

Introduction générale

Le miel est un aliment naturel, visqueux, aromatique qui est apprécié pour son goût, sa saveur ainsi que ses valeurs nutritives, consommé par plusieurs personnes dans le monde entier, et c'est pour cette raison qu'il exige certaines normes, qui garantissent sa qualité et son identité^[1]. Le miel est la substance sucrée produite par les abeilles mellifiques à partir de nectar et autres matières sucrées (miellat) qu'elles récoltent sur des végétaux vivants. C'est un aliment de haute valeur énergétique, présentant des propriétés thérapeutiques^[2].

Le miel est un produit vivant qui subit au cours du temps un certain nombre de modifications aboutissant à la perte de ses qualités essentielles^[2]. La composition et les propriétés du miel dépendent de plusieurs facteurs parmi lesquels on cite l'origine botanique, le type d'abeille, etc.^[3].

Il y a 8000 ans, l'homme récoltait déjà le miel des abeilles vivant à l'état sauvage en extrayant de leur nid des alvéoles remplies de miel. L'utilisation du miel remonte à des siècles. Les anciens assyriens, les chinois, les grecs et les romains utilisaient le miel pour guérir les plaies infectées et les maladies de l'intestin. Le miel était la drogue égyptienne la plus populaire mentionnée 500 fois dans 900 remèdes. Sa prescription comme pommade standard pour les blessures a été découverte dans le papyrus^[4]. Avicenne, il y a presque 1000 ans, avait recommandé le miel comme l'un des traitements de la tuberculose^[4]. Le miel est donc une substance utilisée par l'homme depuis les temps anciens.

Actuellement, l'apiculture contribue aux moyens d'existence des populations dans presque tous les pays du monde, et joue un rôle primordial dans les revenus des populations rurales^[5]. L'apiculture à l'échelle mondiale varie d'un pays à un autre. Le premier pays producteur de miel est la Chine (plus de 26% de la production mondiale soit 536 000 tonnes) suivi de la Turquie (88 162 tonnes). Les autres principaux pays producteurs sont l'Argentine, l'Ukraine, la Russie, l'Inde, le Mexique, l'Iran et l'Éthiopie^[6].

L'apiculture en Algérie est largement pratiquée dans les régions montagneuses à population élevée dans les plaines littorales, dans les plaines intérieures, dans les vallées des grands oueds, ainsi que dans le Sahara^[7]. Le miel algérien, est un produit cher et peu consommé (200 à 300 g/an par habitant) comparé à la France (600 g/an par habitant). La production nationale de miel reste faible au regard des potentialités mellifères de l'Algérie. Les importations de miel proviennent de Chine, d'Inde, et d'Arabie saoudite. En 2011, nos importations de miel ont atteint 150.000 tonnes^[8].

Le tableau 1 ci-dessous montre l'évolution de la production du miel en Algérie entre 2004 et 2012.

Tableau 1: Evolution de la production du miel en Algérie entre 2004 et 2012 (FAO, 2014).

Année	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Production (t)	2800	2666	2543	2959	3312	3300	4880	4879	5320

t : tonnes

En raison de sa composition chimique et sa haute valeur énergétique, le miel à fait l'objet de beaucoup d'études scientifiques dans plusieurs pays dans le monde. Dans ces études, les normes du *Codex Alimentarius* (2001) sont appliquées^[9]. Il est à noter qu'il est impossible de se basé sur un seul critère pour déterminé la bonne qualité d'un miel. En effet, la combinaison de toutes les analyses physico-chimiques est indispensable pour garantir sa qualité et son authenticité^[10].

Au cours de cette dernière décennie, une attention particulière a été donnée au développement de la filière apicole en Algérie^[11]. Malgré une production croissante d'année en année, l'intérêt scientifique pour la caractérisation de nos miels locaux est récent par rapport à d'autres pays. Peu de miels ont fait l'objet d'étude sérieuse de leurs propriétés physico-chimiques surtout ceux de la région nord-ouest. Il est donc essentiel de faire sortir cette filière du domaine artisanal vers un domaine basé sur l'alliance du savoir-faire et de la recherche scientifique. Ce qui permet la valorisation des miels voir leur labellisation. Le consommateur algérien étant confronté à la cherté de ce produit, il n'arrive plus à faire la différence entre un produit authentique et un autre falsifié. Pour cela un contrôle de qualité du miel en évaluant ses propriétés physico-chimiques est fondamental afin d'éviter toute tentative de fraude.

Dans le cadre de ce mémoire, nous nous sommes fixés comme objectifs ce qui suit :

- Analyses physico-chimiques du miel de jujubier (Sidr) de la région de Tlemcen.
- Identification des différents composants du miel produit localement.
- Un Protocol basé sur les normes internationales utilisées dans cette filière est suivi lors des différentes opérations d'analyses.
- Comparaison des résultats obtenus avec ceux de la littérature.
- Etudier l'influence de l'origine (géographique, botanique, climat,...) du miel sur ses qualités organoleptiques, nutritionnelles et thérapeutique, etc.

Références bibliographiques

- [1] Da Silva, P.M., Gauche, C., Gonzaga, L.V., Oliveira Costa, A.C., Fett, R. Honey: Chemical Composition, Stability and Authenticity. *Food Chemistry*, **2015**, 196: 309-323.
- [2] Belhaj, O., Oumato, J., Zrira, S. Etude physico-chimiques de quelques types de miels marocains. *Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II*, Rabat, Maroc, **2015**, 3(3): 71-75.
- [3] Siddiqui, A.J., Musharraf, S.G., Choudhary, M.I., Rhaman, A. Applications of analytical methods in authentication and adulteration of honey. *Food Chemistry*, **2016**, 687-698.
- [4] Eteraf-Oskouei, T., Najafi, M. Traditional and modern uses of naturel honey in human diseases: A review *Iranian Journal of Basic Medical Sciences*, **2013**, 16(6): 731-742.
- [5] Bradbear, N. Manuel sur la récolte, la transformation et la commercialisation des produits et services dérivés des abeilles. Le rôle des abeilles dans le développement rural, *FAO*, **2011**, 19: 1- 4.
- [6] Food and Agriculture Organisation Of The United Nations. **2014**. Statistics division.
- [7] Nair S. Identification des plantes mellifères et analyse physico-chimique des miels Algériens. Thèse de Doctorat en Biologie, Université d'Oran (2013/2014).
- [8] Bourkache, F., Perret, C. La filière apicole dans les Wilayat de Tizi-Ouzou et de Blida : Une ressource territoriale en devenir. Institut de Recherche en Gestion et Economie, Université de Savoie, **2014**, 14(34).
- [9] Commission du Codex Alimentarius. Draft report of 24th Session, Geneva, **2001**
- [10] Achouri, M.Y. Caractérisation des miels du nord-ouest de l'Algérie : approches physico-chimiques et chimiométrique. Thèse de doctorat en sciences médicales. Univesité Djillali Liabès de Sidi-Bel-Abbès, **2015**.
- [11] Zerrouk, S., Seijo, M.K., Boughediri, L., Escuredo, O., Rodríguez-Flores, M.C. Palynological characterisation of Algerian honeys according to their geographical and botanical origin. *Grana Journal*, **2014**, 53(2): 147-158.

Chapitre I : Le miel

Les aliments qui sont riches en valeur nutritive et en valeur médicinale sont populaires dans la société d'aujourd'hui^[1]. Parmi ceux-ci, le miel est un exemple notable. Il a été décrit de nombreuses fois comme la plus ancienne nourriture sucrée utilisée par les humains^[2].

I-1. Définition du miel

Le miel est un produit naturel (sucré, parfumé), fabriqué par les abeilles *Apis mellifera*, à partir des nectars ou des sécrétions des plantes. Il contient principalement un mélange complexe de glucides, et certains constituants mineurs tels que les protéines, les enzymes, les acides aminés, les lipides, les vitamines, les acides phénoliques, les flavonoïdes et les minéraux^[3].

D'après Bogdanov et *al.* (2004), la couleur du miel est également associée à sa saveur. Il existe plusieurs couleurs de miels

- ✓ Les miels de couleur claire est placide,
- ✓ et les miels de couleur plus foncée qui ont des goûts plus prononcés. Ces derniers renferment plus de dérivés d'acide phénoliques mais moins de flavonoïdes que ceux de couleur claire^[4].

Le miel est célèbre pour son potentiel thérapeutique considérable. Nombreux sont les facteurs qui influencent les propriétés de base du miel. On cite à titre d'exemples :

- les espèces nectarifères que fournissent les plantes ;
- les différentes espèces d'abeilles ;
- la zone géographique et ses caractéristiques (climat, pluviométrie, etc.) ;
- et les conditions de récolte.

La qualité et la composition du miel, peut également être touchée par différents facteurs :

- la récolte avant sa maturation ;
- l'adultération avec des sirops de sucre etc.^[5].

I-2. Classification des miels

On distingue deux types de miels :

- **Miel de nectar** : Le miel de nectar est un miel produit à partir du nectar de fleur. C'est un produit mielleux produit par les nectaires (certaines plantes, certaines feuilles, ou des organes différenciés de la plante) butinées par les abeilles^[6].

Le nectar est une substance douce et parfumée, souvent liquide. Ses différents degrés de densité sont fonction de l'espèce végétale et du climat. Il peut contenir jusqu'à 80% d'eau, 7 à 60% de sucre. On y trouve également des traces d'acides aminés, de sels minéraux, d'hormones végétales, de pigments et de vitamines. Chaque espèce végétale fournit un nectar aux caractéristiques propres qui confèrent au miel sa saveur et son parfum^[7].

Il existe différents types de miels de nectar de fleurs. La majorité d'entre eux sont des miels provenant, d'une flore diversifiée. En effet, les abeilles visitent plusieurs espèces végétales, ayant la même période de fleuraison dans leur secteur de butinage^[8].

- *Miels monofloraux* : Miel dit monofloral s'il provient principalement d'une dominante source florale. Cela nécessite d'installer les ruches à proximité de la plante recherchée^[9]. Il est à noter qu'un miel est considéré comme monofloral lorsque le nombre de pollens dominants provenant d'une espèce de fleur est supérieur ou égal à 45%^[10].
- *Miels multifloraux* : Le miel peut être fait à partir d'une variété de fleurs différentes. Son goût, sa texture et sa composition chimique dépendent de la source florale à partir de laquelle il a été recueilli^[11].

- **Miel de Miellat** : Le miel de miellat est un miel obtenu à partir, d'un liquide produit par plusieurs espèces d'insectes parasites vivants sur les feuilles de nombreuses plantes. Le miel de miellat présente une couleur ambre foncée, son goût est agréable et il est très riche en sels minéraux^[12].

Le miellat est un liquide épais et visqueux constitué par les excréments liquides des homoptères (psylles, cochenilles et surtout pucerons). Il est plus dense que le nectar, plus riche en azote, en acides organiques, en minéraux et sucres complexes. Il est récolté par les abeilles en complément ou en remplacement du nectar et produit un miel plutôt sombre, moins humide que le miel de nectar^[13].

I-3. Composition chimique du miel

Le miel est un mélange très complexe. Sa composition ainsi que ses qualités organoleptiques (couleur, consistance, odeur, saveur) dépendent de la période de l'année et, surtout de l'emplacement des ruches au sein de l'environnement végétal^[6], ainsi que de la zone géographique et de l'origine botanique de la source du nectar et autres sécrétions des plantes.

- ✓ Les sucres sont les principaux constituants du miel. Ils sont constitués de 75% de monosaccharides, 10 à 15% de disaccharides et un pourcentage plus faible des sucres qui restent.^[14]
- ✓ L'eau est le deuxième constituant le plus important du miel. Son contenu peut varier de 15 à 21%. Sa teneur influence les propriétés du miel telles que : la couleur, le goût, la viscosité, la solubilité etc.^[15]. La commission européenne du miel (2014) exige une teneur en eau maximale de 20%^[16].
- ✓ Les éléments minéraux qu'on retrouve dans le miel dépendent des plantes visitées par les abeilles ainsi que du type de sol sur lequel les végétaux poussent. Ils sont plus abondants dans les miels plus foncé environs 0.4% et de 0.02% dans les miels de couleur clair^[14].
- ✓ Les composés volatils bien qu'ils soient présents en quantité minime sont responsables des propriétés organoleptiques et nutritionnelles du miel^[17].
- ✓ Les composés phénoliques présents dans le miel peuvent servir comme indicateurs de son origine botanique et renseigne sur sa qualité. En effet, les flavonoïdes et les acides phénoliques sont responsables d'une importante capacité antioxydante, et d'autres propriétés pharmacologiques bénéfiques^[11].
- ✓ Les enzymes proviennent soit des nectars, soit des sécrétions salivaires de l'abeille. Les plus connues sont la gluco-invertase qui est responsable de l'hydrolyse des disaccharides, et les α - et β -amylases qui permettent la dégradation de l'amidon^[13].
- ✓ Les vitamines et les lipides sont présents en quantité minime dans le miel. Les principales vitamines sont des vitamines du groupe B provenant des grains de pollen en suspension. D'autre part, les lipides sont sous formes de glycérides et d'acides gras^[13].

I-4. Propriétés physico-chimiques du miel

L'authenticité du miel est définie à l'échelle internationale par le *Codex Alimentarius*, en se basant sur des normes appliquées à tout type de miel destiné à la consommation humaine. Le but de ces normes est d'établir l'identité et la qualité du miel, en tenant compte de ces propriétés sensorielles et physico-chimiques^[14]. Durant ces analyses plusieurs paramètres sont vérifiés tels que la maturité, la pureté, et la détérioration des miels. Pour l'échéance, le règlement évalue la teneur en sucre et en humidité; pour la pureté, il analyse le contenu en cendres, la conductivité électrique et les solides insolubles dans l'eau; et pour la maturité, il vérifie le contenu de l'hydroxy méthyl furfural (HMF), l'acidité et l'activité diastase^[14].

Références bibliographiques

- [1] Zerrouk, S., Seijo, M.K., Boughediri, L., Olga, E., Rodriguez-Flores, M.S. Palynological characterisation of Algerian honeys according to their geographical and botanical origin. *Journal Grana*, **2014**, 53: 147-158.
- [2] Jing, Z., Xiaojing, Du., Cheng, Ni., Lanzhen, C., Xiaofeng, Xue, Jing, Z., Liming, Wu, Wei, Cao. Identification of monofloral honeys using HPLC–ECD and chemometrics. *Food Chemistry*, **2016**, 194: 167-174.
- [3] Zhou, J., Suo, Z., Pinpin, Z., Cheng, Ni., Gao, H., Jing, Z., Wei, C. Jujube Honey from China: Physico-chemical Characteristics and Mineral contents. *Journal of Food Science*, **2013**, 78(3): 1750-3841.
- [4] Bogdanov, S., Ruoff, K., Oddo Persano, L. Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys – A Review. *Apidologie*, **2004**, 35: S4-S17.
- [5] Como, F., Carnesecchi, E., Volani, S., Dorme, J.L., Richardson, J., Bassan, A., Pavan, M., Benfenati, E. Predicting acute contact toxicity of pesticides in honeybees (*Apis mellifera*) through a K-nearest neighbor model. *Chemosphere*, **2017**, 166: 438-444.
- [6] Dutau, G. Allergie au miel et aux produits de la ruche, *Revue Française d'Allergologie*, **2009**, 49 : S16-S22.
- [7] Biri, M. Manuel (tout savoir sur les abeilles et l'apiculture), 7^{ème} Edition de Vecchi S.A. – Paris, **2011**, p. 90-91.
- [8] Blanc, M. Propriétés et usage médical des produits de la ruche. Thèse de doctorat, Faculté de Médecine et de Pharmacie, Université de Limoges, **2010**, p. 142.
- [9] Belaya, A., Gulelat, D.H., Birringerd, M., Borckd, H., Addie, A., Bayea, K., Melakuf, S. Rheology and botanical origin of Ethiopian monofloral honey. *Food Science and Technology*, **2017**, 75: 393-401.
- [10] Benaziza-Bouchema, D., Schweitzer, P. Caractérisation des principaux miels des régions du Nord de l'Algérie. *Cahier d'Agriculture*, **2010**, 19(6): 432-8.
- [11] Badjah H.A., Wabaidur, A.Y, Siddiqui, S.M., et al. Simultaneous determination of twenty-five polyphenols in multifloral and cactus honeys using solid-phase extraction and high-performance liquid chromatography with photodiode array detection. *European Food Research and Technology*, **2016**, 242(6): 943–952.
- [12] Habib, H.M., Al Meqbali, F.T., Kamal, H., Souka, U.D., Ibrahim, W.H. Physicochemical and biochemical properties of honey from arid regions. *Food Chemistry*, **2014**, 153: 35-43.

- [13] Bonté, F., Desmoulière, A. Le miel : origine et composition. *Actualité Pharmaceutique*, **2013**, 531: 19.
- [14] Da Silva, P.M., Gauche, C., Gonzaga, L.V., Oliveira Costa, A.C., Fett, R. Honey: Chemical Composition, Stability and Authenticity. *Food Chemistry*, **2015**, S0308-8146(15)01394-1.
- [15] Missio, P.D.S., Gauche, C., Valdemiro, L., Gonzaga, Oliveira Costa, A.C., Roseane, F. Honey: Chemical Composition, Stability and Authenticity. *Food Chemistry*, **2016**, 196: 309-323.
- [16] Mekious, S., Houmani, Z., Bruneau, B., Masseaux, C., Guillet, A., Hance, T. Caractérisation des miels produits dans la région steppique de Djelfa en Algérie. *Biotechnologie, Agronomie, Société et environnement*, **2015**, 19(3): 221-231.
- [17] Christy, E., Manyi, L., Roland N., Ndip., M., Clarke, A. Volatile compounds in honey: A review on their involvement in aroma, botanical origin determination and potential biomedical activities. *International Journal of Molecular Science*, **2011**, 12(12): 9514-9532.

Chapitre II: Jujubier (Sidr)

Le jujubier (*Zizyphus lotus* L.), également connu sous le nom jujube, est un arbuste à feuilles caduques qui appartient à la famille des Rhamnacées^[1]. C'est un arbuste épineux, qui forme des touffes de quelques mètres de diamètre pouvant atteindre 2 m de haut. Les fruits sont des drupes à noyaux soudés. L'endocarpe mucilagineux, appelé "Nbag", sucré et comestible^[2].

Le *Z. lotus* L. est largement répandu dans la région méditerranéenne, à travers la Libye, le Maroc, l'Algérie et les pays du sud de l'Europe. Il se trouve soit à l'état isolé, soit, parfois, en peuplements purs. C'est un arbre rustique à croissance lente qui pousse sur des sols très pauvres^[3].

Le miel de jujubier est produit par les abeilles qui recueillent le nectar des fleurs de jujube. Il est doux et possède une saveur spéciale. En raison de son goût et de son arôme souhaitable, le miel de jujubier est l'un des nectars les plus consommés parmi les miels. Il est ambre, plus ou moins sombre. Ce miel n'est pas facilement enclin à la cristallisation^[4]. Le miel de jujubier est réputé pour sa forte teneur en flavonoïdes, composés à l'origine des vertus thérapeutiques excellentes de ce type de miel^[5,6].

Dans le cadre de ce mémoire, nos investigations ont trait à l'étude physico-chimique du miel de jujubier de la région d'Amieur, Tlemcen (Algérie). Le territoire de la commune d'Amieur est situé au nord-est de la wilaya de Tlemcen, à environ 18 km à vol d'oiseau (Latitude: 35° 2' 7" Nord, Longitude: 1° 14' 24" Ouest, Altitude: 299 m).

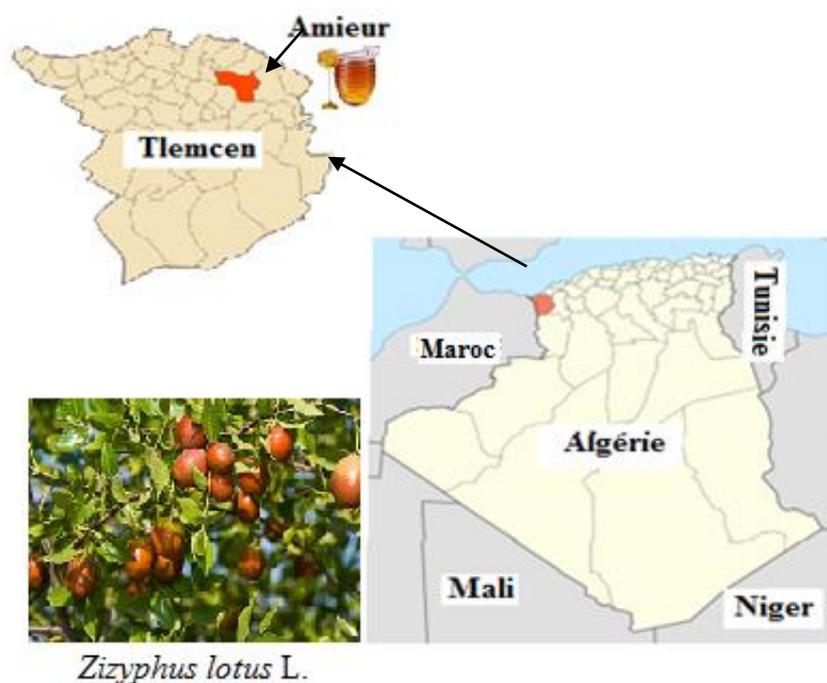


Figure 1 : Situation géographique de la zone de collecte du miel.

- La région d'Amieur est connue par son climat chaud en été, et moyennement froid en hiver. Dans cette région, le jujubier est un arbre prédominant comme source florale. On trouve à côté des ruches, des champs de céréales et quelques arbres fruitiers. Le miel récolté dans cette région se fait par un très ancien apiculteur qui exerce ce métier depuis 50 ans qui affirme que :
- La période de floraison du jujubier commence en juin et la récolte du miel se fait en août. Dans de meilleures conditions climatiques, la production du miel, dans la région, atteint 13 à 14 kg par ruche.
- La période de floraison du jujubier coïncide avec la période de floraison du calyptus, ce qui nous renseigne sur la qualité multiflorale de notre miel avec une dominance de jujubier.

Références bibliographiques

- [1] Benammar, C., Hichami, A., Yessoufou, A., Simonin, A.-M., Belarbi, M., Allali, H., Khan, N.A. *Zizyphus lotus* L. (Desf.) modulates antioxidant activity and human T-cell proliferation. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, **2010**, 10(54): 1472-6882.
- [2] Bsaissi, N., Bouhache, M. La lutte chimique contre le jujubier. Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture (PNTA), **2002**, DERD (Ed). n°94, Rabat, p. 4.
- [3] Baa, A., Guissoub, T., Duponnoisc, R., Plenchetted, C., Sackoe, O., Sidibéf, D., Syllag, K., Windoug, B. Mycorhization contrôlée et fertilisation phosphatée: applications à la domestication du jujubier. *GMV Capitalisation des Recherches et Valorisation des Savoirs Locaux*, **2001**, 56: 261-269.
- [4] Zhou, J., Suo, Z., Zhao, P., Cheng, Ni., Gao, H., Zhao, J., Wei C. Jujube honey from China: Physico-chemical characteristics and mineral contents. *Journal of Food Science*, **2013**, 78(3): C387-94.
- [5] Haderbache, L., Bousdira, M., Arezki, M. *Zizyphus lotus* and *Euphorbia bupleuroides* Algerian honeys. *World Applied Sciences Journal*, **2013**, 24(11): 1536-154.
- [6] Hira, F., Javid, I.D., Ihssan, A., Ahmed, S., Nadeem, N. Physico-chemical analysis and antimicrobial potential of *Apis dorsata*, *Apis mellifera* and *Zizyphus* jujube honey samples from Pakistan. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, **2014**, 4(8): 633-641.

Chapitre III- Analyses physico-chimiques du miel du jujubier

III-1. Introduction

Le miel de jujubier est un mélange complexe de sucres, d'acides, de protéines... Il est connu pour ces effets thérapeutiques remarquables. En général, il sert de remède contre diverses maladies^[1-5].

III-2. Analyses physico-chimiques

Sur le plan nutritionnel, le miel est un aliment de première catégorie et de haute valeur énergétique. L'évaluation des propriétés physico-chimiques du miel est importante car elle garantit sa qualité et son authenticité. Les principaux paramètres de qualité étudiés lors de l'analyse d'un miel, en plus des caractéristiques sensorielles (couleur, arôme, saveur), sont l'humidité, la conductivité, le taux hydroxyméthyle furfural (HMF), l'indice diastase... Ces deux derniers sont fortement influencés par le traitement thermique et la durée de l'entreposage du produit^[6].

III-3. Résultats et discussions

III-3-1. Détermination de l'humidité par la méthode de la réfractométrie

La teneur en eau est la valeur déterminée à partir de l'indice de réfraction du miel par référence à un tableau standard (Tableau 2). L'indice de réfraction du miel est en quelque sorte la résultante de chacun de ses constituants ayant une influence sur le parcours lumineux. Il dépend de la longueur d'onde, de la lumière, et de la température du milieu. Il est souvent donné à 20°C, à la longueur d'onde de la raie D du sodium (589 nm). Il est noté n_D^{20} .

La méthode utilisée est basée sur le principe que l'indice de réfraction augmente avec la teneur en solide. Un tableau standard est construit à partir d'une courbe du logarithme de l'indice de réfraction moins l'unité tracée par rapport à la teneur en eau déterminée par séchage sous vide^[7-13].

Le réfractomètre d'Abbé, décrit dans la partie expérimentale, est l'instrument utilisé pour la détermination de l'indice de réfraction de l'échantillon de miel de jujubier étudié. La méthode EHC (European Honey Commission) employée pour la détermination de la teneur en eau du miel établit la corrélation suivante^[14] :

$$W = [- 0.2681 - \log((n_D^{20}-1))/0.002243$$

W : teneur en eau en gramme pour 100 g de miel ;

n_D^{20} : Indice de réfraction mesuré à 20°C.

Tableau 2 : Relation entre la teneur en eau et l'indice de réfraction du miel.

Teneur en eau g/100g	Indice de réfraction 20°C
23.2	1.4785
23.4	1.4780
23.6	1.4775
23.8	1.4770
24.0	1.4765
24.2	1.4760
24.4	1.4755
24.6	1.4750

La mesure de la teneur en eau du miel de jujubier, réalisé sur un réfractomètre Abbé préalablement étalonné avec de l'eau distillée ($n_D^{20} = 1.3330$), est réalisée à une température de 23°C. Afin de pouvoir comparer nos résultats avec ceux du tableau 2, des corrections de température sont faites en ajoutant un incrément estimé à 0.00023 par °C pour les valeurs de températures supérieures à 20°C (Tableau 3).

Tableau 3 : Correction de l'indice de réfraction.

N° d'essai	Indice de réfraction à 23°C	Indice de réfraction à 20°C
1	1.4760	1.4767
2	1.4770	1.4777
3	1.4771	1.4777

La correspondance de la valeur moyenne des indices de réfraction obtenus ($n_D^{20} \text{ moy.} = 1.4774$) avec les valeurs mentionnées sur le tableau 2, correspond à une teneur en eau de 23.6%. Cette valeur est en accord avec celle calculée en utilisant l'équation utilisée par EHC. Les miels doivent, à part quelques exceptions (miel de bruyère, miels destinés à l'industrie), respecter la norme internationale ($\leq 21\%$) ; au-delà, le risque de fermentation par les levures augmente. La législation européenne considère les miels polyfloraux avec une teneur en eau supérieur à la norme comme des miels de mauvaise qualité et qui ne peuvent être commercialisés que sous les dénominations « miels de pâtisserie » ou « miels d'industrie ».

III-3-2. Détermination de la conductivité électrique

La conductivité électrique du miel est définie comme étant celle d'une solution à 20% en masse dans l'eau à 20°C, ou les 20% se réfèrent à la matière sèche de miel. Le résultat est

exprimé en milli-Siemens par Centimètre ($\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$). La conductivité électrique d'une solution de 20 g de matière sèche de miel dans 100 mL d'eau distillée est mesurée à l'aide d'une cellule de conductivité électrique.

La détermination de la conductivité électrique est basée sur la mesure de la résistance électrique, dont la conductivité électrique est la réciproque^[15-17]. La conductivité électrique présente dans le miel est due aux minéraux et aux acides ionisables capables de conduire le courant électrique. Pour réaliser cette mesure, un conductimètre est utilisé. Le temps de mesure doit être aussi court que possible à cause du phénomène de polarisation qui peut conduire à de faux résultats.

Il est à noter qu'avant de la faire la mesure de la conductivité électrique de l'échantillon de miel, la constante de cellule du conductimètre est préalablement déterminée par une solution de chlorure de potassium (0.1M). Elle est calculée en utilisant la formule suivante :

$$\mathbf{K=11.691\times 1/G}$$

avec:

K : Constante de cellule en cm^{-1}

G : Conductance en mS, mesurée avec la cellule de la conductivité.

11.691 : Somme de la valeur moyenne de la conductivité électrique de l'eau fraîchement distillée en $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ et la conductivité électrique d'une solution de KCl (0.1M, 20°C).

La valeur de la conductance exprimée en mS de la solution de KCl est de 13.50 mS. La constante de cellule est calculée en utilisant la formule ci-dessus : $\mathbf{K = 0.866\text{ cm}^{-1}}$.

La conductivité électrique S_H est exprimée par la formule suivante :

$$\mathbf{S_H=K\times G}$$

avec:

S_H : Conductivité électrique de la solution de miel en $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$.

K : Constante de la cellule en cm^{-1} .

G : Conductance en mS.

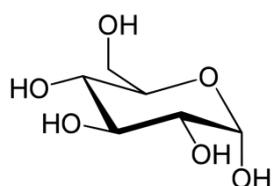
La conductance (G) lue sur l'appareil est de 0.38 mS. Le même résultat est obtenu au cours des trois essais effectués. La valeur de la conductivité électrique est donc estimée à $0.329\text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$.

La mesure de la conductivité électrique d'un miel fournit de précieux renseignements sur son origine florale. Elle permet notamment la différenciation entre le miel de nectar et le miel de miellat. En effet, la conductivité de ce dernier est plus élevée dépassant $0.8\text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$.

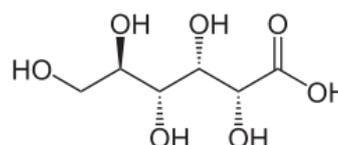
Notons que plus le miel est foncé plus sa conductivité électrique est élevée, ce qui renseigne sur sa richesse en matières ionisables^[18]. La valeur de la conductivité électrique du miel de jujubier étudié révèle qu'il s'agit d'un miel de nectar.

III-3-3. Mesure du pH et de l'acidité libre par titrage à pH 8.3

La mesure de l'acidité d'un miel permet l'identification de sa nature (origine florale). Un pH trop élevé, non conforme aux normes, indique une dégradation biochimique suite à de mauvaises conditions de récolte ou de conservation. Divers acides entrent dans la composition d'un miel. Le plus important est l'acide gluconique qui dérive du glucose :

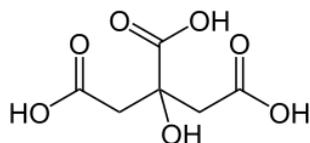


α -D-Glucose

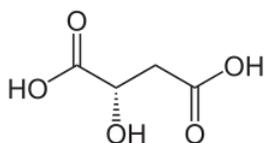


Acide gluconique

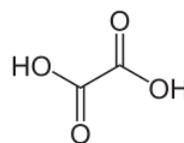
En plus des acides organiques à l'état libre ou combiné sous forme lactonique, le miel contient des acides fixes (citriques, maliques, oxaliques...) et volatiles comme l'acide formique.



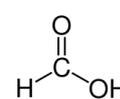
Acide citrique



Acide malique



Acide oxalique



Acide formique

L'acidité libre du miel est la teneur en acides libres exprimée en milliéquivalents/kg (méq.kg⁻¹) de miel, déterminée par cette méthode.

Le pH-mètre permet de mesurer le pH (potentiel hydrogène) d'une solution. Le pH mesure donc dans une solution l'activité chimique des ions dissociés H⁺ (acide) ou OH⁻ (basique).

Pour le miel de jujubier le pH est 3.58. Sachant que l'incertitude du pH-mètre est de 0.05 unité de pH, on obtient l'encadrement: $3.53 \leq \text{pH mesuré} \leq 3.63$

Le pH n'est pas le seul élément à prendre en compte pour mesurer l'acidité du miel. Une autre acidité notamment l'acidité libre peut être utile dans la détermination de la nature du miel. Elle est obtenue en titrant une solution fraîchement préparée de miel, par la soude jusqu'au pH du point équivalent. L'acidité libre du miel est déterminée par la formule suivante:

$$\text{Acidité libre} = V_{\text{NaOH}\text{éq}} \times 10$$

$V_{\text{NaOH}\text{éq}}$: volume de soude exprimé en mL.

Le dosage fourni un volume de neutralisation égal à 2.4 mL, ce qui correspond à une acidité libre de l'ordre de 24.0 méq.kg⁻¹.

L'acidité libre constitue une autre caractéristique de composition exigée lors de la commercialisation d'un miel ; celle-ci doit être inférieure à 50 méq.kg⁻¹[19]. Une valeur élevée peut s'expliquer par à une acidité modifiée artificiellement.

Il est à noter qu'il existe un lien entre la nature et le pH. Cette relation est décrite ci-dessous^[20] :

- Miel de nectar: $3.5 \leq \text{pH} \leq 4.5$;

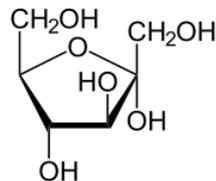
- Miel de miellat: $4.5 \leq \text{pH} \leq 5.5$;

L'acidité libre est correcte et respecte la norme internationale. La nature du miel étudié est un miel de nectar.

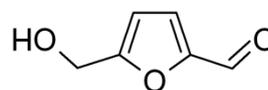
L'acidité d'un miel est un facteur antibactérien. En effet, une valeur basse du pH du miel est suffisante pour inhiber un grand nombre de microorganismes.

III-3-4. Hydroxyméthyl furfural (HMF)

L'HMF (5-(hydroxyméthyl) furan-2-furaldéhyde) résulte de la réaction de dégradation du fructose sous l'action des acides. Sa concentration augmente dans le temps et sous l'effet de la température. Il reflète donc le degré de vieillissement et le niveau de chauffage subi par le miel^[21].



α -D-Fructose



HMF

Dans un miel naturel, récolté dans les meilleures conditions et sans chauffage, la teneur en HMF ne dépasse pas 5 mg/kg^[22]. De ce fait, le miel doit être toujours conservé à une température inférieure à 40°C et pour une durée limitée.

La détermination de la teneur en HMF est basée sur la détermination des absorbances UV de ce composé à 284 nm. Afin d'éviter l'interférence d'autres composants absorbants à cette même longueur d'onde, on détermine la différence entre les absorbances d'une solution aqueuse claire de miel et la même solution après addition de bisulfite. La teneur en HMF est calculée après soustraction de l'absorbance de fond à 336 nm^[23, 24].

Le résultat est habituellement exprimé en milligrammes par kilogramme (mg/kg) selon l'expression indiquée ci-dessous :

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

avec:

A_{284} : absorbance à 284 nm ;

A_{336} : absorbance à 336 nm ;

$149.7 = (126 \times 1000 \times 1000)/(16830 \times 10 \times 5) = \text{Constante}$; 126 : poids moléculaire de HMF ; 16830 : absorbance molaire ϵ de HMF à $\lambda = 284$ nm ; 1000 : conversion g en mg ; 10 : conversion 5 dans 50 mL ; 1000 : conversion g de miel en kg ;

5 : poids de l'échantillon ;

D : facteur de dilution, au cas où la dilution est nécessaire ;

W : Poids en g de l'échantillon de miel

Les résultats de l'expérience sont regroupés dans le tableau 4 suivant :

Tableau 4: Absorbances des solutions préparées lors de l'analyse HMF.

λ (nm)	Absorbance (A_{284} , A_{336})	
	Solution échantillon (eau)	Solution référence (bisulfite)
284	0.58136	0.19560
336	0.32086	0.13674

La valeur de HMF calculée selon la formule précédente est estimée à 38.94 mg.kg^{-1} . Cette valeur est à la limite de celle exigée par l'union européenne fixée à 40 mg.kg^{-1} ^[25, 26].

La teneur en HMF n'est pas une propriété intrinsèque du miel. Elle ne peut être utilisée pour la détermination de son origine botanique. En revanche, la détermination du taux de HMF constitue une excellente méthode pour apprécier la qualité du miel en révélant son indice de dégradation^[21, 22].

III-3-5. Viscosité

La viscosité est une propriété qui traduit la résistance à l'écoulement uniforme et sans turbulence d'un fluide. Le miel est un fluide qui possède cette propriété. En effet, parfois il est liquide, parfois il est visqueux. La viscosité se manifeste en fonction de la température qui fait varier la texture du miel.

Lorsque le miel présente une forte viscosité, la capacité d'écoulement de celui-ci a tendance à diminuer. Il reste donc plus épais et compact. A l'inverse, dans le cas d'un miel présentant une faible viscosité, sa capacité à s'écouler devient stable et uniforme. L'origine de

la forte viscosité du miel s'explique par l'organisation complexe des molécules de sucres (glucose, fructose, saccharose...) qui le compose.

Ces molécules sont imbriquées les unes aux autres et sont liées entre elles par des liaisons hydrogène. Il en résulte des molécules de plus en plus grosses et qui se déplacent de plus en plus mal. Pour mesurer la viscosité du miel du jujubier, deux expériences ont été réalisées.

1^{ère} expérience :

C'est une méthode qualitative. Elle consiste à suivre l'écoulement d'une quantité de miel le long d'une seringue munie d'un piston. Cette opération est contrôlée en utilisant un chronomètre. Ce dernier permet de mesurer le temps nécessaire d'écoulement de la quantité totale du miel.

Les résultats de cette expérience sont rassemblés dans le tableau ci-dessous:

Tableau 5: Temps d'écoulement du miel.

Quantité de miel (g)	Temps (secondes)
50	0
25	763
0	1652

Le débit du miel de jujubier calculé est: $50/1652 = 3.02610^{-2} \text{ mL/s} = 3.02610^{-5} \text{ L/s}$. C'est une grandeur exprimée en quantité (mL) par unité de temps (secondes).

Cette expérience montre que le débit du miel étudié est faible, ce qui renseigne sur la complexité de sa composition chimique.

2^{ème} expérience :

Il s'agit d'une méthode quantitative au cours de laquelle la chute d'une bille dans du miel est suivie lors de sa descente en bas d'une éprouvette graduée préalablement remplie du miel de jujubier. Cette opération est contrôlée en utilisant un chronomètre de précision.

Les mesures sont incrémentées dans l'espace (Δx) et dans le temps (Δt). Elles sont effectuées toutes les 25 millimètres parcourus. En moyenne, un temps de 1.35 secondes est enregistré pour atteindre chaque graduation et 18.80 secondes pour atteindre le bas de l'éprouvette. Dans le tableau 6 sont mentionnés les différents relevés de temps de l'expérience du viscosimètre à chute de bille. Ces résultats permettent de calculer la vitesse de chute de la bille ainsi que la viscosité du miel.

Tableau 6: Résultats de la chute d'une bille dans du miel à 22°C.

h (mm)	t (s)	V (mm/s)
0	0	0
25	1.40	17.86
50	2.57	19.45
75	3.89	19.28
100	5.10	19.60
125	6.75	18.51
150	8.56	17.52
175	10.21	17.14
200	11.96	16.72
225	13.83	16.26
250	15.59	16.03
275	17.40	15.80
300	18.88	15.88

t : temps ; h : hauteur ; V : vitesse

Le tracé graphique de la courbe de distance parcourue par la bille en fonction du temps permet de déduire la vitesse limite (V_{limite}) qui est le coefficient directeur de l'équation de la droite de régression. Cette droite est l'interpolation des données expérimentales de la distance en fonction du temps : $h = f(t)$.

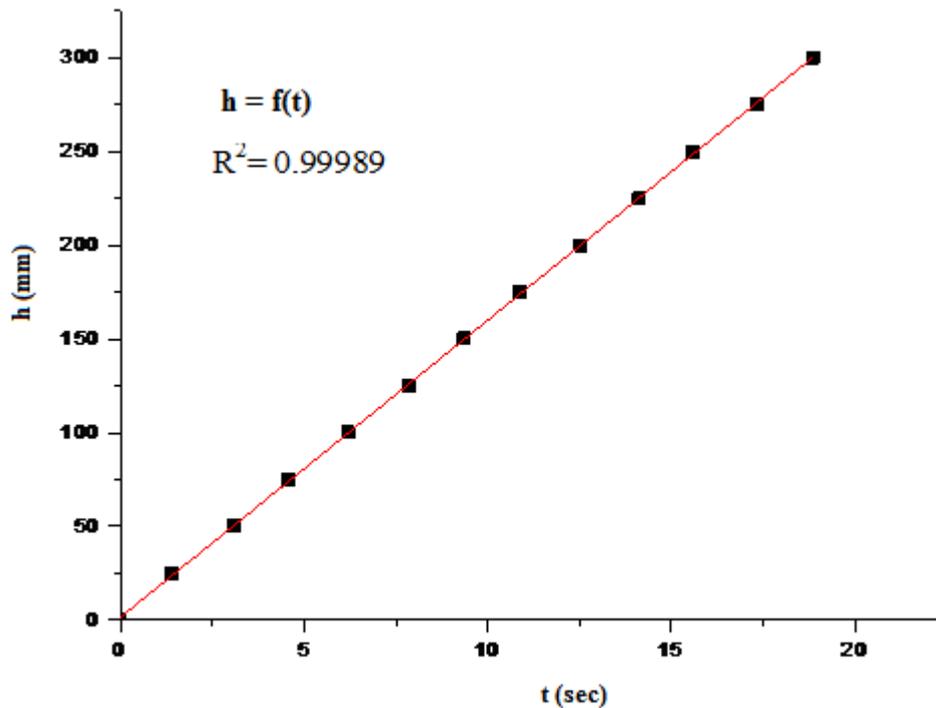


Figure 2: Représentation graphique $h=f(t)$.

D'après la courbe représentant la distance parcourue par la bille en fonction du temps, la vitesse limite (V_{limite}) est calculée. Elle est égale à 15.85 mm/s.

Pour estimer la valeur de la viscosité, la formule suivante est utilisée :

$$\eta = (\rho' - \rho) \cdot g \cdot D^2 / 18 \cdot V_{\text{limite}}$$

η : Viscosité

ρ : Masse volumique du miel (1422 kg/m³)

ρ' : Masse volumique de la bille (7800 kg/m³)

D : Diamètre de la bille (5.10⁻³ m)

g : Pesanteur (9.81 N/kg)

V_{limite} : Vitesse limite

L'application numérique fournit la valeur de la viscosité du miel de jujubier suivante:

$$\eta = (\rho' - \rho) \cdot g \cdot D^2 / 18 \cdot V_{\text{limite}} = [(1422 - 7800) \cdot 9.81 \cdot (5 \cdot 10^{-3})^2] / 18 \cdot 15.85 \cdot 10^{-3} = 5.47 \text{ Pa.s}$$

La valeur calculée de la viscosité du miel de jujubier est proche de celle citée dans la bibliographie. En effet, elle est en accord avec la norme fixée à 10 Pa.s.

Références bibliographiques

- [1] Frankel, S., Robinson, G.E., Berenbaum, M.R. Antioxidant capacity and correlated characteristics of 14 unifloral honeys. *Journal of Apicultural Research*, **1998**, 37(1):27-31.
- [2] Gheldof, N., Engeseth, N.J. Antioxidant capacity of honeys from various floral sources based on the determination of oxygen radical absorbance capacity and inhibition of in vitro lipoprotein oxidation in human serum samples. *Journal of Agricultural Food and Chemistry*, **2002**, 50(10): 3050-3055.
- [3] Gheldof, N., Wang, X.H., Engeseth, N.J. Buckwheat honey increases serum antioxidant capacity in humans. *Journal of Agricultural Food and Chemistry*, **2003**, 51(5):1500-5.
- [4] Alnaqdy, A., Al-Jabri, A., *et al.* Inhibition effect of honey on the adherence of Salmonella to intestinal epithelial cells in vitro. *International Journal of Food Microbiology*, **2005**, 103(3): 347-51.
- [5] Erejuwa, O.O., Sulaiman, S.A., Wahab, M.S. Effects of honey and its mechanisms of action on the development and progression of cancer. *Molecules*. **2014**, 19(2): 2497-522.
- [6] Amri, A., adjama, A., Tahar, A. Etude de quelques miels produits à l'est Algérien: Aspect physico-chimique et biochimique. *Revue Synthèse*, **2007**, 17: 57-63.
- [7] Chataway, H.D. The determination of moisture in honey. *Canadian Journal of Research*, **1932**, 6: 532-547
- [8] Wedmore, The accurate determination of the water content of honeys, *Bee World*, **1955**, 36: 197-206.
- [9] Zürcher, K., Hadorn, H. Vergleichende Wasserbestimmungen in Honignach Karl Fischer, aus Dichte, refraktometrisch und gravimetrisch. *Mitteilungen Aus Dem Gebiete Der Lebensmittel-untersuchung Un Hygiene*, **1980**, 71: 396-403.
- [10] Codex Alimentarius Standard for Honey, Ref. Nr. CL 1993/14-SH, FAO and WHO, Rome, **1993**.
- [11] DIN Norm 10752: Bestimmung des Wassergehalts in Honig, **1992**.
- [12] Lord, D.W., Scotter, M.J., Whittaker, A.D., Wood, R. The determination of acidity, apparent reducing sugar and sucrose, hydroxymethyl furfural, mineral, moisture, water-insoluble solids contents in honey; collaborative study. *Journal of the Association of Public Analysis (UK)*, **1988**, 26: 51-76.

- [13] Bogdanov, S., Lischer, P. Interlaboratory trial of the International Honey Commission: Phadebas and Schade diastase determination methods, moisture by refractometry and invertase activity: Report for the participants, **1993**.
- [14] Dailly, H. Le réfractomètre: Un outil essentiel. *Abeilles et Cie*, **2008**, 122: 30-32.
- [15] Vorwohl, G. Messung der elektrischen Leitfähigkeit des Honigs und der Verwendung der Messwerte zur Sortendiagnose und zum Nachweis von Verfälschungen mit Zuckerfütterungshonig. *Zeitschrift für Bienenforschung*, **1964**, 7:37-47.
- [16] DIN Norm 10 753 Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit von Honig, **1991**.
- [17] Bogdanov, S., Baumann, S.E. Bestimmung von Honigzucker mit HPLC. *Mitteilungen Aus Dem Gebiete Der Lebensmittel-untersuchung Und Hygiene*, **1988**, 79: 198-206.
- [18] Gonnet, M. Le miel : composition, propriétés, conservation. 2^{ème} Ed. Opida, Echauffour. France, **1982**, p. 9-12.
- [19] *Codex Alimentarius*. Codex stan 12-1981, Rev.1 (1987), Rev.2, **2001**.
- [20] Prost, P.J. Apiculture, connaître l'abeille, conduire le rucher. Lavoisier, France, **2005**.
- [21] Khalil, M.I., Sulaiman, S.A., Gan, S.H. High 5-hydroxymethylfurfural concentrations are found in Malaysian honey samples stored for more than one year. *Food and Chemical Toxicology*, **2010**, 48: 2388-2392.
- [22] Makhloufi, C., Kerkvliet, J.D., Ricciardelli D'albore, G., Choukri, A., Samar, R. Characterization of Algerian honeys by palynological and physico-chemical methods. *Apidologie*, **2010**, 41: 509-521.
- [23] White, J. Spectrophotometric Method for Hydroxymethyl furfural in Honey. *Journal Association of Official Analytical Chemists*, **1979**, 62: 509.
- [24] Official Methods of Analysis AOAC, No. 980.23, edition 15, **1990**.
- [25] Bogdanov, S. et al., Harmonised methods of the European Honey Commission. *Apidologie*, **1997**, 1-59.
- [26] Kowalski, S., Lukasiewicz, M., Bednarz, S., Panus, M. Diastase number changes during thermal and microwave processing of honey. *Czech Journal of Food Sciences*, **2012**, 30: 21-26.

Partie expérimentale

I-Appareillages utilisés

1) Réfractomètre



Réfractomètre de type Abbé (Paralux)

Gamme de mesure n_D : 1.300 à 1.700

Précision : 0.0005

Dimension : 19 X 26.5 X 38 CM

Poids net (kg) : 2.80

Réfractomètre de type Abbé

2) pH-mètre



pH-mètre

pH-mètre de type consort C3030.

B-2300 Turnhout. Belgium

pH: -2.000 ... + 16 pH

mV: ± 2000 mV

Ion: 0.01 ng/L.... 100 g/L

Conductivité: 0 ... 2000 mS/cm

Résistivité: 0 ... 200 M Ω .cm

Température: -5 ... + 105°C

3) Conductimètre



Conductimètre

Conductimètre de type HANNA.EC-214

Plage: 0.0 à 199.9 μ S/cm; 0-1999 μ S/cm; 0.00 à 19.99 mS/cm; 0.0 à 199.9 mS/cm

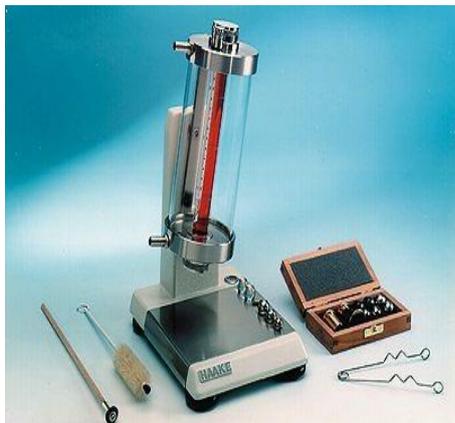
Résolution: 0.1 μ S/cm; 1 μ S/cm; 0.01 mS/cm; 0.1 mS/cm

Précision (à 20°C): $\pm 1\%$ F.R. (Excluant erreur de sonde)

Sonde EC: HI 76303 avec quatre anneaux capteur de température en platine, le câble 1 m (inclus)

Alimentation: 12 Vdc (adaptateur inclus)

4) Viscosimètre



Viscosimètre

Thermo scientific HAAKE FAling Ball viscosimeter type C

Gamme de mesure : 0.5 à 100.000 mPas (cP)

Précision ; < 0.5 %

- Bille 1 et 2 : verre-boron silicate
- Bille 3 et 4 : fer-nickel
- Bille 5 et 6 : acier

Diamètre des billes : 11.0 à 15.81 mm

Temps de chute : de 30 à 300 sec

Longueur de la zone de mesure dans le tube: 100 mm

Gamme de température : -20°C à +120°C

Volume tube échantillon : 40 mL

Dimensions du viscosimètre : 180 x 220 x 330 mm

5) Spectrophotomètre UV-Visible



Spectrophotomètre

Spectrophotometer Perkin Elmer

Marque : Perkin Elmer UV/Vis Spectrometer Lambda 45

Gamme spectrale 190 – 1100 nm

- Taux de lumière diffuse 0.01%
- Précision en longueur d'onde ± 0.1 nm
- Ligne de base ± 0.001 nm
- Stabilité 0.00015 A/h

II- Matériels & Verreries utilisées

- ✓ Plaque chauffante,
- ✓ Thermomètre,
- ✓ Balance analytique,
- ✓ Chronomètre,
- ✓ Seringue,
- ✓ Piluliers, 5 mL
- ✓ Cristalliseur, 900 mL
- ✓ Burette, 25 mL
- ✓ Bêchers, 10 mL, 20 mL, 50 mL
- ✓ Eprouvette, 5 mL, 10 mL, 100 mL
- ✓ Fioles, 100 mL, 200 mL

III-Modes opératoires

III-1. Détermination de l'humidité par la méthode de la réfractométrie

Préparation de l'échantillon

Mettre une quantité de miel dans un pilulier et le fermer, puis le placer dans un bain d'eau à 50°C jusqu'à ce que tous les cristaux de sucre soient dissous. Refroidir la solution à température ambiante et remuer à nouveau.

Analyse de l'échantillon par le réfractomètre d'Abbé

S'assurer que le prisme du réfractomètre est propre et sec. Etalonner l'appareil avec de l'eau distillée ($n_D^{20}=1.3330$).

Lors de la mesure et après homogénéisation du miel, recouvrir uniformément la surface du prisme avec l'échantillon. Après 2 minutes, lire l'indice de réfraction.

L'analyse est réalisée trois fois, en nettoyant soigneusement le prisme après chaque essaie.

III-2. Détermination de la conductivité électrique

Détermination de la constante de cellule

Utiliser une solution du chlorure de potassium (KCl, 0.1M) préparée préalablement. Mesurer 210 mL de la solution de KCl à l'aide d'une éprouvette et la transvaser dans un bécher. Connecter la cellule au conductimètre, la rincer soigneusement avec la solution de KCl puis l'immerger dans la solution avec un thermomètre. Lire la valeur de la conductance électrique de la solution exprimée en mS après équilibration de la température à $20\pm 0.5^\circ\text{C}$.

Préparation de la solution échantillon

Dissoudre 20 g de miel anhydre dans de l'eau distillée. Transférer le mélange dans une fiole jaugée de 100 mL puis compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Verser 40 mL de la solution échantillon dans un bécher et placer le bécher dans un bain thermostaté à $20\pm 0.5^\circ\text{C}$. Rincer soigneusement la cellule du conductimètre avec la partie restante de la solution échantillon. Plonger la cellule dans la solution échantillon. Lire la conductance en mS.

III-3. Mesure du pH et de l'acidité libre par titrage à pH 8.3

Mesure du pH

Étalonnage du pH-mètre

Avant toute mesure de pH, procéder à l'étalonnage du pH-mètre, muni d'une sonde de température, à l'aide des solutions tampons de pH 4 et 7. Plonger la sonde dans la solution de calibration pH 4, puis attendre la stabilisation de la mesure. Refaire la même procédure avec la solution de de calibration pH 7.

Préparation de l'échantillon

Peser dans un petit bécher 10 g de miel, puis dissoudre cette quantité dans 75 mL d'eau distillée. Rincer l'électrode avec de l'eau distillée puis sécher avec du papier joseph. Placer la solution du miel à analyser sous agitation magnétique. Plonger l'électrode sèche dans la solution à analyser, puis prendre les mesures après stabilisation de la valeur du pH.

Mesure de l'acidité libre

Dans un bécher, dissoudre 10 g de miel dans 75 mL d'eau distillée. Agiter la solution à l'aide d'un agitateur magnétique. Immerger les électrodes du pH-mètre dans la solution de miel. Après la lecture du pH, titrer ensuite avec une solution de soude (NaOH, 0.1M) jusqu'à pH 8.3.

III-4. Hydroxyméthyl furfural

Préparation de l'échantillon

Peser approximativement 5 g de miel dans un bêcheur de 50 mL. Dissoudre l'échantillon dans environ 25 mL d'eau distillée et transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 50 mL. Ajouter 0.5 mL de solution de Carrez I et mélanger. Ajouter 0.5 mL de solution de Carrez II, mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée. Filtre sur papier; en rejetant les 10 premiers mL du filtrat. Pipeter 5.0 mL dans chacun des deux tubes à essais (18 x 150 mm). Ajouter 5.0 mL d'eau à l'un des tubes à essai et bien mélanger (solution d'échantillon). Ajouter 5.0 mL de solution de bisulfite de sodium 0.2% au deuxième tube à essai et bien mélanger (la solution de référence). La dilution de l'échantillon et des solutions de référence s'effectue comme suit:

Tableau 7 : Solutions préparées.

Tube à essai	Solution d'échantillon	Solution de référence
Solution initiale de miel	5.0 mL	5.0 mL
Eau	5.0 mL	-
0.2% de solution de bisulfite de sodium	-	5.0 mL

Déterminer l'absorbance de la solution d'échantillon par rapport à la solution de référence à 284 et 336 nm dans des cellules en quartz de 1 cm en l'espace d'une heure. Si l'absorbance à 284 nm dépasse une valeur d'environ 0.6, diluer la solution d'échantillon avec de l'eau et la solution de référence avec une solution de bisulfite de sodium dans la même mesure afin d'obtenir une absorbance d'échantillon suffisamment faible pour la précision. Si une dilution est nécessaire,

$$\text{La dilution, } D = (\text{Volume final de la solution échantillon})/10$$

Préparation des solutions

- Solution de Carrez I: dissoudre 15 g d'hexacyanoferrate de potassium (II), $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ dans de l'eau distillée et compléter jusqu'à 100 mL.
- Solution de Carrez II: diluer 30 g d'acétate de zinc, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ et compléter jusqu'à 100 mL.
- Solution de bisulfite de sodium 0.20 g/100 g: dissoudre 0.20 g d'hydrogénosulfite de sodium solide $NaHSO_3$, dans l'eau distillée et diluer à 100 mL.

III-5. Viscosité

Mesure qualitative

Mettre 50 mL de miel dans une seringue, puis boucher le bout de la seringue. Placer un bécher sous la seringue puis laisser couler le miel. A l'aide d'un chronomètre, mesurer le temps nécessaire à l'écoulement de la quantité totale du miel. Le temps initial commence lorsqu'on enlève le bouchon de la seringue

Mesure quantitative

Dans une éprouvette de 250 mL, mettre 200 mL de miel. Utiliser un chronomètre de haute précision pour mesurer le temps que mettent les billes à descendre en bas de l'éprouvette graduée.

Conclusion générale

Le miel qui a fait l'objet de notre étude est un miel de fleur de jujubier collecté dans la région d'Amieur, une commune située au nord-est de la wilaya de Tlemcen, où le jujubier est une source florale prédominante. Le miel de jujubier est un miel de couleur brun légèrement foncé, très visqueux doté d'une odeur caractéristique et un goût caramélisé. Afin de garantir la qualité et l'authenticité du miel étudié des analyses physico-chimiques sont réalisées, notamment la teneur en eau, la conductivité, le pH et l'acidité libre, la viscosité et le taux d'HMF.

Les résultats des analyses effectuées révèlent que le miel contient un taux d'humidité estimé à 23.6%, c'est une valeur élevée comparée à celle fixée par la commission internationale des miels ($\leq 20\%$). Un tel taux renseigne sur la dégradation favorable du miel par fermentation lors de sa conservation prolongée. La mesure de la conductivité électrique (0.239 mS.cm^{-1}) révèle que le miel est riche en matières ionisables et que son origine florale est celui du nectar de fleur.

Il à noter que tous les miels sont acides avec des degrés d'acidité différents. En utilisant un pH-mètre, le miel de jujubier donne une valeur de 3.58 et une acidité libre de 24.0 méq.kg^{-1} . Ces deux valeurs sont dans les normes internationales et sont importantes lors de la commercialisation du miel. Pour toute valeur d'acidité libre dépassant 50 méq.kg^{-1} , l'acidité du miel est considérée comme une acidité modifiée artificiellement. De plus, l'acidité d'un miel est un facteur antibactérien. Une valeur basse du pH du miel est suffisante pour inhiber un grand nombre de microorganismes. Le pH retrouvé est compris dans l'intervalle des pH du miel de nectar ceci confirme ce qui a était conclu auparavant par l'analyse de la conductivité sur l'origine florale de notre miel.

L'estimation du taux d'HMF est indispensable. Elle est égale à 38.94 mg.kg^{-1} dans le cas du miel de jujubier étudié. Cette valeur est à la limite de la norme fixée par la commission internationale des miels ($\leq 40 \text{ mg.kg}^{-1}$). Elle est révélatrice d'une perte de qualité ou du vieillissement du miel. En effet, plus la teneur en HMF est faible, plus la qualité du miel s'affirme.

Le miel de jujubier étudié est un miel très visqueux. L'analyse qualitative et quantitative de la viscosité confirme ce critère détecté à l'œil nu. La valeur calculée est de 5.47 Pa.s , qui est parfait accord avec la norme fixée à 10 Pa.s .

Enfin, les analyses réalisées permettent de conclure que le miel de jujubier, sujet à nos investigations, est un miel de bonne qualité, répondant aux normes fixées par la commission du *Codex Alimentarius* à l'exception de la teneur en eau qui est due principalement soit à sa mauvaise conservation, soit aux conditions de sa récolte. Les analyses physico-chimiques ne se résument pas uniquement aux analyses effectuées. Il existe encore d'autres analyses comme : sucres, activité diastase, rotation spécifique, matières insolubles, etc., analyses qui feront l'objet d'une étude qui sera réalisée prochainement.