et méthode	99
2.6.3.1	Echantillons	99
2.6.3.2	Matériel biologique, appareillage et réactifs	100
2.6.3.3	Méthode	100
2.6.3.3.1	Intérêt	100
2.6.3.3.2	Principe	100
2.6.3.3.3	Mode opératoire :	100
2.6.3.3.4	Lecture et interprétation des résultats	101
2.6.4	Résultats et discussion	102
2.6.5	Analyse de corrélation entre les diamètres d'inhibition et les paramètres physicochimiques	108
2.6.6	Conclusion	110
<b>2.7</b>	<b>Recherche d'adultération Par le test RapidRAW</b>	<b>111</b>
2.7.1	Introduction	111
2.7.2	Objectif	112
2.7.3	Matériels et méthode	112
2.7.3.1	Echantillons	112
2.7.3.2	Appareillage et réactifs	112
2.7.3.3	Méthode	113

2.7.3.3.1	Intérêt	113
2.7.3.3.2	Principe	113
2.7.3.3.3	Mode opératoire (Nor Azfa Johari <i>et al.</i> , 2019)	113
2.7.3.3.4	Lecture et interprétation des résultats	114
2.7.4	Résultats et discussion	114
2.7.5	Conclusion	118
<b>2.8</b>	<b>Proposition d'un cahier des charges pour la labellisation du miel d'euphorbe</b>	<b>119</b>
2.8.1	Introduction	119
2.8.2	Méthodes	120
2.8.2.1	Rédaction du cahier des charges	120
2.8.2.2	Analyses polliniques :	120
2.8.2.3	Analyses physico-chimiques	120
2.8.2.4	Analyses sensorielles	120
2.8.3	Résultats et discussion	121
2.8.3.1	Analyses polliniques :	121
2.8.3.2	Caractéristiques physicochimiques	122
2.8.3.3	Analyses sensorielles	123
2.8.3.4	Les données climatiques :	123
3.2.	Caractéristiques physico chimiques	127
3.3.	Caractéristiques méliissopalynologiques	127
	Pollens dominants :	127
	Pollens d'accompagnements.	128
3.4.	Caractéristiques organoleptiques :	129
2.8.4	Conclusion	135
<b>3.</b>	<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES</b>	<b>137</b>
<b>3.1</b>	<b>Recommandations</b>	<b>138</b>

## LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau 1: Classement des 15 plus grands pays exportateurs de miel en 2016</i>	8
<i>Tableau 2: Critères de qualité des miels selon le Codex Alimentarius</i>	19
<i>Tableau 3: Les principaux nutriments présents dans le miel</i>	24
<i>Tableau 4: Liste non exhaustive des propriétés fonctionnelles et thérapeutiques citées dans la littérature</i>	28
<i>Tableau 5: Pourcentage minimal de pollen requis pour la caractérisation des miels monofloraux conformément à la législation de cinq pays européens</i>	35
<i>Tableau 6: Répartition des échantillons de miel selon l'origine géographique et la classification climatique</i>	44
<i>Tableau 7: Dilution des solutions témoin et de référence</i>	50
<i>Tableau 8: Récapitulatif des résultats expérimentaux classés par groupe climatique</i>	51
<i>Tableau 9: Origine botanique et géographique des échantillons de miels locaux et d'importation</i>	59
<i>Tableau 10: Quantité de réactifs pour le traçage de la courbe d'étalonnage du 4-Nitrophenol</i>	64
<i>Tableau 11: concentration de Trolox pour le traçage de la courbe d'étalonnage</i>	67
<i>Tableau 12: Récapitulatif des résultats expérimentaux</i>	71
<i>Tableau 13: Pourcentage des échantillons de miel ne respectant pas la réglementation internationale</i>	73
<i>Tableau 14: Classification des pollens retrouvés dans les miels par catégorie et appellation botanique déterminées</i>	93
<i>Tableau 15: Différentes catégories d'inhibition observées sur les disques imprégnés de miel</i>	101
<i>Tableau 16: Les diamètres d'inhibition des antibiotiques utilisés</i>	102
<i>Tableau 17 : Détermination de l'activité antibactérienne des miels selon l'origine géographique</i>	104
<i>Tableau 18: Détermination de l'activité antibactérienne des miels selon l'origine florale</i>	104
<i>Tableau 19: Tableau des corrélations entre variables (activité antibactérienne et activité enzymatique)</i>	108
<i>Tableau 20: Profils de réaction de référence</i>	114
<i>Tableau 21: Les types polliniques retrouvés dans les miels d'Euphorbe d'El Bayadh classés par dominance</i>	121
<i>Tableau 22: Les valeurs du taux d'humidité et d'HMF dans notre étude et dans la littérature</i>	123
<i>Tableau 23: Précipitations mensuelles moyennes (P) de la région d'El Bayadh pour la période d'étude 2016-2017</i>	124
<i>Tableau 24 : Températures moyennes mensuelles pour la période 2016-2017</i>	124
<i>Tableau 25: Les indicateurs permettant la traçabilité</i>	132

## LISTE DES FIGURES

<i>Figure 1: Homme préhistorique cueillant du miel</i> .....	6
<i>Figure 2: Le chasseur de miel</i> .....	6
<i>Figure 3: Augmentation des importations et exportations du miel entre les pays de l'est et les pays des Amériques</i> ..	7
<i>Figure 4: Nombre de ruches et quantité de miel (Kg) produit /km2</i> .....	7
<i>Figure 5: Classement des 15 plus grands pays exportateurs de miel en 2016</i> .....	8
<i>Figure 6: Répartition de la production de miel en Algérie, en tonnes par wilaya</i> .....	9
<i>Figure 7: Evolution de la production du miel en Algérie</i> .....	10
<i>Figure 8: Répartition géographique du genre Apis mellifera</i> .....	11
<i>Figure 9: Dans l'ordre, les différents "métiers" d'une ouvrière au cours de sa vie</i> .....	12
<i>Figure 10: Throphallaxie, le nectar est transmis d'une abeille à l'autre avant d'être stocké</i> .....	13
<i>Figure 11: Procédé de production industrielle du miel</i> .....	15
<i>Figure 12: Système pour la déshydratation du miel</i> . .....	16
<i>Figure 13: Miel d'eucalyptus conservé pendant 24 mois à température ambiante et à l'abri de la lumière</i> .....	18
<i>Figure 14: Formation d'HMF à partir d'une molécule de glucose</i> .....	20
<i>Figure 15: Structure de base des acides phénoliques</i> .....	23
<i>Figure 16: Structure générale des flavonoïdes</i> .....	24
<i>Figure 17: Roue des arômes des miels</i> .....	27
<i>Figure 18: LC-IRMS pour la détection de l'adultération du miel</i> . .....	33
<i>Figure 19: Chromatogrammes LC-ELSD de miel authentique et adultéré</i> .....	33
<i>Figure 20: Schéma de la procédure de reconnaissance des indications géographiques (IG) et des appellations d'origine (AO)</i> .....	40
<i>Figure 21: Schéma représentant le protocole expérimental</i> , .....	43
<i>Figure 22: Carte représentant la distribution des échantillons de miels algériens selon leur origine géographique</i>	45
<i>Figure 23: Diagramme en boîtes caractérisant les paramètres étudiés basés sur l'origine climatique</i> .....	52
<i>Figure 24: Graphe ACP des paramètres des miels sur les premier et deuxième composants principaux</i> .....	57
<i>Figure 25: Dispersion des échantillons en fonction du HMF et de l'humidité selon l'origine climatique</i> .....	57
<i>Figure 26: Analyse des principaux composants de la conductivité électrique, humidité, degrés Brix, acide libre, 3 proline, diastase, phosphatase acide, caroténoïde total et TPC (extrait de miel)</i> .....	78
<i>Figure 27: Fréquence (en pourcentage) des taxons des pollens dans les miels algériens des régions humides et subhumides</i> .....	85
<i>Figure 28: Représentation des taxons de pollens selon leur classe de dominance dans les miels des régions humides et subhumides</i> .....	86
<i>Figure 29: Fréquence des taxons des pollens dans les miels algériens des régions arides et semi arides</i> .....	87
<i>Figure 30: Représentation des taxons de pollens selon leur classe de dominance dans les miels des régions arides et semi-arides</i> .....	88
<i>Figure 31: Fréquence des taxons des pollens dans les miels d'importation</i> .....	89

<i>Figure 32: Représentation des taxons de pollens selon leur classe de dominance dans les miels importés.</i>	90
<i>Figure 33: Classification des échantillons des miels algériens et importés selon la densité pollinique.</i>	96
<i>Figure 34: Mise en place des disques de l'antibiogramme et observation des diamètres d'inhibition après 24h d'incubation</i>	101
<i>Figure 35: Cercle de corrélation des variables</i>	109
<i>Figure 36: Graphe des individus (ACP).</i>	110
<i>Figure 37: Réactif R1 solution saline physiologique et le réactif RapidRAW R2 ( a ) ; le prototype RapidRAW (b).</i>	113
<i>Figure 38: Profils obtenus de quelques échantillons de miel après test au Rapid RAW.</i>	116
<i>Figure 39: Profil de l'échantillon 48 probablement adulteré au sirop artificiel.</i>	116
<i>Figure 40: Profil de l'échantillon 82 (sirop de sucre).</i>	117
<i>Figure 41: Schéma de la molécule de <math>\beta</math>-D- glucopyranose montrant la fonction hémiacétal.</i>	117
<i>Figure 42: Diagramme ombrothermique de BAGNOULS et GAUSSEN pour la région d'EL Bayadh</i>	125
<i>Figure 43: Situation de la station d'étude dans le Climagramme d'Emberger</i>	126
<i>Figure 44: Photos montrant la couleur et l'aspect du Miel d'Euphorbe d'EL Bayadh</i>	127
<i>Figure 45: Illustrations représentant Euphorbia bupleuroides</i>	128
<i>Figure 46: Situation géographique de la wilaya d'EL Bayadh.</i>	130

## **LISTE DES ANNEXES**

<b>Annexe I</b> : Tableau des données climatiques.....	159
<b>Annexe II</b> : Table de CHATAWAY.....	160
<b>Annexe III</b> : Résultats détaillés des analyses physicochimiques (Partie 1)....	161
<b>Annexe IV</b> : Courbes d'étalonnage.....	163
<b>Annexe V</b> : Tableau représentant les taxons de pollen selon leurs classes de fréquence.....	167
<b>Annexe VI</b> : Photos de quelques pollens identifiés par la méliissopalynologie	172
<b>Annexe VII</b> : Résultats de l'analyse pollinique quantitative.....	173
<b>Annexe VIII</b> : Le questionnaire d'analyse sensorielle .....	176

## LISTE DES ABREVIATIONS

A	Absorbance
ACP	Analyse en composantes principales
Amp	Ampicilline
ANOVA	analyse de variance
AOC	Appellation d'origine contrôlée
AOP	Appellation d'origine protégée
CDC	cahier des charges
CE	Conductivité électrique
CNL	Commission nationale de labellisation
CODEX	Codex alimentarius
Ctx	Céfotaxime
DLUO	Date limite d'utilisation optimale
EA-IRMS	Analyse élémentaire par Spectrométrie de Masse à Rapport isotopique
FAO	Food and Agriculture Organization of the united nations
Gent	Gentamicine
HMF	5-hydroxy-2-méthyl- Furfural
ID	Indice de diastase
IGP	Indication géographique protégée
IHC	Commission internationale du miel d'Apimondia
IR	Indice de réfraction
ITELV	Institut Technique des Élevages
LC-ELSD	Chromatographie liquide avec détecteur de diffusion de lumière par évaporation
LMR	Limite Maximale de Résidus
MADR	Ministère de l'agriculture et du développement rural
mEq	milliequivalent
mS.cm-1	milli Siemens par centimètre
OJEC	Official Journal of the European Communities
RMN	Résonance Magnétique Nucléaire
TCC	Teneur totale en caroténoïdes
TEAC	Trolox equivalent antioxidant capacity
TFC	Teneur totale en flavonoïdes
TPC	Composés phénoliques totaux
U / kg	Unité par Kilogramme
UFC	Unité formant colonie

## Introduction générale

Dès la préhistoire, le miel produit par les abeilles a été récolté par l'homme de façon artisanale essentiellement pour son goût sucré, pour ses propriétés nutritives et plus tard pour ses vertus thérapeutiques. Aujourd'hui, l'apiculteur s'efforce d'obtenir de ses abeilles un produit de qualité et en quantité suffisante.

La demande mondiale croissante du miel contraste avec la stagnation ou la diminution partielle des volumes de production dans le monde en raison du changement climatique (Elflein, 2015), de l'effondrement des colonies d'abeilles par l'utilisation agricole des pesticides et l'industrialisation croissante globale (Long, 2017). Cette tension est à l'origine de la profusion sur le marché international de miels de qualité douteuse, parfois frelatés c'est-à-dire mélangés avec des sirops de sucre moins chers (Elflein, 2015; Garcia, 2016).

Actuellement, le miel est perçu par le grand public comme un aliment naturel, et bénéfique pour la santé. Cette image d'un miel guérisseur persiste malgré quelques cas anecdotiques d'allergie ou d'intoxication (Lequet, 2010).

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

De nombreux facteurs influencent les propriétés de base du miel, notamment les espèces végétales fournissant le nectar, les espèces d'abeilles, la zone géographique, les conditions de récolte et les variations climatiques (Bogdanov, 2017; Machado De-Melo et al., 2018).

La qualité et la composition du miel sont également affectées par de nombreux autres facteurs, tels que la suralimentation d'abeilles avec du saccharose, la récolte avant maturité, les conditions de conservation, et l'adultération avec des sirops de sucre (Siddiqui et al., 2017).

L'évaluation de la qualité du miel est généralement basée sur des spécifications législatives. En plus des paramètres inclus dans les réglementations internationales (Thrasylvoulou et al., 2018), les enzymes invertase et phosphatase acide, ainsi que l'acide aminé proline, sont des paramètres d'authentification intéressants (Alonso-Torre et al., 2006; Bogdanov, 2017). Des composés phénoliques, des caroténoïdes et d'autres constituants contribuent à la capacité antioxydante du miel (Jose M Alvarez-Suarez, 2010; Rodríguez-Flores, Escuredo, et Seijo 2016; Piszcz et Głód, 2019).

De nombreuses investigations ont été menées à travers le monde relevant les caractéristiques de miels très différents. (Sporns, Plhak, et Friedrich, 1992; Bonvehi et Coll, 1993; Persano Oddo et al., 1995; Al-Khalifa et Al-Arif, 1999; Joshi et al., 2000; Terrab et al., 2004; Oroian 2012; Pasini et al., 2013; Kivrak, Kivrak, et Karababa, 2016; Oroian, Ropciuc, et Paduret 2018; Bettar et al., 2019). D'autres études ont tenté de démontrer avec succès l'effet thérapeutique, telle que celle menée par Awan et al., (2014) et qui a conclu que le miel pouvait être utilisé comme source intéressante de composés bioactifs susceptibles de traiter les infections bactériennes pathogènes (Awan, Ali, et Andleeb 2014), et d'autres ont attribué au miel divers effets bénéfiques pour la santé (Zaid et al., 2010; 2010; Mohd Effendy et al., 2012; Hadagali et Chua, 2014; José Miguel Alvarez-Suarez et al., 2016).

D'autres études ont tenté de caractériser les miels et de les classer en fonction de leur origine, en se basant à la fois sur la détermination des composés volatils et des paramètres physico-chimiques (Ulloa et al., 2013; Badeka, et al., 2014; Oroian et al., 2015; I. K. Karabagias, Guelpa et al., 2017; Oroian et Ropciuc, 2017).

Quelques recherches ont été réalisées sur le miel algérien et globalement, toutes ont démontré qu'il était conforme aux exigences réglementaires internationales (Ouchemoukh et *al.*, 2007; Chefrour et *al.*, 2009; Makhloufi et *al.*, 2010; Draiaia 2014; Mekious et *al.*, 2015; Draiaia et *al.*, 2015; Rebiai et Lanez, 2015b).

Une étude a été menée sur quelques échantillons de miels d'importation et a relevé que certains miels analysés ne répondaient pas aux normes de qualité (Haderbache et Mohammedi, 2015).

En Algérie, lorsque l'on veut acheter du miel, plusieurs possibilités s'offrent à nous, les foires et expositions dédiées au miel et aux produits de la ruche d'une manière générale, où des apiculteurs professionnels exposent et commercialisent leurs productions, les magasins et grandes surfaces où l'on trouve surtout des miels d'importation, en ligne à travers des sites web, ou bien par l'acquisition directe auprès d'apiculteurs professionnels ou amateurs.

Dans tous les cas, sommes nous certains d'avoir un produit de qualité ?, sommes nous sûrs que le miel acheté n'est pas adulteré, que même s'il était à la base de qualité, le miel a été conservé de manière à préserver ses propriétés organoleptiques, nutritionnelles voire thérapeutiques ; que savons nous des allégations santé largement mises en avant par certains vendeurs de miels, chacun d'eux vantant le miel de telle ou telle région assurant qu'il était le « meilleur », déclinant une longue liste de bienfaits. Certains consommateurs, sont tentés de consommer du miel d'importation, l'emballage est plus soigné, les étiquettes plus alléchantes, mais que vaut-il vraiment ? Est-il seulement contrôlé avant sa mise sur le marché algérien ?

Pour répondre à ces questions, nous avons opté pour une chronologie d'étapes à suivre jugées cohérentes et à même de nous permettre d'atteindre les objectifs fixés. Pour cela, nous avons entamé ce travail par une synthèse des connaissances scientifiques dans la littérature sur ce sujet. Dans un premier temps nous donnerons un aperçu de l'importance commerciale du miel au niveau international et local, ensuite seront présentées les étapes qui permettent la transformation du nectar en miel et nous passerons en revue les procédés de fabrication artisanale et industrielle du miel. Nous procéderons à la description du miel, sa composition, ses caractéristiques physicochimiques organoleptiques, et thérapeutiques. Ensuite nous aborderons les aspects réglementaires et normatifs liés à la qualité, l'authenticité et les fraudes en identifiant les méthodes analytiques existantes permettant le contrôle de la qualité du miel et la détection d'éventuelles adultérations.

Toujours en respectant la chronologie des étapes préalablement choisies nous déclinons notre travail expérimental qui a commencé par l'évaluation de la qualité des miels algériens nous basant sur les paramètres réglementaires internationaux (Codex, 2001; OJEC, 2002), les miels examinés venant de différentes régions du nord de l'Algérie jusqu'aux régions steppiques. Nous nous sommes ainsi intéressés à l'effet que pourrait avoir le climat sur la qualité des miels.

Ensuite nous avons voulu savoir s'il y avait des variations qualitatives entre les miels locaux et ceux importés, pour cela une série d'expérimentation a été réalisée touchant divers aspects analytiques, les paramètres physicochimiques de qualité, l'activité enzymatique, ainsi que le pouvoir antioxydant dont les *o*-phenol généralement décrits dans la propolis (Huang et *al.*, 2014; Draghi et Fernandes 2017) et qui ont été recherchés à notre connaissance pour la première fois dans les miels algériens .

Aussi, nous avons recherché d'éventuelles adultérations par ajout de sirop de sucre en utilisant une technique innovante développée par des chercheurs du laboratoire de biotechnologie de l'institut du génome , université de Selangor en Malaisie (Nor Azfa Johari et *al.*, 2019).

Les miels étant généralement choisis et préférés par les consommateurs en fonction de l'origine florale déclarée par les apiculteurs et les négociants, nous avons contrôlé par des techniques mellissopalynologiques l'origine botanique des miels analysés.

D'un autre coté nous nous sommes intéressés aux allégations santé largement véhiculées par les apiculteurs et nous avons voulu confirmer si l'effet antibactérien était réel, s'il variait d'un miel algérien à un autre et surtout entre les miels locaux et ceux d'importations.

Enfin une dernière partie se veut être une ébauche de proposition d'un cahier des charges des miels d'Euphorbe de la région d'EL Bayadh qui sera mis à la disposition des associations professionnelles d'apiculteurs pour la valorisation de leur produit et leur fournir aussi les moyens nécessaires à l'obtention d'un label de qualité.

# PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

## 1.1 Généralités

### 1.1.1 Définition du miel

Le mot « miel » est issu du latin mel, mellis qui signifie « miel » et « douceur » (Lequet, 2010). La commission du Codex alimentarius le définit ainsi : « *Le miel est la substance sucrée produite par les abeilles mellifiques à partir du nectar des fleurs ou des sécrétions provenant de parties vivantes de plantes, ou se trouvant sur elles, qu'elles butinent, transforment, combinent avec des matières spécifiques et emmagasinent dans les rayons de la ruche.* » (Codex, 2001).

Les miels produits par des espèces autres que de l'abeille domestique telles que *Apis cerana* et *Apis dorsata*, ou encore par les abeilles mélipones, seront obligatoirement identifiés autrement, leur composition en sucres étant très différente (Joshi et al., 2000).

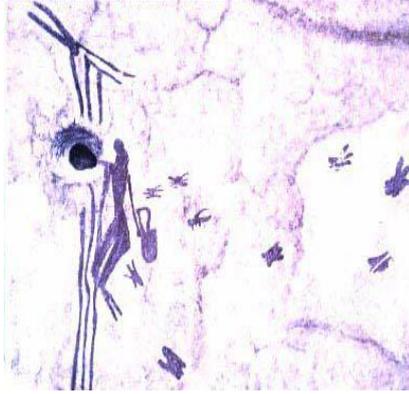
Les miels peuvent être classés, selon l'origine de la matière première végétale, en deux catégories : les miels de fleurs ou miels de nectar et les miels de miellat (OJEC, 2002). La dénomination « miel de fleurs » ou « miel de nectar » signifie que le miel est obtenu à partir du nectar ; sécrétion aqueuse, sucrée et aromatique produite par des glandes nectarifères situées généralement sur les de plantes dites mellifères (Codex, 2001).

Le miellat est un produit « obtenu essentiellement à partir des excréments laissés sur les parties vivantes des plantes par des insectes suceurs (hémiptères) ou à partir des sécrétions provenant de parties vivantes de plantes » (OJEC, 2002). La fabrication du miel de miellat par l'abeille implique l'intervention d'un insecte producteur de miellat tel que les pucerons ou les cochenilles. Celui-ci pique le végétal pour prélever la sève élaborée riche en protéines et rejette des matières sucrées - miellat - qui sont recueillies par les abeilles pour la fabrication du miel (Yin, 2014).

### 1.1.2 Historique

L'histoire du miel et de l'homme a commencé à l'âge de pierre. Dès 7000 avant JC les humains ont consommé le miel trouvé dans les nids d'abeilles sauvages. Pour atteindre ce précieux liquide, l'homme, au péril de sa vie escalade littéralement des montagnes, cette pratique est encore observée aujourd'hui dans certaines régions (figures 1 et 2). L'homme a exploité les capacités de l'abeille *Apis mellifera* L. à produire du miel, ce qui a permis le développement d'une véritable domestication de l'abeille à partir du XVIIIe siècle en Europe (Universalis, s.d).

L'apiculture est définie comme étant l'art d'élever les abeilles en vue, principalement, de la récolte du miel mais aussi de l'exploitation d'autres produits, tel que la gelée royale et la propolis (Universalis, s.d). L'apiculteur installe les abeilles dans des ruches regroupées dans un même endroit et constitue le rucher. L'apiculture est pratiquée aussi bien par des apiculteurs professionnels que par des amateurs.



**Figure 1:** Homme préhistorique cueillant du miel  
Une peinture rupestre faite 6000 avant JC,  
Cueva de la Arana, près de Valence, Espagne  
(Bogdanov, 2017)



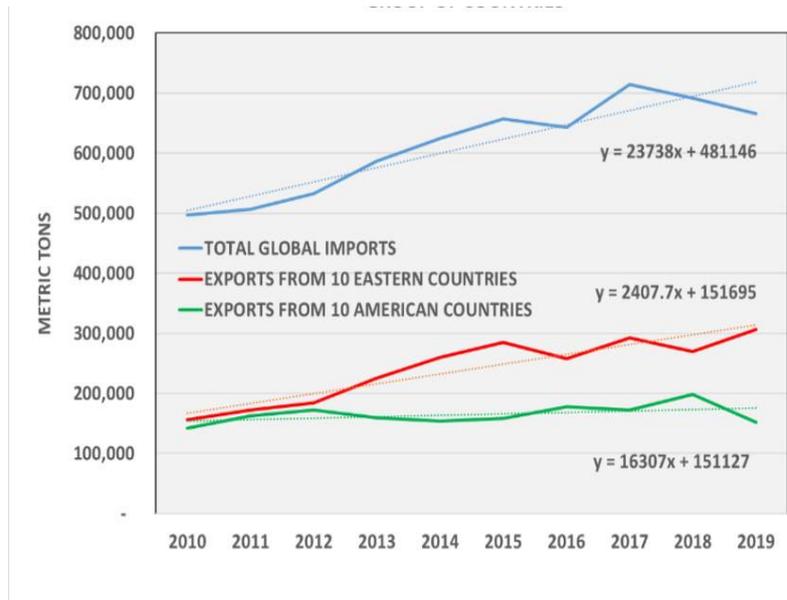
**Figure 2:** Le chasseur de miel  
Mohammed Salem Guwas al-Kathery grimpe  
un éperon rocheux pour collecter des ruches  
naturelles incrustées dans la falaise de Wadi  
Sheer, une zone montagneuse du Dhofar  
d'Oman (Castelier et Muller, 2019)

## 1.2 Situation mondiale du commerce du miel

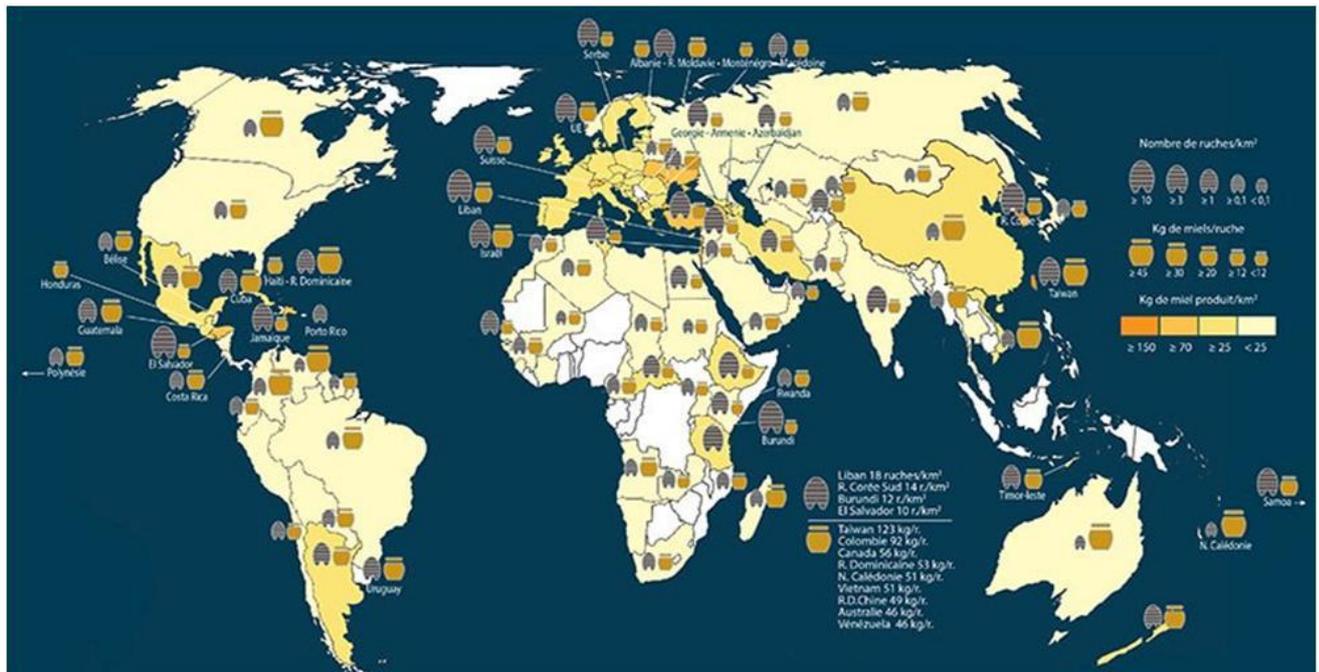
La production et le commerce de miel sont une activité mondialisée. Au cours de la dernière décennie, les importations de miel ont augmenté d'environ 34%, passant de 497 270 tonnes en 2010 à 665 306 tonnes en 2019 (Apimondia, 2020) (figure 3). Il convient toutefois de noter que cette croissance peut être quelque peu surestimée et n'est pas forcément liée à une augmentation de la consommation des pays importateurs car certains pays se sont mis à importer du miel, puis à le réexporter comme localement produit. Les autorités judiciaires américaines ont découvert des désignations frauduleuses de pays d'origine, au cours desquelles du miel chinois a été commercialisé à travers une trentaine de pays différents (García, 2018).

Les densités de ruches les plus élevées sont enregistrées en Europe et au Moyen-Orient avec un pic de 18 ruches par km<sup>2</sup> au Liban. En Asie, La Corée du Sud arrive en tête avec 14 ruches au km<sup>2</sup>. D'après la FAO, l'Afrique héberge 25% de la population mondiale de ruches estimée à 57 millions de ruches. Elle participe pour 12% à la production mondiale de miel (Kanouté, 2012).

La côte Est africaine semble être la plus favorisée. Cependant, les données statistiques sont rarement exactes et sous-estiment souvent la situation dans de nombreux pays. En outre, beaucoup n'ont pas communiqué leurs statistiques à la FAO (Bruneau et Malfait, 2016) (Figure 4).

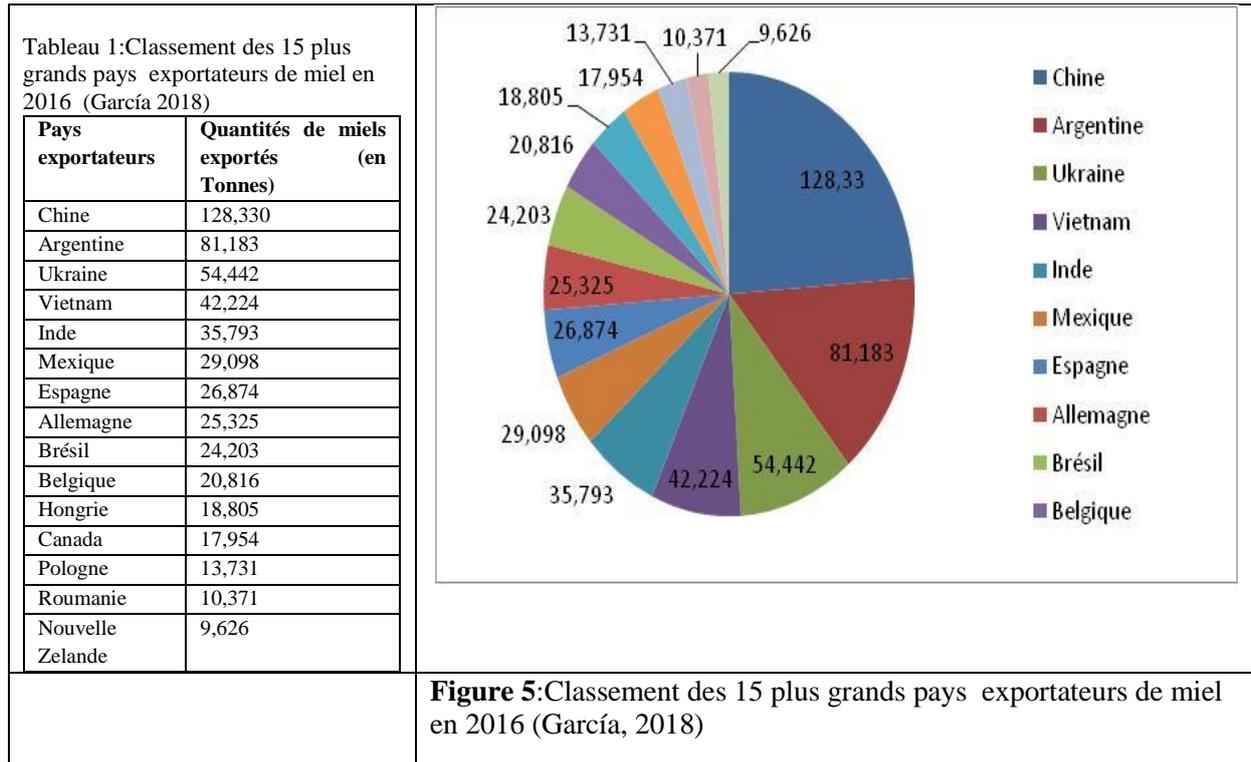


**Figure 3:** Augmentation des importations et exportations du miel entre les pays de l'est et les pays des Amériques (Apimondia, 2020).



**Figure 4:** Nombre de ruches et quantité de miel (Kg) produit /km2 (Bruneau et Malfait, 2016).

Les sept principaux exportateurs de miel en provenance d'Asie sont la Chine, l'Inde, le Vietnam, la Thaïlande, Taiwan et la Turquie et les sept principaux pays exportateurs de miel en provenance des Amériques sont l'Argentine, le Mexique, le Brésil, le Canada, l'Uruguay, le Chili et Cuba (García, 2018). (Tableau 1, figure 5).



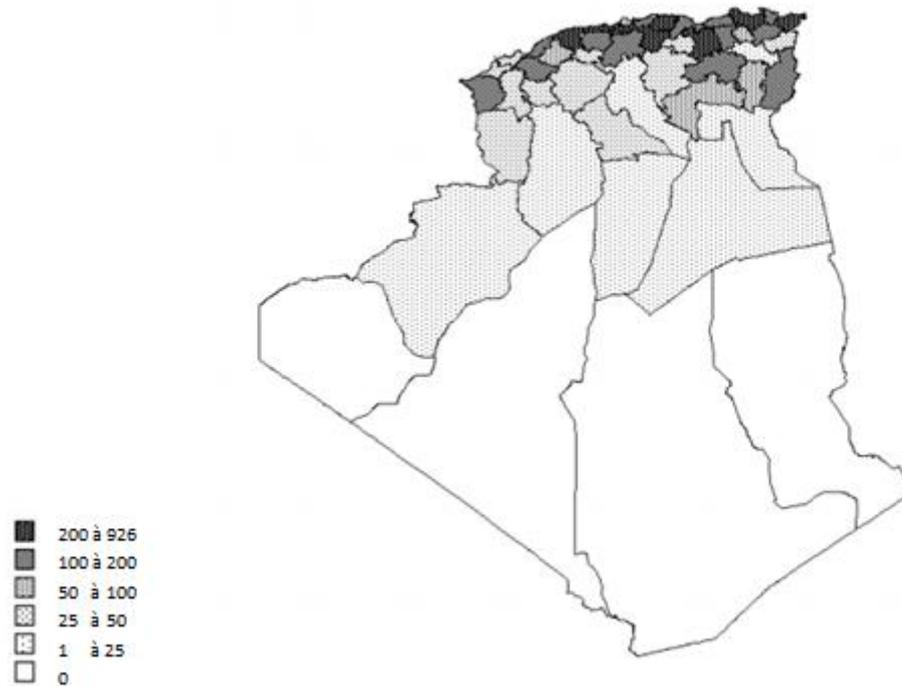
Il semble y avoir un excès anormal de miels issu des pays producteurs traditionnels, ce qui a causé une baisse du prix du miel sur le marché international. Plusieurs causes possibles ont été proposées pour expliquer ce phénomène : une augmentation du nombre de ruches dans le monde entier, une baisse de la demande mondiale du produit, (Garcia, 2016) ou une fraude à grande échelle par dilution ou par adultération des miels (avec des sirops bon marché) au départ de certains pays exportateurs. Nous reviendrons plus longuement sur ce point particulier plus loin (*paragraphe 1-7-1 Fraudes*).

La forte augmentation des exportations de miel de qualité douteuse de certains pays de l'Est a causé des pertes de plusieurs millions de dollars pour les pays exportateurs de miel notamment ceux des Amériques. Malheureusement cette hausse des exportations n'a eu aucune répercussion sur les prix au détail. Les consommateurs, continuent à payer le miel au même prix, alors qu'on aurait dû remarquer une tendance baissière (Phipps, 2020).

La consommation de miel par habitant et par an est plus élevée dans certains pays d'Europe centrale, par exemple L'Autriche, l'Allemagne et la Suisse, où la consommation annuelle par habitant dépasse un kilogramme (FAO, 2003).

### 1.2.1 Production et Commerce du miel en Algérie

L'Algérie est un pays à potentiel mellifère important avec un climat doux et adapté à la vie apicole. En effet, à l'exception des régions désertiques du sud, l'apiculture est largement pratiquée dans les régions montagneuses, dans les plaines du littoral, et dans les plaines intérieures. Par ailleurs la pratique largement répandue de la transhumance, contribue également au maintien de la production, les apiculteurs s'orientant vers les zones les plus favorables en fonction des aléas climatiques. Cependant, à l'échelle des wilayas, des variations importantes peuvent être observées (figure 6) (Bocquet, 2019).



**Figure 6:** Répartition de la production de miel en Algérie, en tonnes par wilaya (Bocquet, 2019)

Entre amateurs et professionnels, il existerait près de 40 000 apiculteurs, mais ce chiffre est probablement en deçà de la réalité puisque bon nombre d'apiculteurs opèrent dans l'informel (Izeboudjene, 2016).

Comparativement aux pays occidentaux et asiatiques, la consommation par habitant en Algérie est assez faible la moyenne actuelle est estimée à 200g /an (Behidj, 2011). Ce qui nous paraît déjà important au regard du prix du miel qui oscille entre 3000 et 10000 DA le Kg et n'est donc pas à la portée du consommateur algérien moyen.

Abdelkader Bouazghi, ancien ministre de l'agriculture, a déclaré que l'Algérie importait en 2018 près de 13 000 quintaux (Isikioune, 2020). La production elle, a enregistré, selon les statistiques officielles publiées par le ministère de l'agriculture et du développement rural algérien une forte hausse, passant de près de 25 000 quintaux en moyenne entre 2000 et 2009 à plus de 57 000 qx en moyenne entre 2010 et 2017 (figure 7), soit une évolution de + 128%. (MADR, 2018).

Il existe un certain décalage entre le constat, positif, dressé par les instances officielles, et la situation réelle dans laquelle se débattent les apiculteurs sur le terrain.

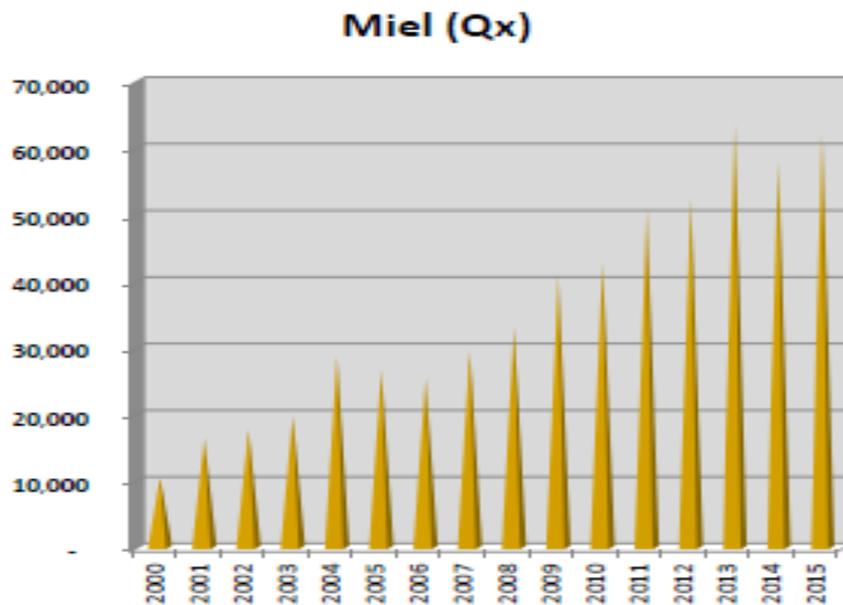
En effet, la fédération d'apiculteurs algériens relève le fait que l'existence de 1,5 million de ruches, chiffre avancé par le ministère de l'agriculture, implique théoriquement une production nationale de pas moins de 15 000 tonnes de miel par saison si le rendement retenu est à son seuil qui est de 10kg/ruche. Alors que la production annuelle effective n'est que de 4 000 tonnes.

Les bilans établis annuellement sur la filière sont biaisés, pas faciles à vérifier dès lors, que la production du miel relève des circuits informels dans la majeure partie des cas. Dans plusieurs régions du pays, l'apiculture est exercée dans le cadre typiquement familial et

traditionnel, ce qui permet aux ménages des zones rurales de s'assurer une seconde source de revenus mais rend difficile la tâche des spécialistes en la matière pour expertiser et analyser le potentiel national apicole (Allal, 2014).

Les contraintes qui pourraient expliquer la faiblesse de production mellifère en Algérie sont les suivantes (Izeboudjene, 2016) :

- L'absence de carte mellifère pour l'optimisation des ressources mellifères et le renforcement du potentiel productif
- La transhumance qui bien que de plus en plus pratiquée reste limitée et mal organisée
- Un marché de miel peu structuré et confronté à la concurrence déloyale des miels d'importation
- Le manque de sensibilisation et de coordination entre agriculteurs et apiculteurs quant à l'importance du rôle de l'abeille comme agent pollinisateur
- Les risques de maladies et de traitements phytosanitaires sur les abeilles et les produits apicoles
- Le manque de laboratoires d'analyse de miels accrédités
- Une législation inexistante.



**Figure 7:** Evolution de la production du miel en Algérie (Izeboudjene, 2016)

### 1.3 La production mellifère par l'abeille

#### 1.3.1 L'abeille mellifère

L'abeille est un insecte arthropode, de l'ordre des hyménoptères famille des apidés. Les abeilles se répartissent en deux grandes catégories, les abeilles sociales et les abeilles solitaires la plus connue des abeilles sociales est l'abeille domestique dite abeille noire ou *Apis mellifera* (Paterson, 2008).

Plusieurs autres espèces produisent du miel notamment de petites abeilles sans dard.

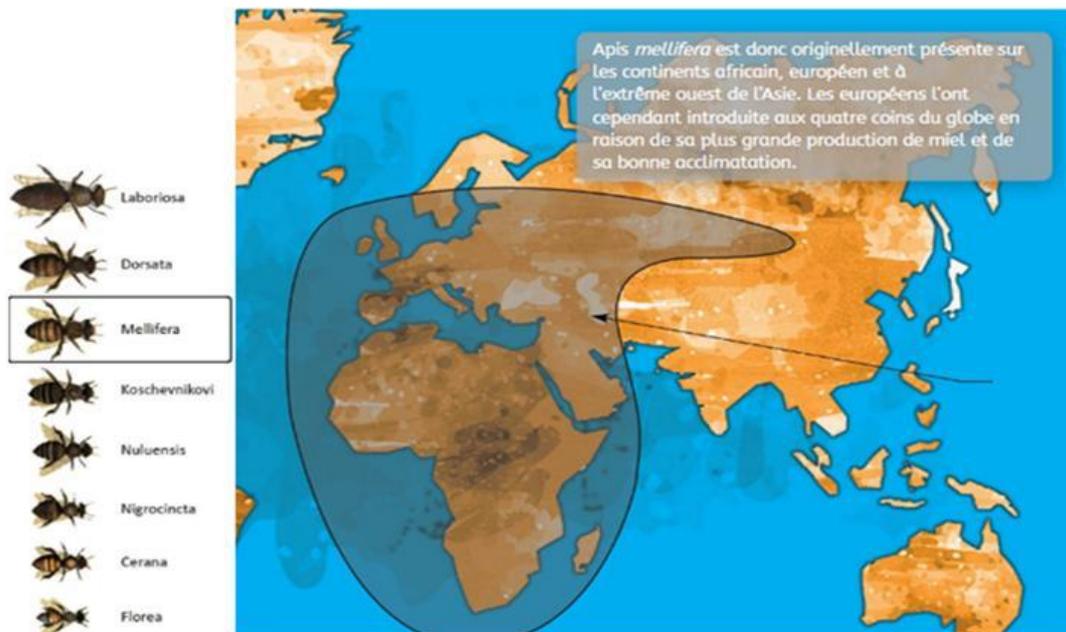
*Strigona* spp et *Melipona* spp qui se trouvent en Afrique dans les régions à climat chaud où elles occupent des fissures dans des arbres ou des trous dans le sol, elles élaborent un miel très

recherché à des fins médicinales. Les abeilles domestiques existent naturellement à l'état sauvage et sont élevées dans des ruches (Paterson, 2008).

Il existe plusieurs races d'abeilles domestiques, sept espèces principales qui sont l'*Apis dorsata*, de grande taille, très présente en Asie, plutôt agressive et produit de grande quantité de miel ; l'*Apis florea*, dite naine vivant aussi en Asie et a la particularité de supporter les températures négatives, l'*Apis cerana*, asiatique aussi et l'*Apis mellifera*, appelée abeille domestique ou abeille noire, la plus exploitée en apiculture, et qui s'est adaptée pour donner de nombreuses races locales, tel que l'*Apis caucasia* (Kebede, 2011 ; Bruneau et al., 2003).

L'*Apis mellifera* est indigène en Afrique et au Moyen-Orient. De race très ancienne, elle serait arrivée en Europe, en passant par le détroit de Gibraltar (<https://www.apiculture.net/>). L'*Apis mellifera* n'est pas indigène en Amérique, Australie, Nouvelle-Zélande ou îles du Pacifique, mais au cours des quatre derniers siècles, des races européennes d'abeilles ont été introduites dans ces régions (Kebede, 2011) (figure 8).

En Algérie deux races sont retrouvées, l'abeille d'Algérie très proche de l'abeille noire d'Europe, l'autre est l'abeille saharienne (Nair, 2014).



**Figure 8:** Répartition géographique du genre *Apis Mellifera* ( <https://www.fun-mooc.fr>).

Les abeilles possèdent une organisation. En effet, trois castes structurent la société des abeilles : la reine, les ouvrières et les faux bourdons. Fort différents sur le plan morphologique comme dans leur espérance de vie, les membres de chaque caste assurent une tâche particulière.

En fonction de la taille et du stade de développement de la colonie, l'effectif de la population peut varier de 20 000 à 80 000 individus, dont : une reine, 1000 à 4000 mâles (présents uniquement d'avril à septembre), le reste étant constitué par les ouvrières (Rossant, 2011).

Les ouvrières sont les plus besogneuses, elles assurent, en fonction de leur âge, nourrissage des jeunes, construction des rayons, nettoyage, gestion des provisions et approvisionnement en nectar, pollen, eau et propolis. Ce sont elles qui butinent les fleurs (figure 9).



**Figure 9:** Dans l'ordre, les différents "métiers" d'une ouvrière au cours de sa vie (<https://www.fun-mooc.fr>)

### 1.3.2 Le nectar

Le nectar est un composé chimique produit par les nectaires, des organes propres aux végétaux supérieurs à partir de la sève de la plante.

C'est une solution aqueuse plus ou moins visqueuse en fonction de sa teneur en eau (Hoyet, 2005) qui peut être très variable: la matière sèche représente de 5 à 80 % du nectar.

Cette matière sèche est formée essentiellement de sucres dont les plus courants sont le glucose, le fructose et le saccharose. Leurs proportions relatives dépendent de l'espèce végétale.

D'autres sucres ont été identifiés : le raffinose, le galactose, l'arabinose, le mannose, le maltose, le mélibiose et le mélézitose, et plus rarement : le cellobiose, le stachyose, le gentiobiose, le manninotriose, le thréalose, etc. De l'amidon est également présent dans le nectar, contrairement au miel (Nicolson, 2007).

Le nectar contient également des acides aminés, des protéines (peptides, albumines et enzymes), des lipides, des vitamines (acide ascorbique), des substances aromatiques, des composants inorganiques tels que des sels minéraux et des ions (du potassium, du sodium et des chlorures), ainsi qu'une grande quantité de corps non encore identifiés (Bernardello et al., 2000).

Le nectar héberge en quantité variable les micro-organismes les plus variés, et ceux-ci peuvent participer à sa transformation chimique (Lequet, 2010).

Plusieurs facteurs sont susceptibles d'être à l'origine de grandes variabilités de composition du nectar, l'ensoleillement est considéré comme le facteur environnemental le plus important. L'impact de la température sur la production de nectar est plus discuté. Il est en effet difficile d'isoler les effets de la température sans les relier aux conditions d'ensoleillement.

Peu de données indiquent un impact de l'humidité sur la sécrétion nectarifère. En revanche une fois sécrété, le nectar échange des molécules d'eau avec l'atmosphère. Les variations d'humidité atmosphérique peuvent aussi modifier l'accessibilité et l'attractivité de la plante pour les insectes (Nicolson, 2007).

Un approvisionnement du sol en eau convenant à une bonne croissance végétative et reproductrice est une condition nécessaire à la réalisation d'une bonne saison apicole. De même, tous les facteurs améliorant la fertilité du sol (phosphore, potassium, azote, etc.) améliorent la production nectarifère.

La production de nectar conditionne en grande partie le degré d'attraction et par conséquent la fréquence de passage des agents pollinisateurs de même que l'intensité de la pollinisation de

la culture (Lequet, 2010; Bernardello et *al.*, 2000). Cette notion est intéressante car elle implique que les apiculteurs ont intérêt à sélectionner des variétés de plantes aux qualités mellifères importantes.

### 1.3.3 Le miellat

Les récoltes de miellat ont lieu entre la fin du printemps et l'été. Les quantités récoltées sont très variables d'une année à l'autre. Il faut noter qu'en présence d'une abondance de nectar, cette source est délaissée par les abeilles (Hoyet, 2005).

Le miellat est composé essentiellement de glucose, fructose et saccharose, du turanose, un trisaccharide, mélézitose et les oligosaccharides supérieurs. Nous y trouvons également des enzymes et acides organiques (acide citrique et acide malique) (Fischer et Shingleton, 2001).

### 1.3.4 Collecte du nectar et du miellat par l'abeille

Pour accéder aux nectaires, la butineuse doit pénétrer dans la fleur et allonger sa langue. Elle aspire le nectar, par pompage et par capillarité jusqu'à ce que leur jabot se remplisse. Les butineuses recueillent le miellat par léchage et remplissent progressivement leur jabot. Des glandes annexes facilitent l'aspiration ; en effet, l'abeille dilue le nectar et le miellat avec de la salive, mélange de sécrétions riches en enzymes, provenant des glandes pharyngiennes labiales et thoraciques. Le jabot plein, les abeilles butineuses regagnent la ruche (Hooper, 1997).

### 1.3.5 Transformation du nectar et du miellat en miel

La composition du nectar est différente de celle du miellat mais dans la ruche, l'abeille les transforme tous deux de la même manière, afin d'en obtenir du miel (Lequet, 2010).

Les modifications physicochimiques se poursuivent dès l'arrivée dans la ruche où la butineuse transfère sa récolte à des abeilles ouvrières d'intérieur qui, par régurgitations successives d'une abeille à une autre (processus de trophallaxie, figure 10), compléteront et termineront la transformation commencée, avant d'aller dégorger ce liquide dans les alvéoles de cire disponibles.



**Figure 10:** Trophallaxie, le nectar est transmis d'une abeille à l'autre avant d'être stocké (Goût, 2008).

D'individu en individu, la teneur en eau s'abaisse et le liquide s'enrichit en suc gastriques et en substances salivaires, notamment des enzymes : les principales sont la diastase qui permet de modifier l'amidon, l'invertase qui divise le saccharose en glucose et en fructose et la

glucose-oxydase qui, à partir du glucose, produit de l'acide gluconique et du peroxyde d'hydrogène. Simultanément, d'autres sucres, qui n'existaient pas au départ, sont synthétisés comme l'erlose et le raffinose. Sucée et étalée plusieurs fois, la solution va alors subir une nouvelle concentration par évaporation qui s'effectue sous la double influence de la chaleur régnant dans la ruche et de la ventilation assurée par les abeilles "ventileuses" qui créent, par un mouvement rapide de leurs ailes, un puissant courant d'air ascendant dans la ruche. En moins de cinq jours, la composition du miel passe de 50 % à un peu moins de 18 % d'eau pour 80 % de sucre.

Une fois remplie de miel, l'alvéole est obturée par un opercule de cire qui permet de le conserver dans de bonnes conditions (Hoyet, 2005; Bonté et Démoulière, 2013).

Pour résumer, La transformation du nectar et du miellat en miel nécessite les étapes suivantes (García, 2018):

- Ajout d'enzymes et d'autres substances organiques par les abeilles dès le butinage et jusqu'au stockage dans les ruches.
- Abaissement du pH grâce à la production d'acides dans l'estomac de l'abeille.
- Modifications de la composition chimique, en particulier les ratios de sucre.
- Évaporation de l'eau. La teneur en eau de nectar peut atteindre 80%, tandis que l'humidité du miel doit être comprise entre 16% et 20%.

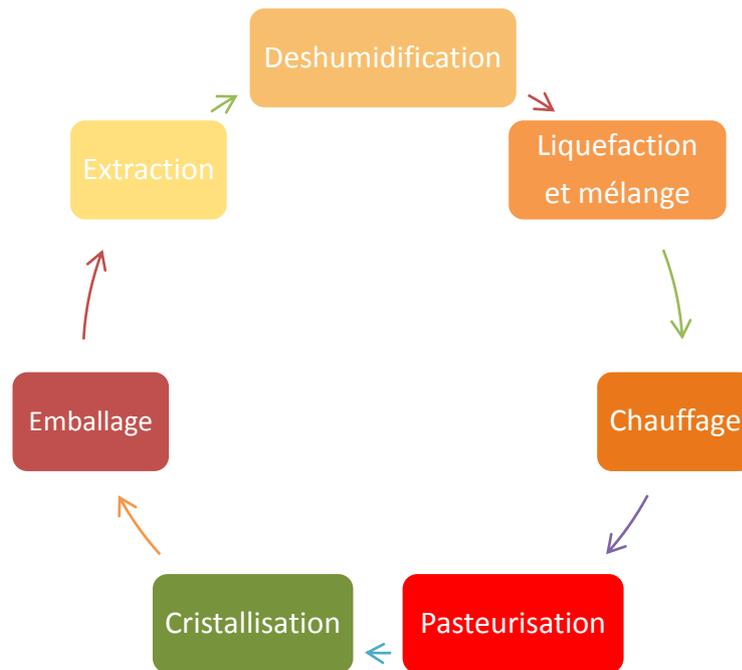
## 1.4 Production du miel

### 1.4.1 Récolte et extraction du miel à l'échelle artisanale

L'apiculteur sélectionne les cadres operculés. Avant d'extraire le miel, il retire la fine pellicule de cire qui obstrue les alvéoles remplies de miel. Une fois libérés de leurs opercules, les cadres sont placés dans la centrifugeuse, la rotation s'effectue ensuite de manière à ce que tout le miel contenu dans les alvéoles soit projeté contre les parois. Le miel est ensuite récupéré et transvasé dans le maturateur muni de filtres. En effet, à la fin de l'extraction, le miel contient de nombreux débris et impuretés, en particulier de cire ou de pollen, qu'il est nécessaire d'éliminer. Le miel est laissé au repos pendant trois à quatre jours à une température de 20°C dans un maturateur hermétiquement fermé afin que l'ensemble des impuretés remonte à la surface et constitue une écume qui sera retirée puis le miel est transvasé dans des pots fermés immédiatement. Tous les pots de miel destinés à la vente se verront préciser leur poids et leur origine florale selon les règles d'étiquetage (Hooper 1997; Bruneau et al., 2003).

### 1.4.2 Procédé industriel de production du miel

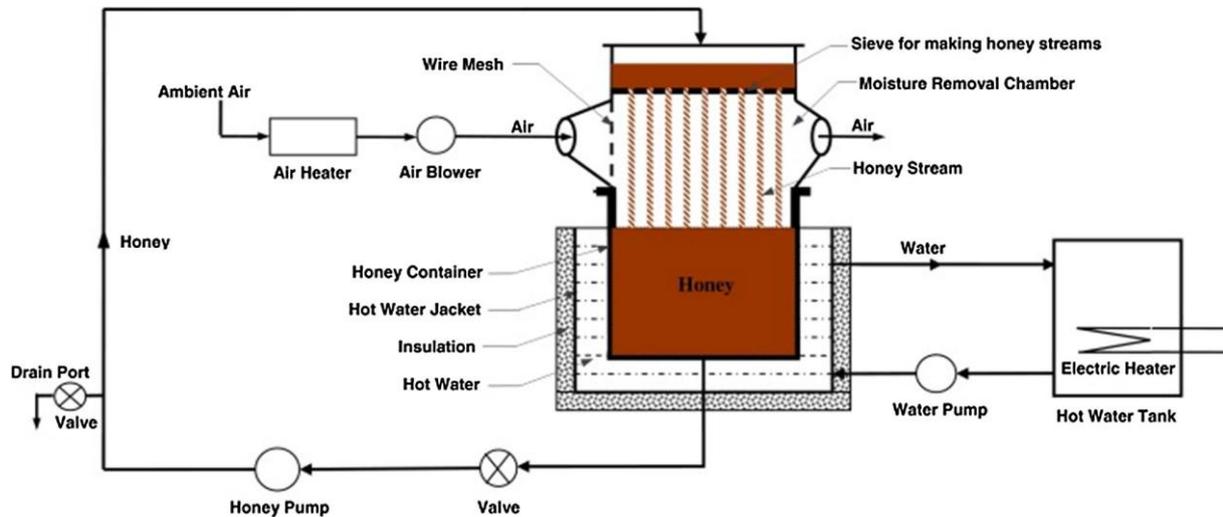
La production du miel à l'échelle industrielle commence également par l'extraction mais elle nécessite des étapes supplémentaires à la production artisanale qui assurent une conservation plus longue. Le flux de production implique six différentes étapes: extraction initiale, déshumidification, liquéfaction et mélange, chauffage, pasteurisation, cristallisation et emballage final (figure 11).



**Figure 11:** Procédé de production industrielle du miel d'après (Baglio, 2018).

Certains miels d'origine florale particulière (Colza, Calluna, Châtaignier, etc.) peuvent contenir des taux d'humidité élevés, affectant leur conservation ; c'est aussi le cas des miels récoltés avant maturation par conséquent, une étape de déshumidification est nécessaire pour obtenir des valeurs d'humidité relative inférieures à 18,5–18,0%. Lorsque le nombre de cadres de miel à traiter est petit, la procédure est facilement effectuée comme suit: les cadres sont empilés dans un endroit très sec, dans une pièce avec un extracteur d'air. En revanche, à l'échelle industrielle lorsque les quantités de cadre sont importantes, il est nécessaire d'introduire un courant d'air chaud produit par un générateur dans les pièces dites chaudes où la température est maintenue constante entre 32 et 35 ° C ; pendant 12 à 36 h en fonction de l'humidité contenue (Baglio 2018; Singh et Singh 2018) (figure 12). Ce traitement a pour effet d'augmenter la matière sèche dans le miel dont le saccharose (Da Silva *et al.*, 2016).

Les industriels ont parfois recours à une étape de liquéfaction spécifique, en fonction de la solidification ou de la viscosité du miel (Baglio 2018). Cependant, en raison de la thermolabilité de certains composants du miel (enzymes, vitamines, etc.) et d'éventuelles modifications irréversibles affectant la qualité du miel après chauffage, la liquéfaction doit avoir lieu rapidement et à des températures ne dépassant pas 40° C (Karabagias et Gatzias 2018). Bogdanov et Martin ont affirmé que le miel chauffé pouvait perdre certains de ses composants volatils et une partie du pouvoir enzymatique (Bogdanov *et al.*, 2002).



**Figure 12:** Système pour la déshydratation du miel (Singh et Singh, 2018).

Du point de vue organoleptique, le chauffage du miel entraîne un brunissement progressif et une perte plus ou moins évidente de substances volatiles qui caractérisent l'arôme (Karabagias et Gatzias, 2018). Les instruments de chauffage et de traitement les plus courants pour la production de miel sont le bain-marie traditionnel avec thermostat et agitateur central. Enfin, les grandes entreprises utilisent généralement des échangeurs de chaleurs (Baglio 2018).

La pasteurisation est un processus de chauffage où la température du miel est augmentée rapidement jusqu'à 72° C et maintenue pendant environ 120 secondes. Par la suite, on procède à un refroidissement rapide des miels (Bogdanov *et al.*, 2002).

Il est intéressant de noter que la pasteurisation des miels, contrairement aux processus similaires effectués sur la majorité des produits alimentaires, n'est pas effectuée pour assurer la sécurité alimentaire et l'innocuité du miel et n'a pas non plus comme objectif d'augmenter sa durée de conservation, mais répond plutôt à un objectif technologique et commercial tel que le maintien du miel à son état liquide typique sur les étals le plus longtemps possible. Quoi qu'il en soit, tous les miels pasteurisés sont soumis à des modifications irréversibles (Baglio 2018).

La cristallisation est une caractéristique physique importante pour la commercialisation du miel, certains consommateurs vont préférer des miels cristallisés d'autres préférant le miel liquide. Le processus de cristallisation implique la formation de cristaux de glucose monohydraté en différentes quantités, formes et arrangement en fonction des conditions de traitement. La cristallisation dépend de la composition (plus la teneur en eau est faible et plus la quantité de glucose est élevée, plus le miel aura tendance à cristalliser, les miels à fort pourcentage de fructose cristallisent lentement ou restent liquides), mais aussi de la température de stockage (Bogdanov, 2017).

La cristallisation est influencée par la présence d'éventuelles impuretés telles que des poussières ou grains de pollen, ou des microbulles d'air. Ce phénomène se produit à des températures comprises entre 5 et 25°C; à des valeurs thermiques inférieures à 5°C, la viscosité du miel augmente et la cristallisation est incomplète, la formation de cristaux est

ralentie à des températures supérieures à 25°C. Si les valeurs thermiques dépassent 78° C, la destruction des les cristaux est complète et le miel ne peut plus cristalliser (Baglio, 2018).

Pour ces raisons, des techniques particulières ont été développées pour contrôler la cristallisation afin d'obtenir une texture stable, homogène et crémeuse avec de bonnes performances hédonistes du point de vue du consommateur.

La méthode la plus répandue consiste à mélanger du miel liquide avec du miel complètement cristallisé dans des proportions variables en fonction de la température et viscosité du produit (généralement, les rapports doivent être de 9 à 1).

Après l'emballage, le miel doit être conservé à 14 ° C en quelques jours, afin que le processus de cristallisation puisse s'achever (Baglio, 2018).

Des défauts de cristallisation peuvent survenir, comme l'apparition de taches ou de «veines blanches» (figure 13) sur les parois du récipient, ce défaut purement esthétique peut être évité Par le chauffage du miel à 30 ° C pendant 24–48 h. La séparation de phases (figure 13) est le défaut de cristallisation le plus répandu : elle se produit dans les miels avec un degré d'humidité élevé, ou dans ceux conservés à des températures élevées pendant un stockage trop long (Bogdanov, 2017).

Toutes les étapes décrites précédemment doivent être soigneusement exécutées et maîtrisées ; pour préserver les caractéristiques physicochimiques et microbiologiques du produit final.

### 1.4.3 La conservation du miel

Contrairement à d'autres produits qui prennent de la valeur avec le temps, le miel « vieillit mal » ; d'autant plus lorsque le stockage se fait dans de mauvaises conditions, ce qui entraîne la détérioration de ses composés utiles (enzymes, composés volatils) ainsi que l'accumulation de certains composés indésirables (Hydroxyméthylfurfural HMF) qui diminuent de sa valeur, et en font un produit de moindre qualité (Qamer et *al.*, 2013); Cavia et *al.*, (2007) ont trouvé que le pH moyen des miels qu'ils avaient testé après 30 mois de stockage avait diminué jusqu'à 5%. Après 20 mois de conservation, la grande majorité des miels a montré une augmentation constante de l'acide libre, bien que d'après leur étude, jusqu'à 30 mois, aucun échantillon n'a dépassé la limite réglementaire de 50 mEq / kg (Cavia et *al.*, 2007). L' HMF augmente constamment dans des échantillons de miels stockés, mais de façon beaucoup plus marquée après 20 mois. À 20 mois, les pourcentages d'échantillons contenant du HMF supérieur à 40 mg / kg variaient selon une étude entre 2,9% et 8 %. Néanmoins, à 25 mois, ces pourcentages augmentent nettement, allant de 22,9% à 72 %. En prenant l' HMF comme indicateur de fraîcheur, 20 mois ont été proposés comme durée limite de consommation optimale (Mar Cavia et *al.*, 2008).

Le problème principal qui apparaît lors de la conservation des miels est leur fermentation (Hooper, 1997). Ainsi il est recommandé depuis longtemps de conserver le miel au frais à l'abri de la lumière et de l'humidité pour préserver les qualités intrinsèques de ce produit (White, Riethof, et Kushnir, 1961; Singh et Singh, 2018).



**Figure 13:** Miel d'eucalyptus conservé pendant 24 mois à température ambiante et à l'abri de la lumière. Souvent, des levures se développent en phase liquide et provoquent la fermentation.

## 1.5 Composition chimique du miel

Les principaux constituants chimiques du miel sont l'eau, les glucides (monosaccharides tels que le glucose et le fructose ou polysaccharides tels que le maltose, le saccharose, le mélézitose, l'erlose), les acides organiques (libres ou combinés sous formes de lactones), les protides et les matières minérales. (Bogdanov, 2017). Le miel contient également les enzymes provenant des sécrétions salivaires de l'abeille : la diastase ou amylase (qui provoque la dégradation de l'amidon en dextrine puis en maltose) et l'invertase (qui provoque la scission du saccharose en fructose et en glucose) (Huidobro *et al.*, 1995).

On y trouve aussi des vitamines, des arômes, des lipides, du glycérol (résultat d'une fermentation), des grains de pollens, des levures, des grains d'amidon, des spores de champignons, des algues, etc. (Daher et Gülaçar, 2008).

Enfin, le 5-hydroxy-2-méthylfurfural (HMF) est un composant retrouvé systématiquement à l'état de traces dans le miel. Il provient de la dégradation du fructose et est un excellent indicateur de qualité (Vázquez *et al.*, 2007).

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

La Directive européenne 2001/110/EC et le codex alimentarius décrivent la composition chimique et les caractéristiques réglementaires du miel récapitulés dans le tableau 2 (Codex, 2001; OJEC, 2002).

### 1.5.1 L'eau

La teneur en eau varie entre 14 et 25% selon les miels. L'humidité du miel favorisant sa fermentation, pour qu'un miel de fleurs se conserve plus de 2 ans, il ne faut pas que sa teneur en eau dépasse 18%. Le règlement européen a fixé une limite à 20% d'humidité pour la majorité des miels, à l'exception des miels suivant : 23% d'humidité pour le miel de bruyère Calluna destiné à la consommation directe, à l'exception du miel de bruyère Calluna destiné à l'industrie dont le taux d'humidité peut atteindre 25% (Baglio, 2018). Le miel qui contient environ moins de 20 à 21% d'eau ne sera pas fermenté, car la concentration de sucre est telle que les levures sont incapables de croître ou de se reproduire. Une fois que le miel a cristallisé la teneur en eau augmente de 4 à 6 par cent. Cela fait que la plupart des miels cristallisés fermentent plus rapidement (Hooper, 1997).

**Tableau 2:** Critères de qualité des miels selon le codex Alimentarius (Codex, 2001)

Paramètre	Limite légale selon le codex
<b>Teneur en eau</b> Miel de bruyère ( <i>Calluna</i> )	20% 23 %
<b>La teneur en Hydroxyméthylfurfural</b> Dans le cas des miels d'origine déclarée provenant de pays ou de régions avec températures ambiantes tropicales et mélanges de ces miels	40mg/kg 80 mg / kg.
<b>Acidité libre</b>	Acidité libre 50 mEq/kg
<b>L'activité diastasique du miel</b> (déterminée après traitement et / ou mélange) Dans le cas de miels à faible teneur en enzymes naturelles	8 unités Schade 3 unités Schade.
<b>Teneur en saccharose</b> Alfalfa ( <i>Medicago sativa</i> ), Citrus spp., Acacia ( <i>Robinia pseudoacacia</i> ), Chèvrefeuille Lavande ( <i>Lavandula spp</i> )	5 g/100g 10 g/100g 15 g/100g
<b>Teneur en glucose et en fructose</b> Miel de nectar Miel de miellat (ou mélange miellat et nectar)	60 g/100g 45g/100g
<b>Teneur en matières insolubles</b>	0,1%
<b>Conductivité électrique</b> Miel de nectar  Miel de miellat et de châtaignier et leurs mélanges	Pas plus de 0,8 mS / cm  pas moins de 0,8 mS / cm

### 1.5.2 Les glucides

La matière sèche des miels est constituée de 90 % à 99% de sucres, les plus représentés sont le fructose et le glucose. De nombreux autres sucres sont également présents dans le miel, en plus faible quantité. Certains sont d'origine purement végétale (ils entrent dans la composition du nectar ou du miellat) : le glucose, le fructose, le saccharose, le kestose, le mélézitose et le raffinose. D'autres, tels que le maltose, l'isomaltose, l'erlose et le dextrantriose, apparaissent seulement comme des produits secondaires après transformation par les enzymes de l'abeille (Lequet, 2010; Bogdanov, 2017).

La proportion des différents sucres présents dans un miel est très aléatoire. Elle dépend, en effet, directement du type de fleurs butinées par les abeilles, Il est par conséquent impossible d'obtenir deux fois le même miel sur le même site, lors de deux récoltes différentes de la même année ou d'une année sur l'autre (Nicolson, 2007).

La teneur totale en fructose et glucose ne doit pas être inférieure à 60g pour 100g d'un miel de fleurs et 45g pour 100g d'un miel de miellat ou mélange de miel de miellat avec du miel de fleurs (OJEC, 2002). Le taux de saccharose, ne doit pas dépasser 5g dans 100g de miel. En raison de leur particularité quelques exceptions ont été précisées par le même règlement.

- Miel d'acacia (*Robinia pseudoacacia*), de luzerne (*Medicago sativa*), d'agrumes et de quelques autres plantes exotiques, ce seuil est de 10g / 100g.
- Miel de lavande (*Lavandula spp.*) et de bourrache (*Borago officinalis*), on ne peut dépasser 15g / 100g (Décret n°2003-587 du 30 juin 2003). Enfin, le miel ne contient que très peu d'amidon, car une enzyme de l'abeille, la diastase ou amylase, provoque la dégradation de l'amidon du nectar en dextrine puis en maltose (OJEC, 2002).

### 1.5.3 Le 5-hydroxy-2-méthyl- Furfural (HMF)

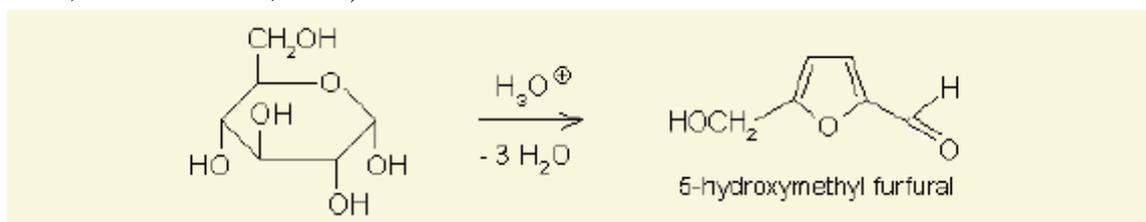
L'HMF est un composé organique dérivé de la déshydratation du fructose formé à partir du glucose (figure 14). Les nectars, miellats, et les miels frais n'en contiennent pas. Cette molécule apparaît au cours du processus de vieillissement naturel du miel (Bogdanov 2017). De nombreuses études ont démontré que ce processus était accéléré lorsque les miels étaient chauffés ou s'ils sont très acides (Fallico et al., 2004; Babarinde et al., 2011; Mar Cavia et al., 2008; Pasiás, Kiriakou, et Proestos, 2017). L'analyse de la quantité d'HMF est donc une excellente méthode pour apprécier la qualité d'un miel.

Du point de vue légal (Codex, 2001; OJEC, 2002), les teneurs limites en HMF sont les suivantes :

- En général et à l'exception du miel destiné à l'industrie, le seuil maximal est de 40 mg/kg,
- Les miels et mélanges de miels provenant de régions ayant un climat tropical ne peuvent excéder 80 mg/kg.

Conservé à 4°C et en fonction de son acidité, un miel mettra 20 à 80 ans pour atteindre le seuil légal de 40mg/kg. Tandis qu'à 20°C (température de stockage chez la plupart des consommateurs), cette durée sera de 2 à 4 ans. Lorsque le miel est chauffé, même pendant un court moment, la teneur en HMF augmentera plus vite (Lequet, 2010). Lorsque le miel est chauffé à 60° la limite réglementaire est atteinte en quelques heures (Marceau, 1994).

Pasiás et al. (2017) ont montré que la teneur en HMF des miels est inférieure dans les échantillons de miels de miellat que dans les échantillons de miel de fleurs. La principale raison de cette observation est que le miel de fleur est souvent chauffé afin d'éviter la cristallisation du miel et l'inhibition de la croissance microbienne (Pasiás et al., 2017), les mêmes auteurs ont conclu qu'une teneur élevée en HMF des miels pouvait également être une indication de falsification en ajoutant du sirop inversé, car L' HMF peut être produit en chauffant des sucres en présence d'un acide lors de l'inversion de saccharose (Pasiás et al., 2017; Da Silva et al., 2016).



**Figure 14:** Formation d'HMF à partir d'une molécule de glucose (Bogdanov, 2017)

### 1.5.4 Les acides

Les miels contiennent des acides organiques (dont certains sont volatils), ainsi que des lactones. La quantité d'acides organiques dans le miel est inférieure à 0,5%. Les acides organiques peuvent être utilisés comme un indicateur important des propriétés

organoleptiques, comme la couleur et la saveur et des propriétés physiques et chimiques telles que pH, acidité et conductivité électrique. Les acides organiques dans le miel ont aussi des activités antibactériennes et antioxydantes, ils peuvent être utilisés comme indicateurs de fermentation (Wang et Li, 2011).

Leur provenance est diverse : certains sont issus du nectar directement, d'autres sont le fruit de réactions enzymatiques et de fermentations (Lequet, 2010). Les acides identifiés dans le miel sont : l'acide gluconique (constituant acide majoritaire, issu du glucose), les acides butyriques, l'acide acétique, l'acide formique, l'acide lactique, l'acide malique et l'acide citrique. Des miels italiens polyfloraux et unifloraux contenaient de l'acide gluconique (2–12 g / kg), de l'acide pyruvique (9–78 mg / kg), acide malique (69–145 mg / kg), acide citrique (64–160 mg / kg), acide succinique (12–48 mg / kg) et d'acide fumarique (0,5 à 2,6 mg / kg) (Bogdanov, Ruoff, et Persano Oddo, 2004; Wang et Li, 2011).

L'acidité totale est la somme des acides libres et des lactones. Légalement, elle ne doit pas dépasser 50 milliéquivalents par kg. Pour les miels destinés à l'industrie, la limite tolérée est de 80 milliéquivalents (Codex, 2001; OJEC, 2002).

### 1.5.5 Les Protides

La source de protéines dans la ruche étant le pollen, le miel est plutôt un aliment pauvre en protéines, Escuerdo et *al.* (2013) ont décrit une valeur de la teneur en protéines des miels de 0,76g / 100 g. Ils ont également trouvé que les miels de miellat et de châtaigniers présentaient des valeurs moyennes significativement plus élevées, que les miels d'eucalyptus, et miels polyfloraux. Les miels de bruyère avaient une valeur moyenne considérablement inférieure (Escuerdo et *al.*, 2013).

Les acides aminés identifiés dans les miels sont la proline, l'acide glutamique, l'alanine, la phénylalanine, la tyrosine, la leucine et l'isoleucine (Yin, 2014). La proline, principal acide aminé du miel, est considéré comme un critère d'adultération du miel par ajout de sirops (Bogdanov et *al.*, 2004). Généralement, la teneur en proline est supérieure à 200 mg/kg ; soit environ 66 % de la quantité totale d'acides aminés du miel (Wang et Li, 2011). Bath et Singh (1999) ont trouvé des valeurs comprises entre 193 mg/Kg et 304 mg/Kg, dans du miel indien de tournesol et d'eucalyptus (Bath et Singh 1999; Wang et Li, 2011); les valeurs les plus élevées en proline ont été rapportées dans les miels de thym provenant de Grèce et d'Italie alors que les teneurs les plus faibles ont été observées dans les miels de colza (Pologne), de rhododendron (Italie) et d'acacia (Pologne, Italie, Hongrie et Bulgarie)(Piazza et Persano Oddo, 2004).

### 1.5.6 Les Enzymes

Les enzymes sont connues comme étant de bons indicateurs de fraîcheur du miel même si certains chercheurs ont constaté que les enzymes pourraient varier sensiblement selon l'origine botanique (Alonso-Torre et *al.*, 2006). Les enzymes contenues dans le miel proviennent du nectar et les abeilles y ajoutent des enzymes provenant de leurs glandes salivaires. Les miels à faible teneur en enzymes sont produits à partir du nectar de jeunes plantes de printemps (Da Silva et *al.*, 2016). Les enzymes les plus étudiées sont: l'invertase, qui catalyse l'hydrolyse du saccharose en fructose et en glucose, et l'amylase (couramment

appelée diastase), qui provoque la dégradation de l'amidon en dextrine puis en maltose. On trouve également une catalase, une phosphatase et une glucose-oxydase. Cette dernière transforme le glucose en acide gluconique.

D'un point de vue légal, un miel ne doit, en effet, pas être chauffé au point que ses enzymes naturelles soient détruites ou considérablement inactivées (Bogdanov, 2017). Or cette destruction est proportionnelle au temps et à la température de chauffage. Légalement, selon le codex alimentarius et la directive européenne (Codex, 2001; OJEC, 2002), l'indice diastasique d'un miel doit être supérieur à 8, à l'exception des miels destinés à l'industrie. Pour les miels ayant une faible teneur naturelle en enzymes (par exemple les miels d'agrumes) et une teneur en HMF inférieure à 15 mg/kg, l'indice diastasique doit être supérieur à 3. Un autre miel à faible activité diastasique se produit lorsque les abeilles sont nourries artificiellement (Da Silva et al., 2016).

### 1.5.7 Les sels minéraux

La teneur en sels minéraux d'un miel est en général faible 0,1% à 1,0%, avec d'importantes variations en comparaison avec les miels de nectar, les miels de miellat sont plus riches en minéraux, et ont donc une conductivité électrique plus élevée. Le potassium est le principal métal, suivi par le calcium, le magnésium, le sodium, le soufre et le phosphore. Les oligo-éléments comprennent le fer, le cuivre, le zinc et le manganèse (Lachman et al., 2007).

### 1.5.8 Les vitamines

D'après Da Silva et al. (2016), le miel contient de petites quantités de vitamines, qui proviendraient des grains de pollen en suspension. Les vitamines présentes dans le miel sont la thiamine (B1), riboflavine (B2), acide nicotinique (B3), acide pantothénique (B5), pyridoxine (B6), biotine (B8 H) et acide folique (B9). La vitamine C est également présente, elle se trouve dans presque tous les types de miel et a été évaluée principalement en raison de son effet antioxydant. La détermination de la vitamine C est un indicateur instable, car très sensible à l'oxydation chimique et enzymatique et possède un taux de changement accéléré dû à divers facteurs tels que la lumière, l'oxygène ou la chaleur (Da Silva et al., 2016). Shugaba (2012) a décrit une moyenne de  $21.15 \pm 3.99$  mg/100 g de vitamine C dans du miel du Nigeria (Shugaba, 2012), tandis que Baek et al., (2015) ont mesuré un taux plutôt élevé de 183 mg /100g dans du miel de châtaignier de Corée du sud (Baek et al., 2015) (tableau 3).

### 1.5.9 Les composés phénoliques et les substances aromatiques

Les composés phénoliques sont des dérivés aromatiques hydroxylés non azotés, ce sont des métabolites secondaires synthétisés par les plantes et sont naturellement présents dans le miel sous différentes formes telles que les acides phénoliques qui dérivent de l'acide benzoïque et de l'acide cinnamique (figure 15) et les flavonoïdes (figure 16).

Les composés phénoliques présents dans le miel jouent un rôle majeur dans la détermination de l'activité antioxydante (Persanno Oddo et al., 2008), ils peuvent être en corrélation avec un effet anti-inflammatoire, anti-cancérigène, antithrombotique du miel (Oroian et Ropciuc 2017). Les composés phénoliques présents dans le miel sont les phénols, acides phénoliques, polyphénols (généralement sous forme de flavonoïdes), anthocyanes etc. Leur contenu total dépend de l'espèce de plante à partir de laquelle les abeilles ont récolté le nectar et leur quantité varient de 5 à 1300 mg / kg (Oroian et Ropciuc, 2017).

Les composés phénoliques ont été proposés comme indicateurs chimiques de l'origine botanique dans certains miels monofloraux: l'acide ellagique et l'acide abscissique pour les miels de bruyère français (Soler et *al.*, 1995) ; trois autres composés phénoliques (unedone, acide 2-E, 4-E abscissique et acide de 2-Z, 4-E abscissique) ont été proposés comme marqueurs dans des miels d'arbousier de Sardaigne (Tuberoso et *al.*, 2010) ; et plus récemment Mattonai en 2016 a identifié les composés phénoliques présents dans des miels italiens, miel de tournesol ( Acide 4-hydroxybenzoïque, acide p-coumarique, acide férulique et naringénine) dans le miel de trèfle (acide 4-hydroxybenzoïque, acide caféïque, acide p-coumarique, acide férulique, acide abscissique et naringénine) et dans le miel d'acacia Acide 4-hydroxybenzoïque, acide caféïque, acide p-coumarique, acide férulique, sinapique l'acide et la naringénine (Mattonai et *al.*, 2016).

La composition polyphénolique des miels peut fortement varier en fonction de la source butinée ainsi qu'en relation avec les conditions géographiques et climatiques (Yin, 2014).

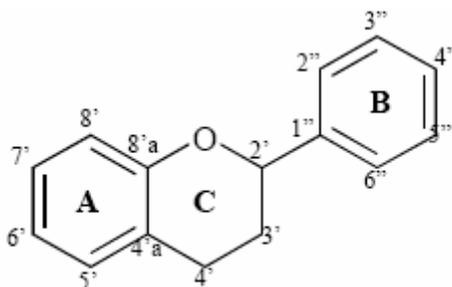
Les substances phénoliques interviennent également sur la couleur du miel : la couleur jaune, par exemple, est liée aux flavonoïdes.

Les substances aromatiques sont responsables de l'arôme caractéristique des miels, ils varient en fonction de l'origine botanique et géographique des espèces végétales; ils sont également très sensibles aux étapes de traitement et au type de stockage (Gheldof, Wang, et Engeseth, 2002).

Parmi les composés volatils identifiés dans les miels, l'hexanol, l'acétone, la 2-butanone, le 2-propanol et le 2 pentanone ont un rôle essentiel dans l'identification de l'origine botanique (Baglio, 2018). L'anthranilate de méthyle qui a été confirmé par Sesta et al (2008) comme étant un constituant typique des miels d'agrumes (Sesta et *al.*, 2008).



**Figure 15:** Structure de base des acides phénoliques (Sahraoui, s. d.)



**Figure 16:** Structure générale des flavonoïdes (Sahraoui, s. d.)

**Tableau 3:** Les principaux nutriments présents dans le miel (Bogdanov, 2017).

Composants principaux	Valeur dans 100 g	Recommandations journalières			
		1-4 ans	4-15 ans	Après 15 ans	
Glucides	kcal	300	1000-1100	1400-2700	2400-3100
Protéines	g	0,5	13-14	17-46	44-59
Lipides	g	0	-	-	-
<b>Minéraux</b>	mg				
Sodium (Na)		1,6-17	300	410-550	550
Calcium (Ca)		3-31	600	700-1200	1000-1200
Potassium (K)		40-3500	1000	1400-1900	2000
Magnesium (Mg)		0,7-13	80	120-310	300-400
Phosphore (P)		2-15	500	600-1250	700-1250
Zinc (Zn)		0,05-2	3	5-9,5	7-10
Cuivre (Cu)		0,02-0,6	0,5-1	0,5-1	0,5-1
Fer (Fe)		0,03-4	8	8-15	10-15
Manganese (Mn)		0,02-2	1-1,5	1,5-5	2-5
Chromium (Cr)		0,01-0,3	0,02-0,06	0,02-0,1	0,03-1,5
Selenium (Se)		0,002-0,01	0,001-0,004	0,001-0,006	0,003-0,007
<b>Vitamines</b>	mg/kg				
Phyllochinone (K)		0-0,025	15	20-50	60-70
Thiamine (B <sub>1</sub> )		0,02-0,9	0,6	0,8-1,4	1-1,3
Riboflavine (B <sub>2</sub> )		0,01-0,9	0,7	0,9-1,6	1,2-1,5
Niacine(B <sub>3</sub> )		0,10-2,7	7	10-18	13-17
Acide Pantothénique (B <sub>5</sub> )		0,02-1,9	4	4-6	6
Pyridoxine (B <sub>6</sub> )		0,01-0,32	0,4	0,5-1,4	1,2-1,6
Acide folique (B <sub>9</sub> )		0,01-0,7	0,2	0,3	0,4
Acide ascorbique (C)		0,1-2,5	60	70-100	100

## 1.6 Propriétés du miel

### 1.6.1 Propriétés physiques

Le miel possède de nombreuses propriétés physiques, en grande partie liées à sa composition chimique. Ces caractéristiques se combinent pour déterminer les propriétés organoleptiques qui peuvent être appréciées et évaluées de manière critique par le consommateur.

#### 1.6.1.1 La couleur

La couleur dépend de la présence de pigments végétaux dont le carotène, les xanthophylles, les anthocyanes, les flavonoïdes, les polyphénols, ainsi que des acides aminés et des sels minéraux (Baglio, 2018). La couleur naturelle du miel présente de nombreuses nuances, du jaune pâle à l'ambre, d'ambre foncé à presque noir à travers la teinte rougeâtre (Terrab et al., 2004). Il existerait une corrélation entre la couleur du miel et d'autres paramètres tels que l'origine florale, les méthodes de traitement, la température et le temps de stockage (Baglio 2018). Par ailleurs, le traitement thermique excessif et le stockage peuvent être responsables du noircissement du miel par la réaction de Maillard, résultat de la caramélisation des sucres et l'oxydation des polyphénols (Vázquez et al., 2007). La méthode colorimétrique la plus utilisée est le comparateur visuel Lovibond qui mesure la couleur en unités Pfund (Baglio, 2018). La coloration des miels est très variable selon l'origine botanique des échantillons. En effet, les valeurs moyennes de coloration augmentent (du clair au foncé) dans l'ordre suivant: miels de «printemps» (30,3 mm Pfund), «maquis d'été» (40,6 mm Pfund), miels de «maquis d'automne» (66,4 mm Pfund), «châtaigneraie» (81,4 mm Pfund) et miels de «maquis de printemps» (86,9mm Pfund) (Yin, 2014).

#### 1.6.1.2 La densité

La densité d'une substance est exprimée comme le rapport entre le poids et volume pour une température constante (Baglio, 2018). La densité des miels est supérieure à la densité de l'eau à 20 °C entre 1386 et 1403 kg / m<sup>3</sup>, c'est-à-dire qu'un litre de miel pèse de 1386 à 1403 g. La densité est fortement influencée par la concentration et plus légèrement influencée par la température (Oroian, 2013).

#### 1.6.1.3 La viscosité

La viscosité étant la résistance interne des fluides à l'écoulement, le miel, en raison d'une forte concentration en sucre, a des valeurs de viscosité élevées (Oroian, 2013). Le traitement thermique vise à réduire la viscosité mesurable, la dissolution des cristaux, la concentration du produit, la maîtrise des propriétés microbiologiques et la stabilisation physique (Baglio, 2018). Différentes techniques sont utilisées pour le chauffage du miel: circulation d'air chaud, ou bain-marie thermostaté à une température comprise entre 35 et 50° C pendant 4/7 jours est requis (Oroian, 2013; Baglio, 2018).

#### 1.6.1.4 Indice de réfraction

La réfraction est le phénomène par lequel un rayon de lumière subit une déviation et un changement de vitesse lors du passage d'un milieu à un autre milieu. La lumière se propage à différentes vitesses en fonction du milieu; ces différences définissent l'indice de réfraction du milieu particulier. D'un point de vue numérique l'indice de réfraction est simplement le rapport entre la vitesse de propagation de la lumière dans l'air et la vitesse de propagation de

la lumière dans le milieu considéré. En ce qui concerne le miel l'intérêt de cette mesure réside dans le fait que l'indice de réfraction varie, à la même température, de façon pratiquement linéaire en fonction du degré d'humidité. En conséquence, la quantité d'eau dans les miels peut également être évaluée à l'aide d'une simple mesure de l'indice de réfraction (Oroian et Ropciuc, 2017; Baglio, 2018).

### 1.6.2 Propriétés organoleptiques

L'analyse organoleptique des miels a été développée par des chercheurs de l'INRA français et un groupe de recherche italien. Leurs travaux inspirés des méthodes utilisées pour l'analyse sensorielle des vins a permis de caractériser les arômes et goûts des principaux miels monofloraux français et européens, et de développer une méthodologie standard comprenant des formulaires d'évaluation, des méthodes de dégustation, de formation et de sélection des spécialistes (Persano Oddo et *al.*, 1995; Gonnet, 1997).

En 1998, un groupe de travail a été créé par la Commission internationale du miel d'Apimondia (IHC) pour étudier l'analyse sensorielle appliquée au miel ; les résultats de ses travaux ont permis de collecter une grande quantité d'informations précédemment produites par des méthodes traditionnelles et de proposer une méthode de routine harmonisée pour l'évaluation des défauts sensoriels et conformité des miels unifloraux.

La première étape a permis d'élaborer un glossaire uniforme ensuite, une équipe belge de CARI a apporté une précieuse contribution en développant une terminologie normalisée. Ils ont mis au point une «roue d'odeurs et d'arômes pour le miel» et une grille d'évaluation permettant un traitement statistique des données recueillies par des panels de dégustateurs formés (Piana et *al.*, 2004). La roue des odeurs et arômes (figure 17) présente six classes bien différenciables (frais, boisé, floral/fruit, chaud, avancé et chimique). Aujourd'hui, l'analyse sensorielle est considérée comme une technique complémentaire aux analyses polliniques et physico chimiques pour contrôler la conformité des miels monofloraux ; elle peut notamment être utilisée pour le contrôle de qualité et l'identification de défauts tels que la fermentation, la présence d'impuretés ou encore d'arômes étrangers (Piana et *al.*, 2004).



Figure 17: Roue des arômes des miels d'après (Piana et al., 2004).

### 1.6.3 Propriétés thérapeutiques

A l'heure où la médecine moderne se trouve confrontée à divers problèmes (résistances aux antibiotiques, augmentation des dépenses de santé etc.), les thérapeutiques dites naturelles suscitent un regain d'intérêt.

Le miel, au vu de ses multiples propriétés, commence à trouver plus d'attention de la part du corps médical.

Des chercheurs ont récemment démontré scientifiquement les multiples vertus du miel: antibactérien, antifongique, antiviral, cicatrisant etc. (Hoyet, 2005).

Le miel est utilisé pour aider à la cicatrisation des plaies, c'est un traitement simple, globalement peu coûteux, sans risque, et dont l'éventuelle efficacité peut être rapidement évaluée sans péjorer d'aucune façon l'évolution de la cicatrisation (Baritaud et al., 2013).

Plusieurs mécanismes sont impliqués dans les propriétés antibactériennes du miel et agissent en synergie, notamment l'osmolarité, le pH acide, le système peroxyde d'hydrogène et la présence de facteurs phytochimiques, de défensine (peptides antimicrobiens) et de méthylglyoxal (un métabolite du glucose). De plus, de nombreux travaux scientifiques démontrent que le miel présente des activités spécifiques favorisant les différentes phases nécessaires à la cicatrisation. Il a, plus particulièrement, un effet positif sur le débridement et une action modulatrice sur l'inflammation (Couquet, Desmoulière, et Rigal, 2013).

Le miel s'est révélé être bénéfique pour les personnes souffrant d'anémie, une étude a enregistré une amélioration de la concentration d'hémoglobine, l'augmentation des érythrocytes et une hématoците élevée chez les consommateurs de miel (Ajibola, Chamunorwa, et Erlwanger, 2012).

Le miel est connu pour contenir des prébiotiques, et peut être considéré comme immunostimulant, des chercheurs estiment que l'administration orale du miel naturel peut stimuler et augmenter la production d'anticorps (Al-Waili, 2004b).

Des quantités relativement élevées (70 à 90 g) de miel ont été administrées sans problème à des patients atteints de diabète de type 2 et ont même eu des effets favorables sur eux (Al-Waili, 2004a).

Lorsqu'il est ingéré, le miel montre également une action antibactérienne par la diminution des niveaux de prostaglandine, l'élévation des niveaux d'oxyde nitrique et l'exercice d'effets prébiotiques. Ces facteurs jouent un rôle majeur dans le contrôle de l'inflammation et favorisent le contrôle microbien et les processus de guérison (Al-Waili et al., 2011).

Des études sur le miel de manuka ont démontré qu'il protégeait contre l'apoptose cellulaire, les dommages oxydatifs des lipides et des protéines, il protège également la fonctionnalité mitochondriale (José Miguel Alvarez-Suarez et al., 2016).

Les principales propriétés fonctionnelles et thérapeutiques du miel citées dans la littérature sont résumées dans le tableau 4.

**Tableau 4:** Liste non exhaustive des propriétés fonctionnelles et thérapeutiques citées dans la littérature, d'après Bogdanov (2017).

Effet	Types de miels testés
Antibactérien antifongique et anti viral (Al-Waili et al., 2011)	Différents types de miels
Antioxydant et hépatoprotecteur (Queiroz, Vilas-Boas, et Barros, 2015)	Miel de châtaignier du Bresil
Anti inflammatoire (Owoyele et al., 2014)	Différents types de miels du Nigeria
Anti cancérigène (Vit, Yu, et Huq 2013)	Différents types de miels
Immunostimulant (Al-Waili et al., 2011)	Différents types de miels
Probiotique et prébiotique (Israïli, 2014)	Différents types de miels
Antiostéoporosique (Mohd Effendy et al., 2012)	Miels de Malaisie
Stimule la fonction rénale (Al-Waili 2003)	Miels polyfloraux des Emirats arabes unis
Stimule la mémoire (chez le rat) (Al-Rahbi et al., 2014)	Miels de Malaisie
Anxiolytique, anti nociceptif anticonvulsivant, antidépresseur (Zakaria et al., 2015)	Différents miels Nigerians
Stimule la fertilité (chez le rat) (Zaid et al., 2010)	Miels de Malaisie

## 1.7 Les différents types de miel

### 1.7.1 Les miels monofloraux

Les miels monofloraux sont issus d'une seule variété de fleurs. Ces miels sont très populaires auprès des consommateurs. Cette catégorie de miel a un goût particulier qui évoque la fleur dont le miel est issu.

Cependant, il est très difficile de certifier que le nectar utilisé par les abeilles provient bel et bien dans son intégralité de cette seule variété. Le miel d'acacia, par exemple, est un miel blond et liquide au goût délicat. Le miel de châtaigner, quant à lui, est un miel foncé très liquide à l'arôme et au goût extrêmement puissants.

Le miel de romarin, est jaunâtre à la saveur fruitée.

Le miel de lavande est un miel très aromatique clair lorsqu'il est liquide mais qui se cristallise assez rapidement et devient alors blanchâtre.

Le miel de bruyère, brun et fort en goût.

Le miel d'eucalyptus est jaune pâle jusqu'à brun foncé (selon le pays d'origine), avec un reflet verdâtre, son goût est très sucré et peu acide, rappelant celui du caramel.

D'autres miels dont le miel de chêne et de colza sont aussi dotés de leurs goûts et de leurs propriétés spécifiques (Bruneau et *al.*, 2003).

### 1.7.2 Les miels polyfloraux

Les miels de ce type sont conçus par les abeilles à partir d'un nectar qui est issu de plusieurs espèces végétales différentes. Pour ces types de miel les apiculteurs mettent en avant l'origine géographique du miel. Cette détermination correspond en général soit à l'endroit où le miel a été produit, soit à un type particulier de paysage, généralement avec une flore identifiée.

Certains miels nommés « miel de montagne » proviennent de fleurs des prairies en altitude et détiennent donc les propriétés de plusieurs plantes mais également des saveurs prononcées. La couleur de ce miel peut aller du brun au blanchâtre selon les concentrations en miellat de chêne et de buis de la région.

L'appellation « miel toutes fleurs » désigne un miel dont la culture s'est étalée sur plusieurs floraisons. Son goût reflète les fleurs de tout le territoire d'où il provient.

Les miels de printemps et d'été sont obtenus de la floraison en ces saisons. Le premier est clair et a une odeur délicate provenant de divers arbres, des fleurs d'acacia ou de tilleul. Le second est issu des fleurs de lavande ou de tournesol (Bruneau et *al.*, 2003).

### 1.7.3 Les Miels de Miellat

Certains miels ne proviennent pas du nectar de fleurs. Les abeilles récoltent les excréments sucrés produits par des insectes, comme les pucerons. Le miel de miellat le plus connu est le miel de forêt.

En Algérie, les principales espèces mellifères sont les agrumes, le romarin (*Rosmarinus officinalis*), le thym (*Thymus vulgaris*), la bruyère (*Erica muni-fiera*), l'Euphorbe (*Euphorbia nicaeensis*) etc. (Nair, 2014).

Répartition des types de miels algériens selon la zone géographique :

- Zone du littoral: Potentialités mellifères importantes (forêts, vergers). Principaux Miels : Agrumes, Eucalyptus, toutes fleurs, miellat (forêts),...

- Prairies naturelles et maquis : miels d'agrumes ; eucalyptus ; toutes fleurs ; miellat (forêt).
- Zone de montagne: miel de toutes fleurs, lavande, carotte sauvage et bruyère, miellat.
- Hauts plateaux: miel de sainfoin, romarin, jujubier et aubépine
- Zone du sud: faible potentialités mellifères : miel de jujubier, Euphorbe (Oudjet, 2012; Izeboudjene, 2016).

## 1.8 La qualité du miel

Des enquêtes effectuées auprès de consommateurs sur leur perception de la qualité en 2001 et en 2007, ont montré que la notion de « goût » arrive en tête des qualificatifs de la qualité alimentaire suivie par la « fraîcheur » et ensuite l'apparence (Tavoularis, Recours, et Hebel, 2007).

Même si l'évaluation sensorielle se développe de plus en plus, elle doit être associée à une appréciation objective pour pouvoir appliquer une réglementation sur le produit, un moyen de contrôle quantitatif doit être utilisé. Le principal critère d'évaluation mesurable de la qualité du miel est la concentration en HMF. De nombreuses études ont été réalisées sur le sujet (Nässberger, 1990; Marceau, 1994; Fallico et al., 2004; Gidamis et al., 2004; Zappalà et al., 2005; Gfeller et al., 2006; Durling et al., 2009; Pasiyas et al., 2017) et toutes ont globalement confirmé l'intérêt de la mesure de l'HMF dans l'appréciation de la qualité du miel.

La teneur en eau est également un critère de qualité important, l'apiculteur doit estimer correctement la teneur en eau avant de procéder à la récolte, il doit veiller à ce qu'au moins deux tiers des cadres de miel soient operculés (Kast et al., 2014; Kast, 2014).

Selon le règlement de contrôle de la qualité d'Apisuisse, le miel de qualité supérieure labellisé doit avoir une teneur en eau en dessous de 18,5 %. Les miels qui présentent une teneur en eau plus élevée ne peuvent être conservés que pendant une période limitée. Ils fermentent facilement et ne peuvent plus être commercialisés (Kast et al., 2014).

Les critères de qualité du miel sont spécifiés par le Codex Alimentarius, la directive européenne sur le miel et quelques législations nationales (Codex, 2001; OJEC, 2002). La Commission internationale du miel (IHC), créée en 1990 a compilé les méthodes d'analyse actuellement utilisées en routine pour le contrôle du miel.

Les principales causes de la détérioration de la qualité du miel sont le chauffage à des températures élevées, teneur élevée en humidité, falsification, mauvaise qualité d'emballage et mauvaises conditions de stockage (Singh et Singh, 2018).

En absence d'une réglementation algérienne les critères de qualité de miel présentés dans le tableau 2 sont ceux du codex Alimentarius.

### 1.8.1 Fraudes, surveillance et moyens de contrôle

Phipps disait en introduction de son rapport sur le commerce international du miel paru en Juin 2020 « une pandémie du virus COVID-19 se propage de Wuhan Chine sur les cinq

*continents; Une pandémie de l'adultération du miel balaie le marché international du miel »* (Phipps, 2020).

Alors que la réglementation sur le miel est très stricte dans l'UE (OJEC, 2002), et bien que la norme Codex Alimentarius pour le miel (Codex, 2001) soit reconnue dans le monde entier, les réglementations nationales individuelles et les contrôles dans le monde sont assez différents et non uniformisés (Thrasylvoulou et *al.*, 2018). Cela mène à différents niveaux de qualité, différentes attentes des consommateurs et aussi différents avis juridiques concernant la commercialisation du miel.

À la suite du scandale de la viande de cheval, la Commission européenne a publié un rapport sur la fraude alimentaire en décembre 2013, répertoriant les dix produits alimentaires fréquemment frelatés, selon ce classement, le miel est à la sixième place (Eurofins, 2013). De nombreux cas d'adultération du miel ont en effet été enregistrés ces dernières années (Elflein, 2015). Ainsi, de nombreux experts alertent sur l'ampleur du phénomène d'adultération des miels et son impact possible à la fois sur les prix du miel et sur la viabilité du secteur apicole. La falsification est très répandue en raison du prix élevé du miel et de la disponibilité d'adultérants moins chers, ceci facilité par le manque de moyens de contrôle (Garcia, 2016). L'adultération du miel comprend les cas de dilution intentionnelle avec des sirops (maïs, riz, betterave, etc.), l'alimentation des ruches en période de miellée, l'utilisation d'antibiotiques et d'autres produits chimiques dans les colonies d'abeilles avec les risques de résidus dans le miel, et la tromperie sur le véritable pays d'origine du miel pour éviter les droits de douane et les contrôles ou pour annoncer une origine plus prestigieuse. L'adultération pourrait également inclure la pratique répandue consistant à extraire un miel immature puis à le déshumidifier par des moyens mécaniques (Pita-Calvo et *al.*, 2017; Schweitzer, 2012).

Le miel récolté de la ruche avant maturation et qui n'a donc pas encore été naturellement mélangé avec les sécrétions des abeilles et qui est déshydraté par le vide ne peut pas être commercialisé sous le nom de miel (OJEC, 2002). Il est récolté au printemps alors qu'il est encore à 40-50% d'humidité, stocké à l'extérieur pendant l'été, laissé fermenter à la chaleur de la saison estivale et puis, alors seulement, traité de manière à réduire l'humidité à moins de 18% pour être ensuite mélangé avec des récoltes ultérieures d'autres régions contrairement aux exigences du Codex (Phipps, 2020).

Le miel venant de Chine est souvent décrié notamment par les apiculteurs européens (Garcia, 2016; Apimondia, 2020), d'un autre point de vue, l'institution chinoise responsable des contrôles (le CIQ du Shandong) a déclaré en 2016 la destruction de 9 tonnes de miels espagnols jugés non conformes. Ce lot aurait été jugé non conforme car un nombre trop important de colonies bactériennes aurait été détecté: plus de 12 000 UFC/g, alors que la loi chinoise autorise au maximum 10 000 UFC/g pour le miel (Zeng et *al.*, 2016).

Ceci prouve bien qu'une uniformisation des législations relatives au miel et la généralisation des méthodes d'évaluation de la qualité, de détection et de quantification de la falsification sont nécessaires et même indispensables.

Les techniques chromatographiques sont largement utilisées dans l'analyse du miel (Cordella et *al.*, 2005; Jinmei Wang et *al.*, 2014; Siddiqui et *al.*, 2017).

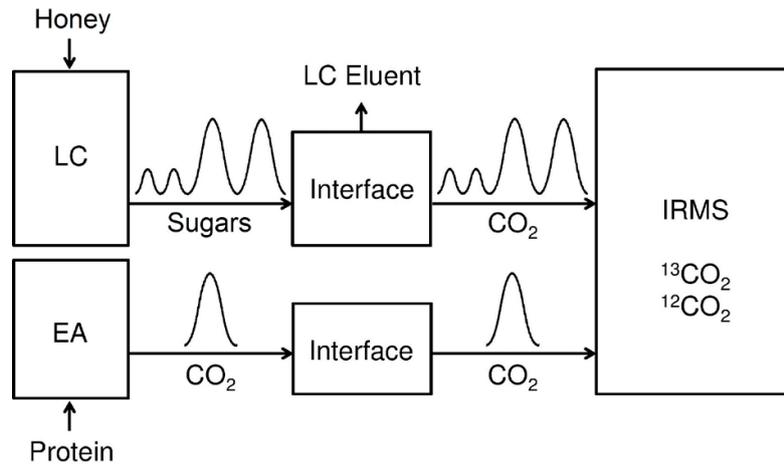
La RMN (résonance magnétique nucléaire) est la technique la plus récente dans ce domaine. Comme elle analyse le miel dans son ensemble en tenant compte de tous les composants naturels présents et des ratios basés statistiquement entre ceux-ci, elle peut révéler des fraudes

plus sophistiquées indépendamment de la source et de la composition de la plante. La fraude contre une telle technique est plus difficile car il est pratiquement impossible de reconstituer la composition complète du miel (sucres, acides organiques, acides aminés, composants aromatiques, etc.) à un coût économiquement viable. C'est ce profil très complexe qui est analysé statistiquement avec la technique RMN. Cependant, cette technique ne peut détecter que des additions significatives ( $\geq 10\%$ ) de sucres exogènes. La RMN est la seule technique capable de détecter la récolte de nectar et non de miel mature (Arvanitoyannis et *al.*, 2005; 2005; Kortensniemi et *al.*, 2016; Ramli et *al.*, 2019).

Les techniques d'analyses par le moyen infrarouge et la spectroscopie en combinaison avec un traitement chimiométrique des données ont également été proposées. Cependant, la spectroscopie ne permet pas de déterminer les activités enzymatiques, un critère de grande importance pour le commerce du miel (González Martín et *al.*, 1998; Downey, Fouratier, et Kelly 2003; Kelly, Downey, et Fouratier 2004; Arvanitoyannis et *al.*, 2005; Li et *al.*, 2012; Luo et *al.*, 2016; Beckmann et *al.*, 2008).

L'Analyse élémentaire par Spectrométrie de Masse à Rapport isotopique (EA-IRMS), développée il y a 25 ans, est une méthode utilisée par les principaux pays importateurs. La détection de la fraude par ajout du sirop de canne à sucre dans le miel est possible par cette méthode qui donne accès au rapport isotopique du carbone de la matière organique végétale, qui est étroitement lié aux cycles de photosynthèse des végétaux. Différentes manières de produire des sirops de sucre existent: des sirops inversés (produits à partir de sucre de canne ou de betterave) ou des sirops produits à partir d'amidon provenant d'autres plantes (riz, blé ou maïs, par exemple sirops de maïs à haute teneur en fructose). Ces techniques laissent des marqueurs tels que les enzymes et des polysaccharides ; mais surtout en fonction de la classification de la plante C3- (betterave, blé, riz) ou C4- (maïs, canne, etc.), le rapport isotopique  $^{13}\text{C} / ^{12}\text{C}$  sera différent (figure 18). Les plantes C3 fixent le  $\text{CO}_2$  atmosphérique en utilisant le cycle Calvin (C3) et ont un ratio  $^{13}\text{C} / ^{12}\text{C}$  inférieur aux plantes C4 qui fixent le  $\text{CO}_2$  en utilisant le cycle Hatch-Slack (C4) (Chen et *al.*, 2013; Dinca et *al.*, 2015; Luo et *al.*, 2016).

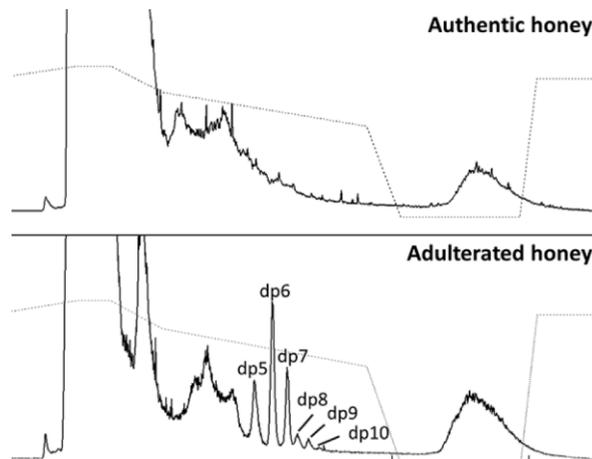
La fraction protéique est isolée par précipitation, le miel est brûlé dans l'analyseur élémentaire (EA) et le rapport isotopique  $^{13}\text{C} / ^{12}\text{C}$  du gaz  $\text{CO}_2$  formé est mesuré par spectrométrie de masse à rapport isotopique (IRMS). Les fractions individuelles de sucre (fructose, glucose, disaccharides et trisaccharides) sont séparées les unes des autres par chromatographie liquide (LC), oxydées chimiquement en  $\text{CO}_2$ , séparé de l'éluant liquide et les rapports isotopiques  $^{13}\text{C} / ^{12}\text{C}$  sont déterminés par l'IRMS (figure 18) (Elflein, 2015).



**Figure 18:** LC-IRMS pour la détection de l'adultération du miel. (Elflein, 2015)

Une méthode comme EA- IRMS n'est pas harmonisée, et peut conduire à des interprétations différentes entre les laboratoires (Moussa, 2001).

En outre, il existe des méthodes permettant la détection de marqueurs spécifiques indiquant la présence de sirops de sucre dans le miel tel que le détecteur de diffusion de lumière par évaporation (LC-ELSD), utilisé en conjonction avec la chromatographie liquide haute performance (figure 19).



**Figure 19:** Chromatogrammes LC-ELSD de miel authentique et adultéré (Elflein, 2015)

L'échantillon adultéré montre des pics correspondants à des oligosaccharides étrangers au miel (dp 5 à dp 10) qui servent de substances marqueurs pour détecter l'adultération. Ce sont des oligosaccharides  $\geq$  dp 4 qui sont issus de la dégradation enzymatique de l'amidon et ne sont pas naturellement présents dans le miel de nectar ou de miellat.

Ces méthodes ont l'inconvénient d'être coûteuses et demandent des compétences spécifiques, pour cela, des équipes scientifiques ont cherché à développer des méthodes rapides et peu coûteuses pour soutenir l'activité de contrôle réglementaire sur le terrain. c'est ainsi que l'équipe du laboratoire de recherche Institut du génome de Malaisie (Institut national de biotechnologie de Malaisie) a développé un test de dépistage rapide qui serait capable de différencier le miel synthétique de son homologue brut le RAPIDRAW TEST (Nor Azfa

Johari et *al.*, 2019). Nous reviendrons sur cette méthode plus largement dans la partie pratique.

### 1.8.2 Résidus de pesticides

La présence de résidus de pesticides dans le miel, un produit traditionnellement sain, est un sujet de préoccupation pour les producteurs, les entreprises de conditionnement et les consommateurs. Les résidus de pesticides provoqueraient des mutations génétiques (Al-Waili et *al.*, 2012).

Une méthode LC-MS / MS multi-résidus a été développée et validée pour l'identification et la quantification de pesticides (chlorfenvinphos, coumaphos, tau-fluvalinate, l'amitraz, qui sont utilisés dans les traitements vétérinaires, et l'imidaclopride, l'acétamipride, la simazine, cyproconazole, tébuconazole, chlorpyriphos-méthyl, largement utilisés dans les pratiques agricoles). Juan-Borrás et *al.*, (2016) ont montré la présence de résidus de pesticides à différentes concentrations; cependant, la limite maximale de résidus (LMR) dans le miel pour chacun des 11 pesticides n'a pas été dépassée. Les plus courants étaient l'amitraz (de 1 à 50 mg / kg) présent dans 100% des échantillons et coumaphos (jusqu'à 14 mg / kg) dans 63%. L'indice de danger pour les adultes était inférieur à 0,002 dans tous les cas, très loin de 1, la valeur établie comme limite d'acceptabilité. Par conséquent, le miel commercial testé ne représente pas de risque significatif pour la santé. Cependant, considérant que les niveaux de résidus devraient être présents «aussi bas que raisonnablement possible», il est jugé nécessaire de faire un effort pour réduire leur présence par des pratiques agricoles et surtout apicoles appropriées grâce aux traitements des acaridés (Juan-Borrás, Domenech, et Escriche, 2016).

### 1.8.3 Miels toxiques

Bien que notre environnement comprenne de nombreuses plantes toxiques, les cas de miels impropres à la consommation dans le monde sont très rares. Les principes toxiques de certaines plantes peuvent se retrouver dans le nectar des fleurs et par conséquent, dans le miel. Mais pour que le toxique soit en quantité suffisante dans le miel, il faudrait que les abeilles butinent exclusivement des champs entiers de plantes toxiques. Les faits rapportés ne concernent que de rares cas isolés. Le plus souvent, il s'agit de miel provenant de plantes de la famille des Ericacées. D'autres plantes peuvent être à l'origine de miels toxiques comme la *Datura stramonium* aux Etats Unis. Le diagnostic de ce type d'intoxication se fait par identification des pollens contenus dans le miel (Rossant, 2011).

### 1.8.4 Authenticité

Concernant le miel, le terme «authenticité» a deux aspects: l'authenticité concernant la production (absence de fraude ou de falsification, *aspect traité dans le paragraphe 1-8-1*) et l'authenticité concernant l'origine botanique et/ ou géographique (tromperie par de faux étiquetages) (Mădaş, 2013).

Pour étiqueter un miel comme le miel d'une origine florale spécifique, un miel doit venir selon la directive européenne «essentiellement» du nectar d'une espèce florale récoltée par les abeilles (Directive UE, 2014). Même si ces normes spécifient certaines limites de composition pour distinguer les miels des nectars et miels de miellat, elles n'établissent aucun critère pour les miels unifloraux, donc ne peuvent garantir un contrôle efficace des dénominations.

Certains laboratoires européens ont créé leurs propres standards pour les miels unifloraux, qui servent dans leurs activités de contrôle de qualité, mais comme ces limites peuvent varier d'un pays à un autre, elles ne sont pas reconnues lors du commerce international des miels unifloraux (Persanno Oddo et Bogdanov, 2004).

Comme exemple frappant, le miel Manuka issu des fleurs d'un arbuste de Nouvelle-Zélande, le *Leptospermum scoparium* fait souvent l'objet de fraudes. Manuka est l'un des types de miel avec la plus grande valeur commerciale en raison de ses propriétés antibactériennes uniques, il y aurait dix fois plus de miels est étiquetés comme Manuka que ce qui est réellement produit (Lloyd, 2017).

Certains pays tel que la Grèce, l'Allemagne et la Turquie ont perçu cette nécessité d'établir des réglementations nationales ou critères techniques concernant les caractéristiques des miels monofloraux (Thrasylvoulou et al., 2018). Néanmoins dans la plupart des cas, il y a une différence concernant le pourcentage minimum de teneur en pollen requis pour la caractérisation d'un miel monofloral (tableau 5).

**Tableau 5:** Pourcentage minimal de pollen requis pour la caractérisation des miels monofloraux conformément à la législation de cinq pays européens.

(Thrasylvoulou et al., 2018).

Pollen grains	Croatia (%)	Greece (%)	Germany (%)	Italy (%)	Serbia (%)
<i>Arbutus unedo</i>	10				
<i>Brassica napus</i>	60	–	80		
<i>Calluna vulgaris</i>	20	–	–		20
<i>Castanea sativa</i>	85	87	90		85
<i>Citrus</i> spp.	10 (5*)	3	20	10	
<i>Gossypium</i> (cotton- <i>Erica</i> spp.		3			
		45	45		
<i>Eucalyptus</i> spp.			85		
General monofloral	45	45	45		
<i>Medicago sativa</i>					> 30
<i>Lavandula</i> spp.	10 (5*)				
<i>Phacelia tanacetifolia</i>	60				
<i>Robinia pseudoacacia</i>	20		–		20
<i>Rosmarinus officinalis</i>					20
<i>Salvia officinalis</i>	15 (10*)				
<i>Satureja montana</i>	20				
<i>Taraxacum officinalis</i>					20
<i>Thymus</i> spp.	–	18		15	
<i>Tilia</i> spp.	25 (10*)		20		25
<i>Trifolium, melilotus</i>			70		
<i>Helianthus</i>	–	20	50		40

\*With characteristic organoleptic properties of honey for particular plant species (smell, taste, color).

Selon la législation européenne lorsque le miel est commercialisé en provenance d'une zone géographique spécifique, le miel doit provenir entièrement de la zone indiquée. L'origine géographique sera souvent plus difficile à définir. Généralement, les laboratoires vérifient si le spectre de pollen du miel correspond à la zone indiquée sur l'étiquette. Certains types de végétation sont très spécifiques à certaines zones géographiques / zones climatiques, de sorte que ce pollen sera plus présent dans le miel. Certaines plantes ne poussent que dans certaines régions et climats particuliers ou les plantes endémiques peuvent être identifiées comme marqueurs pour une origine spécifique. Cependant, le spectre du pollen peut changer rapidement en raison des changements agricoles et cela doit être interprété avec attention.

Nous pouvons citer l'exemple « Miel de Corse Mele di Corsica » bénéficiant d'une appellation d'origine protégée (AOP) (Yin, 2014).

La nécessité de déterminer certains paramètres en termes d'authentification botanique ou géographique des miels provient de la demande croissante de miels mono-floraux sur les marchés. En effet, les miels mono-floraux sont généralement plus demandés et plus chers que les poly-floraux.

La méthode traditionnellement appliquée pour la détermination de l'origine géographique et botanique est la melissopalynologie (Karabagias, Badeka, et *al.*, 2014; Girard, 2014; Van Der Ohe et *al.*, 2004) définie comme étant l'étude des grains de pollen dans le miel, elle permet d'identifier les plantes butinées à l'origine de la production du miel (D'Albore, 1997). Une alternative pour l'authentification du miel est la combinaison de la méthode méliissopalynologique, associée aux paramètres physico-chimiques (Juan-Borrás et *al.*, 2014; Karabagias, Vavoura, et *al.*, 2014; Oroian et Ropciuc, 2017). Pendant les dernières décennies, différentes méthodes ont été mises en œuvre pour l'authentification du miel comme: l'utilisation de «langue électronique « e-Tongue » et la spectroscopie optique (Ulloa et *al.*, 2013), profil des composés volatils (Oroian et *al.*, 2015), composés phénoliques, paramètres physico-chimiques associés à la chimométrie (I. K. Karabagias et *al.*, 2017), profil minéral (Terrab et *al.*, 2004; I. K. Karabagias et *al.*, 2017; Bettar et *al.*, 2019), spectroscopie dans le poche infrarouge (NIR) (Guelpa et *al.*, 2017).

Les énormes données résultant de ces méthodes nécessitent l'application de méthodes statistiques telles que l'analyse des composantes principales (Ulloa et *al.*, 2013; Oroian et *al.*, 2015), l'analyse discriminante (Karabagias et *al.*, 2017), d'autres études ont testé l'utilisation de réseaux de neurones artificiels (Ramzi et *al.*, 2015; Oroian et Ropciuc 2017).

Ces méthodes sont peu utilisées en routine et la méthode qui reste la référence et la plus couramment utilisée est l'analyse pollinique (Persanno Oddo et Bogdanov, 2004).

## 1.9 Labellisation des miels

Le Label est un signe qui désigne des produits qui, par leurs conditions de production ou de fabrication, ont un niveau de qualité supérieur par rapport aux autres produits similaires habituellement commercialisés (INAO, 2019). Les systèmes de reconnaissance de la qualité des produits sont gérés par les autorités publiques, les contrôles sont effectués par des organismes externes, indépendants et généralement accrédités. L'accréditation garantit la fiabilité et la qualité des contrôles. Il s'agit généralement de systèmes volontaires, les producteurs qui le souhaitent soumettent des produits à la labellisation.

La qualité, se rapporte à l'ensemble des propriétés et des caractéristiques d'un produit, et lui confèrent son aptitude à satisfaire des besoins implicites ou explicites. Outre les caractéristiques sensorielles du produit et leur perception par le consommateur, la qualité supérieure repose sur :

- Des conditions de production, qui se distinguent des conditions de production des produits similaires habituellement commercialisés,
- L'image du produit au regard de ses conditions de production,

- Les éléments de présentation ou de service.

À toutes les étapes de sa production et de son élaboration, le produit labellisé doit répondre aux exigences définies dans un cahier des charges, validé par l'organisme responsable et homologué par un arrêté interministériel publié au Journal officiel. Le contrôle du respect de ces exigences et de la traçabilité des produits est assuré par un organisme certificateur indépendant.

Les labels se font sur la base d'indication géographique protégée (IGP) ou d'appellation d'origine contrôlée ou protégée (AOC et AOP).

En Europe de nombreux miels sont labélisés, nous citons pour la France (miel d'Alsace, miel de Corse miel de lavande et de lavandin, miel de Provence, miel de sapin, miel de sapin des Vosges, miel des Cévennes, miel toutes fleurs) (INAO, 2019) En Belgique miel « perle du terroir » (Leuquet, 2013), en suisse le « Label d'Or » (Kast et *al.*, 2014).

Tandis que nos voisins marocains déclarent 37 produits agricoles labellisés dont le « miel d'Euphorbe du sahara » et le « miel d'Euphorbe Tadla- Azilal » appelés couramment miel de Daghmous (anonyme, 2014). En Tunisie parmi les 18 produits agricoles labellisés il ya le label « miel de Khroumerie » (ministère tunisien de l'agriculture, des ressources hydrauliques et de la pêche, 2019).

En Algérie la labellisation est assurée par la commission nationale de labellisation (CNL) sous la tutelle du ministère de l'agriculture et du développement rural. Trois produits sont déjà labellisés et reconnus, à savoir la figue sèche de Béni Maouche (Béjaia), la datte « Deglet Nour » de Tolga (Biskra) et l'olive de Sig et le secteur œuvre à valoriser et à labelliser le maximum de produits agricoles en vue de les protéger et leur conférer la valeur ajoutée qu'ils méritent. Une liste de 56 produits potentiellement labéllisables sont actuellement examinés par la CNL, dont le « Miel D'el Gueitna Mascara » et le « miel de jujubier de la steppe » (MADR, 2018).

Le décret exécutif N° 13-260 du 28 Chaabane 1434 correspondant au 07 juillet 2013 précise et fixe les conditions d'établissement des cahiers des charges et les modalités de fonctionnement du système de labellisation.

Dans son chapitre premier, le décret exécutif dans son article 2, précise que les produits agricoles ou d'origines agricoles sont reconnus par les signes distinctifs suivants :

- L'appellation d'origine (AO)
- L'indication géographique (IG)
- L'agriculture biologique (AB)
- Les labels agricoles de qualité

Ainsi sont distingués 4 types de cahiers des charges de labellisation selon les différents signes distinctifs :

- Le cahier des charges d'appellation d'origine
- Le cahier des charges d'indication géographique
- Le cahier des charges d'agriculture biologique
- Le cahier des charges de label agricole

**L'article 20** reprend les étapes sur lesquelles est basé le système national de labellisation et qui sont :

- L'élaboration des cahiers des charges pour la définition de l'ensemble du référentiel de caractérisation du produit et pour la définition des procédures de vérification de la conformité au cahier des charges.
- La validation de la conformité du produit au cahier des charges par des organismes de droit privé, dénommés organismes de certification.
- La reconnaissance à l'issue de cette procédure,
  - 1) Du droit à apposer sur le produit un logo exprimant l'indication géographique, l'appellation d'origine, le caractère de produit de l'agriculture biologique ou la qualité du produit.
  - 2) D'une protection du produit et du logo contre toute contrefaçon ou utilisation du logo à des fins frauduleuses.

**Dans le chapitre 3 « Fonctionnement du système de labellisation »**, la section 1 donne une description précise de ce que doit être et ce que doit comporter un cahier des charges.

**L'article 22 de la section 1** précise ce que doit contenir le cahier des charges pour répondre aux exigences auxquels doit répondre le produit. Les cahiers des charges constituent les référentiels techniques des produits.

A ce titre, ils :

- Fixent, outre les caractéristiques liées à l'apparence des produits concernés, les critères et conditions applicables à leur production, à leur transformation et à leur conditionnement.
- Ils définissent les aspects requis en matière de sécurité et de salubrité ainsi que leurs caractéristiques organoleptiques.
- Définissent également l'ensemble des voies et moyens par lesquels doivent être effectuées toutes les missions de certification, de vérification et de contrôle liés aux produits.

**Dans le chapitre 3 « fonctionnement du système national de labellisation » la section 2 « registre des reconnaissances » dans son article 24** stipule qu'il est institué auprès du comité, un registre des reconnaissances, dont la tenue est confiée au secrétariat, qui retrace :

- Les conditions d'élaborations et d'approbations des cahiers des charges ;
- Les demandes de reconnaissances de la qualité ;
- Les éléments de procédure de la reconnaissance de la qualité concernée.

Ce registre comporte également les dénominations inscrites ainsi que les modifications éventuelles et les organismes de certification ayant reconnu les qualités concernées.

**Dans la section 3 du même chapitre l'article 26 et l'article 27** abordent les conditions requises et les règles qui régissent les logos et leur apposition sur un produit agricole ou d'origine agricole.

**L'article 26** stipule que les caractéristiques techniques, les mentions, les inscriptions, les signes et les couleurs utilisés par les logos pour exprimer les qualités auxquelles ils se réfèrent sont fixés par arrêté conjoint du ministre chargé de l'agriculture et du ministre chargé du commerce.

**L'article 27** lui, stipule qu'un logo ne peut être apposé sur un produit agricole ou d'origine agricole qu'après que l'acte de reconnaissance de la qualité émis par l'organisme de certification ait été entériné par la publication au journal officiel de l'arrêté du ministre chargé de l'agriculture prévu par les dispositions de l'article 30 de la section « Procédures de reconnaissance de la qualité d'un produit agricole ou d'origine agricole ».

Et enfin dans la section 4 « procédure de reconnaissance de la qualité d'un produit agricole ou d'origine agricole » toujours, du même chapitre, le détail ainsi que les étapes des procédures sont repris dans les articles 28, 29 et 30.

**L'article 28** stipule que les agriculteurs ou/et les transformateurs des produits agricoles ou d'origine agricole à titre individuel ou organisés en coopérative, association ou toute autre groupement professionnel ou interprofessionnel conformément à la législation et à la réglementation en vigueur, sont habilités à formuler une demande de reconnaissance des signes distinctifs de reconnaissance de la qualité d'un produit agricole ou d'origine agricole.

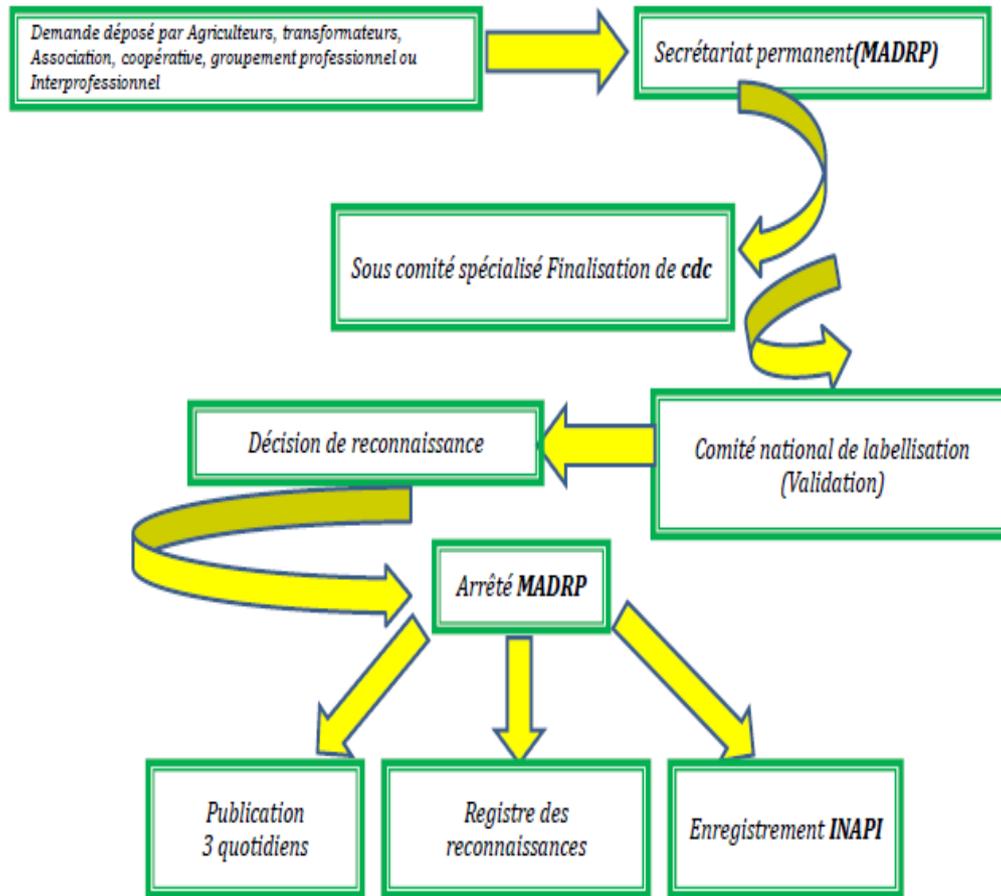
**L'article 30 :** Les signes distinctifs de reconnaissance de la qualité des produits agricoles ou d'origine agricole sont attribués par le ministre chargé de l'agriculture.

On entend souvent parler des labels comme un sésame vers la reconnaissance et donc la visibilité. Les labels ont pour caractéristique essentielle d'attirer l'attention des consommateurs comme un critère de fiabilité et de confiance.

Les labels sont ainsi un signe de distinction qui permet d'avoir une reconnaissance aussi bien nationale qu'internationale.

Il existe donc de nombreuses raisons de se doter de labels. Les objectifs de la labellisation mis en avant par le ministère algérien de l'agriculture et du développement rural (MADR) sont les suivants :

- Valoriser des produits agricoles notamment du terroir,
- Garantir la qualité des produits agricoles par les signes distinctifs de qualité, appellation d'origine (AO), indication géographique (IG) et Agriculture biologique (AB),
- Permettre le développement économique de territoire,
- Préservation des savoir-faire traditionnels,
- Encouragement à l'export.



**Figure 20:** Schéma de la procédure de reconnaissance des indications géographiques (IG) et des d'appellation d'origine (AO)

(MADR, 2018)

# PARTIE EXPERIMENTALE

## 2. Partie expérimentale

### 2.1 Introduction

Il existe plusieurs critères qualitatifs des miels, selon les aspects abordés. Il est d'abord impératif de distinguer les critères d'altération ou de vieillissement (Taux d'humidité, HMF, acidité, phosphatase acide) des critères positifs (Taux de proline, de B caroténoïdes, ou l'activité anti-oxydante). Du point de vue du contrôle de l'altération, le bénéfice que l'on peut tirer des analyses chimiques est essentiellement comparatif : les caractéristiques des miels de certaines régions sont-elles satisfaisantes face aux miels d'autres régions, ces critères sont généralement pris en considération dans les réglementations internationales et visent à protéger à la fois les consommateurs et les producteurs de miels.

Les critères positifs ne sont généralement pas réglementés. Certains critères positifs peuvent cependant être utilisés pour montrer la valeur particulière d'un miel. Par exemple, certains constituants ont des propriétés nutritionnelles particulièrement intéressantes, comme c'est le cas des composés phénoliques par exemple.

L'identification de l'origine botanique des miels est une étape essentielle lorsque l'on souhaite évaluer ce produit, ce critère étant le plus mis en avant par les producteurs et le premier que regarde le consommateur associant cela à un effet thérapeutique présumé ou avéré.

Nous avons souligné le problème d'adultération des miels et la vulnérabilité des consommateurs mais également des producteurs face à ce fléau.

Enfin l'absence encore à ce jour de label officiel de qualité pour les miels nationaux constitue un problème souvent évoqué par les représentants des associations d'apiculteurs algériens soucieux de protéger et de valoriser leur produit.

Ce constat nous aida à construire notre travail autour de six axes :

- Comparer les miels algériens issus de différentes régions dans l'objectif d'évaluer l'impact du climat sur les critères de qualité cités dans les réglementations internationales.
- Comparer les miels algériens et les miels importés en nous basant sur 17 paramètres afin de vérifier la supériorité qualitative des miels locaux.
- Etudier l'origine botanique des miels locaux et importés dans le but d'identifier les taxons les plus représentatifs des régions étudiées et de vérifier la conformité avec l'origine botanique annoncée dans l'étiquetage.
- Etudier l'activité antibactérienne des miels afin d'identifier d'éventuelles corrélations entre l'origine géographique, botanique et climatique et l'effet antibactérien.
- Tester une méthode innovante et rapide de contrôle d'adultération des miels.
- Et enfin proposer un modèle de cahier des charges pour la labellisation des miels algériens dont la supériorité des caractéristiques qualitatives aura été démontrée à l'issue de ce travail.

## 2.2 Protocole expérimental

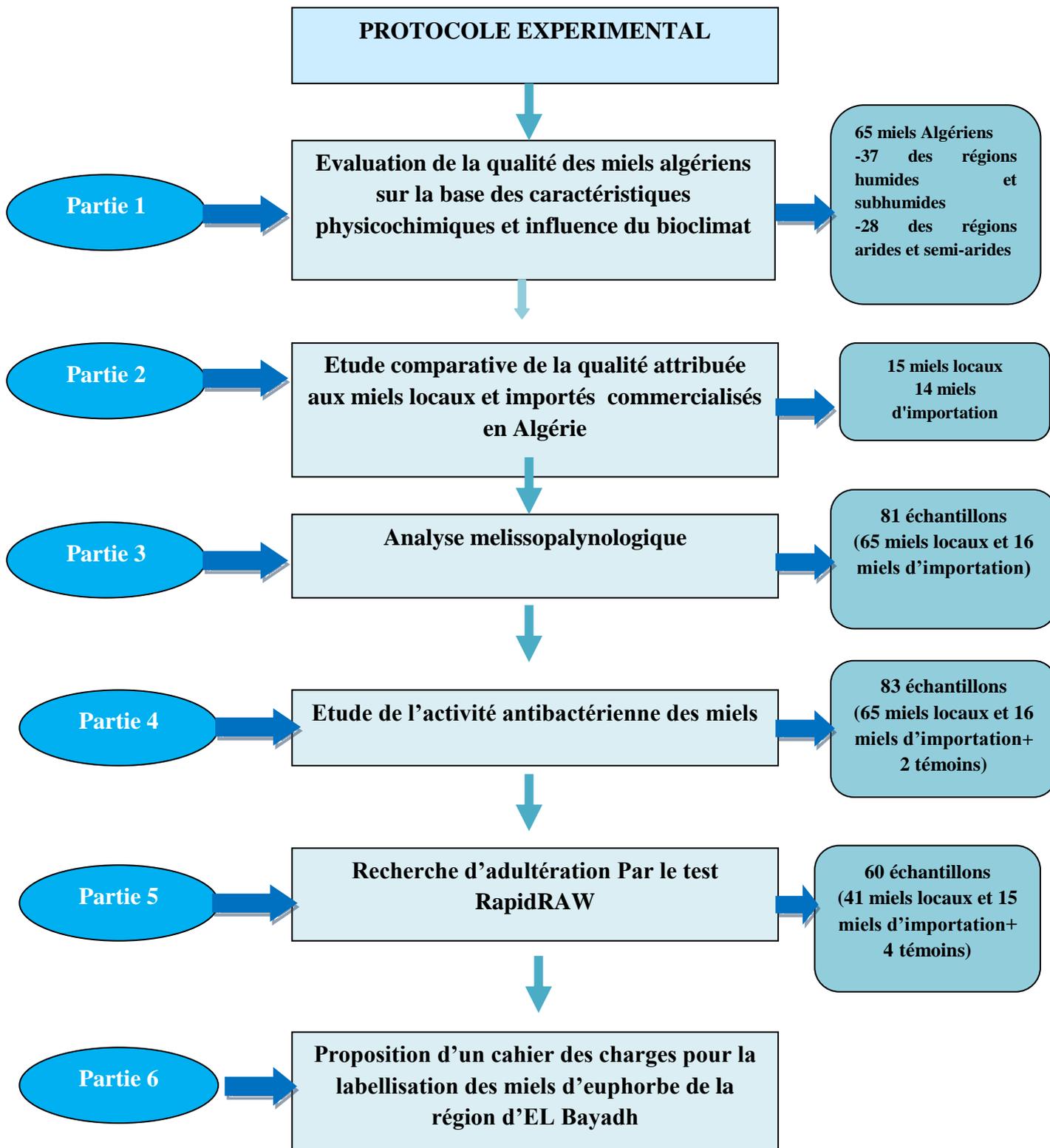


Figure 21: Schéma représentant le protocole expérimental.

## 2.3 Evaluation de la qualité des miels algériens sur la base des paramètres légaux de qualité et influence du bioclimat

### 2.3.1 Introduction

De nombreux facteurs pourraient avoir une influence sur la qualité des miels, les plus importants cités dans la littérature sont l'origine géographique, l'origine florale, et le climat (Fechner, 2016 ; Machado De-Melo et *al.*, 2018). Nous trouvons sur le marché algérien de nombreux miels issus de différentes régions . Dans le nord, près des côtes caractérisées par le climat méditerranéen, nous pouvons trouver les miels, d'agrumes, d'eucalyptus, de romarin, de thym; plus au sud d'autres types de miel sont récoltés comme, le miel d'euphorbe et de jujubier (Buba, 2013). Le consommateur algérien a peu d'informations objectives sur la qualité de ces différents produits. Dans cette première partie, nous nous sommes intéressés à cet aspect pour évaluer la qualité du miel algérien.

### 2.3.2 Objectifs

L'objectif de cette partie est de comparer entre les miels algériens issus de différentes régions dans l'objectif d'évaluer l'impact du climat sur les critères de qualité exigés par les réglementations internationales.

### 2.3.3 Matériels et méthodes

#### 2.3.3.1 Échantillons de miel

Soixante-cinq (65) échantillons, d'origine botanique différente, d'un poids de 250 g ont été acquis auprès d'apiculteurs de différentes régions d'Algérie au cours de la période allant de 2016 à 2017.

Afin de déterminer si l'origine climatique a un impact sur la qualité des miels, les échantillons ont été divisés en deux groupes selon les régions géographiques (figure 22) et climatiques (tableau 22) d'acquisition. Le groupe 1 comprend les miels des régions humides et subhumides et le groupe 2 ceux des régions semi-arides et arides.

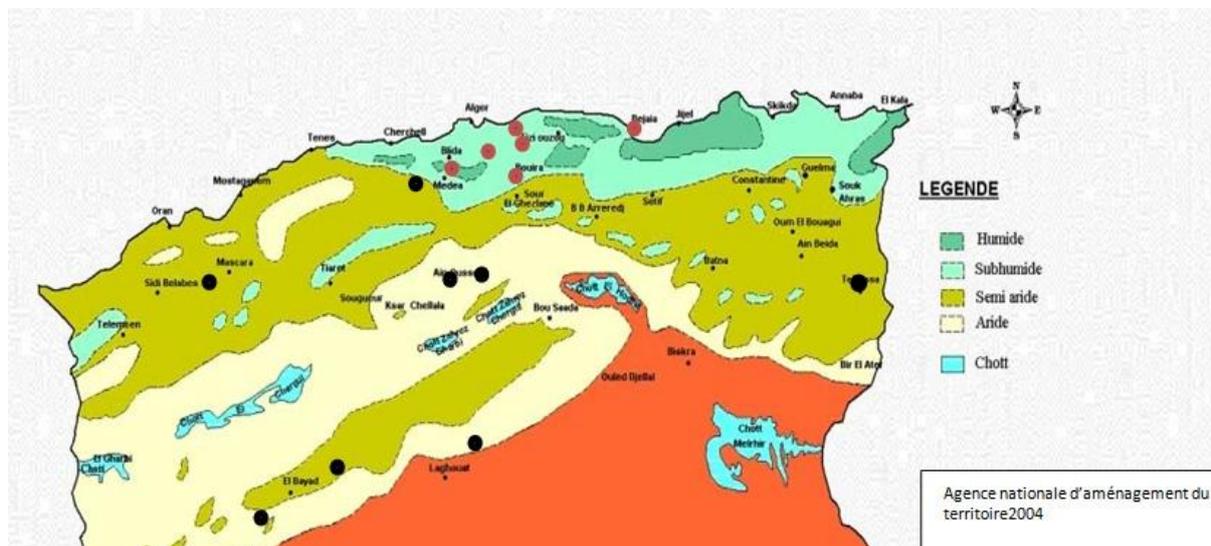
Les régions sont classées en fonction du climat à partir des données climatiques accessibles en ligne (<https://fr.climate-data.org>, 2017). Les données climatiques ont été utilisées pour définir le type de climat en utilisant l'indice d'aridité de Martonne :  $P/T+10$  (P : pluviométrie annuelle moyenne, T : température annuelle moyenne) (Aghrab, 2015). Les données détaillées sont présentées en annexe I.

**Tableau 6:** Répartition des échantillons de miel selon l'origine géographique et la classification climatique

Groupe	Classification climatique	Origine géographique	Origine botanique
Gr1(37)	Humide et subhumide	Blida, Boumerdes, Lakhdaria, Chiffa, Chrea, Hadjout, Tipaza, Alger, Khemis Miliana, Bejaia	Polyfloraux(3)*, Asphodele(1)*, camphre(1)*, Agrume (9)*, Eucalyptus (2)*, Foret (2)*, Montagne(9)*, Romarin (4)*, Euphorbe (3)*, Thym (3)*

Gr2(28)	Semi-aride et aride	Al Bayadh, Ain Oussera, Djelfa, Ainselma, Laghouat, Sidi Bel abbès, Chlef, Tebessa,	Polyfloraux(2)*, Harmel (3), Montagne(1)*, Romarin(2)*, Euphorbe (9)*, Chardon (3)*, Jujubier(8)*
---------	---------------------	---	---

\*: nombre d'échantillon pour chaque type de miel.



Groupe 1 ● Echantillons des régions humides et subhumides

Groupe 2 ● Echantillons des régions arides et semi-arides

**Figure 22:** Carte représentant la distribution des échantillons de miels algériens selon leur origine géographique (ANAT, 2004) modifiée.

### 2.3.3.2 Méthodes

#### 2.3.3.2.1 Traitement des échantillons

Tous les échantillons ont été conservés à l'abri de la lumière et à température ambiante dans des flacons de verre jusqu'à leur analyse. Les paramètres étudiés sont les suivants : conductivité électrique, teneur en eau et degrés Brix, pH, acidité libre et Hydroxyméthylfurfural (HMF). Toutes les analyses ont été effectuées en duplicata.

Si l'échantillon de miel est liquide ou filtré et est exempt de granulation, bien mélanger en remuant ou en secouant. Dans le cas des échantillons de miel cristallisés, placer le récipient fermé au bain-marie sans immerger et chauffer 30 minutes à 60° C, puis si nécessaire chauffer à 65° C jusqu'à liquéfaction. Bien mélanger et refroidir rapidement dès que l'échantillon se liquéfie. Les échantillons de miels destinés à la détermination de l'Hydroxyl-méthyl furfural ou de l'activité diastasique ne sont pas chauffés. Si des corps étrangers sont présents (tels que de la cire) les échantillons sont chauffés et filtrés avant l'échantillonnage. (FSSAI, 2015; AOAC, 2016).

Les analyses ont été réalisées au laboratoire de l'institut technique des élevages (ITELV) situé à Baba Ali, Alger en 2017.

### **2.3.3.2.2 Conductivité électrique (CE)**

#### *2.3.3.2.2.1 Intérêt de la mesure*

Elle permet de différencier les miels de miellats des miels de nectar.

#### *2.3.3.2.2.2 Principe*

La conductivité électrique d'une solution aqueuse de miel à 20% est mesurée en utilisant une cellule de conductivité électrique. Méthode harmonisée de la commission européenne (2009).

#### *2.3.3.2.2.3 Matériel utilisé*

\*Conductivimètre CORNING 442.

\*Balance analytique OHAUS.

\*Vortex FRAMO Geratechnik Type m 10.

\*thermomètre.

#### *2.3.3.2.2.4 Mode opératoire*

-Peser 10 g de miel

-Ajouter 50 ml d'eau distillée

-Homogénéiser au vortex pendant quelques minutes

-S'assurer que la température de la solution est bien à 20°C

-Plonger la cellule de mesure

-Lire directement les résultats sur l'appareil

Les résultats sont exprimés en milli Siemens par cm (mS.cm-1).

### **2.3.3.2.3 Taux d'humidité et degré Brix :**

#### *2.3.3.2.3.1 Intérêt de la mesure*

La teneur en eau est en fait le pourcentage d'eau dans le miel, c'est un paramètre légal. Ne peuvent avoir l'appellation " miel " que les produits qui contiennent au plus 20 % d'eau (Codex, 2001). C'est également un paramètre de qualité car la teneur en eau conditionne l'avenir du miel au niveau de la cristallisation et de la fermentation.

#### *2.3.3.2.3.2 Principe*

La détermination de la teneur en eau s'effectue par la mesure optique de l'indice de réfraction (IR) lequel est corrélé avec la teneur en eau, méthode harmonisée de la commission internationale du miel 2009. Pour les réfractomètres portables, la mesure se fait par transparence, au moyen d'un prisme présentant un indice de réfraction élevé, et peut être lue directement sur l'échelle graduée équipant l'instrument. La lumière, au passage du dioptré entre l'échantillon et le prisme, est détournée de sa trajectoire initiale. C'est le phénomène de réfraction sur lequel se base le fonctionnement du réfractomètre.

a. Si l'échantillon est faiblement concentré, l'angle de réfraction est grand, car la différence d'indice de réfraction entre l'échantillon et le prisme est élevée.

b. Si l'échantillon est très concentré, l'angle de réfraction est petit, car la différence d'indice de réfraction entre l'échantillon et le prisme est réduite.

Les résultats sont obtenus immédiatement par lecture directe.

#### 2.3.3.2.3.3 Matériel

\*Refractomètre manuel : (Honey Tester MEOPTA (MeoptaPřerov, République tchèque) à compensation automatique de température.

\*Bain marie (CLIFTON).

#### 2.3.3.2.3.4 Mode opératoire

Le taux d'humidité (ou la teneur en eau) a été définie selon la méthode A.O.A.C (FSSAI , 2015 ; AOAC, 2016).

Le miel à analyser doit être homogénéisé et parfaitement liquide. Dans le cas où l'échantillon est cristallisé, l'échantillon est placé dans un bain marie à 50°C, jusqu'à ce que tous les cristaux de sucres soient dissous.

Après refroidissement, à température ambiante, à l'aide d'une spatule, une goutte de miel est déposée directement sur la surface du prisme. La lecture de l'IR est effectuée à travers l'oculaire.

La lecture du réfractomètre se fait à une température constante proche de 20° C le % d'humidité correspondant est obtenu à partir du tableau représentant la relation entre l'indice de réfraction et le taux d'humidité (Annexe II). Dans le cas où la température est autre que 20°C effectuer une correction de lecture de la manière suivante :

Température supérieure à 20 ° C - ajouter 0.00023 par degré C°

Température inférieure à 20 ° C - soustraire 0.00023 par degré C°

Les résultats sont exprimés en pourcentage (grammes d'eau dans 100 g de miel).

Ce même réfractomètre nous a permis de lire le taux Brix tel que décrit par la norme ISO 2173 (ISO 2173, 2003). Le degré Brix représente le pourcentage de solides solubles qui sont contenus dans un mélange. C'est une valeur qui est presque égale au pourcentage de sucre présent dans un produit liquide. Il s'écrit couramment °Bx (Branger, 2007).

Le pH, l'acidité libre totale et la conductivité électrique ont été mesurés selon la Méthode harmonisée de la Commission européenne (IHC, 2009).

### 2.3.3.2.4 pH

#### 2.3.3.2.4.1 Intérêt de la mesure

Elle permet de différencier les miels de fleurs des miels de miellat, en effet les miels de fleurs possèdent le plus souvent des valeurs à pH faibles (3,5 à 4,5). Les miels de miellat ont, en raison de leur teneur plus élevée en sels à effet tampon, des valeurs pH en moyenne plus élevées (4,5 à 5,5) (Cavia et al., 2007).

#### 2.3.3.2.4.2 Principe

Le pH ou «potentiel hydrogène», encore appelé indice de «Sorensen», est la mesure du coefficient caractérisant l'acidité ou la basicité d'un milieu. Il représente la concentration des ions  $H_3O^+$  d'une solution.

#### 2.3.3.2.4.3 Mode opératoire

La mesure du pH a été effectuée par potentiométrie à 20°C dans une solution de miel à 15% (p/v) fraîchement préparée à partir d'eau distillée.

### 2.3.3.2.5 Acidité libre

#### 2.3.3.2.5.1 Intérêt de la mesure

L'acidité libre est un paramètre légal selon la directive 2001/110/CE du conseil européen du 20 décembre 2001 relative au miel et la norme Codex pour le miel Codex STAN 12-1981 (norme adoptée en 1981 et révisée en 1987 et 2001) (Codex, 2001; OJEC, 2002).

Une valeur plus élevée pourrait indiquer un résidu d'acide oxalique ou formique venant du traitement anti-varroa. Associée à un taux d'eau trop élevé, il peut s'agir alors de fermentation. La teneur en acide libre est en fait la quantité d'acide actif par kilo de miel (Cavia et al., 2007).

#### 2.3.3.2.5.2 Principe

Titration des acides libres avec une solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à un pH de 8,3.

#### 2.3.3.2.5.3 Mode opératoire

- Peser 10 g de miel
- Ajouter 50 ml d'eau distillée
- Homogénéiser au vortex pendant quelques minutes
- Plonger l'électrode du pH mètre dans la solution
- A l'aide de la burette ajouter goutte à goutte la solution de NaOH (0,1 M) et lire le résultat affiché par le pH mètre jusqu'à atteindre un pH de 8,3,
- Toute l'opération ne doit pas dépasser 2min 30s.
- Le volume de NaOH indiqué par la chute de burette donne le taux d'acide libre exprimé en milli équivalent par kilogramme (meq/kg).

### 2.3.3.2.6 Teneur en Hydroxy –méthyle- furfural

#### 2.3.3.2.6.1 Intérêt de la mesure

C'est également un paramètre légal puisque l'HMF ne doit pas dépasser 40 mg/Kg de miel (Codex, 2001). C'est également un bon indicateur de vieillissement du miel. Cette substance est quasi inexistante dans le miel à l'état natif. Sa production est fortement accélérée lors du chauffage du miel. Sa production est liée à l'acidité du miel : plus un miel est acide, plus la production d'HMF est rapide. Au-delà de 40 mg / Kg, le miel ne peut plus être commercialisé que comme miel industriel. Un miel de l'année ne devrait jamais dépasser 10 mg/Kg d'HMF.

#### 2.3.3.2.6.2 Principe

Cette méthode consiste en la mesure du **5-(hydroxyméthyl)-furan-2-carbaldehyde**, les résultats sont exprimés en milligrammes par kilogramme (mg/kg) par la détermination de

l'absorbance des rayons ultraviolets (UV) par l'HMF à une longueur d'onde de 284 nanomètres. Dans le but d'éviter l'interférence avec d'autres composants nous déterminons la différence entre les absorbances de la solution de miel et de la même solution de miel à laquelle nous ajoutons le bisulfite. Cette méthode est basée sur le travail original de WHITE harmonisé par la commission internationale du miel.

#### 2.3.3.2.6.3 Réactifs

-Solution de Carrez I : dissoudre 15 g d'Hexacyanoferrate de potassium (II) ( $K_4 Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$ ) dans de l'eau et compléter jusqu'à 100 ml.

- Solution de Carrez II : diluer 30 g d'acétate de zinc,  $Zn (CH_3 .COO)_2 \cdot 2H_2O$  compléter jusqu'à 100 ml.

-Solution de bisulfite de sodium à 0,20 g/100 g: dissoudre 0,20 g de bisulfite de sodium solide ( $NaHSO_3$ ) dans l'eau et diluer jusqu'à 100 ml.

Cette solution devant être utilisée fraîche est préparée le jour même de l'analyse.

#### 2.3.3.2.6.4 Appareillage

\*Spectrophotomètre mono faisceau CECIL 3041 fonctionnant dans une gamme comprenant les longueurs d'onde 284 et 336 nm.

\*Cellules à quartz de 1cm.

\*Mélangeur vortex.

\*Papier filtre.

#### 2.3.3.2.6.5 Mode opératoire

-Peser 5g de miel dans un Becher de 50 ml.

-Dissoudre l'échantillon dans 25 ml l'eau

-Transférer dans un ballon jaugé de 50 ml.

-Ajouter 0,5 ml de Solution de Carrez I et mélanger.

-Ajouter 0,5 ml de la solution de Carrez II, mélanger et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée.

(Une goutte d'éthanol peut être ajoutée pour supprimer la mousse).

- Filtrer à l'aide de papier;

-Jeter les 10 premiers ml de filtrat

-Continuer de filtrer toute la solution

-Prendre à l'aide d'une pipette 2 fois 5 ml et les introduire dans 2 tubes à essai (18 x 150 millimètres).

-Ajouter 5,0 ml de l'eau à l'un des 2 tubes à essai et bien mélanger (il représentera la **solution échantillon**).

-Ajouter 5,0 ml de solution de bisulfite de sodium à 0,2% au deuxième tube et bien mélanger (**la solution de référence**) (tableau 7).

-Déterminer l'absorbance de la solution échantillon par rapport à la solution de référence à 284 et à 336 nm dans des cellules à quartz de 10 millimètres dans un délai d'une heure.

-Si l'absorbance à 284 nm dépasse une valeur environ de 0,6:

Diluer la solution échantillon avec de l'eau (à 1 pour 10) et la solution de référence avec la solution de bisulfite de sodium (à même hauteur) afin d'obtenir une absorbance d'échantillon

assez basse pour l'exactitude.

Si une dilution est nécessaire,

$$\text{La Dilution, } D = \frac{\text{Volume final de solution echantillon}}{10}$$

Calcul et expression des résultats:

$$\text{HMF en mg/kg} = (A\ 284 - A\ 336) \times 149.7 \times 5 \times D/W$$

-A284 = absorbance à 284 nm

-A 336 = absorbance à 336 nm

$$149,7 = \frac{126 \times 1000 \times 1000}{16830 \times 10 \times 5} = \text{constante}$$

**126** = poids moléculaire de HMF

**16830** = absorptivité molaire  $\epsilon$  de HMF à  $\lambda = 284$  nm

**1000** = conversion du g en mg

**10** = conversion du 5 en 50 ml

**1000** = conversion du g de miel en kilogramme

**5** = poids théorique de l'échantillon

**Facteur de D** = de dilution, au cas où la dilution serait nécessaire

**W** = poids en g d'échantillon de miel

Exprimer les résultats en **mg/kg** (avec une précision à 1 décimal).

**Tableau 7:** Dilution des solutions témoin et de référence. (IHC, 2009)

Additions au tube à essai	solution échantillon	solution de référence
Solution de miel initiale	5 ml	5ml
Eau distillée	5ml	-
0.2% de solution de sodium bisulfite	-	5ml

### 2.3.3.3 Analyses statistiques

L'analyse en composantes principales (ACP) a été effectuée sur les variables physico-chimiques et les données correspondant à chaque variable ont été analysées par une analyse de variance à un facteur (ANOVA). Toutes les analyses de données statistiques ont été effectuées avec les logiciels STATISTICA Version 7 et SPSS 21.

### 2.3.4 Résultats et discussion

Les moyennes, les intervalles et l'écart-type des résultats des paramètres physico-chimiques mesurés dans les échantillons de miel sont indiqués dans le tableau 8. Les résultats détaillés par échantillon sont présentés en annexe III.

**Tableau 8:** Récapitulatif des résultats expérimentaux classés par groupe climatique.

	Groupe 1 : régions Humides et sub-humides				Groupe 2: régions arides et semi-arides			
	Moyenne	Mini	Max	Ecart-type	Moyenne	Mini	Max	Ecart-type.
Conductivité électrique (mS/cm)	0,24	0,06	0,81	0,15	0,26	0,07	0,58	0,14
Taux d'humidité (%) Limite Codex 20%	16,92	15,00	19,50	1,20	15,80	14,00	18,00	1,00
Degré Brix (%)	81,75	79,00	83,80	1,15	82,80	80,50	84,50	0,94
pH	3,06	2,83	2,53	0,31	3,81	2,53	4,99	0,45
Acidité libre (meq/Kg) Limite Codex (50 meq/Kg)	36,97	10,00	350,00	55,80	24,18	6,00	50,00	9,69
5-Hydroxy-methyl-furfural mg/kg (HMF) Limite Codex : 40 mg/kg	30,73	3,77	177,00	40,46	10,61	0,00	46,70	9,61

#### 2.3.4.1 Conductivité électrique (CE)

La conductivité électrique (CE) est un indicateur de l'origine du miel ; le Comité du Codex Alimentarius (Codex, 2001) et la Commission européenne (OJEC, 2002) indiquent que l'origine botanique des miels peut être le nectar ou le miellat. La CE ne doit pas dépasser 0,8 mS / cm pour les miels de nectar et pas moins de 0,8 mS / cm pour les miels de miellat (Bogdanov *et al.*, 1999). La mesure de ce paramètre sur nos échantillons a montré que 98% ont une conductivité électrique inférieure à 0,8 mS / cm (64 échantillons) ce qui signifie que presque tous les miels sont produits à partir de nectar, et seulement 1 seul échantillon (2%), de la région de Bejaia décrit comme ayant une origine florale d'Eucalyptus peut être considéré comme du miel de miellat, les valeurs minimales observées dans les échantillons des deux groupes sont proches respectivement de 0,06 et 0,07 mS/cm, de même que la moyenne (0,24 mS/cm dans le groupe 1 et 0,26 mS/cm dans le groupe 2) qui rejoint les résultats décrits par Draiaia et Zerrouk (Draiaia 2014; Zerrouk *et al.*, 2011) sur les miels algériens. La différence de conductivité électrique n'était pas significative entre les deux groupes (figure 23a). La conductivité électrique du miel est étroitement liée à la teneur en cendres ; en effet Il y a une corrélation linéaire relation entre la teneur en cendres et la conductivité électrique:

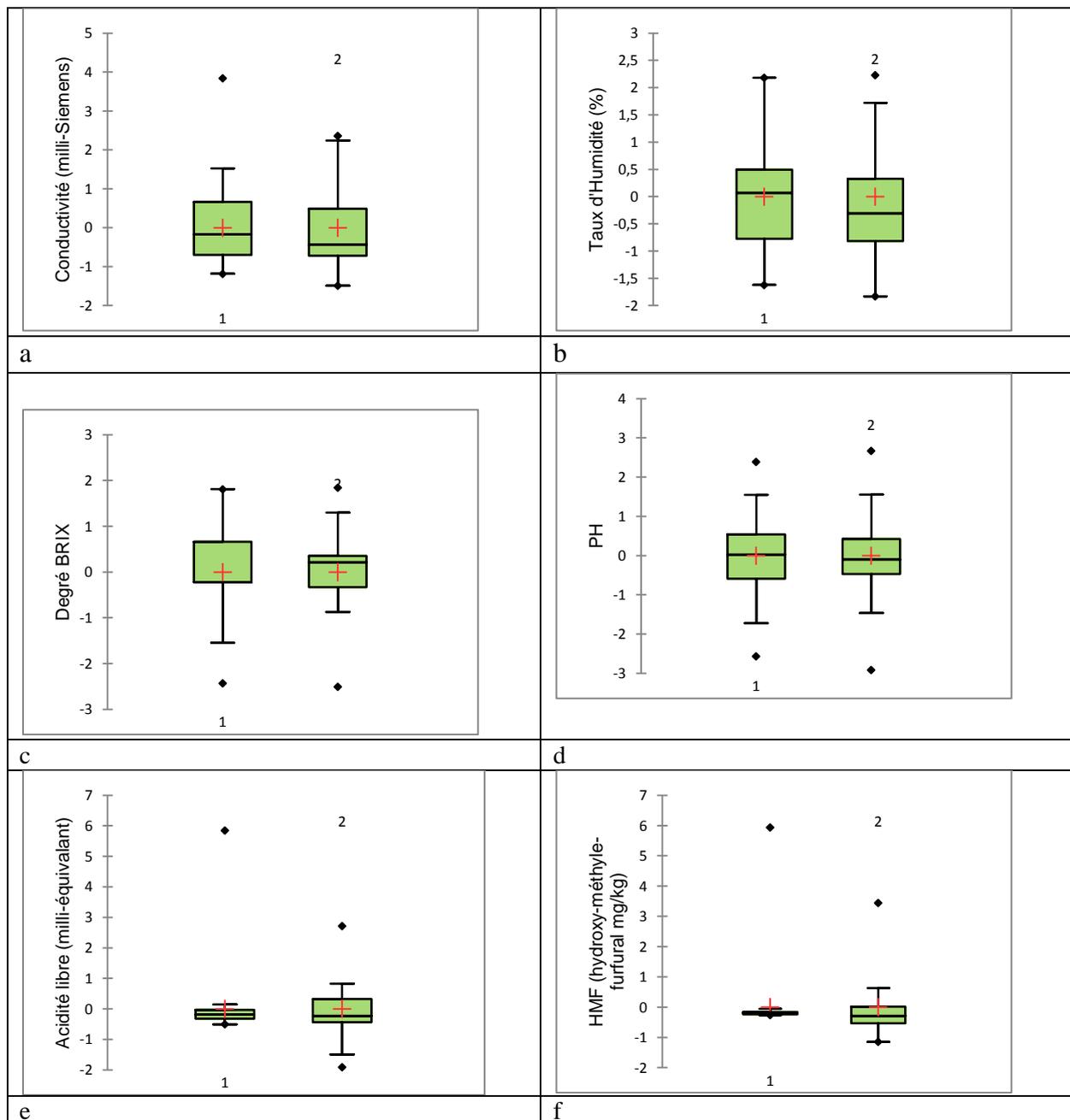
$$C = 0,14 + 1,74 A$$

C : conductivité électrique en milli Siemens par cm et A : la teneur en cendres g / 100 g de miel.

La CE est également liée à l'acidité du miel, ce qui reflète la présence d'ions, d'acides organiques et de protéines (Fechner et *al.*, 2016), il existe une différence significative de conductivité électrique due aux types de miels et aux emplacements des ruches (Belay et *al.*, 2013).

La mesure de conductivité est simple et rapide et ne nécessite qu'une instrumentation peu coûteuse.

La CE est également largement utilisée pour la caractérisation de miels unifloraux cependant même si une importante base de donnée existe il n'ya pas encore de norme liant la conductivité à une origine florale (Bogdanov et *al.*, 1999; Acquarone, Buera, et Elizalde, 2007).



**Figure 23:** Diagramme en boîtes caractérisant les paramètres étudiés basés sur l'origine climatique.

1: climat humide et sub-humide; 2: climat aride et semi-aride.(a):conductivité électrique ;(b):humidité ;(c):°Brix ;(d):pH ;(e):acidité libre et (f):HMF.

#### 2.3.4.2 Taux d'humidité

Le taux d'humidité est un paramètre lié aux conditions climatiques, au degré de maturation du miel, à son extraction et à son stockage. De plus, le taux d'humidité affecte la couleur, la saveur, la viscosité et la densité du miel (Fechner et *al.*, 2016; Oroian et Ropciuc 2017). Les miels contenant 19% d'humidité sont susceptibles de fermenter facilement (Fechner et *al.*, 2016; Singh et Singh 2018). Notre étude nous a permis de constater que 100% des miels analysés étaient conformes aux normes du Codex et avaient un taux d'humidité inférieur à 20%. La moyenne du taux d'humidité calculé est de 16,91% pour les miels du groupe 1 et de 15,80% pour ceux du groupe 2 (figure 23 b), avec une différence significative entre les groupes 1 et 2 ( $p=0,000$ ). Le minimum de 14% est observé sur l'échantillon n° 2, miel d'euphorbe de la région d'Al Bayadh au climat aride. Le maximum de 19,5% est observé sur un miel du groupe n° 1, région humide. Bogdanov et al (Bogdanov 2011b) ont déclaré que la récolte de miel à forte teneur en humidité, ou l'augmentation ultérieure du taux d'humidité, peut entraîner la fermentation et la détérioration du miel. Les faibles niveaux enregistrés dans nos échantillons permettent une bonne conservation du miel. Nos résultats rejoignent ceux de Draiaia (Draiaia 2014)(13 % (minimum) et 20,13 % (maximum)) et d'autres études (Ouchemoukh et *al.*, 2007; Bendeddouche et Dahmani, 2011) et confirment les résultats obtenus avec des miels provenant de régions arides (Mekious et *al.*, 2015; Haouam et *al.*, 2016) et donc une influence significative des conditions climatiques et géographiques sur la qualité du miel, ce qui nous amène à réfléchir à la manière de garantir un faible niveau d'humidité dans les miels, dans des conditions climatiques humides.

Des études ont été menées par des scientifiques en association avec des apiculteurs afin d'évaluer différents moyens technologiques en dehors du chauffage conventionnel et qui cause une altération de la qualité des miels (*comme nous l'avons expliqué dans la partie théorique paragraphe 1.4.2*) pour abaisser le taux d'humidité du miel.

Différents systèmes de réduction de l'humidité ont été conçus à travers le monde pour augmenter la surface de miel à sécher et ou pour faire passer de l'air chauffé pour éliminer l'humidité. Différents essais ont également été réalisés par les apiculteurs pour réduire l'humidité directement dans une pièce à partir de fûts de stockage de miel mais ces systèmes nécessitent souvent un chauffage même réduit ce qui risque d'altérer la qualité des miels. Le mieux reste de veiller à récolter le miel quand il est mature c'est-à-dire à l'apiculteur de contrôler le taux d'humidité avant la récolte et d'attendre que le miel atteigne naturellement un pourcentage satisfaisant.

Le taux d'humidité varie également en fonction du type de miels (Haouam et *al.*, 2016; Oh et Yoo, 2011; Singh et Singh, 2018), ce qui est confirmé par notre étude, l'idéal en termes de qualité étant un taux d'humidité inférieur à 18% (Bogdanov, 2011b).

Cependant, cette mesure ne reflète pas la teneur réelle en eau comparativement à la méthode de Karl Fisher (Isengard et Schultheiß, 2003). En effet, il a été démontré que les mesures de la teneur en eau par la méthode refractométrique sous-estiment la teneur réelle en eau d'environ 1 unité (Isengard et Schultheiß, 2003; Gallina, Stocco, et Mutinelli, 2010), cependant la commission internationale sur le miel a estimé que la détermination par la méthode refractométrique s'est avérée utile dans le contrôle de routine, très simple,

reproductible, utilisée avec succès jusqu'à présent et il n'y a donc pas besoin de méthodes alternatives telle que la technique de Karl Fisher plus compliquée et plus coûteuse. Des travaux récents ont été effectués pour examiner l'utilisation possible de réfractomètres numériques. Les premiers essais avec ces instruments sont prometteurs, mais une utilisation plus courante montrera, s'ils peuvent servir d'alternative aux réfractomètres actuels (IHC, 2009).

#### 2.3.4.3 *La valeur du degré Brix (Brix°)*

Les valeurs du degré Brix sont directement liées à la teneur en sucre, ce qui peut constituer un indice de falsification fiable (Silva et al., 2009). Les échantillons analysés présentent une valeur minimale de Brix° de 79,0 observée dans un miel de montagne de la région de Lakhdaria et le maximum à 84,5 dans un miel de Peganum harmala, de la région de Ain Safra. 60% des échantillons ont un Brix° entre 82 et 83. La valeur moyenne du Brix est de 81,8 pour le groupe 1 et 82,7 pour le groupe 2 ( $p=0,000$ ) (figure 23c). Nous avons enregistré des valeurs de Brix qui sont susceptibles de correspondre à ce qui a été décrit par Rebiai (Rebiai et Lanez 2015a). Ce paramètre ne semble pas être significatif pour distinguer les miels provenant de différents climats.

#### 2.3.4.4 *Le pH*

Bien qu'il n'existe pas de limite fixe de normes nationales et internationales pour le pH, ce paramètre est important pour l'évaluation de la qualité du miel (Bogdanov, 2011b; Buba, 2013). Le pH est compris entre 3,5 et 4,5 pour les miels de nectar et entre 4,5 et 5,5 pour le miel de miellat, principalement parce que leur teneur en minéraux est supérieure à celle du miel floral (Bogdanov, 2011b).

92% des miels ont un pH inférieur à 4,5, seuls 2 échantillons ont un pH supérieur ou égal à 4,5 ; l'échantillon n° 3 et le n° 72 tous deux de miels de jujubier provenant des régions de Djelfa et d'Ain Oussara ce qui rejoint ce qui a été décrit par Mekious (Mekious et al., 2015) qui affirmait que généralement le miel de jujubier avait un pH relativement élevé.

Il faut cependant noter que cela ne concerne pas l'échantillon dont la conductivité électrique nous a fait supposer qu'il provenait de miellat (n° 65).

Pour nos échantillons, 50% du miel de jujubier ont un pH compris entre 4,4 et 4,9, ce qui confirme des résultats enregistrés précédemment (Beneddouch et Dahmani, 2011). Le pH minimum est de 2,53 trouvé sur un miel de jujubier de la région d'Ain Oussara (n° 42) et de 4,9 (maximum) dans un miel également de jujubier de la région de Blida. Ces résultats nous laissent supposer que c'est le climat et non l'origine botanique qui aurait une influence sur le pH.

Le pH moyen pour le groupe 1 est de 3,6 et de 3,81 pour le groupe 2 (figure 23 d).

Le pH du miel est affecté par les conditions d'extraction et de stockage, et influence la texture, la stabilité et la durée de conservation (Terrab et al., 2004). Le pH joue également un rôle important dans l'activité antioxydante du miel (Nayik et Nanda 2015).

#### 2.3.4.5 L'Acidité libre

L'acidité libre, selon le Codex, devrait être supérieure à 50 milliéquivalents par 1000 g (meq/kg) (Codex, 2001). 60 échantillons de miel (95%) ont un taux d'acidité libre inférieur à cette limite. Concernant ce paramètre, les échantillons de miel analysés dans cette étude se comparent favorablement aux échantillons de miel provenant d'autres lieux géographiques, comme cela a été décrit par Rebiai (Rebiai et Lanez, 2015b), Draiaia (Draiaia, 2014) sur des miels algériens, et par Belay (Belay et *al.*, 2013) sur du miel d'Ethiopie. Le minimum est de 6meq/kg dans le miel de jujubier de la région de Ain Oussara, et le maximum est de 350 meq/kg dans le miel polyfloral de la région de Khemis Miliana (groupe 1), cette valeur est très élevée sept fois supérieure à la norme ce qui suppose que cet échantillon est de mauvaise qualité.

Abu-Tarboush (Abu-Tarboush, 1993) met en relation les variations d'acidité libre avec l'origine florale. Les miels du groupe 1 provenant des régions humides ont une valeur moyenne d'acidité libre de 36,90 meq/kg, tandis que les miels du groupe 2 ont une valeur moyenne de 24,18meq/kg (figure 23 e). Nous pouvons supposer que le climat a donc un impact sur le niveau d'acidité.

L'acidité libre est utile pour l'évaluation de la fermentation du miel, l'authentification du miel monofloral et la différenciation entre le miel de nectar et celui de miellat. En outre, cet indicateur de qualité peut être influencé par divers facteurs, tels que l'origine florale ou la saison de récolte (Fechner et *al.*, 2016; Abu-Tarboush, 1993).

#### 2.3.4.6 L'Hydroxyméthylfurfural (HMF)

L' HMF est considéré comme l'un des paramètres les plus importants pour la qualité des miels, c'est une molécule qui apparaît lors de la réaction de Maillard dans des conditions d'acidité et lors d'un traitement thermique et / ou lors d'un long stockage (Da Silva et *al.*, 2016), les valeurs maximales de (40mg/Kg pour les pays tropicaux) sont exigées par les normes Codex (2001). Selon nos résultats, 89% respectent les normes Codex <40 mg/Kg. Deux échantillons ont un niveau égal à 0, ce qui indique des miels fraîchement récoltés et bien conservés (Bogdanov et *al.*, 1999), ce sont des miels de jujubier de Ain Oussara (du groupe 2), le taux de HMF est compris entre 20 et 40 pour 20% des échantillons ; entre 40 et 80 pour 6% et 5% n'ont un taux considéré comme élevé, plus de 80 mg/Kg. Ces résultats rejoignent ceux décrits par Bendeddouche et Draiaia (Bendeddouche et Dahmani, 2011; Draiaia, 2014). Le maximum a été enregistré dans l'échantillon 48, un miel multi-fleurs de la région de Lakhdaria (groupe 1) récolté en 2016, nous pouvons supposer que ce miel a été trop chauffé, ou qu'il y a eu tromperie dans la date de récolte déclarée (Abu-Tarboush, 1993); cet échantillon présente également une humidité élevée (19,5) ; un autre échantillon présente des taux élevés également du groupe 1 et une acidité très élevée (350 meq/Kg).

Khalil (Khalil, Sulaiman, et Gan, 2010) a montré que les miels provenant de climats chauds ont un taux d'HMF élevé. Il est à noter que dans notre étude, les taux d'HMF des miels du groupe 1 sont en moyenne plus élevés (moyenne = 30,72 mg/Kg), alors que dans le groupe 2 (figure 23 f) ces valeurs de HMF sont plutôt faibles (moyenne = 10,61 mg/Kg). Une différence significative a été enregistrée entre les deux groupes ( $p < 0,05$ ).

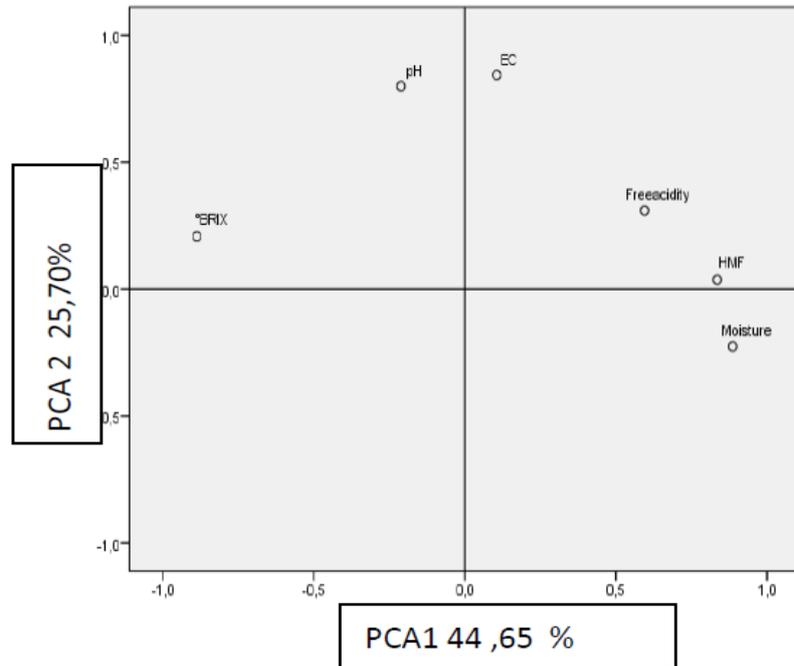
L'intérêt de la détermination du HMF dans les aliments est également lié à sa toxicité ; l'ingestion, l'inhalation ou l'absorption par la peau sont les trois voies d'exposition au HMF (Alabdeen et *al.*, 2009). L'HMF et ses dérivés (5-chlorométhyle et 5-sulfidéméthylfurfural) sont suspectés d'avoir des effets génotoxiques, cytotoxiques, mutagènes et cancérigènes, cependant, il faut souligner que d'autres études ont suggéré que le HMF n'est pas susceptible de présenter un risque sérieux pour la santé humaine (Nässberger, 1990). Par conséquent, quelque soit le type de miel, il est proposé de fixer à 20 mois la période de consommation du miel comme "période de consommation optimale après ouverture" (Mar Cavia et *al.*, 2008).

### 2.3.5 Analyse statistique montrant l'influence de l'origine climatique sur la qualité du miel

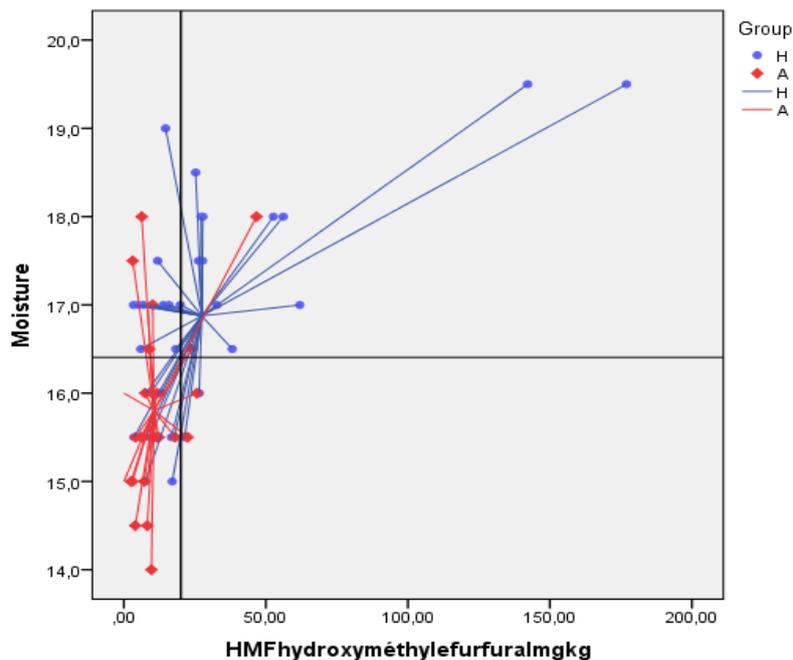
L'ACP a été réalisée pour explorer les données expérimentales, évaluer les variables et corrélations pertinentes et produire des graphiques bidimensionnels dans lesquels les échantillons et les variables sont visualisés dans un plan particulier qui maximise la variance (figure 24).

L'analyse de variance nous permet de dire que les paramètres les plus influencés par l'origine climatique sont respectivement les taux d'humidité et de Brix ( $p=0,000$ ) ; l'HMF ( $p=0,012$ ) ainsi que le pH ( $p=0,047$ ). Notre étude n'a pas montré d'influence significative de l'origine sur les autres paramètres : conductivité électrique et acidité libre. Des résultats similaires ont été décrits par Makhloufi et *al.*, (Makhloufi et *al.*, 2010).

En combinant les deux paramètres légaux (HMF et humidité), nous avons pu distinguer deux groupes selon l'origine climatique (figure 25). Nous ne sommes pas en mesure de confirmer par une analyse statistique que le changement de pH et de CE peut être dû à l'origine climatique. Il est intéressant de noter que des résultats similaires ont été rapportés dans une étude sur le miel andalou (Serrano et *al.*, 2004). Cela pourrait s'expliquer par le fait que les miels des régions étudiées sont des mélanges de fleurs et de miel de miellat.



**Figure 24:** Graphe ACP des paramètres des miels sur les premier et deuxième composants principaux.  
(PCA : composantes principales 1 et 2)



**Figure 25:** Dispersion des échantillons en fonction du HMF et de l'humidité selon l'origine climatique.  
(Origine climatique des échantillons de miel H : humides et sub humides ; A : arides et semiarides )

### 2.3.6 Conclusion

Ces résultats nous ont permis de confirmer la qualité du miel algérien. En effet, 89 % des échantillons de miel analysés étaient conformes au Codex. Les miels qui ont montré une meilleure qualité sont les miels classés dans le groupe 2 provenant des régions steppiques et

présahariennes, à climat aride et semi-aride (96,4% d'échantillons aux normes codex contre 83,7 % dans le groupe 1). Les paramètres qui devront faire l'objet d'une plus grande attention sont l'humidité, le HMF et le taux d'acidité libre.

L'étude de nos échantillons de miel nous alerte sur la relative fragilité des miels issus des régions humides en raison des niveaux des taux d'humidité et d'HMF plus élevés. Ces miels, qui sont encore très populaires, comme le miel d'agrumes de la Mitidja, devront être mieux étudiés pour avoir une meilleure maîtrise dans le temps de leur qualité.

Les apiculteurs professionnels doivent s'intéresser à la technologie de la production des miels dans ses différentes étapes de la récolte au conditionnement du miel (la production du miel ne se limite pas à la ruche) en effet des moyens existent pour notamment abaisser le taux d'humidité, ces techniques tout en respectant la qualité intrinsèque du miel permettent ainsi de diminuer le risque de fermentation et ainsi de préserver la qualité du miel dans le temps et de prolonger la durée de vie de ce produit.

## **2.4 Etude comparative de la qualité des miels locaux et importés commercialisés en Algérie**

### **2.4.1 Introduction**

L'évaluation de la qualité du miel est généralement basée sur des spécifications légales. Pour autant, en plus des paramètres inclus dans les réglementations internationales (Thrasyvoulou et *al.*, 2018), les enzymes, invertase et phosphatase acide, ainsi que l'acide aminé proline, sont des paramètres d'authentification intéressants (Alonso-Torre et *al.*, 2006; Bogdanov, 2017). D'autres paramètres tels que les composés phénoliques, les caroténoïdes contribuent à la capacité antioxydante du miel (Alvarez-Suarez, 2010; Piszcz et Głód, 2019).

En Algérie, le miel est consommé à grande échelle, de sorte qu'en dehors des miels algériens, d'autres miels importés de pays tiers sont largement commercialisés. Néanmoins, l'Algérie ne dispose pas d'une réglementation légale pour le miel et il n'y a donc pas de contrôle de l'authenticité de l'étiquetage, de sorte que les consommateurs sont exposés aux falsifications et aux fraudes.

Les dates de péremption et les autres données figurant sur les étiquettes des miels peuvent ne pas être authentiques. De plus, les seules mentions obligatoires sont celles citées dans la réglementation algérienne en vigueur concernant l'étiquetage des denrées alimentaire et régie par le décret exécutif n°05-484 du 22 décembre 2005 modifiant et complétant le décret exécutif n°90-367 du 10 novembre 1990 relatif à l'étiquetage et à la présentation des denrées alimentaires.

### **2.4.2 Objectifs**

Notre étude vise à comparer la qualité des miels algériens et des miels importés vendus en Algérie, indépendamment de leurs origines botaniques. Différents critères sont étudiés, en plus des critères de qualité légaux nous sommes intéressés à différentes enzymes présentes dans le miel (diastase, invertase, phosphatase acide), la proline un acide aminé généralement utilisé comme indicateur de maturité des miels ainsi l'activité anti-oxydante liées au taux de caroténoïdes ainsi qu'aux composés phénoliques (IHC, 2009).

### 2.4.3 Matériels et méthodes

#### 2.4.3.1 Echantillons de miel.

Cette étude a été réalisée sur 15 miels algériens ("A") et sur 14 miels importés ("I"). Tous les échantillons ont été conservés dans des flacons en verre de 250 ml et ont été gardés à l'obscurité et à température ambiante jusqu'à l'analyse réalisée en 2017 à l'occasion d'un stage au laboratoire de nutrition et de bromatologie de l'université de Burgos en Espagne. Les essais ont été effectués en duplicata. Le choix des échantillons de miels algérien à partir de nos 65 échantillons de départ s'est fait sur la base d'un tri aléatoire fait avec le logiciel Excel (Version 2007). (Le quinzième échantillon de miel d'importation a été accidentellement détérioré).

Les 15 échantillons "A" ont été acquis auprès d'apiculteurs dans différentes régions d'Alger pendant la période 2016-2017. Leurs dates de péremption allaient de 2018 à 2021. Leurs origines florales ont été déclarées par les apiculteurs sur la base de l'emplacement des ruchers et des sources de nectar, (tableau 9) soit 5 miels étiquetés d'Euphorbe (*Euphorbia* sp.) (A-S), 5 miels étiquetés de Jujubier (*Ziziphus* sp.) (A-J) et 5 miels étiquetés polyfloraux de montagne (A-M). Les échantillons A-S1, A-S2 et A-S5 provenaient de El bayadh, A-S3 et A-S4 de Ain sefra, A-J1 et A-J2 de Ain oussera, A-J3 de 11 Laghouat, A-J4 et A-J5 de Djelfa, A-M1 de Chrea, A-M2 de 12 Chiffa, A-M3 et A-M4 de Bouira et A-M5 de Lakhdaria. Les échantillons de miels "I" ont été acquis sur le marché de détail algérien. Ils provenaient d'entreprises d'exportation de miel de différents pays (Tableau 9). Les origines géographiques réelles des miels "I" étaient incertaines, car les pays dans lesquels les sièges sociaux des sociétés d'exportation étaient situés ne coïncidaient pas nécessairement avec les pays dans lesquels les miels avaient été récoltés. En outre, les miels pouvaient être des mélanges de miels provenant de plusieurs pays, l'indication de l'origine géographique réelle des miels sur l'étiquette n'étant pas obligatoire en Algérie. Selon les étiquettes des miels "I", leur année de récolte était 2016, leurs dates de péremption allaient de 2019 à 2021, et leurs origines botaniques étaient : sarrasin (*Fagopyrum esculentum* Moench) (1), trèfle (*Trifolium* spp.) (1), agrume (*Citrus* spp.) (1), eucalyptus (*Eucalyptus* spp.) (1), lavande sauvage (*Lavandula* spp.) (1), bruyère (*Erica* spp.) (1), callune (*Calluna vulgaris*) (1), fleurs sauvages indiquant la présence de verges d'or (*Solidago* spp. et *Aster* spp.) (2), ainsi que 6 miels multifloraux.

**Tableau 9:** Origine botanique et géographique des échantillons de miels locaux et d'importation.

Echantillons de miels	locaux (A)			Miels d'importation (I)
Origine botanique	Euphorbe (S)	Jujubier (J)	Polyfloral de montagne (M)	Sarrasin (1), trèfle (1), bruyère (1), agrumes (1), eucalyptus (1), lavande (1), verges d'or (1), aster (1), polyfleurs (6)
Origine géographique	Al bayadh (3), Ain	Ain Ouessera (2), Djelfa	Bouira (2), chrea (1), Chiffa	Canada (5), France (3), Espagne (3), Allemagne

	Essefra (2)	(2), Laghout (1)	(1),Lakhdaria (1)	(2), Arabie saoudite (1)
Effectif	5	5	5	14

### 2.4.3.2 Méthodes

#### 2.4.3.2.1 L'activité diastasique (échelle de SCHADE)

##### 2.4.3.2.1.1 Intérêt

L'indice diastasique représente l'activité enzymatique de l' $\alpha$  amylase dont la valeur, malgré une variabilité naturelle, traduit la dégradation des enzymes naturelles du miel. (Persanno Oddo et *al.*, 1999)

##### 2.4.3.2.1.2 Principe

La méthode de SCHADE est basée sur la mesure du temps nécessaire pour que la diastase présente naturellement dans le miel hydrolyse une quantité connue d'amidon ajouté au miel dilué, à pH constant. L'amidon est utilisé comme substrat et l'indice diastasique exprimé en unités de SCHADE.

L'évaluation de l'activité diastasique est basée sur la réaction entre l'amidon et l'iode donnant une coloration bleue et l'action de l' $\alpha$  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 (IHC, 2009) et l'AOAC (2016).

##### 2.4.3.2.1.3 Appareillage et réactifs

- Bain-marie thermostaté ( $40,0 \pm 0,2$  °C).
- Spectrophotomètre réglé à 660 nm.
- Cellules de spectromètre de 1 cm.
- Minuteur.
- Solution de chlorure de sodium : dissoudre 2,9 g de chlorure de sodium dans de l'eau et diluer à 100 ml.
- Solution tampon d'acétate (pH 5,3) : dissoudre 43,5 g d'acétate de sodium ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau, ajuster le pH de la solution à 5,3 avec environ 5 ml de acide acétique et diluer à 250 ml avec de l'eau.

-Préparation de la solution d'amidon :

Peser dans une fiole conique de 250 ml, 2g d'amidon anhydre. Ajoutez 90 ml d'eau et mélangez. Portez rapidement la suspension à ébullition, mixer le flacon constamment et faire bouillir doucement pendant 3 minutes. Transférer immédiatement la solution chaude dans une fiole jaugée de 100ml. Refroidir rapidement à température ambiante dans l'eau courante, remplir au volume avec l'eau et bien mélanger.

-Préparation de la Solution d'iode diluée :

Commencer par préparer une solution mère d'iode : dissoudre 11,0 g d'iode et 22,0 g d'iodure de potassium dans

30 à 40 ml d'eau et diluer à 500 ml. (La solution mère peut être conservée pendant environ 1 an dans une bouteille fermée et sombre).

Dissoudre 20,0 g d'iodure de potassium dans de l'eau, ajouter 2 ml de solution mère d'iode et diluer à 500 ml. (Cette solution d'iode diluée doit être préparée le jour de l'utilisation et doit être protégée de l'air autant que possible, en fermant immédiatement le flacon après utilisation)

#### 2.4.3.2.1.4 Protocole (IHC, 2009; AOAC, 2016)

Préparation de la solution de miel à 20%

- Dissoudre 5 g de miel dans 10 ml d'eau avec 2,5 ml de tampon d'acétate. Lorsque l'échantillon est complètement dissous, ajouter 1,5 ml de chlorure de sodium 0,5 M et compléter avec de l'eau pour atteindre 25 ml de solution.

Calibration de la solution d'amidon

- Cette procédure est effectuée pour déterminer la quantité d'eau qui doit être ajoutée au mélange réactionnel de manière à ce que la plage d'absorbance de la solution d'amidon iodée soit entre 0,745 à 0,770.
- 6 tubes à essai sont remplis de 20, 21, 22, 23, 24 et 25 ml d'eau et de 5 ml de solution d'iode diluée. En commençant par le premier tube à essai, on ajoute 0,5 ml d'un mélange contenant 10 ml d'eau et 5 ml de solution d'amidon, on mélange bien en agitant et on lit immédiatement l'absorbance à 660 nm par rapport à un blanc d'eau dans une cellule de 1 cm. Procéder de la même manière avec les autres tubes à essai, jusqu'à ce qu'une absorbance comprise entre 0,770 et 0,745 soit obtenue. La quantité d'eau ainsi déterminée est la dilution standard pour chaque détermination effectuée avec la solution d'amidon.

Détermination de l'absorbance dans la solution de l'échantillon de miel

- Pipeter 10 ml de solution de miel dans une fiole de 50 ml et la placer dans le bain-marie à 40 °C en même temps qu'un autre flacon contenant environ 10 ml de solution d'amidon.
- Après 15 minutes, pipeter 5 ml de solution d'amidon dans la solution de miel, mélangez et démarrez le minuteur.
- À intervalles réguliers, (en commençant après 5 minutes), prélever 0,5 ml et les ajouter rapidement à 5 ml de solution d'iode diluée.
- Ajouter la quantité d'eau qui a été déterminée comme expliqué dans "Calibration de la solution d'amidon"), bien mélanger et lire immédiatement l'absorbance de chaque solution séparée à 660 nm par rapport à un blanc d'eau dans une cellule de 1 cm.
- Une courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction du temps est tracée, la fonction obtenue permet de déterminer Tx pour une absorbance = 0,235(annexe IV).

L'activité diastasique est calculée sous forme d'indice de diastase (ID) selon la méthode officielle de l'AOAC comme suit:

L'unité d'activité de la diastase établie pour la méthode est la quantité d'enzyme qui convertira 0,01 g d'amidon au point final prescrit en 1 heure dans le cadre de l'essai conditions. Les résultats sont exprimés en unités par gramme de miel. Étant donné que dans le mélange réactionnel, 0,1 g d'amidon est hydrolysé par 2,0 g de miel, les unités par gramme de miel est

égal à 300 divisé par le nombre de minutes (t) nécessaires pour atteindre 50 % de la valeur de transmission, ou unités par gramme)

$$ID = \frac{60 \text{ min}}{Tx} \times \frac{0,10}{0,01} \times \frac{1,0}{2} = \frac{300}{Tx}$$

(Tx est le temps nécessaire pour atteindre la valeur d'absorbance de 0,235 et est exprimé en indice de diastase (IN) (IHC, 2009 ; AOAC, 2016).

#### 2.4.3.2.2 L'activité de l'invertase (U/kg)

##### 2.4.3.2.2.1 Intérêt

L'invertase est utilisée comme indicateur de fraîcheur du miel et de qualité, l'activité enzymatique diminue dans les miels anciens ou chauffés (Persanno Oddo et *al.*, 1999).

##### 2.4.3.2.2.2 Principe

L'activité de l'invertase est exprimée en unités, une unité étant définie comme le nombre de micromoles de substrat hydrolysé par minute et exprimé par kilogramme de miel.

Le 4-Nitrophényl- $\alpha$ -D-glucopyranoside (4-NPG) est utilisé comme substrat, il est hydrolysé en glucose et en 4-nitrophenol par l'invertase ( $\alpha$ -glucosidase). En ajustant la valeur du pH à 9,5 ; la réaction enzymatique est arrêtée et en même temps, le nitrophenol est transformé en anion nitrophenolate, qui correspond à la quantité de substrat converti et est déterminée par spectrophotométrie à 400 nm (Huidobro et *al.*, 1995).

##### 2.4.3.2.2.3 Appareillage et réactifs

- Spectrophotomètre (à 400 nm)
  - Bain marie thermostaté ( $40 \pm 0,5$  °C).
  - Vortex
  - pH-mètre.
  - Solution tampon (0,1 M ; pH = 6,0) : Dissoudre 11,66 g d'hydrogénophosphate de potassium  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  et 2,56 g d'hydrogénophosphate disodique  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dans de l'eau et diluer à 1L.
  - Solution de substrat de 4-nitrophényl- $\alpha$ -D-glucopyranoside (pNPG), (0,02 M) : Dissoudre 6,0252 g de 4-NPG dans la solution tampon et compléter à jusqu'à 1L.
- La solution peut être conservée dans une bouteille sombre au réfrigérateur jusqu'à un mois.
- Solution pour stopper la réaction (3 M, pH = 9,5). Dissoudre 363,42 g de tris-(hydroxyméthyle) aminométhane dans l'eau et diluer à 1L. Ajuster à une valeur de pH de 9,5 avec de l'acide chlorhydrique 3M.

##### 2.4.3.2.2.4 Protocole (IHC, 2009)

- Préparation de la solution de miel : Dissoudre 5,00 g de miel avec la solution tampon dans un flacon de 25 ml et remplir à la marque. Cette solution peut être conservée au réfrigérateur pendant 1 jour.
- Placez 5,0 ml de solution de substrat dans un tube à essai ou un tube en plastique dans le bain-marie à 40°C pendant 5 minutes avant d'ajouter la solution de miel.
- Ajouter 0,50 ml de solution de miel (temps de démarrage).

- Mélanger brièvement le contenu dans un mélangeur et incubé à 40 °C.
- Après exactement 20 minutes, ajouter 0,50 ml de la solution de fin de réaction et mélanger à nouveau dans un mélangeur
- Pour le blanc, incubé 5,0 ml de solution de substrat à 40 °C en même temps. Après cinq minutes
- Ajouter 0,50 ml de solution de terminaison de la réaction, boucher le tube, bien mélanger puis ajouter 0,50 ml de solution de miel. Préparez un blanc séparé pour chaque miel testé.
- Refroidir les solutions à température ambiante le plus rapidement possible et mesurer les absorbances des solutions d'échantillon et des blancs dans des cellules de 1 cm à 400 nm. Les mesures doivent être prises après environ 15 minutes (ne pas dépasser une heure). Soustraire l'absorbance du blanc de celle de la solution de miel.

La quantité de 4-nitrophénol dans  $\mu\text{M}$  produite pendant le test correspond à la quantité de substrat dans  $\mu\text{M}$  utilisé. Par conséquent, l'activité de l'invertase du miel peut être calculée à partir de l'absorbance mesurée à 400 nm et est indiquée en unités/kg (U/kg) :

$$1\text{U} / \text{kg} = \frac{1 \mu\text{mol 4-NPG}}{\text{minute} \times \text{Kg de miel}}$$

Invertase en U/kg =  $6 \times 0,05 \times 0,05298 \times 10^4 \times \Delta A_{400} = 158,94 \times \Delta A_{400}$

U = 1 unité internationale avec une utilisation définie de 1  $\mu\text{M}$  par minute

6 = facteur pour le ml de solution d'échantillon utilisé (volume total).

0,05 = convertit le temps de réaction de 20 minutes en 1 minute.

$10^4$  = convertit la quantité de miel prélevée (0,1 g dans 0,5 ml) en 1 kg.

0,05298 =  $7,37/139,11$  ; facteur de conversion pour  $\mu\text{g}$  en  $\mu\text{M}$  par ml, (où 7,37 = facteur pour le 4-nitrophénol et 139,11 = poids moléculaire du 4-nitrophénol)

### 2.4.3.2.3 La phosphatase acide (U/kg)

#### 2.4.3.2.3.1 Intérêt

La phosphatase est également recherchée comme indicateur de fraîcheur du miel et de qualité, l'activité enzymatique diminue dans les miels anciens ou chauffés (Persanno Oddo et *al.*, 1999)

#### 2.4.3.2.3.2 Principe

La méthode est basée sur la mesure de la quantité de 4-nitrophénol libérée par la réaction entre la phosphatase acide du miel et le 4-nitrophénylphosphate utilisé comme substrat. (Alonso-Torre et *al.*, 2006)

#### 2.4.3.2.3.3 Appareillage et réactifs

- Spectrophotomètre (à 400 nm)
- Bain marie thermostaté ( $40 \pm 0,5$  °C).
- Vortex
- pH-mètre.

-Solution tampon de citrate (pH 5,3) (0,1M) : dissoudre 9,7053 g de trisodium citrate dihydraté et 3,2657 g d'acide citrique monohydraté dans l'eau diluée à 1000 ml, ajuster le pH de la solution à 5,3.

- Solution de substrat de 4-nitrophénylphosphate, (0,02 M) : Dissoudre à 0,025 g de 4-nitrophenylphosphate sel disodique hexahydraté avec 10 ml de solution de tampon citrate.

-4-Nitrophenol

-NaOH (0,02 N)

#### 2.4.3.2.3.4 Protocole (Alonso-Torre et al., 2006)

- Préparer une solution standard de 4-Nitrophenol : dissoudre 2,50g de 4- nitrophenol dans la solution tampon de citrate et diluer à 50 ml .
- Tracer une courbe d'étalonnage : Dans 5 tubes à essai préparer des dilutions de 4-Nitrophenol tel que décrit dans le tableau 10.

**Tableau 10:** Quantité de réactifs pour le traçage de la courbe d'étalonnage du 4-Nitrophenol

Réactifs	Blanc	1	2	3	4
Solution (ml) standard de 4-Nitrophenol (à 0,05 mg /ml)	0	0,5	1	1,5	2
	0	0,025	0,050	0,075	0,1
Solution tampon de citrate (ml)	2	1,5	1	0,5	0
NaOH	10	10	10	10	10

-En représentant la valeur de l'absorbance à 400 nm sur l'axe X et la quantité de 4-nitrophénol (0 mg, 0.025mg, 0.050 mg, 0.075 mg et 0.100 mg) sur l'axe Y (Annexe IV).

**mg4-nitrophénol (échantillon de miel) = a+b A400** (a : le coefficient directeur et b : l'ordonnée à l'origine)

- Préparer une solution de miel (20% p/v) avec 1,25 g de miel dissous dans un tampon au citrate (pH 5,3; 0,1 M) et dilué à 5ml
- Mélanger 1 ml de 4- nitrophénylphosphate et 1 ml de solution de miel et incubé à 37°C pendant 3 heures, puis ajouter 10 ml de NaOH 0,02 N; l'échantillon est mélangé au vortex.
- Préparer un blanc avec 1 ml de 4-nitrophénylphosphate incubé à 37°C pendant 3 heures, puis 10 ml de NaOH 0,02 N et 1 ml de solution de miel sont ajoutés.
- Mesurer l'absorbance de l'échantillon et du blanc par spectrophotométrie à 400 nm.

L'activité de la phosphatase acide est calculée en mg P/100 g de miel/24h=

**mg4-Nitrophénol (échantillon de miel) X 712,47**

$$712,47 = \frac{30,97 \times 5 \times 24 \times 100}{139,1 \times 1 \times 3 \times 1,25}$$

Avec P = phosphore; 30.97 = masse atomique du phosphore ; 5 = ml solution dans laquelle le miel est dissous;

24 = h ; 100 = grammes de miel ; 139.1 = poids moléculaire du 4-nitrophenol; 1 = ml de solution de miel ; 3 = 3 h pour l'essai; 1.25 = g d'échantillon.

#### 2.4.3.2.4 La proline

##### 2.4.3.2.4.1 Intérêt

La teneur en proline est utilisée comme critère de maturité du miel et, dans certains cas, pour la recherche d'une éventuelle adultération par du sirop de sucre (IHC, 2009).

##### 2.4.3.2.4.2 Principe

La teneur en proline est définie comme la couleur développée avec la ninhydrine par rapport à une solution de proline standard et est exprimée en mg de proline /kg de miel (mg/Kg) (IHC, 2009).

##### 2.4.3.2.4.3 Appareillage et réactifs

- Spectrophotomètre mesurant dans la gamme de 500 à 520 nm.
- Cuvettes, 1 cm.
- Tubes avec bouchon à vis ou bouchon, volume nominal 20 ml
- Flacon doseur, volume nominal 100 ml
- Bain d'eau bouillante et bain marie à 70°C.
- Acide formique (H.COOH), 98 à 100 %.
- Solution de ninhydrine dans l'éther monométhyle de l'éthylène glycol (méthyl-cellosolve) (3 %).
- Solution standard de proline à 40mg/50ml. Prendre 1 ml de la solution standard et compléter à 25 ml d'eau distillée pour avoir une solution contenant 0,8mg/25ml.
- 2-Propanol à 50 %.

##### 2.4.3.2.4.4 Protocole (IHC, 2009):

- Préparation de la solution d'échantillon : Peser 5 g de miel dans un bécher et dissoudre dans 50 ml d'eau, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume avec de l'eau et bien agiter.
- Détermination : Le coefficient d'extinction n'est pas constant. Par conséquent, pour chaque série de mesure, la moyenne du coefficient d'extinction de la solution étalon de proline doit être déterminée en triplicata.
- Pipeter à l'aide d'une seringue 0,5 ml de la solution d'échantillon dans un tube, dans un deuxième tube (essai à blanc) 0,5 ml d'eau et 0,5 ml de solution étalon de proline dans trois autres tubes. Ajouter 1 ml d'acide formique et 1 ml de solution de ninhydrine dans chaque tube. Bouchez soigneusement les tubes et agitez vigoureusement pendant 15 minutes. Placer dans un bain d'eau bouillante pendant 15 minutes, en immergeant les tubes. Transférer dans un bain-marie à 70°C pendant 10 minutes. Ajouter 5 ml de la solution de 2-propanol à chaque tube et refermer immédiatement. Laisser refroidir et déterminer l'absorbance 45 minutes après avoir été retiré du bain-marie à 510 nm en utilisant des cellules de 1 cm.

La proline en mg/kg de miel à une décimale est calculée selon l'équation suivante :

$$\text{Proline (mg/kg)} = \frac{E_s}{E_a} \times \frac{E_1}{E_2} \times 80$$

Avec

$E_s$  = Absorbance de la solution de l'échantillon

$E_a$  = Absorbance de la solution standard de proline (moyenne de deux lectures),

$E_1$  = mg de proline pris pour la solution standard

$E_2$  = Poids du miel en grammes.

80 = Facteur de dilution

### 2.4.3.2.5 Les caroténoïdes

#### 2.4.3.2.5.1 Intérêt

Les B- caroténoïdes contribuant à l'activité anti-oxydante du miel leur mesure permet d'évaluer cette caractéristique (Jose M Alvarez-Suarez, 2010).

#### 2.4.3.2.5.2 Principe

La détermination de la teneur totale en caroténoïdes (TCC) en (mg  $\beta$ -carotène/kg de miel) a été effectuée en mesurant l'absorbance à 450 nm du surnageant filtré après extraction du miel avec de l'hexane-acétone (6 :4)

#### 2.4.3.2.5.3 Appareillage et réactifs

-Mélange n-hexane-acétone (6:4)

-Solution standard de B-carotène

-Spectrophotomètre

-Papier filtre Whatman n°4

#### 2.4.3.2.5.4 Protocole (Alvarez-Suarez, 2010)

- Préparer l'échantillon en mélangeant 1g de miel avec 10 ml de mélange n-hexane-acétone (6:4) vigoureusement agité (500 t/min) pendant 10 min à température ambiante.
- Filtrer avec du le papier filtre Whatman n°4.
- Mesurer L'absorbance du filtrat à 450 nm par rapport contre un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre.
- Tracer une courbe d'étalonnage avec Le B-Carotène (0,015-0,6 lg/mL) (Annexe IV).

La teneur totale en caroténoïdes a été exprimée en mg de B-carotène (mg B-carot/kg de miel).

### 2.4.3.2.6 L'activité anti-oxydante TEAC (Trolox equivalent antioxidant capacity)

#### 2.4.3.2.6.1 Intérêt

La méthode utilisée vise à mesurer l'efficacité des échantillons de miel à piéger des radicaux libres.

#### 2.4.3.2.6.2 Principe

Dans la méthode TEAC, l'activité antioxydante totale d'une molécule est déduite de sa capacité à inhiber le radical ABTS•+, obtenu à partir de l'ABTS (sel d'ammonium de l'acide

2,2'-azinobis-(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)) comparativement à un antioxydant de référence : le Trolox® (acide 6-hydroxy-2, 5, 7, 8-tétraméthylchroman-2-carboxylique), dont la structure moléculaire cyclique est similaire à celle de la vitamine E.

La procédure est basée sur la décoloration du radical ABTS•<sup>+</sup>, qui est fonction de la concentration en antioxydants (Sancho *et al.*, 2016).

#### 2.4.3.2.6.3 Appareillage et réactifs

- Spectrophotomètre avec détecteur UV
- Cuve de 1cm en verre ou en plastique
- Bain à ultrason.
- Vortex et chronomètre
- Solution ABTS à 7 mM (sel d'ammonium de l'acide 2, 2'-azino-bis (acide 3-éthylbenzothiazoline-6- sulfonique)  
Dissoudre 0,3841 g d'ABTS dans de l'eau distillée et compléter à 100 ml
- Persulfate de potassium (2,45 mmol/l)  
Dissoudre 0,0662 g de persulfate de potassium K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> dans de l'eau distillée et compléter à 100 ml
- Solution de Trolox à 5Mm  
Dissoudre 0,1251 de Trolox (acide 6-hydroxy-2, 5, 7, 8-tétraméthylchromane-2-carboxylique) dans un mélange à 1 :1 (v/v) d'éthanol absolu et d'eau distillée compléter à 100 ml avec de l'eau distillée si nécessaire ; utiliser un bain à ultrason pendant 5 min pour faciliter la dissolution.

#### 2.4.3.2.6.4 Protocole (Sancho *et al.*, 2016)

- Mélanger à 1:1 (v/v), l' ABTS (7 mmol/l) et le persulfate de potassium (2,45 mmol/l),
- Incuber pendant 16 h à température ambiante dans l'obscurité pour obtenir le cation radical ABTS•<sup>+</sup>. (Avant dilution la solution reste stable pendant 48 h à l'obscurité et à température ambiante)
- Ensuite, diluer la solution ABTS•<sup>+</sup> pour obtenir une absorbance comprise entre 0,70 et 0,80 à 734 nm. (la solution diluée doit être préparée le jour même)
- Préparer une solution de miel à (100 mg/ml) : Peser 10 g de miel dans un bécher, dissoudre dans de l'eau distillée, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume.
- Préparer différentes concentrations de standard de Trolox : dans 6 fioles diluer la solution de Trolox à 5mM avec de l'eau distillée de manière à obtenir différentes concentrations compléter chaque fiole au volume avec de l'éthanol à 70% (tableau 11).

Tableau 11: **concentration de Trolox pour le traçage de la courbe d'étalonnage.**

Standard	1	2	3	4	5	6	7
mM Trolox (ml)	1,25	2,00	2,50	3,00	4,00	5,00	6,00
Concentration de Trolox	0,625	1,000	1,250	1,500	2,000	2,500	3,000

- Mélanger 1490 µl de solution d'ABTS•<sup>+</sup> dilué avec 10 µl de solution de miel (échantillon), faire la même chose avec le blanc (eau distillée) et avec les différentes concentrations de solution standard
- 6 min après l'absorbance des échantillons est lue à 734nm contre de l'eau.
- Mesurer les absorbances de l'échantillon, calculer le % d'inhibition (INH),

$$\% \text{ (INH)} = \frac{100 \cdot (\text{ADW} - \text{AS}/\text{AE})}{\text{ADW}}$$

ADW : absorbance du blanc d'eau distillée

AS : absorbance du standard

AE : absorbance de l'échantillon

- Tracer une courbe d'étalonnage en mesurant les absorbances des différentes concentration de Trolox, en plaçant le % d'inhibition dans l'axe des Y et les concentrations de Trolox dans l'axe des x

$$\%(\text{INH}) = ax + b \quad (\text{a: pente; } b: \text{ordonnée à l'origine})$$

L'activité anti-oxydante est calculée suivant la formue ci-dessous :

$$\text{TEAC en } (\mu\text{mol de Trolox/g de miel}) = \frac{\% \text{ INH } \text{échantillon} - b}{a} \times \frac{100}{\text{poids du miel (g)}}$$

100 étant : 1000(µmol/mmol) X 100 (ml de solution de miel)/1000(ml/l)

#### 2.4.3.2.7 Taux de phénols totaux, flavonoïdes totaux, O-Diphénols

##### 2.4.3.2.7.1 Intérêt

Les flavonoïdes et autres composés phénoliques sont les principaux responsables l'activité antioxydante du miel (Meda et *al.*, 2005).

##### 2.4.3.2.7.2 Principe

Il s'agit de méthodes analytiques biochimiques nécessitant la prise d'échantillons, l'extraction des composés phénoliques à partir de ces échantillons puis d'une mesure spectrophotométrique effectuées soit sur les extraits soit sur les échantillons bruts ou les deux à la fois en utilisant selon les composés recherchés différents standards. Les composés phénoliques totaux (TPC) ont été évalués sur le miel brut et les extraits méthanoliques avec un standard d'acide gallique, La teneur totale en flavonoïdes (TFC) a été évaluée sur des extraits méthanoliques de miel. Les TFC de type Quercétine ont été déterminés par la réaction des flavonols et de la flavone (lutéoline) avec l'AlCl<sub>3</sub> en milieu neutre. Les TFC de type catéchine ont été évalués par la réaction de flavan-3-ols, des acides phénoliques (tels que les acides chlorogéniques), la rutine et la lutéoline (Pełkal et Pyrzynska 2014) avec l'AlCl<sub>3</sub> en milieu alcalin.

La teneur en o-diphénols a été analysée pour la première fois sur du miel. (Baltrušaitytė, Venskutonis, et Čeksterytė 2007; Sancho et *al.*, 2016; Meda et *al.*, 2005; Moniruzzaman et *al.*, 2013).

#### 2.4.3.2.7.3 Appareillage et réactifs

- Colonne de résine Amberlite XAD-2
- Spectrophotomètre
- Bain marie
- Papier filtre
- Réactif de Fiolin –Ciocalteu (0,2 N)
- Réactif d'Arnou (10,00 g de nitrite de sodium  $\text{NaNO}_2$  et 10,00 g de molybdate de sodium  $\text{Na}_2\text{MoO}_4$  dans 100 ml d' $\text{H}_2\text{O}$ )
- Solution de carbonate de sodium à 75g/l
- Trichlorure d'aluminium  $\text{AlCl}_3$  (à 2% dans du méthanol)
- Solutions standard d'acide gallique, de quercétine, de catechine et de cathechol

#### 2.4.3.2.7.4 Protocole

##### **L'extraction des composés phénoliques** (Baltrušaitytė, Venskutonis, et Čeksterytė, 2007)

- Dissoudre 25 à 50 g de miel dans 250 ml d'eau distillée
- Ajuster le pH de la solution à 2,0 par l'ajout de HCl concentré.
- Filtrer lentement la solution à travers la colonne avec de l'Amberlite XAD-2 résine.
- Rincer la colonne avec 250 ml d'eau acidifiée (pH 2 avec HCl), puis avec 300 ml de l'eau distillée neutre pour éliminer tous les sucres et autres composés polaires du miel.
- Les composés ont été élués avec 250 ml de méthanol.

##### **Taux de composés phénoliques totaux (TPC)** (Sancho et al., 2016)

- Diluer 5 g de miel dans 50ml d'eau distillée et filtrer avec du papier Whatman n° 1.
- Mixer 5ml de chaque échantillon (miel brut et extraits méthanolique) dans 2,5 ml du réactif de Fiolin –Ciocalteu (0,2 N)
- Après 5 min ajouter 2 ml d'une solution de carbonate de sodium à 75g/l
- Incuber pendant 2 h à l'obscurité à température ambiante
- Lire l'absorbance à 760 nm contre un blanc d'eau distillée.
- Tracer une courbe d'étalonnage en utilisant une solution standard d'acide gallique à différentes concentrations (0,025 à 0,5 mg/ml) (annexe IV).

Les résultats sont exprimés par mg d'équivalent acide gallique (GA)/100g de miel.

##### **Taux des flavonoïdes totaux (TFC) (Quercétine)** (Meda et al., 2005)

- Mixer 1ml d'extrait méthanolique de miel avec 1 ml trichlorure d'aluminium  $\text{AlCl}_3$  (à 2% dans du méthanol)
- Après 1 mn à température ambiante, lire l'absorbance à 415 nm contre un blanc (en utilisant 1ml d'extrait méthanolique avec 1ml de méthanol sans l' $\text{AlCl}_3$ )
- Tracer une courbe d'étalonnage avec des solutions standard de Quercétine à différentes concentrations (2 à 250  $\mu\text{g/ml}$ ) (Annexe IV).

Les Taux des flavonoïdes totaux sont exprimés en mg d'équivalent de Quercétine / 100g de miel.

### **Taux des flavonoïdes totaux TFC (catéchine)** (Moniruzzaman et al., 2013)

- Mélanger 1 ml d'extrait méthalonique de miel avec 0,3 ml de NaNO<sub>2</sub> (5% p/v).
- Après 3 minutes, ajouter 0,3 ml d' AlCl<sub>3</sub> (10% p/v)
- Après 6 min neutraliser le mélange avec 2 ml de NaOH (1 M).
- Porter le volume à 10 ml en ajoutant 2,4 ml d'eau distillée et agiter vigoureusement
- Lire l'absorbance à 510 nm.
- Tracer une courbe d'étalonnage à l'aide d'une solution standard de catéchine (0,001 à 0,250 mg/mL) (annexe IV).

Les résultats sont exprimés en mg équivalent de catéchine / 100g de miel

### **Taux de 0- Diphenol** (Afoakwa et al., 2012.)

- Mélanger 1 ml d'extrait méthalonique de miel avec 2 ml de HCl 0,5N et 1 mL du réactif d'Arnow (10,00 g de NaNO<sub>2</sub> et 10,00 g Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> dans 100 ml d'H<sub>2</sub>O),
- Ajouter 10 ml d'H<sub>2</sub>O et 2 ml NaOH 1N.
- Après 30 secondes, lire l'absorbance à 515 nm.
- Tracer une courbe d'étalonnage avec une solution standard de catéchol (annexe IV)

Les résultats sont exprimés en µg équivalent cathechol/100 g de miel

#### 2.4.3.3 *Analyses statistiques*

Des analyses statistiques ont été effectuées avec le logiciel Statgraphics Centurion XVI.II. Le but de notre recherche était de comparer les échantillons "A" et "I", une ANOVA à un facteur a été utilisée pour analyser les valeurs des échantillons "A" et "I" pour les paramètres dans lesquels les hypothèses de normalité, d'indépendance des cas et d'homoscédasticité ont été remplies. Pour les autres paramètres, le test de Kruskal-Wallis a été appliqué. Des différences statistiquement significatives ont été prises en compte à  $p < 0,05$ . Pour vérifier la possibilité de regrouper les échantillons, les données ont également été analysées par analyses en composantes principales (ACP).

#### 2.4.4 **Résultats et discussion**

Le Tableau 12 montre les moyennes, les écarts -type et les valeurs minimales et maximales pour les miels "A" et "I" étudiés. Une ANOVA à un facteur a été appliquée aux résultats obtenus pour les taux d'humidité et les teneurs en proline. Le Kruskal-Wallis a été appliqué aux résultats de la conductivité électrique, des degrés Brix, du pH, de l'acide libre, de la teneur en HMF, des activités diastase, invertase et acide phosphatase, du taux de caroténoïdes totaux (TCC), des composés phénoliques totaux (TPC), du composés flavonoides totaux (TFC), de la teneur en o-diphénols et du TEAC. Dans le tableau 13 sont présentés les pourcentages d'échantillons qui ne répondaient pas aux réglementations internationales.

Tableau 12: Récapitulatif des résultats expérimentaux

	A-S (n= 5)	A-J (n= 5)	A-M (n= 5)	Miels Algériens (n= 15)	Miels Importés (n= 14)
Propriétés/Paramètres	Moyenne±ET (min-max)	Moyenne±ET (min-max)	Moyenne±ET (min-max)	Moyenne±ET (min-max)	Moyenne±ET (min-max)
Conductivité électrique (mS/cm)	0,26±0,09 (0,15-0,39)	0,35±0,16 (0,19-0,56)	0,28±0,18 (0,09-0,56)	0,30±0,14b (0,09-0,56)	0,17±0,12a (0,04-0,48)
Taux d'humidité(%)	15,20±0,97 (14,00-16,50)	16,70±1,30 (15,00-18,00)	16,70±1,82 (15,00-19,50)	16,20±1,50a (14,00-19,50)	17,71±1,31b (14,50-19,50)
Degré BRIX (°Bx)	83,30±0,84 (82,00-84,00)	81,80±1,25 (80,50-83,00)	82,20±1,89 (79,00-83,50)	82,43±1,45b (79,00-84,00)	81,18±1,05a (80,00-84,00)
pH	3,93±0,20 (3,70-4,21)	3,88±0,92 (2,53-4,99)	3,84±0,30 (3,62-4,34)	3,88±0,53a (2,53-4,99)	3,60±0,38a (3,18-4,24)
Acidité libre (meq/kg)	22,20±5,72 (15,00-30,00)	31,20±18,21 (6,00-50,00)	39,40±22,94 (27,00-80,00)	30,93±17,53a (6,00-80,00)	22,21±7,63a (13,00-43,00)
HMF (mg/kg)	9,05±1,75 (6,80-11,52)	15,38±20,06 (0,00-46,70)	46,14±73,70 (3,59-177,0)	23,52±44,15a (0,00-177,0)	103,60±147,08b (19,31-580,83)
Activité diastasique (unité Schade)	15,18±3,90 (10,60-20,50)	17,16±13,58 (5,30-40,00)	16,74±14,44 (0,20-32,60)	16,36±10,83b (0,20-40,00)	7,11±2,26a (3,40-11,70)
Invertase (U/kg)	155,78±42,44 (118,81-228,56)	114,64±105,58 (19,39-207,58)	124,64±92,60 (7,87-233,88)	132,90±78,07a (7,87-233,88)	109,73±112,24a (10,52-377,48)
Phosphatase acide (mg P/100 g/24h)	38,62±3,86 (34,48-44,86)	48,51±13,09 (33,87-59,09)	41,96±7,99 (33,56-55,06)	43,03±9,46a (33,56-59,09)	55,62±8,34b (26,86-59,41)
Proline (mg/kg)	839,42±215,38 (552,79-1126,13)	832,98±644,22 (112,01-530,27)	1006,01±659,70 (20,56-1877,69)	892,80±512,88b (20,56-1877,69)	487,66±275,32a (28,64-976,89)
Taux de caroténoïdes totaux (mg β-carotène/kg)	8,84±2,92 (5,90-12,47)	9,75±3,64 (4,68-14,93)	20,46±22,06 (4,38-59,07)	13,02±13,23a (4,38-59,07)	7,20±3,74a (1,62-16,56)
Taux de phénols totaux dans les miels brutes (mg acide gallique /100 g)	38,81±20,00 (24,52-74,08)	53,50±25,71 (33,56-96,26)	47,09±17,28 (24,10-62,86)	46,46±20,67a (24,10-96,26)	57,87±25,31a (33,86-114,88)
Taux de phénols totaux dans les extraits de miel (mg acide gallique/100 g)	15,05±1,74 (12,64-17,51)	25,15±14,43 (12,30-47,02)	20,56±5,41 (14,33-27,97)	20,25±9,33b (12,30-47,02)	15,07±7,95a (8,14-34,88)
Taux de flavonoïdes totaux en milieu neutres (mg Quercetine/100 g)	11,17±7,51 (2,94-20,49)	7,01±2,99 (3,90-10,64)	8,63±4,26 (2,51-14,08)	8,94±5,20a (2,51-20,49)	10,73±15,16a (2,48-59,93)
Taux de flavonoïdes totaux en milieu alcalin(mg Catechine/100 g)	30,28±3,09 (27,79-35,48)	30,87±4,71 (26,89-38,70)	33,20±8,49 (26,58-47,77)	31,45±5,60b (26,58-47,77)	26,95±6,71a (13,37-41,31)
o-Diphénols (µg Cathechol/100 g)	11,79±13,97 (2,78-32,59)	11,50±9,11 (2,09-23,97)	18,84±20,22 (5,19-53,27)	14,20±14,46a (2,09-53,27)	14,67±10,40a (0,19-44,55)
TEAC (µmoltrolox/100 g)	221,80±80,60 (143,18-336,79)	273,86±139,73 (121,12-448,78)	187,25±119,83 (21,76-334,82)	227,64±113,56a (21,76-488,78)	243,01±205,80a (38,82-733,55)

Moyenne, écart-type, valeurs minimales et maximales des paramètres physico-chimiques des miels algériens (n=15) et importés (n=14) analysés. A-S : miels algériens d'Euphorbe. A-J : miels algériens de jujubiers. A-M : miels algériens multifleurs de montagne.

(a et b) montrent les résultats ayant montré des différences significatives entre les échantillons pour le même paramètre ( $p < 0,05$ ).

Selon les normes de qualité en vigueur (Codex, 2001; OJEC, 2002), les valeurs de conductivité électrique retrouvées dans les échantillons testés étaient conformes à la limite légale pour les miels de nectar de fleur (pas plus de 0,8 mS/cm), cette valeur concerne la majorité des miels "I" et environ la moitié des échantillons "A".

Tous les miels se situaient dans une fourchette de taux d'humidité acceptable, inférieure à la limite de 20 %, avec un pourcentage d'humidité nettement supérieur dans les échantillons "I" par rapport aux miels "A".

La plupart des échantillons présentaient des valeurs de pH inférieures à 4,5 ; il n'y avait pas de différence significative entre le pH des miels "A" et "I".

Seul l'échantillon de miel A-M1 dépassait la limite légale de 50 meq/kg d'acide libre, le reste des échantillons obéissait à la réglementation concernant ce paramètre.

Parmi les miels "A", les échantillons A-S présentaient la moyenne de HMF la plus basse. Les miels A- J5, A-M5 et 6 échantillons "I" ont dépassé la limite de 40 mg/kg.

A-J5 et A-M5 présentaient également les valeurs les plus basses pour l'indice de diastase, ne répondant pas aux critères de ce paramètre (3 ou 8 unité Schade). 71,4% des échantillons "I" n'ont pas atteint l'activité diastasique minimale. Une différence significative a été constatée entre les miels "A" et "I" en ce qui concerne le HMF et l'indice de diastase, 2 échantillons "A" présentant des valeurs inférieures de HMF et des valeurs supérieures d'indice de diastase.

La teneur en proline était également significativement plus élevée dans les miels "A". Le miel A-M5 et un miel "I" présentaient des teneurs en proline inférieures à la limite de 180 mg/kg proposée pour les miels authentiques (Bogdanov 2017).

Les miels A-S ont montré des valeurs moyennes d'invertase plus élevées que les échantillons A-J, A-M et "I", bien que globalement nous n'ayons pas trouvé de différences significatives entre les activités d'invertase des miels "A" et "I". Les valeurs les plus basses et les plus élevées ont été observées pour deux miels A-M, l'échantillon (A-M5) ayant la valeur la plus basse, ce même échantillon n'ayant pas la qualité minimale requise pour les miels (Codex, 2001; OJEC, 2002) en effet, son taux d'HMF était de 177 mg/Kg c'est-à-dire quatre fois supérieur à la norme.

L'activité de la phosphatase acide était en moyenne plus faible dans les échantillons A-S, par opposition aux échantillons A-J ayant la moyenne la plus élevée. Les miels "I" présentaient des activités de la phosphatase acide nettement plus élevées que les échantillons "A". Cependant, le miel de sarrasin marqué "I" présentait la plus faible activité de phosphatase acide.

Tous les échantillons "A" présentaient par catégorie des moyennes plus élevées que les miels "I" pour le TCC, cependant globalement, aucune différence significative n'a été constatée entre les résultats du TCC des échantillons "A" et "I".

Parmi les miels "A", les échantillons A-J et leurs extraits méthanoliques ont présenté les moyennes de TPC les plus élevées, tandis que les échantillons A-S ont présenté les moyennes les plus faibles. En comparant les extraits méthanoliques des miels "A" et "I", les TPC des échantillons "A" étaient significativement plus élevés que les TPC des miels "I".

Aucune différence significative n'a été constatée entre les échantillons "A" et "I" en ce qui concerne la teneur en TFC de type Quercétine ni en *o*-Diphénols, alors que des valeurs plus élevées de TFC de type catéchine étaient retrouvées dans les miels "A" par rapport aux échantillons "I".

Les valeurs individuelles les plus élevées et les plus faibles de TFC de type catéchine ont été observées dans les miels A-M, l'échantillon A-M5 présentant la valeur la plus élevée pour ce paramètre. En ce qui concerne les extraits de miels "I", le TFC de type catéchine le plus faible a été observé dans l'extrait d'un échantillon de miel "I" d'acacia et le résultat le plus élevé dans l'extrait d'un miel de sarrasin. Parmi les échantillons "A", les miels A-M ont montré les moyennes les plus élevées d'*o*-diphénols, A-M5 étant le miel ayant la teneur la plus élevée. En ce qui concerne les miels "I", les valeurs varient de 0,19 µg cathechol/100 g dans un miel d'agrumes citrus à 44,55 µg cathechol/100 g dans un miel multifloral.

Dans notre étude, les miels A-J ont présenté des moyennes de TEAC plus élevées que les échantillons A-S et A-M. Cependant les valeurs de TEAC étant statistiquement similaires pour les miels "A" et "I".

L'ACP (figure 26) a montré une bonne séparation des échantillons "A" et "I", en utilisant les paramètres qui ont montré les plus fortes charges (à la fois positives et négatives), sur le composant 1 et le composant 2 : conductivité électrique, humidité, degré Brix, acide libre, diastase, proline, acide phosphatase, TCC et TPC (extrait de miel). Le composant 1 et le composant 2, dont les valeurs propres sont supérieures ou égales à 1,0, expliquent 59,30 % de la variance. La composante 2 présentait des différences concernant l'acidité libre et le TPC (extrait de miel), tandis que la composante 1 comprenait l'information sur le reste des paramètres. Le composant 1 a séparé les miels en deux groupes, les échantillons "I" à gauche et les échantillons "A" à droite. Les miels "A" présentaient des valeurs plus élevées de conductivité électrique, de degrés Brix, de proline, de TCC et d'activité de la diastase, tandis que les miels "I" présentaient des pourcentages d'humidité et des activités de phosphatase acide plus élevés. L'ACP a clairement inclus l'échantillon A-M5 dans le groupe des miels "I" parce que les caractéristiques et la mauvaise qualité de cet échantillon étaient similaires à celles de la plupart des miels "I".

**Tableau 13:** Pourcentage des échantillons de miel algérien (n= 15) et importé (n= 14) ne respectant pas la réglementation internationale.

A-S : miels algériens "euphorbe ". A-J : miels algériens de jujubier. A-M : miels algériens polyfloral de montagne.

Règlements		% des échantillons hors normes				
PARAMETRES	Codex (2001), OJEC (2002)	A-S (n= 5)	A-J (n= 5)	A-M (n= 5)	Miels algériens (n= 15)	Miels importés (n= 14)
Conductivité électrique (mS/cm)	< 0.8 mS/cm	0	0	0	0	0
Taux d'humidité (%)	< 20%	0	0	0	0	0
Acidité libre (meq/kg)	< 50 meq/kg	0	0	20	6,7	0
HMF (mg/kg)	< 40 mg/kg	0	20	20	13,3	42,8
Activité diastasique (unité Schade )	> 8 (unité Schade )	0	20	20	13,3	71,4
Spécifications appliquées des différents pays (Thrasylvoulou et al., 2018)						

Invertase (U/kg)	Allemagne: > 60 U/kg (Miel de sélection)	0	40	20	20	35,7
	> 80 U/kg (Miel de sélection fine)	0	40	20	20	42,9
Proline (mg/kg)	Pologne: > 250 mg/kg	0	40	20	20	21,4
	Turquie: > 120 mg/kg (acacia, miels de romarin)					7,1
	> 180 mg/kg (miels de boulangerie, de canola, d'agrumes, de lavande, de citron vert et d'eucalyptus)					7,1
	> 300 mg/kg	0	40	20	20	14,3

La conductivité électrique est liée à la teneur en cendre, elle permet également de différencier la source du miel de nectar ou de miellat (Machado De-Melo et *al.*, 2018). Les valeurs de conductivité électrique retrouvées sont en accord avec celles décrites dans la littérature pour les miels de différents pays (Silva, Sousa, et Taveira, 2017), et dans d'autres échantillons de miels algériens de même origine botanique (Haderbache et *al.*, 2013), bien que Zerrouk et *al.*, (2018) ont rapporté une valeur moyenne de conductivité électrique (0,65 mS/cm) pour les miels algériens de jujubier (Zerrouk et *al.*, 2018) supérieure celle que nous avons retrouvé (0,35 mS/cm) pour ce même type de miel pour les miels A-J.

Le taux d'humidité ainsi que le degré Brix sont des indicateurs de vieillissement des miels (Oroian et Ropciuc 2017). Concernant le taux d'humidité les résultats que nous avons trouvé étaient similaires à ceux décrits dans d'autres échantillons algériens (Ouchemoukh et *al.*, 2007; Diafat et *al.*, 2017; Zerrouk et *al.*, 2018), supérieurs à la moyenne (13,2 24 g/100 g) rapportée par Khalil et *al.*, (2012), et à la moyenne (13,9 g/100g) décrite par Mekious et *al.*, (2015) dans les miels de jujubier algériens. En revanche, Habati et *al.*, (2017) ont décrit des valeurs d'humidité plus élevées dans des échantillons algériens (16,1-20,4 g/100 g) (Khalil et *al.*, 2012; Mekious et *al.*, 2015; Habati et *al.*, 2017). Les différentes valeurs et fourchettes des taux d'humidité pourraient être dues à la saison de récolte, à la teneur en eau des plantes et au degré de maturité atteint dans la ruche (Bogdanov 2017). Les valeurs des degrés Brix de tous les échantillons se situaient dans les limites habituelles décrites dans la littérature pour les autres miels (Silva, Sousa, et Taveira 2017).

Le pH et l'acide libre sont tous deux liés à la teneur en acides organiques. Le pH est influencé par les ions inorganiques, les conditions d'extraction et de stockage, ce qui affecte la texture, la stabilité et la durée de conservation du miel (Terrab et *al.*, 2004).

Deux miels A-J présentaient un pH supérieur à 4,4, ceci qui concorde avec les résultats d'études antérieures (Haderbache et *al.*, 2013; Mekious et *al.*, 2015) qui indiquaient que le pH des miels de jujubier était relativement élevé.

Globalement, nos résultats concernant l'acidité libre rejoignaient ceux des études antérieures (Benaziza-Bouchema et Schweitzer, 2010). Cependant, notre moyenne pour les miels A-S était supérieure à la valeur moyenne (15,13 meq/kg), décrite par Haderbache et *al.*, (2013) dans d'autres miels d'euphorbe algériens. De même, notre moyenne pour les miels A-J était

également supérieure à la valeur moyenne (14,75 meq/kg) obtenue par Haderbache et *al.*, (2013) et à la moyenne (12,5 meq/kg), obtenue par Zerrouk et *al.*, (2018) dans des miels de jujubier algériens. Ces résultats contrastés pourraient être dus à une saison de récolte ou une zone géographique distincte à l'emplacement des ruches, et aux conditions de stockage (Silva, Sousa et Taveira, 2017). La valeur élevée de l'acide libre affichée par l'échantillon A-M1 (80 meq/kg) serait un indicateur d'altération.

Le HMF est un paramètre de fraîcheur, de chauffage et de vieillissement (Bogdanov, 2017). La plupart des résultats du HMF pour nos échantillons "A" étaient en accord avec ceux décrits sur d'autres miels du nord-ouest de l'Algérie (Achouri et *al.*, 2019). L'un des deux échantillons, qui dépassaient la limite de HMF, A-J5 provenait de Djelfa, une localité algérienne au climat d'été très chaud et sec, et l'autre A-M5 était l'échantillon qui ne répondait pas aux exigences des autres critères de qualité.

L'activité diastasique est également un paramètre de fraîcheur du miel (Codex, 2001; OJEC, 2002), des limites minimales sont fixées par plusieurs législations, dont certaines lient ce paramètre à la teneur en HMF. L'échantillon A-J2 a présenté le résultat le plus élevé pour l'indice diastasique (40 unités Schade). Il provenait de la région de Ain Ouessara, une zone semi-aride, dont le miel de jujubier est particulièrement apprécié. Cet échantillon présentait également une valeur élevée pour l'invertase et une teneur en HMF non détectable, ce qui confirme bien sa qualité. Les activités diastases pour les miels "A" étaient similaires à celles décrites par (Haderbache et *al.*, 2013) pour les miels algériens d'euphorbe, mais environ la moitié de la moyenne décrite par ces mêmes auteurs pour les miels algériens de jujubier. Les valeurs d'activité diastasique pour les échantillons A-S (tous du Nord de l'Algérie), étaient similaires à celles trouvées par Haouam et *al.*, (2019) dans les miels du Nord de l'Algérie (entre 9,62 et 29,47 unités Schade). En ce qui concerne les miels "I", les résultats de l'activité HMF et diastase étaient loin d'être souhaitables, mettant en évidence la mauvaise qualité des miels étrangers vendus sur les marchés algériens.

La proline est l'acide aminé le plus abondant du miel, il est suggéré comme paramètre de la maturité du miel (Meda et *al.*, 2005; Dominguez et *al.*, 2016). En Pologne et en Turquie, il existe des réglementations concernant la teneur minimale en proline dans le miel (Thrasyvoulou et *al.*, 2018). La grande majorité de nos résultats sur la proline concordent avec les valeurs décrites dans la littérature (Elamine et *al.*, 2017).

En ce qui concerne les échantillons "A", 2 miels A-J et 1 échantillon A-M ne répondaient ni à la spécification polonaise (pas moins de 250 mg/kg), ni à la spécification turque (pas moins de 300 mg/kg). Quant aux miels "I", trois échantillons ne répondaient pas à la réglementation polonaise, dont deux ne répondaient pas non plus à la réglementation turque. Le miel "I" qui répondait à la spécification turque pour la proline mais pas à la spécification polonaise, est un miel d'agrumes et contenait 189,1 mg de proline/kg de miel, soit plus que la limite minimale de proline (180 mg/kg), requise en Turquie pour ce type de miels.

L'invertase ( $\beta$ -fructofuranosidase) hydrolyse le saccharose du nectar et du miellat en fructose et en glucose, ce paramètre a également été proposée comme paramètre de qualité du miel (Machado De-Melo et *al.*, 2018). Trois échantillons "A" (2 miels A-J et 1 miel A-M), ainsi que 5 miels "I" ont présenté des taux d'invertase inférieurs à 60 U/kg, soit la valeur minimale d'invertase requise en Allemagne (Thrasyvoulou et *al.*, 2018). Un échantillon "I", dont l'activité de l'invertase était de 72,5 U/kg, n'a pas respecté la valeur minimale de 80 U/kg pour

l'activité de l'invertase requise en Allemagne pour les miels de qualité supérieure (Thrasyvoulou et *al.*, 2018) la législation allemande faisant la distinction entre miel, et miel de qualité supérieure (tableau 13).

Deux miels, un "A" (A-M5) et un "I", ont montré des valeurs de plusieurs paramètres ne correspondant pas à ceux des miels considérés comme authentiques ou acceptables. Le A-M5 présentait une faible conductivité électrique (0,09 mS/cm), une forte teneur en HMF (177 mg/kg) et les activités de diastase (0,20 Schade) et invertase (7,87 U/kg) les plus faibles, ainsi que la plus faible concentration de proline (20,56 18 mg/kg), c'est donc un miel qui n'a pas la qualité minimale requise pour la commercialisation. Un l'échantillon "I", présentait la plus faible conductivité électrique (0,04 mS/cm), la plus forte teneur en HMF (580,83 20 mg/kg), une faible activité de diastase (7,9 échelle de Schade) et d'invertase (13,44 U/kg), et une faible concentration en proline (28,64 mg/kg), ces valeurs sont loin d'être celles attendues d'un miel authentique, c'est un miel polyfloral originaire du Canada.

Des taux élevés de phosphatase acide du miel sont liés à la fermentation du miel (Alonso-Torre et *al.*, 2006). Les valeurs enregistrées pour les échantillons "A" étaient inférieures aux résultats décrits dans la littérature sur d'autres types miels (Alonso-Torre et *al.*, 2006).

Les caroténoïdes sont des pigments qui contribuent à l'activité antioxydante, le taux de caroténoïdes totaux (TCC) du miel dépend de l'origine géographique, de la saison de récolte et de facteurs environnementaux (Boussaid et *al.*, 2018). Dans les échantillons "A", la moyenne de TCC des miels A-M était la plus élevée. Mouhoubi-Tafinine, Ouchemoukh et Tamendjari (2016) ont décrit des valeurs de 3,0 à 10,1 mg  $\beta$ -carotène/Kg sur des miels provenant de régions différentes du Nord de l'Algérie. Une étude sur les miels cubains a décrit des valeurs comprises entre 1,17 31 et 5,57 mg  $\beta$ -carotène/Kg (Alvarez-Suarez 2010). Dans les échantillons tunisiens, Boussaid et *al.*, 32 (2014) ont rapporté une TCC allant de 1,16 à 4,72 mg  $\beta$ -carotène/Kg.

La littérature décrit des corrélations positives entre le taux de phénols totaux (PTC) et l'activité antioxydante des miels (Alvarez-Suarez, 2010; Ciappini et Stoppani, 2014; Meinen, Camilleri, et Attard 2014). Le PTC mesuré sur des miels bruts donne généralement des résultats plus élevés, car la détermination inclut d'autres substances réductrices, et l'extraction peut éliminer quelques phénols solubles dans l'eau. Les moyennes de PTC que nous avons retrouvées sont en accord avec les résultats rapportés par Mouhoubi-Tafinine, Ouchemoukh et Tamendjari (2016), qui décrivent des taux de PTC allant de 15,84 6 mg/100 g (extrait méthanolique) à 61,63 mg/100 g (miel brut) dans les miels algériens. En revanche, nos valeurs de PTC pour les échantillons "A" étaient inférieures à celles obtenues par Habati et *al.*, (2017) pour cinq miels du sud de l'Algérie (53,93-123,05 mg d'acide gallique/100 g de miel brut) et par Elamine et *al.*, (2017) dans douze miels du Maroc (59,32-123,65 10 mg d'acide gallique/100 g de miel brut).

Ces écarts des PTC des miels pourraient être dus à des différences d'habitat et d'année de récolte. Pour autant pour obtenir des résultats plus précis, le PTC devrait être mesuré sur des extraits de miel.

Les taux enregistrés de flavonoïdes totaux (TFC) de type Quercétine et de type catéchine étaient plus élevées que ceux obtenus dans d'autres extraits de miel décrits dans la littérature (Ibrahim Khalil et *al.*, 2012; Sancho et *al.*, 2016). Il est intéressant de souligner le fait que les miels "A" ont montré des valeurs de TFC de type quercétine plus faibles que les échantillons

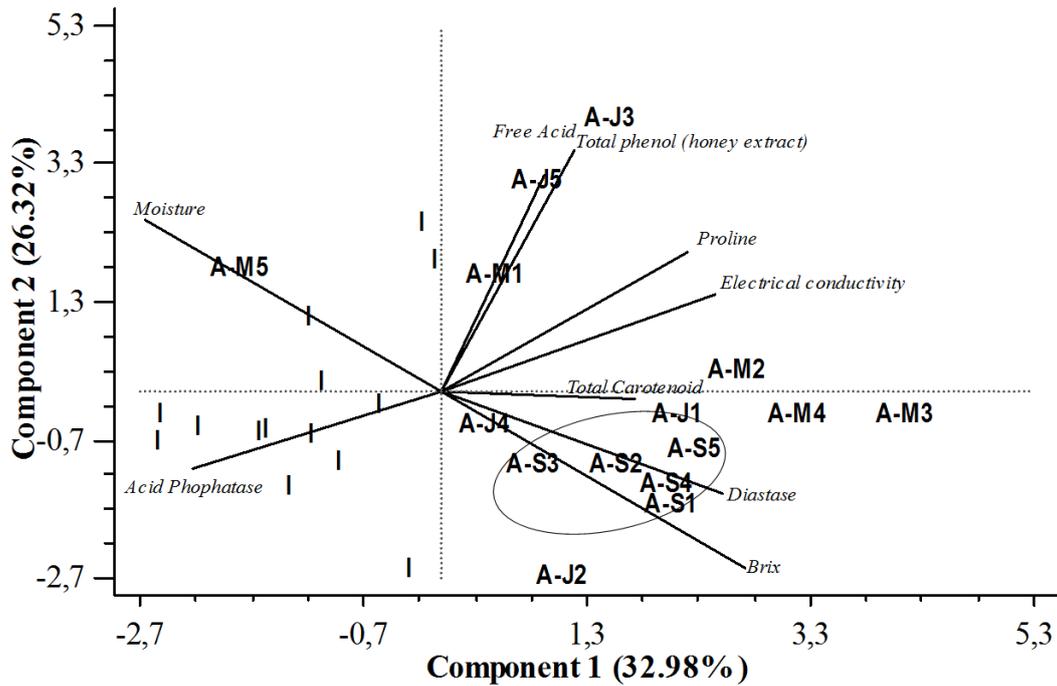
"I", à l'inverse des taux de TFC de type catéchine étaient plus élevés dans les miels "A" par rapport aux échantillons "I". Il est probable que les miels algériens contiennent des quantités plus élevées de flavan-3-ols, de rutine, de lutéoline et d'acides phénoliques que les miels d'autres pays. Par conséquent, une recherche sur la composition des flavonoïdes des miels algériens serait très intéressante, car elle pourrait contribuer à une future caractérisation de ces miels.

Les *O*-diphénols sont liés à l'activité antioxydante (Afoakwa et al., 2012). Aucune différence significative n'a été constatée entre les teneurs en *O*-diphénols des miels "A" et "I".

L'échantillon A-M5 ne devrait pas pouvoir être commercialisé selon les paramètres établis dans les réglementations internationales. Paradoxalement ses teneurs en TFC de type catéchine et en *o*-diphénols étaient les plus élevées de tous les échantillons analysés. Ainsi, il est probable que l'échantillon A-M5, est en fait un miel adultéré avec des sirops de sucre mélangé avec du miel.

Actuellement, l'activité antioxydante est considérée comme un paramètre intéressant pour caractériser les miels. En comparant nos résultats TEAC avec ceux de la littérature, nous notons que Álvarez-Suárez et al., (2010) ont obtenu des taux de TEAC similaires pour les miels Cubains (entre 195,8  $\mu\text{mol}$ trolox/100 g et 201,4  $\mu\text{mol}$ trolox/100 g). Notre étude confirme le potentiel antioxydant intéressant des miels algériens. Khalil et al., (2012) sont arrivés à la même conclusion après avoir effectué des analyses FRAP 1 et DPPH sur d'autres échantillons algériens.

Il est intéressant de souligner le fait que l'ACP a permis de regrouper parfaitement tous les miels A-S selon les caractéristiques physico-chimiques communes présentées par ces échantillons qui peuvent être résumées par des valeurs inférieures des taux d'humidité, d'acide libre et d'activité de la phosphatase acide et par des valeurs supérieures pour les degrés Brix et des taux plus bas de PTC (extrait de miel), en comparaison avec les miels A-J et A-M. Par conséquent, une future législation sur les miels algériens pourrait établir des caractéristiques particulières pour les miels d'euphorbe, après analyse d'un nombre important de miels d'euphorbe provenant de différentes régions d'Algérie et sur plusieurs années de récolte, et qui devra inclure l'analyse pollinique et une caractérisation sensorielle.



**Figure 26:** Analyse des principaux composants de la conductivité électrique, humidité, degrés Brix, acide libre, proline, diastase, phosphatase acide, caroténoïde total et TPC (extrait de miel) Miels algériens étiquetés euphorbe (A-S), jujubier (A-J) et multifloral (A-M), miels importés (I).

#### 2.4.5 Conclusion :

80% des échantillons "A" répondaient aux normes internationales, alors que seulement 21,4% des miels "I" étaient en accord avec la réglementation actuelle. 13,3% des échantillons "A" et 7,1% des miels "I" présentaient des valeurs de proline inférieures à 180 mg/kg, ce qui est la limite recommandée pour les miels authentiques. En comparaison avec les miels importés, les miels algériens présentaient des valeurs plus élevées pour la conductivité électrique, les degrés Brix, les activités diastasiques, la teneur en proline, ainsi que le TPC et le TFC de type catéchine dans leurs extraits méthaloniques. À l'inverse, les miels algériens présentaient des résultats inférieurs pour les taux d'humidité, les teneurs en HMF et les activités phosphatases acides.

Nos résultats ont montré que les miels algériens étaient de meilleure qualité que les miels importés, cependant ils souffrent d'un déficit en matière de réglementation, dont l'étiquetage et les spécifications des caractéristiques physico-chimiques. L'ACP a montré une nette distinction entre les miels "A" et "I". Un seul échantillon "A", dont la qualité ne répondait pas aux normes internationales, a été classé dans le groupe "I". Les miels d'euphorbe ont été regroupés en raison de leurs caractéristiques communes concernant l'humidité, les degrés Brix, l'acide libre, la phosphatase acide et le TPC (extrait de miel). Ainsi, une caractérisation détaillée des miels d'euphorbe serait prometteuse pour le secteur apicole algérien.

## 2.5 Analyse melissopalynologique

### 2.5.1 Introduction

Afin de vendre une quantité plus importante de miel, certains apiculteurs pourraient être tentés de donner une appellation monofloral à un miel polyfloral ou une fausse indication géographique ; ou encore d'ajouter à leur récolte une certaine quantité de sirop de sucre. Une analyse pollinique très pauvre en pollen peut laisser suspecter une telle adultération, qui pourra ensuite être confirmée par une technique physico-chimique (Kerkvliet et *al.*, 1995). Ces hypothèses sont d'autant plus probables qu'aucun contrôle d'appellation n'est effectué ni sur les miels produits localement ni sur les miels importés.

L'analyse pollinique ou méliissopalynologie est une technique référentielle pour la détermination de l'origine botanique et géographique du miel. Il s'agit de reconnaître l'origine d'un miel à partir de l'étude des plantes à l'origine du pollen (Louveaux et Abed 1984; Yang, 2014).

En fonction de leurs appellations, leur rareté, mais aussi de leur réputation basée le plus souvent sur leurs effets médicinaux reconnus, les miels ont une valeur commerciale différente. Dans le cas d'un miel monofloral, l'analyse pollinique donne une indication de l'origine botanique et de la provenance du miel. Dans le cas d'un miel polyfloral, elle indique la région d'origine et la dominance de miellées (Lequet, 2010).

La méliissopalynologie comporte trois étapes : une première étape qui consiste à extraire les grains de pollen et autres éléments figurés (spores et algues microscopiques) contenus dans les miels et à confectionner des préparations pour analyse par microscopie ; la deuxième étape est la lecture des préparations permettant d'identifier et de dénombrer les grains de chaque espèce afin d'établir le spectre pollinique (analyse qualitative) et d'estimer la densité pollinique de l'échantillon (analyse quantitative) ; et enfin l'interprétation des résultats conduisant à la détermination des origines géographique et botanique des échantillons (Von Der Ohe et *al.*, 2004).

### 2.5.2 Objectif

L'objectif de cette partie de notre étude est d'identifier l'origine pollinique des miels algériens et importés testés et de contrôler ainsi l'authenticité des appellations florales attribuées par les apiculteurs et les négociants en miel.

### 2.5.3 Matériels et méthode

#### 2.5.3.1 Echantillons

L'analyse pollinique qualitative et quantitative a été effectuée sur 81 échantillons (65 miels algériens de différentes régions du nord de l'Algérie, 37 des régions humides et subhumides et 28 des régions arides et semi-arides) ainsi que 16 échantillons de miels importés issus de différentes régions du monde (5 du Canada, 4 d'Allemagne ; 3 de France; 2 d'Arabie Saoudite ; 2 d'Espagne).

### 2.5.3.2 *Appareillage et réactifs*

- Centrifugeuse à 2000/3000tr/min
- Microscope camera Première® MRJ-L grossissement 400
- Agitateur mécanique
- Tube de centrifugation à fond conique capacité environ 50 à 100ml
- Pipettes 0,01 ml,
- Lames porte-objet.
- Glycérine-gélatine selon Kaiser

### 2.5.3.3 *Méthode*

#### 2.5.3.3.1 *Analyse pollinique qualitative*

##### 2.5.3.3.1.1 *Intérêt*

L'examen au microscope du miel permet d'en préciser l'origine florale et l'origine géographique. Il permet également de faire la différenciation entre miel de nectar et miel de miellat (Louveaux et Abed 1984). Il permet également de faire des constatations sur l'éventuelle souillure du miel par des particules insolubles ainsi que sur la quantité de levures présentes (Lequet, 2010).

##### 2.5.3.3.1.2 *Principe*

La méthode de l'analyse pollinique qualitative consiste à séparer les grains de pollen de la matière qui les entoure afin de pouvoir en observer la morphologie sur une lame microscopique.

Enrichir par centrifugation les miels en solution aqueuses en leurs éléments microscopiques figurés, ensuite examiner sous microscope le sédiment monté entre lame et lamelle dans la glycérine-gélatine, et exploitation des résultats obtenus.

La détermination de l'origine botanique repose sur l'identification des pollens qui se fait en comparaison avec des données de publications spécialisées et leur dénombrement (Louveaux et Abed 1984; Von Der Ohe et *al.*, 2004).

##### 2.5.3.3.1.3 *Mode opératoire*

(Louveau et Maurizio, 1970; Von Der Ohe et *al.*, 2004)

- ***Préparation du miel***

Pendant toute la manipulation, il faut éviter toute contamination par du pollen étranger, provenant soit des préparations de miel précédentes ou à partir de grains de pollen dans l'air (nettoyage minutieux du matériel et laboratoire avec fenêtres fermées).

1. Peser 10g de miel à 0,1g près dans un bécher (de capacité 50mL). Ajouter 20-30mL d'eau distillée (20°C-40°C) et dissoudre le miel.

2. Centrifuger cette solution pendant 10min à 1000g. Pipeter le surnageant. Regrouper les culots dans un tube et ajouter 20 mL d'eau distillée pour dissoudre complètement les cristaux de sucre restant. Utiliser une micro-spatule ou une pipette Pasteur pour aller jusqu'au fond du tube à centrifugation.

3. Centrifuger pendant 5min à 1000g. Pipeter tout le surnageant. Pour la dernière goutte, placer le tube à l'envers à 45° pour permettre au liquide en excès d'être absorbé par du papier absorbant.

Pour garder les lames :

Liquéfier la glycérine en la chauffant à moins de 40°C (soit avec une plaque chauffante soit avec un bain marie).

4. Mélanger complètement le culot à l'aide d'une pipette Pasteur et le transférer avec cette pipette sur la lame. Une petite perte de pollen à ce stade est acceptable puisque la méthode est qualitative.

5. Etaler le culot à l'aide d'une micro-spatule sur la surface marquée de 22x22mm.

6. Sécher le dépôt à moins de 40°C pour ne pas faire brunir les sucres restants. Réchauffer quelques lamelles sur la plaque chauffante. Prendre une goutte de glycérine, l'appliquer sur la lamelle.

7. Déposer la lamelle sur la lame très lentement pour éviter les bulles d'air. Laisser la préparation sur la plaque de chauffage pendant 5 min pour une répartition uniforme de la glycérine et un gonflement égal des grains de pollen. Ne jamais appliquer la goutte de glycérine directement sur le culot séché.

- **Observation de la lame au microscope.**

L'examen au microscope est réalisé au grossissement le plus approprié pour identifier les différents éléments dans l'échantillon (x400).

Pour chaque miel, 300 grains de pollen, ainsi que les indicateurs de miellat, ont été comptés

- Les grains de pollens mal formés ou abortifs sont comptés s'ils sont identifiables
- Noter séparément les éléments de miellat (HDE), c'est-à-dire les spores fongiques, les hyphes et des algues microscopiques (Louveaux et Maurizio, 1970).

- **Identification, comptage et interprétation des résultats**

L'identification se fait en comparant les pollens observés aux pollens de référence.

Grace à la banque de donnée de l'ITELV et aux références bibliographiques nous avons pu identifier certains pollens au niveau de l'espèce, mais quelques fois l'observation nous a permis uniquement d'identifier la famille botanique et certains pollens n'ont pas été identifiés.

L'emploi des noms scientifiques d'espèce est limité aux cas où l'identification précise a été possible, lorsque cette condition n'est pas rempli, et lorsque les connaissances détaillées font défaut le pollen a été rattaché à un groupement plus important (forme ou type) exemple : famille des borraginaceae (Louveaux et Maurizio, 1970)

L'analyse qualitative nous permet d'obtenir à la fois et la fréquence de distribution des pollens observés et la fréquence relative (Nair, 2014).

La fréquence d'apparition d'un taxon (unité regroupant des organismes vivants possédant des caractères communs, telle qu'une famille, un genre, une espèce) (Dictionnaire Hachette, 2014) ; est obtenue par l'estimation de la présence ou l'absence d'un taxon dans la totalité des échantillons étudiés. Elle reflète la composition floristique de la végétation du milieu. La

fréquence d'apparition des taxons est calculée suivant le nombre d'échantillons de miels dans lesquels ils sont retrouvés (Feller-Demalsy et Parent, 1989; Andrymisandraatra, 2012 )

La fréquence des taxons est calculée par la formule suivante :

$$FA = n/Eni$$

FA : fréquence d'apparition des taxons en %

n: nombre d'échantillons contenant le taxon

$\Sigma ni$  : nombre total d'échantillon

Se basant sur la fréquence de distribution les pollens sont classés en

- Taxons fréquents (20-50 %) ;
- Taxons peu fréquents (10-20 %) ;
- Taxons rares (-10 %). (Feller-Demalsy et Parent 1989; Mekious et *al.*, 2015)

La détermination des classes de fréquence relative exprimée en pourcentage nous permet d'identifier les pollens dominants dans un échantillon. Elle est obtenue en effectuant le rapport du nombre de grains de pollen d'un type pollinique sur la totalité des grains de pollens comptés dans une préparation, selon la formule suivante (Andrymisandraatra, 2012):

$$Fr = \frac{n}{N} * 100$$

Fr : fréquence relative en pourcentage

n : nombre de grains de pollens comptés pour le taxon

N : nombre total de grains de pollens comptés

Cette méthode nous permet de diviser les pollens en quatre classes de fréquences polliniques (Louveaux et Maurizio, 1970)

- **Pollens dominants et principaux** (> 45%) (pollens les plus représentés ou bien pollens nectarifères donnant la miellée),

- **Pollens d'accompagnement** (entre 16 et 45 %)

*Ces deux classes donnent l'origine florale du miel.*

- **Pollens isolés importants** (entre 3 et 15%) (ces pollens sont le reflet de la flore d'une région et permettent de reconstituer la couverture végétale : montagne, forêt etc.),

- **Pollens isolés ou rares** (< 3%) (ces pollens sont très importants pour la détermination de l'origine géographique).

### 2.5.3.3.2 Analyse pollinique quantitative

#### 2.5.3.3.2.1 Intérêt :

Détermination de la teneur en grains de pollen dans une unité de poids de miel (10g), conformément à la méthode référentielle de la commission internationale de botanique apicole (Louveaux et *al.*, 1978) afin d'évaluer la richesse pollinique des miels étudiés.

#### 2.5.3.3.2.2 Principe :

Extraction du sédiment d'une quantité déterminée de miel et calcul du nombre de pollen dans l'unité de poids de miel.

#### 2.5.3.3.2.3 Mode opératoire :

D'après la méthode de Louveau (Louveau, Maurizio, et Vorwohl 1970a) légèrement modifiée (Nair, Meddah, et Aoues 2013; Andrymisandraatra, 2012)

### - Confection des préparations

10g de miel sont pesés à 0,01 g près.

La prise d'essai est dissoute dans environ 20 ml d'eau distillée (de préférence chaude mais pas plus de 40 °C) et centrifugée pendant dix minutes.

Le liquide superflu est aspiré par le haut et on laisse au-dessus du sédiment une couche de liquide de 1 à 2 cm.

Le tube à centrifugation est à nouveau rempli d'eau distillée et la suspension est centrifugée une seconde fois.

La suspension du culot est prélevée avec une micropipette et déposée sur une lame porte objet à raison d'environ 0,01ml/cm<sup>2</sup>

Après séchage on dépose une goutte de glycérine gélatinée, puis on recouvre avec une lamelle, la préparation est luttée avec une solution de baume de canada.

### - Numération et exploitation des données

Pour cette étude, l'évaluation de la teneur absolue en pollens des miels a été effectuée à partir du comptage des grains de pollen dans 5 de lignes qui ont été systématiquement balayées. Les pollens ont été comptés d'un bord à l'autre de la préparation. La lame est observée au grossissement X400.

Le nombre des éléments figurés dans la quantité de miel examinée est donné par la formule :

$$N = \frac{F \times n}{f \times a}$$

N = nombre total des éléments figurés contenus dans le miel;

F = surface utile de la lamelle en millimètre carré;

f = surface d'un champ en millimètre carré;

n = nombre des éléments dénombrés sur l'ensemble des champs examinés;

a = nombre de champs examinés.

Calcul de la surface du champ de vision X40 :

Diamètre = 0,47mm

Surface = 0,173 mm<sup>2</sup>

Surface de la lamelle : 20 X 20 = 400mm<sup>2</sup>

Suivant leur teneur absolue en pollens (N), (Louveaux, Maurizio, et Vorwohl 1970b) ont classé les miels en cinq catégories qui sont :

- Classe I : le nombre de grains de pollen au-dessous de 20.000 par 10g de miel.
- Classe II : le nombre de grains de pollen compris entre 20.000 et 100.000 par 10g de miel.
- Classe III : le nombre de grains de pollen compris entre 100.000 et 500.000 par 10g de miel.
- Classe IV : le nombre de grains de pollen compris entre 500.000 et 1000.000 par 10g de miel.
- Classe V : le nombre de grains de pollen plus de 1000.000 par 10g de miel

## 2.5.4 Résultats et discussion

### 2.5.4.1 Analyse pollinique qualitative

L'analyse pollinique effectuée sur les échantillons a permis de répertorier 30 taxons (23 familles et 30 espèces végétales), dont 28 nectarifères et pollenifères et 2 uniquement pollenifères (pinaceae et papaveraceae) .

Parmi les 30 taxons, 2 (les Apiaceae et le chardon) sont des taxons très fréquents (présents dans plus de 50% des échantillons toutes régions confondues, autrement dit FA de 20 à 50%), 12 sont peu fréquents (taux de présence FA de 10 à 20%). Ces taxons peuvent être considérés comme des éléments représentatifs du répertoire mellifère et/ou pollenifère régional (tableau représentant les taxons de pollen selon leurs classes de fréquence. Annexe VII). Les 13 autres taxons sont considérés comme «rares» avec des taux de présence <10%

La fréquence relative des espèces (ou famille) varient entre 1,25 et 73,75 %.

### Familles mellifères trouvées dans les miels algériens des régions humides et subhumides

La Méliissopalynologie a permis l'identification de 20 familles et 20 espèces végétales.

Les familles végétales mellifères les plus représentées sont : les Apiaceae (91,89%, Chardon /Cirsium arvens (Asteraceae) ; 64,86 % et Fabaceae (56,76 %).

Les familles végétales fréquentes sont, Olivier /Olea europea (Oleaceae) 32,43 % ; Eucalytus /Eucalyptus globulus (Myrtaceae) 27,03 ; Rosaceae 24,32 ; Bruyère / Calluna vulgaris (Ericaceae) 21,62 % et Citrus / Citrus sp (Rutaceae) 21,62%

Les familles végétales peu représentées sont Pissenlit/ Taraxanome officinale (Asteraceae) Echium / Echium vulgare (Boraginaceae) Mimosa / Acacia (mimosaceae) 16,22 % et Romarin/ Rosmarinus officinalis (Lamiaceae) Oxalis /Oxalis sp (Oxalidaceae) Moutarde des champs / Sinapis arvensis (Brassicaceae) Pin / Pinus sp (Pinaceae) 10,81%

Les familles rarement représentées sont Trèfle /Trifolium sp (Fabaceae) Thym /Thymus vulgaris (Lamiaceae) Convolvulaceae Asphodèle /Asphodelus (Liliaceae) 5,41% et

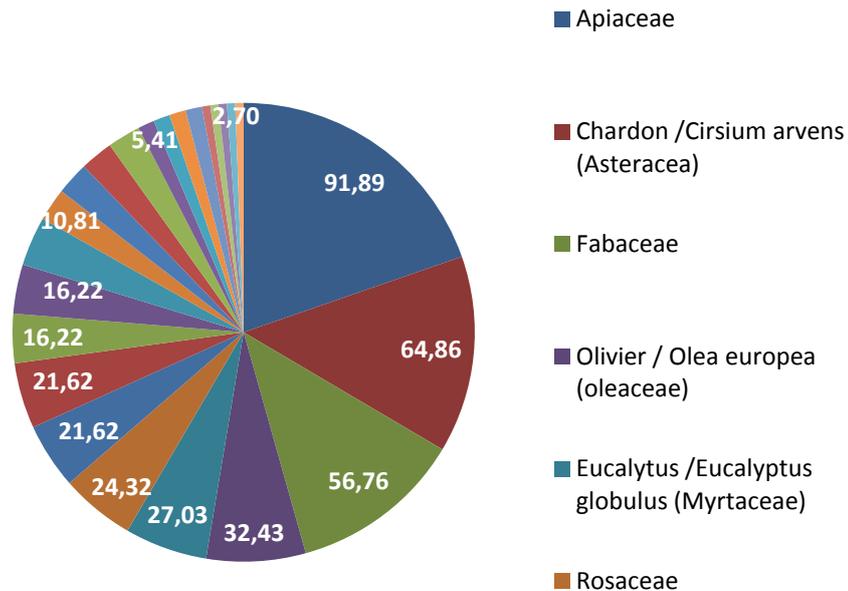
Soucis des champs /Calendula arvensis (Asteraceae) sainfoin /Onobrychis (Fabaceae) Euphorbe /Euphorbia (Euphorbiaceae) Jujubier / Ziziphus sp (Rhamnaceae) et Renonculaceae à 2,70 % (figure 27).

### Dominance

Le miel des régions de nord de l'Algérie à climat humide et subhumides est caractérisé par une dominance de 4 familles (figure 28), à savoir : Eucalytus /Eucalyptus globulus (Myrtaceae), Apiaceae, Chardon /Cirsium arvens (Asteraceae), et Echium / Echium vulgare (Boraginaceae).

Les miels à dominance d'eucalyptus sont au nombre de 5. Tous sauf un étaient étiquetés miel d'eucalyptus (E 42 de la région de Hadjout, E50 Alger, E 55 et E 56 de la région de Tipasa ; ce dernier était étiqueté comme miel de camphre et le E 65 de la région de Bejaia).

L'Eucalyptus constitue une plante apicole très répandue dans la région du nord de l'Algérie particulièrement dans les régions humides et subhumides. (Benaziza-Bouchema et Schweitzer 2010).



**Figure 27:** Fréquence (en pourcentage) des taxons des pollens dans les miels Algériens des régions humides et subhumides.

Les Apiaceae étaient dominants dans 2 échantillons tous les deux commercialisés comme du miel de Romarin. Le E4 de la région de Blida où aucun pollen de romarin n'a été identifié et le E11 de Chiffa pour lequel le pollen de romarin a été classé pollen d'accompagnement les autres taxons étaient dominant chacun dans un échantillon (figure 28). Le chardon était le taxon dominant dans l'échantillon E37 un miel de la région de Blida étiqueté miel de montagne. Un autre miel de la région de Blida annoncé comme étant d'oranger a finalement été classé à dominance d'oxalis enfin et E 60 de la région de Boumerdès étiqueté d'oranger a été classé à dominance d'echium.

Nous avons constaté que 27 échantillons sur les 37 étudiés étaient conformes à la dénomination botanique indiquée par l'apiculteur (72,9 %). Parmi les 23 échantillons annoncés comme monofloraux 14 étaient conformes à l'étiquetage soit 60,8 %.

Ceci en considérant les miels non spécifiquement monofloraux comme polyfloraux tel que les miels de montagne, et prenant en compte 5 échantillons qui ont également été classés à dominance agrumes pour des fréquences de ce taxon entre (10 et 15%) en raison de la sous-représentativité de ce pollen (Louveaux et Maurizio, 1970). Pour les mêmes raisons nous avons tenu compte de la sous-représentativité du romarin. La présence de ces types polliniques s'explique par l'importance de la culture de ces espèces généralement dominantes dans ces régions (Louveaux et Abed 1984; Benaziza-Bouchema et Schweitzer 2010) dans le nord de l'Algérie, mais aussi en Tunisie et au Maroc (Louveaux et Abed 1984; Chefrour et al., 2009; Terrab et al., 2004; Benaziza-Bouchema et Schweitzer 2010), ce qui concorde avec nos résultats.

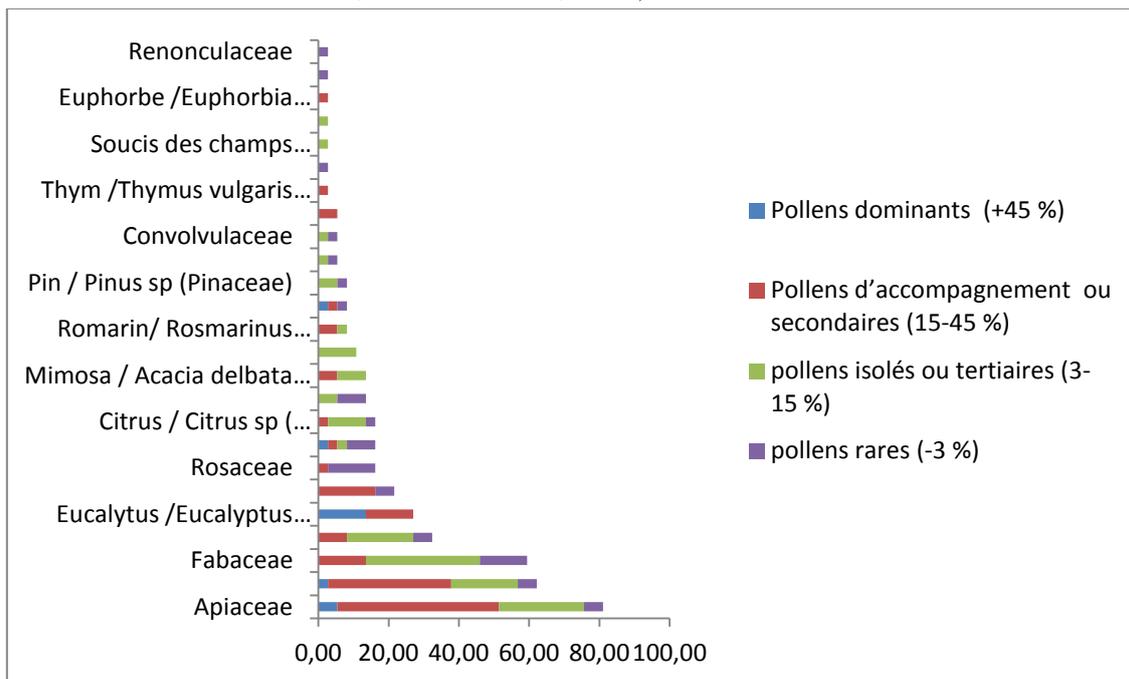
Les miels polyfloraux représentent 64% des échantillons (24/37) et sont constitués à partir de pollens d'origines diverses (plantes spontanées, arbres fruitiers ou autres) sans dominance apparente. Ces miels comportent des pollens secondaires ( $\geq 16\%$  et  $< 45\%$ ) de un, deux ou trois taxons.

Nous notons en particulier la présence de pollens d'Apiaceae (17 échantillons) et de chardon (13 échantillons)

Plusieurs échantillons (6/37), Présentent des pollens de bruyère et d'autres pollens tel que mimosa, Rosaceae, romarin, thym sont présents dans un ou deux échantillons. Ces différentes espèces d'une grande diversité de plantes spontanées ou cultivées reflétant la diversité botanique des régions du Nord de l'Algérie.

Les pollens de Citrus sont présents dans huit échantillons (E 5, E 10, E 30, E 42, E 47, E 54, E74, E 76) ceci est expliqué par la vocation agrumicole de nombreuses régions du nord de l'Algérie notamment la région de Blida. Cependant ce type de pollen n'est pas dominant en raison du fait que ce taxon est généralement sous représenté (Louveaux et Maurizio, 1970). Ces auteurs préconisent de considérer 10 à 15% de fréquence comme limite inférieure pour classer un miel comme étant de citrus.

Les résultats que nous avons décrits rejoignent ceux décrits précédemment (Benaziza-Bouchema et Schweitzer 2010; Mekious et *al.*, 2015).



**Figure 28:** Représentation des taxons de pollens selon leur classe de dominance dans les miels des régions humides et subhumides

Nos résultats contrastent avec ceux décrits par (Nair, Meddah, et Aoues 2013). Leur étude qui portait sur 10 échantillons du nord de l'Algérie a révélé que Soixante-dix pour cent des échantillons appartenaient au groupe des miels monofloraux représentés par *Eucalyptus globulus*, *Thymus vulgaris*, *Citrus sp.* et *Lavandula sp.*, les miels multifloraux représentaient 30 % des échantillons de miel.

### Familles mellifères trouvées dans les miels algériens des régions arides et semi arides

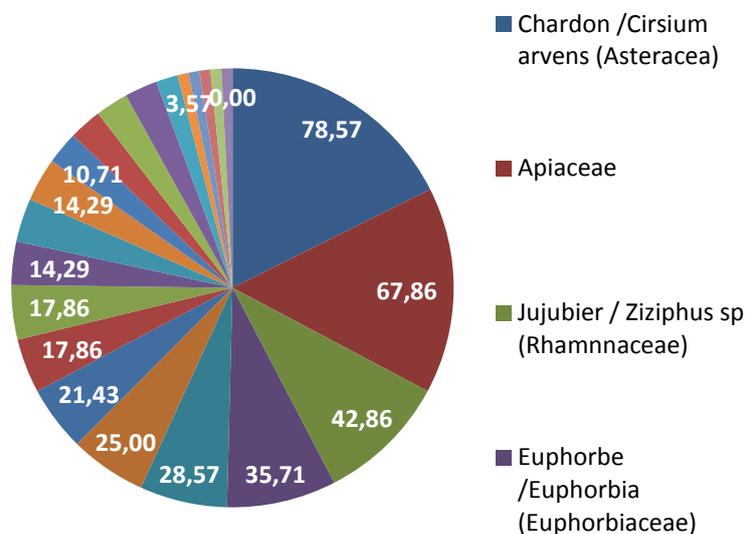
Dans ces échantillons nous avons identifiés 17 familles et 18 espèces végétales.

Les familles végétales mellifères les plus représentées (figure 29) sont : Chardon /Cirsium arvens (Asteracea) et les Apiaceae avec respectivement 78,57 % et 67,86 % de taux de représentation suivis par le Jujubier / Ziziphus sp (Rhamnaceae) et l'Euphorbe /Euphorbia (Euphorbiaceae) 42,86 % et 35,71% Oxalis /Oxalis sp (Oxalidaceae) Pissenlit/ Taraxanome officinale (Asteracea) Soucis des champs /Calendula arvensis (Asteracea)avec respectivement 28,57% ; 25,00 % et 21,43 %.

Les familles végétales peu représentées Fabaceae Moutarde des champs / Sinapis arvensis (Brassicaceae) Bruyère / Calluna vulgaris (Ericaceae) Echium / Echium vulgare (Boraginaceae) Harmel / Peganum harmala (Zygophyllaceae) Eucalytus /Eucalyptus globulus (Myrtaceae) Rosaceae Mimosa / Acacia (mimosaceae).

Romarin/ Rosmarinus officinalis (Lamiaceae) de 10,71% à 17,86 %

Les familles rarement représentées sont Lavande / Lavandula sp (Lamiaceae) 7,14 % et Olivier / Olea europea (oleaceae) Pin / Pinus sp (Pinaceae) Trèfle /Trifolium sp (Fabaceae) Origan /Origanum vulgare (Lamiaceae) Salicaceae 3,57 %.



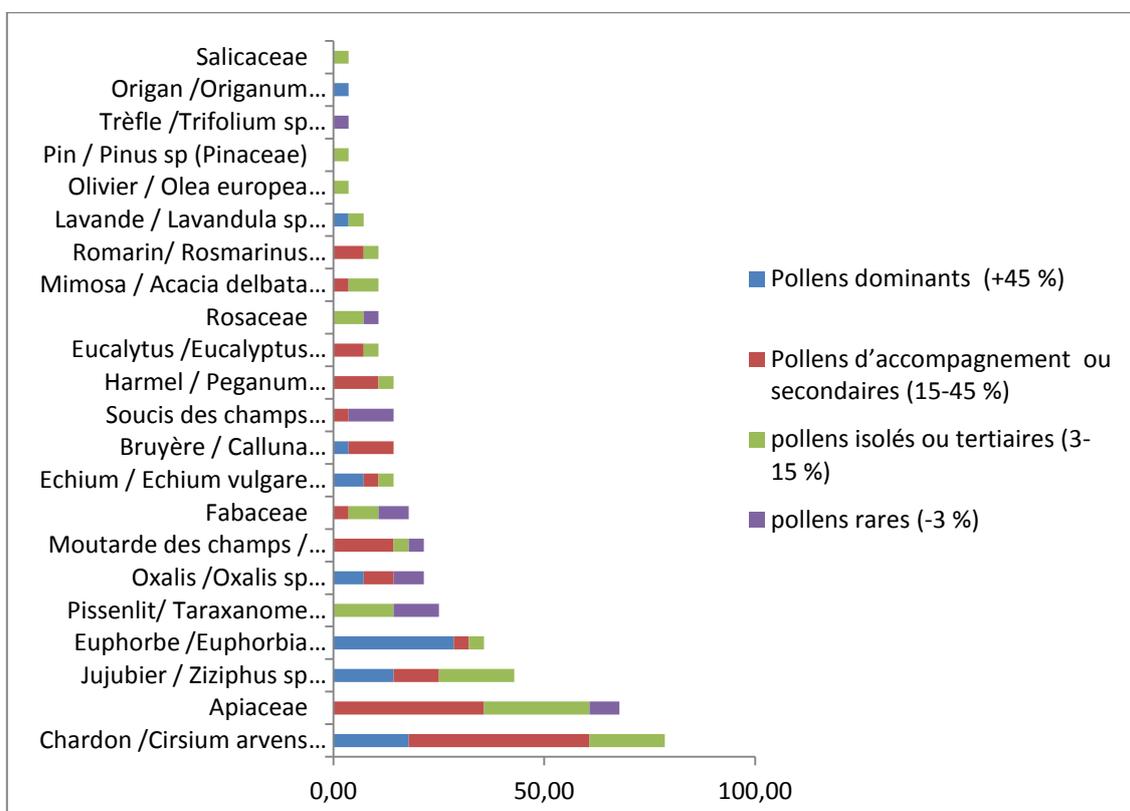
**Figure 29:**Fréquence des taxons des pollens dans les miels Algériens des régions arides et semi arides.

### Dominance

L'analyse microscopique du sédiment a montré que 17 échantillons sur les 28 issus de régions arides et semi-arides (60,7 %) avaient une dominance pollinique conforme à l'étiquetage (E1, E2, E3, E8, E12, E13, E40, E45, E52, E57, E59, E64, E66, E69, E73, E 77 et E78) (figure 30).

Parmi les 24 échantillons monofloraux 14 étaient conformes à l'étiquetage (58,3 %).

Le taxon chardon a été identifié comme dominant dans 17,86 % des échantillons et comme pollen d'accompagnement dans 42,86% des échantillons. Le taxon jujubier dominait dans 14,29% des échantillons et a été respectivement à 10,71% et 17,86% pollen d'accompagnement et pollens isolés. Le taxon euphorbe dominait dans 28,57 % des échantillons et a été classé pollen d'accompagnement dans 3,57% des échantillons. Les Apiaceae sont présents d'une manière générale et classés d'accompagnement dans 3,57% des échantillons et pollen isolés dans 25% des échantillons. Les taxons d'oxalis et d'echium dominaient dans 7,14% des échantillons. Le taxon Harmel était identifié comme pollen d'accompagnement dans 10,37% des échantillons ce pollen n'a été identifié que dans ce groupe. Les taxons Bruyère, a été décrit comme dominants chacun dans 1 seul échantillon (E 51) un miel étiqueté de jujubier de la région d'Ain Oussera.



**Figure 30:** Représentation des taxons de pollens selon leur classe de dominance dans les miels des régions arides et semi-arides.

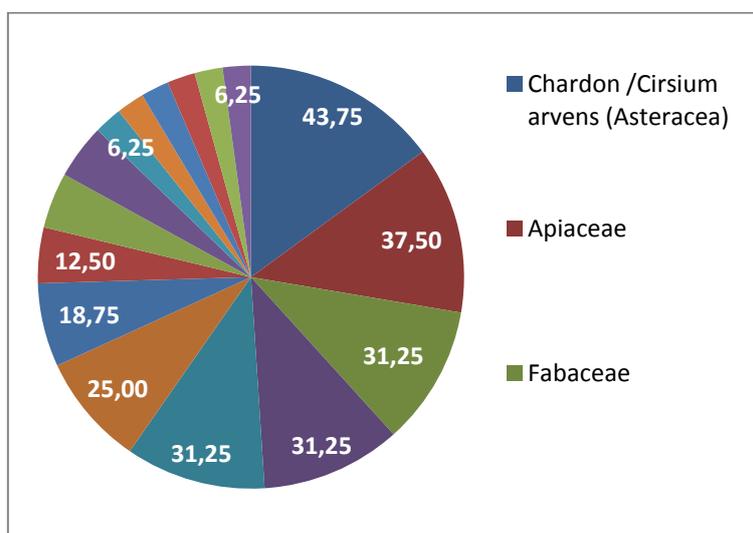
### Familles mellifères trouvées dans les miels d'importation

Nous avons identifiés 11 familles et 12 espèces végétales.

Les familles végétales mellifères les plus représentées (figure 31) sont : Chardon /Cirsium arvens (Asteraceae) 43,75 %, Apiaceae 37,50 %, Fabaceae, Bruyère / Calluna vulgaris (Ericaceae) Echium / Echium vulgare (Boraginaceae) 31,25 et Soucis des champs /Calendula arvensis (Asteraceae) 25,00%.

Les familles végétales peu représentées sont Eucalytus /Eucalyptus globulus (Myrtaceae) 18,75% , Lavande / Lavandula sp (Lamiaceae) Papaveraceae Oxalis /Oxalis sp (Oxalidaceae) 12,50%.

Les familles rarement représentées sont Rosaceae, Pissenlit/ Taraxanome officinale (Asteracea), Mimosa / Acacia (mimosaceae), Romarin/ Rosmarinus officinalis (Lamiaceae), Thym /Thymus vulgaris (Lamiaceae), Sainfoin /Onobrychis (Fabaceae).



**Figure 31:**Fréquence des taxons des pollens dans les miels d'importation

### Dominance

71% des échantillons d'importation étaient conformes à l'origine botanique annoncée. Sachant que 62,5 % des échantillons étaient étiquetés multifleurs. Concernant les 6 miels annoncés monofloraux, 3 d'entre eux étaient conformes à l'étiquetage, ce qui fait uniquement 50% de conformité. Ce sont les échantillons E 23 et E 24 de France respectivement d'eucalyptus et de bruyère et E 26 d'Allemagne étiqueté de lavande.

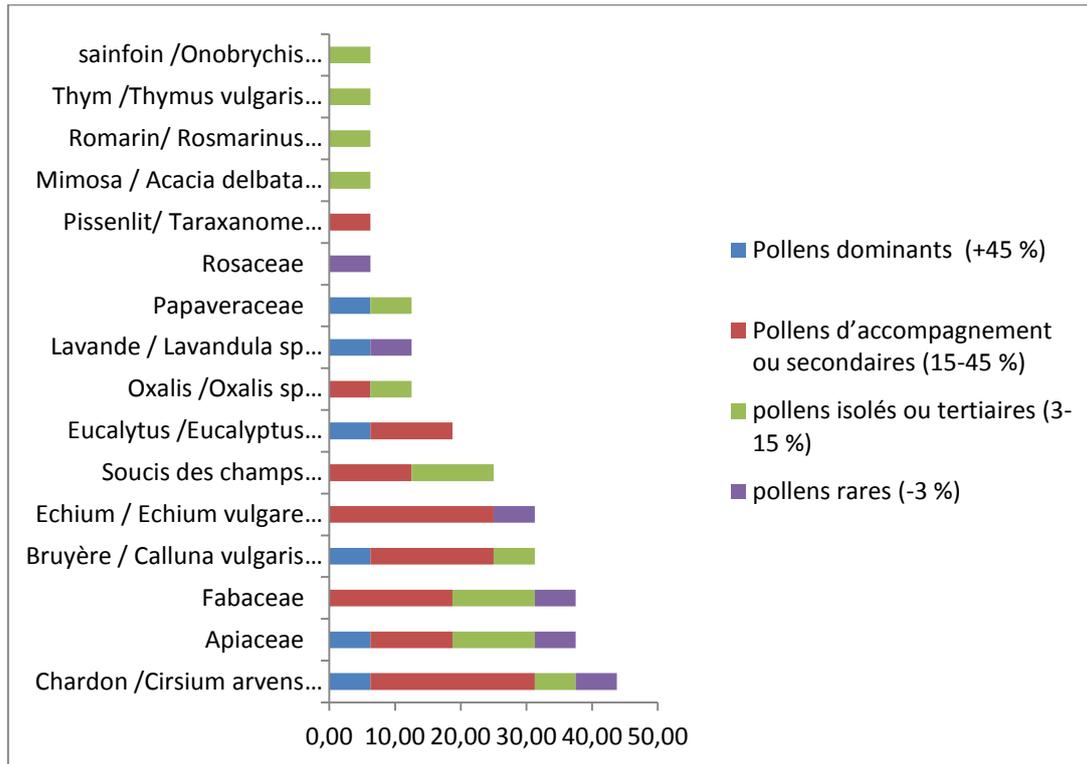
Les taxons des pollens classés comme dominants sont les Apiaceae, les Astéraceae, eucalyptus, bruyère et lavande. Les pollens d'accompagnement sont les Astéraceae, les Fabaceae, echium, soucis des champs (figure 32).

Les miels importés de Canada étaient globalement multifloraux et présentaient des culots plutôt pauvres en pollen. Ceci pourrait être expliqué par une filtration excessive (Haderbache et Mohammedi, 2015; Da Silva et al., 2016) avaient fait le même constat concernant deux miels importés commercialisés en Algérie mais originaire d'Espagne.

Dans un rapport de Food Safety News de 2011 une étude portant sur 60 échantillons de miel a montré qu'aucune trace de pollen n'a été détectée (Schneider, 2011).

La diversité des sols et des climats des régions du nord de l'Algérie, permet des aptitudes très variées en matière de cultures : dans les régions à climat humide et subhumide on retrouve des cultures fourragères et maraichères ; on y trouve également des cultures agrumicoles et de l'Eucalyptus. Ces régions disposent de potentialités mellifères et nectarifères appréciables qui lui permettent d'assurer un développement considérable de la production apicole (Benaziza-Bouchema et Schweitzer 2010).

Les principales espèces de pollen identifiées dans nos échantillons sont en accord avec ceux décrits par Louveaux et Abed (1984), Chefrou et al., (2007) et Ouchemoukh et al., (2007) Benaziza et al (2010).



**Figure 32:** Représentation des taxons de pollens selon leur classe de dominance dans les miels importés.

Ouchemoukh et *al.*, (2007) ont décrit les familles botaniques les plus souvent retrouvées dans des miels algériens de la région de Bejaia ; Il s'agit des Myrtaceae, Apiaceae et Ericaceae et a affirmé que les types de pollen les plus courants sont l'Eucalyptus.

Chefrour et al (2009) ont identifié Soixante-cinq types de pollen et selon ces mêmes auteurs trois familles (Asteraceae, Rosaceae et Apiaceae) sont les mieux représentées.

Le seul type de pollen présent dans presque tous les échantillons est l'Eucalyptus Cette plante pollinisatrice a une très large surface de distribution.

Contrairement à ce que nous avons observé, Chefrour et al (2009) ont trouvé que tous les miels étaient polyfloraux, car aucun type de pollen n'avait atteint les 45 % du nombre total de grains de pollen trouvés dans les échantillons de miel de la région nord est d'Algérie.

Dans l'apiculture dans toute l'Afrique du Nord, Louveaux et Abed (1984) ont noté que le pollen de la famille des Apiaceae était abondant (Damblon, 1987, 1988 ; Terrab et *al.*, 2003a-d).

Makhloufi et al (2010) ont quant à eux décrit d'autres pollens espèces caractéristiques du miel algérien dans leurs échantillons de différentes du nord de l'Algérie qui étaient : Echium plantagineum (Viper's Bugloss), Trifolium spp., Rubus sp. et Cistus sp. (ciste). En fait, ils étaient représentés dans environ 40 % des miels et parfois atteignaient le niveau de pollen prédominant. Parmi les plantes cultivées, le genre citrus, surtout cultivés dans des zones côtières, ont été trouvés dans environ 30% des échantillons contre 10% dans notre étude et l'espèce sainfoin (*Helianthus annuus*) est apparue dans plus de 10 % des miels et uniquement dans 2% des échantillons nous concernant.

Louveaux et Abed (1984) ont également observé que l'Eucalyptus était l'une des plus importantes plantes apicoles en Algérie. De même, il a été remarqué que son pollen jouait un rôle prédominant dans les miels de Tunisie et Terrab et *al.*, (2003a) ont conclu que les miels monofloraux d'Eucalyptus étaient très courants dans le nord du Maroc.

Dans notre étude les pollens d'accompagnement du taxon eucalyptus sont les Apiaceae, les Astéraceae, les Rosaceae, Oleaceae et Mimosaceae. Tandis que Ricciardelli d'Albore et Vorwohl (1980) ont trouvé des espèces d'Acacia, Gleditsia et Hedysarum coronarium comme accompagnant pollen pour la Libye. Selon les mêmes auteurs Les miels d'eucalyptus tunisiens ont été caractérisés par espèces de Citrus et Acacia ensemble avec Erica multiflora, Olea europaea, et Hedysarum coronarium comme accompagnant le pollen. Les miels d'eucalyptus espagnols se distinguent par d'autres miels d'accompagnement en ayant Cytisus, Lotus, Salix, Rubus, Asteraceae et Scrophulariaceae spp. dans leur spectre pollinique (Persano Oddo et Piro, 2004; Makhloufi et *al.*, 2010).

Le pollen d'agrumes est généralement sous-représenté dans le miel. Néanmoins, dans notre étude, trois échantillons contenaient un pourcentage relativement élevé de pollen d'agrumes (entre 10 et 15%) et cinq d'entre ont été classés monofloraux pour ce type.

Quatre de nos échantillons (E 4 , E 11, E 32, E 39 ) étaient étiquetés romarin nous avons confirmé cette appellation pour un seul d'entre eux (E11 ) miel de la région de Chiffa en association avec le type Apiaceae .

Des études de la flore apicole méditerranéenne ont permis d'identifier de nombreuses espèces des régions arides. Pour l'Afrique du Nord (Maroc, Algérie et Tunisie) les espèces les plus répandues sont Artemisia spp, Thymus spp, Rosmarinus spp, Peganums spp, Trifolium spp. , et dans nos régions, Ziziphus lotus L. (Z. lotus), une Rhamnaceae appelée Sedra et Euphorbia bupleuroides L. (E. bupleuroides), appelée « Lebayna » sont les deux espèces les utilisées par les apiculteurs (Haderbache et *al.*, 2013).

Peu d'enquêtes ont été faites sur les miels des régions steppiques à caractère aride et semi-arides. Mekious et al (2015) ont fait apparaître la dominance des pollens de jujubier dans 27% des échantillons analysés avec une fréquence de distribution de 92,11% et confirme ainsi l'importance de ce taxon comme source mellifère principale pour ces régions. Les autres taxons qui avaient une fréquence élevée dans ces régions sont les Astéraceae (78,95 %) euphorbe (60,53%), Peganum harmala, echium (55,26%).

Zerrrouk (2018) a décrit des résultats proches des nôtres en classant les Apiaceae en premier avec une fréquence de 94,1 % suivi par les Astéraceae 82,4 %.

En outre, la présence d'autres types de pollen comme Peganum harmala, Eucalyptus, Cistus, Trifolium, pourraient être utile pour différencier ce type de miel d'une autre origine géographique.

Une autre étude récente sur des miels marocains a montré que les miels d'euphorbe contenaient des taux très variables (entre 27% et 99%) de pollen d'Euphorbia sp. L'Euphorbia a été décrite comme étant une plante endémique marocaine présente sur les pentes des montagnes de l'Atlas (Chakir et al ,2016). Cette même étude a montré que les espèces d'accompagnement du taxon Euphorbia les plus caractéristiques étaient l'Eryngium ilycifolium (Apiaceae panicault), Bellis sp. (Asteraceae ,paquerette) , Capsella (Brassicaceae ,bourse à pasteur) (Bettar et *al.*, 2019). Des espèces non identifiées dans nos échantillons et

qui n'ont d'ailleurs pas été décrites dans les autres études sur les miels algériens auxquelles nous avons eu accès.

Toutefois, bien que dans certains pays méditerranéens comme le Liban, la Turquie et le Maroc, les miels d'Euphorbia sont considérés comme des miels très précieux du point de vue des consommateurs, il existe peu d'études Méliissopalynologiques sur ce type de miel, qui reste en fait l'un des moins étudiés (Bettar et *al.*, 2019).

Des études sur les miels de Canada ont montré que dans la région de Québec les principales sources de nectar (16% et plus), sont *Rubus idaeus* (framboisier), *Trifolium hybridum* / *T. repens* et *Medicago sativa* (luzerne) présentent des cas de dominance (Parent et *al.*, 1990). Une autre étude dans la région d'Ontario révèle six taxons caractéristiques des miels de cette région : *Lotus comiculatus* (lotier comiculé), *Trifolium hybridum* / *T. repens* (trèfle hybride / trèfle blanc), *Melilotus* (mélilot), *Salix* (saule), *Trifolium pratense* (trèfle rouge) et le type *Solidago* (verge d'or et aster) présents dans plus de 80% des échantillons. La moitié des miels sont unifloraux avec deux types dominants : lotier et trèfle (Feller-Demalsy et Parent 1989).

Dans les miels d'Espagne les taxons prédominants trouvés sont *Castanea sativa*, *Rubus* spp, *Lotus corniculatus* et *Ericaceae*. *Lavandula stoechas* L., *Echium plantagineum* L., *Rosmarinus officinalis* L., *Cistus crispus* L. (Bonvehí et Coll 1993; Perezarquillue et *al.*, 1994). Une autre étude menée par Terrab et al (2004) dans des miels d'Espagne monofloraux de thym a montré que ces miels contenaient entre 15 % et 73% du pollen de *Thymus* (*Thymus mastichina* et *Thymus capitatus*), ce qui entraîne une sous-représentation de ce type de pollen dans les miels. Les pollens d'accompagnement étaient représentés par différentes espèces de *Fabaceae* suivi par *Echium* sp. et *Eucalyptus*.

La production de miel de romarin est la deuxième plus grande en Espagne après le miel de tournesol (*Helianthus annuus* L.) (Perezarquillue et *al.*, 1994).

Des études sur des miels d'Arabie saoudite ont montré que Les familles botaniques *Rhamnaceae*, *Leguminosae*, *Malvaceae*, *Labiatae*, et *Helianthemum* ont été le plus fréquemment trouvées dans les échantillons (Al-Khalifa et Al-Arif 1999).

Les miels monofloraux les plus répandus en France sont le miel d'acacia, le miel de lavande, romarin, tilleul, bruyère ou le miel de châtaignier. Sept principaux types de miel polyfloraux différents : le miel de causse, le miel de haute montagne, le miel de maquis, le miel de montagne, le miel de printemps, le miel de forêt, et le miel de garrigues (Bruneau et *al.*, 2003).

Une étude menée sur des miels monofloraux de lavande français a conclu que le pourcentage sur le total des pollens de *Lavandula* était très faible (environ 5 %) (Loublier et *al.*, 1994) loin des 40 à 45 % préconisés par Louveau (1984).

Cinq miels unifloraux allemands ont été décrits: faux acacia, bruyère, tournesol, tilleul et colza (Smanalieva et Senge, 2009).

Nous disposons de peu d'études sur les miels importés en Algérie. La seule étude comparative que nous ayons retrouvée est celle publiée par Haderbache et al en 2015 et qui a confirmé l'origine botanique étiquetée sur 22 échantillons sur les 40 analysés. Cette étude contrairement à nous, a soulevé le manque de pollen dans les miels importés et a attribué ce phénomène à

une filtration excessive des miels (Da Silva *et al.*, 2016). Ces mêmes auteurs rappellent que le codex stipule que les miels soumis à un filtrage pour une meilleure limpidité doivent porter obligatoirement la mention « filtré » sur l'étiquetage.

La relative richesse pollinique des miels importés que nous avons examinés pourrait être le résultat d'un enrichissement artificiel en pollen.

La détermination de l'origine d'un miel est basée sur l'abondance du pollen d'une espèce. Cette dernière est très variable suivant l'origine du nectar.

En général, un miel est considéré comme unifloral si le pollen d'une fleur représente plus de 45% du pollen. On parle de miellat s'il y a plus de 3 fois plus d'éléments marqueurs de miellat (HDE) que de fleur (PG). Nous avons identifié quelques marqueurs de miellat dans les échantillons E1 étiqueté chardon et les échantillons 49 et 51 étiquetés miel de jujubier tous les deux de la région de Ain oussera cependant ils n'étaient pas suffisamment représentatifs pour considérer ces miels comme de miellat (Annexe V).

Pour déterminer l'origine botanique, nous avons pris en compte différents critères:

- Le spectre pollinique (données qualitatives)
- La valeur apicole des taxons (espèces nectarifères et/ou pollenifères et espèces uniquement pollenifères) ;
- Le type de représentation des taxons nectarifères (normal, sur- et sous-représenté) ;

Le spectre pollinique obtenu à partir de l'échantillon nous donne des renseignements intéressants, et nous a permis de proposer une nouvelle identification de l'origine florale des miels examinés (tableau 14).

**Tableau 14:** Classification des pollens retrouvés dans les miels par catégorie et appellation botanique déterminées.

Référence de l'échantillon.	Origine géographique	Origine florale annoncée	Origine florale déterminée	M/I	Conformité
E: 04	Blida	Romarin	Apiaceae	M	NC
E: 05	Blida	Fleur d'Oranger	Agrumes	M	C
E: 06	Blida	Asphodelle	Multifloral	M	NC
E: 07	Chrea	Montagne	Multifloral	P	C
E: 09	Chiffa	Thym	Multifloral	M	NC
E: 10	Chiffa	Oranger	Agrumes	M	C
E: 11	Chiffa	Romarin	Apiaceae, Romarin	M	C
E: 14	Chrea	Montagne	Multifloral	M	C
E: 30	Alger	Oranger	Agrumes	M	C
E: 31	Alger	Fleurs sauvages	Multifloral	P	C
E: 32	Alger	Romarin	Romarin	M	C
E: 33	Alger	Miel de foret	Multifloral	P	C
E: 34	Alger	Thym	Multifloral	M	NC
E: 35	Bouira	Montagne	Multifloral	P	C
E: 37	Blida	Montagne	Chardon	P	NC

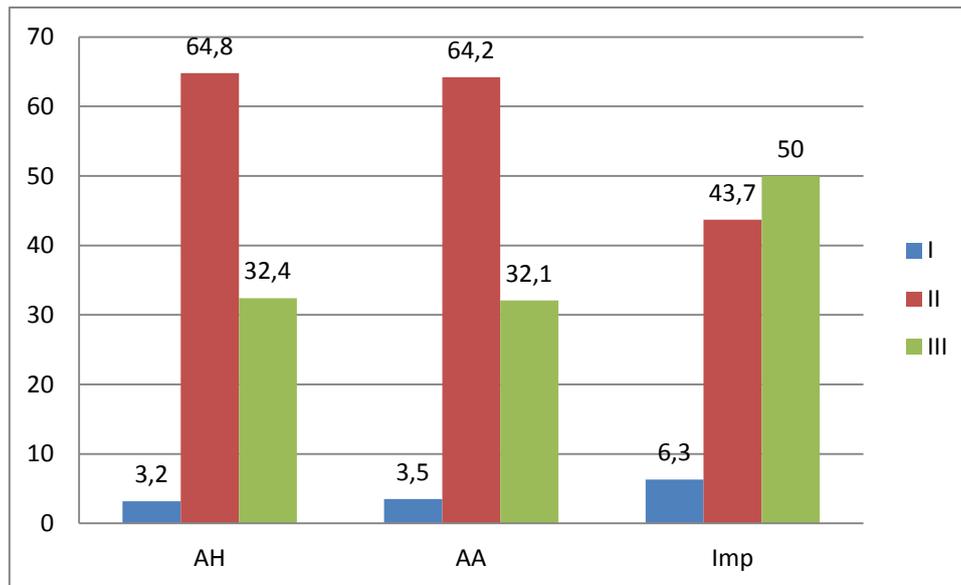
E: 38	Blida	Agrumes	Multifloral	M	NC
E: 39	Blida	Romarin	Multifloral	M	NC
E: 42	Hadjout	Eucalyptus	Eucalyptus	M	C
E: 43	Khelis Meliana	Multifleur	Multifloral	P	C
E: 46	Lakhdaria	Thym	Multifloral	M	NC
E: 47	Blida	Agrumes	Agrumes	P	C
E: 48	Lakhdaria	Montagne	Multifloral	P	C
E: 50	Alger	Eucalyptus	Eucalyptus	M	C
E: 53	Tipaza	Montagne	Multifloral	P	C
E: 54	Tipaza	Agrumes	Agrumes	M	C
E: 55	Tipaza	Camphre	Eucalyptus	M	C
E: 56	Tipaza	Eucalyptus	Eucalyptus	M	C
E: 58	Boumerdes	Montagne	Multifloral	P	C
E: 60	Boumerdes	Oranger	Echium	M	NC
E: 65	Bejaia	Eucalyptus	Eucalyptus	M	C
E: 68	BLIDA	Oranger	Oxalis	M	C
E: 71	Hadjout	Montagne	Multifloral	P	C
E: 74	Mitidja	Oranger	Multifloral	M	C
E: 76	Hadjout	Eucalyptus	Multifloral	M	NC
E: 79	Blida	Foret	Multifloral	P	C
E:80	Blida	Montagne	Multifloral	P	C
E:81	Alger	Multifloral	Multifloral	P	C
E: 01	Ain oussera	Chardon	Chardon	M	C
E: 02	Al bayadh	Euphorbe	Euphorbe Chardon	M	C
E: 03	Ain oussera	Jubier	Jubier	M	C
E: 08	Al bayadh	Euphorbe	Euphorbe	M	C
E: 12	Ain oussera	Jubier	Jubier	M	C
E: 13	Ain oussera	Chardon	Chardon	M	C
E: 40	Ain sefra	Plantes sahariennes	Multifloral	P	C
E: 41	Djelfa	Jubier	Multifloral	M	NC
E: 44	Ain sefra	Merar ,Chardon	Pissenlit	P	NC
E: 45	Ain sefra	Euphorbe	Euphorbe, Jubier	M	C
E: 49	Ain oussera	Jubier	Multifloral	M	NC
E: 51	Ain oussera	Jubier	Bruyère	M	NC
E: 52	Ain oussera	Euphorbe	Euphorbe, Chardon	M	C
E: 57	Laghout	Jubier	Jubier	M	C
E:59	Al bayadh	Euphorbe	Euphorbe	M	C
E: 61	Chlef	Eucalyptus	Echium,oxalis	M	NC
E: 62	Sidi belabes	Merar	Multifloral	M	NC
E: 63	Djelfa	Jubier	Multifloral	M	NC

E: 64	Al bayadh	Euphorbe	Euphorbe	M	C
E: 66	Sidi belabes	Montagne	Multifloral	P	C
E: 67	Laghouat	Chardon	Oxalis	M	NC
E: 69	Djelfa	Toutes fleurs	Multifloral	P	C
E: 70	Tebessa	Romarin	Multifloral	M	NC
E: 72	Djelfa	Jujubier	Multifloral	M	NC
E: 73	Sidi belabes	Romarin	Romarin	M	C
E: 75	Al bayadh	Harmal	Multifloral	M	NC
E: 77	Laghouat	Euphorbe	Euphorbe	M	C
E:78	Ain oussera	Euphorbe	Euphorbe	M	C
E: 15	CANADA	Sarrasin	Multifloral	M	NC
E: 16	CANADA	Fleurs sauvages (verges d'or ,aster)	Asteraceae	P	C
E: 17	CANADA	Fleurs sauvages, Pissenlit,asters verges d'or)	Multifloral	P	C
E: 18	CANADA	Tréfle	Multifloral	M	NC
E: 19	CANADA	Multifleurs	Multifloral	P	C
E: 20	Arabie Saoudite	Multifleurs	Multifloral	P	C
E: 21	Non indiquée	Multifleurs	Papaveracea	P	NC
E: 22	Espagne	Multifleurs	Apiaceae	P	NC
E: 23	France	Eucalyptus	Eucalyptus	M	C
E: 24	France	Bruyère	Bruyère	M	C
E: 25	France	Multifleurs (acacia,oranger)	Chardon	M	NC
E: 26	Allemagne	Lavande sauvage	Lavande	M	C
E: 27	Allemagne	Multifleurs(golden clear)	Multifloral	P	C
E: 28	Allemagne	Multifleurs(golden clear)	Multifloral	P	C
E: 29	Allemagne	Foret noire	Multifloral	P	C
E: 36	Espagne	Oranger	Multifloral	M	NC

M : monofloral ; P : polyfloral ; NC : non conforme à l'origine florale de l'étiquetage ;  
C : conforme.

#### 2.5.4.2 Analyse pollinique quantitative

Les résultats obtenus pour chaque échantillon de miel sont présentés dans le tableau de l'annexe VIII ; la densité pollinique calculée des miels étudiés varie de 9244/10g de miel (E 44) un miel algérien de Merar de la région aride de Ain sefra à 353757/10g (E 61) également un miel algérien d'eucalyptus de la région semi aride de Chlef. Globalement la majorité des miels algériens (64,8 %) des régions humides et sub humides et 64,2% des régions arides et semi arides) sont de la classe II ; tandis que la moitié des miels d'importation (50 %) ont été classés dans la classe III. La figure 33 montre les classes polliniques des trois groupes d'échantillons de miel étudiés.



**Figure 33:** Classification des échantillons des miels algériens et importés selon la densité pollinique. AH : miels algériens des régions humides et subhumides ; AA : miels algériens des régions arides et semi-arides ; imp : miels importés.

Nos résultats montrent que les miels algériens analysés appartiennent en majorité à la classe II, ce qui concorde avec l'étude faite par Laouar (Laouar, 2017) sur 33 échantillons des régions humides du Nord-Est Algérien, qui a montré que la majorité de leurs échantillons (66%) étaient de la classe II. Un constat différent a été fait par Haderbache et al (Haderbache et al., 2013) qui ont testés 27 échantillons de jujubier et d'euphorbe des régions arides et semi-arides d'Algérie et qui ont trouvé que 83% étaient de la classe I. La même observation a été effectuée par Nair et al., (Nair, Meddah, et Aoues 2013) pour qui 57% des 34 miels de différentes régions d'Algérie testés sont de la classe I. A contrario, Chefrour et al (Chefrour et al., 2009) ont catégorisé la majorité des 17 échantillons qu'ils ont testés de la classe V (52,9%) et uniquement 23% de la classe II.

La moitié des miels d'importation testés sont de la classe III donc plutôt riches en pollen.

Louveau et al., (Louveau, Maurizio, et Vorwohl 1970a) considèrent que la classe II renferme la plupart des miels de fleurs et des miels de fleurs mélangés de miel de miellats, et que la classe I correspond à des miels de fleurs pauvres en pollen.

La richesse en pollen et le spectre pollinique d'un miel sont liés aussi bien à la colonie d'abeille dans son milieu naturel (type de plante, force de colonie) qu'aux conditions d'exploitation et de récolte de miel par les apiculteurs. Cette richesse est en relation avec le type de végétation (pollenifères ou nectarifère), le choix des cadres, le mode d'extraction et le nombre des individus de la colonie (colonie forte ou faible) (Laouar, 2017).

L'empreinte pollinique, apporte, certes, une information sur les fleurs visitées, mais l'interprétation n'est pas toujours évidente et il est difficile de déterminer l'origine botanique de certains miels produits à partir de certains nectaires (Molan, 1997). L'interprétation de ses résultats devrait donc être toutefois à nuancer. En effet, l'analyse pollinique a ses limites citées ci-dessous :

-Les abondances des pollens dans les miels unifloraux sont très variables. Certaines espèces sont sous représentés Lavandula (1-20%) Citrus (2-42%)Rosmarinus (10-57%)Thymus (13-68%) et d'autre sont sur-présentées Eucalyptus (>83%) (Von Der Ohe et *al.*, 2004).

-L'abeille peut visiter des plantes femelles, et dans ce cas, aucune trace de ce passage n'est visible dans l'analyse pollinique.

- Les nectars secrétés par des nectaires extrafloraux (certaines fabacées.) ne contiennent pas de pollen également.

-Certaines sources d'erreurs potentielles sont également à prendre en considération. Citons par exemple les contaminations par des pollens affectés par des pollutions dites primaires (actions mécaniques des insectes, vent...), secondaires (lors du transfert du nectar d'une abeille à une autre), tertiaires (durant les opérations d'extraction du miel) ou quaternaires (causée par le pollen présent dans l'atmosphère)(Benaziza-Bouchema et Schweitzer 2010)

-Certaines espèces sont uniquement pollenifères (et non nectarifères), mais aident à différencier les miels de miellat et les miels de nectar sur la base des profils polliniques (Yin, 2014).

- Le nombre de grains de pollen présents dans les miels est donc très différent selon l'origine florale du miel. Les miels produits à partir de nectars de plantes dont le pollen est petit et abondant sont riches en pollen, ceux produits à partir de plantes dont le pollen est gros sont pauvres en pollen.

- Quant aux miellats, au moment de leur récolte par les abeilles, ils ne contiennent pas de pollen si ce n'est les quelques pollens atmosphériques qu'ils auront éventuellement capturés. Ils contiennent cependant des éléments qui signalent leur présence : spores de mycètes, filaments de mycélium, asques, algues vertes provenant du support, suies et particules atmosphériques. Mais même si ces éléments sont observés, ils ne permettent cependant pas de déterminer le pourcentage de miellat dans le miel (Lequet, 2010).

-Il n'est pas facile de définir des miels monofloraux. Il existe aucune référence à des miels unifloraux naturels purs, comme les abeilles butinent toujours sur différentes espèces de fleurs, même si une espèce prédomine ; en outre, il est difficile d'identifier précisément le point de discrimination entre les miels multifloraux et unifloraux (Piana et *al.*, 2004). Certains miels ne sont jamais purement mono floraux (comme le « miel de romarin ») (Schweitzer, 2012).

La méthode quantitative est applicable uniquement aux miels extraits par centrifugation car la composition en pollen est modifiée dans les miels obtenus par pression ou filtration (Lequet, 2010). Le type d'extraction n'est pas indiqué dans nos échantillons, nous notons que cependant la plupart des apiculteurs algériens utilisent le procédé de centrifugation.

A toutes ces réserves nous ajouterons le fait que la transhumance est pratiquée de manière significative par de nombreux apiculteurs algériens. Et donc il est fort probable que dans un miel soient retrouvés des pollens de différentes régions.

Enfin, l'analyse en elle-même peut s'avérer assez difficile, notamment dans l'identification des espèces. Celle-ci demande en effet un entraînement et une connaissance approfondie des morphologies des pollens. Certes, ces difficultés peuvent rendre l'identification de l'origine florale du miel potentiellement incomplète. Cependant, elles permettent malgré tout d'obtenir un nombre d'informations très utiles.

### **2.5.5 Conclusion**

Nous avons identifié des différences remarquables dans le spectre pollinique des échantillons provenant des différentes régions d'Algérie et entre les miels algériens et les miels importés, avec des différences fondamentales au niveau de quelques types morphologiques dominants et secondaires. Elles correspondent à différentes conditions édaphiques qui se reflètent dans la végétation.

Les miels monofloraux, d'Eucalyptus de Citrus et des miels polyfloraux ont une grande importance pour l'apiculture algérienne notamment dans les régions du nord à climat humide et subhumide, les miels de jujubier et d'euphorbe sont les plus dominants dans les régions plus méridionales à climat aride et semi aride. Ces résultats constituent un complément de référentiel pour les miels étudiés des régions du Nord de l'Algérie et pourraient fournir des éléments d'information intéressants pour l'établissement de cahier de charge pour la mise en place de label ou d'appellation contrôlées d'origine botanique ou géographique.

Le profil pollinique des miels est modulé par de très nombreux facteurs. C'est pourquoi les informations données par l'analyse pollinique sont toujours à interpréter avec une très grande prudence, il est donc nécessaire de coupler l'analyse pollinique d'un miel avec des études sensorielles et physico-chimiques. Cependant, la méliissopalynologie reste à ce jour le seul outil légal concernant la certification de l'origine florale des miels.

La mise en place d'une réglementation algérienne codifiant ou précisant les différents types de dénomination des miels devient une nécessité. En effet nous avons observé des dénominations type de montagne ou de forêt ou de fleurs sauvages ou fleurs sahariennes qui sont en fait des miels polyfloraux, des miels sont annoncés monofloraux alors qu'ils ne présentent pas de dominance particulière, et des miels qui contiennent très peu de pollens.

## 2.6 Etude de l'activité antibactérienne des miels

### 2.6.1 Introduction

Le miel agit comme un agent antibactérien contre de nombreuses bactéries (Molan, 1997; Bogdanov 1997b). Cette propriété serait le résultat de la synergie entre les des différents composants du miel, essentiellement les hydrates de carbone, avec comme principaux composants le fructose et le glucose et autres composés chimiques dérivés des abeilles. Ainsi que d'autres éléments présents en petite quantité. Nous citons la défensine-1 (protéine fabriquée par les glandes hypopharyngiennes et mandibulaires des abeilles. Elle est retrouvée dans le miel et la gelée royale) (Al-Waili et *al.*, 2011) et le méthylglyoxal (antibactérien naturel retrouvé en particulier dans le miel de Manuka) (Oelschlaegel et *al.*, 2012) ou des substances phytochimiques (huiles essentielles issues des nectars tel que thymol du thym ou la pinocembrine, flavonoïde identifié récemment dans une douzaine de miels.) présentes en petites quantités. Ces combinaisons et un certain nombre d'autres facteurs, tels que la faible activité de l'eau, le faible pH et d'autres composés partiellement caractérisés ou non caractérisés, produisent une action antimicrobienne élevée (Couquet, Desmoulière, et Rigal 2013).

De nombreuses recherches ont été effectuées pour déterminer un spectre antibactérien du miel en vue de l'appliquer sur des plaies contaminées par les germes sensibles (Al-Waili 2004b; Brudzynski, 2006; Boukraa et Niar, 2007). Les espèces les plus sensibles sont les *Staphylococcus aureus* et *Escherichia coli*. Les autres espèces telles *Pseudomonas aeruginosa* ont une sensibilité moindre au miel (Couquet, Desmoulière, et Rigal 2013). Cependant tous les miels n'ont pas la même activité antibactérienne (Nasir et *al.*, 2010).

### 2.6.2 Objectifs

Le but est de :

- 1-Evaluer l'activité antibactérienne in vitro de différents types de miels disponibles sur le marché produits localement ou importé ;
- 2-Comparer entre l'activité antibactérienne des miels à celle exercée in vitro par trois antibiotiques.
- 3- Savoir si l'origine florale, ou géographique a un impact sur cette propriété essentielle du miel aussi bien pour les consommateurs que pour les apiculteurs.
- 4- Vérifier si un miel issu de nourrissage excessif et un sirop artificiel auraient une activité antibactérienne comparable à des miels naturels.

### 2.6.3 Matériels et méthode

#### 2.6.3.1 Echantillons

83 échantillons ont été testés (65 miels algériens, 37 des régions humides et subhumides et 28 des régions arides et semi-arides) ainsi que 16 échantillons de miels importés issus de différentes régions du monde (5 du Canada, 4 d'Allemagne ; 3 de France, ; 2 Arabie Saoudite ; 2 d'Espagne ) plus 1 échantillon de miel (E 81) issu d'une ruche alimentée excessivement en sirop de sucre (nourrissage continu, c'est-à-dire même pendant la

miellée) obtenu auprès d'un apiculteur et un échantillon de sirop de sucre artificiel acheté dans le commerce (E 82).

### 2.6.3.2 *Matériel biologique, appareillage et réactifs*

- Souches de référence : *Escherichia coli* ATCC 25922, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853 et *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 ont été aimablement fournies par le laboratoire de microbiologie de l'institut Pasteur d'Alger.
- Disques Antibiotiques HIMEDIA© : Ampicilline (AMP), et Gentamicine (GEN) contiennent chacun en 10 µg ou UI et céfotaxime (CTX) 30 µg.
- Gélose de Mueller-Hinton
- Etalon de turbidité McFarland 0,5
- Papier filtre Whatman N° 1
- Boîtes de Petri
- Ecouvillons
- Tubes à essai
- Eau physiologique

### 2.6.3.3 *Méthode*

#### 2.6.3.3.1 *Intérêt*

Etudier les activités antibactériennes in vitro de différents types de miel sur un panel de trois bactéries impliquées dans des infections et la comparer au pouvoir antimicrobien de trois antibiotiques.

#### 2.6.3.3.2 *Principe*

Méthode par diffusion en milieu gélosé ou encore méthode de disques est une technique qualitative permettant de déterminer la sensibilité des microorganismes vis-à-vis d'une substance réputée antimicrobienne.

Le principe consiste à placer un milieu de culture (une gélose) contenant la bactérie à tester en présence du miel à tester et à observer les conséquences sur le développement et la survie de celle-ci en fonction du diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne, (Couquet, Desmoulière, et Rigal 2013)

Trois bactéries sont testées *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*.

L'effet antibactérien est comparé à celui de trois antibiotiques : Ampicilline, Gentamycine et le Céfotaxime.

#### 2.6.3.3.3 *Mode opératoire :*

Le protocole adopté est inspiré du principe des aromatogrammes (Billerbeck, 2007) et de l'antibiogramme (CASFM, 2019).

1. Préparer les boîtes de Petri, couler la gélose dans les boîtes de Petri, 3 pour chaque souche et par échantillon.
2. A partir des milieux de conservation, prélever une ou plusieurs colonies avec une anse en platine ou pipette pasteur inoculer dans une boîte de Petri. Incuber pendant 16H.

3. A partir d'une culture visible du prélèvement réalisée sur milieu non sélectif, réaliser une suspension bactérienne en solution salée pour atteindre une turbidité équivalente à celle de l'étalon 0,5 de la gamme de McFarland, ce qui correspond à un inoculum d'environ  $1 \text{ à } 2 \times 10^8$  UFC/mL pour *Escherichia coli*. Pour ce faire, prélever plusieurs colonies de même morphologie (si possible) afin d'éviter de sélectionner un variant atypique. Mettre ces colonies en suspension en milieu salé avec une öse stérile ou un écouvillon en coton.
4. Plonger un écouvillon en coton stérile dans la suspension bactérienne et éliminer l'excès de liquide en tournant l'écouvillon sur les parois du tube. Tremper dans le milieu nutritif 3 fois en tournant de  $60^\circ$  entre les passages et en tournant l'écouvillon. Sécher.
5. Des disques stériles de 6 mm sont découpés dans du papier Whatman N°1 stérilisés par rayonnement ultraviolet. Ensuite ils sont imprégnés de miel et placés dans les boites de pétri en même temps que les disques d'antibiotiques (3 dans chaque boite).
6. Incuber à  $35 \pm 2^\circ\text{C}$  en aérobiose pendant 16 à 24 h.

#### 2.6.3.3.4 Lecture et interprétation des résultats

L'absence de croissance bactérienne exprimant une activité antimicrobienne se traduit par un halo translucide autour du disque, de même couleur que la gélose stérile et dont le diamètre est mesuré et exprimé en mm (figure 34). Il est important de noter que la quantité de miel déposée imbibant chaque disque n'est pas mesurable.

Les diamètres observés nous permettent de distinguer 3 catégories (tableau 15).



**Figure 34:** Mise en place des disques de l'antibiogramme et observation des diamètres d'inhibition après 24h d'incubation

**Tableau 15:** Différentes catégories d'inhibition observées sur les disques imprégnés de miel, d'après (Couquet, Desmoulière, et Rigal 2013).

Catégorie	Diamètre ( $\emptyset$ ) (mm)
Résistant R	$D \leq 6 \text{ mm}$
Intermédiaire I	$6 \text{ mm} < D \leq 12 \text{ mm}$
Sensible S	$D > 12 \text{ mm}$

Les résultats observés sur les disques d'antibiotique sont à comparer avec les diamètres d'inhibition recommandés par la société française de microbiologie présentés dans le tableau 16.

**Tableau 16:** les diamètres d'inhibition des antibiotiques utilisés

Bactérie	ATB	Diamètre d'inhibition sensible
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	Céfotaxime	25-31
	Ampicilline	16-22
	Gentamicine	26-32
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC 27853	Céfotaxime	ND
	Ampicilline	ND
	Gentamicine	17-23
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	Céfotaxime	ND
	Ampicilline	15-21
	Gentamicine	19-25

ND :non déterminé. D'après les données de (CASFM, 2019)

#### 2.6.4 Résultats et discussion

Au vu des valeurs présentées, les trois souches de bactéries testées sont “sensibles” ou “modérément sensibles” aux différents miels testés.

Le diamètre moyen obtenu par les miels des régions humides et subhumides testés sur *S. aureus* est de 13,2 mm. 81 % des échantillons de ces régions ont inhibé la croissance de cette bactérie. Cette dernière est sensible à 65 % des échantillons et modérément sensible à 19%. 5 échantillons type miel de montagne ont montré des diamètres d'inhibition de plus de 20 mm. E 35 un miel de montagne de la région de Bouira a donné un diamètre important de 36 mm dépassant ainsi l'effet antibactérien des 3 antibiotiques (Amp et Ctx 32 mm et Gent 27 mm). Parmi les 7 échantillons qui ont donné une inhibition modérée, 5 sont des miels d'agrumes ou d'oranger. Les 16% des miels qui n'ont eu aucun effet observable sur cette souche de bactérie sont d'origine botanique diverse.

*E. coli* a été inhibée par 85 % des échantillons de miel des régions humides et subhumides avec une moyenne des diamètres mesurés de 15,7 mm. *E. coli* est sensible à 62% des miels et modérément sensible à 22%. Parmi les 15 échantillons qui ont montré la plus forte inhibition ( $\varnothing > 20$  mm), 5 sont des miels d'agrumes ou d'oranger ; parmi eux E47 un miel d'agrumes de la région de Blida a montré un  $\varnothing = 36$  mm soit plus que les 3 antibiotiques testés (Amp 22,5 ; Ctx 33 mm et Gent 27 mm). 4 échantillons ont dépassé l'effet de l'ampicilline (E47, E19, E32, E38). 16% des échantillons n'ont eu aucun effet sur *E. coli*.

Comparativement à *S. aureus* et *E. coli*, *Pseudomonas aeruginosa* a été peu inhibée par les miels des régions humides et subhumides. En effet, la moyenne des diamètres mesurés était de 7 mm. 68% des miels testés ont donné une inhibition modérée et 24 % des échantillons n'ont eu aucun effet. *Pseudomonas* a été sensible à seulement 8 % des échantillons. Aucun échantillon n'a atteint 20 mm. Le plus grand diamètre enregistré (15mm) a été observé sur E35 un miel de montagne de la région de Bouira (ce même échantillon a aussi montré la plus grande inhibition de *S. aureus*). 76% des échantillons ont eu une activité inhibitrice supérieure à celle de l'ampicilline. Aucun échantillon n'a dépassé l'effet antibactérien de Gent et du Ctx. La moyenne des diamètres enregistrée n'a pas dépassé 7,2 mm. Notons que la *Pseudomonas* testée est résistante à l'Amp.

Concernant les échantillons de miels issus des régions arides et semi arides, 90% ont inhibé la croissance bactérienne de *S. Aureus*, la majorité (69) a une action significative et 21 % ont eu une action modérée. La moyenne des diamètres mesurés était de 14,4. 6 échantillons ont donné des diamètres de plus de 20 mm, aucun n'a dépassé les antibiotiques testés. Cette bactérie a résisté à 3 échantillon de cette région, (E41 de Djelfa, E49 de Ain Oussera tous les deux de Jujubier et E66 de Sidi Belabbes étiqueté de montagne). L'échantillon E44, un miel, étiqueté merar-chardon de la région de Ain Sefra a donné la meilleure inhibition avec un diamètre de 24 mm. Aucun échantillon n'a eu un effet antibactérien supérieur à celui des trois antibiotiques testés.

La croissance de *E coli* a été inhibée par 86% des échantillons des miels des régions arides et semi arides. Les diamètres ont montré une sensibilité à 68% des échantillons et une sensibilité modérée à 18% des échantillons. La moyenne des diamètres était de 13,7 mm. Le plus grand diamètre (25 mm soit équivalent à celui observé sur le disque d'Ampicilline) a été sur E70 un échantillon de romarin de la région de Tebessa. 6 échantillons de différentes origines botaniques ont montré des diamètres d'inhibition supérieurs à 20 mm. *E. coli* a été résistante à 4 échantillons dont E 44 qui a donné le meilleur effet antibactérien sur *S. Aureus*.

A l'instar de ce que nous avons observé sur les miels des régions humides et subhumides, *Pseudomonas* a montré plus de résistance face aux miels des régions arides et semi arides (47 %). En effet la moyenne des diamètres observés n'a pas dépassé 5,9 mm. 50 % des échantillons ont modérément inhibé la croissance de cette bactérie qui a été sensible à seulement deux échantillons (E1, un miel de chardon de Ain Oussera et E2 un miel de romarin d'Al Bayadh) tous les deux ont donné respectivement 14 et 13 mm. 57% des échantillons ont dépassé l'effet antibactérien de l'ampicilline et aucun échantillon n'a fait mieux que la Céfotaxime et la gentamicine.

Les miels importés ont eu une inhibition plutôt faible sur *S aureus* moyenne des diamètres 4,7 mm. Cette bactérie a été résistante à 50% des échantillons, inhibée modérément par 44% et sensible à un seul échantillon E 27, un miel multifleurs d'Allemagne avec un diamètre de 16 mm.

*E. coli* n'a été clairement sensible à aucun miel d'importation, nous avons observé une inhibition modérée dans 37% des échantillons et aucune inhibition pour les 67% restants. Le plus grand diamètre mesuré n'a pas dépassé 10 mm (E 26), un miel de lavande sauvage d'Allemagne. La moyenne des diamètres est de 3 mm.

*Pseudomonas* a résisté à 81% des échantillons des miels d'importation. Cette bactérie n'a été sensible qu'à un seul échantillon E 26 miel de lavande sauvage d'Allemagne, ce même échantillon avait donné le plus grand diamètre d'inhibition sur *E. coli*. Deux autres échantillons ont inhibé modérément *Pseudomonas*. E 26 et E 29 des miels de lavande sauvage et forêt noire d'Allemagne ont eu un effet supérieur celui de l'ampicilline. Mais globalement la moyenne des diamètres est de 2,7 mm soit la plus petite moyenne observée sur l'ensemble des essais effectués.

Le miel de nourissement a montré un diamètre égal à 16 mm sur *E. coli* et 9 mm sur *S. aureus* et aucun effet sur *Pseudomonas*.

Le sirop a donné une légère inhibition ( $\varnothing=7,5$ ) sur *E. coli* et aucun effet sur *Pseudomonas*.

Les enseignements que nous retenons de ces résultats expérimentaux sont les suivants :

- ✓ Les miels algériens ont un effet antibactérien nettement supérieur aux miels d'importation (tableau 17).
- ✓ Nous avons observé des différences entre les activités antibactériennes des différents miels types : Les miels d'agrumes, de jujubier et d'eucalyptus avaient un niveau indiquant une inhibition moyenne modérée et, ceux de thym, romarin, montagne et multifleurs ont eu une activité relativement plus importante (tableau 18).  
En revanche, une activité antibactérienne moindre a été enregistrée sur les miels de jujubier ce qui nous a surpris au vu des allégations santé souvent véhiculées autour de ces miels.
- ✓ L'inhibition est différente en fonction de la bactérie testée pour tous les échantillons testés.  
E coli semble être plus sensible que *S. aureus* et *Pseudomonas* est plus résistante au miel que *S. aureus* et *E coli* (Tableau 17).
- ✓ La moyenne des diamètres obtenus par les miels est inférieure à celle des disques antibiotiques, même si quelques rares échantillons ont été plus performants que les antibiotiques
- ✓ La nette résistance de *Pseudomonas* à l'ampicilline.
- ✓ Les bactéries testées ont été peu inhibées par le miel de nourrissage et ont résisté au sirop de sucre.

**Tableau 17** : Détermination de l'activité antibactérienne des miels selon l'origine géographique

Bactéries	Moyennes des diamètres d'inhibition de la croissance des germes en mm								
	Type de miels						Antibiotiques		
	Humides et sub humides	Arides et semi arides	Miels algériens	Importation	Nour	Sirop	Am p	Ctx	Gent
<i>S. aureus</i>	13,2	14,4	13,8	4,7	9	0	36,1	31,8	28,6
<i>E. coli</i>	15,2	13,7	14,5	3,0	16	7,5	24,5	34,6	30,5
<i>Pseudomonas</i>	7,0	5,9	6,5	2,7	0	0	1,3	22,4	25,7

Il existe un grand nombre de variétés de miel, et quelle que soit son origine florale, le miel est connu depuis des siècles, comme favorisant la cicatrisation des plaies ou des destructions tissulaires. Depuis, les propriétés de ce produit naturel sont de plus en plus reconnues. Ainsi, de nombreuses publications scientifiques font état de l'intérêt du miel dans la prise en charge de la cicatrisation des plaies mais aussi des brûlures (Descottes, 2009).

**Tableau 18**: Détermination de l'activité antibactérienne des miels selon l'origine florale

Miels	Moyennes des diamètres de d'inhibition de la croissance des germes en mm			Moyennes
	<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>	<i>Pseudomonas</i>	

Eucalyptus	7,5	8	8,2	7,9
Agrumes	6,9	18,1	6	10,3
Romarin	14,8	20,5	5,7	13,7
Jujubier	12,8	13,2	4,4	10,1
Montagne	15,5	14	9,9	13,1
Euphorbe	15,5	15,6	7,2	12,8
Multifleurs	15,8	19,2	6,5	13,8
Thym	15,3	22,6	10	16,0
Moyenne	13,0	16,4	7,2	

Le miel possède également une activité antibactérienne prouvée particulièrement sur les germes les plus fréquemment rencontrés (Al-Waili et *al.*, 2011; 2011; Couquet, Desmoulière, et Rigal 2013; Hadagali et Chua 2014; Alvarez-Suarez et *al.*, 2016).

La grande variabilité de l'activité antimicrobienne des miels testés observée suggèrent que l'activité antibactérienne seraient probablement due à la fois à des différences dans la sensibilité bactérienne et dans les origines des miels (Grego et *al.*, 2016) et serait liée à l'origine végétale ce qui rejoint ce qui a été affirmé auparavant par (Bogdanov 1997b).

Nous avons eu accès à trois études sur l'activité antibactérienne des miels algériens ayant utilisé une méthode similaire à la notre.

Une étude réalisée sur 3 échantillons de Tizi Ouzou, Sidi Belabbés et Jijel et un échantillon d'Arabie saoudite a décrit des diamètres d'inhibition plus élevés que les nôtres (30,25 et 27mm) pour *Pseudomonas* suivi par *E. Coli* (23, 23 et 24 mm) et enfin *S. aureus* (21,0 et 19 mm) (Merah, 2010). L'échantillon d'Arabie saoudite s'est révélé dans cette même étude n'ayant aucune action sur les souches testées.

Dans cette même étude, *E. coli* semble être plus sensible que *S. aureus* ce qui concorde avec nos résultats. Paradoxalement nous avons observé que *Pseudomonas* était plus résistante au miel que *S. aureus* et *E. coli*.

Une autre étude faite sur 4 échantillons de miel de l'ouest de l'Algérie (Moussa et *al.*, 2012) a décrit des diamètres d'inhibition sur *E. coli* allant de 17 à 37 mm (contre 0 à 36 mm pour nos échantillons) et sur *Pseudomonas* entre 16 et 22 mm (contre 0 à 15 mm pour nos échantillons).

Nos résultats ont montré que les miels algériens testés avaient en moyenne une activité antibactérienne contre *E coli* plus importante que ce qui a été rapporté précédemment par une troisième étude réalisée cette fois ci sur 34 échantillons de l'ouest, du centre et du sud de l'Algérie (Nair, 2014), où 12% des échantillons testés ont donné une inhibition > 12mm (contre 85 % de nos échantillons de miels algériens des régions humides et 86% des échantillons des régions arides). Alors que cette même étude a décrit des résultats similaires aux nôtres pour *S. aureus* (91% des échantillons contre 90% des miels testés des régions arides et 81% des régions humides).

Une autre étude utilisant une méthode d'investigation de l'activité antibactérienne différente (basée sur l'absence ou présence de croissance bactérienne dans un mélange de différentes concentrations de miel et de gélose nutritive) est arrivée à la conclusion que *Pseudomonas* était plus sensible à l'action des miels que *S. Aureus* (Boukraa, 2008), cette étude concernait 6 échantillons de miels algériens de différentes origines géographique et botanique.

De nombreuses études de l'activité antibactérienne des miels d'autres pays sont décrites dans la littérature. Une étude réalisée sur 15 différents miels d'Argentine a montré que le diamètre moyen des zones d'inhibition produites par les échantillons de miels non dilués était de 17,1 mm avec une sensibilité plus élevée enregistrée sur *S. aureus* suivie par *E. coli* et une résistance à *Pseudomonas*. Quant à l'activité antibactérienne des miels sur les différentes souches bactériennes, il a été observé que *S. aureus* était la souche bactérienne la plus inhibée par 93% des miels testés, suivi d'*E. coli* par 50% et enfin 20% *Pseudomonas* (Basualdo et al., 2007). Ces mêmes auteurs, tout en précisant que les échantillons de miel analysés dans le cadre de leur travail n'étaient pas suffisamment élevés pour obtenir des différences significatives, ont supposé que les différences des diamètres des zones d'inhibition pourraient être attribuées à aux processus utilisés pour la production des miels notamment les modes d'extraction et condition de stockage. Ils ont aussi émis l'hypothèse que les traitements thermiques avaient un effet sur l'activité antibactérienne cette hypothèse est intéressante parce qu'elle pourrait expliquer, au moins en partie, le très faible effet antibactérien que nous avons enregistré sur les miels d'importation probablement soumis à un traitement thermique ce qui n'est généralement pas le cas pour les miels d'apiculteurs locaux. La deuxième raison évoquée pour expliquer la résistance des antibiotiques aux miels par Basualdo et al., était le mélange de miel de différentes origine ce qui est parfois relaté sur les miels proposés à l'export par les grands pays producteurs (Bruneau, 2014).

Grego et al., ont testé 26 échantillons de miels italiens et enregistré des diamètres d'inhibition sur *S. aureus* entre 0 et 25 mm ( $\emptyset$  moy = 15,36 mm supérieure au notre 13 mm), sur *E. coli* entre 0 et 0 et 15 mm ( $\emptyset$  moy = 4,5 mm également inférieure à nos résultats 7,2 mm).

Des résultats d'antibiogrammes publiés par le laboratoire départemental d'analyses et de recherches de la Haute-Vienne en France (Rossant, 2011) font état pour un miel de thym d'un diamètre d'inhibition de 12,17 mm donc nettement inférieure à nos résultats ( $\emptyset$  moy = 16 mm), idem pour le miel de romarin ( $\emptyset$  moy = 9,13 contre 13,7 mm).

D'une manière générale les miels de différentes origine florale qu'ils ont testés sont nettement moins performants que les nôtres sur *E. coli*  $\emptyset = 11,5$  (contre 16,4 mm) assez proches de nos résultats sur *S. aureus*  $\emptyset = 12,2$  mm (contre 13 mm). Mais leur miels ont montré une activité antibactérienne supérieure à la notre contre *Pseudomonas* 12,9mm (contre 7,2mm).

Couquet et al (2013) ont décrit des diamètres d'inhibition moyens sur *E. coli* de 9,7 mm ; sur *S. aureus* de 11,3 mm et sur *Pseudomonas* de 10,6 mm.

Les microorganismes les plus sensibles au miel sont *E. coli* et *P. aeruginosa* (N. S. Al-Waili 2004b) et *S. aureus* selon d'autres auteurs (Basualdo et al., 2007). Les résultats des échantillons de miel en ce qui concerne *S. aureus* sont intéressants, étant donné que dans les récentes décennies, il y a eu une nette augmentation des difficultés à traiter les infections de la peau et des tissus sous-jacents associées avec *S. aureus* ; il en est de même pour *E. coli* et *Pseudomonas*, agents contaminants dans de nombreuses infections cliniques (Basualdo et al., 2007; Descottes 2009). Ces données sont importantes, car diverses souches ont développées des multirésistances et sont les principaux agents pathogènes dans les infections des plaies chirurgicales (Descottes 2009) . Face à ce problème, de nouvelles stratégies thérapeutiques sont testées dont la substitution par miel aux antibiothérapies classiques.

Les miels des régions arides et semi-arides (notamment le miel de jujubier et d'euphorbe de Ain Oussera et Djelfa et même du Sahara sont reconnus en Algérie pour leur effet

thérapeutique, l'activité antibactérienne élevée des miels de ces régions est probablement due à l'origine botanique, les plantes du Sahara dont les abeilles tirent le nectar sont réputées pour leur usage médicale (Boukraa, 2008).

L'utilisation de miel contre les infections bactériennes apparaît comme une option de traitement moins coûteuse et sans effets toxiques.

Les chercheurs ont associé l'effet antibactérien des miels à plusieurs facteurs. L'osmolarité élevée des miels qui est due à leur teneur élevée de sucre (en moyenne plus de 85 % du miel), dont le fructose, le glucose, maltose, saccharose et autres types de glucides (Ahmed 2012). L'activité des composés phénoliques d'origine naturelle. En effet, ces composés semblent jouer un rôle majeur dans l'activité antimicrobienne du miel (Israïli, 2014). Certains chercheurs attribuent cette activité antibactérienne au peroxyde d'oxygène produit par la glucose-oxydase du miel (Brudzynski 2006; Brudzynski et Lannigan 2012). Tandis que d'autres auteurs trouvent que l'activité sans peroxyde est au moins tout aussi importante (Bogdanov 1997a).

Il existerait également une corrélation significative entre l'acidité, la diastase et l'invertase toutes d'origine apicole sur cette activité (Boukraâ et Amara 2008; Alzahrani et *al.*, 2012).

Différentes méthodes d'évaluation de l'activité antibactérienne des miels sont décrites dans la littérature. La méthode des puits, consistant à creuser des puits au centre des milieux de culture ensemencés et qui sont remplis de miel, les zones d'inhibition qui apparaissent plus claires autour des puits sont mesurées (Grego et *al.*, 2016). La méthode d'incorporation en gélose ou en bouillon nutritif. Le miel est incorporé dans le milieu dans lequel des germes sont inoculés la croissance des bactéries est observée (Molan, 1997; Boukraa, 2008) et la méthode de diffusion dans l'agar où une petite quantité de miel est posée sur de la gélose inoculée de culture bactérienne la zone claire qui correspond à l'inhibition est mesurée (Cooper et *al.*, 1999).

La méthode de diffusion que nous avons adoptée est l'une des plus anciennes approches de détermination de la sensibilité des bactéries aux antibiotiques et demeure l'une des méthodes les plus utilisées en routine. Inspirée de l'antibiogramme, elle convient pour la majorité des bactéries pathogènes incluant les bactéries à croissance lente ; elle permet la comparaison avec une variété d'antibiotiques et ne requiert aucun matériel particulier (Couquet, Desmoulière, et Rigal 2013).

Il serait erroné de vouloir tirer des conclusions hâtives sur l'activité antibactérienne des miels en comparant la sensibilité décrites par d'autres études obtenues par d'autres méthodes sur d'autres bactéries à partir de miels différents (Molan, 1992). Pour cette raison nous avons sélectionné des résultats d'études ayant utilisé une méthode similaire à la notre et sur les mêmes bactéries.

Plusieurs études ont déterminé les concentrations minimales inhibitrices des miels (N. S. Al-Waili 2004b; Brudzynski 2006; Boukraa et Niar 2007; Boukraâ et Amara 2008), cela n'a pas été notre choix, nous avons opté pour l'utilisation de miel brut parce que souvent lors de traitement de l'utilisation de miel à effet thérapeutique notamment pour soigner des plaies infectées, le miel est soit déversé directement dans la plaie, soit mis en place par l'intermédiaire d'une compresse préalablement imbibée (Descottes, 2009).

Bien que certains aient conclu que le miel de certaines plantes a une meilleure activité antibactérienne que celui d'autres plantes (Basualdo et *al.*, 2007; Sherlock et *al.*, 2010; Awan, Ali, et Andleeb, 2014), il n'y a pas suffisamment de preuves pour justifier de telles conclusions. Certaines de ces conclusions sont basées sur des données de très petit nombre d'échantillons. D'autres études ont cependant montré qu'il pouvait y avoir une grande variation dans l'activité de différents échantillons provenant de la même source végétale. Pour cette raison, et en raison de la probabilité d'une mauvaise identification de la source, de l'impossibilité d'obtenir un miel véritablement unifloral, et de la variation associée à l'instabilité de l'activité, il est impossible de considérer qu'un petit nombre d'échantillons est représentatif d'une source de miel particulière. Même les études à grande échelle produisent des données d'une utilité limitée à cet égard : comme il existe un grand nombre d'espèces végétales différentes à partir desquelles le miel est produit, on ne peut pas en examiner beaucoup pour chacune d'entre elles. Cependant, les miels de certaines sources ont été étudiés en nombre suffisant ou ont été inclus dans suffisamment d'études différentes pour que certaines tendances puissent être constatées (Molan, 1992).

Au vu de nos résultats les miels n'ont pas vocation à remplacer les antibiotiques mais plutôt devraient être utilisés en compléments à ces derniers. Le miel (ou ses composants) agit en synergie lorsqu'il est utilisé avec d'autres antibiotiques, et dans de nombreux cas, il inverse la résistance des bactéries à cet antibiotique (Israïli, 2014).

### 2.6.5 Analyse de corrélation entre les diamètres d'inhibition et les paramètres physicochimiques

Il existe une corrélation significative entre, l'activité diastasique et l'activité de l'invertase d'une part et l'inhibition bactérienne d'autre part (tableau 19). Bogdanov a précédemment décrits des résultats similaires et a associé ce phénomène à une activité antibactérienne qui ne serait pas en relation avec l'effet antibactérien du peroxyde d'oxygène mais qui serait liée aux enzymes originaires des abeilles elles mêmes (Bogdanov, 1997a).

L'ACP permet d'effectuer une représentation des échantillons sur la base des variables étudiées. C'est une méthode statistique exploratoire multidimensionnelle, chacun de nos individus est caractérisé par plusieurs variables le premier objectif étant de voir s'il ya des ressemblances entre les individus.

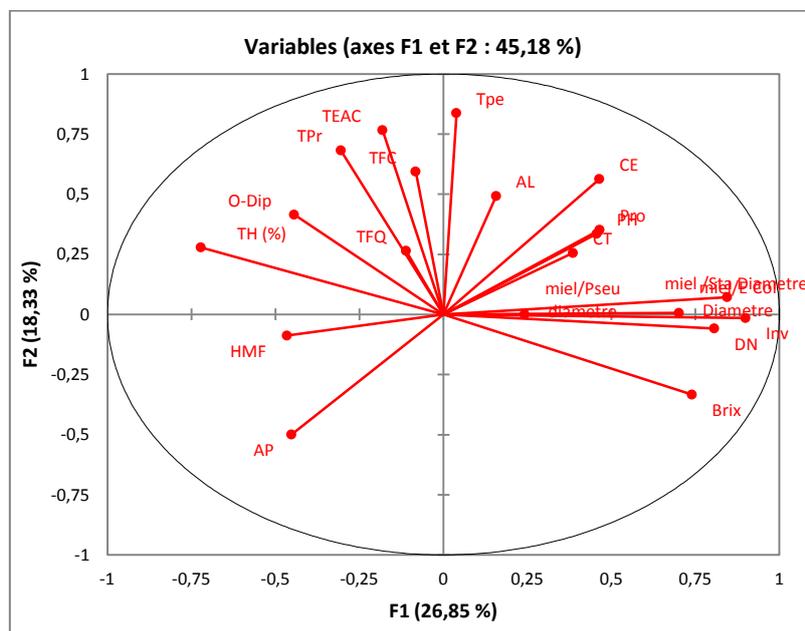
L'ACP réalisée sur la base de l'origine des miels analysés (miels locaux et miels importés) a révélé que les deux premières composantes représentent 45,18 % de la variabilité (figure 35). Corrélés à l'axe F1, nous retrouvons à la fois l'effet antibactérien sur *E coli* et *S. aureus* et les taux d'enzyme invertase et diastase.

**Tableau 19:** Tableau des corrélations entre variables (activité antibactérienne et activité enzymatique)

Variables	Diamètre /S. Aureus	Diamètre /E Coli	Diamètre /P. aerogenusa	Indice de Diastase en U/Kg	Invertase en U/Kg

Diamètre Aureus /S.	<b>1</b>				
Diamètre Coli /E	<b>0,5034*</b>	<b>1</b>			
Diamètre aerogenusa /P.	0,3321	0,2014	<b>1</b>		
Indice de Diastase en U/Kg	<b>0,7691*</b>	<b>0,4320*</b>	0,2714	<b>1</b>	
Invertase en U/Kg	<b>0,7820</b>	<b>0,4681</b>	0,1576	<b>0,8361*</b>	<b>1</b>

Les valeurs \* sont différentes de 0 à un niveau de signification  $\alpha=0,05$



**Figure 35:** Cercle de corrélation des variables

Le graphe des individus ACP permet de visualiser la variabilité des profils des variables quantitatives mesurées sur les miels. Deux échantillons sont proches lorsqu'ils ont le même profil au contraire lorsque deux individus sont très éloignés cela signifie qu'ils ont des profils très différents (Morgenthaler, 2007).

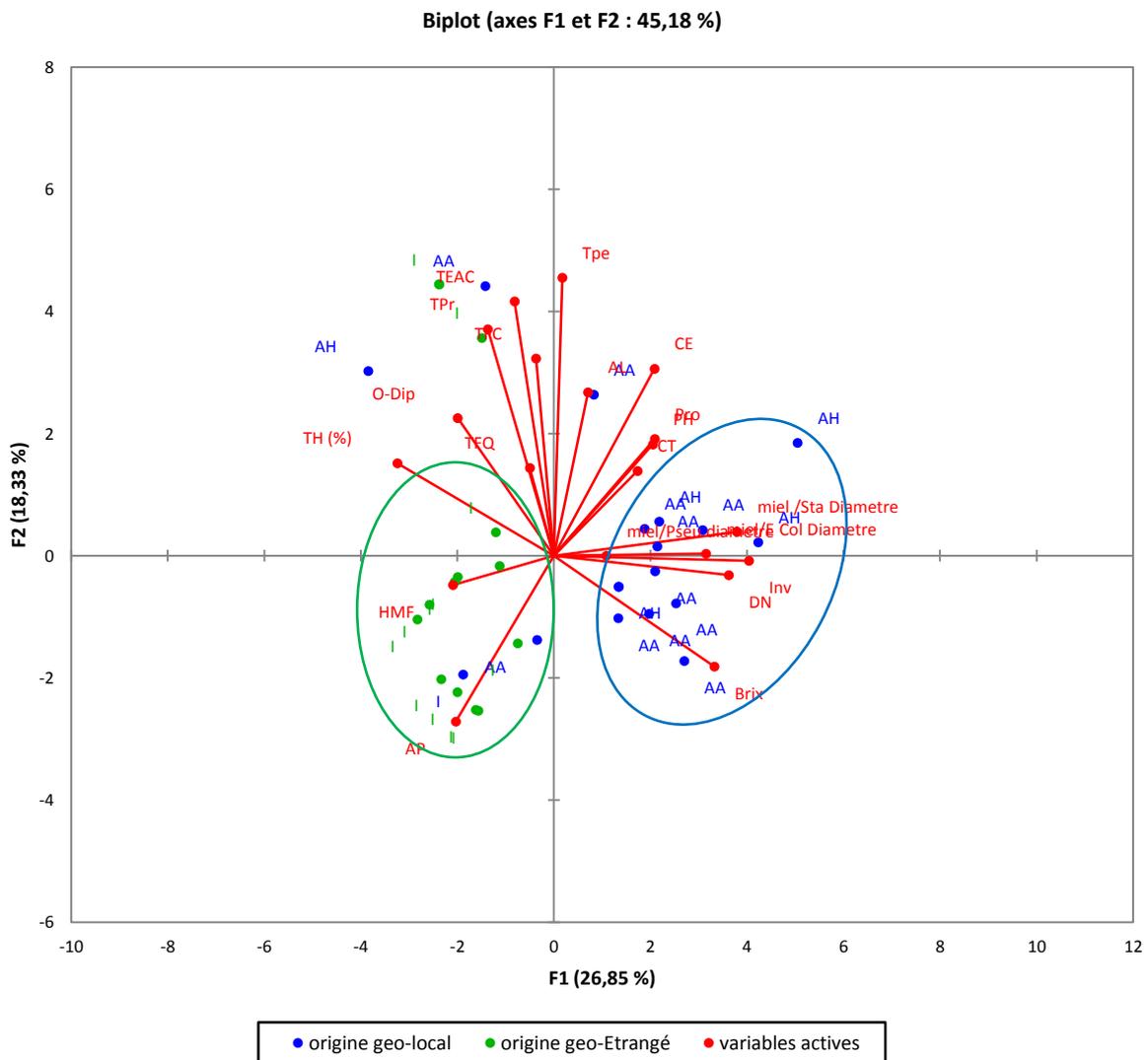
Les échantillons ont clairement été séparés en deux groupes distincts (miels locaux des régions arides et semi arides ainsi que des humides et subhumides et miels d'importation). Les miels algériens autour de l'axe F1 avec lequel sont corrélés l'effet antibactérien contre *S. Aureus* et *E. coli* élevé et des taux supérieurs en enzymes (invertase et diastase). Ce qui serait un indicateur de fraîcheur du miel.

Tandis que les miels importés sont regroupés et corrélés négativement à l'axe F2 avec des taux d'acide phosphatase et d'HMF élevés, ces deux paramètres sont un signe de vieillissement et donc de mauvaise qualité des miels (figure 36).

Deux échantillons de miels algériens sont éloignés du groupe formé par les miels locaux E48 un miel de la région de Lakhdaria (précédemment répertorié comme étant un miel adultéré par la méthode Rapid Raw) et E49 un miel de jujubier de la région de Ain Oussera, tous deux caractérisés par des taux des activités enzymatiques basses.

Au vu de ces résultats nous pouvons supposer que l'activité antibactérienne des miels serait supérieure pour les miels fraîchement récoltés et bien conservés et que ce pouvoir baisserait avec l'âge du miel.

Nous pouvons également supposer que les miels importés subissent des altérations de leur qualité en raison de mauvaises conditions de transport ou de stockage (fluctuation de température).



**Figure 36:** Graphe des individus (ACP).

### 2.6.6 Conclusion

Nos résultats peuvent être considérés comme encourageants, montrant une efficacité antibactérienne des miels locaux sur les deux souches de bactéries testées (*E. coli* et *S. aureus*). Les miels des régions arides et semi arides ont donné de meilleurs résultats en

moyenne sur *S. aureus* et les échantillons issus des régions humides et subhumides se sont montrés plus efficaces contre *E. coli*.

Les miels algériens testés ont donné un effet antibactérien nettement supérieur aux miels importés.

L'activité antibactérienne des miels serait corrélée avec les paramètres de fraîcheur cette hypothèse devrait être vérifiée par des études ultérieures.

Il serait également intéressant de valider l'activité du miel sur d'autres souches bactériennes et en testant un panel plus élargi.

## 2.7 Recherche d'adultération Par le test RapidRAW

### 2.7.1 Introduction

A l'heure actuelle, l'utilisation de méthodes de contrôle fiables pour assurer la conformité d'un produit alimentaire est impérative pour limiter ou éliminer les risques de falsification et de fraude sur les appellations annoncées dans les étiquetages.

Indépendamment de l'absence d'harmonisation des réglementations internationales, la vente de faux miel et de miel frelaté restent un problème majeur. En effet, en raison de sa grande valeur médicinale et de son pouvoir sucrant naturel le miel est devenu un des produits communs les plus falsifiés par des producteurs sans scrupules pour augmenter le volume des produits et réduire le coût de production (Bruneau, 2014).

Selon Zabrodska et Vorlova (Zábrodská et Vorlová, 2014), la falsification du miel peut se faire de manière directe et indirecte. L'adultération directe du miel est obtenue par l'ajout d'un adultérant dans le miel (dilution du miel avec du sirop moins coûteux) et l'adultération indirecte est obtenue en nourrissant les abeilles avec des substances adultérantes ou par alimentation complémentaire intensive de abeilles (c'est-à-dire un nourrissage pendant la miellée).

L'adultération des miels par l'adjonction de certains sirops de sucres se traduit par un effet de dilution qui va diminuer la valeur de certains paramètres (enzymes, conductivité électrique), modifier les valeurs d'acidimétrie, et plus ou moins modifier le profil en sucres.

Cela donne des produits dans lesquels les arômes et le spectre pollinique ainsi que les teneurs en sucres ne sont plus cohérents (Wu et al., 2017).

La recherche de miels falsifiés est fondée essentiellement sur des analyses physico-chimiques, ces analyses permettent de mettre en évidence d'éventuelles adultérations par des sucres synthétiques (Benaziza-Bouchema et Schweitzer, 2010). Des techniques de pointe pour la détection des falsifications ont également été développées en utilisant des plateformes complexes, comme la chromatographie haute performance à échange d'anions avec des détection ampérométrique (HPAEC-PAD) (Cordella et al., 2005), la résonance magnétique nucléaire (RMN) (Kortesniemi et al., 2016), le rapport des isotopes du carbone de différentes sources de sucre (Beckmann et al., 2008), et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (Svečnjak et al., 2015). Plus récemment, la spectroscopie de dégradation induite par laser (LIBS) combinée à des méthodes chimiométriques a été utilisée pour quantifier rapidement la teneur en adultérant (Peng et al., 2020). Cependant, ces techniques décrites dans la partie bibliographiques (*section 1.8.1*) sont fastidieuses, longues, coûteuses et

exigent des compétences spécifiques et ne sont donc pas adaptées à un contrôle de routine pour le dépistage rapide du miel produit. En outre, en raison de la composition complexe du miel, il est discriminatoire de séparer les caractéristique avec des paramètres spécifiques, sans comprendre des facteurs tels que la diversité des espèces botaniques butinées par les abeilles, les facteurs géographiques, le climat, les saisons (Acquarone, Buera, et Elizalde 2007).

Pour cela des équipes de recherche œuvrent pour trouver des méthodes rapides et simples faciles à mettre en place et applicable sur le terrain pour faciliter le travail des agents de contrôle dans le cadre de leurs missions afin de limiter les fraudes massives souvent suspectées et parfois confirmées .

Pour répondre à cette problématique, une méthode de dépistage rapide et innovante « RapidRAW™ » a été développée par une équipe de recherche du « Translational Research and Prototype Development Section, Malaysia Genome Institute » de l'institut national de Biotechnology de Selangor en Malaisie (NIBM) consistant en un test rapide de détection de l'adultération des miels par ajout de sucre artificiel (Nor Azfa Johari et *al.*, 2019).

Nous avons eu la possibilité de faire tester nos échantillons par cette méthode.

### 2.7.2 Objectif

L'objectif est de détecter par le test rapide « RapidRAW » une éventuelle falsification des échantillons de miel par ajout de sucre artificiel.

### 2.7.3 Matériels et méthode

#### 2.7.3.1 Echantillons

60 échantillons dont : 41 miels locaux et 15 miels importés, et quatre échantillons témoins :  
E 81 : miel local naturel mais obtenu avec un nourrissage excessif (c'est-à-dire maintenu pendant la miellée).

E 82 : sirop de sucre artificiel acheté dans le commerce

E 83 : formé de 70% de miel naturel et de 30% de sirop de sucre

E 84 : formé de 50% de miel naturel et de 50% de sirop de sucre.

Ces échantillons ont été transmis au laboratoire de l'institut de biotechnologie de Selangor, Malaisie en 2017. Les chercheurs étaient informés de la présence dans le lot d'échantillons volontairement falsifiés mais ignoraient leurs références.

Une fois au laboratoire (NIBM), les échantillons ont été conservés à l'abri de la lumière et maintenus à une température inférieure à 30 °C jusqu'au test.

#### 2.7.3.2 Appareillage et réactifs

Deux types de réactifs ont été utilisés dans cette méthode :

Le premier réactif est une solution saline physiologique (0,9 % de NaCl, pH 7,0) utilisée pour réhydrater le miel des échantillons.

Le réactif RapidRAW est développé en utilisant un mélange de solvants organiques et un indicateur de pH à un certain ratio. La nature des solvants et les proportions utilisées sont confidentielles.

Les deux réactifs sont conservés dans une bouteille à compte-gouttes en polyéthylène haute densité (PEHD) à température comprise entre 20 °C et 30 °C (figure 37).



**Figure 37:** Réactif R1 solution saline physiologique et le réactif RapidRAW R2 ( a ) ; le prototype RapidRAW (b) (Nor Azfa Johari et *al.*, 2019).

### 2.7.3.3 Méthode

#### 2.7.3.3.1 Intérêt

Cette méthode permet le contrôle rapide du miel en différenciant le miel naturel d'un miel adultéré au sirop de sucre en 2 minutes de réaction.

#### 2.7.3.3.2 Principe

Cette nouvelle méthode est basée sur la réaction du réactif RapidRAW™ avec les matières organiques contenues naturellement dans le miel (principalement le pollen et les micro-organismes). La méthode, appliquée à des échantillons de miel naturel, formera un précipité qui sera comparé à un mélange de protéines et de glucides de référence (tableau 20). La même méthode, appliquée à des sirops de sucre ne forme pas un précipité.

Les différentes réactions qui se produisent et qui ne sont pas encore clairement identifiées réalisées sur du miel falsifié par du sirop de sucre indiquent un contenu manquant de matériel biologique, permettant ainsi de différencier entre miel naturel et miel adultéré.

#### 2.7.3.3.3 Mode opératoire (Nor Azfa Johari et *al.*, 2019)

- Mettre (3) gouttes d'échantillon dans un microtube propre.
- Ajouter dix (10) gouttes de réactif 1 (R1) à l'échantillon et mélanger jusqu'à dissolution.
- Ajouter sept (7) gouttes de réactif RapidRAW (R2) au mélange et mixer pendant 5 secondes.
- Laisser le tube reposer en position verticale pendant 2 minutes pour permettre la sédimentation.
- Observez après 2 minutes.
- La valeur du pH du surnageant ainsi que l'image du tube obtenu après réaction sont enregistrées et indiquées sous la marque ✖ ou ✔.

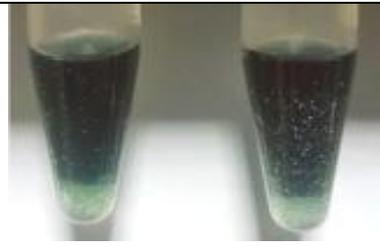
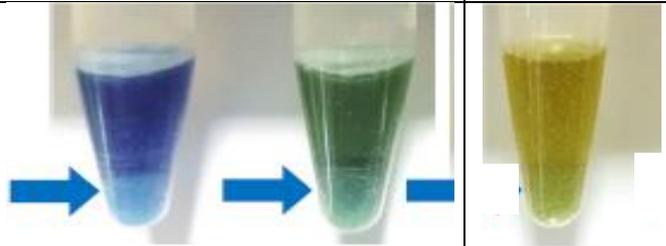
### 2.7.3.3.4 Lecture et interprétation des résultats

La première réaction provoque un changement de couleur des échantillons de brun jaunâtre à vert. En 2 minutes, la deuxième réaction avec les matières organiques naturellement présentes dans les miels provoque la précipitation de l'échantillon.

Les échantillons de miels naturels devraient montrer une sédimentation solide au bout de 2 minutes, semblable à profil de référence (tableau 20).

Le spectre des couleurs obtenus après réaction des miels testés avec le rapidRAW est corrélé avec la nature des hydrates de carbones et les acides organiques contenus dans le miel (déterminés par RMN), où les spectres de couleur entre le jaune et brun indiquent une teneur élevée en disaccharides, et le vert à bleu indiquent un taux élevé de monosaccharides ou la teneur en sucres réducteurs.

**Tableau 20:** Profils des réactions de référence

Echantillon	Profils observés	Interprétation
Contrôle négatif ✘ Indicateur : fond clair, pas de sédiments		Pas de trace de matériel biologique généralement présent dans le miel naturel
Contrôle incertain ✔ Indicateur : fond clair avec mousse		Possible mélange entre miel naturel et un adjuvant artificiel à un certain pourcentage
Contrôle positif ✔ Indicateur : font solide, avec sédiments		Contient des traces de matériels biologiques généralement présents dans le miel naturel

### 2.7.4 Résultats et discussion

Les réactions entre le réactif RapidRAW et les échantillons sont représentées dans la figure 38.

La réaction entre le réactif RapidRAW et les matières constituant les miels est apparue immédiatement après le mélange. Tous les échantillons (sauf deux E48 et E 82) ont donné une

précipitation et un surnageant de couleur vert jaunâtre à vert foncé et bleu à pH entre 3,48 et 5,30.

La comparaison des profils obtenus avec les profils de référence indique que tous les échantillons testés (sauf deux échantillons E 48 et E 82) ont montré des profils positifs à la présence de matériel biologique.

L'échantillon E 82 ne présentait aucune trace de matériel biologique similaire au contrôle négatif (figure 40) et l'échantillon E 48 présentait peu de traces du matériel biologique (figure 39).

Les échantillons témoins E81, E83 et E 84 ont donné un changement de couleur avec précipitation du sédiment.

Sur la base des résultats, tous les échantillons, à l'exception des numéros 48 et 82, sont classés comme miels naturels non adultérés. Les chercheurs malais ont recommandé à ce que les échantillons fassent l'objet d'une analyse plus détaillée en raison de l'absence ou de la présence de faibles traces et de matériel biologique.

L'échantillon E48 est un miel de montagne de la région de Lakhdaria , nous pouvons confirmer la qualité douteuse de cet échantillon indiquée par le rapidRAW en corrélant ce résultat avec les paramètres physico-chimiques décrits dans les chapitres précédents ainsi que les caractéristiques biochimiques ,( taux d'HMF = 177 mg/ Kg soit plus de quatre fois supérieure à la norme codex et un taux d'humidité = 19,5 assez élevé et des taux d'enzymes parmi les plus bas des échantillons testés ; l'indice diastasique le plus faible enregistré 0,2 unité Schade et un taux d'invertase de 7,87 U/Kg, également le plus bas des miels locaux et bien inférieur aux normes (tableau 13). Ces taux en enzymes pourraient expliquer le profil obtenu après la réaction, cependant d'autres échantillons ont également des taux d'enzymes bas (E 19, E21, E51) tandis que d'autres ont des taux d'HMF élevé (E43 E46 E15 E17 E19 ) mais n'ont pas été détectés par cette méthode.

E 82, qui est un sirop de sucre synthétique est clairement identifié par cette technique comme du « faux miel ».

Cette méthode n'a pas détecté l'adultération des échantillons constitués à base de mélange de miel naturel et de sucre synthétique à 30% et à 50% (E 83 et E 84).

Il n'a pas été possible également par cette méthode de distinguer l'échantillon (E 81) miel naturel obtenu avec nourrissage excessif.

1	2	3	4	5
				
✓	✓	✓	✓	✓
pH 4.07	pH 4.34	pH 5.30	pH 3.91	pH 3.97

**Figure 38:** Profils obtenus de quelques échantillons de miel après test au Rapid RAW.

42	44	47	48	49
				
✓	✓	✓	✗	✓
pH 3.87	pH 3.78	pH 3.80	pH 4.44	pH 4.28

**Figure 39:** Profil de l'échantillon 48 probablement adultéré au sirop artificiel.

Nos résultats contrastent avec ceux publiés par l'équipe du NIBC (Nor Azfa Johari et *al.*, 2019). Leurs résultats ont montré que les réactifs ont donné des profils différents entre les miels naturels et les échantillons témoins formés à partir de solution de sirop synthétique de différente nature avec des pH compris entre 2,00 et 6,00.

Il faut préciser que la méthode utilisée pour tester nos miels et notamment les ratios R1 et R2 était légèrement différente de celle qui a été publiée, (05 gouttes de R1 dans la méthode publiée et 10 gouttes de R1 pour nos échantillons) la correction apportée dans les ratios R1/R2 par les chercheurs expliquerait cette différence de performance dans la détection des échantillons adultérés.



Le manque ou l'absence de composés d'origine organique dans les miels est généralement expliqué par une filtration excessive des miels pratiquée pour des raisons technologiques afin d'augmenter la limpidité des miels appréciée par les consommateurs (Bogdanov 2011a).

Nor Azfa Johari et *al.*, ont conçu ce réactif sur la base d'études antérieures sur l'effet des solvants sur les enzymes et la structure cellulaire où la déshydratation causée par les solvants a été signalée comme le principal processus contribuant à la perturbation cellulaire, Il est bien également connu que les solvants organiques, sont toxiques pour les enzymes isolées (Yang et *al.*, 2014).

Cependant, ce réactif est actuellement incapable de différencier le miel pur à 100% d'un miel frelaté à un certain pourcentage.

L'avantage de ce test est un criblage simple et rapide des produits à base de miel permettant la détection en temps réel entre des miels naturels et d'autres falsifiés au sirop de sucre artificiel en utilisant un minimum de quantité d'échantillon. Cette équipe de recherche réalise actuellement une étude plus approfondie pour caractériser les réactions en fonction du pourcentage de falsification pour déterminer et surtout augmenter la sensibilité de cette technique. En même temps, la sensibilité des réactifs est comparée dans une étude randomisée avec les données obtenus avec une la plate-forme RMN pour s'assurer de la validité des résultats obtenus par le test.

### 2.7.5 Conclusion

Le rapidRAW est une méthode innovante simple et rapide pour détecter l'adultération du miel au sirop de sucre.

Les résultats ont indiqué que tous les échantillons (sauf le E48 et E82) contenaient de la matière organique.

Par cette méthode il a été possible d'identifier le sirop de sucre synthétique, mais elle n'a pas permis de mettre en évidence les échantillons en partie adultérés.

Cette méthode offre des possibilités prometteuses dans le domaine du contrôle rapide des miels, néanmoins elle devrait être améliorée pour augmenter ses performances et être une alternative fiable et intéressante aux méthodes classiques trop coûteuses.

À ce jour, dans ce domaine, même si certains laboratoires commencent à présenter des résultats prometteurs, rien n'est encore validé.

## 2.8 Proposition d'un cahier des charges pour la labellisation du miel d'euphorbe

### 2.8.1 Introduction

Les ressources alimentaires pour les colonies d'abeilles varient dans l'environnement et cela a un impact sur les abeilles. Au-delà des différences de la qualité des ressources que l'on observe entre ressources florales, s'ajoutent des variations par rapport à la quantité et à la variété notamment dans l'espace et dans le temps attribué soit à des variations au cours de la saison soit à des variations selon les environnements (<http://fun.mooc>). Et la conséquence première de cela est l'inégalité de la valeur qualitative d'un miel à un autre.

La valorisation du miel repose principalement sur sa qualification par l'utilisation de mentions particulières faisant référence aux notions d'authenticité et/ ou de spécificités liées à l'origine botanique et/ou géographique.

Ainsi, deux approches sont possibles, la première est la labellisation du miel selon l'origine botanique, l'étiquetage « monofloral » permet de positionner les miels sur le marché par la mise en avant de caractéristiques particulières liées à l'origine botanique dominante. Pour cela, les experts européens de l'International Honey Commission ont publié en 2004, une description des propriétés physico-chimiques, polliniques et organoleptiques des principaux miels monofloraux européens (Bogdanov *et al.*, 2004 ; Persano Oddo *et al.*, 2004 a & b ; Piana *et al.*, 2004 ; Piazza *et al.*, 2004 ; Von Der Ohe *et al.*, 2004).

Une autre approche de la qualité consiste à l'attribution aux miels un label de qualité basé sur l'origine géographique. Elle est apparue pour la valorisation des miels d'origines botaniques complexes ; en France, un comité national a été créé en 1992 au sein de l'INAO. Ce comité offre aux miels la possibilité d'accéder à un signe officiel de qualité lié à l'origine géographique : l'appellation d'origine contrôlée (AOC et qui a été aujourd'hui traduite par la mention équivalente au niveau européen l'Appellation d'Origine Protégée AOP).

Dans le cadre de la détermination du lien au terroir, les analyses polliniques et sensorielles sont reconnues en tant que méthodes officielles ; elles ont été capitales pour mettre en évidence les relations entre les spécificités organoleptiques de certains miels monofloraux et les typologies polliniques (Yin, 2014).

L'attribution d'une AOC ou AOP est basée sur la détermination de l'origine géographique des miels de la région sur l'analyse chorologique et écologique des taxons du répertoire pollinique, à savoir : la diversité des types biogéographiques, la présence de taxons « marqueurs » et l'absence significative de taxons caractéristiques d'autres régions. Pour cela les taxons ayant un taux de présence TP > 10% sont classés par leur taux de présence décroissant (Battesti, 1992).

En Algérie plusieurs types de miels seraient potentiellement labellisables, selon une origine protégée ou une indication géographique, le miel d'euphorbe d'El Bayedh, le miel de jujubier de Ain Ouessera, des miels polyfloraux tel que le miel de montagne de la région de Blida ou de Bouira, le miel des montagnes de l'Edough, d'autres miels moins connus tel que le miel de néflier ou le miel de *Thapsia garganica* (une Apiaceae connue pour être toxique mais dont les effets bénéfiques font l'objet d'études) (Bouhaous, 2021).

Le cahier des charges est considéré comme un référentiel partagé par le producteur et l'institution en charge de la labellisation, il permet d'apporter aux consommateurs la garantie d'une qualité certifiée et constante.

### 2.8.2 Méthodes

Pour l'attribution d'une indication géographique IG nous nous sommes appuyés sur une démarche pluridisciplinaire rassemblant les résultats du triptyque : analyses polliniques, physico chimiques et organoleptiques.

#### 2.8.2.1 Rédaction du cahier des charges

Le cahier des charges est un document primordial qui définit la demande et les besoins des parties concernées, leurs exigences et leurs contraintes. Il a aussi pour rôle de définir les objectifs à atteindre. Le cahier des charges est un document technique contractuel qui lie le producteur et l'organisme officiel en charge d'octroyer le signe distinctif de qualité en question (Label qualité, IG). C'est un gage de qualité pour le consommateur.

Le cahier des charges a donc une double finalité, il permet l'attribution du label et il fixe les attendus liés au produit.

La rédaction d'un cahier des charges (CdC) peut être appréhendé avec l'Hexamètre de Quintilien : le QQQQCCP (qui, quoi, ou quand, comment, combien, pourquoi) (Lefevre, 2014). Cet outil sert à décrire un besoin sous tous ses angles, donc il est approprié pour rédiger un cahier des charges.

Adapté à notre cas, nous aurons:

Qui : organismes demandeur, et certificateur.

Quoi : produit à labelliser

Où : région concernée

Quand : date de production, durée de validité du label

Comment : process de production (de la récolte à la mise à la consommation)

Combien : les paramètres quantitatifs et qualitatifs retenus

Pourquoi : justifications de l'appellation (spécificités du produit, liens avec la région).

#### 2.8.2.2 Analyses polliniques :

La méthode proposée par Battesti (1992) basée sur la fréquence relative pour préciser la distribution des "marqueurs" et l'existence d'associations caractéristiques permet une analyse visant la certification d'origine géographique (Battesti, 1992).

En analysant les spectres polliniques (tableau 21) nous avons pu préciser les spécificités melissopalynologique régionale.

#### 2.8.2.3 Analyses physico-chimiques

A l'instar de ce qui est généralement pratiqué dans les cahiers des charges auxquels nous avons eu accès (cahier des charges perles du terroir promag, 2018; charte des miels de la Méditerranée, 2015; cahier des charges miels des Cévennes, 2014), nous avons retenu les données de deux paramètres légaux, taux d'humidité et d'HMF, de notre étude ainsi que d'autres études sur des miels de même origine.

#### 2.8.2.4 Analyses sensorielles

##### Principe

C'est une analyse qui permet d'étudier les caractéristiques sensorielles des produits en faisant intervenir l'homme comme instrument de mesure à partir de ses cinq sens (la vue, l'odorat, le goût, le toucher et l'ouïe).

L'observation d'un aliment nous renseigne sur sa forme, sa couleur, son état, et sa consistance. L'odorat nous apporte de nombreux renseignements sur l'état du produit et sur sa comestibilité. C'est aussi un élément qui permet d'anticiper le goût. L'analyse du goût se fait principalement sur la langue dès le contact physique.

#### **Jury d'analyse sensorielle :**

Le jury d'analyse sensorielle constitue un réel « appareil de mesure » et, par suite, de ses membres dépendront les résultats des analyses sensorielles réalisées.

Les évaluations sensorielles peuvent être réalisées par trois différents types de personnes :

- les sujets naïfs ;
- les sujets qualifiés ;
- les experts.

#### **Protocole de l'analyse sensorielle (Dupas et Bellion, s. d.)**

Lors de cette analyse nous avons cherché à mesurer des préférences de plaisir. Nous avons donc opté pour un test hédonique en présence d'un jury naïf. C'est un test « consommateurs » qui nécessite donc l'interrogation de personnes n'ayant pas de connaissances particulières du miel.

Nous avons soumis ainsi les miels d'euphorbe à un panel constitué de 10 personnes, encadrées par un expert en analyses sensorielles ayant les compétences pour traduire les avis du panel en une description pragmatique du produit.

Les testeurs ont goûté les miels et ont répondu à un questionnaire qui leur a été fourni (annexe VIII). Les tests ont été effectués au sein de l'école supérieure des sciences de l'aliment et des industries alimentaire d'Alger.

### **2.8.3 Résultats et discussion**

#### **2.8.3.1 Analyses polliniques :**

Les observations des taxons botaniques permettent d'affirmer qu'il existe 13 espèces endémiques bien représentées dans le contenu pollinique des miels de la région d'EL Bayadh, parmi lesquelles trois sont à retenir comme "marqueurs". Il s'agit de:

- (1) Euphorbe /Euphorbia (Euphorbiaceae)26,67**
- (2) Chardon /Cirsium arvens (Asteracea)13,33**
- (3) Jujubier / Ziziphus sp (Rhamnaceae)6,67**

**Tableau 21:** Les types polliniques retrouvés dans les miels d'Euphorbe d'El Bayadh classés par dominance.

Pollens dominants (+ de 45 %)	Pollens d'accompagnement (15-45 %)	Pollens isolés (3-15 %)	Pollens rares (- de 3 %)
Euphorbe /Euphorbia (Euphorbiaceae)26,67	Euphorbe /Euphorbia	Chardon /Cirsium arvens	Apiaceae 6,67 Pissenlit/

Chardon /Cirsium arvens (Asteraceae)13,33 Jujubier / Ziziphus sp (Rhamnaceae)6,67	(Euphorbiaceae)26, 67 Chardon /Cirsium arvens (Asteraceae)26,67 Apiaceae 20 Soucis des champs /Calendula arvensis (Asteraceae)6,67 Harmel / Peganum harmala (Zygophyllaceae)13 ,33 Echium / Echium vulgare (Boraginaceae)6,67 Eucalytus /Eucalyptus globulus (Myrtaceae)6,67 Bruyère / Calluna vulgaris (Ericaceae)6,67 Moutarde des champs / Sinapis arvensis (Brassicaceae)6,67 Lavande / Lavandula sp (Lamiaceae)6,67 Origan /Origanum vulgaris (Lamiaceae)6,67	(Asteraceae)13,33 Apiaceae 20 Pissenlit/ Taraxanome officinale (Asteraceae)13,33 Jujubier / Ziziphus sp (Rhamnaceae)13, 33 Harmel / Peganum harmala (Zygophyllaceae)6, 67 Echium / Echium vulgare (Boraginaceae)6,6 7 Rosaceae 6,67	Taraxanome officinale (Asteraceae)13,3 3 Soucis des champs /Calendula arvensis (Asteraceae)20 Oxalis /Oxalis sp (Oxalidaceae)6, 67
--	--	---	--

Sur la base de notre étude, le miel d'EUPHORBE de la région d'El Bayadh nous semble suffisamment typique pour être labellisé sous des origines florales et géographiques.

Notre étude ainsi que celles menées par d'autres chercheurs (Haderbache et *al.*, 2013; Bettar et *al.*, 2019) a permis de spécifier avec une relative concordance les espèces polliniques dominantes généralement décrites dans le miel d'Euphorbe.

Des études chorologiques ont classé l'Euphorbe comme une espèce largement répandue dans les régions arides de la steppe d'Algérie (Habib et *al.*, 2020) .

### 2.8.3.2 *Caractéristiques physicochimiques*

2 caractéristiques ont été retenues : les taux d'humidité et HMF.

La fraîcheur d'un miel et son aptitude à la conservation sont déterminées par le taux en Hydroxyméthyl furfural (HMF). En effet, la dégradation des sucres, du fructose en particulier, entraîne la production d'Hydroxyméthyl furfural (HMF) (Bogdanov 2011b).

Les résultats que nous avons obtenus montrent que le taux d'humidité des miels d'euphorbe testés varie entre 14 et 16,5 avec une moyenne de 15,25 %, 50% des échantillons ont un taux d'humidité de 15,5 % (tableau 22).

Les taux d'HMF sont compris entre 4,19 et 22,45 mg/Kg, et une moyenne de 9,88 mg/Kg. Des taux bas d'humidité et d'HMF assurent de bonnes qualités de conservation, ce sont ainsi des caractéristiques contribuant à la qualité supérieure.

Il est intéressant de rappeler que l'ACP décrite précédemment dans la section 2.4.4. a permis de regrouper parfaitement tous les miels algériens d'Euphorbe selon les caractéristiques physico-chimiques communes présentées par ces échantillons qui peuvent être résumées par des valeurs inférieures des taux d'humidité, d'acide libre et d'activité de la phosphatase acide et par des valeurs supérieures pour les degrés Brix et des taux plus bas de taux de polyphénols totaux (extrait de miel), en comparaison avec des miels d'autres origines florales.

**Tableau 22:** Les valeurs du taux d'humidité et d'HMF dans notre étude et dans la littérature.

	<b>Taux d'humidité (%)</b>	Moy d' Autres études	<b>HMF (mg/Kg)</b>	Moy d' Autres études
Euphorbe	Moy : 15,25 Med : 15,5	14,76 (Haderbahe et <i>al.</i> , 2013) 18,50(Bettar et <i>al.</i> , 2019) 17,06 (Chakir et <i>al.</i> , 2016)	Moy : 9,88 Med : 8,60	2,81 (Haderbache et <i>al.</i> , 2013) 19,29 (Bettar et <i>al.</i> , 2019) 20,32(Chakir et <i>al.</i> , 2016)

### 2.8.3.3 Analyses sensorielles

La synthèse des résultats obtenus lors de l'analyse sensorielle nous ont permis d'établir une description des caractéristiques organoleptiques du miel d'euphorbe :

C'est un miel qui présente une couleur brune à marron foncé avec une texture liquide qui tend vers l'onctuosité et une cristallisation fine. Sa senteur est florale mais un goût faiblement amer en bouche et une sensation de chaleur au niveau du palais avec une finalité de picotement moyennement persistante mais non désagréable au niveau de la gorge. Note attribuée à ce miel est de 4,1/5.

### 2.8.3.4 Les données climatiques :

Les données climatiques de pluviométrie, de température ont été obtenues auprès de l'office national de météorologie.

Les précipitations caractérisent la balance climatique d'une région. Par leurs intensités, leurs fréquences et leurs irrégularités, les pluies ont une influence énorme sur le model climatique de la région.

Nous constatons que pour la période d'étude (2016-2017) les pluies annuelles variaient de 274.7 mm en 2016 à 157.8 mm en 2017.

**Tableau 23:** Précipitations mensuelles moyennes (P) de la région d'El Bayadh pour la période d'étude 2016-2017 -(Office national de météorologie).

Mois	Janv.	Fév.	Mars	Avril	Mai	Juin	Juillet	Aout	Sep.	Oct.	Nov.	Déc.
P (mm)	31,75	6,85	8,3	33,65	7,35	5,95	6,25	11,75	35,2	7	38	29,6

Les températures maximales ont été enregistrées durant les mois de juillet et aout et les minimales durant les mois de décembre et janvier (tableau 24).

**Tableau 24 :** Températures moyennes mensuelles pour la période 2016-2017 (Office national de météorologie).

2016-2017	Janv.	Fév.	Mars	Avr.	Mai	Juin	Juil.	Aout	Sep.	Oct.	Nov.	Déc.
Tmoy(°C)	5.6	8.55	5.05	14.55	20.15	24.2	28.15	27	21.55	16.7	9.1	5.25
M (°C)	10.95	14.15	16.15	21.3	27.05	31.45	35	33.9	28.5	23.15	14.8	9.95
m (°C)	-0.45	3.05	2.65	7.8	13.25	16.95	21.25	20.05	14.65	10.2	3.45	-3

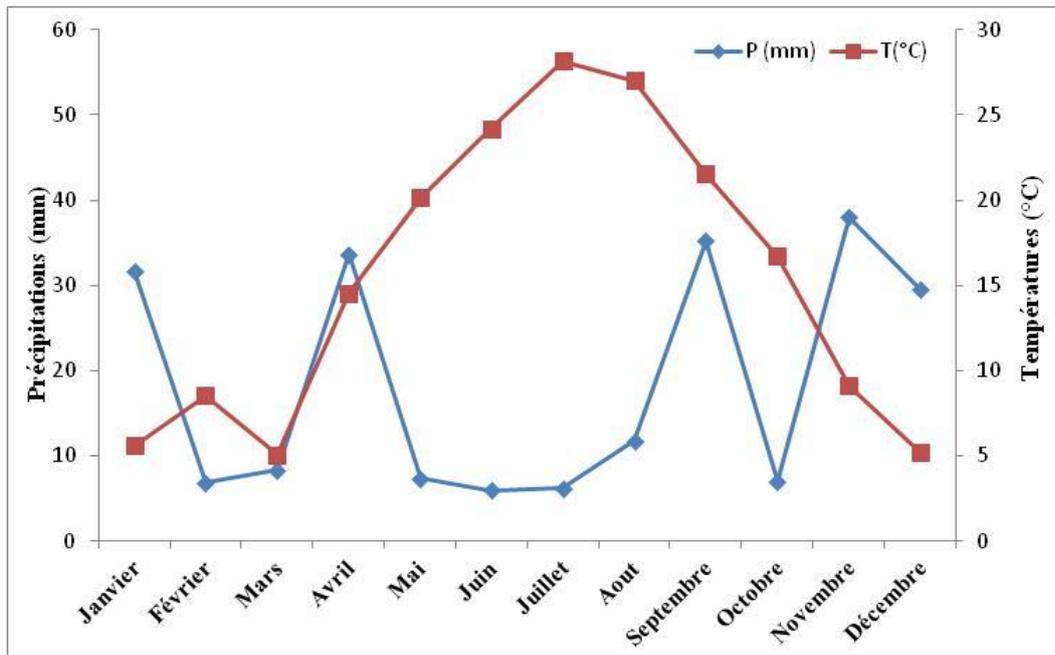
M : T° maximale ; m : T° minimale

#### ▪ Diagramme ombro-thermique de Bagnouls et Gausсен

Le diagramme ombro-thermique de BAGNOULS et GAUSSEN (1953) est une méthode graphique qui permet de mettre en évidence les périodes sèches et humides de l'année, où sont portés en abscisses les mois, et en ordonnées les précipitations (**P**) et les températures (**T**), avec  $P = 2T$ . Un mois est sec lorsque le total des précipitations P (mm) est égal ou inférieur au double de la température T (°C). Les mois secs sont donc définis, quand la courbe des précipitations est située au-dessous de celle des températures moyennes.

Une période sèche est une suite de mois secs, elle peut s'exprimer par ( $P < 2T$ ).

Ces données nous ont permis de réaliser le diagramme ombrothermique de Bagnouls et Gausсен de la région d'E Bayadh pour les 2 années de notre étude, représenté dans la figure 42 .



**Figure 42:** Diagramme ombrothermique de BAGNOULS et GAUSSEN pour la région d'EL Bayadh (Années 2016-2017).

#### Quotient pluviothermique d'Emberger :

Emberger (1955) a élaboré un quotient climatique désigné par Q2. Celui-ci comporte les éléments du climat qui sont prépondérants pour la végétation. Cet indice nous aide à définir les 5 types de climats méditerranéens du plus aride jusqu'à celui de haute montagne. (EMBERGER, 1955) Il se base sur le régime des précipitations et des températures et il s'exprime selon la formule suivante :

$$Q2 = \frac{2000 \times P}{M2 - m2}$$

**Q :** Quotient pluviométrique d'EMBERGER.

- **P** = pluviométrie annuelle en mm
- **M** = la moyenne des températures du mois le plus chaud en kelvin
- **m** = la moyenne des températures du mois le plus frais en kelvin

Les températures sont exprimées en degrés absolus [ $T^{\circ}K = T^{\circ}C + 273.2$ ]

Le quotient pluviométrique d'Emberger pour la région d'EL Bayadh a été calculé à partir des données climatiques issues de l'office national de météorologie (Alger) pour une période qui s'étale sur 14 années. La valeur de Q2 de la région d'El Bayadh est estimée à 25.72, ce qui classe la région dans la zone aride (figure 46).

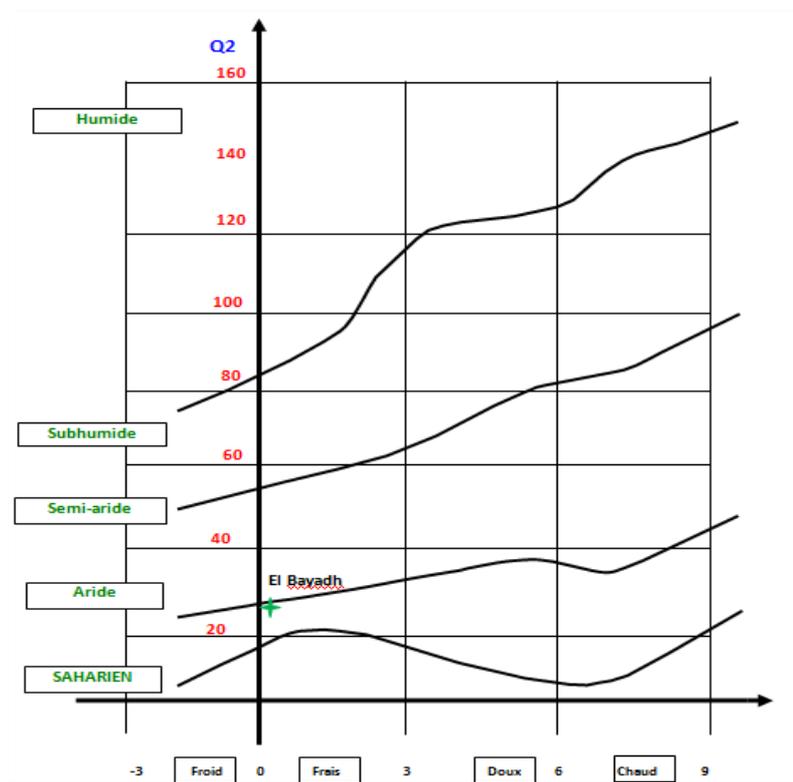


Figure 43: Situation de la région d'étude dans le Climagramme d'Emberger

## MODEL DE CAHIER DES CHARGES DE LABELLISATION D'INDICATION GEOGRAPHIQUE « MIEL DE d'EUPHORBE D'EL BAYADH »

Les apiculteurs signataires qui produiront le miel avec l'indication géographique « miel d'Euphorbe d'EL Bayadh » devront s'engager à suivre et à respecter les recommandations de ce présent cahier des charges durant toutes les étapes de l'élevage, de la production et du conditionnement.

Le non-respect des présentes dispositions entraînera, pour l'apiculteur-récoltant, le retrait du label IG.

### I. LE DEMANDEUR : .....

*Groupe ou Association d'apiculteurs de la région concernée*

### II. IDENTIFICATION DU PRODUIT

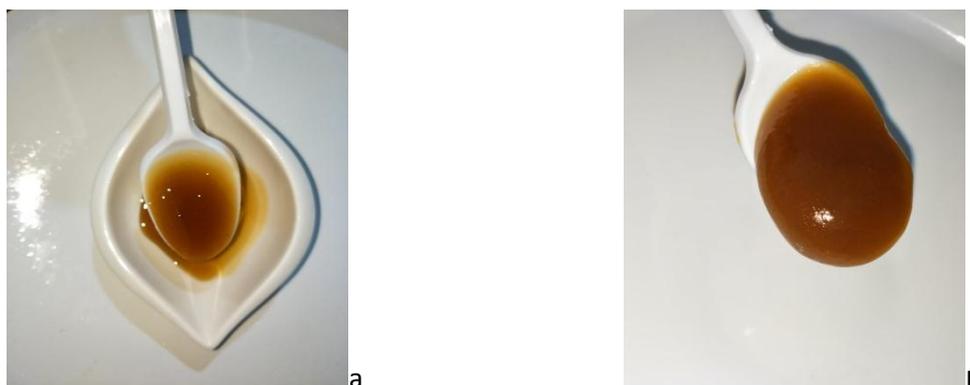
Le miel entrant dans le champ d'application est :

- Produit par des abeilles à partir du nectar d'Euphorbe récolté exclusivement dans la région d'EL Bayadh.

### III. DESCRIPTION DU PRODUIT :

#### 3.1. Aspect visuel :

Le miel d'Euphorbe se présente sous une couleur brun caramel à marron foncé avec une texture liquide qui tend vers l'onctuosité et une cristallisation fine (figure 42).



**Figure 44:** Photos montrant la couleur et l'aspect du Miel d'Euphorbe d'EL Bayadh  
a : aspect liquide ; b : cristallisation fine.

#### 3.2. Caractéristiques physico chimiques

- Teneur en humidité basse 16% pas plus de 17%
- Teneur en HMF inférieure à 5 mg/kg après extraction et décantation, et 15 mg/kg en fin de circuit de commercialisation (correspondant généralement à 36 mois depuis l'extraction).

#### 3.3. Caractéristiques méliissopalynologiques

##### Pollens dominants :

Euphorbe : Au moins 25%

##### Description botanique de l'Euphorbe

Nom systématique : Euphorbia bupleuroides Desf., 1797 :

Nom vernaculaire : Lebine (اللبينة)

Systematique

Embranchement : Spermaphytes

Sous-embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones

Sous-classe : Dialypétales

Famille : Euphorbiaceae

Sous-famille : Euphorbioideae

Tribu : Euphorbieae

Sous-tribu : Euphorbiinae

Genre : Euphorbia

Espèce : *Euphorbia bupleuroides*

L'Euphorbe est une plante vivace de 20-60 cm (figure 43), glabre et glauque, à souche épaisse  
-Tiges sous-ligneuses et nues à la base, dressées, portant souvent des ramuscules florifères sous l'ombelle

-Feuilles éparses, étalées-dressées ou réfléchies, coriaces, oblongues ou lancéolées, mucronées, entières.

- Ombelle à 5-15 rayons bifurqués

- Bractées arrondies en coeur, micronulées

- Glandes en croissant, à cornes courtes et obtuses

- Capsule de 3-4 mm

- Subglobuleuse, glabre, à sillons superficiels, à coques légèrement ridées

- Graines ovoïdes, grisâtres, lisses, caronculées.

**Ecologie :** Lieu secs et arides

**Floraison :** Mai à Juillet



a



b

**Figure 45:** Illustrations représentant *Euphorbia bupleuroides*  
a : Différentes parties de la plante. b : La fleur (<https://api.tela-botanica.org/donnees/coste/2.00/img/3236.png>)

#### **Pollens d'accompagnements.**

- (1) Chardon / *Cirsium arvens* (Asteraceae)
- (2) Jujubier / *Ziziphus* sp (Rhamnaceae)
- (3) Soucis des champs / *Calendula arvensis* (Asteraceae)
- (4) Harmel / *Peganum harmala* (Zygophyllaceae)
- (5) Echium / *Echium vulgare* (Boraginaceae)

#### **Pollens isolés**

- (6) Pissenlit/ *Taraxanome officinale* (Asteraceae)
- (7) Eucalytus / *Eucalyptus globulus* (Myrtaceae)
- (8) Bruyère / *Calluna vulgaris* (Ericaceae)
- (9) Moutarde des champs / *Sinapis arvensis* (Brassicaceae)

- (10) Lavande / Lavandula sp (Lamiaceae)
- (11) Origan /Origanum vulgare (Lamiaceae)
- (12) Oxalis /Oxalis sp (Oxalidaceae)

#### **3.4.Caractéristiques organoleptiques :**

*La senteur du miel d'Euphorbe d'EL Bayadh est florale avec un goût agréable, faiblement amer en bouche et une sensation de chaleur au niveau du palais avec une finalité de picotement moyennement persistante mais non désagréable au niveau de la gorge.*

#### **IV. DELIMITATION DE L'AIRE GEOGRAPHIQUE :**

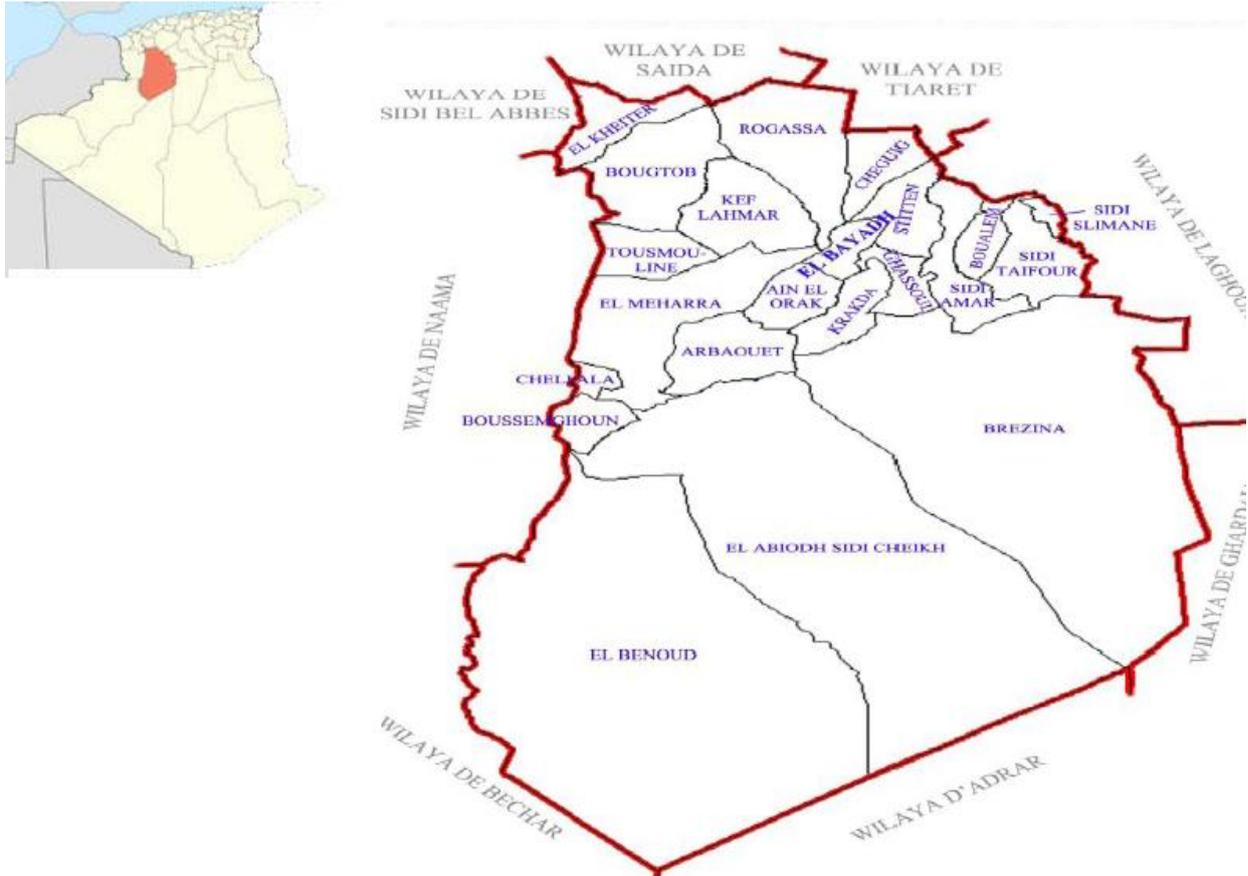
*L'aire de production correspond à l'aire au sein de laquelle les apiculteurs doivent poser les ruchers pour la production du miel d'Euphorbe d'EL Bayadh*

*Toutes les autres opérations (extraction et conditionnement) peuvent se faire à l'extérieur de la zone.*

La Wilaya d'EL Bayadh est comprise entre les parallèles 30° 42'et 34° 28' de l'altitude Nord et entre les méridiens de longitude 0° 24' à l'Ouest fuseau 30 et 2° 16' à l'Est fuseau 31 (figure 46).

Elle s'étend sur une superficie de 71 697 km<sup>2</sup>, soit 3 % du territoire national. Elle s'étend du Chott Echergui à l'Erg Occidental et est dominée par les trois monts du djebel Amour de la chaîne Atlas Saharien, le Boudergua 1873 mètres, El Ouastani 1878 mètres et le grand Ksel avec 2008 mètres (ANDI, 2013).

- Au nord, par les wilayas de Saïda et de Tiaret ;
- A l'est, par les wilayas de Laghouat et de Ghardaïa ;
- Au sud-est, par la wilaya d'Adrar ;
- Au sud-ouest, par la wilaya de Béchar ;
- A l'ouest, par la wilaya de Naâma ;
- Au nord-ouest, par la wilaya de Sidi Bel Abbès.



**Figure 46:** Situation géographique de la wilaya d'EL Bayadh  
(Source :ANDI, 2013).

La Wilaya d'El Bayadh est constituée aussi de (03) zones distinctes qui sont (Larbi, **2014**) :

**La zone des Hautes Plaines (8778 Km<sup>2</sup>) :**

Les Hautes Plaines composées de 06 communes : Bougtob - El Kheiter -Toussmouline - Rogassa - Kef Lahmar - Cheguig et une partie de Mehara.

**La Zone de l'Atlas Saharien (11846 Km<sup>2</sup>) :**

L'Atlas Saharien composé de 13 communes : El Bayadh - Boualem - Sidi Amar -Sidi Taïfour - Sidi Slimane - Stitten - Ghassoul - Krakda - Aïn El Orak - Arbaouet -Chellala - Mehara et Boussemghoun.

**La Zone Pré- Saharienne (51073 Km<sup>2</sup>) :**

La Prés - Saharienne est constituée de trois communes qui sont :Brezina - El Abiodh Sidi Cheikh et Bnouid.

**V. DESCRIPTION DE LA METHODE D'OBTENTION DU PRODUIT :**

**Cette section décrit les étapes de production ainsi que les bonnes pratiques**

**Étape 1:** Emplacement des ruchers

Dans les limites territoriales de la wilaya d'EL Bayadh

La transhumance consiste à placer les ruches en production sur des sites placés à proximité des plantes à exploiter.

Avant de transhumer l'apiculteur s'assure que les hausses sont vides et propres.

Les ruchers doivent être placés pendant la période de floraison de l'Euphorbe (Mai à juillet)

Les précautions doivent être prises pour limiter les effets du stress lors du déplacement des ruchers, transport nocturne, véhicule adapté)

Les traitements acaricides ou autre sont interdits durant la période de production.

Le nourrissage n'est autorisé qu'en période où les ressources sont absentes et strictement interdit pendant la miellée.

#### **Etape 2:** Récolte des hausses

Récolté à maturité et lorsque les  $\frac{3}{4}$  des alvéoles des cadres sont operculées.

#### **Etape 3:** Extraction du miel

Manuelle ou mécanique

Après la désoperculation, le miel est extrait des alvéoles par centrifugation.

Le miel extrait passe à travers des tamis afin d'en retirer les particules de cire d'abeilles les plus grossières.

Le miel est ensuite conservé pour une période plus ou moins longue en maturateurs afin d'avoir une décantation, favorisant la remontée de particules ou débris plus fins ou de bulles d'air.

Ces opérations se font à température ambiante (22 à 25°C).

Les locaux sont ventilés, exempts d'humidité.

#### **Etape 4:** Stockage du produit extrait

Le miel est stocké dans des récipients à usage alimentaire, propres, hermétiquement clos.

Afin d'éviter et de ralentir la production d'HMF, le miel est stocké à température constante de maximum 20°C.

Le miel est stocké soit en chambre froide ( $T^{\circ} \leq 4^{\circ}\text{C}$ ), soit en chambre tempérée voire climatisée (température stable toute l'année ; maximum toléré 20°C).

#### **Etape 6 :** Conditionnement en pot et étiquetage

Le miel d'Euphorbe est exclusivement conditionné en pots de verre.

Les verres sont stockés chez l'apiculteur à l'abri de toute contamination.

La DLUO maximum est fixée à 24 mois après la date de mise en pot pour une conservation à température ambiante.

Elle est indiquée sur les étiquettes.

La durée de vie maximum est de 42 mois après l'extraction.

Tout au long du processus d'extraction et de conditionnement, des mesures sont prises pour ne pas élever ce taux d'humidité tel que décrit dans les étapes 2, 3 et 4 et il est recommandé d'utiliser des appareils de mesure des températures et d'humidité.

## **VI. LA TRAÇABILITE**

La traçabilité du produit est maîtrisée grâce à l'identification des emplacements, du miel extrait et des différents contenants (maturateurs, fûts, pots).

L'apiculteur doit tenir une documentation permettant à l'organisme chargé du contrôle de vérifier la traçabilité du produit ainsi que le respect des bonnes pratiques (tableau 25).

**Tableau 25:** Les indicateurs permettant la traçabilité

Etape de production	Informations permettant la traçabilité	Documents
Identification des opérateurs IG	Nom, adresse, nombre de ruches, localisation de la miellerie et du siège d'exploitation	Déclaration d'identification
Installation des ruches	Nom du rucher par son emplacement, nom, numéro	Déclaration d'emplacement des ruchers.
Récolte des hausses Extraction du miel	Nom du rucher par son emplacement, nom, numéro Méthode de récolte	Cahier de miellerie ; il est également préconisé l'utilisation des techniques d'information et de communication (GPS, puces électroniques)
Stockage (maturateur ou fûts)	Nom du rucher par son emplacement, nom, numéro Date d'extraction ou DLUO Quantité extraite Teneur en eau du miel Attribution d'un n° de lot Récipient (fût ou maturateur) identifié avec un numéro de lot	
Conditionnement	Numéro de lot Attribution de la DLUO Nombre d'unités conditionnées par type de conditionnement (1Kg, 500g,...)	
Vente (en gros)  Vente (au détail) Etiquetage (apiculteur ou conditionneur)	Numéro de lot  Quantité étiquetée sous IG	Cahier de comptabilité

## VII. ELEMENTS JUSTIFIANTS LE LIEN AVEC LE MILIEU GEOGRAPHIQUE

### 6.1. Spécificité de l'aire géographique

La zone du « miel d'Euphorbe d'EL Bayadh » se caractérise par une identité alliant un climat, une géologie, une végétation et des facteurs humains qui constituent la spécificité de cette zone.

#### Relief

La Wilaya d'El Bayadh est constituée aussi de (03) zones distinctes qui sont (Larbi, **2014**) :

#### ✓ La zone des Hautes Plaines:

Les altitudes varient entre 900 m à 1.400 m à Hassi Ben Hadjam (Mehara). Cette zone se caractérise par la faiblesse et l'irrégularité des précipitations, la gelée (40 à 60 jours) et la

présence de vents chauds (sirocco) avec des périodes sèches. Sur le plan bioclimatique, cette zone fait partie de l'étage aride frais.

✓ **La Zone de l'Atlas Saharien :**

Elle présente une situation bioclimatique (semi-aride froide) relativement plus avantageuse par rapport à celle de la partie Saharienne de la Wilaya bénéficiant de l'apport en eau et alluvions provenant des sommets et versants des reliefs montagneux dont les altitudes varient entre 1300 mètres et 2000 mètres (2008 m Djebel Ksel à l'Ouest de la localité de Stitten). Les précipitations sont relativement plus importantes par rapport aux autres zones l'Hiver et plus rigoureux et l'enneigement dépasse 10 jours par an.

✓ **La Zone Pré- Saharienne:**

Partie la plus désavantagée, elle représente la superficie la plus importante de la Wilaya (71 % de la superficie totale)

### Géomorphologie

Trois formes physiographiques importantes se dégagent en liaison avec la structure géologique et la nature des roches qui constituent le substratum géologique :

✓ **Les djebels, collines et sommets** qui constituent essentiellement l'Atlas saharien sont issus de l'évolution d'un relief plissé, formé par la succession spatiale plus ou moins régulière de bombements convexes (anticlinaux) et de creux concaves (synclinaux).

✓ **Les surfaces plus ou moins planes.**

Ces surfaces correspondent aux glacis, qu'ils soient d'accumulation ou de dénudation, qui entourent les montagnes. Cette forme de relief résulte de plusieurs conditions de formation telle la pente raide des djebels, l'évacuation des déblais sur le glacis et l'absence d'une érosion linéaire bien marquée.

✓ **Les dépressions**

On distingue deux formes de dépressions: les dayates et les chotts.

Les dayates sont des dépressions circulaires de faibles dimensions (quelques dizaines de mètres). Elles se forment surtout au niveau des hauts glacis (surface Moulouyenne) par un phénomène de dissolution de l'épaisse croûte calcaire.

Les chotts (chott Chergui), d'altitude moyenne (1000 m), vaste système endoréique du Quaternaire moyen, couvre plusieurs dizaines de Km<sup>2</sup> où s'accumulent les eaux de ruissellement salées. La zone centrale, la plus basse, est sans végétation à cause de la salure trop élevée (Chouireb, 2018).

### Les sols :

Les sols de la région sont le plus souvent peu profonds. Ils contiennent de faibles teneurs en matières organiques. Ils sont peu évolués, désignés par sols steppiques isohumiques et sierozem. Ces caractères sont l'expression d'une grande vulnérabilité vis-à-vis des changements naturels ou induits par l'homme ce qui explique les difficultés à réparer les dommages causés dans ces milieux (Chouireb, 2018).

## Le climat

### ➤ Précipitations

Les précipitations moyennes annuelles d'El Bayadh varient d'une année à l'autre. Cette variation est principalement caractérisée par une irrégularité des pluies. En effet, on constate que pour la période d'étude (2016-2017) les pluies annuelles variaient de 274.7 mm en 2016 à 157.8 mm en 2017. Les précipitations sont relativement plus importantes en hiver et en automne (valeur maximale ne dépassant pas 36mm) mais demeurent très faibles en saison sèche.

### ▪ Les températures

Le régime des températures est très influencé par l'altitude car celle-ci renforce les gelées d'hiver mais aussi adoucit les températures d'été. L'analyse de la moyenne mensuelle des maxima montre que les mois plus chauds s'étalent de Juin à Septembre, le maximum est atteint au mois de Juillet avec 35.3°C. La moyenne mensuelle des minima montre que Décembre et Janvier sont les mois les plus froids avec respectivement -3°C, -0°C (tableau 24). Le diagramme ombrothermique de Bagnouls et Gaussens de la région d'EL Bayadh pour les 2 années de notre étude est représenté dans la figure 42. Ce graphe identifie deux différentes périodes sèches : la première longue et s'étend du mois d'avril jusqu'à la mi-octobre, quant à la deuxième période plus courte s'étale sur un mois et demi de mi-février jusqu'au mois de mars. La période humide est très courte, dure uniquement quatre mois, elle commence à partir du mois d'octobre jusqu'à février.

A partir de l'étude des données climatiques de la région, nous pouvons constater que la région d'EL Bayadh se situe dans l'étage bioclimatique de végétation aride à hiver frais (Figure 43).

### La végétation

La région d'EL Bayadh est caractérisée par une végétation naturelle conditionnée par le milieu naturel. Le climat sévère et le sol pauvre offrent une formation végétale basse ouverte à des conditions climatiques sévères. Les écosystèmes steppiques ont une vocation essentiellement pastorale. Ils connaissent aujourd'hui une forte tendance à la dégradation qui se traduit par la réduction du potentiel biologique et la rupture des équilibres écologiques et socioéconomiques.

Du point de vue communautés végétales, les principales unités sont dominées par les parcours à *Stipa tenacissima* (alfa) dégradé, les parcours à *Lygeum spartum* (sparte), les plantations à *Atriplex canescens* (gtaf) et les groupements à *Arthrophytum scoparium* (Saligne à balai remth) (Chouireb, 2018).

La région d'EL Bayadh est une zone intégrée dans le circuit de transhumances des apiculteurs.

### 6.2. Spécificité du produit

La spécificité du « Miel d'Euphorbe d'EL Bayadh » est liée à une typicité florale caractéristique de l'aire géographique, qui est présente dans le spectre pollinique de toute la

gamme des miels produits dans l'aire géographique. ( Euphorbe /Euphorbia (Euphorbiaceae) ;Chardon /Cirsium arvens (Asteracea) et Jujubier / Ziziphus sp (Rhamnaceae) sont les marqueurs les plus caractéristiques présents dans région. Ils s'accompagnent des Soucis des champs /Calendula arvensis (Asteraceae) ; Harmel / Peganum harmala (Zygophyllaceae) et Echium / Echium vulgare (Boraginaceae) qui viennent marquer la plupart des miels en tant que pollen dominant ou d'accompagnement.

### **6.3. Lien causal entre l'aire géographique et la qualité ou les caractéristiques du produit**

*La spécificité de l'IG « Miel d'EUPHORBE D'EL BAYADH » repose sur une combinaison de facteurs naturels et humains.*

- *Un lien historique: une production qui s'inscrit dans l'histoire de la région*
- *Un lien naturel: une géographie qui façonne une gamme spécifique de miels*
- *Un lien basé sur la réputation*

## **VIII. STRUCTURES DE CONTROLE :**

*Laboratoires accrédités par l'organisme algérien d'accréditation ALGERAC et par le ministère de l'agriculture et du développement durable.*

## **IX. ETIQUETAGE**

En plus des mentions réglementaires obligatoires :

- Identification du producteur, numéro de lot, date de production, poids, DLUO, conditions de conservation

L'étiquetage des produits sous IG « Miel d'Euphorbe d'EL Bayadh» devra comporter:

- La dénomination de l'IG: «MIEL D'EUPHORBE D'EL BAYADH» ;
- Le nom et l'adresse de l'organisme de contrôle précédé de la mention « certifié par » ;
- Le logo IG.

### **2.8.4 Conclusion**

L'apiculture représente une activité d'appoint pour de nombreux producteurs et l'Algérie dispose d'atouts naturels considérables. C'est la raison pour laquelle plusieurs projets de relance économique ont misé sur le développement de cette filière.

La mise en œuvre d'une démarche de qualité intégrant tous les maillons de la chaîne et la mise en place d'un cahier des charges visant l'identification de la qualité garantit et assure au produit une valeur supérieure. Cela garantit également le respect des bonnes pratiques apicoles et devrait intégrer la prise en compte des aspects environnementaux par les producteurs.

L'instauration d'un tel label confère au produit une valeur ajoutée qui aura un effet économique positif aussi bien sur le producteur qu'à l'échelle locale, nationale et internationale.

Parmi les raisons qui pourraient expliquer le retard de la démarche de labellisation les coûts très peu supportables par les producteurs et qui devront être pris en charge par les autorités locales et nationales.

Ils concerneront principalement:

- Les équipements/infrastructures de stockage/conservation, transport
- La formation des apiculteurs, création de centres de formation
- Les actions de promotion,
- La mise en place d'aide financière sous forme de crédits adaptés à la filière.

Ces résultats ont permis de constituer un cahier des charges pour l'établissement de la marque Miel d'Euphorbe d'EL Bayadh. Cette méthode offre une garantie pour suivre la production et assurer un contrôle des fraudes efficace.

Une telle démarche nous semble, en outre, applicable dans la détermination d'appellation d'indication géographique ainsi que d'origine protégée pour d'autres régions de notre pays tel que le miel de jujubier de Djelfa.

La mise en place de références de qualité « LABEL » sur le miel créera une image de marque positive pour le miel de la région, renforcera sa valeur ajoutée et satisfera l'évolution des besoins des consommateurs.

### 3. Conclusion générale et perspectives

Evaluer la qualité d'un produit alimentaire reste un travail complexe tant la qualité est un concept multidimensionnel avec des aspects, empiriques pour certains plus abstraits pour d'autres et ceci est d'autant plus vrai lorsque ce produit est le miel.

Les objectifs généraux de la présente étude étaient les suivants : contribuer à accroître les connaissances actuelles sur la qualité des miels algériens, leur composition chimique ainsi que leur activité antioxydante et antimicrobienne, évaluer l'impact de l'origine de la région climatique sur la qualité des miels algériens, confirmer la supériorité qualitative des miels locaux par rapports à ceux importés et valoriser les miels des apiculteurs algériens par la proposition d'un cahier des charge pour un label de qualité.

Ainsi, 65 échantillons de miels collectés en Algérie et 15 miels importés ont été étudiés et leurs propriétés et composition analysées.

Dans un premier temps, des miels algériens de différentes origines florales et climatiques ont été comparés se basant sur les paramètres légaux internationaux reconnus du codex et de la législation européenne. Ceci a permis de mettre en évidence l'effet de l'origine climatique sur certains paramètres notamment sur le taux d'humidité et d'HMF. En effet, même si 89 % des échantillons étaient globalement conformes aux normes, la moyenne du taux d'humidité trouvée est de 16,91% pour les miels issus des régions humides et subhumides et de 15,80% pour ceux des régions arides et semi-arides. De même les taux d' HMF des miels des régions humides et subhumides sont en moyenne plus élevés (moyenne = 30,72 mg/Kg), comparativement à ceux des régions arides et semi-arides (moyenne = 10,61 mg/Kg). Une différence significative pour ces deux principaux paramètres a été enregistrée entre les deux groupes.

Dans un deuxième temps nous avons comparé entre les miels locaux et importés en nous basant sur 17 paramètres physicochimiques abordant divers aspect, tel que les propriétés anti-oxydante, les composés phénoliques, les enzymes, ce qui a permis de confirmer la qualité des miels algériens puisque cette fois ci 80% étaient conformes aux différentes normes des paramètres testés alors que seulement 21,4% des miels importés étaient en accord avec les législations actuelles. 13,3 % des miels algériens étaient hors norme pour l'HMF et l'activité diastasique contre respectivement 42,8 % et 71,4% des miels importés, la même observation a été constatée pour l'invertase (20% contre 42,9%).

L'étude melissoplaunologique a montré que 59,9% des miels Algériens monofloraux respectaient l'origine florale étiquetée et 50% des miels importés avait une origine florale conforme .Les pollens dominants dans les miels locaux des régions humides et subhumides étaient ceux d'eucalyptus et de citrus et dans les régions arides et semi-arides ceux d'Euphorbe et de Jujubier.

L'analyse de l'activité antibactérienne des miels a révélé que les miels algériens avaient globalement un diamètre d'inhibition plus élevé pour les trois souches testées *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* ; respectivement (13,8cm ; 14,5 cm; et 6,5cm) pour les miels locaux, contre (4,7cm ; 3,0cm et 2,7cm) pour les miels importés.

L'utilisation de la méthode rapide et innovante de détection d'adultération, le rapidRAW test, a révélé qu'il était possible de distinguer entre un sirop de sucre synthétique et du miel mais cette méthode a montré des limites puisqu'elle n'a pas permis de mettre en évidence les échantillons en partie adultérés.

A l'issue de notre étude nous avons pu prouver la supériorité qualitative des miels produits en Algérie par rapport à ceux importés, nous avons également démontré la qualité supérieure des miels des zones arides et semi-arides par rapport à ceux issus des régions humides et subhumide et nous avons lié cela à deux paramètres physicochimiques en particulier que sont le taux d'humidité et d'HMF.

Les miels algériens méritent une prise en charge tant sur le plan réglementaire que par l'organisation de la profession.

Ceci nous amena à proposer un modèle pour un cahier des charges pour la labellisation des miels d'Euphorbe d'El Bayadh en nous appuyant sur nos résultats relatifs au triptyque indispensable dans une telle démarche : caractéristique physicochimique, identification pollinique et analyses sensorielles.

Les contributions à la recherche les plus pertinentes du point de vue de notre problématique sont le large spectre de paramètres testés, l'évaluation d'un test rapide innovant dans le dépistage des miels adultérés et le cahier des charges pour la labellisation proposé.

Ce travail est le début d'un processus de recherche qui devra être complété par des études visant à la caractérisation des miels monofloraux algériens, et notamment l'aspect caractérisation sensorielle afin d'établir des fiches descriptives des paramètres organoleptiques des miels d'eucalyptus de thym et de romarin.

D'autres produits de la ruche notamment la propolis et la gelée royale déjà connus dans la pharmacopée traditionnelle sont de plus en plus utilisés par les consommateurs en tant que complément alimentaires, ces produits mériteraient que l'on s'intéresse davantage à leurs caractéristiques, leurs effets ainsi que leur mode d'utilisation.

### **3.1 Recommandations**

Force est de constater que la filière apicole est en retard en général par rapport à d'autres du domaine agro-alimentaire sur l'identification des produits, l'identification des liens entre leurs caractéristiques internes et leur origine géographique, l'analyse des préférences des consommateurs. Pour que l'apiculture en Algérie puisse être considérée comme un secteur d'activité à part entière et pour que ses produits puissent affronter la concurrence à la fois des miels d'importation et des autres produits alimentaires, un travail conséquent reste à faire dans trois directions principales qui sont :

- La mise en place d'une réglementation algérienne définissant les caractéristiques physicochimiques et polliniques des miels.
- L'amélioration des connaissances en physiologie et en génétique des abeilles afin d'élucider les raisons de baisse de la productivité mellifères des espèces locales
- L'amélioration des connaissances en espèces botaniques mellifères afin d'optimiser les potentialités des régions apicoles.

Ainsi, et au vu des conclusions de l'étude, les recommandations suivantes sont proposées :

-Sur la base des potentiels identifiés des miels Algériens, les efforts de développement de l'apiculture devraient se concentrer en premier lieu sur les régions arides et semi arides des régions de Djelfa, El Bayadh et dans les régions humides et subhumides de la Mitidja.

-Pour améliorer le faible niveau de production de miel local il faut organiser la filière de manière à faciliter l'accès à l'approvisionnement en essaims, ruches, et autres équipements apicoles.

-Reformer l'enseignement des vétérinaires professionnels en enrichissant la formation relative à la gestion des colonies des abeilles, l'utilisation des traitements vétérinaires et la sauvegarde des espèces locales.

-L'élaboration d'un guide de bonnes pratiques apicoles permettra aux producteurs d'appliquer les procédés appropriés à toutes les étapes de production du miel de la récolte, l'extraction le traitement et le stockage et sera un préalable à la labellisation.

-Face à la menace d'effondrement des colonies d'abeilles à cause des prédateurs tel que le frelon asiatique, de parasites tel que le varroa ou d'empoisonnement par les pesticides utilisés en agriculture, une sensibilisation à des informations scientifiques facilement accessibles, et des méthodes de surveillance et de prévention approuvées doivent être à disposition des apiculteurs par des campagnes de vulgarisation, des stages pratiques dans les exploitations, et des journées de terrain.

- Les apiculteurs amateurs également devraient être encouragés à participer à l'apiculture moderne en bénéficiant de soutiens par la formation, et par l'accès aux services de crédit orientés aux technologies apicoles modernes à travers des projets soutenus par les institutions nationales officielles telles que les instituts des techniques d'élevage et les centres de recherche.

-Définir des méthodes de l'analyse physicochimiques et pollinique de référence afin que les résultats obtenus par différents laboratoires soient facilement comparables.

-Protéger le miel algérien en imposant des normes de qualité minimales obligatoires aux miels importés.

-Designer et équiper des laboratoires régionaux et nationaux de référence spécialisés dans les différentes techniques d'analyses des produits de la ruche.

- Encourager les formes d'organisation entre producteurs et avec les pouvoirs publics, pour favoriser les démarches de coopération dans l'établissement et la garantie de critères de qualité dans un objectif de développement général de la filière.

-Encourager l'organisation de concours nationaux de miels, pour inciter les apiculteurs amateurs et professionnels à œuvrer pour l'amélioration de la qualité de leurs produits.

## Liste des références Bibliographiques

- Abu-Tarboush, H. 1993. Floral-Type Identification and Quality Evaluation of Some Honey Types. *Food Chemistry* 46 (1): 13-17. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(93\)90068-Q](https://doi.org/10.1016/0308-8146(93)90068-Q).
- Achouri, M. Y., M. A. Selkaa, A. Chenafaa, S. Brahimia, M. A. Messafeura, H. Toumi. 2019. Teneur en 5-hydroxyméthylfurfural (HMF) dans les miels du Nord-Ouest de l'Algérie. *Toxicologie Analytique & Clinique* (2019) 31, 100—105. <https://doi.org/10.1016/j.toxac.2019.03.001>
- Acquarone, C., B. Pilar, et E. Beatriz. 2007. Pattern of PH and Electrical Conductivity upon Honey Dilution as a Complementary Tool for Discriminating Geographical Origin of Honeys. *Food Chemistry* 101 (2): 695-703. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.01.058>.
- Afoakwa, E.O., F.S. Takrama, J. Quao, A.S. Budu et F.K. Saalia. 2012. Changes in total polyphenols, o-diphenols and anthocyanin concentrations during fermentation of pulp pre-conditioned cocoa (*Theobroma cacao*) beans. *International Food Research Journal*, 19(3), 1071-1077.
- Agence nationale d'aménagement du territoire. 2004. Carte bioclimatique d'Algérie. In <https://www.researchgate.net>. Consulté en Avril 2020.
- Agence nationale de développement et de l'investissement ANDI. 2013. Monographie de la wilaya d'EL Bayadh. <http://www.andi.dz/PDF/monographies/Bayadh.pdf>. Consulté en Mai 2020.
- Aghrab, A. 2005. Une méthodologie pour caractériser le climat et la sécheresse d'une région. Editions Le Manuscrit. Paris. 50p.
- Ahmed, M. 2012. In Vitro Synergistic Antibacterial Activity of Natural Honey Combined with Curcuma Starch and Their Correlation with Diastase Number, Flavonoid and Polyphenol Content. *Journal of Plant Pathology & Microbiology* 04 (01). <https://doi.org/10.4172/2157-7471.1000152>.
- Ajibola, A., P. C. Joseph et H. E. Kennedy. 2012. Nutraceutical Values of Natural Honey and Its Contribution to Human Health and Wealth. *Nutrition & Metabolism* 9 (1): 61. <https://doi.org/10.1186/1743-7075-9-61>.
- ALabdeen, M., Z. Suzan, I. T. Mohammed, A. Z. Badawi, S. Babeker, M. Hazeim, M. Abedel Rahim et A. G. K. Elrasheed. 2009. Identification and Quantification of 5-Hydroxymethyl Furfural HMF in Some Sugar-Containing Food Products by HPLC. *Pakistan Journal of Nutrition* 8 (9): 1391-96. <https://doi.org/10.3923/pjn.2009.1391.1396>.
- Al-Khalifa, A.S. et I.A. Al-Arif. 1999. Physicochemical Characteristics and Pollen Spectrum of Some Saudi Honeys. *Food Chemistry* 67 (1): 21-25. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00096-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00096-5).
- Allal, M. 2014. La filière apicole en Algérie - Agriculture - [www.leconews.com](http://www.leconews.com). Consulté en Mars 2020.
- Alonso-Torre, S.R., M.M. Cavia, M.A. Fernández-Muiño, G. Moreno, J.F. Huidobro et M.T. Sancho. 2006. Evolution of Acid Phosphatase Activity of Honeys from Different Climates. *Food Chemistry* 97 (4): 750-55. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.06.010>.
- Al-Rahbi, B., Z. Rahimah, O. Zahiruddin, H. Asma, M. I. Zul Izhar et M. Sangu. 2014. Tualang Honey Supplement Improves Memory Performance and Hippocampal Morphology in Stressed Ovariectomized Rats. *Acta Histochemica* 116 (1): 79-88. <https://doi.org/10.1016/j.acthis.2013.05.004>.

- Alvarez-Suarez, J. M. 2010. Antioxidant and Antimicrobial Capacity of Several Monofloral Cuban honeys and their correlation with color, polyphenol content and other chemical compounds. *Food and Chemical Toxicology*, 10.
- Alvarez-Suarez, J. M., F.Giampieri, M.Cordero, M.Gasparrini, T. Y.Forbes-Hernández, L.Mazzoni, S.Afrin, et al., 2016. Activation of AMPK/Nrf2 Signalling by Manuka Honey Protects Human Dermal Fibroblasts against Oxidative Damage by Improving Antioxidant Response and Mitochondrial Function Promoting Wound Healing. *Journal of Functional Foods* 25 (août): 38-49. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2016.05.008>.
- Al-Waili, N. S. 2003. Intravenous and Intrapulmonary Administration of Honey Solution to Healthy Sheep: Effects on Blood Sugar, Renal and Liver Function Tests, Bone Marrow Function, Lipid Profile, and Carbon Tetrachloride-Induced Liver Injury. *Journal of Medicinal Food* 6 (3): 231-47. <https://doi.org/10.1089/10966200360716652>.
- Al-Waili, N. S. 2004a. Natural Honey Lowers Plasma Glucose, C-Reactive Protein, Homocysteine, and Blood Lipids in Healthy, Diabetic, and Hyperlipidemic Subjects: Comparison with Dextrose and Sucrose. *Journal of Medicinal Food* 7 (1): 100-107. <https://doi.org/10.1089/109662004322984789>.
- Al-Waili, N. S. 2004b. Investigating the Antimicrobial Activity of Natural Honey and Its Effects on the Pathogenic Bacterial Infections of Surgical Wounds and Conjunctiva. *Journal of Medicinal Food* 7 (2): 210-22. <https://doi.org/10.1089/1096620041224139>.
- Al-Waili, N. S., S.Khelod, G. Butler et A. A. Al Ghamdi. 2011. « Honey and Microbial Infections: A Review Supporting the Use of Honey for Microbial Control ». *Journal of Medicinal Food* 14 (10): 1079-96. <https://doi.org/10.1089/jmf.2010.0161>.
- Al-Waili, N.S., S.Khelod, A. Al-Ghamdi et M. J. Ansari. 2012. Antibiotic, Pesticide, and Microbial Contaminants of Honey: Human Health Hazards. *The Scientific World Journal* 2012: 1-9. <https://doi.org/10.1100/2012/930849>.
- Alzahrani, H. A., R. Alsabehi, L. Boukraâ, F. Abdellah, Y. Bellik et A.Balkees. 2012. Antibacterial and Antioxidant Potency of Floral honeys from different botanical and geographical origins. *Molecules* 17 (9): 10540-49. <https://doi.org/10.3390/molecules170910540>.
- Andry, M. H. 2012. Analyses polliniques en vue de la création des référentiels commerciaux des miels malgaches : Cas des miels de litchi. Thèse. Université d'Antananarivo, Madagascar.
- Anklam, E. 1998. A Review of the Analytical Methods to Determine the Geographical and Botanical Origin of Honey. *Food Chemistry* 63 (4): 549-62. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00057-0](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00057-0).
- Anonyme. 2014. La labellisation des produits agricoles et Halieutiques Réseau des initiatives agroécologiques au Maroc (RIAM) - Projet Programme d'Accompagnement de Porteurs de Projets en Agroécologie (PAPPA). In <http://reseauiam.org>. Consulté en Mars 2020.
- Anonyme. Cahier des charges IGP « Miel des Cévennes ». 2014. Cahier des charges approuvé par la commission permanente du comité national des indications géographiques. In <https://extranet.inao.gouv.fr/fichier/CDCJambondeLacauneV1.pdf>. Consulté en Janvier 2021.
- Anonyme. 2017. Climat Algérie: Pluviométrie, Température moyenne Algérie, diagramme ombrothermique pour Algérie - Climate-Data.org <https://fr.climate-data.org/afrique/algerie-164/>. Consulté en septembre 2017.

- Apimondia Regional Commission of the Americas and the Apimondia Scientific Commission of Beekeeping Economy. 2020. Evaluation of the direct economic impact of decreasing prices of honey on the main honey export countries of the Americas. In <https://www.apimondia.com>. Consulté en Mars 2021.
- Arvanitoyannis, I. S., C. Chalhoub, P. Gotsiou, N. Lydakis-Simantiris, et P. Kefalas. 2005. « Novel Quality Control Methods in Conjunction with Chemometrics (Multivariate Analysis) for Detecting Honey Authenticity ». *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 45 (3): 193-203. <https://doi.org/10.1080/10408690590956369>.
- Association of Official Analytical Chemists-International [AOAC]. (2016). Official Methods 24 of Analysis. 20th edition. Arlington. Virginia. USA.
- Awan, U. A., S. Ali, et S. Andleeb. 2014. A Comparative Study of Antibacterial and Antioxidant Activities of Wild Honey (Sunflower and Eucalyptus) and Commercial Honey. *Journal of Pharmaceutical Sciences and Pharmacology* 1 (3): 211-18. <https://doi.org/10.1166/jpsp.2014.1020>.
- Babarinde, G. O., S. A. Babarinde, D. O. Adegbola et S. I. Ajayeoba. 2011. Effects of Harvesting Methods on Physicochemical and Microbial Qualities of Honey. *Journal of Food Science and Technology* 48 (5): 628-34. <https://doi.org/10.1007/s13197-011-0329-9>.
- Baek, Y., Y. J. Kim, M.Y. Baik, D.O. Kim et H. Lee. 2015. Total Phenolic Contents and Antioxidant Activities of Korean Domestic Honey from Different Floral Sources. *Food Science and Biotechnology* 24 (4): 1453-57. <https://doi.org/10.1007/s10068-015-0187-8>.
- Baglio, E. 2018. Chemistry and Technology of Honey Production. Springer Briefs in *Molecular Science*. Cham: Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-65751-6>.
- Baltrušaitytė, V., P. R. Venskutonis et V. Čeksterytė. 2007. Radical Scavenging Activity of Different Floral Origin Honey and Beebread Phenolic Extracts. *Food Chemistry* 101 (2): 502-14. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.02.007>.
- Baritaud, S., A. Desmoulière, S. Durand-Fontanier, C. Martin, F. Pesteil et A. Sparsa. 2013. Les principales plaies susceptibles d'être traitées par le miel. *Actualités Pharmaceutiques* 52 (531): 32-35. <https://doi.org/10.1016/j.actpha.2013.10.007>.
- Basualdo, C., V. Sgroy, M. S. Finola et J. M. Marioli. 2007. Comparison of the Antibacterial Activity of Honey from Different Provenance against Bacteria Usually Isolated from Skin Wounds. *Veterinary Microbiology* 124 (3-4): 375-81. <https://doi.org/10.1016/j.vetmic.2007.04.039>.
- Bath, P. K. et N. Singh. 1999. A Comparison between Helianthus Annuus and Eucalyptus Lanceolatus Honey. *Food Chemistry* 67 (4): 389-97. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00132-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00132-6).
- Battesti M.J. et C. Goeury. 1992. Efficacité de l'analyse mélitopalynologique quantitative pour la certification des origines géographique et botanique des miels" le modèle des miels corses. *Review of Palaeobotany and Palynology*, 75 (1992): 77-102.
- Beckmann, K., G. Beckh, et C. Lüllmann. 2008. Detection of Honey Adulteration with <sup>13</sup>C Isotope Ratio Mass Spectrometry of Single Sugar Fractions. In <https://www.tentamus.com>. Consulté en Juin 2020.
- Behidj K. 2011. La compétitivité de la filière apicole algérienne – cas de la région centre (Wilaya d'Alger, Blida et Boumerdes). Thèse. Ecole Nationale Supérieure Agronomique d'Alger.

- Belay, A., W.K. Solomon, G. Bultossa, N. Adgaba et S. Melaku. 2013. Physicochemical Properties of the Haremma Forest Honey, Bale, Ethiopia . *Food Chemistry* 141 (4): 3386-92. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.06.035>.
- Benaziza-Bouchema, D., et P. Schweitzer. 2010. Caractérisation des principaux miels des régions du Nord de l'Algérie. *Cahiers Agricultures* 19 (6): 432-38. <https://doi.org/10.1684/agr.2010.0432>.
- Bendeddouche, B. et K. Dahmani. 2011. Physical properties of honey products in Algeria. *Journal of Stored Products and Postharvest Research* Vol. 2(12), pp. 237 – 244, Available online at <http://www.academicjournals.org/JSPPR>
- Bernardello, G., L. Galetto et G. J. Anderson. 2000. Floral Nectary Structure and Nectar Chemical Composition of Some Species from Robinson Crusoe Island (Chile). *Canadian journal of botany* 78: 862–872.
- Bettar, I., M. L. González-Miret, D. Hernanz, A. Marconi, F. J. Heredia et A. Terrab. 2019. Characterisation of Moroccan Spurge (Euphorbia) Honeys by Their Physicochemical Characteristics, Mineral Contents and Colour ». *Arabian Journal of Chemistry* 12 (8): 2052-60. <https://doi.org/10.1016/j.arabjch.2015.01.003>.
- Billerbeck, V. G. 2007. Huiles essentielles et bactéries résistantes aux antibiotiques. *Phytothérapie* 5 (5): 249-53. <https://doi.org/10.1007/s10298-007-0265-z>.
- Bocquet M. 2019. Mise en valeur des produits de l'apiculture locaux dans les wilayas de Aïn Temouchent, Laghouat, Sétif et Tlemcen, rapport.PAP ENPARD Algérie. <http://madrp.gov.dz/>. Consulté en Juillet 2020.
- Bogdanov, S. 1997a. Non-Peroxide Antibacterial Activity of Honey . In *Bee Products: Properties, Applications, and Apitherapy*, édité par Avshalom Mizrahi et Yaacov Lensky, 39-47. Boston, MA: Springer US. [https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0\\_4](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0_4).
- Bogdanov, S. 1997b. « Nature and Origin of the Antibacterial Substances in Honey ». *LWT - Food Science and Technology* 30 (7): 748-53. <https://doi.org/10.1006/fstl.1997.0259>.
- Bogdanov S., C. Lüllmann , P. Martin, W. Von Der Oh, H. Russmann , G. Vorwohl , L. Persano Oddo, et al., 1999. Honey Quality and International Regulatory Standards: Review by the International Honey Commission . *Bee World* 80 (2): 61-69. <http://doi.org/10.1080/0005772X.1999.11099428>.
- Bogdanov S., P. Martin. 2002. Honey Authenticity: A Review. *Swiss Bee Research*. <http://agroscope.admin.ch>
- Bogdanov S., K. Ruoff, L. Oddo Persano . 2004. Physico-chemical methods for the characterization of unifloral honeys: a review. *Apidologie*. 35 (2004) S4–S17 DOI: 10.1051/apido:2004047
- Bogdanov, S. 2011a. Honey types and styles according to processing and production. Book of Honey, Chapter 6. *Bee Product Science*. [www.bee-hexagon.net](http://www.bee-hexagon.net). Consulté en Juin 2020.
- Bogdanov, S. 2011b. A short history of honey. Book of honey chapter one. *Bee Product Science*. [www.bee-hexagon.net](http://www.bee-hexagon.net). Consulté en Juin 2020.
- Bogdanov, S. 2017. The Honey Book. *Bee Product Science*. <http://www.bee-hexagon.net>. Consulté en Juin 2020.
- Bonté F. et A. Desmoulière . 2013. Le miel : origine et composition. *Actualités pharmaceutiques* n° 531. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actpha.2013.10.004>.
- Bonvehi, J. S. et F. Ventura Coll. 1993. Physico-Chemical Properties, Composition and Pollen Spectrum of French Lavender (*Lavandula Stoechas* L.) Honey Produced in

- Spain. *Zeitschrift Fur Lebensmittel-Untersuchung Und -Forschung* 196 (6): 511-17.  
<https://doi.org/10.1007/BF01201329>.
- Bouhaous, L., Miara, M.D., Bendif, H., Souilah, N. Medicinal plants used by patients to fight cancer in northwestern Algeria, *Bulletin du Cancer*, 2021, ISSN 0007-4551,  
<https://doi.org/10.1016/j.bulcan.2021.09.017>. Consulté le 30/01/2022.
- Boukraâ, L., et K. Amara. 2008. Synergistic Effect of Starch on the Antibacterial Activity of Honey. *Journal of Medicinal Food* 11 (1): 195-98.  
<https://doi.org/10.1089/jmf.2007.502>.
- Boukraa, L. 2008. L'effet antimicrobien du miel et de la gelée royale. Thèse. Université d'Oran.
- Boukraa, L. et A. Niar. 2007. Sahara Honey Shows Higher Potency Against *Pseudomonas Aeruginosa* Compared to North Algerian Types of Honey. *Journal of Medicinal Food* 10 (4): 712-14. <https://doi.org/10.1089/jmf.2006.256>.
- Boussaid, A., M. Chouaibi, L. Rezig, R. Hellal, F. Donsi, G. Ferrari, et S. Hamdi. 2018. Physicochemical and Bioactive Properties of Six Honey Samples from Various Floral Origins from Tunisia. *Arabian Journal of Chemistry* 11 (2): 265-74.  
<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.08.011>.
- Branger, A. 2007. Alimentation et processustecnologiques. Educagri Editions. Dijon, France, p137.
- Brudzynski, K. 2006. Effect of Hydrogen Peroxide on Antibacterial Activities of Canadian Honeys. *Canadian Journal of Microbiology* 52 (12): 1228-37.  
<https://doi.org/10.1139/w06-086>.
- Brudzynski, K., et R. Lannigan. 2012. Mechanism of Honey Bacteriostatic Action Against MRSA and VRE Involves Hydroxyl Radicals Generated from Honey's Hydrogen Peroxide. *Frontiers in Microbiology*. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2012.00036>.
- Bruneau, E., J.M. Barbançon, P. Bonnaffé, H. Clément, R. Domerreggo, G. Fert, Y. Le Conte, G. Ratia, C. Reeb et B. Vessiere. 2003. Le traité Rustica de l'apiculture. Editions Rustica. Paris. 528p.
- Bruneau, E. 2014. Nourrissement et adultération des miels. *abeilles & cie*, n°161  
<https://www.cari.be/abco/20164>
- Bruneau, E. et S. Malfait. 2016. Infographie d'apiculture. *abeilles & cie*, n°172  
<https://www.cari.be/abco/2016>
- Buba, F. 2013. Physicochemical and microbiological properties of honey from north east Nigeria. *Biochemistry & Analytical Biochemistry* 02 (04).  
<https://doi.org/10.4172/2161-1009.1000142>.
- Castelier, S. et Q. Muller. 2019. Liquid gold: The price of Oman's sweet success.  
<http://www.middleeasteye.net/features/liquid-gold-price-omans-sweet-success>.  
 Consulté en Juin 2019.
- Cavia, M. M., M. A. Fernández-Muiño, S. R. Alonso-Torre, J. F. Huidobro, et M. T. Sancho. 2007. Evolution of Acidity of Honeys from Continental Climates: Influence of Induced Granulation. *Food Chemistry* 100 (4): 1728-33.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.10.019>.
- Chakir, A., A. Romane, G. L. Marcazzan et P. Ferrazzi. 2016. Physicochemical Properties of Some Honeys Produced from Different Plants in Morocco. *Arabian Journal of Chemistry* 9 (novembre): S946-54. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2011.10.013>.
- Chefrour, C., A. Draiaia, Y. Tahar, S. Ait Kaki, S. Bennadja et M.J. Battesti. 2009. Physicochemical Characteristics and Pollen Spectrum of Some North-East Algerian

- Honeys. *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development* 9 (5).  
<https://doi.org/10.4314/ajfand.v9i5.45101>.
- Chen, H., C.L.Fan, Z.B. Wang, Q.Y. Chang, W. Wang, X.Y. Li, et G.F. Pang. 2013. Evaluation of Measurement Uncertainty in EA-IRMS: For Determination of  $\delta^{13}\text{C}$  Value and C-4 Plant Sugar Content in Adulterated Honey. *Accreditation and Quality Assurance* 18 (4): 351-58. <https://doi.org/10.1007/s00769-013-0990-y>.
- Chouireb, B. 2018. Contribution à l'étude de la variabilité climatique dans la steppe algérienne : Cas de la région d'El Bayadh. Thèse. Université Djillali Bounaama de Khemis meliana.
- Ciappini, María C. et S. F. Stoppani. 2014. Determination of Antioxidant Capacity, Flavonoids, and Total Phenolic Content in Eucalyptus and Clover Honeys . *Journal of Apicultural Science* 58 (1): 103-11. <https://doi.org/10.2478/jas-2014-0010>.
- Codex. 2001. Codex Alimentarius standard for honey 12-1981. Revised Codex Standard for Honey, Standards and Standard Methods (Vol. 11).
- Cooper, R.A., P.C.Molan et K.G. Harding, 1999. Antibacterial activity of honey against strains of staphylococcus aureus from infected wounds. *J R Soc Med* 1999;92:283-285
- Cordella, C., J.S.L.T. Militão, M.C. Clément, P. Drajnudel, et D. Cabrol-Bass. 2005. Detection and Quantification of Honey Adulteration via Direct Incorporation of Sugar Syrups or Bee-Feeding: Preliminary Study Using High-Performance Anion Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection (HPAEC-PAD) and Chemometrics. *Analytica Chimica Acta* 531 (2): 239-48.  
<https://doi.org/10.1016/j.aca.2004.10.018>.
- Couquet, Y., A. Desmoulière et Marie-Laure Rigal., 2013. Les propriétés antibactériennes et cicatrisantes du miel. *Actualités Pharmaceutiques* 52 (531): 22-25.  
<https://doi.org/10.1016/j.actpha.2013.10.005>.
- Daher, S., et F. O. Gülaçar. 2008. Analysis of Phenolic and Other Aromatic Compounds in Honeys by Solid-Phase Microextraction Followed by Gas Chromatography–Mass Spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 56 (14): 5775-80.  
<https://doi.org/10.1021/jf8006745>.
- D'Albore, G. R. 1997. Methods for the characterization of the botanical and geographical origin of some bee products and for their quality control. In *Bee Products: Properties, Applications, and Apitherapy*, édité par Avshalom Mizrahi et Yaacov Lensky, 253-62. Boston, MA: Springer US. [https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0\\_31](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0_31).
- Descottes, B. 2009. Cicatrisation par le miel, l'expérience de 25 années. *Phytothérapie* 7 (2): 112-16. <https://doi.org/10.1007/s10298-009-0378-7>.
- Diafat, A.E.O., A.Benouadah, A. Bahloul, A.Meribai, H. Mekhalfi, F.Bouaziz, D.Techache, H. Laabachi et L. Arrar. 2017. Physicochemical properties and pollen analyzes of some Algerian honeys. *International Food Research Journal* 24(4): 1453-1459.
- Dictionnaire Hachette. 2014. Paris, France.
- Dinca, O.R., R. E. Ionete, R. Popescu, D. Costinel et G.L. Radu. 2015. Geographical and botanical origin discrimination of Romanian honey using complex stable isotope data and chemometrics. *Food Analytical Methods* 8 (2): 401-12.  
<https://doi.org/10.1007/s12161-014-9903-x>.
- Directive 2014/63/UE du parlement européen et du conseil du 15 Mai 2014 modifiant la Directive 2001/110/CE du conseil relative au miel.
- Dominguez, M. A., J. Jacksén, Å. Emmer et M. E. Centurión. 2016. Capillary electrophoresis method for the simultaneous determination of carbohydrates and proline in honey samples. *Microchemical Journal* 129 (novembre): 1-4.  
<https://doi.org/10.1016/j.microc.2016.05.017>.

- Downey, G., V. Fouratier et J. D. Kelly. 2003. Detection of honey adulteration by addition of fructose and glucose using near infrared transreflectance spectroscopy. *Journal of Near Infrared Spectroscopy* 11 (6): 447-56. <https://doi.org/10.1255/jnirs.395>.
- Draghi, P. F. et J. C. Bastos Fernandes. 2017. Label-Free Potentiometric Biosensor Based on Solid-Contact for Determination of Total Phenols in Honey and Propolis. *Talanta* 164 (mars): 413-17. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2016.12.002>.
- Draiaia, R. 2014. Quality of Some Algerian Honey: Study of Botanical and Some Physicochemical Parameters. *Middle-East Journal of Scientific Research* 22 (9): 1363-1371, 2014. DOI: 10.5829/idosi.mejsr.2014.22.09.9258.
- Draiaia, R., A. Chefrou, N.Dainese, A. Borin , C.Manzinello, A. Gallina et F. Mutinelli. 2015. Physicochemical Parameters and Antibiotics Residuals in Algerian Honey. *African Journal of Biotechnology* 14 (14): 1242-51. <https://doi.org/10.5897/AJB2015.14456>.
- Durling, L. J.K., L. Busk et B.E. Hellman. 2009. Evaluation of the DNA Damaging Effect of the Heat-Induced Food Toxicant 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) in Various Cell Lines with Different Activities of Sulfotransferases. *Food and Chemical Toxicology* 47 (4): 880-84. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2009.01.022>.
- Elamine, Y., S.Aazza, B.Lyoussi, M.D. Antunes, L. Estevinho, O. Anjos, M. Resende, M.L. Faleiro et M.G. Miguel. 2017. Preliminary characterization of a Moroccan honey with a predominance of Bupleurum spinosum pollen. *Journal of Apicultural Research*. DOI: 10.1080/00218839.2016.1265759
- Elflein, L. 2015. Authenticity of honey a major analytical challenge. *Electronic magazine on food analytics legislation and qm of processing*. <http://www.intertek.com/food>. Consulté en Juillet 2020.
- Emberger, L. 1955. Une classification biogéographique des climats. *Trav. Bot. Géol. Zool. Scien.* Montpellier (France).
- Escuredo, O., M. Míguez, M. Fernández-González, et M. C. Seijo. 2013. Nutritional Value and Antioxidant Activity of Honeys Produced in a European Atlantic Area. *Food Chemistry* 138 (2-3): 851-56. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.11.015>.
- Eurofins. 2013. Authenticité du miel. <https://www.eurofins.fr>. Consulté en Mai 2020.
- Fallico, B., M. Zappalà, E. Arena et A. Verzera. 2004. Effects of Conditioning on HMF Content in Unifloral Honeys. *Food Chemistry* 85 (2): 305-13. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.07.010>.
- Food and Agriculture Organisation FAO. 2003. *Bees and their role in forest livelihoods*. <http://www.fao.org/3/i0842e/i0842e16>. Consulté en Juillet 2020.
- Fechner, D. C., A. L. Moresi, J. D. Ruiz Díaz, R. G. Pellerano et F. A. Vazquez. 2016. Multivariate Classification of Honeys from Corrientes (Argentina) According to Geographical Origin Based on Physicochemical Properties. *Food Bioscience* 15 (septembre): 49-54. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2016.05.002>.
- Federation des apiculteurs de la mediterrannée FED API MED. 2015. Charte des Miels de la Méditerranée. <Http://www.fedapimed.com>. Consulté en Juin 2020.
- Feller-Demalsy, M. J., et J. Parent. 1989. Analyse pollinique des miels de l'Ontario, Canada. *Apidologie* 20 (2): 127-38. <https://doi.org/10.1051/apido:19890203>.
- Fischer, M. K., et A. W. Shingleton. 2001. Host Plant and Ants Influence the Honeydew Sugar Composition of Aphids. *Functional Ecology* 15 (4): 544-50. <https://doi.org/10.1046/j.0269-8463.2001.00550.x>.
- Food safety and standards authority of India ministry of health and family welfare government of India New Delhi (FSSAI). 2015. Beverages (coffee, tea, cocoa,

- chicory) Sugar and sugar products & confectionery products, manual of methods of analysis of foods. <https://old.fssai.gov.in> ; Consulté en Septembre 2020.
- Gallina, A., N. Stocco, et F. Mutinelli. 2010. Karl Fischer Titration to Determine Moisture in Honey: A New Simplified Approach. *Food Control* 21 (6): 942-44. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2009.11.008>.
- García, N. L. 2016. Prix du miel, l'effondrement. *Abeilles & cie* 5-2016 n°174 <https://www.apiservices.biz>
- García, N. L. 2018. The Current Situation on the International Honey Market. *Bee World* 95 (3): 89-94. <https://doi.org/10.1080/0005772X.2018.1483814>.
- Gfeller, M., S. Bogdanov. 2006. HFM, Invertase and diastase activity of swiss and imported honeys. Agroscope. ALP science 2006, Nr. 499. ISBN 3-905667-40-1.
- Gheldof, N., X.H. Wang et N. J. Engeseth. 2002. Identification and Quantification of Antioxidant Components of Honeys from Various Floral Sources. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 50 (21): 5870-77. <https://doi.org/10.1021/jf0256135>.
- Gidamis, A. B., B. E. Chove, N.B. Shayo, S. A. Nnko, et N. T. Bangu. 2004. Quality Evaluation of Honey Harvested From Selected Areas in Tanzania With Special Emphasis on Hydroxymethyl Furfural (HMF) Levels. *Plant Foods for Human Nutrition* 59 (3): 129-32. <https://doi.org/10.1007/s11130-004-0020-7>.
- Girard, M. 2014. La méliissopalynologie l'étude des pollens dans le miel. *Diners botaniques*. <http://www.fsaa.ulaval.ca>. Consulté en Mai 2020.
- Gonnet M. 1982. Le miel. Composition, propriétés, conservation. OPIDA. France. 31 p
- Gonnet, M. 1997. Judging the Quality of Honey by Sensory Analysis. In *Bee Products: Properties, Applications, and Apitherapy*, édité par Avshalom Mizrahi et Yaacov Lensky, 247-51. Boston, MA: Springer US. [https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0\\_30](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0_30).
- Gonnet M., Vache G. 1998. Analyse sensorielle descriptive de quelques miels monofloraux de France et d'Europe. Ed. Abeille de France, Paris, France.
- González M., I. E. Marqués Macías, J. Sánchez Sánchez, et B. González Rivera. 1998. Detection of Honey Adulteration with Beet Sugar Using Stable Isotope Methodology. *Food Chemistry* 61 (3): 281-86. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(97\)00101-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(97)00101-5).
- Goût, J. 2008. 250 réponses aux questions d'un ami des abeilles. Le gerfaut. Val de Loir, France. 215p
- Grego, E, P Robino, C. Tramuta, G. Giusto, M Boi, R Colombo, G Serra, S Chiadò-Cutin, M Gandini, et P Nebbia. 2016. Evaluation of Antimicrobial Activity of Italian Honey for Wound Healing Application in Veterinary Medicine. *Schweiz Arch Tierheilkd* 158 (7): 521-27. <https://doi.org/10.17236/sat00075>.
- Guelpa, A., F. Marini, A. Du Plessis, R. Slabbert, et M. Manley. 2017. Verification of Authenticity and Fraud Detection in South African Honey Using NIR Spectroscopy. *Food Control* 73 (mars): 1388-96. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2016.11.002>.
- Habati, M., A. Gherib, B. Bakchiche, A. Benmebarek . 2017. Study on the Physicochemical, antioxidant properties and mineral content of five honeys produced in the central region of Algeria. *Scientific Study & Research Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry*. 18 (2), pp. 121 – 134
- Habib, N., Z. Regagba, M. Djamel Miara, M. Ait Hammou et J. Snorek. 2020. Floristic Diversity of Steppe Vegetation in the Region of Djelfa, North-West Algeria. *Acta Botanica Malacitana* 45 (mai). <https://doi.org/10.24310/abm.v45i.7987>.

- Hadagali, M. D., et L. S. Chua. 2014. The Anti-Inflammatory and Wound Healing Properties of Honey. *European Food Research and Technology* 239 (6): 1003-14.  
<https://doi.org/10.1007/s00217-014-2297-6>.
- Haderbache, L., M. Bousdira et A. Mohammedi .2013. Ziziphus Lotus and Euphorbia Bupleuroides Algerian Honeys. *World Applied Sciences Journal* 24 (11): 1536-1543.  
DOI: 10.5829/idosi.wasj.2013.24.11.7525
- Haderbache, L. et A. Mohammedi. 2015. Quality of imported honeys marketed in Algeria. *Journal of Fundamental and Applied Sciences* 7 (1): 139.  
<https://doi.org/10.4314/jfas.v7i1.10>.
- Haouam, L., A. Tahar, H. Dailly, A. Lahrichi, A. Chaqroune et C. Abdenmour. 2016. Physicochemical Properties and Major Elements Contents of Algerian Honeys from Semi-Arid Regions. *Emirates Journal of Food and Agriculture* 28 (2): 107.  
<https://doi.org/10.9755/ejfa.2015-04-064>.
- Hooper, T. 1997. Guide to Bees and Honey. 4th ed. Yeovil: Marston House.
- Hoyet, C. 2005. Le miel : de la source a la therapeutique.Thèse, Université Point Carré de Nancy.
- Huang, S., C.P. Zhang, G. Li, Y.Y. Sun, K. Wang, et F.L. Hu. 2014. Identification of Catechol as a New Marker for Detecting Propolis Adulteration. *Molecules* 19 (7): 10208-17. <https://doi.org/10.3390/molecules190710208>.
- Huidobro, J. F., F. J. Santana, M. P. Sanchez, M. T. Sancho, S. Muniategui, et J. Simal-Lozano. 1995. Diastase, Invertase and  $\beta$ -Glucosidase Activities in Fresh Honey from North-West Spain. *Journal of Apicultural Research* 34 (1): 39-44.  
<https://doi.org/10.1080/00218839.1995.11100884>.
- Institut national de l'origine et de la qualité INAO.2019.[\(https://extranet.inao.gouv.fr/\)](https://extranet.inao.gouv.fr/)  
Consulté en Septembre 2019.
- International honey commission. 2009. Harmonised methods of the International honey commission. <http://www.bee-hexagon.net/en/network.htm>. Consulté en Juillet 2020.
- International Organization for Standardization ISO.2003. Fruit and vegetable products Determination of soluble solids, Refractometric method. ISO 2173, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
- Isengard, H.D., et D. Schultheiß. 2003. Water Determination in Honey—Karl Fischer Titration, an Alternative to Refractive Index Measurements. *Food Chemistry* 82 (1): 151-54. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00543-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00543-5).
- Isikioune, M. 2020. La production du miel arrive à 75 000 quintaux en 2018 et atteint une hausse de 80% : met le cap sur l'autosuffisance. <https://lecourrier-dalgerie.com>  
Consulté le 22 juillet 2020.
- Israili, Zafar H. 2014. Antimicrobial Properties of Honey. *American Journal of Therapeutics* 21 (4): 304-23. <https://doi.org/10.1097/MJT.0b013e318293b09b>.
- Izeboudjene, K. 2016. La politique de developpement de la filière apicole.Forum national de l'apiculture en Algérie.Alger. <http://www.fedapimed.com>. Consulté en Mars 2020.
- Joshi, S. R., H. Pechhacker, A. Willam, et W. Von Der Ohe. 2000. Physico-Chemical Characteristics of *Apis Dorsata* , *A. Cerana* and *A. Mellifera* Honey from Chitwan District, Central Nepal., *Apidologie* 31 (3): 367-75.  
<https://doi.org/10.1051/apido:2000128>.
- Juan-Borrás, Marisol, E. Domenech, M. Hellebrandova et I. Escriche. 2014. Effect of Country Origin on Physicochemical, Sugar and Volatile Composition of Acacia, Sunflower and Tilia Honeys. *Food Research International* 60 (juin): 86-94.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2013.11.045>.

- Juan-Borrás, M., E. Domenech et I Escriche. 2016. Mixture-Risk-Assessment of Pesticide Residues in Retail Polyfloral Honey. *Food Control* 67 (septembre): 127-34. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2016.02.051>.
- Kanouté, P. T. 2012. La démarche de qualité liée à l'origine du Casamance Senegal Étude de cas .FAO. <http://www.fao.org/3/a-bp131f.pdf>. Consulté en Aout 2020.
- Karabagias, I. K., A. Badeka, S. Kontakos, S. Karabournioti, et M. G. Kontominas. 2014. Characterisation and Classification of Greek Pine honeys According to Their Geographical Origin Based on Volatiles, Physicochemical Parameters and Chemometrics . *Food Chemistry* 146 (mars): 548-57. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.09.105>.
- Karabagias, I. K., M. V. Vavoura, A. Badeka, S. Kontakos et M. G. Kontominas. 2014. Differentiation of Greek Thyme honeys According to Geographical Origin Based on the Combination of Phenolic Compounds and Conventional Quality Parameters Using Chemometrics. *Food Analytical Methods* 7 (10): 2113-21. <https://doi.org/10.1007/s12161-014-9851-5>.
- Karabagias, I. K., A. P. Louppis, S. Karabournioti, S. Kontakos, C. Papastefanou et M. G. Kontominas. 2017. Characterization and Geographical Discrimination of Commercial Citrus Spp. honeys Produced in Different Mediterranean Countries Based on Minerals, Volatile Compounds and Physicochemical Parameters, Using Chemometrics. *Food Chemistry* 217 (février): 445-55. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.08.124>.
- Karabagias, V. K., I. K. Karabagias et I. Gatzias. 2018. The Impact of Different Heating Temperatures on Physicochemical, Color Attributes, and Antioxidant Activity Parameters of Greek honeys. *Journal of Food Process Engineering* 41 (3): e12668. <https://doi.org/10.1111/jfpe.12668>.
- Kast, C. 2014. Comment maîtriser la teneur en eau du miel. *Revue suisse d'apiculture* n° 8: 4.
- Kast, C., C.Freiburghaus, R. Badertscher et L. Simonet. 2014. Analyses du miel de 2013 dans le cadre du programme du label de qualité d'apiculture. n° 8: 5.
- Kebede, A. 2011. Honey bee production practices and honey quality in silti wereda, ethiopia.Thèse. Université Haramaya, Ethiopie.
- Kelly, J. F. Daniel, G. Downey et V. Fouratier. 2004. Initial Study of Honey Adulteration by Sugar Solutions Using Midinfrared (MIR) Spectroscopy and Chemometrics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 52 (1): 33-39. <https://doi.org/10.1021/jf034985q>.
- Kerkvliet, J. D., M. Shrestha, K. Tuladhar et H. Manandhar. 1995. Microscopic Detection of Adulteration of Honey with Cane Sugar and Cane Sugar Products. *Apidologie* 26 (2): 131-39. <https://doi.org/10.1051/apido:19950206>.
- Khalil, M.d.I., M. Moniruzzaman, L. Boukraâ, M. Benhanifia, M. S. Islam, M.N. Islam, S. A. Sulaiman et S. H. Gan. 2012. Physicochemical and Antioxidant Properties of Algerian Honey. *Molecules* 17 (9): 11199-215. <https://doi.org/10.3390/molecules170911199>.
- Khalil, M.I., S.A. Sulaiman, et S.H. Gan. 2010. High 5-Hydroxymethylfurfural Concentrations Are Found in Malaysian Honey Samples Stored for More than One Year. *Food and Chemical Toxicology* 48 (8-9): 2388-92. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2010.05.076>.
- Kivrak, Ş., İ. Kivrak et E. Karababa. 2016. Characterization of Turkish honeys Regarding of Physicochemical Properties, and Their Adulteration Analysis. *Food Science and Technology* 37 (1): 80-89. <https://doi.org/10.1590/1678-457x.07916>.
- Kortesniemi, M., C. M. Slupsky, T.Ollikka, L. Kauko, A. R. Spevacek, O. Sjövall, B. Yang, et H. Kallio. 2016. NMR Profiling Clarifies the Characterization of Finnish honeys of

- Different Botanical Origins. *Food Research International* 86 (août): 83-92.  
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.05.014>.
- Lachman, J., D. Koliňová, D. Miholová, J. Kořata, D. Titěra et K. Kult. 2007. Analysis of Minority Honey Components: Possible Use for the Evaluation of Honey Quality. *Food Chemistry* 101 (3): 973-79. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.02.049>.
- Laouar, H. 2017. Analyses polliniques et physico-chimiques des miels du Nord Est algérien. Thèse. Université d'Annaba.
- Larbi, A. 2014. La couverture sanitaire de la wilaya d'El Bayadh 2014 IN [http://www.santemaghreb.com/algerie/documentations\\_pdf/docu\\_63.pdf](http://www.santemaghreb.com/algerie/documentations_pdf/docu_63.pdf). Consulté en Avril 2020.
- Lefevre, J.L. 2014. Gestion de projets en innovation technologique. Université de Lyon. <http://spiralconnect.univ-lyon1.fr>
- Lequet L. 2010. Du nectar a un miel de qualite : controles analytiques du miel et conseils pratiques a l'intention de l'apiculteur amateur. Thèse, l'universite Claude-Bernard – Lyon.
- Lequeut, R. Valorisation du miel. [www.vallero.be](http://www.vallero.be). Consulté en Juin 2020.
- Li, S., Y. Shan, X. Zhu, X. Zhang, et G. Ling. 2012. Detection of Honey Adulteration by High Fructose Corn Syrup and Maltose Syrup Using Raman Spectroscopy. *Journal of Food Composition and Analysis* 28 (1): 69-74. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2012.07.006>.
- Lloyd, P. 2017. Competition in the Manuka Honey Industry in New Zealand," Department of Economics - *Working Papers Series 2033*. The University of Melbourne. <https://ideas.repec.org/cgi-bin/refs.cgi>. Consulté en Avril 2020.
- Loublier, Y., M. L. Piana, M.H. P. Delègue et Raymond Borneck. 1994. Caractérisation pollinique des miels français de Lavande: premiers résultats . *Grana* 33 (4-5): 231-38. <https://doi.org/10.1080/00173139409429004>.
- Louveaux, J. et L. Abed. 1984. Les miels d'afrique du nord et leur spectre pollinique. *Apidologie* 15 (2): 145-70. <https://doi.org/10.1051/apido:19840205>.
- Louveaux, J., A. Maurizio et G. Vorwohl. 1970a. Commission internationale de botanique apicole de l'u.i.s.b. : les méthodes de la mélisso-palynologie . *Apidologie* 1 (2): 211-27. <https://doi.org/10.1051/apido:19700206>.
- Luo, D., H. Luo, H. Dong, Y. Xian, X. Guo et Y. Wu. 2016. Hydrogen (2H/1H) Combined with Carbon (13C/12C) Isotope Ratios Analysis to Determine the Adulteration of Commercial Honey. *Food Analytical Methods* 9 (1): 255-62. <https://doi.org/10.1007/s12161-015-0202-y>.
- Machado D.M., A. Alexandre, L. Bicudo de Almeida-Muradian, M. T. Sancho, et A. Pascual-Maté. 2018. Composition and Properties of *Apis Mellifera* Honey: A Review. *Journal of Apicultural Research* 57 (1): 5-37. <https://doi.org/10.1080/00218839.2017.1338444>.
- Mădaş, M. N. 2013. Researches regarding quality and authenticity parameters of acacia honey. Thèse, Université de Liège.
- Makhloufi, C., J. Kerkvliet, G.R. D'albore, A. Choukri et R. Samar. 2010. Characterization of Algerian Honeys by Palynological and Physico-Chemical Methods . *Apidologie* 41 (5): 509-21. <https://doi.org/10.1051/apido/2010002>.
- Mar Cavia, M., C. Álvarez, J. F. Huidobro, M. A. Fernández-Muiño, et M. T. Sancho. 2008. Evolution of Hydroxymethylfurfural Content of Honeys from Different Climates: Influence of Induced Granulation. *International Journal of Food Sciences and Nutrition* 59 (1): 88-94. <https://doi.org/10.1080/10253890701560176>.
- Marceau, J. 1994. Les hmf et la qualité du miel. L'abeille. Volume 15 numéros 2.

- Mattonai, M., E. Parri, D. Querci, I. Degano et E. Ribechini. 2016. Development and Validation of an HPLC-DAD and HPLC/ESI-MS2 Method for the Determination of Polyphenols in Monofloral Honeys from Tuscany (Italy). *Microchemical Journal* 126 (mai): 220-29. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2015.12.013>.
- Meda, A., C. E. Lamien, M. Romito, J. Millogo, et O. G. Nacoulma. 2005. Determination of the Total Phenolic, Flavonoid and Proline Contents in Burkina Fasan Honey, as Well as Their Radical Scavenging Activity . *Food Chemistry* 91 (3): 571-77. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.10.006>.
- Meinen, N., L. Camilleri, et E. Attard. 2014. The Antioxidant Activity of Maltese Honey. *Journal of Apicultural Science* 58 (1): 51-60. <https://doi.org/10.2478/jas-2014-0004>.
- Mekious, S., Z.Houmani, E.Bruneau, C.Masseaux, A. Guillet, et T. Hance, 2015. Caractérisation des miels produits dans la région steppique de Djelfa en Algérie. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, 11.
- Merah, M., M. Bensaci Bachagha, et Boudershem A. 2010. Etude de l'effet antimicrobien de trois échantillons du miel naturel récoltés du territoire algerien. *Annales des Sciences et Technologie* Vol. 2, N° 2. <https://www.researchgate.net/publication/299445263>
- Ministère de l'agriculture et du développement rural MADR. 2018. Schéma de procédure de reconnaissance IG-AO selon décret 13-260. <http://madrp.gov.dz>. Consulté en Septembre 2020.
- Ministère tunisien de l'agriculture, des ressources hydrauliques et de la pêche. 2019.<http://www.aoc-ip.tn/>. Consulté en Septembre 2020.
- Mohd E., N. Mohamed, I. N. Mohamad et A. Nazrun Shuid. 2012. The Effects of Tualang Honey on Bone Metabolism of Postmenopausal Women. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine* 2012: 1-7. <https://doi.org/10.1155/2012/938574>.
- Molan, P. C. 1997. Honey as an Antimicrobial Agent. In *Bee Products: Properties, Applications, and Apitherapy*, édité par Avshalom Mizrahi et Yaacov Lensky, 27-37. Boston, MA: Springer US. [https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0\\_3](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9371-0_3).
- Molan, P. C. 1992. The antibacterial activity of honey. *Bee World* 73(1): 5-28, 1992
- Moniruzzaman, M., A. S.Siti, K Ibrahim et H.G. Siew. 2013. Evaluation of Physicochemical and Antioxidant Properties of Sourwood and Other Malaysian Honeys: A Comparison with Manuka Honey. *Chemistry Central Journal* 7 (1): 138. <https://doi.org/10.1186/1752-153X-7-138>.
- Morgenthaler, S. 2007. Introduction à la statistique. PPUR presses polytechniques. <https://www.epflpress.org>. Consulté en Septembre 2020.
- Mouhoubi-Tafinine, Z., S. Ouchemoukh, et A. Tamendjari. 2016. Antioxydant activity of some Algerian honey and propolis. *Industrial Crops and Products* 88 (2016) 85-90.
- Moussa, I. 2001. Verification de l'authenticite des miels monofloraux par analyse elementaire et isotopique. *Regards sur l'actualité*. <https://www.researchgate.net>
- Moussa, A., N.Djebli, A. Meslem et S. Aissat. 2012. Antibacterial Activity of Various Honey Types of Algeria against Pathogenic Gram-Negative Bacilli: Escherichia Coli and *Pseudomonas Aeruginosa*. *Asian Pacific Journal of Tropical Disease* 2 (3): 211-14. [https://doi.org/10.1016/S2222-1808\(12\)60048-6](https://doi.org/10.1016/S2222-1808(12)60048-6).
- Nair, S., M. Boumedienne et A. Abdelkader. 2013. « Melissopalynological Characterization of North Algerian Honeys ». *Foods* 2 (1): 83-89. <https://doi.org/10.3390/foods2010083>.
- Nair S. 2014. Identification des plantes mellifères et analyses physicochimiques des miels algeriens. Thèse, université d'Oran.

- Nasir, N.A. M., A. S. Halim, K.K. Banga Singh, A. A. Dorai, et M.N. Muhammad Haneef. 2010. Antibacterial Properties of Tualang Honey and Its Effect in Burn Wound Management: A Comparative Study. *BMC Complementary and Alternative Medicine* 10 (1): 31. <https://doi.org/10.1186/1472-6882-10-31>.
- Nässberger, L. 1990. Influence of 5- Hydroxymethylfurfural (5-HMF) on the Overall Metabolism of Human Blood Cells. *Human & Experimental Toxicology* 9 (4): 211-14. <https://doi.org/10.1177/096032719000900402>.
- Nayik, G. A., et V. Nanda. 2015. Characterization of the Volatile Profile of Unifloral Honey from Kashmir Valley of India by Using Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography–Mass Spectrometry. *European Food Research and Technology* 240 (6): 1091 - 1100. <https://doi.org/10.1007/s00217-015-2413-2>.
- Nicolson, S.W. et R.W Thornburg. 2007. Nectar chemistry. M. Nepi, and E. Pacini (eds.), *Nectaries and Nectar*, 215–264.
- Nor A. J., N. S. Ashaari, M. R. Mamat, et A. Muhamad. 2019. Simple and Rapid Screening Test to Detect Fake Honey Product. *Journal of Agricultural Science and Technology B* 9 (5). <https://doi.org/10.17265/2161-6264/2019.05.004>.
- Oelschlaegel, S., M. Gruner, P.N. Wang, A. Boettcher, I. Koelling-Speer et K.Speer. 2012. Classification and Characterization of Manuka Honeys Based on Phenolic Compounds and Methylglyoxal., *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 60 (29): 7229 - 37. <https://doi.org/10.1021/jf300888q>.
- Oh, J.H. et B. Yoo. 2011. Effect of Temperature on the Relationship between Moisture Content and Dynamic Rheological Properties of Korean Honey. *Food Science and Biotechnology* 20 (1): 261 - 65. <https://doi.org/10.1007/s10068-011-0036-3>.
- Official Journal of the European Communities [OJEC].EU.(2002). Council Directive 24 2001/110/EC of 20 December 2001 relating to honey. Official Journal, L 10, 47-52.
- Oroian, M. 2012. Physicochemical and Rheological Properties of Romanian Honeys. *Food Biophysics* 7 (4): 296-307. <https://doi.org/10.1007/s11483-012-9268-x>.
- Oroian, M. 2013. Measurement, Prediction and Correlation of Density, Viscosity, Surface Tension and Ultrasonic Velocity of Different Honey Types at Different Temperatures. *Journal of Food Engineering* 119 (1): 167-72. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.05.029>.
- Oroian, M., S. Amariei, A. Rosu et G. Gutt. 2015. Classification of Unifloral Honeys Using Multivariate Analysis. *Journal of Essential Oil Research* 27 (6): 533 - 44. <https://doi.org/10.1080/10412905.2015.1073183>.
- Oroian, M., et S. Ropciuc. 2017. Honey Authentication Based on Physicochemical Parameters and Phenolic Compounds. *Computers and Electronics in Agriculture* 138 (juin): 148-56. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2017.04.020>.
- Oroian, M, S.Ropciuc et S. Paduret. 2018. Honey Authentication Using Rheological and Physicochemical Properties. *Journal of Food Science and Technology* 55 (12): 4711 - 18. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3415-4>.
- Ouchemoukh, S., H. Louaileche et P. Schweitzer. 2007. Physicochemical Characteristics and Pollen Spectrum of Some Algerian Honeys. *Food Control* 18 (1): 52 - 58. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2005.08.007>.
- Oudjet Kahina .2012. InfoCAQCE. <http://www.cacqe.org>. Consulté en Mai 2020.
- Owoyele, B.V., R.O. Oladejo, K. Ajomale, R. O. Ahmed, et A. Mustapha. 2014. Analgesic and Anti-Inflammatory Effects of Honey: The Involvement of Autonomic Receptors. *Metabolic Brain Disease* 29 (1): 167 - 73. <https://doi.org/10.1007/s11011-013-9458-3>.
- Parent, J., M.J. Feller-Demalsy, P.J.H. Richard. 1990. *Apidologie* 21, 431-445.

- Pasias, I.N., I. K. Kiriakou et C. Proestos. 2017. HMF and Diastase Activity in Honeys: A Fully Validated Approach and a Chemometric Analysis for Identification of Honey Freshness and Adulteration. *Food Chemistry* 229 (août): 425-31. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.084>.
- Pasini, F., S. Gardini, G. L. Marazzan, et M. F. Caboni. 2013. Buckwheat Honeys: Screening of Composition and Properties. *Food Chemistry* 141 (3): 2802-11. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.05.102>.
- Paterson, P.D. 2008. L'apiculture. Editions Quae CTA Presse agronomiques. Gembloux, Belgique.
- Pękal, A., et K. Pyrzynska. 2014. Evaluation of Aluminium Complexation Reaction for Flavonoid Content Assay. *Food Analytical Methods* 7 (9): 1776-82. <https://doi.org/10.1007/s12161-014-9814-x>.
- Peng, J., W. Xie, J. Jiang, Z. Zhao, F. Zhou, et F. Liu. 2020. Fast Quantification of Honey Adulteration with Laser-Induced Breakdown Spectroscopy and Chemometric Methods. *Foods* 9 (3): 341. <https://doi.org/10.3390/foods9030341>.
- Perezarquillue, C., P. Conchello, A. Arino, T. Juan, et A. Herrera. 1994. Quality Evaluation of Spanish Rosemary (*Rosmarinus Officinalis*) Honey. *Food Chemistry* 51 (2): 207-10. [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(94\)90258-5](https://doi.org/10.1016/0308-8146(94)90258-5).
- Persano Oddo, L., M. G. Piazza, A. G. Sabatini, et M. Accorti. 1995. « Characterization of Unifloral Honeys ». *Apidologie* 26 (6): 453-65. <https://doi.org/10.1051/apido:19950602>.
- Persano Oddo, L., M. G. Piazza et P. Pulcini. 1999. Invertase Activity in Honey. *Apidologie* 30 (1): 57-65. <https://doi.org/10.1051/apido:19990107>.
- Persano Oddo, L., Bogdanov, S. 2004. Determination of honey botanical origin: problems and issues. *Apidologie*, 35 (2004) S2-S3.
- Persano Oddo, Livia, et Roberto Piro. 2004. « Main European Unifloral Honeys: Descriptive Sheets ». *Apidologie* 35 (Suppl. 1): S38-81. <https://doi.org/10.1051/apido:2004049>.
- Persano Oddo, L., T.A. Heard, A. Rodríguez-Malaver, R. A. Pérez, M. Fernández-Muiño, M. T. Sancho, G. Sesta, L. Lusco et P. Vit. 2008. Composition and Antioxidant Activity of *Trigona Carbonaria* Honey from Australia. *Journal of Medicinal Food* 11 (4): 789-94. <https://doi.org/10.1089/jmf.2007.0724>.
- Phipps R. 2020. International honey market. *American bee journal*, <https://americanbeejournal.com>. Consulté en Mars 2021.
- Piana, M. L., L. Persano Oddo, A. Bentabol, E. Bruneau, S. Bogdanov et C. Guyot Declerck. 2004. Sensory Analysis Applied to Honey: State of the Art. *Apidologie* 35 (Suppl. 1): S26-37. <https://doi.org/10.1051/apido:2004048>.
- Piazza, M. G., et L. Persano Oddo. 2004. Bibliographical Review of the Main European Unifloral Honeys. *Apidologie* 35 (Suppl. 1): S94-111. <https://doi.org/10.1051/apido:2004046>.
- Piszcz, P. et B. K. Głód. 2019. Antioxidative Properties of Selected Polish Honeys. *Journal of Apicultural Science* 63 (1): 81-91. <https://doi.org/10.2478/jas-2019-0003>.
- Pita-Calvo, C., M.E. Guerra-Rodriguez et M. Vazquez. 2017. A Review of the Analytical Methods Used in the Quality Control of Honey. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Downloaded from <http://pubs.acs.org> on January 4, 2017.
- Promag, organisme d'inspection et de certification. 2018. Perle du terroir sous certification de conformité cahier des charges. <http://www.promiel.be>. Consulté en Mars 2021.

- Qamer, S., F. Ahamed, S. S. Ali et A. R. Shakoori. 2013. Effect of Storage on Various Honey Quality Parameters of Apis Dorsata Honey from Nepal., *Pakistan J. Zool.*, vol. 45(3), pp. 741-747, 2013 (PJZ-1345-13)
- Queiroz, R P, M. Vilas-Boas et L. Barros. 2015. Is Honey Able to Potentiate the Antioxidant and Cytotoxic Properties of medicinal Plants Consumed as Infusions for Hepatoprotective Effects. *Food and function*. [www.rsc.org](http://www.rsc.org)
- Ramli, A. S., F. Basrawi, M. H. Bin Yusof, A. N. Oumer, N.A. Johari, A. Muhamad, M. R. Mamat, K. Habib et T. K. Ibrahim. 2019. Experimental Analysis on a Novel Low-Temperature Vacuum Drying with Induced Nucleation Technique for Dewatering Stingless Bees Honey. *Drying Technology* 37 (2): 149-55. <https://doi.org/10.1080/07373937.2018.1444634>.
- Ramzi, M., M. Kashaninejad, F. Salehi, A. R. Sadeghi Mahoonak et Seyed Mohammad Ali Razavi. 2015. Modeling of Rheological Behavior of Honey Using Genetic Algorithm–Artificial Neural Network and Adaptive Neuro-Fuzzy Inference System. *Food Bioscience* 9 (mars): 60-67. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2014.12.001>.
- Rebiai, A., et T. Lanez. 2015a. Comparative Study of Honey Collected from Different Flora of Algeria. *Journal of Fundamental and Applied Sciences* 6 (1): 48. <https://doi.org/10.4314/jfas.v6i1.4>.
- Rebiai, A., et T. Lanez. 2015b. Chemical Composition and Antioxidant Activity of *Apis Mellifera* Bee Pollen from Northwest Algeria. *Journal of Fundamental and Applied Sciences* 4 (2): 155. <https://doi.org/10.4314/jfas.v4i2.5>.
- Rodríguez-Flores, S., O. Escuredo et M. Carmen Seijo. 2016. Characterization and Antioxidant Capacity of Sweet Chestnut Honey Produced in North-West Spain. *Journal of Apicultural Science* 60 (1): 19-30. <https://doi.org/10.1515/jas-2016-0002>.
- Rossant, Alexandra. 2011. Le miel : un composé complexe aux propriétés surprenantes. Thèse. Université de Limoge, France.
- Sahraoui, W.s.d. Les composés phénoliques. Cours de pharmacologie. Université de Setif. <https://fmedecine.univ-setif.dz>. Consulté en Mai 2020.
- Sancho, M. T., A. Pascual-Maté, E. G. Rodríguez-Morales, S. M. Osés, I. Escriche, Á. Periche, et M. A. Fernández-Muiño. 2016. Critical Assessment of Antioxidant-Related Parameters of Honey. *International Journal of Food Science & Technology* 51 (1): 30-36. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12988>.
- Schneider, A. 2011. Test Show Most Store Honey Isn't Honey. <https://www.foodsafetynews.com>. Consulté en Octobre 2020.
- Serrano, S., M. Villarejo, R. Espejo et M. Jodral., 2004. Chemical and Physical Parameters of Andalusian Honey: Classification of Citrus and Eucalyptus honeys by Discriminant Analysis. *Food Chemistry* 87 (4): 619-25. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.01.031>.
- Sesta, G., M. L. Piana, L. Persano Oddo, L. Lusco et P. Belligoli. 2008. Methyl Anthranilate in Citrus Honey. Analytical Method and Suitability as a Chemical Marker. *Apidologie* 39 (3): 334-42. <https://doi.org/10.1051/apido:2008009>.
- Sherlock, O., A. Dolan, R. Athman, A. Power, G. Gethin, S. Cowman et H. Humphreys. 2010. Comparison of the Antimicrobial Activity of Ulmo Honey from Chile and Manuka Honey against Methicillin-Resistant *Staphylococcus Aureus*, *Escherichia Coli* and *Pseudomonas Aeruginosa*. *BMC Complementary and Alternative Medicine* 10 (1): 47. <https://doi.org/10.1186/1472-6882-10-47>.
- Shugaba, A. 2012. Analysis of Biochemical Composition of Honey Samples from North-East Nigeria. *Biochemistry & Analytical Biochemistry* 2 (3). <https://doi.org/10.4172/2161-1009.1000139>.

- Siddiqui, A. J., S. G. Musharraf, M. I. Choudhary et A. Rahman. 2017. Application of Analytical Methods in Authentication and Adulteration of Honey. *Food Chemistry* 217 (février): 687-98. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.09.001>.
- Silva, L. R., R. Videira, A. P. Monteiro, P. Valentão, et P. B. Andrade. 2009. Honey from Luso Region (Portugal): Physicochemical Characteristics and Mineral Contents. *Microchemical Journal* 93 (1): 73-77. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2009.05.005>
- Silva, P. M., C. Gauche, L. Valdemiro Gonzaga, A.C. Oliveira Costa, et R. Fett. 2016. « Honey: Chemical Composition, Stability and Authenticity ». *Food Chemistry* 196 (avril): 309-23. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.09.051>.
- Silva, L. R., A. Sousa, et M. Taveira. 2017. Characterization of Portuguese Honey from Castelo Branco Region According to Their Pollen Spectrum, Physicochemical Characteristics and Mineral Contents. *Journal of Food Science and Technology* 54 (8): 2551-61. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2700-y>.
- Singh, I. et S. Singh. 2018. Honey Moisture Reduction and Its Quality. *Journal of Food Science and Technology* 55 (10): 3861-71. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3341-5>.
- Smanalieva, J. et B. Senge. 2009. Analytical and Rheological Investigations into Selected Unifloral German Honey. *European Food Research and Technology* 229 (1): 107-13. <https://doi.org/10.1007/s00217-009-1031-2>.
- Soler, C., M. I. Gil, C. García-Viguera et F. A. Tomás-Barberán. 1995. Flavonoid Patterns of French honeys with different floral origin. *Apidologie* 26 (1): 53-60. <https://doi.org/10.1051/apido:19950107>.
- Société Française de microbiologie Casfm-eucast. 2019. Recommandation de l'antibiogramme.V.2.0 Mai. <https://www.sfm-microbiologie.org>. Consulté en Octobre 2020.
- Sporns, P., L. Plhak et J. Friedrich. 1992. Alberta Honey Composition. *Food Research International* 25 (2): 93-100. [https://doi.org/10.1016/0963-9969\(92\)90149](https://doi.org/10.1016/0963-9969(92)90149)
- Sutton, R., B. Rockett et P. Swindells. 2010. Chimie pour les étudiants en médecine: et pour tous ceux qui ne seront pas chimistes. *De Boeck Supérieur*.
- Svečnjak, L., D. Bubalo, G. Baranović, et H. Novosel. 2015. Optimization of FTIR-ATR Spectroscopy for Botanical Authentication of Unifloral Honey Types and Melissopalynological Data Prediction. *European Food Research and Technology* 240 (6): 1101-15. <https://doi.org/10.1007/s00217-015-2414-1>.
- Schweitzer, P. 2012. L'adultération des miels & les OGM dans le miel. CETAM. AG du GDSA 67.
- Tavoularis, G., F. Recours, et P. Hebel. 2007. Perception de la qualité et des signes officiels de qualité dans le secteur alimentaire, CREDOC, cahier de recherche N° 236
- Terrab, A., A. F. Recamales, D. Hernanz et F. J. Heredia. 2004. Characterisation of Spanish Thyme honeys by their physicochemical characteristics and mineral contents. *Food Chemistry* 88 (4): 537-42. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.01.068>.
- Thrasylvoulou, A., C. Tananaki, G. Goras, E. Karazafiris, M. Dimou, V. Liolios, D. Kanelis et S. Gounari. 2018. Legislation of Honey Criteria and Standards. *Journal of Apicultural Research* 57 (1): 88-96. <https://doi.org/10.1080/00218839.2017.1411181>.
- Tuberoso, C.I.G., E. Bifulco, P. Caboni, F. Cottiglia, P. Cabras et I. Floris. 2010. Floral Markers of Strawberry Tree (*Arbutus Unedo* L.) honey. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 58 (1): 384-89. <https://doi.org/10.1021/jf9024147>.
- Ulloa, P. A., R. Guerra, A. M. Cavaco, A. M. Rosa da Costa, A. C. Figueira et Amadeu F. Brigas. 2013. Determination of the Botanical Origin of Honey by Sensor Fusion of

- Impedance E-Tongue and Optical Spectroscopy. *Computers and Electronics in Agriculture* 94 (juin): 1-11. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2013.03.001>.
- Universalis .« APICULTURE » .d.s.Encyclopædia ,Encyclopædia Universalis.<https://www.universalis.fr/encyclopedie/apiculture/>. Consulté le 22 juin 2020.
- Vazquez, L., A. Verdu, A. Miquel, F. Burlo, A. Carbonell-Barrachina. 2007 . Changes in physico-chemical properties, hydroxymethylfurfural., *Eur Food Res Technol* (2007) 225:757–767 DOI 10.1007/s00217-006-0479-6.
- Vit, P., J. Qing Yu et F. Huq. 2013. Use of Honey in Cancer Prevention and Therapy. In *Pot-Honey*, édité par Patricia Vit, Silvia R. M. Pedro, et David Roubik, 481-93. New York, NY: Springer New York. [https://doi.org/10.1007/978-1-4614-4960-7\\_35](https://doi.org/10.1007/978-1-4614-4960-7_35).
- Von Der Ohe, W., L. Persano Oddo, M. L. Piana, M. Morlot et Peter Martin. 2004. « Harmonized Methods of Melissopalynology. *Apidologie* 35 (Suppl. 1): S18-25. <https://doi.org/10.1051/apido:2004050>.
- Wang, J., X. Xue, X. Du, N. Cheng, L. Chen, J. Zhao, J. Zheng et W. Cao. 2014. Identification of Acacia Honey Adulteration with Rape Honey Using Liquid Chromatography–Electrochemical Detection and Chemometrics. *Food Analytical Methods* 7 (10): 2003-12. <https://doi.org/10.1007/s12161-014-9833-7>.
- Wang, J. et Q. X. Li. 2011. Chemical Composition, Characterization, and Differentiation of Honey Botanical and Geographical Origins. In *Advances in Food and Nutrition Research*, 62:89-137. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385989-1.00003-X>.
- White, J. W., M. L. Riethof et I. Kushnir. 1961. Composition of Honey. VI. The Effect of Storage on Carbohydrates, Acidity and Diastase Content. *Journal of Food Science* 26 (1): 63-71. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1961.tb00042.x>.
- Wu, L., B. Du, Y. Vander Heyden, L. Chen, L. Zhao, M. Wang et X. Xue. 2017. Recent Advancements in Detecting Sugar-Based Adulterants in Honey – A Challenge. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 86 (janvier): 25-38. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2016.10.013>.
- Yang, M., H. Wu, Y. Lian, X. Li, F. Lai et G. Zhao. 2014. Influence of Organic Solvents on Catalytic Behaviors and Cell Morphology of Whole-Cell Biocatalysts for Synthesis of 5'-Arabinocytosine Laurate. Édité par Andrew C. Marr. *PLoS ONE* 9 (8): e104847. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0104847>.
- Yin, Y. 2014. Qualification des miels de corse par une approche multifactorielle : diversité pollinique et variabilité chimique. Thèse de doctorat, université de Corse Pascal paoli, France. <https://hal-univ-corse.archives-ouvertes.fr>. Consulté en Juin 2020.
- Zábrodská, B. et L. Vorlová. 2014. Adulteration of Honey and Available Methods for Detection – a Review. *Acta Veterinaria Brno* 83 (10): S85-102. <https://doi.org/10.2754/avb201483S10S85>.
- Zaid, S. S.M., S. A. Sulaiman, K. N.M. Sirajudeen et N. H Othman. 2010. The Effects of Tualang Honey on Female Reproductive Organs, Tibia Bone and Hormonal Profile in Ovariectomised Rats - Animal Model for Menopause. *BMC Complementary and Alternative Medicine* 10 (1): 82. <https://doi.org/10.1186/1472-6882-10-82>.
- Zakaria, N., N. Ahmad, S. Hashim, L. Adnan, M. Shariff, N. Mohamad, K. Mat et N. Bakar. 2015. Analgesic Effect of Honey Bioactive Compounds and Its Role in Reducing Morphine Tolerance. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 146-50. <https://doi.org/10.7324/JAPS.2015.501124>.
- Zappalà, M., B. Fallico, E. Arena et A. Verzera. 2005. Methods for the Determination of HMF in Honey: A Comparison. *Food Control* 16 (3): 273-77. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2004.03.006>.

- Zeng, N., Y. Huang, X. Gao, E. Brotte, Y. LI, H. Hovasse, S. Barrou. 2016. Veille sanitaire sur la chine. Business France. N°24. <https://www.franceagrimer.fr>. Consulté Mars 2020.
- Zerrouk, S., B. G. Fallico, E. N. Arena, G. F Ballistreri, et L. A. Boughediri. 2011. Quality Evaluation of Some Honey from the Central Region of Algeria. *Jordan Journal of Biological Sciences*. Volume 4, Number 4, December 2011 ISSN 1995-6673 Pages 243 - 248
- Zerrouk, S., M. C. Seijo, O. Escuredo et M. Shantal Rodríguez-Flores. 2018. « Characterization of *Ziziphus Lotus* (Jujube) Honey Produced in Algeria ». *Journal of Apicultural Research* 57 (1): 166-74. <https://doi.org/10.1080/00218839.2017.1399663>.

## ANNEXES

### Annexe I : Tableau des données climatiques

Région	T	PP	IAM	Climat
Blida	17,9	791	28,35	SH
Boumerdes	18	739	26,39	SH
Lakhdaria	18,7	711	24,77	SH
Chiffa	18,1	685	24,38	SH
Chrea	11,2	916	43,21	H
Hadjout	18,5	635	22,28	SH
Tipaza	18,5	631	22,14	SH
Alger	17,7	707	25,52	SH
Khemis meliana	19,1	807,23	27,74	SH
Bejaia	18,7	830	28,92	SH
Al Bayadh,	14,2	271	11,20	A
Ain oussera	13	338	14,70	A
Djelfa	13,4	338	14,44	A
Ains sefra	17,5	154	5,60	A
Laghouat	17,4	176	6,42	A
Sidi belabbes	15,7	442	17,20	SA
Chlef	18,6	394	13,78	A
Tebessa	15,7	363	14,12	A

<https://fr.climate-data.org>

*T : température moyenne annuelle*

*PP : Pluviométrie moyenne annuelle*

*IAM : Indice d'aridité de Martonne :*

*A : Aride ; AS :sub-aride; SH: humide; H:sub-humide*

*Classification de la zone climatique en fonction de l'IAM (Aghrab, 2015)*

Valeur d'IAM	0-5	5-15	15-20	20-30	30-60
Zone climatique	Extrême aride	Aride	Semi-Aride	Sub-Humide	Humide

**Annexe II :** Table de CHATAWAY(1935) (GONNET 1982).

<b>Indice de réfraction à 20<sup>0</sup> C % Réel d'eau</b>	<b>Indice de réfraction à 20<sup>0</sup> C % Réel d'eau</b>
1.5041 .....13.0	1.4890 .....19.0
1.5015 .....14.0	1.4866 .....20.0
1.4990 .....15.0	1.4844 .....21.0
1.4965 .....16.0	1.4815 .....22.0
1.4940 .....17.0	1.4789 .....23.0

Les températures au dessus de 20 ° C: ajouter 0,00023 par degré C.

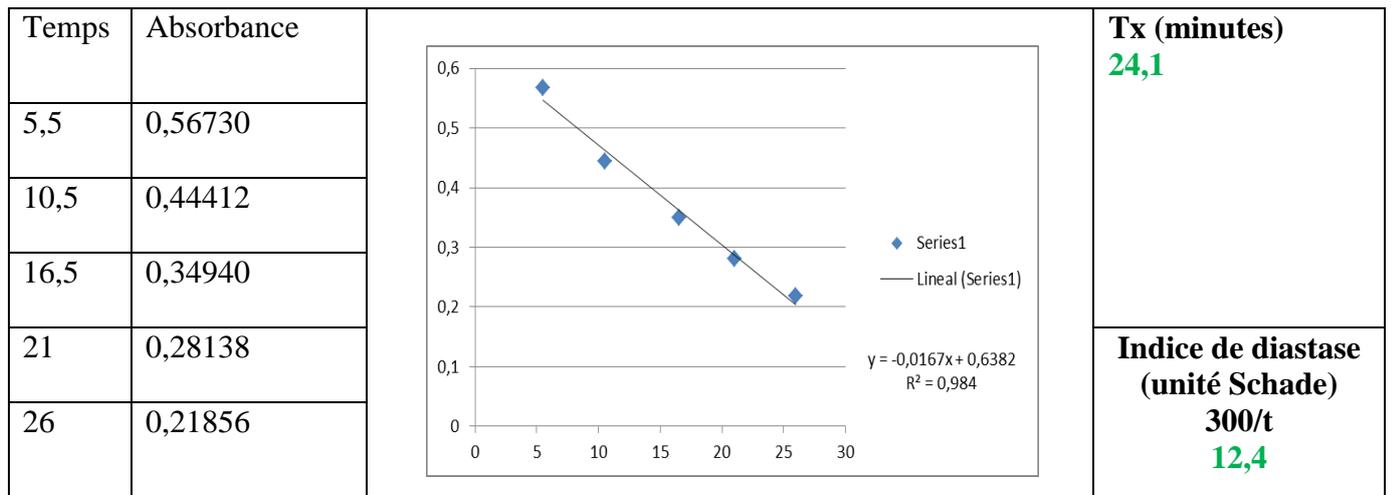
Les températures au dessous de 20 ° C: diminuer 0,00023 par degré C (GONNET 1982).

### Annexe III : Résultats détaillés des analyses physicochimiques (partie 1)

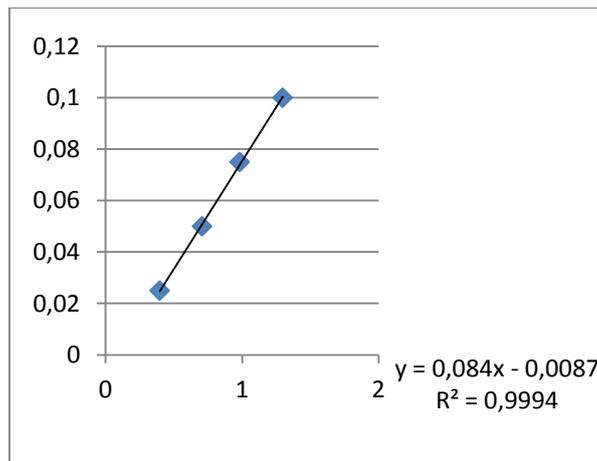
Référence de l'échantillon	Orogine géographique	Origine climatique	Origine florale	Taux d'Humidité (%)	Degré BRI X	Conductivité (milli-Siemens)	PH	Acidité libre (milli-équivalent)	HMF (hydroxyméthyle-furfural mg/kg)
E: 04	Blida	AH	Romarin	15	83,8	68	3,48	17	7,6
E: 05	Blida	AH	Agrumes	16,5	82	191	3,44	28	18,26
E: 06	Blida	AH	Asphodelle	16	82,5	123,9	2,83	40	7,78
E: 07	Chrea	AH	Montagne	17,5	82	154	3,62	80	26,34
E: 09	Chiffa	AH	Thym	16	82,5	280	3,8	20	13,17
E: 10	Chiffa	AH	Agrumes	17,5	81	84	3,4	15	11,9
E: 11	Chiffa	AH	Romarin	17	82,5	60	3,75	10	9,88
E: 14	Chrea	AH	Montagne	15	83,5	243	3,64	27	17,06
E: 30	Alger	AH	Agrumes	15,5	83,5	140	3,45	30	16,76
E: 31	Alger	AH	Multifleurs	17	81,5	64	3,72	15	32,78
E: 32	Alger	AH	Romarin	18,5	80	92	3,56	18	25,29
E: 33	Alger	AH	Multifleurs foret	17	81,5	220	3,92	18	9,43
E: 34	Alger	AH	Thym	18	80,5	211	3,41	45	52,69
E: 35	Bouira	AH	Montagne	15,5	83	340	4,34	35	3,59
E: 37	Blida	AH	Montagne	17	81,5	250	3,63	27	3,44
E: 38	Blida	AH	Agrumes	17	81,5	136	3,09	37	6,88
E: 39	Blida	AH	Romarin	17	81,5	144	3,37	22	5,08
E: 42	Hadjout	AH	Eucalyptus	15,5	83	265	3,65	15	21,4
E: 43	Khemis Meliana	AH	Multifleurs	18,5	80	355	3,69	350	1482,03
E: 46	Lakhdaria	AH	Thym	19,5	80	140	3,2	12	142,21
E: 47	Blida	AH	Agrumes	17	81,5	133,1	3,61	25	13,92
E: 48	Lakhdaria	AH	Montagne	19,5	79	94,8	3,69	27	177
E: 50	Alger	AH	Eucalyptus	16	82	150	3,82	20	26,49
E: 53	Tipaza	AH	Montagne	17	82	358	4,36	32	15,86
E: 54	Tipaza	AH	Agrumes	17	81,5	102,2	3,25	38	19,91
E: 55	Tipaza	AH	Camphre	18	81,5	353	3,63	35	27,24
E: 56	Tipaza	AH	Eucalyptus	18	80,5	371	4,1	30	56,13
E: 58	Boumerdes	AH	Montagne	16,5	82,5	336	4,03	35	5,98
E: 60	Boumerdes	AH	Agrumes	15,5	83	131,23	3,27	35	7,78
E: 65	Bejaia	AH	Eucalyptus	16,5	82,5	810	3,79	37	38,17
E: 68	BLIDA	AH	Agrumes	16	82,5	173	3,89	20	9,43
E: 71	Hadjout	AH	Montagne	17	81,5	330	3,52	35	61,97
E: 74	Mitidja	AH	Agrumes	17,5	81	226	3,56	27	27,69
E: 76	Hadjout	AH	Eucalyptus	18	81,5	453	3,45	30	27,84
E: 79	Blida	AH	Multifleurs foret	15,5	83	424	3,91	23	9,28
E: 80	Blida	AH	Montagne	15,5	82,5	295	3,73	25	17,81

E: 81	Alger	AH	multifleurs nourrissem ent	19	79,5	464	3,42	33	14,67
E:85	Bouira	AH	Montagne	15,5	83	345	4,31	35	0
E: 01	Ain oussera	AA	Chardon	15,5	83	191	3,17	40	12,27
E: 02	Al bayadh	AA	Euphorbe	14	84	251	3,7	22	9,7
E: 03	Ain oussera	AA	Jujubier	15	83	467	4,99	25	0
E: 08	Al bayadh	AA	Euphorbe	15,5	83	302	4	25	6,8
E: 12	Ain oussera	AA	Jujubier	16	83	240	3,86	6	0
E: 13	Ain oussera	AA	Chardon	17	82,5	120	3,61	20	8,38
E: 40	Ain sefra	AA	Plantes saharienne s	15	83	65	3,75	10	32,93
E: 41	Djelfa	AA	jujubier merar	16,5	82	193,7	2,53	27	23,93
E: 44	Ain sefra	AA	merar chardon	16	84,5	195	4	20	25,68
E: 45	Ain sefra	AA	Euphorbe	14,5	84	215	4,21	15	8,23
E: 49	Ain oussera	AA	Jujubier	18	80,5	564	4,39	50	46,7
E: 51	Ain oussera	AA	Jujubier	18	80,5	306	3,61	48	6,28
E: 52	Ain oussera	AA	Euphorbe	16,5	82	147,1	3,95	19	8,98
E: 57	Laghouat	AA	Jujubier	14,5	83,5	194	4,4	17	4,04
E: 59	Al bayadh	AA	Euphorbe	15,5	84	254	3,8	30	4,19
E: 61	Chlef	AA	Eucalyptus	15,5	83	580	4,06	32	18,11
E: 62	Sidi belabes	AA	Merar	15	83	171	3,6	20	8,38
E: 63	Djelfa	AA	Jujubier	17,5	82	160	3,52	15	3,13
E: 64	Al bayadh	AA	Euphorbe	15,5	83,5	390	3,78	30	11,52
E: 66	Sidi belabes	AA	Montagne	16	82,5	179	3,5	20	9,88
E: 67	Laghouat	AA	Chardon	16	82,5	157	3,76	21	7,48
E: 69	Djelfa	AA	toutes fleurs	15,5	83	155,4	3,67	22	10,32
E: 70	Tebessa	AA	Romarin	15,5	83	175	3,54	21	6,13
E: 72	Djelfa	AA	Jujubier	15	83,5	488	4,5	24	2,54
E: 73	Sidi belabes	AA	Romarin	17	81,5	150	3,5	20	10,17
E: 75	Al bayadh	AA	harmal	16	82,5	319	3,79	28	11,67
E: 77	Laghouat	AA	Euphorbe	15,5	83	359	3,84	25	22,45
E: 78	Ain oussera	AA	Euphorbe	15	83	408	3,76	25	7,18

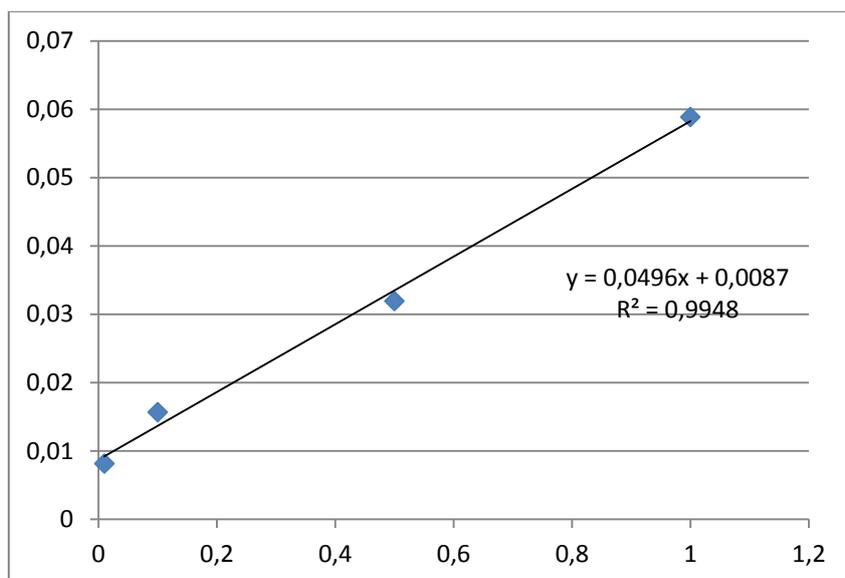
**Annexe IV : Courbes d'étalonnage**



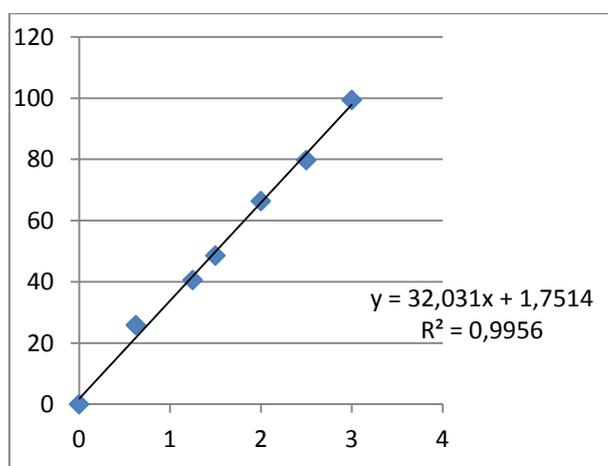
Courbe d'étalonnage et exemple de calcul de l'indice diastasique obtenue pour L'échantillon E 41.



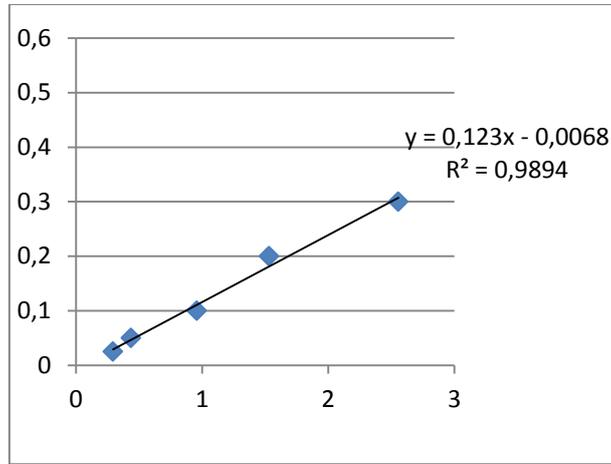
Courbe d'étalonnage de la solution standard de 4- Nitrophenol pour le dosage de la phosphatase acide (U/kg)



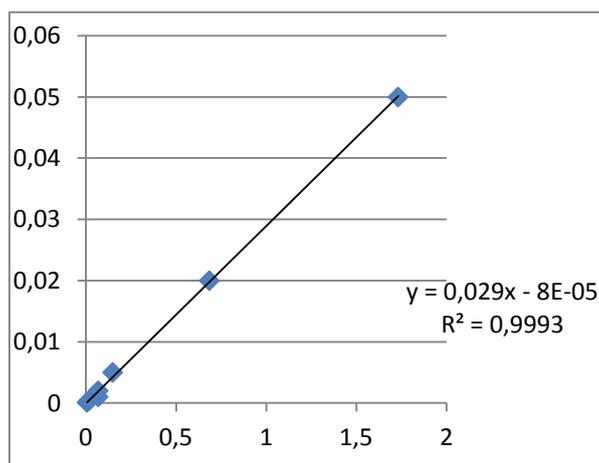
Courbe d'étalonnage obtenue avec la solution standard de B-Carotène pour le dosage des caroténoïdes



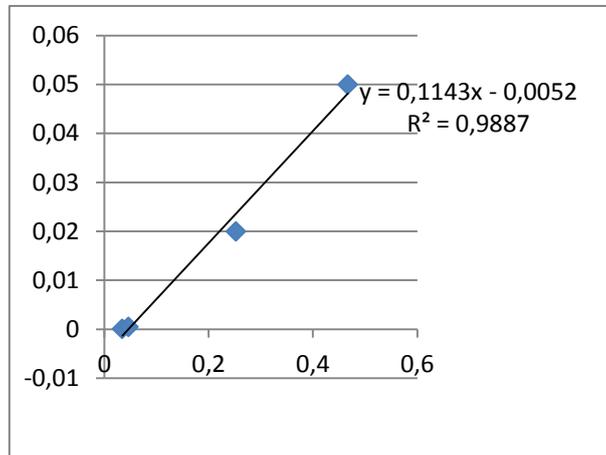
Courbe d'étalonnage des % d'inhibition du Trolox pour la mesure de l'activité antioxydante TEAC (Trolox equivalent antioxidant capacity).



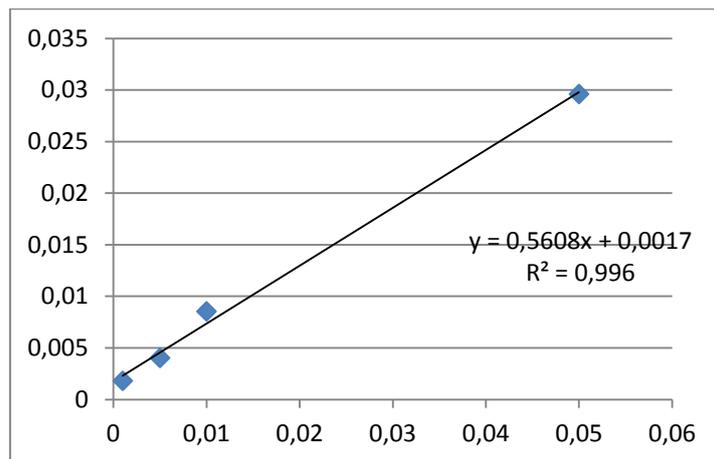
Courbe d'étalonnage de la solution standard d'acide gallique pour le dosage des composés phénoliques totaux



Courbe d'étalonnage de la solution standard de Quercétine pour le dosage des flavonoïdes totaux.



Courbe d'étalonnage de la solution standard de Catéchine pour le dosage des flavonoïdes totaux.



Courbe d'étalonnage de la solution standard de catéchol pour le dosage des 0-Diphénols.

**Annexe V : Tableau représentant les taxons de pollen selon leurs classes de fréquence**

Référence de l'échantillon	Origine géographique	Origine florale annoncée	Pollens dominants (+45 %)	Pollens d'accompagnement ou secondaires (15-45 %)	pollens isolés ou tertiaires (3-15 %)	pollens rares (-3 %)
E: 04	Blida	Romarin	Apiaceae	Fabaceae	Brassicaceae (moutarde des champs )	Oxalidaceae (Oxalis sp)
E: 05	Blida	Fleur d'Oranger		Apiaceae	Rutaceae (Citrus sp.),Asteraceae (chardon )	Oleaceae (olivier),Boraginaceae (Echium )
E: 06	Blida	Asphodelle		Oxalidaceae (Oxalis sp)	Fabaceae (sainfoin)	liliaceae (Asphodele)
E: 07	Chrea	Montagne		Apiaceae	Oleaceae (olivier), Fabaceae (trèfle),	Asteraceae (chardon )
E: 09	Chiffa	Thym		Apiaceae	Asteraceae (chardon )	Asteraceae (Pissenlit),Rhamnaceae (Jujubier ),Fabaceae
E: 10	Chiffa	Oranger		Apiaceae	Rutaceae (Citrus sp.), Asteraceae (chardon )	,Oleaceae (olivier),Boraginaceae (Echium )
E: 11	Chiffa	Romarin	Apiaceae	Lamiaceae (Romarin)	Mimosaceae (Mimosa)	
E: 14	Chrea	Montagne		Apiaceae	Pinaceae (pin),Asteraceae (chardon )	Asteraceae (Pissenlit)
E: 30	Alger	Oranger		Asteraceae (chardon ),Apiaceae	Rutaceae (Citrus sp.), fabaceae,Oleaceae (olivier)	Fabaceae
E: 31	Alger	Fleurs sauvages		Asteraceae (chardon )	Apiaceae	convolvulaceae
E: 32	Alger	Romarin		Asteraceae (chardon ),Lamiaceae (Romarin),Myrtaceae (Eucalyptus)	Apiaceae,Fabaceae	
E: 33	Alger	Miel de foret		Asteraceae (chardon ) Myrtaceae (Eucalyptus)	Apiaceae,Fabaceae	
E: 34	Alger	Thym		Apiaceae Lamiaceae (Thym )	Oleaceae (olivier)	Ericaceae (bruyère)
E: 35	Bouira	Montagne		Lamiaceae (Romarin),Apiaceae,		Boraginaceae (Echium )
E: 37	Blida	Montagne	Asteraceae (chardon )	lamiaceae	Pinaceae (pin)	Apiaceae
E: 38	Blida	Agrumes			Apiaceae	
E: 39	Blida	Romarin		Asteraceae (chardon ),lamiaceae	Asteraceae (Pissenlit)	
E: 42	Hadjo	Eucalyptus	Myrtaceae	Mimosaceae (Mimosa),Apiaceae,Asteraceae (chardon	Asteraceae (Pissenlit), Fabaceae	Rutaceae (Citrus sp.)

	<b>ut</b>		(Eucalyptus)	),Oleaceae (olivier)		
<b>E: 43</b>	<b>Khelis Meliana</b>	<b>Multifleur</b>		Myrtaceae (Eucalyptus),Boraginaceae (Echium ), Apiaceae,bourrache,	Mimosaceae (Mimosa),convolvulaceae,Fabaceae	Ericaceae (bruyère)
<b>E: 46</b>	<b>Lakhdaria</b>	<b>Thym</b>		Myrtaceae (Eucalyptus),Ericaceae (bruyère),Mimosaceae (Mimosa)	Asteraceae (Soucis des champs),Brassicaceae (moutarde des champs )	Apiaceae,
<b>E: 47</b>	<b>Blida</b>	<b>Agrumes</b>		Rutaceae (Citrus sp.)	Oleaceae (olivier),Brassicaceae (moutarde des champs )	
<b>E: 48</b>	<b>Lakhdaria</b>	<b>Montagne</b>		lamiaceae		
<b>E: 50</b>	<b>Alger</b>	<b>Eucalyptus</b>	Myrtaceae (Eucalyptus)	Euphorbiaceae (Euphorbe ),Apiaceae,Oleaceae (olivier)	Lamiaceae (Romarin),Asteraceae (chardon )	
<b>E: 53</b>	<b>Tipaza</b>	<b>Montagne</b>		Ericaceae (bruyère)	Boraginaceae (Echium )	Rosaceae
<b>E: 54</b>	<b>Tipaza</b>	<b>Agrumes</b>		Apiaceae,Malvaceae (Lavatére)s,	Fabaceae , Rutaceae (Citrus sp.)	Pinaceae (pin), Asteraceae (chardon )
<b>E: 55</b>	<b>Tipaza</b>	<b>Camphre</b>	Myrtaceae (Eucalyptus)	Asteraceae (chardon ),Apiaceae,rosaceae,	Fabaceae ,Pinaceae (pin)	Renonculaceae
<b>E: 56</b>	<b>Tipaza</b>	<b>Eucalyptus</b>	Myrtaceae (Eucalyptus)	Apiaceae	Asteraceae (chardon )	
<b>E: 58</b>	<b>Boumerdes</b>	<b>Montagne</b>		Ericaceae (bruyère),Asteraceae (chardon ),Fabaceae	Apiaceae	Rosaceae
<b>E: 60</b>	<b>Boumerdes</b>	<b>Oranger</b>	Boraginaceae (Echium )	Malvaceae (Lavatére)		
<b>E: 65</b>	<b>Bejaia</b>	<b>Eucalyptus</b>	Myrtaceae (Eucalyptus)	Asteraceae (chardon )	Brassicaceae (moutarde des champs )	
<b>E: 68</b>	<b>BLIDA</b>	<b>Oranger</b>	Oxalidaceae (Oxalis sp)	Lamiaceae	Fabaceae	Fabaceae (trèfle)
<b>E: 71</b>	<b>Hadjout</b>	<b>Montagne</b>		Ericaceae (bruyère),Asteraceae (chardon ),Fabaceae	Apiaceae	Rosaceae
<b>E: 74</b>	<b>Mitidja</b>	<b>Oranger</b>		Asteraceae (chardon ),Apiaceae	Fabaceae,Oleaceae (olivier)	Fabaceae
<b>E: 76</b>	<b>Hadjout</b>	<b>Eucalyptus</b>		Myrtaceae (Eucalyptus)	Mimosaceae (Mimosa),Apiaceae,Asteraceae (chardon ),Oleaceae (olivier)	Asteraceae (Pissenlit), Fabaceae
<b>E: 79</b>	<b>Blida</b>	<b>Foret</b>		Ericaceae (bruyère),Asteraceae (chardon ),Fabaceae	Apiaceae	Rosaceae
<b>E:80</b>	<b>Blida</b>	<b>Montagne</b>		Ericaceae (bruyère),Asteraceae (chardon ),Fabaceae	Apiaceae	Rosaceae
<b>E:81</b>	<b>Alger</b>	<b>Multifloral</b>		Apiaceae	Fabaceae,Oleaceae (olivier)	
<b>E: 01</b>	<b>Ain ousser</b>	<b>Chardon</b>	Asteraceae (chardon )	Apiaceae	Brassicaceae (moutarde des champs )	

	<b>a</b>					
<b>E: 02</b>	<b>Al bayadh</b>	<b>Euphorbe</b>	Asteraceae (chardon ), Euphorbiaceae (Euphorbe )	Apiaceae	Boraginaceae (Echium ), Rhamnaceae (Jubier ),	Oxalidaceae (Oxalis sp)
<b>E: 03</b>	<b>Ain oussera</b>	<b>Jubier</b>	Rhamnaceae (Jubier )	Brassicaceae moutarde des champs		
<b>E: 08</b>	<b>Al bayadh</b>	<b>Euphorbe</b>	Euphorbiaceae (Euphorbe )	Ericaceae (bruyère),Myrtaceae (Eucalyptus),,Asteraceae (chardon )	Rhamnaceae (Jubier )	
<b>E: 12</b>	<b>Ain oussera</b>	<b>Jubier</b>	Rhamnaceae (Jubier )	Asteraceae (chardon )		
<b>E: 13</b>	<b>Ain oussera</b>	<b>Chardon</b>	Asteraceae (chardon )	Apiaceae	Mimosaceae (Mimosa),Fabaceae	Rosaceae
<b>E: 40</b>	<b>Ain sefra</b>	<b>Plantes sahariennes</b>		Mimosaceae (Mimosa),Apiaceae,moutarde cdes champs	rosaceae,Rhamnaceae (Jubier )	
<b>E: 41</b>	<b>Djelfa</b>	<b>Jubier</b>		Asteraceae (chardon ), Apiaceae,	Euphorbiaceae (Euphorbe ), Rhamnaceae (Jubier )	Asteraceae (Pissenlit)
<b>E: 44</b>	<b>Ain sefra</b>	<b>Merar ,Chardon</b>			Asteraceae (Pissenlit)	
<b>E: 45</b>	<b>Ain sefra</b>	<b>Euphorbe</b>	Rhamnaceae (Jubier )	Euphorbiaceae (Euphorbe ) Apiaceae	Asteraceae (chardon )	Asteraceae (Pissenlit)
<b>E: 49</b>	<b>Ain oussera</b>	<b>Jubier</b>		Ericaceae (bruyère)	Asteraceae (chardon )	Apiaceae
<b>E: 51</b>	<b>Ain oussera</b>	<b>Jubier</b>	Ericaceae (bruyère)	Rhamnaceae (Jubier ),Asteraceae (chardon )	Apiaceae	
<b>E: 52</b>	<b>Ain oussera</b>	<b>Euphorbe</b>	Asteraceae (chardon )	Euphorbiaceae (Euphorbe )	Apiaceae,rosaceae	
<b>E: 57</b>	<b>Laghouat</b>	<b>Jubier</b>	Rhamnaceae (Jubier )	Lamiaceae, Asteraceae (chardon )		
<b>E:59</b>	<b>Al bayadh</b>	<b>Euphorbe</b>	Euphorbiaceae (Euphorbe ) Asteraceae (chardon ),	origan, Boraginaceae (Echium ),Lamiaceae (Lavande ) Asteraceae (Soucis des champs),Apiaceae,Brassicaceae (moutarde des champs ),		
<b>E: 61</b>	<b>Chlef</b>	<b>Eucalyptus</b>	Boraginaceae (Echium ), Oxalidaceae (Oxalis sp)	Ericaceae (bruyère),Asteraceae (chardon )	Lamiaceae (Romarin),Apiaceae,	Brassicaceae (moutarde des champs ) Fabaceae
<b>E: 62</b>	<b>Sidibelabes</b>	<b>Merar</b>		Boraginaceae (Echium ),Asteraceae (chardon ),Apiaceae	Mimosaceae (Mimosa)	Oxalidaceae (Oxalis sp)

E: 63	Djelfa	Jujubier		Asteraceae (chardon ), Apiaceae,	Rhamnaceae (Jujubier )	Asteraceae
E: 64	Al bayadh	Euphorbe	Euphorbiaceae (Euphorbe )	Asteraceae (chardon ),harmel,	Asteraceae (Pissenlit),Apiaceae	Asteraceae (Soucis des champs)
E: 66	Sidi belabes	Montagne		Lamiaceae (Romarin),Euphorbiaceae (Euphorbe ),Oxalidaceae (Oxalis sp)	Pinaceae (pin),Asteraceae (chardon ),Myrtaceae (Eucalyptus)	salilaceae
E: 67	Laghouat	Chardon	Oxalidaceae (Oxalis sp)	Fabaceae ,Rhamnaceae (Jujubier )	Lamiaceae (Lavande )	
E: 69	Djelfa	Toutes fleurs		Lamiaceae,Oxalidaceae (Oxalis sp)		
E: 70	Tebessa	Romarin		Apiaceae,Brassicaceae (moutarde des champs )	Oleaceae (olivier),lamiaceae	Fabaceae (trèfle),
E: 72	Djelfa	Jujubier		Rhamnaceae (Jujubier )	lamiaceae, Asteraceae (chardon )	
E: 73	Sidi belabes	Romarin		Asteraceae (chardon ),Lamiaceae (Romarin),Myrtaceae (Eucalyptus)	Apiaceae,Fabaceae	
E: 75	Al bayadh	Harmal		Asteraceae (chardon ),harmel,	Asteraceae (Pissenlit),Apiaceae	Asteraceae (Soucis des champs)
E: 77	Laghouat	Euphorbe	Euphorbiaceae (Euphorbe )	Asteraceae (chardon ),Zygophyllaceae (harmel),	Asteraceae (Pissenlit),Apiaceae	Asteraceae (Soucis des champs)
E:78	Ain oussera	Euphorbe	Euphorbiaceae (Euphorbe )	Asteraceae (chardon ),harmel,	Asteraceae (Pissenlit),Apiaceae	Asteraceae (Soucis des champs)
E: 15	CANADA	Sarrasin			Fabaceae	
E: 16	CANADA	Fleurs sauvages (verges d'or ,aster)	asteraceae		Fabaceae	
E: 17	CANADA	Fleurs sauvages, Pissenlit,asters verges d'or)				
E: 18	CANADA	Trèfle		Asteraceae (chardon )		
E: 19	CANADA	Multifleurs		Fabaceae	Asteraceae (Soucis des champs)	
E: 20	Arabie Saoudite	Multifleurs		Boraginaceae (Echium )	Mimosaceae (Mimosa)	Asteraceae (chardon )
E: 21	Algerie oran	Multifleurs	Papaveraceae			
E: 22	Espagne	Multifleurs	Apiaceae	Asteraceae (soucis des champs),Asteraceae (chardon )		Boraginaceae (Echium )
E: 23	France	Eucalyptus	Myrtaceae (Eucalyptus)	Ericaceae (bruyère),Asteraceae (Pissenlit),Asteraceae (Soucis des champs)	Oxalidaceae (Oxalis sp),	Apiaceae, lamiaceae

<b>E: 24</b>	<b>France</b>	<b>Bruyère</b>	Ericaceae (bruyère)	Oxalidaceae (Oxalis sp)		
<b>E: 25</b>	<b>France</b>	<b>Multifleurs (acacia,oranger)</b>	Asteraceae (chardon )	Boraginaceae (Echium )	Apiaceae	Rosaceae
<b>E: 26</b>	<b>Allemagne</b>	<b>Lavande sauvage</b>	Lamiaceae (Lavande )	Boraginaceae (Echium ),Fabaceae ,Ericaceae (bruyère),Myrtaceae (Eucalyptus)	Asteraceae (chardon ),Lamiaceae (Thym ),Lamiaceae (Romarin)	
<b>E: 27</b>	<b>Allemagne</b>	<b>Multifleurs(golden clear)</b>		Apiaceae,Asteraceae (chardon )		
<b>E: 28</b>	<b>Allemagne</b>	<b>Multifleurs(golden clear)</b>		Apiaceae,Boraginaceae (Echium )Myrtaceae (Eucalyptus)	Asteraceae (Soucis des champs)	,Lamiaceae (Lavande )
<b>E: 29</b>	<b>Allemagne</b>	<b>Foret noire</b>		Ericaceae (bruyère),Fabaceae (sainfoin)	Papaveraceae	Fabaceae
<b>E: 36</b>	<b>Espagne</b>	<b>Oranger</b>		Asteraceae (chardon )	Apiaceae,Ericaceae (bruyère),	

**Annexe VI : Photos de quelques pollens identifiés par la melissopalynologie.**

 <p>Carotte sauvage Euphorbe Apiaceae</p>	 <p>Fabaceae Moutarde des champs Indicateur de miellat</p>
<p>E 2</p>	<p>E1</p>
 <p>Chardon Pissenlit Euphorbe</p>	 <p>Apiaceae Moutarde des champs Lavatère</p>
<p>E45</p>	<p>E54</p>
 <p>Jujubier Chardon Jujubier</p>	 <p>Apiaceae</p>
<p>E12</p>	<p>E11</p>
 <p>Sain foin</p>	 <p>Jujubier</p>
<p>E29</p>	<p>E41</p>

**Annexe VII : Résultats de l'analyse pollinique quantitative**

Référence de l'échantillon.	Origine géographique	Origine florale déterminée	Densité pollinique /10g miel	Classe pollinique
E: 04	Blida	Apiaceae	83237	II
E: 05	Blida	Agrumes	62428	II
E: 06	Blida	Multifloral	90173	II
E: 07	Chrea	Multifloral	99422	II
E: 09	Chiffa	Multifloral	205780	III
E: 10	Chiffa	Agrumes	23121	II
E: 11	Chiffa	Apiaceae, Romarin	212717	III
E: 14	Chrea	Multifloral	57803	II
E: 30	Alger	Agrumes	46243	II
E: 31	Alger	Multifloral	48555	II
E: 32	Alger	Romarin	54721	II
E: 33	Alger	Multifloral	131792	III
E: 34	Alger	Multifloral	127168	III
E: 35	Bouira	Multifloral	50867	II
E: 37	Blida	Chardon	73988	II
E: 38	Blida	Multifloral	23121	II
E: 39	Blida	Multifloral	80925	II
E: 42	Hadjout	Eucalyptus	70135	II
E: 43	Khelis Meliana	Multifloral	27746	II
E: 46	Lakhdaria	Multifloral	115607	III
E: 47	Blida	Agrumes	34682	II
E: 48	Lakhdaria	Multifloral	13873	I
E: 50	Alger	Eucalyptus	117919	III
E: 53	Tipaza	Multifloral	90173	II
E: 54	Tipaza	Agrumes	25434	II
E: 55	Tipaza	Eucalyptus	122543	III
E: 56	Tipaza	Eucalyptus	79383	II
E: 58	Boumerdes	Multifloral	122697	III
E: 60	Boumerdes	Echium	131792	III
E: 65	Bejaia	Eucalyptus	39306	II
E: 68	BLIDA	Oxalis	40139	II
E: 71	Hadjout	Multifloral	134721	III
E: 74	Mitidja	Multifloral	116162	III
E: 76	Hadjout	Multifloral	122697	III
E: 79	Blida	Multifloral	45934	II
E:80	Blida	Multifloral	42759	II
E:81	Alger	Multifloral	33881	II
E: 01	Ain oussera	Chardon	108671	III
E: 02	Al bayadh	Euphorbe Chardon	196532	III

<b>E: 03</b>	<b>Ain oussera</b>	Jujubier	208092	III
<b>E: 08</b>	<b>Al bayadh</b>	Euphorbe	99422	II
<b>E: 12</b>	<b>Ain oussera</b>	Jujubier	69364	II
<b>E: 13</b>	<b>Ain oussera</b>	Chardon	25434	II
<b>E: 40</b>	<b>Ain sefra</b>	Multifloral	69364	II
<b>E: 41</b>	<b>Djelfa</b>	Multifloral	94798	II
<b>E: 44</b>	<b>Ain sefra</b>	Pissenlit	9249	I
<b>E: 45</b>	<b>Ain sefra</b>	Euphorbe, Jujubier	60116	II
<b>E: 49</b>	<b>Ain oussera</b>	Multifloral	129480	III
<b>E: 51</b>	<b>Ain oussera</b>	Bruyère	258960	III
<b>E: 52</b>	<b>Ain oussera</b>	Euphorbe, Chardon	143353	III
<b>E: 57</b>	<b>Laghouat</b>	Jujubier	205780	III
<b>E:59</b>	<b>Al bayadh</b>	Euphorbe	272832	III
<b>E: 61</b>	<b>Chlef</b>	Echium,oxalis	353757	III
<b>E: 62</b>	<b>Sidi belabes</b>	Multifloral	36994	II
<b>E: 63</b>	<b>Djelfa</b>	Multifloral	41464	II
<b>E: 64</b>	<b>Al bayadh</b>	Euphorbe	73988	II
<b>E: 66</b>	<b>Sidi belabes</b>	Multifloral	27746	II
<b>E: 67</b>	<b>Laghouat</b>	Oxalis	34682	II
<b>E: 69</b>	<b>Djelfa</b>	Multifloral	20809	II
<b>E: 70</b>	<b>Tebessa</b>	Multifloral	35299	II
<b>E: 72</b>	<b>Djelfa</b>	Multifloral	40817	II
<b>E: 73</b>	<b>Sidi belabes</b>	Romarin	79414	II
<b>E: 75</b>	<b>Al bayadh</b>	Multifloral	24324	II
<b>E: 77</b>	<b>Laghouat</b>	Euphorbe	64401	II
<b>E:78</b>	<b>Ain oussera</b>	Euphorbe	94489	II
<b>E: 15</b>	<b>Canada</b>	Multifloral	11561	I
<b>E: 16</b>	<b>Canada</b>	Asteraceae	261272	III
<b>E: 17</b>	<b>Canada</b>	Multifloral	27746	II
<b>E: 18</b>	<b>Canada</b>	Multifloral	53179	II
<b>E: 19</b>	<b>Canada</b>	Multifloral	145665	III
<b>E: 20</b>	<b>Arabie Saoudite</b>	Multifloral	43931	II
<b>E: 21</b>	<b>Algerie oran</b>	Papaveracea	46243	II
<b>E: 22</b>	<b>Espagne</b>	Apiaceae	111753	III
<b>E: 23</b>	<b>France</b>	Eucalyptus	265896	III
<b>E: 24</b>	<b>France</b>	Bruyère	41618	II
<b>E: 25</b>	<b>France</b>	Chardon	259730	III
<b>E: 26</b>	<b>Allemagne</b>	Lavande	194220	III
<b>E: 27</b>	<b>Allemagne</b>	Multifloral	247399	III
<b>E: 28</b>	<b>Allemagne</b>	Multifloral	32370	II
<b>E: 29</b>	<b>Allemagne</b>	Multifloral	130250	III
<b>E: 36</b>	<b>Espagne</b>	Multifloral	87861	II

## Annexe VIII : Le questionnaire d'analyse sensorielle

Questionnaire d'analyses sensorielles du miel  
 Veuillez regarder, sentir et goûter l'échantillon et estimez votre degré de satisfaction.

Code produit	
--------------	--

1	Consistance	Liquide	onctueux	tartinable	ferme
---	-------------	---------	----------	------------	-------

2	Cristallisation	inexistante	fine	légèrement granuleuse	granuleuse
---	-----------------	-------------	------	-----------------------	------------

3	Odeur Intensité	faible	moyenne	forte
---	-----------------	--------	---------	-------

4	Aromes Intensité	Faible	moyenne	forte
	Chauds	faible	moyenne	forte
	Floraux/ fruités	faible	moyenne	forte
	Frais	faible	moyenne	forte
	Chimique	faible	moyenne	forte
	Boisé	faible	moyenne	forte

5	Saveur Intensité	Faible	moyenne	forte
	Sucrée	Faible	moyenne	forte
	Acide	faible	moyenne	forte
	Amère	faible	moyenne	forte

6	Sensation			
	Astringente (tannique)	faible	moyenne	forte
	Froid (pseudothermique)	faible	moyenne	forte
	Piquantes (trigéminal)	faible	moyenne	forte

7	Avez-vous perçu des différences entre les miels Lesquels ?	OUI	NON
---	---	-----	-----

8	Donner une note de satisfaction générale sur le produit/5	
---	---	--

## Résumé

La présente étude avait pour objectifs principaux de contribuer à accroître les connaissances actuelles sur la qualité des miels algériens, leur composition chimique ainsi que leur activité antioxydante et antimicrobienne, d'évaluer l'impact de l'origine de la région climatique sur la qualité des miels algériens, de confirmer la supériorité qualitative des miels locaux par rapports à ceux importés et de valoriser les miels des apiculteurs algériens par la proposition d'un cahier des charge pour un label de qualité.

Ainsi, 65 échantillons de miels collectés en Algérie et 15 miels importés ont été étudiés et leurs propriétés et composition analysées.

Dans un premier temps, des miels algériens de différentes origines florales et climatiques ont été comparés se basant sur les paramètres légaux internationaux reconnus du codex et de la législation européenne. Ceci a permis de mettre en évidence l'effet de l'origine climatique sur certains paramètres notamment sur le taux d'humidité et d'HMF. En effet 89 % des échantillons étaient conformes aux normes, Les taux d' HMF des miels des régions humides et subhumides sont en moyenne plus élevés (moyenne = 30,72 mg/Kg), comparativement à ceux des régions arides et semi-arides (moyenne = 10,61 mg/Kg). Dans un deuxième temps nous avons comparé entre les miels locaux et importés en nous basant sur 17 paramètres physicochimiques abordant divers aspect, tel que les propriétés anti-oxydantes, les composés volatils, les enzymes, ce qui a permis de confirmer la qualité des miels algériens puisque là aussi 80% étaient conformes aux différentes normes des paramètres testés alors que seulement 21,4% des miels importés étaient en accord avec les législations actuelles. 13,3 % des miels algériens étaient hors norme pour l'HMF et l'activité diastasique contre respectivement 42,8 % et 71,4% des miels importés, la même observation a été constatée pour l'invertase (20% contre 42,9%).

L'étude méliissopalynologique a montré que 59,9% des miels Algériens monofloraux respectaient l'origine florale étiquetée et 50% des miels importés avait une origine florale conforme .Les pollens dominants dans les miels locaux des régions humides et subhumides étaient ceux d'eucalyptus et de citrus et dans les régions arides et semi-arides ceux d'Euphorbe et de Jujubier.

L'analyse de l'activité antibactérienne des miels a révélé que les miels algériens avaient globalement un diamètre d'inhibition plus élevé sur les trois souches testées (*Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Pseudomonas aeruginosa*) comparativement aux miels importés. L'utilisation de la méthode rapide et innovante de détection d'adultération, le rapidRAW test, a révélé qu'il était possible de distinguer entre un sirop de sucre synthétique et du miel mais cette méthode a montré des limites puisqu'elle n'a pas permis de mettre en évidence les échantillons en partie adultérés.

A l'issu de ce travail nous avons proposé un modèle pour un cahier des charges pour la labellisation des miels d'Euphorbe d'Al Bayadh en nous appuyant sur nos résultats relatifs au triptyque indispensable dans une telle démarche : caractéristique physicochimique, identification pollinique et analyses sensorielles.

**Mots clefs :** Miels algériens et importés, qualité physicochimique, origine florale, effet antimicrobien, cahier des charges pour la labellisation.

## Abstract

The main objectives of the present study were to contribute to increase the current knowledge on the quality of Algerian honeys, their chemical composition as well as their antioxidant and antimicrobial activity, to evaluate the impact of the origin of the climatic region on the quality of Algerian honeys, to confirm the qualitative superiority of local honeys in comparison with imported honeys, and to valorise the honeys of Algerian beekeepers by proposing a scope of work for a label of quality

Thus, 65 samples of honey collected in Algeria and 15 imported honeys were studied and their properties and composition analysed.

Firstly, Algerian honeys of different floral and climatic origins were compared on the basis of the internationally recognised legal parameters of the Codex and European legislation. This made it possible to highlight the effect of the climatic origin on certain parameters, in particular on the moisture and HMF content. The HMF levels of honeys from humid and sub-humid regions are on average higher (average = 30.72 mg/Kg), compared to those from arid and semi-arid regions (average = 10.61 mg/Kg). In a second step we compared local and imported honeys based on 17 physicochemical parameters addressing various aspects, such as antioxidant properties, volatile compounds and enzymes, which allowed us to confirm the quality of Algerian honeys since here again 80% were in conformity with the various standards of the tested parameters whereas only 21.4% of imported honeys were in agreement with the current legislations. 13.3% of Algerian honeys were out of standard for HMF and diastase activity against 42.8% and 71.4% of imported honeys respectively, the same observation was noted for invertase (20% against 42.9%).

The melissopalynological study showed that 59.9% of the Algerian monofloral honeys respected the labelled floral origin and 50% of the imported honeys had a conforming floral origin. The dominant pollens in the local honeys of the humid and subhumid regions were those of eucalyptus and citrus and in the arid and semi-arid regions those of Euphorbia and Jujube.

The analysis of the antibacterial activity of the honeys revealed that Algerian honeys had globally a higher inhibition diameter for the three tested strains *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* compared to imported honeys.

The use of the rapidRAW test, an innovative rapid adulteration detection method, revealed that it was possible to distinguish between synthetic sugar syrup and honey but this method showed limitations as it did not allow the identification of partially adulterated samples.

At the end of this work we proposed a model for a specification for the labelling of Al Bayadh Euphorbia honeys based on our results relating to the triptych essential in such an approach: physicochemical characteristics, pollen identification and sensory analysis.

Key words: Algerian and imported honeys, physicochemical quality, floral origin, antimicrobial effect, specifications for labelling.

## ملخص

كانت الأهداف الرئيسية للدراسة الحالية هي المساهمة في زيادة المعرفة الحالية حول جودة العسل الجزائري ، وتركيبه الكيميائي بالإضافة إلى نشاطه كمضاد للأكسدة ومضاد للميكروبات ، لتقييم تأثير المنطقة المناخية على جودة العسل الجزائري. لتأكيد التفوق النوعي للعسل المحلي مقارنة بالعسل المستورد ولتعزيز عسل النحالين الجزائريين من خلال اقتراح مواصفات لبطاقات الجودة.

تمت دراسة 65 عينة عسل جمعت في الجزائر و 15 عسل مستورد وتحليل خواصها وتركيبها. أولاً ، تمت مقارنة العسل الجزائري من أصول نباتية ومناخية مختلفة بناءً على المعايير القانونية الدولية المعترف بها للمخطوطة والتشريعات الأوروبية. هذا جعل من الممكن تسليط الضوء على تأثير الأصل المناخي على معايير معينة سيما على مستوى الرطوبة و HMF في الواقع ، كانت 89٪ من العينات متوافقة مع المعايير ، ومستويات HMF من العسل من المناطق الرطبة وشبه الرطبة أعلى في المتوسط (المتوسط = 30.72 مجم / كجم) مقارنة بتلك الموجودة في المناطق القاحلة وشبه القاحلة (المتوسط = 10.61 مجم / كجم. ثانيًا ، قمنا بمقارنة بين أنواع العسل المحلي والمستورد بناءً على 17 معيارًا فيزيائيًا كيميائيًا تتناول جوانب مختلفة ، مثل الخصائص المضادة للأكسدة والمركبات المتطايرة والإنزيمات ، مما جعل من الممكن تأكيد جودة العسل الجزائري. لأن هناك 80 ٪ يتوافق مع المعايير المختلفة من المعلمات التي تم اختبارها في حين أن 21.4 ٪ فقط من العسل المستورد يتوافق مع التشريعات الحالية. كان 13.3 ٪ من العسل الجزائري خارج القاعدة بالنسبة لـ HMF والنشاط الدياستاز مقابل 42.8 ٪ و 71.4 ٪ على التوالي من العسل المستورد ، وقد لوحظت نفس الملاحظة بالنسبة للإنفرتيز 20 ٪ مقابل 9.42 ٪.

أظهرت دراسة علم حبوب الطلع أن 59,9 ٪ من العسل الجزائري أحادي الزهرة يتوافق مع الأصل الزهري المسمى و 50 ٪ من العسل المستورد له أصل نباتي متوافق. وكانت حبوب الطلع السائدة في العسل المحلي في المناطق الرطبة وشبه الرطبة هي من نبات الكافور أو الكاليتوس والحمضيات وفي المناطق القاحلة وشبه القاحلة اللبينة والسدر. أظهر تحليل النشاط المضاد للبكتيريا للعسل أن العسل الجزائري كان له قطر تثبيط أعلى للسلاطات الثلاثة المختبرة *Staphylococcus aureus* و *Escherichia coli* و *Pseudomonas aeruginosa* مقارنة بالعسل المستورد. أظهر استخدام الطريقة السريعة والمبتكرة لكشف الغش ، اختبار RAW السريع ، أنه كان من الممكن التمييز بين شراب السكر الصناعي والعسل ، لكن هذه الطريقة أظهرت حدودًا نظرًا لعدم إمكانية إثبات عينات مغشوشة جزئيًا. في نهاية هذا العمل ، اقترحنا نموذجًا لمواصفات وسم عسل اللبينة من منطقة البيض بناءً على نتائجنا المتعلقة بالثلاثي الأساسي في مثل هذا النهج: الخصائص الفيزيائية والكيميائية وتحديد حبوب اللقاح والتحليلات الحسية.

**الكلمات المفتاحية:** عسل جزائري ومستورد ، جودة فيزيائية كيميائية ، أصل نباتي ، تأثير مضاد للميكروبات ، مواصفات للتوسيم.