

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



UNIVERSITE ABOUBEKR BELKAID TLEMCEM

*Faculté des Sciences*

*Département de chimie*

*Laboratoire de Recherche Spectrochimie et Pharmacologie Structurale*

*Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme  
de Master en chimie*

*Option : chimie physique et analytique*

*Présenté par*

M<sup>elle</sup> **ZINI Souad**

*Thème*

**Étude physico-chimique et impacts sanitaires  
des miels naturels, Ouest-Algérie**

Soutenu le : 10/07/2021

**Membres de Jury :**

M <sup>elle</sup> Djamai Wissem	Présidente	MCB Université Tlemcen
Mr. Djellouli Omar	Examineur	MCB C.U Naama
Mr Dahmani Benamar	Encadreur	Professeur Université Tlemcen
Mr Melkaoui Cheikh	Co-encadreur	Chercheur CRAPC Bousmail

Année universitaire 2020/2021

## **Remerciements**

*Avant toutes choses, je remercie Dieu, le tout puissant, pour m'avoir donné la force et la patience pour faire ce travail.*

*Ce travail de recherche a été effectué au Laboratoire des recherches de spectrométrie et pharmacologie structurale, de l'Université ABOU BEKR BELKAID- TLEMCEN, sous le direction de Mr. Dahmani Benamar.*

*J'exprime d'abord mes profonds remerciements et ma vive connaissance à Mr. Dahmani Benamar, professeur à l'Université de Tlemcen, Département de chimie, pour avoir encadré et dirigé ce travail avec une grande rigueur scientifique, sa disponibilité, ses conseils et la confiance qu'il m'accordé m'ont permet de réaliser ce travail.*

*J'adresse mes sincères remerciements à Mme. DJAMAI Wissem, Maître de conférences à l'Université de Tlemcen, m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.*

*J'exprime mes vifs remerciements à Mr. DJELLOULI Omar, Maître de conférences à l'Université de Naâma, pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant d'être membre de jury.*

*Je tiens également mes vifs remerciements à Mr. MELKAOUI. Chikh, attaché de recherche à Centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimiques (CRAPC), Tipaza, d'avoir accepté de juger ce modeste travail et participer au jury.*

*Au personnel de laboratoire et a Tous les gens qui nous donnée l'aide de prés et de loin.*

# *Dédicace*

*Avec l'aide de DIEU le tout puissant, nous avons pu achever ce travail que je dédie:*

*A mes très chers parents que j'aime beaucoup, qui ont veillé sur mon éducation et qui ont sacrifié les meilleurs moments de leur vie pour ma réussite. Jamais je ne peux les remercier assez de m'avoir donné le meilleur d'eux même. Que dieu les gardent.*

*A mes soeurs Farida, Rachida, Meriem, Maghnia et Fekhikher Sabah, que j'estime beaucoup et à qui je souhaite une vie pleine de bonheur et de réussite.*

*A mes nièces : Kawtar, kholoud*

*A tous mes oncles, mes cousins et cousines*

*A tous mes amies et a la promotion chimie-physique et analytique 2020/2021 pour tous les moments que nous partagés ensemble.*

*A tous personnes qui me connaisse et me considère comme une amie*

*A tous qui aime la science.*

*SOUAD*

### *Liste des abréviations :*

**%** : pourcentage

**µg** : microgramme

**µm** : micromètre.

**AL** : acidité libre.

**C°** : degré Celsius

**CE** : conductivité électrique

**CE** : électrophorèse capillaire

**Cm** : centimètre

**Cm<sup>3</sup>** : centimètre cube

**g** : gramme

**HMF** : hydroxyméthylfurfuraldéhyde

**HPLC** : chromatographie liquide à haute performance

**ICP-OES** : couplage plasma induit par haute fréquence – spectrométrie optique.

**IHC** : International Honey Commission.

**KCl** : chlorure de potassium.

**kg** : kilogramme.

**Km<sup>2</sup>** : kilomètre carré

**még** : milléquivalent

**mg** : milligramme

**ml** : millilitre

**mS** : milliSemens

**N** : normalité

**NaOH** : hydroxyde de sodium

**nm** : nanomètre

**pH** : potentiel d'hydrogène

**s** : seconde

**UV-VIS** : ultraviolet – visible

**V** : volume

**Vég** : Volume équivalent.

**XRF** : fluorescence de rayon X

**µl** : microlitre

## *Liste des figures*

<b>Figure 01:</b> Origine du miel (Jean-Prost et Le Conte, 2005).....	<b>05</b>
<b>Figure 02 :</b> Récolte du miel . .....	<b>06</b>
<b>Figure 03:</b> Pots de miel de différentes couleurs. ....	<b>13</b>
<b>Figure 04 :</b> Structure de HMF. ....	<b>17</b>
<b>Figure 05 :</b> La carte géographique de la wilaya de Tlemcen.....	<b>23</b>
<b>Figure 06 :</b> La carte géographique de la wilaya de Sidi Bel Abbas. ....	<b>24</b>
<b>Figure 07 :</b> La carte géographique de la wilaya de Sidi Bel Abbas. ....	<b>25</b>
<b>Figure 08 :</b> Photo de lyophilisateur utilisé. ....	<b>28</b>
<b>Figure 09 :</b> Flacon de KCl. ....	<b>29</b>
<b>Figure 10 :</b> photo de conductimètre utilisée. ....	<b>30</b>
<b>Figure 11:</b> photo de pH-mètre utilisé. ....	<b>31</b>
<b>Figure 12:</b> photo de four à moufle utilisé. ....	<b>33</b>
<b>Figure 13:</b> photo Spectromètre UV-Visible utilisé. ....	<b>34</b>
<b>Figure 14:</b> Échelle de Pfund® utilisée pour l'étude de la couleur des miels.....	<b>34</b>
<b>Figure 15 :</b> photo de centrifugeuse utilisée.....	<b>35</b>
<b>Figure 16:</b> photo de la spectroscopie XRF utilisée (XRF BRUKER S8 TIGER).....	<b>36</b>
<b>Figure 17:</b> photo de pastilleuse. ....	<b>37</b>
<b>Figure 18:</b> photo de la spectroscopie ICP-OES utilisé.....	<b>38</b>
<b>Figure 19 :</b> La solution multi-élémentaire Utilisée. ....	<b>40</b>
<b>Figure 20 :</b> l'humidité de chaque échantillon du miel. ....	<b>44</b>
<b>Figure 21 :</b> la conductivité de chaque échantillon miel. ....	<b>46</b>
<b>Figure 22:</b> pH de chaque échantillon du miel. ....	<b>48</b>
<b>Figure 23:</b> Acidité libre de chaque échantillon du miel. ....	<b>49</b>
<b>Figure 24 :</b> Les cendres de chaque échantillon du miel. ....	<b>51</b>
<b>Figure 25:</b> La couleur de chaque échantillon du miel. ....	<b>52</b>
<b>Figure 26-1 :</b> Chromatogramme de première échantillon (Zizyphus lotus) .....	<b>53</b>
<b>Figure 26-2 :</b> Zoom de chromatogramme de première échantillon (Zizyphus lotus ).....	<b>54</b>
<b>Figure27-1 :</b> Zoom de chromatogramme de deuxième échantillon (poly-fleur).....	<b>54</b>
<b>Figure27-2 :</b> Chromatogramme de deuxième échantillon (poly-fleur).....	<b>55</b>
<b>Figure 28:</b> Concentrations des éléments minéraux de chaque échantillon du miel. ....	<b>58</b>

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau 01:</b> sels minéraux et oligo-éléments du miel.....	<b>09</b>
<b>Tableau 02 :</b> Les vitamines dans le miel, en mg/100g.....	<b>10</b>
<b>Tableau03:</b> la composition moyenne de miel .....	<b>12</b>
<b>Tableau 04 :</b> l'origine florale et géographique avec la date de récolte et la conservation de cinq échantillons de miel.....	<b>26</b>
<b>Tableau 05 :</b> présenter les mesure de conductance de la solution KCl. ....	<b>28</b>
<b>Tableau 06 :</b> Présenter la préparation des solutions étalons.....	<b>41</b>
<b>Tableau 07 :</b> Longueur d'onde des éléments chimiques servant du dosage par Spectrophotométrie d'émission optique par plasma d'argon.....	<b>41</b>
<b>Tableau 08 :</b> Représenté l'humidité de chaque échantillon du miel. ....	<b>44</b>
<b>Tableau 09:</b> représenté la conductivité de chaque échantillon du miel. ....	<b>46</b>
<b>Tableau 10 :</b> pH de chaque échantillon du miel.....	<b>47</b>
<b>Tableau 11 :</b> Représenté l'acidité libre de chaque échantillon du miel. ....	<b>49</b>
<b>Tableau 12 :</b> Les cendres de chaque échantillon du miel . ....	<b>51</b>
<b>Tableau 13 :</b> Représenté la couleur de chaque échantillon du miel.....	<b>52</b>
<b>Tableau 14 :</b> Représenté nombre des pics et les temps de rétention de premier échantillon du miel.....	<b>54</b>
<b>Tableau 15:</b> Représenté nombre des pics et les temps de rétention de deuxième échantillon du miel.....	<b>55</b>
<b>Tableau 16 :</b> les courbes d'étalonnage.....	<b>56</b>
<b>Tableau 17:</b> Les teneurs en éléments traces ( $\mu\text{g/g}$ ) dans les échantillons de miel. ....	<b>57</b>
<b>Tableau 18 :</b> Eléments toxiques ( $\mu\text{g/g}$ ) dans les échantillons de miel.....	<b>58</b>
<b>Tableau 19 :</b> Les teneurs en éléments traces ( $\mu\text{g/g}$ ) dans les échantillons de miel .....	<b>59</b>

A large, horizontally-oriented oval with a solid red fill and a thin white border, centered on the page. The word "RESUME" is written in black, bold, serif capital letters across the middle of the oval.

# **RESUME**

## **Résumé :**

Le miel est un composé biologique très complexe, d'une très grande diversité, lui conférant une multitude de propriétés, aussi bien sur le plan nutritionnel que sur le plan thérapeutique. L'objectif de notre travail vise à faire une étude physicochimique de quelques types du miel récoltés dans différentes régions de l'Ouest d'Algérie (Tlemcen, Sidi bel abbas, Naama). Ces miels sont analysés pour la détermination des propriétés physicochimiques, des éléments traces et des éléments toxiques.

Des paramètres physicochimiques sont analysés pour chaque échantillon de miel, des éléments traces tels que Zn, Mn, Fe et des éléments toxiques Pb, Cd ont été déterminés par spectrométrie d'émission optique couplée à un plasma inductif (ICP-OES).

Les résultats obtenus ont montré une variabilité de la composition chimique des miels. Les concentrations en éléments traces ont varié de 0,368-0,770  $\mu\text{g/g}$ , 0,607-1,761  $\mu\text{g/g}$ , 0,289-0,338  $\mu\text{g/g}$ , 0,316-0,523  $\mu\text{g/g}$  pour le Zn, Fe, Cr et Cu, respectivement. Le nickel a une teneur inférieure de 0,074-0,099  $\mu\text{g/g}$  ; alors que la concentration en sodium est plus élevée pour les différentes variétés de miel et se situe entre 1,024-53,73  $\mu\text{g/g}$ . Les résultats ont montré qu'il y avait des différences d'un échantillon de miel à l'autre et ils qu'ils répondent tous aux normes internationales. Les paramètres physico-chimiques étudiés sont utilisés comme indicateurs de la qualité et de la stabilité du miel.

**Mots clé :** miel, analyses physico-chimiques, éléments minéraux, traces.

## **Abstract:**

Honey is a very complex biological compound, of great diversity, giving it a multitude of properties, both nutritionally and therapeutically. The objective of our work aims to make a physicochemical study of some types of honey collected in different regions of western Algeria (Tlemcen, Sidi bel abbas, Naama). These honeys are analyzed for the determination of the physicochemical properties, trace elements and toxic elements.

Physicochemical parameters are analyzed for each sample of honey, trace elements such as Zn, Mn, Fe and toxic elements Pb, Cd were determined by optical emission spectrometry coupled to inductive plasma (ICP-OES).

The results obtained showed variability in the chemical composition of the honeys. The trace element concentrations ranged from 0.368-0.770  $\mu\text{g/g}$ , 0.607-1.761  $\mu\text{g/g}$ , 0.289-0.338  $\mu\text{g/g}$ , 0.316-0.523  $\mu\text{g/g}$  for Zn, Fe, Cr and Cu, respectively. Nickel has a lower content of 0.074-0.099  $\mu\text{g/g}$ ; while the sodium concentration is higher for the different varieties of honey

and is between 1.024-53.73 µg/g. The results showed that there were differences from one honey sample to another and they all met international standards. The physico-chemical parameters studied are used as indicators of the quality and stability of honey.

Keywords: honey, physico-chemical analyzes, mineral elements, traces.

### الملخص:

. العسل مركب بيولوجي معقد للغاية ، ذو تنوع كبير ، مما يمنحه العديد من الخصائص ، سواء من الناحية التغذوية أو العلاجية. يهدف عملنا إلى إجراء دراسة فيزيائية كيميائية لبعض أنواع العسل التي تم جمعها في مناطق مختلفة من غرب الجزائر (تلمسان ، سيدي بلعباس ، نعمه) ، ويتم تحليل هذه الأنواع من العسل لتحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية والعناصر النزرة والعناصر السامة. تم تحليل المعلمات الفيزيائية والكيميائية لكل عينة من العسل ، وتم تحديد العناصر النزرة مثل Zn و Mn و Fe والعناصر السامة Pb و Cd بواسطة مطياف الانبعاث البصري المقترن بالبلازما الحثية (ICP-OES). أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها تباين في التركيب الكيميائي للعسل. تراوحت تركيزات العناصر النزرة من 0.368-0.770 g/µg ، 1.761-0.607 g/µg ، 0.289-0.0 g/µg ، 0.523-0.316 g/µg للزنك ، الحديد ، الكروم والنحاس على التوالي. يحتوي النيكل على محتوى أقل من 0.074-0.099 g/µg ؛ بينما يكون تركيز الصوديوم أعلى بالنسبة لأصناف العسل المختلفة ويتراوح بين 1.024-53.73 g/µg. أظهرت النتائج وجود اختلافات من عينة عسل إلى أخرى وجميعها مطابقة للمواصفات العالمية. تستخدم المعلمات الفيزيائية والكيميائية المدروسة كمؤشرات على جودة وثبات العسل.

**الكلمات المفتاحية:** العسل ، التحليلات الفيزيائية والكيميائية ، العناصر المعدنية ، الآثار.

<b>Les abréviations</b>	
<b>Liste des figures</b>	
<b>Liste des tableaux</b>	
<b>Introduction .....</b>	<b>01</b>

## **I. Partie bibliographique**

<b>1. Le miel .....</b>	<b>02</b>
<b>1.1. Définition.....</b>	<b>02</b>
<b>1.2. Origine du miel.....</b>	<b>02</b>
<b>1.2.1. A partir du nectar .....</b>	<b>02</b>
<b>1.2.2. A partir de miellat.....</b>	<b>03</b>
<b>1.3. Autre origine du miel.....</b>	<b>03</b>
<b>1.4. Utilisation de miel et consommation.....</b>	<b>03</b>
<b>2. Technologie du miel.....</b>	<b>04</b>
<b>2.1. Production.....</b>	<b>04</b>
<b>2.2. Récolte .....</b>	<b>05</b>
<b>3. Les types du miel .....</b>	<b>06</b>
<b>3.1. Les miels mono-floraux ( uni-floraux).....</b>	<b>07</b>
<b>3.2. Les miels multi-floraux (poly-floraux).....</b>	<b>07</b>
<b>4. La composition chimique du miel.....</b>	<b>07</b>
<b>4.1. La teneur en eau.....</b>	<b>08</b>
<b>4.2. Les glucides .....</b>	<b>08</b>
<b>4.3. Les acides organiques.....</b>	<b>08</b>
<b>4.4. Les acides aminés et les protéines.....</b>	<b>08</b>
<b>4.5. Les lipides.....</b>	<b>09</b>
<b>4.6. Les sels minéraux.....</b>	<b>09</b>
<b>4.7. Les enzymes.....</b>	<b>09</b>
<b>4.8. Les vitamines.....</b>	<b>10</b>
<b>4.9. Les pigments.....</b>	<b>10</b>
<b>4.10. Les arômes.....</b>	<b>11</b>
<b>4.11. Les autres éléments présentées .....</b>	<b>11</b>
<b>5. Propriétés physico-chimique du miel.....</b>	<b>13</b>
<b>5.1. Les caractéristiques organoleptiques .....</b>	<b>13</b>
<b>5.1.1. La couleur.....</b>	<b>13</b>

5.1.2. L'odeur.....	13
5.1.3. La texture.....	14
5.1.4. La cristallisation.....	14
5.1.5. Le gout.....	14
5.1.6. Les aromes.....	14
5.2. Caractéristique physico-chimique du miel.....	14
5.2.1. Le poids spécifiques ( la densité).....	14
5.2.2. La viscosité.....	15
5.2.3. La solubilité.....	15
5.2.4. L'hygroscopicité du miel .....	15
5.2.5. L'humidité.....	15
5.2.6. L'indice de réfraction.....	15
5.2.7. La conductivité électrique.....	15
5.2.8. La conductibilité thermique.....	16
5.2.9. La chaleur spécifique.....	16
5.2.10. Le Ph.....	16
5.2.11. L'hydroxyméthylfulfural (HMF).....	16
5.2.12. L'abaissement du point de congélation.....	17
5.2.13. Fluorescence.....	17
5.2.14. Caractéristique nutritionnelles.....	17
6. Qualité de miel et source de contamination.....	18
6.1. La contamination chimique.....	18
6.2. La contamination environnementale.....	18
6.3. La contamination provenant de l'apiculture.....	18
6.4. La contamination d'origine agricole .....	18
6.5. La contamination bactériologique.....	19
7. Les effets bénéfiques du miel sur la santé et intérêts thérapeutique.....	19
7.1. Sur la santé.....	19
7.1.1. Propriétés nutritionnelles.....	19
7.1.2. Propriétés thérapeutique.....	19
7.2. Intérêts thérapeutique du miel.....	20
7.2.1. Les propriétés anti bactériennes du miel.....	20
7.2.2. Les propriétés antioxydants.....	20
7.2.3. Les propriétés anti-inflammatoires.....	21

7.2.4. Les propriétés anticancéreuses.....	21
7.3. Autres effets sur la santé.....	22

## II. MATERIEL ET METHODE

1. Situation géographique.....	23
1.1. Présentation la wilaya de tlemcen.....	23
1.2. Présentation la wilaya de sidi bel abbas.....	24
1.3. Présentation la wilaya de Naama.....	25
2. Matériel, réactifs utilisés et élimination des contaminations.....	25
2.1. Verreries et matériels.....	25
2.2. Réactifs et produits utilisés .....	26
2.3. Elimination des contaminations.....	26
3. Echantillonnage.....	26
3.1. Echantillon du miel.....	26
4. Méthode d'analyse physico-chimique.....	27
4.1. Détermination l'humidité.....	27
4.2. Détermination de conductivité.....	28
4.3. Détermination Ph.....	30
4.4. Détermination de L'acidité libre.....	32
4.5. Détermination de la teneur en matière minérale.....	32
4.6. Détermination de la couleur.....	33
4.7. Détermination de la densité optique.....	34
4.8. Détermination de HMF.....	35
5. Analyse des éléments chimiques .....	36
5.1. Analyse par la spectroscopie de fluorescence X (XRF).....	36
5.2. Analyse par couplage induit par haute fréquence spectrométrie optique (ICP-OES).....	37
5.2.1. Principe ICP-OES.....	37
5.2.2. L'analyse par ICP-OES.....	39
5.2.3. Mise en marche de ICP-OES.....	42

## III. RESULTAT ET DISCUSSION

1. Analyse physico-chimique des miels .....	43
1.1. L'humidité.....	43

<b>1.2. La conductivité électrique.....</b>	<b>45</b>
<b>1.3. Le Ph.....</b>	<b>47</b>
<b>1.4. L'acidité libre.....</b>	<b>48</b>
<b>1.5. Les cendres .....</b>	<b>48</b>
<b>1.6. La couleur.....</b>	<b>51</b>
<b>1.7. Hydroxyméthylfulfural (HMF).....</b>	<b>53</b>
<b>2. Détermination des éléments.....</b>	<b>55</b>
<b>2.1. Analyse par ICP-OES.....</b>	<b>55</b>
<b>2.1.1. Les éléments nutritifs.....</b>	<b>56</b>
<b>2.1.2. Les éléments toxiques.....</b>	<b>57</b>
<b>2.2. Analyse par XRF.....</b>	<b>58</b>
<b>3. CO NCLUSION.....</b>	<b>60</b>

A large, horizontally-oriented oval with a solid red fill and a thin white border, centered on the page. The word "Introduction" is written in black, bold, serif font across the middle of the oval.

# **Introduction**

Le miel est un édulcorant naturel fabriqué par les abeilles à partir du nectar des plantes et les miellats. Il s'agit d'un produit très complexe et nécessite plusieurs étapes de production, qui affectent toutes la composition chimique finale. Le miel contient 200 substances et serait un élément important de la médecine traditionnelle. Le miel dépend du type de plante, du climat, des conditions environnementales et du pourcentage d'apiculteurs [(Azeredo et al., 2003); (Yaiche Achour et Khali, 2014)].

Aujourd'hui, le miel en Algérie fait l'objet d'un certain nombre de spéculations quant à son origine et ses propriétés physiques et chimiques. Dans ce but, notre travail est principalement basé sur des analyses physiques et chimiques.

Des analyses sont réalisées afin d'évaluer la qualité des miels, celle-ci se définit par la mise en évidence de dégradations du produit, liées au processus de récolte et de conditionnement (chauffage excessif, fermentation, présence de résidus, etc....)

La production annuelle de miel est d'environ 30 000 tonnes. Inférieur à la demande des consommateurs locaux (Habib S, 2009).

Les caractéristiques de qualités du miel sont : les caractéristiques organoleptiques, les caractéristiques physico-chimiques. A cet effet, on s'est intéressé à étudier les caractéristiques physico-chimique et impacte sanitaire du miel d'ouest Algérie.

Ce travail s'articule au tour de trois chapitres :

- La première est consacrée à une étude bibliographique sur le miel, ainsi que l'impacte sanitaire du miel.
- Dans le deuxième chapitre, nous présentons les matériels et les méthodes utilisées dans notre étude.
- le troisième chapitre sera consacré à la présentation et la discussion des résultats.
- Enfin, la conclusion qui comprend les résultats de ce travail ainsi que les perspectives.

A large, horizontally-oriented oval with a solid red fill and a thin white border, centered on the page. It contains the text 'SYNTHESE BIBILOIGRAPHIE' in a bold, black, serif font.

**SYNTHESE  
BIBILOIGRAPHIE**

## 1. Le miel

### 1.1. Définition

Le terme « miel », qui vient du latin *mel*, est un produit naturel. Il est élaboré par les abeilles de l'espèce *Apis mellifera* à partir du nectar des plantes ou à partir d'excrétions d'insectes butineurs laissées sur les parties vivantes de plantes, que les abeilles butinent, transforment, combinent avec des matières propres. (BLANC, 2010 ; Codex Alimentaire, 1981).

### 1.2. Origine du miel

L'appétence naturelle des abeilles pour tout ce qui est sucré les amènent à butiner différentes sources. En effet, le miel est fabriqué à partir des récoltes végétales de l'abeille provenant principalement à partir du nectar mais aussi à partir du miellat, qu'elle butine sur les fleurs et les plantes (Sanz *et al.*, 2005).

#### 1.2.1. A partir du nectar

Le nectar, qui est en générale la source principale de miel, est le liquide sucré sécrété par les glandes dites nectarifères, présentes sur de nombreuses plantes. Les nectaires qui abritent ces glandes sont situés le plus souvent dans les fleurs, mais peuvent aussi se trouver à la base de certaines feuilles (Marchenay et Berard, 2007).

- **Des nectaires floraux** : qui sont à la base des fleurs.
- **Des nectaires extra floraux** : qui sont portés sur les feuilles, les tiges ou les autres parties de la plante. Ce fameux liquide se forme à partir de la sève de la plante. Il est composé d'une majorité de sucres et d'eau mais il renferme également d'autres substances dont il y a : les acides organiques, les protéines dont des enzymes, les acides aromatiques et des composés inorganiques. Chaque plante à nectar présente ses caractéristiques conférant au miel sa couleur et sa saveur (Lacub, 2013).

#### A. La transformation du nectar en miel :

Pour produire 100 g de miel, l'abeille butineuse doit visiter un grand nombre de fleurs (Ioïriche, 1984). Elle aspire le nectar à l'aide de sa trompe, est ainsi le nectar envoyé dans l'oesophage puis dans le jabot. Pour faciliter l'aspiration, l'abeille dilue le nectar avec la salive, mélange de sécrétions riches en enzymes, provenant des glandes pharyngiennes labiales (GPL) et thoraciques (GPT). Au sein du jabot où est effectuée la filtration de ce contenu peut être envoyée les particules solides de petite taille (grains de pollen, spores..., etc.) dans l'intestin moyen de l'abeille, sans laisser passer le contenu liquidien. Cela permet la purification de la récolte de nectar (Maurizio, 1968).

**B. Maturation du nectar en miel :**

Temps de maturation du miel est de 2 à 5 jours. Les enzymes fournies par la salive (l'invertase) hydrolysent le saccharose en glucose et fructose, ainsi la glucose-oxydase catalyse l'oxydation de glucose en acide gluconique, ce qui confère au miel son acidité. Au cours de cette réaction, du peroxyde d'hydrogène est également produit (Simpson, 1960 ; Popa, 1962 ; et Maurizio, 1968). Les abeilles y maintiennent une température élevée (proche de 35°C) pour réduire le taux d'humidité du nectar environ 18% par la ventilation des cadres. Lorsque le miel mûrit, la glucose- oxydase devient inactive et le produit se stabilise. Les abeilles ferment la ruche avec une fine couche de cire, imperméable à l'air, permettant de conserver le miel longtemps.

**1.2.2. A partir du miellat**

Le miellat est un liquide sucré, fabriqué par divers insectes piqueurs-suceurs (pucerons principalement) à partir de la sève des végétaux dont ils se nourrissent (Sanz *et al.*, 2005). Ce liquide représente une ressource alimentaire importante pour les abeilles lorsqu'elles n'ont pas de fleurs à butiner. Il est plus dense en sucre que le nectar, riche en azote, en acides organiques, en minéraux et en glucides complexes (comme le mélézitose) (Clément, 2014). Cependant, ce produit est différent du miel par sa texture collant et par sa forte teneur en protéine (Ravassi, 1996). Le miellat peut représenter une source nutritive intéressante pour l'abeille (Clément 2006).

**1.3. Autres origines du miel:**

Il existe aussi du « miel de sucre »; miel produit par des abeilles nourries à l'aide de sucre (Apfelbaum *et al.*, 2004), et quelquefois fruits, cannes à sucre, etc.(Schweitzer, 2004).

**1.4. Utilisation de miel et consommation :**

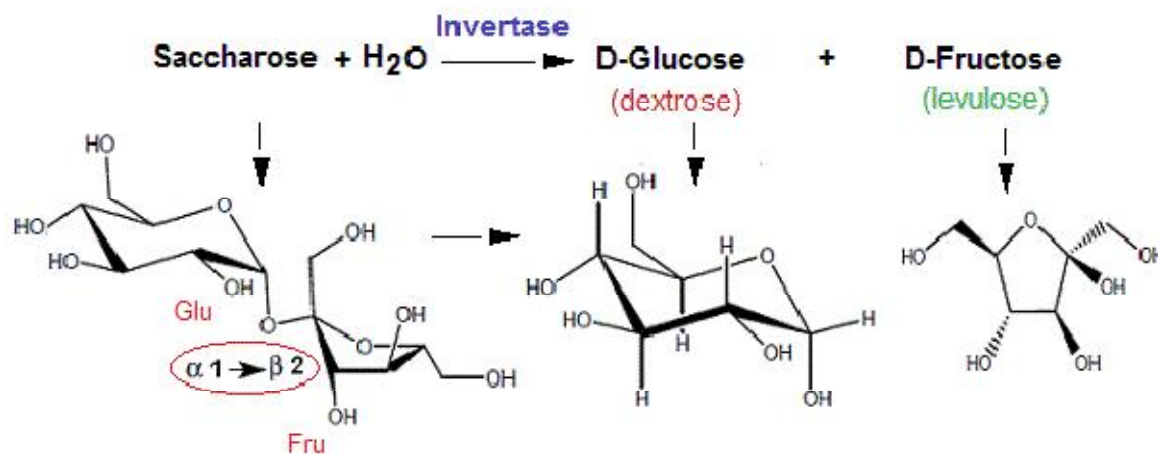
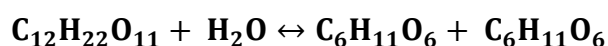
Le miel est l'un des premiers aliments pour l'homme, il est connu depuis l'antiquité et a toujours été considéré comme un produit à part. Actuellement le miel est principalement utilisé comme substance d'aromatisation. En effet, il est très difficile à un arôme artificiel de remplacer le goût et l'arôme du miel. Le miel est aussi un bon édulcorant, au goût particulier, pour diversifier les préparations. Il peut tout édulcorer, et s'utilise dans les boissons ou comme la confiture : en tartine, en pâtisserie. Dans tous les pays, les préparations à base de miel sont abondantes; elles jouent même, pour beaucoup, un rôle nutritionnel de premier ordre. Des centaines de milliers de tonnes sont utilisés chaque année. La Pâtisserie, les biscuits et confiserie se trouvent bien sûr en bonne place : pains d'épice, gâteaux (maqueron) et nougats dominent à peu près. D'autres utilisations secondaires mais économiquement

importantes sont liées aux préparations industrielles de petit déjeuner, aliments pour sportif ... (EMMANUELLE *et al.*, 1996).

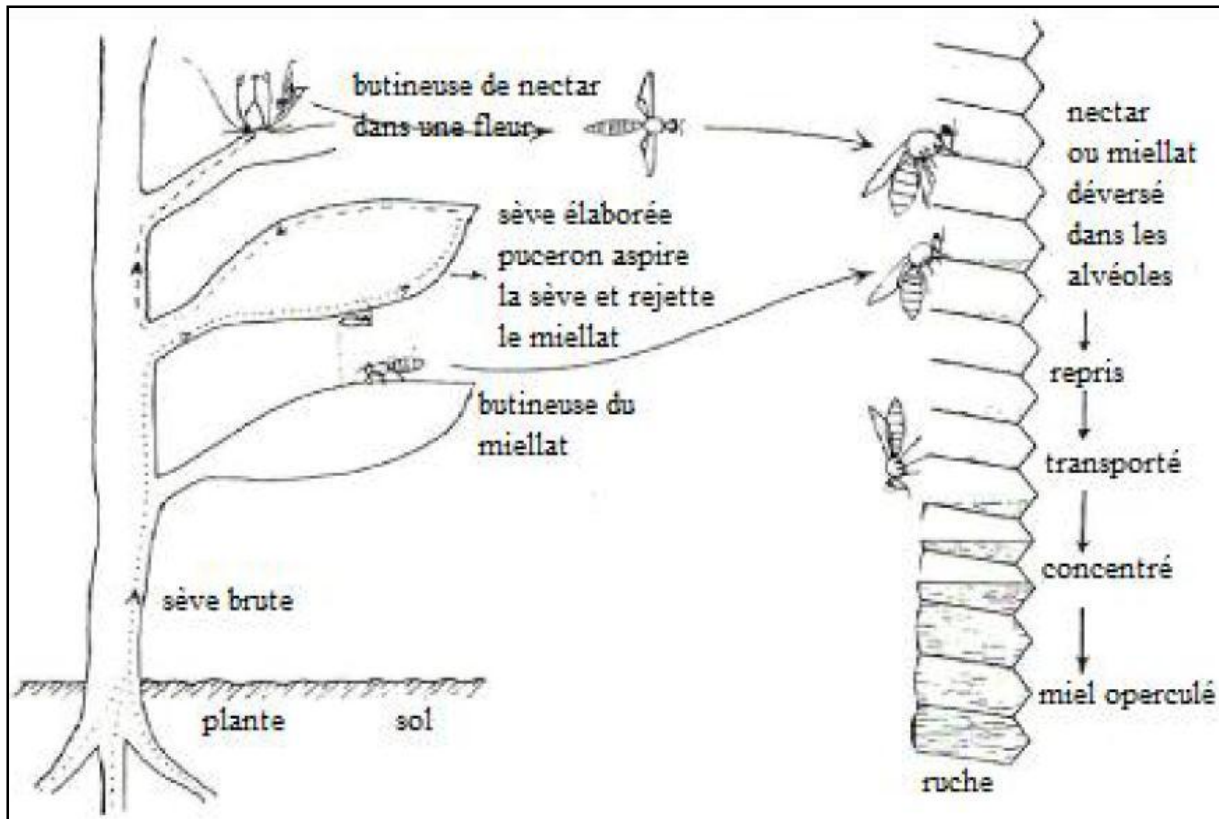
## 2. Technologie du miel :

### 2.1. Production :

D'après Ouchemoukh (2012), le miel est produit selon le processus suivant: l'abeille butineuse aspire le nectar des fleurs ou le miellat qu'elle stocke dans son jabot avec sa salive, ce qui le permet de s'enrichir en enzymes. Production du miel commence dans le jabot de la butineuse. En effet, une enzyme, l'invertase, est sécrétée dans le jabot de l'abeille s'ajoute au nectar, ce qui permet d'hydrolyser le saccharose en glucose et en fructose selon la réaction chimique suivante :



Une fois arrivée à la ruche, la butineuse transfère le nectar ingéré aux ouvrières, qui le régurgitent encore puis le transmettent à d'autres abeilles et ainsi de suite (phénomène de trophallaxie). La teneur en eau du liquide sucré diminue progressivement jusqu'à atteindre environ 18 % et en même temps, il s'enrichit en sucres gastriques et en substances salivaires. Puis il est déposé dans des alvéoles qui seront operculées par une couche de cire pour assurer sa conservation (**Figure 01**) (Alvarez, 2010 ; Hoyet, 2005).



**Figure 01:** Origine du miel (Jean-Prost et Le Conte, 2005).

## 2.2. Récolte :

La récolte de miel a lieu en général après une miellée (qui correspond à la période de production de nectar par la flore susceptible d'en fournir) (Donadieu, 1984) lorsque les cadres des hausses sont remplis de miel operculé (Laudine, 2010; Hoyet, 2005) et la ruche est devenue très lourde.

Lorsque les trois quarts des alvéoles des rayons de cire sont operculés. Le miel est récolté à partir le mois d'avril jusqu'à le mois de novembre, en une ou plusieurs fois, La première récolte ne débute habituellement qu'à la fin du mois de mai.

La récolte du miel peut s'effectuer essentiellement en 4 étapes : **(Figure 2)** (Irlande, 2010):

### A- La désoperculassions :

La désoperculassions s'effectue dans une pièce tiède et bien fermer (Prost, 1987). Selon Donadieu (1984), il y a deux procédés de désoperculassions :

- soit à l'aide d'un couteau à désoperculer **(Figure 02-a)**.
- soit mécaniquement grâce à des machines spéciales conçues pour cette opération.

**B- L'extraction :**

biri (1986) a indiqué que l'extraction devrait être effectuée par une machine d'extraction.. Par force centrifuge le miel est extrait des alvéoles puis séparé de ses impuretés par purification qui est généralement réalisée par centrifugation, filtration ou décantation (EMMANUELLE et al, 1996) (Figure 02-b).

**C- La maturation :**

La maturation est une simple décantation dans un récipient où le miel abandonne ces impuretés. Pour obtenir un miel commercialisable il faut le purifier (Louveaux, 1985). Selon Prost (1987), la maturation signifie la purification du miel.

la meilleure façon de purifier le miel est encore de le laisser reposer pendant quelques jours dans un récipient appelé maturateur, Donadiou (1984), Louveaux (1985), est un simple récipient de décantation surmonté d'un filtre. Il est destiné à retenir les impuretés qu'il peut contenir. (Figure 02-c)

**D- La conservation du miel :**

Le miel est un produit vivant qui subit au cours du temps un certain nombre de modifications aboutissant inévitablement à la perte de ses qualités essentielles (EMMANUELLE *et al.*, 1996). Touts les miels dont le pH est inférieur à 4 et à des températures qui ne dépasse pas 20 degrés Celsius. Si le miel à stocker présente un risque de fermentation, il doit être conservé à des températures de quatre à cinq degrés celsius (Hoyet, 2005). La chaleur élevée entraine une perte d'arôme, une dégradation des sucres et une augmentation de l'acidité (BLANC, 2010). (Figure 02-d).

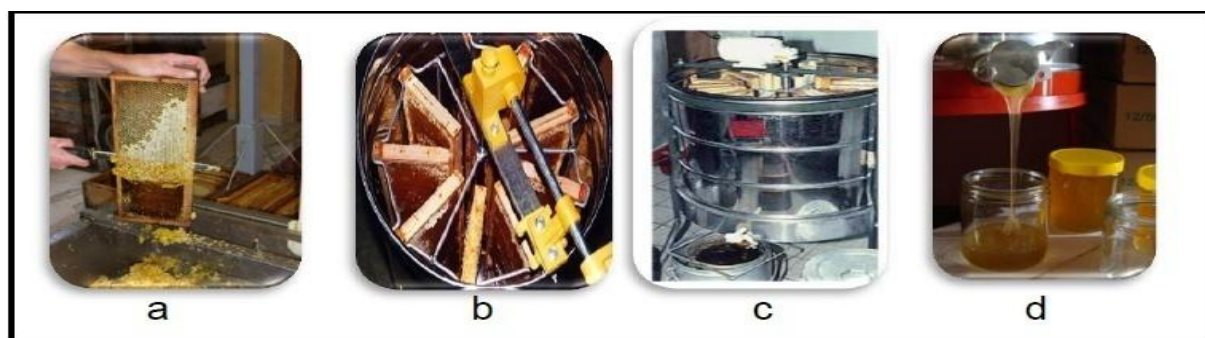


Figure 02 : Récolte du miel

**3. Les types des miels :**

La plupart des miels viennent d'une flore bien diversifiée. Ainsi, il est courant que toutes des abeilles d'une même ruche visitent plusieurs espèces végétales différentes fleurissant dans

leur secteur de butinage. Il résulte que les miels peuvent être définis, associés à des facteurs physico-chimiques ou organoleptiques (Marechal,2006; Donadieu, 1978 et 1994).

Il existe deux catégories de miels : les miels **monofloraux** et les miels **polyfloraux**.

### **3.1. Les miels mono floraux (uni floraux):**

Un miel dit mono floral est élaborés à partir du nectar et/ou du miellat, collecté par les abeilles sur un végétal unique et particulièrement attractif pour ces insectes. Les miels mono floraux possèdent des caractéristiques palynologiques, physico-chimiques et organoleptiques spécifiques. (Bogdanov, 2003).

### **3.2. Les miels multi floraux (poly floraux):**

Ces miels sont élaborés à partir du nectar et/ou du miellat, provenant de plusieurs espèces végétales souvent classés suivant les lieux de récolte (miel de montagne, de forêt, etc.), ou selon les saisons (miel de printemps ou d'été). (Donadieu, 1984).

## **4. La composition chimique du miel :**

Le miel est produit en plusieurs étapes et chacune influence sa composition chimique. Il n'y a donc pas un miel mais des miels; tout dépend du type de plante qui visitent les abeilles, de la source récoltée (nectar ou miellat) ...

Le miel est une composé complexe dont la composition varie d'un échantillon à l'autre en fonction de nombreux facteurs : les espèces végétales butinées, la race d'abeilles, l'état de la colonie, etc. La coloration du miel varie en fonction des espèces végétales visitées par les abeilles et peut aller du blanc au noir, en passant par toutes les couleurs de jaune. selon Michel Gonnet, le miel contient:

- 17 % d'eau, 31 % de glucose ,38 % de lévulose ,7,5 % de maltose ,1,5 % de saccharose (jusqu'à 10 % et même davantage dans le miel de lavande) ,Une dizaine d'autres sucres.

Il contient également des acides organiques, des acides aminés, des protéines, des enzymes des vitamines solubles dans l'eau (B et C, en très faible quantité), des inhibines et autres facteurs antibiotiques ainsi que des pigments caroténoïdes (rouges) et flavonoïdes (jaunes) dont les proportions, ce qui dépend de l'espèce végétale d'origine, déterminent la couleur du miel. La teneur en eau permet de déterminer la qualité d'un miel.

**4.1. La teneur en eau :**

L'une des propriétés les plus importante du miel est la teneur en eau. Elle nécessite la conservation du produit, de son poids spécifique, et de sa cristallisation dans une certaine mesure (Terrab *et al.* 2002).

La teneur en eau du miel varie entre 14 et 23% ( moyenne de 17%). Cette eau conditionne la qualité et la conservation de celui-ci, car un miel trop épais est difficile extrait et à conditionner, tandis qu'un miel trop liquide riche en eau risque de fermenter.

**4.2. Les glucides (les sucres) :**

Les glucides sont la partie la plus importante du miel. Les sucres représentent de 95 à 99% de la matière sèche des miels. Ainsi, Il existe une quinzaine de sucres différents, jamais présents tous en même temps. Les principaux sucres sont le glucose (31% en moyenne) et le fructose ou lévulose (38%). Ils proviennent en grande partie de L'hydrolyse du saccharose (présent dans le nectar ou le miellat) par l'invertase ou les acides.

D'autres sucres tels que le maltose 7,2%, le saccharose 1,5% et quelque oligosaccharide 4,2% sont présents dans le miel (Shin et Ustinol, 2005).

**4.3. Les acides organiques :**

Le miel contient également des acides (dont certains sont volatils). Le plus important d'entre eux est l'acide gluconique mais il existe aussi une vingtaine d'acides organiques, comme l'acide oxalique, l'acide acétique, l'acide citrique, l'acide malique, l'acide lactique, l'acide butyrique, l'acide succinique. A l'état de traces, le miel contient de l'acide formique et de l'acide phosphorique. D'autres composés, les lactones participent également à l'acidité du miel (Hoyet, 2005). Leurs provenance est diverse : certains sont issus du nectar directement, d'autres sont le fruit de réactions enzymatiques et de fermentation (Laudine, 2010). L'acidité totale (AT) est la somme des acides libres (AL) et des lactones (AC). Légèrement, elle ne doit pas dépasser 50 milliéquivalents par kg. Pour les miels industriels, la limite tolérée est de 80 milliéquivalents. (LEQUET, 2010). Le pH peut varier de 3,2 et 4,5 mais il est en moyenne de 3,9 (Pham-Délègue, 1999).

**4.4. Les acides aminés et les protéines :**

Ils sont présents en faible quantité dans le miel (0,26%) et la teneur en azote est minime, de environ 0,041%. Il provient du nectar, des sécrétions des abeilles et des grains de pollen. Il principalement de la peptones, de l'albumines, les globulines, des nucléoprotéines, et tous les acides aminés essentiels comme la proline, la trypsine, l'histidine, l'alanine, la glycine, la méthionine, etc. La proline est le plus abondant des acides aminés du miel, la quantité de

proline donne une indication sur la qualité du miel, et elle ne doit pas être inférieure à 183mg/kg (Meda *et al*, 2005).

La teneur en protéine varie avec la quantité de grain du pollen dans les miels, ils sont généralement pauvre en protéine. les protide du miels sont soit des protéine, soit des acides aminé libre. Des recherches récentes ont montré la présence de 10 acides aminés libres différents (MEDA, 2005).

#### 4.5. Les lipides :

Le miel est pauvre en lipides, et les stérols tels que le cholestérol libre ou des esters de cholestérol sont largement présents. En plus petite quantités, le miel contient principalement des acides gras (acide palmitique, oléique et linoléique) ; ils proviendraient vraisemblablement de la cire.

#### 4.6. Les sels minéraux :

Les minéraux ou les cendres ne sont présentes qu'à un taux de 0,1 % à 1% pour les miels de miellats , Les miels de fleurs contiennent 0.1 à 0.35 g des d'oligo-éléments et minéraux dans 100 g de miel, aussi, il existe essentiellement le potassium ainsi que des sels de calcium, de sodium, de magnésium, de cuivre, de magnésium, de chlore, de manganèse, de cuivre, et une trentaine d'oligo-éléments. Les miels foncés en contiennent plus que les miels clairs.

**Tableau 01:** les oligo-éléments et les sels minéraux du miel (Mores *et al*, 1980)

Les constituants minéraux	Quantité en mg/g	Les constituants minéraux	Quantité en mg/g
Potassium	200-1500	Manganèse	0.2-10
Sodium	16-170	Chrome	0.1-0.3
Calcium	40-300	Cobalt	0.01-0.5
Manégsium	7-130	Nickel	0.3-1.3
Fer	0.3-40	Aluminium	60
Zinc	0.5-20	Cuivre	0.2-6.0
Plomb	< 0.02-0.8	Cadmium	<0.005-0.15

#### 4.7. Les enzymes :

Le miel contient de nombreuses enzymes qui proviennent des abeilles (HAMMOUDI et BOUDERHEM, 2009), du nectar, du pollen ou encore des microorganismes. Le miel contient également de nombreuses enzymes telles que la gluco-invertase qui est la principale, l'amylase qui transforme l'amidon en glucose mais aussi une phosphatase, une catalase, une glucose-oxydase, des diastases détruites par chauffage exagéré du miel et un dérivé du

fructose, l'hydroxyméthylfurfural qui est un indicateur de qualité du miel (Blanc, 2010). Ces enzymes étant thermolabiles, leur présence ou absence peut servir d'indicateur de surchauffe du miel (Hoyet, 2005).

#### 4.8. Les vitamines :

Selon (Bogdanov et Matzke ,2003), le miel est un aliment pauvre en vitamine, probablement issues des quelques grains de pollen qu'il renferme (Laudien, 2010). quasiment pas de vitamines A et D liposolubles et des traces de vitamine C , provenant le plus souvent du nectar des menthes, mais il se retrouve des vitamines du groupe B ,B1(la thiamine), B2 (la riboflavine), B6, B5, B9 (l'acide folique) , de la pyridoxine, B3 (acide nicotinique), de l'acide pantothénique, de la biotine apportées par les grains de pollen (Blanc,2010). Les vitamines du miel sont d'autant mieux conservées que le pH est faible (Rossant, 2011).

**Tableau 02** : Les vitamines dans le miel, en mg/100g.(Bogdanov et Matzke ,2003).

Thiamine (B1)	0.00 – 0.01
Riboflavine (B2)	0.02 – 0.01
Pyridoxine (B6)	0.01 – 0.23
Niacine	0.10 – 0.20
Acide pantothénique	0.02 – 0.11
Acide ascorbique ( Vitamine C)	2. 2 – 2.5
Phyloquinone (Vitamine K)	0.25

#### 4.9. Les pigments :

Il contient également des pigments à valeur nutritive comme les caroténoïdes et les flavonoïdes, et des grains de pollen, qui sont un signe de la qualité du miel (Blanc, 2010). Les flavonoïdes qui appartiennent aux groupes des polyphénols possèdent des propriétés anti-oxydantes démesurément fascinantes, car ils participent à la neutralisation des radicaux libres de l'organisme. La quantité et le type de flavonoïdes varient selon la source florale. La quantité et le type de flavonoïdes varient selon la source florale. Les substances phénoliques interviennent également sur la couleur du miel : la couleur jaune, par exemple, est liée aux flavonoïdes (Laudien,2010). En règle générale, plus le miel est foncés (comme ceux issus du tournesol, du sarrasin et de miellat), plus il est riches en flavonoïdes, parmi les flavonoïdes retrouvés dans le miel, on peut citer : la pinobanskine, le chryisine, la quercétine la lutéoléine

la pinocembrine, la galangine, la chrysin, la quercétine, la lutéoline et la kaempférol (Amiot *et al.*, 1989).

#### **4.10. Les arômes :**

Les arômes sont des mélanges de plusieurs dizaines de composés, d'alcool, de cétones, aldéhydes, acides, aldéhydes, dont l'analyse est compliquée car la composition des arômes dans le miel n'est pas stable et évolue avec le temps (Damiri, 2010).

#### **4.11. Les Autres éléments présents :**

Autre les composés précédemment cités, un certain nombre de substances encore mal identifiées et regroupées sous le nom d'inhibées donnent au miel des propriétés antibactériennes. On peut aussi trouver dans le miel, des pollens, des spores, des algues unicellulaires, des spores, des levures osmotolérantes (responsables de la fermentation), et des champignons microscopiques dont l'identification sous le microscope permet d'obtenir des renseignements sur l'origine florale et géographique (analyse pollinique des miel ou la méliissopalynologie) (Hayet, 2005).

**Tableau03:** la composition moyenne de miel [(Olaitan et *al.*,2007; Jesica,2015 ; Bogdanov et *al.*, 2008 ; Aboussedik, 2008] .

Composition	Pourcentage totale	Types de composés	Principaux composants
Hydrates de carbone	75 à 80%	Monosaccharides	Fructose 38%, glucose 31%
		Disaccharides	Maltose 7, 3%, isomaltose, saccharose 1, 3%
		Polysaccharides 1,5 à 8%	Erllose, Raffinose, (dextrantriose, mélézitose, Kojibiose, mélibiose)...
Eau	moyenne 17%		
Arômes		Esters	Méthyléthylcétone, méthylantranilate, acétates...
		Aldéhydes et acetones	Formaldéhyde, acétaldéhyde...
		Alcools	Ethanol, méthanol, isobutanol, 2-phényléthanol
Lipides	Traces	Acides gras	(acide palmitique, oléique et linoléique, butyrique, caprique)
Pigments		Caroténoïdes et flavonoïdes	Lutéoline, méthylflavonol, catéchine, chryisine....
Substances diverses	1 à 5% Moyenne 3, 5%	Acides organique 0,1 à 0,5%	acide citrique, acétique, phosphorique, gluconique 0,1 à 4%, lactique, fumarique, maléique, oxalique, pyroglutamique, succinique
		Protéines, peptides et acides aminées 0,2 à 2%	Matières albuminoïdes, matières azotées, la defensione-1 (aspartique, glutamique, alanine, asparagine, cystine, glycine, arginine, histidine, Isoleucine lysine, méthionine, phénylalanine, , leucine proline, tryptophane, tyrosine et valine, sérine.)
		Les vitamines	B1, B2, B3 ou PP, B5, B6, B8 ou H, B9 et C
		Enzymes provenant des glandes hypopharyngiennes	Amylase , gluco-invertase, glucose-oxydase
		Enzymes provenant du nectar	catalase, amylase, phosphatase acides
		Minéraux	Mg, Mn, , Cu, Se, S, Cl, Zn, Co, B, Ag, Ba, P, Cs, K, Ca, Na, Fe, Ci, Cr, Ni, Au,
		Acétylcholine	

## 5. Propriétés physico-chimies du miel

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

### 5.1. les caractéristiques organoleptiques:

#### 5.1.1. La couleur

Les miels a de nombreuses couleurs déterminées par les espèces des fleurs butinées. La couleur du miel est un autre paramètre de qualité. Les miels sont divisés en sept catégories principales : Elle va du jaune très pâle (presque blanc), brun très foncé ( presque noir), en passant par toute la gamme des jaunes, oranges, marrons et même parfois des verts.. La couleur d'un même miel peut varier d'une année à l'autre [(Schweitzer, 2000) ; (Ibrahim Khalil et *al.*, 2012)].



**Figure 03:** Pots de miel de différentes couleurs

#### 5.1.2. L'odeur :

L'odeur du miel est variable (BLANC, 2010). Les odeurs varient beaucoup mais s'évaporent très rapidement. Elles sont végétales, puissantes ou non, florale ou fruitées, lourdes, fines, vulgaires.

Certains miels peuvent avoir une odeur de fumée, de minéraux de fermentation ou de produits chimiques. Cette condition peut provenir de la manipulation d'un apiculteur, et c'est un défaut ne doit pas être perceptible [(Mokeddem, 1998) ; (Guerzou et Nadji, 2002)].

### 5.1.3. La texture :

La texture dépend en grande partie de l'origine du nectar, elle influence l'expérience gustative qui va suivre et représente un trait caractéristique du miel. Celui-ci peut être liquide, crémeux, visqueux ou même granuleux (françois ,2017).

### 5.1.4. La cristallisation :

La cristallisation du miel est un processus naturel complexe en raison de la présence de nombreux sucres dans le mélange et de leurs différences de solubilité. Plus la teneur en fructose est élevée, plus le miel reste liquide, le fructose influence souvent la solubilité du glucose [(Bogdanov, 1984) ; (Guerriat, 2000) ; (El Sohaimy et al., 2015)] ( la teneur en glucose est  $< 28$  g/100 g ou dont le rapport glucose/eau est  $< 1,7$ . La température idéale pour une bonne cristallisation du miel est de  $14$  °C. Cependant, des températures plus basse retardent la croissance des cristaux. Les hautes températures entraînent la dissolution des cristaux qui disparaissent totalement à  $78^{\circ}\text{C}$  (EMMANUELLE et al., 1996)

### 5.1.5. Le goût :

Le miel foncé a généralement un goût plus prononcé et sa teneur en sels minéraux est élevée ; le miel clair a une saveur plus délicate (BRADBEAR, 2005).

### 5.1.6. Les arômes :

L'arôme du miel est donné soit par l'acide phénylacétique, qui est présent dans tous les types de miel, qui donnent le goût caractéristique de ces derniers ; soit par une auxine présente dans la sève de certains arbres, et elle est transféré au miel a travers le miellat (Miel et fleur E.Moniste.com).En générale, les miels noir sont plus aromatiques que les autres (Guerzou et Nadji, 2002).

## 5.2. Caractéristiques physicochimiques du miel :

Les caractéristiques physicochimiques, densité, viscosité, activité de l'eau, pH, abaissement du point de congélation, conductivité électrique, indice de réfraction et hygroscopicité du miel sont présentées :

### 5.2.1. Le poids spécifique (la densité) :

Le poids spécifique d'un miel varie en fonction de sa teneur en eau. La moyenne retenue s'élève à  $1,42$  kg par litre. En moyenne, un litre de miel pesé donc  $1420$  grammes (Guerriat, 2000). Il apprécie avec un densimètre (Rezzag, 2010). SARA .la valeur de la densité varie entre  $1,39$  et  $1,44$ . Elle dépend de la teneur en eau et à moindre degré de la composition chimique du miel (Gonnet,1982 ; Lobreau-Callen et al 1999 ; Al-Khalifa et Al-Arif, 1999).

**5.2.2. La viscosité :**

La viscosité du miel est une propriété purement mécanique, elle joue un rôle majeur dans l'écoulement du miel, que ce soit lors de l'extraction, lors de la filtration, ou encore lors de la mise en pot (Rossant, 2011). La viscosité varie rapidement entre 15 et 40°C, un léger réchauffement suffit donc souvent pour rendre le miel plus fluide et faciliter la conditionnement. Elle dépend de sa teneur en eau, de sa composition chimique et de sa température, et devient plus fluide lorsque la quantité d'eau augmente (Clémence, 2005), ce critère est très important pour évaluer la qualité, la maturité et la durée de vie de miel (Dustman, 1978). La plus part des miels se comportent comme des liquides.

**5.2.3. La solubilité :**

Le miel est soluble dans l'eau et l'alcool dilué mais insoluble dans l'alcool fort, l'éther, le benzène et le chloroforme (Clémence, 2005).

**5.2.4. L'hygroscopicité du miel :**

Le miel naturel avec 18% d'eau peut atteindre 55% d'humidité au bout de 3 mois puis 84% de son propre poids. L'augmentation de la quantité d'eau peut faire fermenter le miel. Par conséquent, il est important de toujours conserver le miel dans un contenant hermétique (Bradbeer, 2010).

**5.2.5. L'humidité :**

La teneur en humidité du miel est très importante pour la fermentation et de mal cristalliser. Plus la valeur est élevée, plus le miel fermentera rapidement ou plus il risque de ne pas bien cristalliser. Le taux d'humidité du miel ne doit pas dépasser 20 % (Décret n° 587 2003, 30 juin 2003).

**5.2.6. L'indice de réfraction :**

Il est inversement proportionnel à l'humidité du miel. L'indice de réfraction permet de calculer une variable très importante qui est la teneur en eau. Plus l'indice de réfraction est élevé, plus la teneur en eau est faible et plus la teneur en sucre est élevée. Elle diminue au fur et à mesure que la température augmente. [(Guerzou et Nadji, 2002) ; (Guerriat, 2000) ; (Mazrou, 2008)].

**5.2.7. La conductivité électrique :**

La conductivité électrique est un bon critère pour déterminer l'origine des plantes nectarifères. Il est considéré comme un paramètre efficace pour différencier le nectar de fleur et le nectar de poire, dont les niveaux dépendent de la teneur en minéraux et de l'acidité du nectar, ce qui entraîne une conductivité accrue (Mazro, 2008).

### 5.2.8. La conductibilité thermique :

Elle permet de différencier les miels de nectar des miels de miellat (Blanc, 2010). Elle s'exprime en calories par cm<sup>3</sup> par seconde et en pourcentage de degré Celsius. En générale le miel n'est pas un bon conducteur de la chaleur, sauf lorsqu'il est complètement sec. En effet, le miel est mauvais conducteur de la chaleur, donc bon isolant thermique (Rezzag, 2010).

La formule qui s'exprime est (L=la conductibilité):  $L=1,29 \cdot 10^{-4}$  à 20°C, pour un miel à 20% d'eau et finement cristallisé (Huchet et al. 1996)

### 5.2.9. La chaleur spécifique :

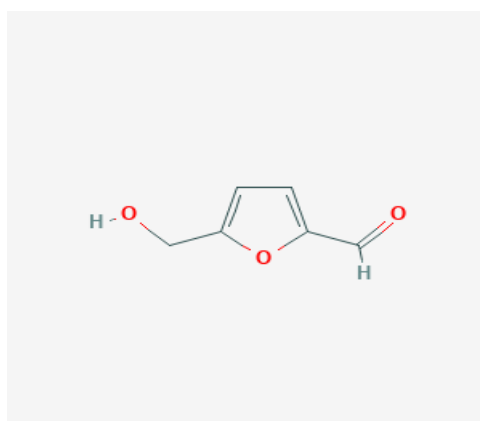
La chaleur spécifique du miel à été étudiée par Helvey au moyen d'un calorimétrie sur des solutions de miel de plus en plus faible. Un miel contient de 17% d'humidité, la température spécifique est de 0,54 c° à 20 c°. cela signifie qu'il faut approximativement deux fois moins d'énergie pour réchauffer du miel que pour réchauffer la même masse d'eau et que la température spécifique varie très peu d'un miel à l'autre (Guerzou et Nadji , 2002).

### 5.2.10. Le pH :

Tous les miels sont du pH acides. Les valeurs sont généralement comprises entre 3,5 et 5,5. Cela est dû à la présence d'acides organiques (Bogdanov et al., 2004). Ce sont peut-être les abeilles qui leur donnent ces qualités. Le miel de nectarine est généralement inférieur à 3,5 et 4,5 et le miel du miellat est supérieur à 5 (Schweitzer (2005). Le pH et l'acidité affectent la texture et les conditions de stockage du miel (Mbogning et al ., 2011).

### 5.2.11. L'hydroxyméthylfurfural (HMF):

L'HMF est un dérivé de la réaction de déshydratation du sucre (hexose) (Hadorn et al., 1962). Cette substance est présente dans le miel lors de la dégradation du sucre, principalement du fructose, et trois molécules d'eau sont perdues (White, 1994; Wunderlin et al., 1998). Hydroxyméthylfurfural (5-hydroxyméthyl2flualdéhyde) (HMF) (Fig. 04)



**Figure 04** : Structure de HMF.

(<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/237332#section=2D-Structure>)

### 5.2.12. L'abaissement du point de congélation

Cette propriété dépend de la teneur en sucres, il serait de 1,42C° à 1,53C° en solution aqueuse à 15% et 2,75c° à 3,15c° en solution aqueuse à 25% (EMMANUELLE *et al.*, 1996).

### 5.2.13. Fluorescence

De nombreux types de miel deviennent quelque peu fluorescents sous l'influence de la lumière ultraviolette. Le miel a une variété de couleurs fluorescentes. Certains miels, comme le miel de châtaignier, brillent légèrement sous la lumière UV. (Nadir, 2014).

## 6. Qualité de miel et source de contamination

Le miel est un produit naturel, sain consommé par de nombreuses personnes à travers le monde, un aliment devient sain quand il rencontre les normes nutritionnelles appropriées, cependant, il est une préoccupation récente au sujet de la contamination du miel (Liobera, 2008).

Les abeilles collectent des poussières qu'elles ramassent sur les plantes butinés ; Le miel n'est pas stérile ; il peut contenir des spores des clostridies (*C. Botulinum*) et des bacilles (*B.subtilis*) mais peut être stérilisé par irradiation gamma sans perdre ses propriétés biologiques. Il peuvent également contenir des résidus d'antibiotique ou d'acaricides par l'usage qu'en fait l'apiculteur pour la prévention ou le traitement des maladies des abeilles (Benitte, 2004 ;Barbancon, 2002).

### 6.1. La contamination chimique :

Les deux sources de contamination du miel sont ; l'environnement, les étapes de production du miel, mais aussi l'apiculteur par des pratiques apicoles peu rigoureuses.

### 6.2. La contamination environnementale :

L'abeille est en contact permanent avec notre environnement naturel. Celui –ci est pollué par diverses émissions provenant principalement de l'activité humaine. Trois types facteurs de contamination sont contrôlés : les résidus des pesticides, les métaux lourds et les polluants organiques (Flamini, 1986).

### 6.3. La contamination provenant de l'apiculture :

La prévention ou le traitement des maladies des abeilles. elle Nécessite l'utilisation des acaricides, comme ceux utilisés contre la Varroa qui sont constitués les principales causes de contamination du miel car ils sont utilisés régulièrement.

Les acaricides hydrosolubles sont distribués dans les aliments sucrés pour les abeilles et le miel, tandis que ceux qui sont liposolubles s'accumulent dans la cire.

Selon la directive 1998-12-9 sur la qualité du miel, l'utilisation de divers pesticides a un effet important sur l'abeille et la qualité des produits apicoles, notamment le miel. Dans ce contexte, plusieurs études ont été réalisées à travers le monde surtout en Europe et aux Etats Unis d'Amérique (Bonniat, 1999).

#### **6.4. La contamination d'origine agricole :**

Les agriculteurs améliorent et développent le rendement de l'agriculture en utilisant des pesticides qui amènent les abeilles à contaminer la ruche avec ces polluants; interdits utilisés la plus part des pesticides pendant la floraison ; La période pendant laquelle les abeilles visitent la culture ou sont susceptible d'être exposées à des produits chimiques (Liobera, 2008).

#### **6.5. La contamination Bactériologique :**

Les micro-organismes que l'on peut rencontrer dans les produits de la ruche ont deux origines différentes : une flore habituelle, mésophile et mycélienne et un microbiome occasionnel, résultat des manipulations nécessaires au conditionnement. De nombreuses recherches ont été menées sur la flore intestinale des abeilles et de la larve (Gilliam *et al*, 1987; Tysset *et al*, 1968) et sur les micro-organismes qui colonisent le pollen ramené à la ruche (Gilliam, 1979). Le miel a une très faible activité de l'eau, ce qui empêchant la multiplication et, dans la plupart des cas, même la survie des bactéries. En outre, très peu de microbes pathogènes ont été trouvés dans le miel (Snowdon *et al*, 1996 ; Snowdon, 1999 ; et Fléché *et al*, 1997).

### **7. Les effets bénéfiques du miel sur la santé et intérêts thérapeutiques :**

#### **7.1. Sur la santé :**

##### **7.1.1. Propriétés nutritionnelles :**

Le miel est principalement composé de glucides, graisses, de protéines, de d'enzymes et de vitamines. Une alimentation saine, légère, naturelle et riche en calories. C'est une source précieuse de glucides, dont des oligo-éléments, et assure la diversité nutritionnelle dans des conditions alimentaires très défavorables. C'est une alternative au sucre et convient à ceux qui portent une attention particulière à leur apport énergétique (Velghe, 2016). Une cuillère à soupe de miel apporte 60 calories et contient 11 grammes de glucides, 1 mg de calcium, 0,2 mg de fer, 0,1 mg de vitamines B et 1 mg de vitamines C (anonyme, 2011). La quantité recommandée est généralement de 1 à 2 grammes de miel par kilogramme de poids corporel (pour 60 kilogrammes de poids : 60 à 120 grammes de

miel) (Bazoche, 2011). Le miel occupe souvent une place importante dans la préparation des plats traditionnels (BRADBEAR, 2005). De plus, il peut revendiquer de nombreux avantages nutritionnels et énergétiques (BLANC, 2010). apporte 310 calories pour 100 g (Guinot et al., 1996), et est traditionnellement utilisé comme édulcorant.

### **7.1.2. Propriétés thérapeutiques :**

Le miel est doué d'un pouvoir bactériostatique important car il est très riche en sucre (plus de 95% de matière sèche), et d'autres composés comme l'eau (14 à 20 %), les protéines, les minéraux, les vitamines, les lipides, les acides organiques, les enzymes, les acides aminés, les composés volatiles... (Azeredo et al., 2003 ; Saxena et al., 2010 ; Alquarni et al., 2012).

Son acidité et la présence de substances à activité antibactérienne (peroxyde d'hydrogène libre et inhibé). Il est régulièrement utilisé dans le traitement de plaies.

## **7.2. Intérêts thérapeutiques du miel :**

Ces dernières années, une grande attention s'est portée sur la nourriture naturelle comme nutritionnelle en se basant beaucoup plus sur les recettes qui ont été employées pour le traitement des maladies dans les temps anciens. Le mécanisme de l'effet du miel sur la santé humaine est graduellement devenu évident dans un certain nombre d'études (BURDOCK, 1998). Il a été prouvé que le miel possède deux propriétés majeures antimicrobienne et antioxydante, utiles pour stimuler la cicatrisation des plaies et des brûlures curatives et dans les traitements d'ulcères gastriques (GHELDOLF et ENGESETH, 2002; GHELDOLF et al., 2003 ; SCHRAMM et al., 2003). Les propriétés antimicrobiennes du miel ont pris la grande part dans le domaine de la recherche (AL-SOMAL et al., 1994; BRADY et al., 1996 ; MOLAN, 1992). Selon WHITE (1979), l'effet médical le plus actif du miel est sa propriété antimicrobienne. L'agent antimicrobien dans quelques types de miel est principalement l'hydrogène peroxyde (peroxyde d'hydrogène) formé par la glucose oxydase synthétisée par l'abeille. Chez d'autres miels, l'agent antimicrobien est un composé non-peroxydique dérivé directement de la fleur. Par conséquent, l'efficacité antimicrobienne diffère d'un miel à un autre.

### **7.2.1. Les propriétés antibactériennes du miel**

L'action combinée des propriétés chimiques et physiques confère au miel son activité antibactérienne. Le miel est une solution très riche en sucre (80% de fructose et de glucose), ces sucres ont une activité antibactérienne grâce à leur capacité à réduire l'activité de l'eau (Molan, 1992). Mais les propriétés antibactériennes du miel ne sont pas dues uniquement à cette haute teneur en sucres (Bose, 1982 ; Drouet, 1983). Du fait de sa viscosité, le miel va

former une barrière protectrice qui maintient la zone à traiter de toute surinfection, leur pH est suffisamment acide (entre 3 et 6) pour empêcher le développement de nombreux microorganismes pathogènes, et la production enzymatique de peroxyde d'hydrogène ou inhibez qui sert d'agent « stérilisant » (Whit, 1962 ; lusby E P *et al* ,2005 ; Ahmed *et al*, 2012).

### **7.2.2. Propriété antioxydante :**

Les antioxydants sont des substances externe ou interne capables de neutraliser ou de réduire les dommages causés par les radicaux libres (molécules hautement réactives) dans le corp, qui sont produits suite à un stress oxydant (Ouchemoukh, 2012).. Le stress oxydant joue un rôle important dans l'émergence de nombreuses maladies telles que le cancer, la cataracte, l'athérosclérose ... (Aljadi et Kamaruddin, 2004).

En général, l'activité antioxydante d'un miel se résulte de la combinaison d'une large gamme d'activité de ces composés. Elle est varié d'un miel à l'autre en fonction de la source botanique et de la présence de différents composés antioxydants. Les antioxydants présents dans le miel sont : les oxydases du glucose, les catalases, l'acide ascorbique, les flavonoïdes, les acides phénoliques, les caroténoïdes, les acides organiques, les acides aminés et protéines (ANSO, 2012). les antioxydants neutralisent les radicaux libres, molécules hautement réactives causent des dommages importants aux protéines, à l'ADN cellulaire et aux membranes cellulaires (TOMCZAK, 2010).

### **7.2.3. Propriété anti-inflammatoire :**

L'inflammation est une réponse biologique complexe des tissus vasculaires à des stimuli nocifs, tels que les radicaux libres. Elle peut devenir nocive et empêche la guérison lorsqu'elle est excessive et prolongée, ce qui peut conduire au cancer. De plus, des études ont montré que le miel peut jouer un rôle dans la réduction de l'inflammation grâce à divers mécanismes : il agit en perturbant le facteur de transcription NF-kB qui régule l'expression de nombreux gènes codant pour des molécules pro-inflammatoires telles qu'une enzyme cyclooxygénase-2 (COX-2), des facteurs de croissance et des cytokines (Hussein *et al.*, 2013). Le miel grâce à ses propriétés antioxydants, peut également réduire l'inflammation en éliminant les radicaux libres des tissus enflammés et en évitant leurs effets néfastes (Benhanifia *et al.*, 2010).

### **7.2.4. Propriété anticancéreuse :**

Le miel contient des teneurs élevées en composés phénoliques, qui sont des acteurs majeurs de l'activité antioxydant. Cette dernière peut avoir un potentiel protecteur dans le développement du cancer. Parmi les mécanismes proposés par lesquels le miel peut exercer ses effets anticancéreux, il y a le mécanisme d'induction de l'apoptose (Erejuwa *et al.*, 2014).

L'apoptose, mort cellulaire programmée, est un processus par lequel des cellules endommagées déclenchent leur autodestruction en réponse à un signal. Cependant, de nombreuses voies apoptotiques sont libérées dans les cellules cancéreuses, améliorant leur survie et leur immortalité (O'Connor, 2011). Une de ces voies altérée est celle qui implique la perméabilité de la membrane mitochondriale (MOMP), qui est réactivée par le miel dans différentes lignées cellulaires cancéreuses, en réduisant le potentiel de la membrane mitochondriale, conduisant à une fuite de protéines pro-apoptotiques telles que le cytochrome C et entraînant ainsi la mort cellulaire (Chipuk *et al.*, 2006 ; Fauzi *et al.*, 2011 ). Des preuves récentes révèlent que le miel présente également des effets sur divers enzymes, gènes et facteurs de transcription liés à l'apoptose. Le PARP (Poly (ADP-ribose) polymérase) est une enzyme qui joue un rôle essentiel dans l'apoptose et la réparation de l'ADN. L'inhibition de l'activité de PARP par le miel empêchera la réparation de l'ADN et contribuera ainsi à une cytotoxicité accrue du miel dans les cellules cancéreuses (Wang *et al.*, 2012).

### 7.3. Autres effets sur la santé :

Il existe d'autres effets du miel sur l'organisme, notamment l'augmentation de plusieurs éléments du sérum sanguin: + 50 % de monocytes (acteurs du système immunitaire), + 20 % de fer, + 33 % de cuivre et plus légèrement de lymphocytes (d'autres acteurs majeurs du système immunitaire) (ANSO, 2012). Grâce à ses puissantes propriétés anti-bactériennes, le miel inhibe la prolifération des bactéries responsables des caries (effet carioprotecteur). Cependant, ce résultat doit être nuancé, car d'autres études ont montré un effet cariogène (développement des caries). Le miel agit également contre le développement de la plaque dentaire et des gingivites (ANSO, 2012 ; BOGDANOV *et al.*, 2008).

Dans les maladies du système digestif, le miel est particulièrement actif puisqu'il agit sur les diarrhées, les gastrites et les ulcères. Pour les gastrites et les ulcères, le miel combattra directement *Helicobacter pylori*, le responsable de ces maladies.

Le miel est également de plus en plus utilisé en cosmétiques. Doux pour la peau et les cheveux, il les nourrit en profondeur grâce à l'abondance de minéraux, vitamines et antioxydants essentiels à leur beauté et à leur jeunesse.

A large, horizontally-oriented oval with a solid red fill and a thin white border, centered on the page. The text is centered within this oval.

**MAERIEL  
ET  
METHODE**

## Introduction

Afin de répondre à la problématique posée dans ce mémoire à savoir l'évaluation des effets physico-chimique du miel , nous avons réalisé plusieurs travaux dont le contrôle qualité du miel à travers une analyse physico-chimique poussée, L'humidité, la conductivité, pH, l'acidité, les cendres, la couleur, HMF et l'analyse des minéraux a été testée par les méthodes de l'Association of Official Agricultural Chemists (AOAC, 1990), et la méthode harmonisée par la commission internationale .

Les analyses des miels des différentes échantillons est en été réalisé dans le laboratoire de recherche spectrochimie et pharmacologie structurale de l'université de Abou Baker Belkaid Tlemcen.

## 1. Situation géographique des zones d'études:

Nous avons mené cette étude au niveau de 3 Wilayas : Tlemcen, Sidi bel abbas, Naama. Au ouest de l'Algérie, le relief est souvent accidenté, Les précipitations diminuent du Nord au Sud et d'Est en Ouest.

La situation géographique de chacune des Wilayas est représentée par les **figures 5,6,7**.

### 1.1. Présentation la wilaya de Tlemcen :

La Wilaya de Tlemcen est située sur le littoral Nord-ouest du pays et dispose d'une façade maritime de 120 km. C'est une wilaya frontalière avec le Maroc, avec une superficie de 9 017,69 km<sup>2</sup>. Le Chef-lieu de la wilaya est située à 432 km à l'Ouest de la capitale, Alger.

Elle est délimitée :

- au nord, par la **Méditerranée** ;
- à l'ouest, par le **Maroc**;
- au sud, par la **wilaya de Naâma** ;
- à l'est, par les wilayas de **Sidi-Bel-Abbes** et **Aïn Témouchent**;

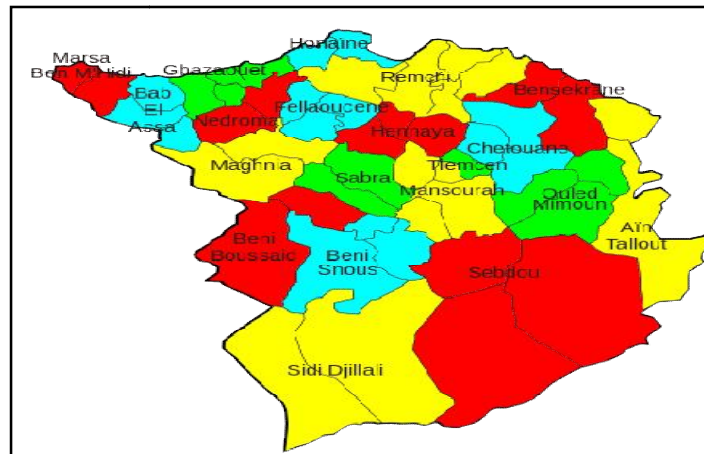


Figure 05 : La carte géographique de la wilaya de Tlemcen.

➤ **Climat** : Cet agencement géologique sert de couloir à l'air marin qui tempère la rigueur des hivers et la chaleur des étés. La région de Tlemcen s'inscrit comme un îlot arrosé au milieu des zones semi-arides de la **Moulouya** marocaine à l'ouest, de **Sidi Bel Abbès** et **Mascara** à l'est et d'**El Aricha** au sud.

### 1.2.Présentation la wilaya de Sidi bel Abbas :

Sidi Bel Abbas est située à 470 m d'altitude, à 82 km au sud d'**Oran**, à 87 km au nord-est de **Tlemcen**, à 60 km au nord-est d'**Aïn Témouchent**, à 93 km au sud-est de **Mascara** et à 96 km au sud-ouest de **Saïda**.

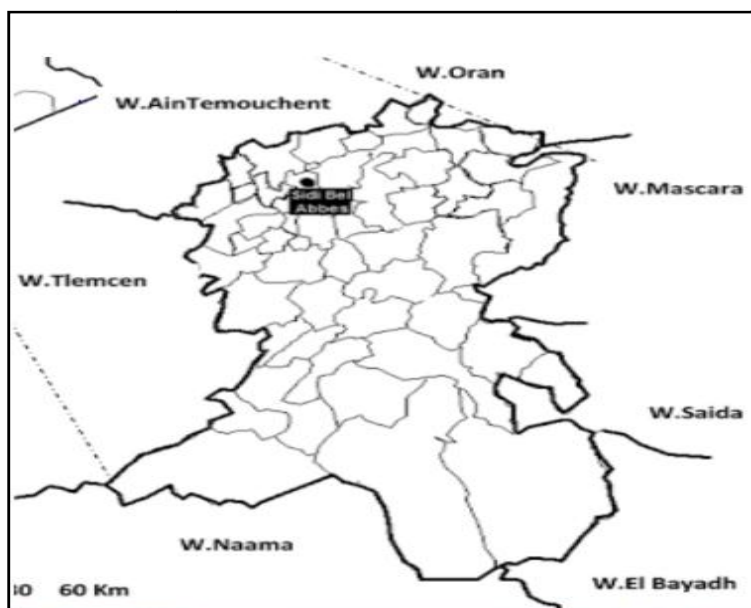


Figure 06 : La carte géographique de la wilaya de Sidi Bel Abbas.

➤ **Climat :**

Le climat est très chaud en été. En hiver, un peu froid avec de la neige rarement.

**1.3.présentation la wilaya de Naâma :**

La **wilaya de Naâma** est une wilaya algérienne située à l'ouest de l'Algérie, à la frontière avec le Maroc. Elle est voisine au nord avec les wilayas de Tlemcen et Sidi-Bel-Abbès, à l'est celle d'El-Bayadh et au sud avec celle de Béchar. La wilaya est située à plus de 1 000 mètres d'altitude sur les Hauts plateaux, elle est traversée par la chaîne de l'Atlas saharien avec des sommets qui dépassent les 2 000 mètres au Djebel mekfer 2 200 mètres.



Figure 07 : La carte géographique de la wilaya de Sidi Bel Abbas.

➤ **Climat :**

Le climat est continental aride avec des moyennes de  $-10\text{ °C}$  l'hiver et de plus de  $45\text{ °C}$  l'été.

## 2. Matériels, réactifs utilisés et élimination des contaminants :

### 2.1.Verreries et matériels :

- Becher en verre de différents volumes.
- Burettes graduée de 25 mL.
- Entonnoir en verre.
- Pissettes.
- Micropipettes de  $100\mu\text{L}$ .
- fiole jaugée classe A de 25 ml, 50 ml, 100ml, 1000ml .
- Pipettes graduées en verre de 5ml, 10 ml . et Micropipettes de  $100\mu\text{L}$

- Agitateur magnétique /plaque chauffantes.
- bain marie.
- Balance analytique (précision: 0.0001g).
- Étuve (THERMO-SCIENTIFIC)
- conductimètre.
- pH-mètre..
- Lyophilisateur.
- Four a moufle
- La spectroscopie ICP-OES.
- La spectroscopie XRF.
- Le spectrophotomètre UV-Visible
- Centrifugeuse (SIGMA 1-14)

### 2.2.réactifs et produits utilises

- Hydroxyde de sodium (FLUKA)
- Chlorure de potassium (FLUKA)
- L'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  69% (*SIGMA-ALDRICH-GERMANY*).
- L'acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  35%.(ANALAR NORMAPUR )
- Les solutions étalon des métaux utilisées ont été préparées à partir des solutions fournies par jobin type « JYICPMIX 23».

### 2.3. Elimination des contaminants :

Nettoyage des verreries est une partie importe dans les analyse physico chimique. Avant l'utilisation on rincer soigneusement la verrerie à l'eau distillée ou déminéralisée, car l'eau du robinet contient des sels minéraux qui peuvent perturber les analyse chimiques envisagées puis on rince la verrerie en fonction de son utilisation par exemple la burette a été Rincé avec le minimum de solution titrant (quelques ml). Pour l'après utilisation on rince la verrerie plusieurs fois à l'eau du robinet avec détergent puis à l'eau distillée ou déminéralisée.(**JoVE science Education Database**).

## 3. Échantillonnage :

### 3.1.Échantillon de miel :

Les échantillons de miel proviennent de différentes origines florales et géographiques, cela est illustré dans le tableau

**Tableau 04** : l'origine florale et géographique avec la date de récolte et la conservation de cinq échantillons de miel.

N° Echantillons	Origine géographique	Origine florale Nom scientifique Nom commun	Date de récolte	La conservation
1	Naâma	poly fleur 1	été de 2020	verre
2	Naâma	Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L.	Juin 2020	verre
3	Naâma	poly fleur 2	Automne de 2020	verre
4	Tlemcen	Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	Octobre 2020	verre
5	Sidi bel Abbas	Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	Mai 2020	verre

#### 4. Méthodes d'analyses physico-chimiques

##### 4.1. Détermination l'humidité :

###### 4.1.1. Principe :

La lyophilisation est un procédé de dessiccation sans altération d'un produit de grande valeur. La dessiccation s'effectue sans passer par la phase liquide du produit par un processus de sublimation.

L'humidité des miels a été déterminée selon la méthode lyophilisation, par la détermination de pourcentage de l'eau. Placer l'échantillon dans lyophilisateur et atteindre jusqu'à bien sécher. Cette opération se fait à pression  $\approx 0,043$  mbar et à température  $\approx -57,5^\circ\text{C}$  Convertir les résultats obtenus en pourcentage d'eau.

###### 4.1.2. Mode opératoire :

###### A. Appareillage :

- La chambre du condenseur à glace doit être propre et sèche.
- Les vannes de purge du condensat et d'aération doivent être fermées. Sur les appareils équipés d'une vanne régulatrice de pression (en série sur les modèles LSCplus et LSCbasic), la pompe à vide doit suivre une phase de préchauffage (« Préchauffage pompe à vide ») de 15 minutes minimum avant le début de la phase de dessiccation primaire. La pompe à vide ne se chargera en gaz condensable que lorsque la température de fonctionnement sera atteinte. Cela permet d'augmenter sa durée de vie. Dans le même temps, le condenseur à glace refroidit (« Cool down »).

La température du condenseur à glace n'a aucune influence sur celle du produit, il sert exclusivement à piéger la vapeur d'eau libérée. (Alpha\_1-2\_LDplus\_2006-11\_2-10\_fr.pdf)

### B. Préparations des échantillons :

- Peser l'échantillon dans un ballon. Laissez-le geler au congélateur pendant 48h.
- Régler la stabilisation de lyophilisateur ( $\approx -57, 3^{\circ}\text{C}/\approx 0,043\text{mba}$ ).
- Placer le ballon dans lyophilisateur.
- Nous le séchons dans le lyophilisateur pendant deux heures.
- Le miel à analyser doit être bien congelée et parfaitement solide.



**Figure 08 :** Photo de lyophilisateur utilisé.

### 4.2.Détermination de la conductivité électrique :

La conductivité fait référence à la concentration des sels ionisés solubles présents. Elle est déterminée selon la méthode harmonisée par la commission internationale du miel (IHC, 2009). En utilisant 4 g d'échantillon de miel dans 20 ml d'eau bi-distillée. La Mesure a été effectuée à  $20^{\circ}\text{C}$ , Les résultats ont été exprimés en milli-Siémens par centimètre (ms/cm). (S.Bogdanov.,2002).

### 4.2.1. . Mode opératoire :

#### A. Détermination la constante de la cellule du conductimètre :

✚ Préparation du solution de chlorure de potassium, 0,1 M :

- Dissoudre 7,4557 g de chlorure de potassium (KCl), séché à 130 ° C, dans de l'eau fraîchement distillée dans un ballon de 1000 ml et remplir au volume avec de l'eau distillée.

Si la constante de la cellule de conductivité n'est pas connue, procédez comme suit:



**Figure 09** : Flacon de KCl

Transférer 40 ml de la solution de chlorure de potassium dans un bécher. Connectez la cellule de conductivité au conductimètre, rincez soigneusement la cellule avec la solution de chlorure de potassium et immergez la cellule dans la solution, avec un thermomètre. Lisez la conductance électrique de cette solution dans mS après que la température s'est équilibrée à 20 °C. Bagdanov (1997)

Faites au moins trois mesure de conductance à partir de solution KCl (0.1M, 0.02M, 0.01M).

**Tableau 05** : présenter les mesure de conductance de la solution KCl.

KCl	Conductivité(ms /cm)	TDS	T(°C)
<b>0,1 M</b>	11,46	0,09	20,2
<b>0,02 M</b>	2,41	0,068	17,16
<b>0,01 M</b>	0,379	0,071	17,4

$$K = \frac{11,691}{G}$$

#### B .Préparations des échantillons :

- Peser dans un petit bécher 4g du miel, le dissoudre dans un 20ml d'eau bi-distillé.
- Bien mélanger jusqu'à homogénéisation. On utilisant l'appareil vortex.

-Placer la solution au bain marie réglé à 20°C.

-Plonger l'électrode du conductimètre dans la solution (lorsque la température est à  $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ).



Figure 10 : photo de conductimètre utilisée.

### C. Expression des résultats :

- ✓ Effectuer la lecture de la valeur qui s'affiche à l'écran.
- ✓ Calculer la conductivité électrique de la solution de miel, à l'aide de la formule suivante :

$$SH = K \times G$$

Où :

SH : conductivité électrique de la solution de miel en  $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$

K : constante de cellule en  $\text{cm}^{-1}$

G = conductance en mS

### 4.3.Détermination de pH :

#### 4.3.1. Principe :

Le pH correspond à la concentration en ions  $\text{H}_3\text{O}^+$  dans la solution. Le pH d'une solution est le cologarithme décimal de l'activité de la solution en ions hydrogène ; il s'exprime en unités de Ph.



**Figure 11:** photo de pH-mètre utilisé.

#### **4.3.2. Mode opératoire :**

La même solution préparée a été utilisée pour mesurer le pH. La mesure a été effectuée à l'aide d'un pH-mètre et à 20°C, La sonde pH a été étalonnée avec des solutions tampons de pH  $4 \pm 0,02$  et  $7 \pm 0,02$ .

##### **A. Étalonnage de l'appareil :**

- ✓ L'étalonnage de pH mètre lors de sa première utilisation.
- ✓ Pour l'étalonnage en température ou entre une valeur de la température égale à celle de la solution d'étude (en pratique celle de laboratoire).
- ✓ Pour l'étalonnage en pH, des solutions tampons de pH 4 et pH 7 ont été utilisées.
- ✓ immerger la sonde dans la solution d'étalonnage pH 4 et attendre que la mesure se stabilise.
- ✓ Répéter le processus avec la solution de calibration pH 7.

##### **B. Mesure du pH de les échantillons :**

- ✓ Peser dans un petit bécher 4g du miel le dissoudre dans 20ml d'eau bi-distillée.
- ✓ Rincer l'électrode avec l'eau bi-distillée puis la sécher.
- ✓ Placer la solution de miel sous agitation magnétique.
- ✓ Immerger l'électrode propre et sèche dans la solution à analyser.
- ✓ Attendre que la valeur du pH se stabilise.

##### **C. Expression des résultats :**

La valeur du pH est lue directement sur l'écran de l'appareil.

#### 4.4. Détermination de l'acidité libre :

L'acidité libre a été déterminées pour des solutions aqueuses de miel (6,66g/50 mL) en utilisant une méthode titrimétrique (Méthode officielle AOAC 962.19, 1995). La solution de miel a été titrée avec du NaOH 0,1 M, jusqu'à pH 8,3 (acidité libre en milléquivalents). (une lecture stable doit être obtenue dans les 120 secondes qui suivent le début du titrage ; autrement dit, la lecture ne doit pas être interrompue. Le début du titrage ; en d'autres termes, terminer le titrage en 2 minutes). Enregistrez la lecture à la 0,2 ml si vous utilisez une burette de 10 ml et à 0,01 ml si le titrateur automatique a une précision suffisante. Nous avons adopté le mode opératoire suivant :

- Dissoudre 6,66g de miel dans 50 ml d'eau bi-distillée dans un bécher.
- Agiter avec d'un agitateur magnétique
- Les électrodes du pH mètre sont plongé dans la solution de miel. Enregistrer le volume de NaOH utilisé.

$$AL = \frac{1000 * V_{\text{éq}} * N}{m}$$

Avec :

AL : acidité libre en meq /kg

V<sub>éq</sub> : volume équivalent de NaOH en L

N : normalité de la solution de NaOH eq/L

m : prise d'essai de la solution de miel en kg.

#### 4.5. Détermination de la teneur en matières minérales (cendres) :

La teneur en cendres est utilisée pour évaluer le type de miel. Il a été déterminé selon les méthodes de l'AOAC (1990). Peser avec précision 10g à 15g (M0) de miel dans un creuset(M1), commencez à incendier sans déperdition à basse température s'élevant à 350 - 400 °C en utilisant l'un des appareils. Après la cuisson préliminaire, placer le creuset dans le four préchauffé et chauffer pendant au moins 1 heure. Ensuite, augmenter la température à 600 °C et chauffer pendant 2h. Refroidir le creuset dans le dessiccateur et peser (M2). Les cendres obtenues ont été pesées. (AOAC, 1990).

$$W = \frac{(M2 - M1)}{M0} \cdot 100$$

Où ;

M1 : Poids du creuset vide.

M2 : Poids de la cendre et du creuset.

M0 : Masse de l'échantillon prélevé pour l'essai.



**Figure 12:** photo de four à moufle utilisé.

#### 4.6. Détermination de la couleur :

La couleur des échantillons de miel a été déterminée par mesure la technique spectrophotométrique

##### ✚ Principe :

Ce type de spectroscopie est très utile pour étudier les structures électroniques des molécules insaturées et pour mesurer l'étendue de leur conjugaison. Les groupes d'atomes qui absorbent sont appelés des groupes chromophores et ceux qui n'absorbent pas mais qui provoquent seulement des modifications de l'absorption par un chromophore sont dits auxochromes. L'absorption moléculaire dans l'UV-visible fait intervenir une radiation électromagnétique d'énergie notablement élevée. Le domaine utile de longueur d'onde dans les appareils est : Ultraviolet :  $200 \leq \lambda \leq 400\text{nm}$  et Visible :  $400 \leq \lambda \leq 800\text{nm}$ .

Cette technique utilise la loi de Beer Lambert selon laquelle l'absorbance est proportionnelle à la concentration de l'élément à doser.

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \varepsilon * l * C$$

Le principe de la spectroscopie UV-Visible repose sur le passage de l'état de repos à un état excité d'un électron d'une molécule lors de l'absorption d'une onde lumineuse de longueur d'onde comprise entre 100nm (domaine UV) à 750nm (Visible).



Figure 13: photo Spectromètre UV-Visible utilisé.

#### ➤ Mode opératoire :

Les échantillons de miel ont été dilués à 50 % (p/v) (2mL/2g) avec de l'eau bi-distillée; afin de dissoudre les cristaux de sucre. L'absorbance a été mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre à 635 nm et l'intensité de la couleur a été déterminée à l'aide de l'échelle de Pfund (fig14) :

$$Pfund \text{ (mm)} = (371.39 \times Abs) - 38.70$$



Figure 14: Échelle de Pfund® utilisée pour l'étude de la couleur des miels

([www.brejadobreda.blogspot.fr](http://www.brejadobreda.blogspot.fr))

#### 4.7. Détermination de la densité optique :

Un gramme de miel a été dilué dans 9 ml d'eau distillée et centrifugé pendant 10 minutes à 3000 rpm. L'absorbance du filtrat surnageant a été mesurée à 530 nm contre de l'eau distillée comme blanc à l'aide d'un spectrophotomètre informatisé (V-530 UV-VIS, JASCO Corporation, Japon).



Figure 15 : photo de centrifugeuse utilisée.

#### 4.8. Détermination de L'hydroxyméthylfurfural (HMF)

Le dosage des HMF de différents échantillons de miel collectés est effectué par chromatographie à haute performance (HPLC) selon (BOGDANOV *et al.*.,2009).

L'hydroxyméthylfurfural (HMF) est déterminé dans une solution aqueuse de miel, claire et filtrée, au moyen de la méthode suivante HPLC en phase inverse équipée d'une détection UV.

Le signal est comparé à celui de standards de concentration connue (dans notre cas nous n'avons pas des solutions standards).

➤ **Les conditions de chromatographie:**

Phase mobile: Acétonitrile -méthanol (90+10 en volume). Chromatographe liquide avec détecteur UV à 283 nm et intégrateur. Colonne: toute colonne avec un matériau à phase inversée C18, Filtre à membrane, 0,22  $\mu\text{m}$ . Débit 1.0 ml/ minute quantité injectée 20  $\mu\text{L}$  d'échantillon ou de solution standard. Détection UV 285 nm ; gamme : 0,2.

➤ **Mode opératoire:**

Peser avec précision environ 10 g de l'échantillon de miel préparé dans un bécher de 50 ml. Dissoudre l'échantillon dans environ 25 ml d'eau dés-ionisée et le transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml. Diluer à 50 ml avec d'eau dés-ionisée. Ensuite, nous prenons 1ml de cette solution et la transférons dans une fiole de 10 ml et la complétons avec l'eau dés-ionisée jusqu'à le trait. Filtrer à travers un filtre à membrane de 0,22  $\mu\text{m}$  pour obtenir une solution d'échantillon prête pour la chromatographie.

## 5. Analyse des éléments chimique (les métaux) :

Les éléments minéraux dans les miels ont été déterminés selon l'analyse qualitative et quantitative.

### 5.1. Analyse par la spectrométrie de fluorescence X (XRF) :

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide.

Elle permet l'analyse de tous les éléments chimiques du Béryllium (Be) à l'Uranium (U) dans des gammes de concentration allant de quelques ppm à 100%, avec des résultats précis et surtout reproductibles.

L'analyse élémentaire des échantillons de miel est faite par un appareil XRF de type BRUKER S8 TIGER.



**Figure 16:** photo de la spectroscopie XRF utilisée (XRF BRUKER S8 TIGER).

#### ➤ Mode opératoire :

##### 🔧 Préparation des pastilles a L'aide d'une Pastilleuse :

Une pastilleuse de laboratoire ou une presse à pastiller façonne des pastilles de diamètres adaptés au spectromètre. Ces pastilles doit être aussi dense et compacte que nécessaire. La pression exercée doit être proportionnée à la dureté du matériau à analyser, afin de produire une pastille condensée. Pour se faire, dans un moule au diamètre adapté, l'échantillon est placé entre 2 disques métalliques polis. La compression débute pour atteindre la pression

demandée pendant un temps défini. Le moule doit posséder une sortie à pression atmosphérique afin d'évacuer l'air présent dans la poudre à compacter.



**Figure 17:** photo de pastilleuse.

Préparation des pastilles à partir de cendres résultantes de 20 g du miel et Licowax C (Un liant peut être ajouté pour conférer une bonne solidité mécanique à la pastille). La pastille est obtenue par compression de la poudre préparée à l'aide d'une presse. L'échantillon est alors prêt pour analyse. Néanmoins l'épaisseur des grains influence fortement l'intensité de fluorescence X en l'augmentant ou la diminuant suivant l'élément et la matrice, tout comme la pression et le temps de pastillage.

## **5.2. Analyse par couplage plasma induit par haute fréquence – spectrométrie optique (ICP-OES):**

Le dosage des métaux a été réalisé par la spectrométrie d'émission optique couplée à une source de plasma ICP-AES. Cette analyse était effectuée au niveau du laboratoire de spectrochimie et pharmacologie structurale (LSPS), université de Tlemcen.

### **5.2.1. Principe de l'ICP-OES :**

La spectrométrie d'émission atomique couplée à une source de plasma (ICP-AES), également appelée ICP-OES: "plasma à couplage inductif", associée à la spectroscopie d'émission optique.

L'ICP-OES est une méthode physique d'analyse chimique multi-élémentaire qui utilise le plasma comme source d'ionisation. Les éléments de l'analyse sont détectés par émission. L'échantillon à analyser est sous forme liquide. L'analyte est actionné par une pompe

péristaltique et est nébulisé. L'aérosol ainsi obtenu est alors transporté dans le plasma où il est désolvaté, vaporisé, atomisé ou ionisé. Le retour à l'état de basse énergie s'accompagne de l'émission de radiations caractéristiques des éléments analysés.

Un monochromateur permet de séparer différentes longueurs d'ondes. Cette mesure est effectuée en réglant l'appareil sur les longueurs d'ondes spécifiques. Elles sont converties en signaux électroniques qui sont convertis en informations. Ces informations sont alors introduites dans un ordinateur pour être stockées et diffusion ultérieure, après calcul des résultats. (KHAROUBA M).

➤ **Appareillage :**

L'appareil de mesure utilisé au laboratoire est de type HORIBA JOBIN YVON SCIENTIFIC-ULTIMA 2, (**Figure 18**). Il est constitué de 5 parties :

- Le générateur électrique qui apporte l'énergie au plasma.
- Un système d'introduction d'échantillon qui amène l'échantillon dans le dans le plasma.
- Un système optique qui analyse le spectre émis par le plasma.
- Un système informatique qui réalise l'interface avec l'utilisateur.
- Un système de traitement du signal qui permet l'analyse qualitative et quantitative à partir du rayonnement émis.



**Figure 18:** photo de la spectroscopie ICP-OES utilisé.

➤ **Paramètres expérimentaux :**

Les paramètres optimaux de l'appareil nous ayant permis d'atteindre les spécificités en termes de répétabilité et de reproductibilité pour cette méthode sont d'être modifiés en fonction de l'appareil utilisé.

✚ **Paramètres de la méthode :**

➤ <i>Mode d'analyse :</i>	Normal(e)
➤ <i>Temps de rinçage :</i>	Fixe (20.0 s)
➤ <i>Vitesse de pompe en rinçage :</i>	Vitesse rapide
➤ <i>Temps de transfert :</i>	10.0 s
➤ <i>Temps de stabilisation :</i>	1.0 s
➤ <i>Vitesse de pompe en transfert :</i>	Normal(e)
➤ <i>Délai de synchronisation:</i>	0 s
➤ <i>Stopper la pompe durant le</i>	Non

✚ **Paramètres du plasma :**

➤ <i>Puissance :</i>	1200
➤ <i>Vitesse normale de pompe :</i>	15
➤ <i>Débit de gaz plasmagène :</i>	PL1
➤ <i>Débit de gaz de gainage :</i>	G1
➤ <i>Débit de gaz auxiliaire :</i>	0.0
➤ <i>Temps de stabilisation gaz de gainage</i>	15.0 s
➤ <i>Débit de nébulisation :</i>	0.85
➤ <i>Pression de nébulisation :</i>	2.82 bar
➤ <i>Utilisation de l'humidificateur d'argon :</i>	Non

**5.2.2. l'analyse par ICP-OES :**

Pour pouvoir analyser nos échantillons, il faut étalonner l'appareil. Pour cela, on réalise une gamme d'étalonnage suivant les concentrations que l'on pense obtenir.

➤ **Etalonnage :**

L'étalonnage de notre ICP-OES est effectuée par un standard d'étalonnage d'une solution multi-élémentaire de concentration certifiée; 1000 mg/L pour 23 éléments de type **JYICPMIX 23» (figure 19):**



Figure 19 : La solution multi-élémentaire Utilisée.

➤ **Préparation d'une série d'étalons pour l'analyse simultanée des éléments :**

Une série d'étalons (100, 150, 200, 400 ,450 ,500  $\mu\text{g/L}$ ) est préparée à partir de notre solution multi-élémentaire pour une analyse simultanée des éléments majeurs et des éléments mineurs.

➤ **Mode opératoire :**

On prépare d'abord une solution d'une concentration de 1 mg/L à partir de la solution multi-élémentaire (1000 mg/L) en introduisant 100  $\mu\text{l}$  de cette dernière dans une fiole de 100 ml et on complète avec de l'acide  $\text{HNO}_3$  (0.1%) au trait de jauge. cette solution va être considérée comme solution mère pour la préparation des autres étalons.

Dans une fiole de 50 ml, on introduit le volume nécessaire pour la préparation de chaque étalon et on complète avec de l'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  (0.1%) au trait de jauge.

**Tableau 06** : Présenter la préparation des solutions étalons.

Les concentrations (mg /L)	Préparation
100	2,5ml de solution mère + 22,5ml HNO <sub>3</sub> (0.1%)
150	7,5ml de solution mère + 42,5ml HNO <sub>3</sub> (0.1%)
200	10ml de solution mère + 40ml HNO <sub>3</sub> (0.1%)
400	20ml de solution mère + 30ml HNO <sub>3</sub> (0.1%)
450	22 ,5ml de solution mère + 27,5ml HNO <sub>3</sub> (0,1%)
500	25ml de solution mère + 25ml HNO <sub>3</sub> (0.1%)

**N.B:** Il est important que la concentration en acide nitrique soit la même dans les étalons et dans les échantillons. L'ajout de l'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>(1%) dans ces solutions permet de les stabiliser.

➤ **Préparation de la solution HNO<sub>3</sub> (0.1%) :**

Dans une fiole de 1000 ml et à l'aide d'une pipette, on place 1,2 ml de HNO<sub>3</sub> à 69 % et on complète avec de l'eau ultra pure jusqu' au trait de jauge.

➤ **Éléments à analyser :**

Les éléments étudiés sont représentés dans le tableau suivant:

**Tableau 07** : Longueur d'onde des éléments chimiques servant du dosage par Spectrophotométrie d'émission optique par plasma d'argon.

Elément	Longueur d'onde (nm)	Elément	Longueur d'onde (nm)
Cr	205.552	Ni	231.604
Zn	206.191	Fe	259.940
Pb	220. 353	Na	330.237
Cd	228.802		
Cu	324.754		

### **5.2.3. Mise en marche de l'ICP:**

Avant de commencer l'analyse, l'appareil doit être allumé. Pour ce faire, il faut démarrer la hotte (pour évacuer la chaleur produite par le plasma), placer les tuyaux de la pompe péristaltique dans leur emplacement, puis ouvrir la vanne d'argon, mettre en route le refroidisseur, allumer l'ordinateur et lancer le logiciel. Ici, on arrive à la commande pour allumer le plasma. Après l'avoir allumé; on attend une demi-heure qu'il soit stabilisé. Ensuite, l'appareil doit être programmé à l'aide d'un logiciel. ainsi nous choisissons les différents éléments à analyser, on détermine l'ordre de passage et le type (standard, échantillon) des solutions à passer. Une fois le programme est terminé, on lance l'analyse et on s'assure de la bonne linéarité de la droite d'étalonnage.

### **5.3. préparation des échantillons à analyser :**

On analyse un ensemble de cinq échantillons(05) de miels. La procédure recommandée par l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC, Official Methods of Analysis, 1984, 1990, 2000) est couramment utilisée. Dans cette méthode, on pèse environ 5 g de miel et sont placés dans des creusets appropriés en silice ou en platine. Puis on met ces échantillons dans le four pour les sécher pendant 1 heure à 300C°, et finalement cendrés à 600C° pendant 2 heures jusqu'à l'obtention d'un résidu de cendres blanches ou grises. Les cendres résultantes sont fusionnées avec de petites quantités (5 mL) de 0,1 % de HNO<sub>3</sub> et les mélanges obtenus sont évaporés jusqu'à quasi-sécheresse. Les résidus obtenus sont dissous dans 10 mL des mêmes solutions acides. La solution a été transférée dans une fiole de 50 ml complétée avec de HNO<sub>3</sub>.

A large, horizontally-oriented oval with a solid red fill and a thin white border, centered on the page. The text is centered within this oval.

**RESULTAT  
ET  
DISCUSSION**

## **1. Analyses physico-chimiques des miels:**

### **1.1. L'humidité :**

La teneur en eau est un variable lié au degré de maturité, il est responsable de la stabilité du miel pendant le stockage. La teneur en eau du miel est l'un des principaux critères pour déterminer la qualité du miel. Un miel trop sec montre une viscosité élevée et peut causer des problèmes lors de la cristallisation (Moniruzzaman *et al.*, 2014); un miel trop humide peut fermenter.

Ce paramètre est lié aux conditions climatiques : la teneur en eau du nectar, l'origine florale des différents miels, la saison de la récolte et le degré de la maturité atteint dans la ruche (Fallico *et al.*, 2004 ; Finola *et al.*, 2007).

L'humidité modifie également certaines propriétés du miel. Par exemple, le miel très sec est très visqueux et difficile à extraire et à filtrer. Surtout moins de 16% perd de nombreuses propriétés sensorielles dans le miel très sec (16,5%) et devient complètement grisâtre. C'est pourquoi l'eau a bon goût. Cela n'a pas de sens de supprimer la déshumidification du miel car de la salive se forme (Bruno, 2008).

La teneur en humidité est très importante pour la durée de conservation du miel (Terab *et al.*, 2003). Une faible teneur en humidité est un élément important d'un système qui protège le miel des micro-organismes (Tyset *et al.*, 1980). Cependant, le degré d'humidité dépend de la température et de l'humidité relative de l'origine géographique du miel (cité dans Crane, 1979 ; As-Suhaimi, 2015).

notre études ont montré que la teneur en eau des échantillons variait de 10,97 % à 22,33, avec une moyenne de 16,53 (Fig. 20). Le miel *Ceratonia Silica L* a la teneur en humidité la plus faible (10,97 %). Contrairement au le miel de l'échantillon polyfleur1, qui est la substance la plus sèche, il a la teneur en humidité la plus élevée (22,33%). Cette valeur est inférieure au maximum de 20 %, le maximum recommandé par le Codex Alimentarius (2001). Il peut être fermenté, à l'exception de certains miels dont la teneur dépasse 21 % (Gonet, 1982).

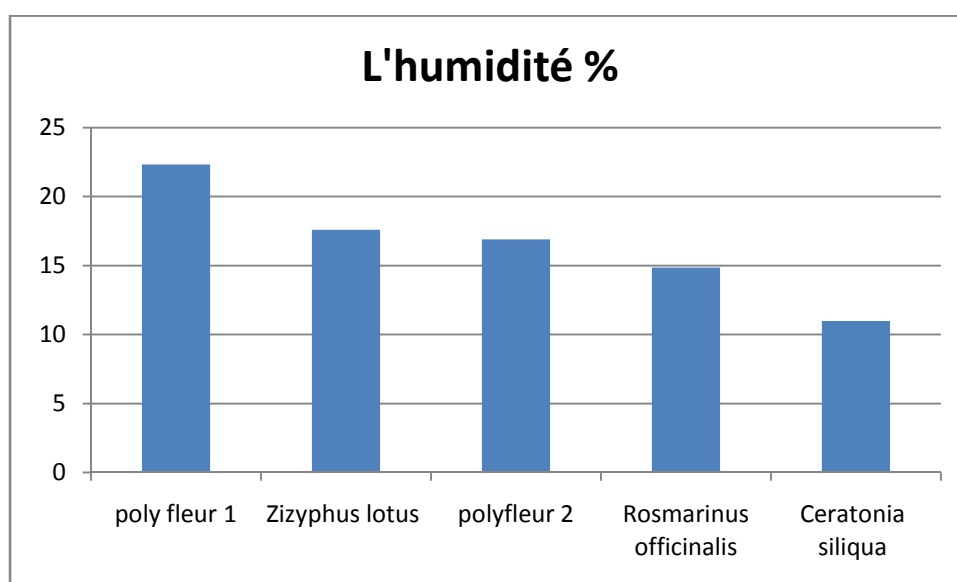
La teneur en humidité du miel de *Ceratonia siliqua L* était la plus faible à 10,97 %, confirmant un très faible risque de fermentation dans cet échantillon.

Ibrahim Khalil *et al* (2012) ont rapporté que la teneur en eau de 1,4 miel algérien variait de 59,11 à 13,14 %. Une faible humidité protège le miel de l'activité microbienne et permet un stockage à long terme (Bubba *et al.*, 2013).

Les résultats obtenus figurent dans le **tableau 08** et représentées par la **figure 20**.

**Tableau 08** : Représenté l'humidité de chaque échantillon du miel.

Les échantillons	L'humidité
poly fleur 1	22.33%
Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L.	17.59%
Polyfleur 2	16.91%
Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	14.86%
Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	10.97%



**Figure 20** : l'humidité de chaque échantillon du miel.

Comme le miel est une solution de sucre saturé à faible activité, il n'a pas assez d'eau pour soutenir la croissance des bactéries et des levures (Malika et al. 2005). Selon ZERROUK et al (2011), la teneur en eau et la teneur en sucre du miel sont étroitement liées.

De Rodriguez et al (2004) ont conclu que les conditions climatiques n'affectaient pas la teneur en eau du miel. Plus précisément, l'un des deux échantillons de miel de saison sèche avec une teneur en humidité de 20 ou plus.

La teneur en eau du miel dépend des conditions environnementales et du moment de la récolte et peut varier d'une année à l'autre. (C. Aquaroni B. Boyer B. Elisalde).

#### La conductivité électrique :

La mesure de la conductivité électrique (CE) a été introduite il y a longtemps. C'est actuellement le paramètre de qualité le plus sensible dans la classification du miel unifloral et peut être déterminé avec un équipement relativement peu coûteux. Ce paramètre a récemment été inclus dans de nouvelles normes internationales pour le miel (Codex Alimentarius, 2001 ; Commission européenne, 2002) pour remplacer la quantification des cendres (Bogdanov et al., 2004).

Les valeurs de conductivité électrique (C.E) obtenues pour les échantillons de miel ne dépassaient pas la limite maximale imposée (0,8 mS/cm) par la directive européenne 2001/110 (UE, 2001).

Dans les échantillons de miel, les échantillons de poly-fleur 1, *Zizyphus lotus* L, et poly-fleur 2 ont montré des valeurs de conductivité très proches et élevées (0.74 ; 0.44 ; 0.38 mS /cm) mais inférieures à la limite imposée. D'autre part, les échantillons de *Rosmarinus officinalis* et *Ceratonia siliqua* ont montré des valeurs de CE plus faibles (0.11 à 0.22 mS/cm). Ainsi, des valeurs EC élevées peuvent démontrer que ce miel contenait plus d'acides organiques et de matières inorganiques qui sont responsables de l'augmentation de la CE.

De plus, la conductivité électrique peut être un bon paramètre de qualité pour que l'origine d'une plante soit le miel et est souvent utilisée dans les procédures de contrôle. Cette mesure dépend de la teneur en minéraux et de l'acidité du miel. Plus ils y ont dans le miel, plus la conductivité est élevée.

La teneur en cendres mesure directement les résidus inorganiques derrière la minéralisation, tandis que la conductivité électrique mesure tous les matériaux organiques et inorganiques (MALIKA et al., 2005 ; Terrab et al., 2003).

La CE est déterminée par une surveillance régulière du miel, pas des cendres (Al-Suhaimi et al., 2015).

Les résultats de notre étude montrent que la conductivité électrique de l'échantillon est de 0,11 à 0,74 ms/cm Miel Le miel doit avoir une valeur de conductivité inférieure à 0,8 ms par centimètre, et le miel de rosée doit avoir une valeur supérieure à 0,8 ms par centimètre (Codex Alimentarius, 2001).

Tous les échantillons mesurés ont une conductivité au-dessous de la limite préconisée. Les résultats obtenus figurent dans **le tableau 09** et présentés par **la figure 21**.

Tableau 09: représenté la conductivité de chaque échantillon du miel.

Les échantillons	Conductivité (mS/cm)
Poly-fleur 1	0.747
Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L	0.384
Poly-fleur 2	0.443
Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	0.114
Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	0.278

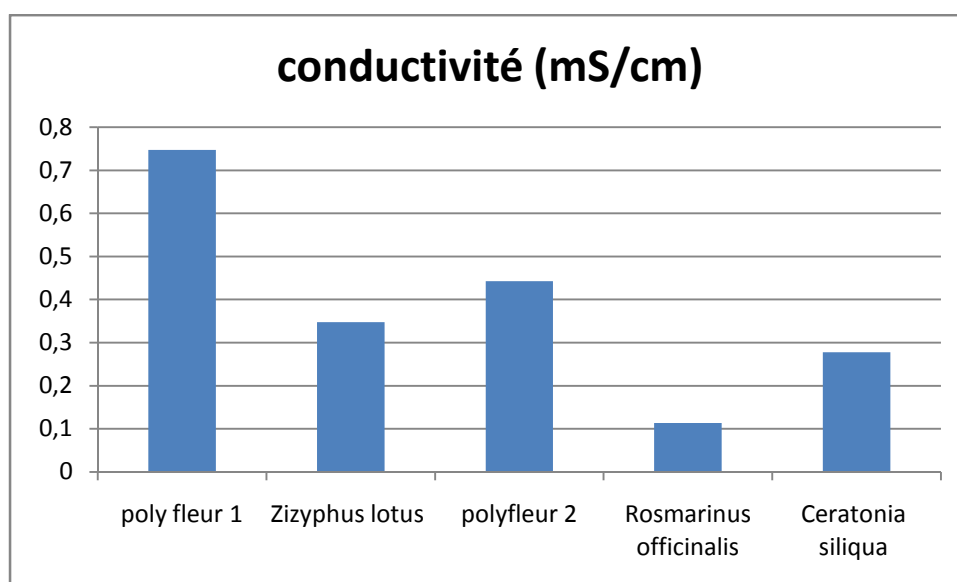


Figure 21 : la conductivité de chaque échantillon miel.

La conductivité électrique varie selon l'origine de la plante (Terab et al., 2003). D'autre part, la conductivité électrique du miel est liée à la couleur du miel. Selon Kaskonian et al (2010) ; Louvaux (1980) Le miel foncé conduit plus d'électricité que le miel clair et est un excellent conducteur d'électricité car il est riche en minéraux ionisés. Le sel est apporté par le pollen, par les miellats ou par le nectar des fleurs (Louveaux, 1976).

### **1.2. Le pH :**

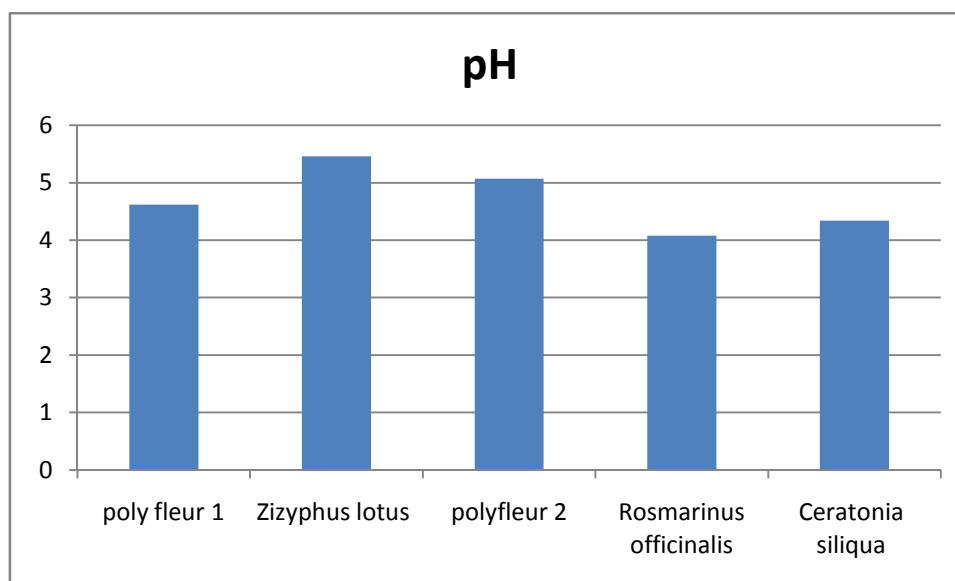
Ibrahim Khalil (2012) explique que le miel est naturellement acide, quelle que soit son origine géographique. Cela peut être dû à la présence d'acides organiques qui améliorent la saveur et la stabilité contre la pourriture bactérienne. Le pH de l'échantillon de miel est important pendant le processus d'extraction car il affecte la consistance et la durée de conservation. Le pH du miel est suffisamment bas pour empêcher ou inhiber la croissance de nombreux types de bactéries (Malika et al. 2005).

Le pH est un paramètre qui est également corrélé au stockage du miel et au développement de microorganismes qui pourraient modifier la texture et la stabilité du miel (Feás et al., 2010a). La limite du pH n'est pas déjà décrite dans la directive européenne 2001/101/CE. Cependant, le pH du miel doit être faible pour éviter toute contamination microbiologique.

La valeur du pH représente la concentration en protons des ions H<sup>+</sup> dans une solution (MCadle et al., 2004). Les valeurs de pH dans notre étude variaient entre 4,08 et 5,46 avec une moyenne de 4,706 (Fig. 21). Les résultats ont montré que tout le miel analysé était acide et normal (10/10/40/40) (Codex Food, 2001), (voir tableau 10).

**Tableau 10 :** pH de chaque échantillon du miel.

<b>Les échantillons</b>	<b>pH</b>
poly fleur 1	4.62
Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L	5.46
Polyfleur 2	5.07
Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	4.08
Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	4.34



**Figure 22:** pH de chaque échantillon du miel.

Le miel de nectar est faible 3,3 à 4,5 et le miel de miellat a un pH légèrement plus élevé (Pesanti et al., 2008).

Le pH de tous types de miels présentés est supérieur à 4.5 qui est peut être un miel de miellat par contre celui de *Rosmarinus officinalis* présent un pH est égal à 4.5 cela confirme qu'ils sont de nectar. Alvarez (2010) suggère que le pH acide du miel dépend de la quantité d'acide gluconique produite par l'enzyme glucose oxydase lors de l'oxydation du glucose.

### 1.3. L'acidité libre :

Selon la norme internationale du Codex Alimentarius (2001), l'acidité libre du miel ne doit pas dépasser 50 mEq d'acide pour 1000 g. Notre miel répond aux normes recommandées.

Cela indique qu'aucune fermentation indésirable ne s'est produite. Cette valeur est proche de la valeur obtenue d'Ashour et al (2014) : 10–40 mmol/kg. Gunt (1982) déclare que tout le miel est acide. Ceux-ci comprennent des acides organiques libres ou des acides synthétiques sous forme de lactones.

Les résultats obtenus figurent dans le **tableau 11** et représentés par le **figure 23**.

Tableau 11 : Représenté l'acidité libre de chaque échantillon du miel.

Les échantillons	Acidité libre (még/l)
poly fleur 1	25.52
Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L.	9.00
Polyfleur 2	10.81
Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	12.01
Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	10.51

L'acidité libre est un paramètre important pour l'extraction et le stockage car il affecte la texture et la stabilité du miel. Ces acides sont dérivés d'acides organiques, certains libres et d'autres liés comme des lactones. Certains de ces acides sont constitués de miel et de rosée, mais la principale source est la salive d'abeille. L'acide principal est obtenu à partir du glucose sous forme d'acide gluconique. Sa formation est associée à la sécrétion de peroxyde d'hydrogène (Gomez et al., 2010 ; Bogdanov et al., 2004 ; Luffo, 1968). La fermentation du miel augmente l'acidité du miel, mais les normes existantes fixent un maximum de 40 mEq/kg avec des changements naturels notables, et le code de concept l'a élevé à 50 mEq/kg. Seuls quelques types de miel contiennent de grandes quantités d'acides naturels (Kavia et al., 2007).

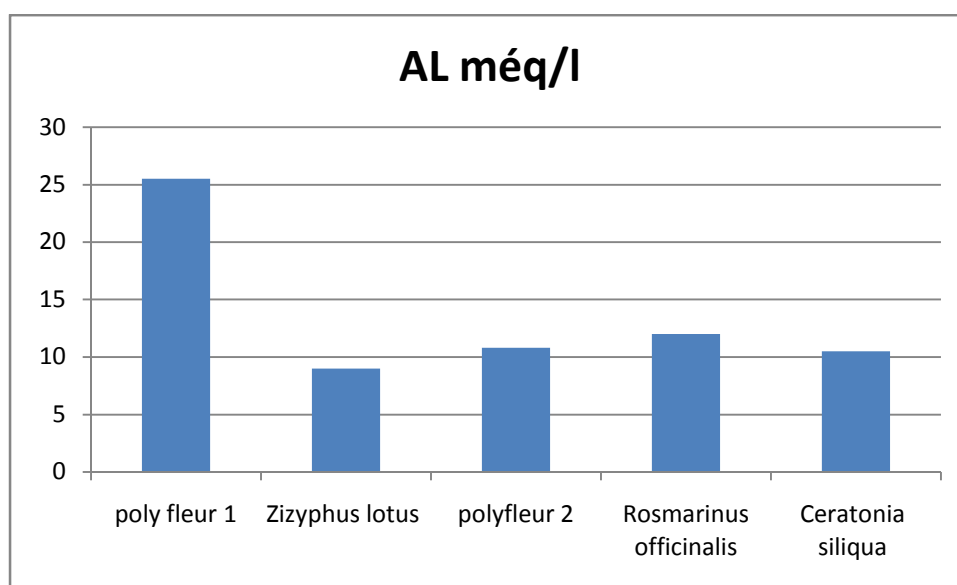


Figure 23: Acidité libre de chaque échantillon du miel.

La différence d'acidité entre les types des miels peut être attribuée à l'origine florale ou à des variations en raison de la saison de la récolte (Pe'rez-Arquillue et al., 1995). D'après Schweitzer (2004), l'acidité naturelle du miel augmente lorsque le miel vieillit, lorsqu'il est

extrait des rayons avec de la propolis et notamment lorsqu'il s'altère par fermentation. L'acidité est un critère de qualité important, elle donne des indicateurs très importants de l'état du miel (Bogdanov, 1999; Gonnet, 1982).

#### 1.4. Les cendres :

La teneur en minéraux a été historiquement utilisée comme mesure de la qualité du miel, mais récemment, cette quantité a été remplacée par la CE (Ruoff, 2006). Les miels foncés contiennent des niveaux plus élevés de micro-éléments que les miels clairs.

Ash mesure directement le résidu minéral après la calcination du miel. La cendre est un critère qualitatif qui dépend de l'origine de la plante mellifère et de la nature du sol dans lequel la plante mellifère nourrit les abeilles (Anklam, 1998). Cette teneur est très variable et la teneur en miel clair est inférieure à la teneur en miel foncé. Le frêne est une variable utilisée pour déterminer l'origine d'une plante (rose, noisette ou mélange) (White, 1978). La teneur en cendres du miel est généralement faible et dépend de la composition du miel de la plante dans laquelle la composition prédomine.

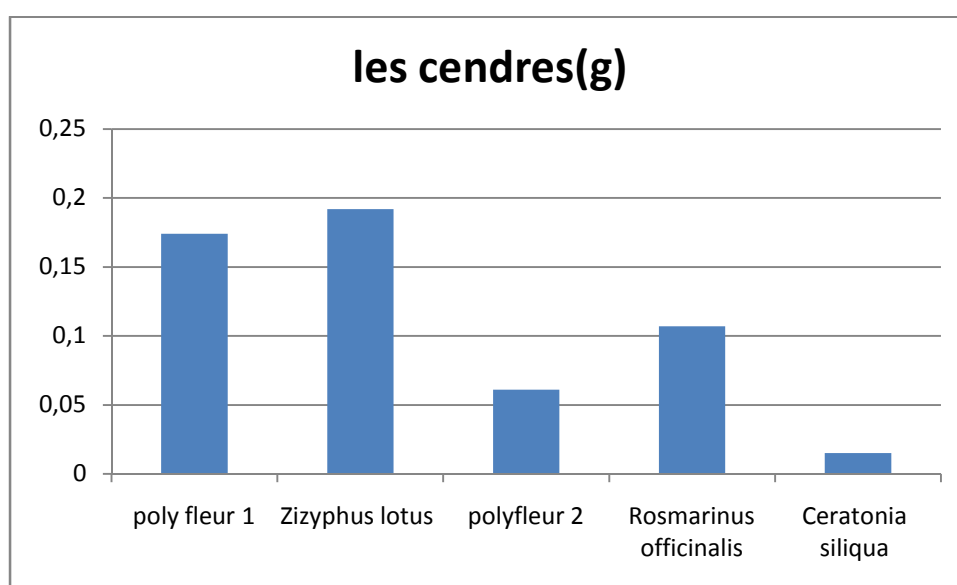
La teneur en cendres est un variable utilisé pour déterminer l'origine végétale (florale, mellifère ou mélangée) (White, 1978). La teneur en cendres du miel est généralement faible et dépend de la composition du nectar des plantes qui est prédominantes dans sa composition (Manzoor *et al.*, 2013). Les miels de fleurs à une teneur en cendre maximale de 0,6% (Terrab *et al.*, 2004) . Selon Codex Alimentarius, les miels avec une teneur en cendre **inférieur à 0,6%** sont des miels de nectar et ceux d'une valeur **supérieur à 1%** sont des miels de miellat. Donc l'origine de notre miel est le nectar.

Le niveau maximum admissible selon les normes internationales est de 0,6 g pour 100 g (Codex, 1998). Le miel produit à partir de colonies nourries avec du sirop de sucre contient de petites quantités de cendres (Bubba *et al.*, 2013). Tous les dosages de cendres étaient > 0,6 g/100 g, avec une moyenne de 0,109 g/100 g dans la plage internationalement acceptée),

Tous les résultats de l'analyse des teneurs en cendres étaient dans les limites internationalement acceptable <0.6g /100g avec une moyenne égale à 0.109 g/100g), les miels de poly-fleur 2, *Rosmarinus officinalis*, caroube ont une origine nectarifère ; et les miels de *Zizyphus lotus* L) et poly-fleur 1 ont une origine mellifère .(**figure 24**).

**Tableau 12** : Les cendres de chaque échantillon du miel .

Les échantillons	Les cendre	La proportion W(%)
poly fleur 1	0.174	1.2486
Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L.	0.191	1.247
Polyfleur 2	0.061	0.394
Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	0.107	0.701
Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	0.015	0.0849



**Figure 24** : Les cendres de chaque échantillon du miel

Les miels multifloral à des teneurs en cendres allant de 0.05-0.5 g/100g, alors que tous les miels analysées ont des teneurs variant entre 0.015 à 0.1919 g /100g. cet écart dans la teneur en cendres s'explique par la source florale du miel (Vit *et al.*, 1998 ; Gebremariam et Brhane, 2014).

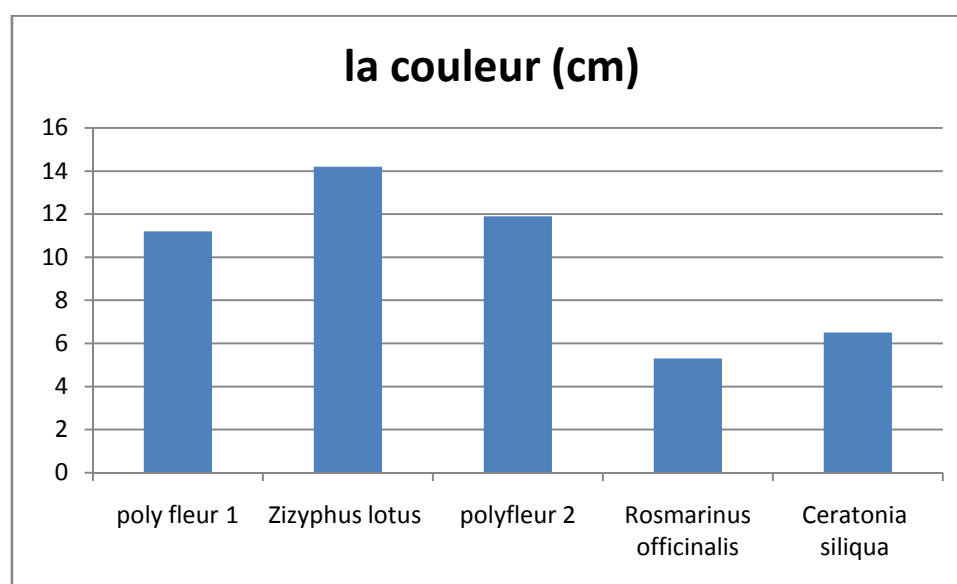
### 1.5. La couleur :

Les valeurs obtenues pour la couleur selon l'indice *PFUND* variaient de 5,3 à 14,2cm. Les résultats obtenus figurent dans le **tableau 13** et la **figure 25**.

**Tableau 13 :** Représenté la couleur de chaque échantillon du miel.

<b>Les échantillons</b>	<b>La couleur (cm)</b>
poly fleur 1	11.2
Mono fleur : <i>Zizyphus lotus</i> L.	14.2
Polyfleur 2	11.9
Mono fleur : <i>Rosmarinus officinalis</i>	5.3
Mono fleur : <i>Ceratonia siliqua</i> L	6.56

La couleur du miel analysé a été confirmée par les critères du Codex Alimentarius (2001). Selon cette norme, la couleur du miel clair est de 1 à 6,2 cm et la couleur du miel foncé est de 6,2 à 14 cm. Après le comparateur visuel en vigueur appliquée au début du XXe siècle, est apparu le système PFUND (1925), basé sur une coloration plus ou moins intense d'une solution de caramel. Cette évaluation visuelle peut bien étendue conduire à des différences dan des valeurs mesurées en fonction de l'objectivité de l'oeil de l'opérateur (Schweitzer, 2001). Actuellement, les laboratoires utilisent le plus souvent le colorimètre Lovibond.



**Figure 24 :** La couleur de chaque échantillon du miel

### **1.6. Hydroxyméthylfulfural (HMF) :**

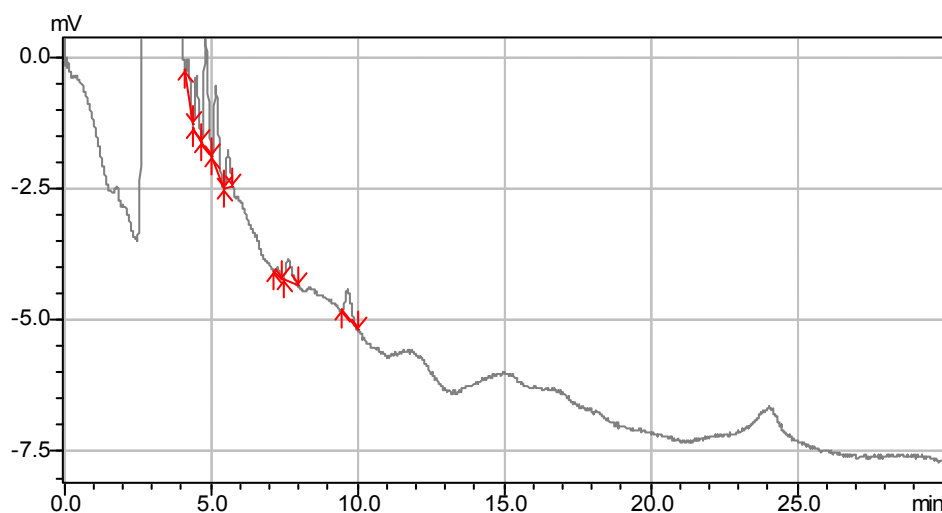
La mesure de la teneur en HMF est très importante pour connaître la qualité de notre miels et cette norme est maintenue par Codex Alimentarius..

Les analyses quantitatives que nous avons faites par HPLC de l'identification de HMF donnent des chromatogrammes présentant des pics de différents composés qui sont présents dans les miels que nous avons étudiés ; un seul de ces pics a été montré HMF. Cependant, nous ne pouvons pas le définir car nous n'avons pas les solutions standards. Les HMF sont formés soit par réaction de Maillard (chauffage des sucres réducteurs en présence des protéines), ou par déshydratation dans des conditions acides. Les teneurs en HMF sont largement reconnues comme des paramètres indiquant la fraîcheur de miel (MENDES *et al.*, 1998; TERRAB *et al.*, 2002). La présence des HMF dans le miel est un indicateur de mauvais stockage ou l'exposition du produit à l'effet thermique.

Les HMF sont considérés comme irritants des yeux, la peau et les muqueuses de la voie respiratoire.

L'ensemble des résultats obtenus est représenté par les figures et les tableaux suivants :

➤ **Premier échantillon : Zizyphus lotus**



**Figure 26-1 :** Chromatogramme de premier échantillon (Zizyphus lotus)

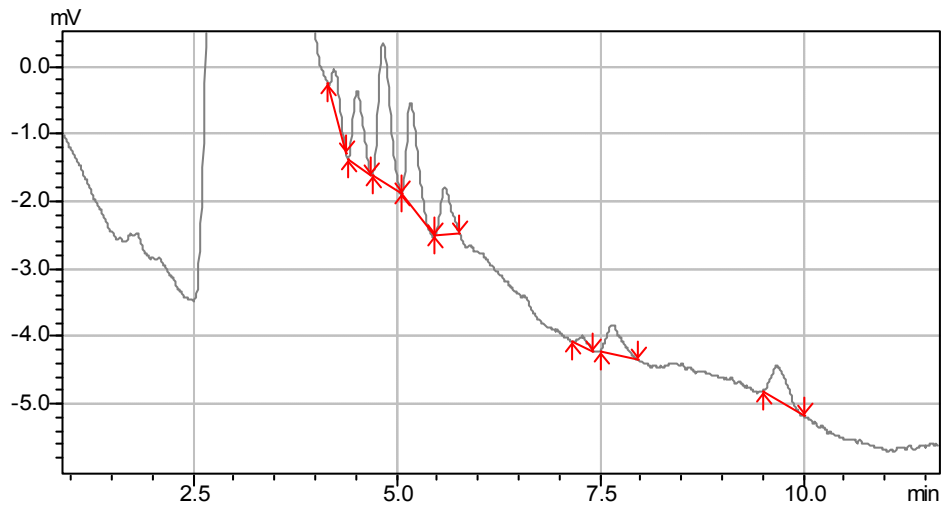


Figure 26-2 : Zoom de chromatogramme de première échantillon (Zizyphus lotus).

Tableau 14 : Représenté nombre des pics et les temps de rétention de premier échantillon du miel.

Pics	$t_r$	quantité	pics	$t_r$	Quantité
1	3.025	7322	6	5.172	14623
2	3.858	9423	7	5.585	6259
3	4.222	4048	8	7.283	1023
4	4.517	9198	9	7.652	5730
5	4.830	20127	10	9.662	6861

➤ Deuxième échantillon : poly-fleur 1

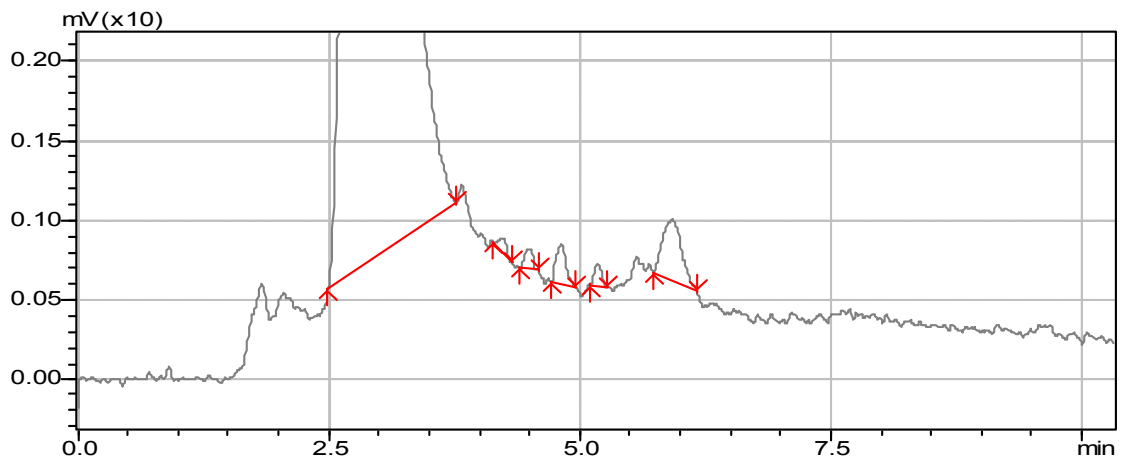


Figure27-1 : Zoom de chromatogramme de deuxième échantillon (polyfleur)

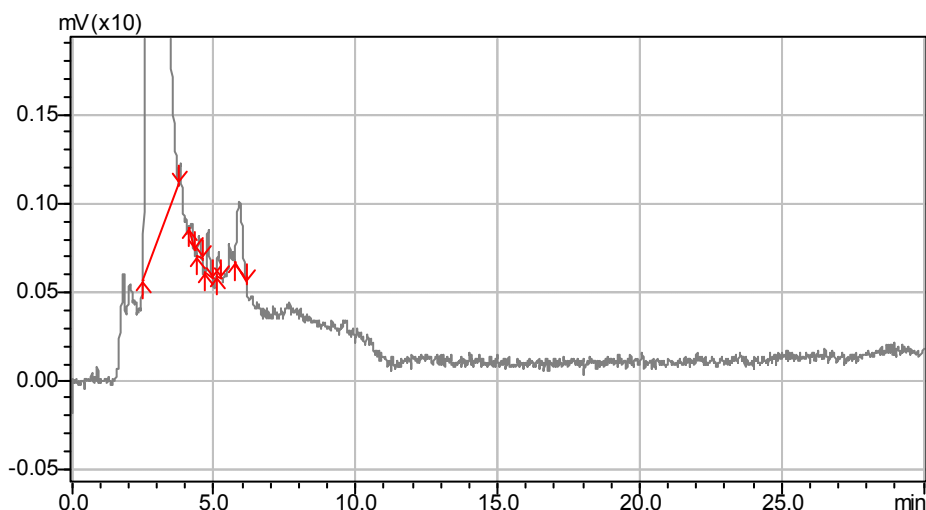


Figure27-2 : Chromatogramme de deuxième échantillon (polyfleur)

**Tableau 15:** Représenté nombre des pics et les temps de rétention de deuxième échantillon du miel.

pics	$t_r$	Quantité
1	4.224	377
2	4.490	599
3	4.808	1649
4	5.175	716
5	5.913	4905

D'après les chromatogrammes obtenue de les échantillons qui nous avons étudié ; plusieurs pics des composées par exemple dans le premier échantillon il y a dix pics par contre dans le deuxième échantillon on a huit pics. Mais il ya des pics identiques dans les deux échantillons, cela indique qu'ils contiennent le même composé par exemple les pics de temps de rétention  $t_r = 4,22 \text{ min}$  ;  $t_r = 5,17 \text{ min}$ . Selon les pics qui représenté dans les chromatogrammes, il y a des composées dans le miel de Zizyphus lotus mais ils sont absents dans le miel poly-fleur 2 et vice-versa.

## 2. Détermination des éléments :

### 2.1. Analyse par ICP-OES :

Les résultats de la composition minérale sont représentés dans les **tableaux 17 et 18**.

✚ Les courbes d'étalonnages :

Tableau 16 : les courbes d'étalonnage.

Les éléments	$\lambda$ (nm)	L'équation	$R^2$
Zn	206.191	$I = 15235 + 790987 * C$	0.9992
Fe	259.940	$I = -1756 + 862046 * C$	0.9996
Cu	324.754	$I = 9649 + 657422 * C$	0.9996
Na	330.237	$I = 752.3 + 203033 * C$	0.9967
Ni	231.604	$I = -4272 + 690737 * C$	0.9996
Pb	220.353	$I = -7897 + 644273 * C$	0.9997
Cd	228.802	$I = -2986 + 660530 * C$	0.9996
Cr	205.552	$I = 4771 + 745246 * C$	0.9996

2.1.1. Les éléments nutritifs:

A. Zinc :

Les niveaux de teneur en Zn étaient de 0.572 ; 0.532 ; 0.586 ; 0.368 et 0.770  $\mu\text{g g}^{-1}$  dans les miels *Ceratonia siliqua*, *Rosmarinus officinalis*, *Zizyphus lotus*, poly-fleur 2 et poly-fleur 1, respectivement. Toutes ces valeurs étaient inférieures à la valeur guide de 5  $\mu\text{g g}^{-1}$ . Le zinc est un métal essentiel sur le plan nutritionnel, mais une consommation élevée de celui-ci entraîne des troubles gastro-intestinaux et de la diarrhée (Goyer, A. A., 1986). De même, le stockage du miel dans des conteneurs galvanisés peut être considéré comme une source de contamination par le zinc (S. BOGDANOV et al., 2003).

B. Fer :

Les teneurs de fer minimales et maximales observées sont de 0.607  $\mu\text{g/g}$  dans le miel *Rosmarinus officinalis* de la région de sidi bel abbas et 2.406  $\mu\text{g/g}$  dans le miel de *Zizyphus lotus* de la région de Mechria, respectivement. La variabilité de la teneur en minéraux peut être attribuée à des facteurs environnementaux, botaniques, ou géographiques (S. BOGDANOV S., 2006).

C. Cuivre :

La valeur maximale observée pour le cuivre est de 0.523  $\mu\text{g/g}$  concernant le miel de *Rosmarinus officinalis* de sidi bel abbas, la valeur minimale de 0.316  $\mu\text{g/g}$  a été enregistrée pour le miel poly-fleur 2. Des valeurs de cuivre faible ont été rapportées dans la littérature variant de 0.05 à 1.84 mg/Kg pour différentes variétés de miels marocains (A. CHAKIR., 2011) Le cuivre peut contaminer l'environnement par l'utilisation des pesticides contre les parasites qui endommagent les récoltes (M.R. PROVENZANO et al., 2010).

**D. Sodium :**

La valeur maximale observée pour le sodium est de 53.73 µg/g pour le miel de *Zizyphus lotus* de la région de Naama et une valeur minimum concernant le miel poly-fleur 2 et poly-fleur 1 de la même région avec une moyenne de 1.308 µg/g, pour les miels de caroube, ikkil ont la même valeur 17.58 µg/g. le sodium est l'élément majeur dans tout les miels étudiée.

**E. Chrome :**

Les teneurs en chromes sont presque égales pour l'ensemble des variétés de miels dosées avec une moyenne de 0,316 µg/g. avec les valeurs 0.338 ; 0.289, 0.299, 0.32, 0.334 µg/g dans les miels *Ceratonia siliqua*, *Rosmarinus officinalis*, *Zizyphus lotus*, poly-fleur 1 et poly-fleur 1, respectivement. Le contact avec des surfaces en acier inoxydable au cours de la récolte, la transformation et/ou la préparation des miels peut le contaminer par le chrome, en raison de l'effet corrosif de l'acidité du miel (C. FREDES and G. MONTENEGRO., 2003)

**F. Nickel :**

Le nickel est présent en quantité faible pour l'ensemble des variétés de miels de différentes régions avec une moyenne de 0.086 µg/g. En général, les concentrations de nickel dans les miels se situent entre 0.3 et 1.3 mg / kg. Ces concentrations peuvent être accidentelle ou la plupart du temps naturel (S. BOGDANOV., 2004).

**Tableau 17:** Les teneurs en éléments traces ( $\mu\text{g/g}$ ) dans les échantillons de miel.( Moyenne  $\pm$  SD)

Éléments traces	Ceratoniasiliqua	Rosmarinusofficinalis	Zizyphuslotus	poly-fleur 2	poly-fleur 1
Zn	$0.572 \pm 0.20$	$0.532 \pm 1.56$	$0.586 \pm 0.97$	$0.368 \pm 0.25$	$0.770 \pm 5.53$
Cr	$0.338 \pm 0.04$	$0.289 \pm 0.06$	$0.299 \pm 0.66$	$0.320 \pm 2.67$	$0.334 \pm 3.85$
Fe	$1,658 \pm 2.91$	$0.607 \pm 1.05$	$2.406 \pm 3.05$	$0.771 \pm 0.98$	$1.761 \pm 1.65$
Ni	$0.074 \pm 0.12$	$0.079 \pm 0.26$	$0.103 \pm 0.22$	$0.074 \pm 0.20$	$0.099 \pm 0.27$
Na	$17.58 \pm 21.89$	$17.58 \pm 21.89$	$53.73 \pm 171.07$	$1.024 \pm 2.81$	$1.593 \pm 11.08$
Cu	$0.502 \pm 0.52$	$0.523 \pm 0.74$	$0.472 \pm 4.47$	$0.316 \pm 0.43$	$0.484 \pm 0.32$

### 2.1.2. les éléments toxiques :

#### A. Plomb :

Les valeurs de teneur en Pb étaient de 0.130 ; 0.176 ; 0.177 ; 0.179 ; 0.570  $\mu\text{g g}^{-1}$  dans les miels Ceratonia siliqua, Rosmarinus officinalis, Zizyphus lotus, poly-fleur 1 et poly-fleur 2 , respectivement .La valeur moyenne du plomb contenue dans les miels analysés est de 0.276  $\mu\text{g/g}$  Les concentrations de Pb dans tous les échantillons testés étaient proche à la valeur guide de 0.1  $\mu\text{g/g-1}$  Codex Alimentarius Commission 2001. Sauf dans le miel de Ceratonia siliqua est plus élevé. Il n'existe pas de limites maximales résiduelles spécifiques des éléments toxiques pour le miel, mais une valeur de 1 mg/Kg a été proposée par l'Union Européenne (S. BOGDANOV S.,2006). En effet, les teneurs en plomb trouvées pour toutes les variétés de miels étudiées sont largement inférieures à la valeur proposée par l'union Européenne.

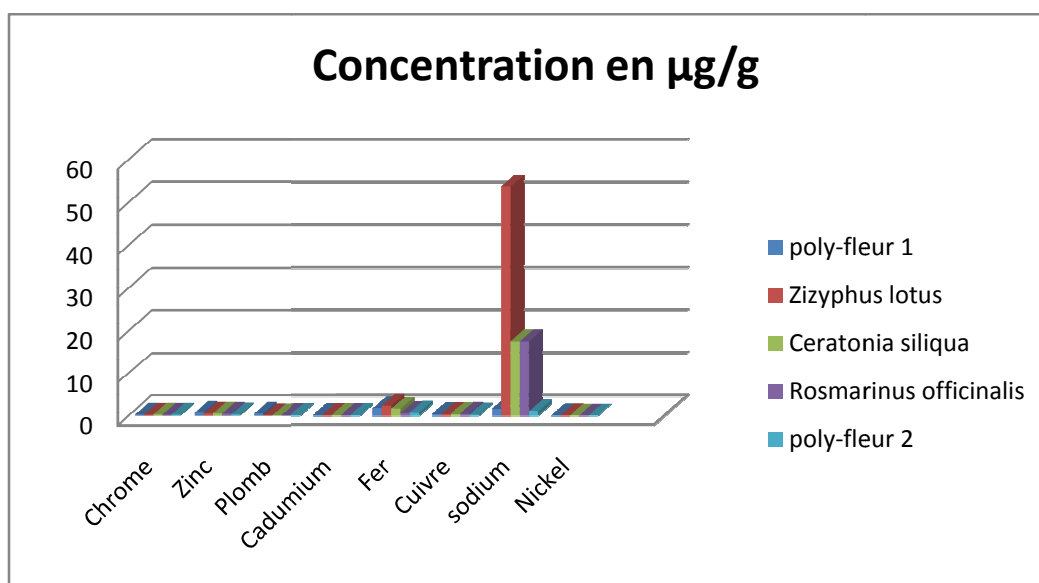
#### B. Cadmium :

Les valeurs de cadmium sont faibles à l'état de trace dans tous les variétés de miels. Les moyennes observées de Cd étaient de 0.226, 0.225, 0.226, 0.234, 0.245  $\mu\text{g g}^{-1}$  pour Ceratonia

siliqua, Rosmarinus officinalis, Zizyphus lotus, poly-fleur 2 et poly-fleur 1 , respectivement. Ces valeurs sont proches de celles de Chakir et al (A. CHAKIR ., 2011).

**Tableau 18** : Eléments toxiques ( $\mu\text{g/g}$ ) dans les échantillons de miel

Éléments traces	Ceratonia siliqua	Rosmarinus officinalis	Zizyphus lotus	poly-fleur 2	poly-fleur 1
<b>Pb</b>	$0.130 \pm 1.16)$	$0.176 \pm 1.10$	$0.177 \pm SD$	$(0.179 \pm 1.78)$	$0.570 \pm 0.41$
<b>Cd</b>	$0.226 \pm 0.03)$	$0.225 \pm 0.05$	$0.226 \pm SD$	$0.234 \pm 0.10$	$0.245 \pm 0.02$



**Figure 28:** Concentrations des éléments minéraux de chaque échantillon du miel.

### 2.2. B. Analyse par XRF :

Pour la détection des éléments traces, la XRF peut obtenir de bons résultats. Les échantillons analysés doivent être réduction en cendre.

La spectrométrie de fluorescence des rayons X est une technique d'analyse élémentaire non destructive utilisée une propriété physique de la matière ; La spectrométrie de fluorescence des rayons X . elle est utilisée pour détecter la composition élémentaire d'un échantillon. Elle permet d'identifier et quantifier tous les éléments traces, seulement, elle ne peut pas mesurer les éléments légers. (LOTFI.B.,2014).

**Tableau 19 :** Les teneurs en éléments traces ( $\mu\text{g/g}$ ) dans les échantillons de miel

Les éléments	Polyfleur 2	Zizyphus lotus	Rosmarinus officinalis	Ceratonia siliqua	Polyfleur 1
Ca	0.006	0.008	0.006	0.008	ND
Cl	0.008	0.782	0.788	0.007	0.013
P	0.006	0.006	0.424	0.007	0.013

ND: Non détecté.

D'après les résultats obtenus par l'analyse de XRF on montre que les valeurs de calcium, chlorure et le potassium sont faibles dans toutes les variétés de miels; Le calcium est présent en quantité faible pour l'ensemble des variétés de miels de différentes régions avec une moyenne de  $0.07\mu\text{g/g}$ . Le chlorure est plus élevée dans deux échantillons de Zizyphus lotus et Rosmarinus officinalis par rapport les autres échantillons. Les moyennes observées de P étaient de 0.006 pour les miels de Zizyphus lotus et poly-fleur 2 et 0.424 ;0.007 ;0.013  $\mu\text{g/g}$  pour les miels Rosmarinus officinalis, Ceratonia siliqua, Poly-fleur 1 ; respectivement.

A large, horizontally-oriented oval with a solid red fill and a thin white border, centered on the page. The word "CONCLUSION" is written in black, bold, serif capital letters across the middle of the oval.

**CONCLUSION**

## Conclusion

---

La Nature et la richesse des zones algériennes sont uniques pour sa position, ses montagnes, ses forêts et son désert, ainsi que la variété de ses conditions climatiques permettent de produire différents types de miel très riche et de bonnes saveurs. Pour savoir leurs qualités, des analyses physico-chimiques sont nécessaires.

L'analyse des paramètres physico-chimiques est un bon critère pour les qualités du miel, et est souvent utilisée en contrôle, Elles dépendent de divers facteurs tels que le degré de maturité atteint dans la ruche, la saison de récolte, les facteurs climatiques, l'origine botanique et l'espèce d'abeilles.

Dans ce travail nous avons étudié la qualité des miels par les analyses physicochimiques (pH, teneur en eau, conductivité électrique, acidité libre, teneur en cendres, HMF, densité optique, la couleur, éléments minéraux) de cinq échantillons de miel venant des régions de l'Ouest algérien (Tlemcen, sidi bel Abbas, Naâma).

Il en ressort ce qui suit :

- La teneur en eau : les valeurs obtenues des teneurs en eau des différents types de miel oscillent entre 10.91% et 22.33%. Les valeurs établies par Codex Alimentarius confirment bien nos résultats, sauf pour l'échantillon poly-fleur 1 qui a une teneur supérieur à 22% et est susceptible à la fermentation.
- Le pH : les valeurs obtenus des pH des différents types de miel sont entre 4,08 et 5.46 ce qui montrent que nos échantillons sont d'origine Nectar et miellat. Les valeurs établies par Codex Alimentarius confirment bien nos résultats.
- Le Conductivité électrique : les valeurs obtenus des Conductivité électrique des différents types de miel oscillent entre 0.278 $\mu$ S/cm et 0.747  $\mu$ S/cm ce qui signifient que nos échantillons sont d'origine Nectar. Les valeurs établies par Codex Alimentarius confirment bien nos résultats.
- L'acidité libre : les valeurs obtenus du l'acidité libre des différents types de miel sont comprises entre 9.00 à 25.52 méq /kg. Les valeurs établies par Codex Alimentarius confirment bien nos résultats (< 50 mg/kg).
- La couleur : les valeurs obtenues du couleur des différents types de miel oscillent entre 5.3 et 14.2 cm (selon l'échelle Pfund) qui signifient que nos échantillons sont de couleur foncé et claire.
- Les éléments minéraux: les éléments traces qui sont présents dans nos échantillons de miels en quantité modérée ne présentent aucun risque sur la santé tant qu'ils sont

## ***Conclusion***

---

à faible doses, par contre, ils participent au bon fonctionnement de l'organisme. Les éléments toxiques décelés dans les miels étudiés, ne présentent aucun risque du fait qu'ils sont en dessous de la limite maximale résiduelle. Par conséquent, ces résultats indiquent que les zones de productions de ces miels sont non polluées par les éléments toxiques.

# **LES REFERENCES**

**A. CHAKIR, A.ROMANE, N. BARBAGIANNI, D. BARTOLI and P. FERRAZZI,** Major and Trace Elements in Different Types of Moroccan Honeys, *Rev.Australian J. of Basic and App Scien.*, 5 (2011) 223-231.

**Abdulaziz S., AlqarnI., Ayman A., Owayss., Awad A., Mahmoud, Mohammed A. Hannan., 2012-** Mineral content and physical properties of local and imported honeys in Saudi Arabia

**Abousseddik, B. (2008).** «Les miracles du miel. Merveilles Coraniques». Texte parus dans El Moudjahid.

**Achour, H.Y. et Khali, M. (2014).** Composition physicochimique des miels algériens. Détermination des éléments traces et des éléments potentiellement toxiques. *Afrique Science*, 10(2): 127 – 136.

**Ahmed moussa, Djebli Nouredine, Aissat Saad, Khiati Baghdad, Unal Meral and Bacha Slima (2012b).** Antiradical Activity and Total Phenolics of Algerian Honey and Antibacterial Effect against Gram-Negative Bacteria. *J Microb Biochem Technol.* Volume 4(7) : 152-156.

**Ahmed Moussa, Djebli Nouredine, Hammoudi Si Mohamed, Meslem Abdelmelek, Aissat Saad. (2012a).** Antibacterial activity of various honey types of Algeria against *Staphylococcus aureus* and *Streptococcus pyogenes*. *Asian Pacific Journal of Tropical Medicine.* 773-776.

**Aljadi, A.M. et Kamaruddin, M.Y. (2004).** Evaluation of the phenolic contents and antioxidant capacities of two Malaysian floral honeys. *Food Chemistry*, 85: 513–518.

**AL-Khalifa,A.S., AL-Arily, IA(1999).** Physicochemical characteristics and pollen spectrum of some saudi honys. *Food chemistry* 67, 21-25.

**Alqarni AS, Owayss AA et Mohamed AA,(2012).**Physicochemical characteristics, total phenols and pigments of national and international honeys in Saudi Arabia. *Arab.J. Chem.* (Inpress).

**Al-Somal, N., Coley Ke ., Molan ., Hancock , B.M .(1994).** Susceptibility of *Helicobacter pylori* to the antibacterial activity of manuka honey.*J R Soc Med.* 87:9.

**ALVAREZ L.M., 2010 -** Honey Proteins and their Interaction with Polyphenols. Submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science, Univ. Brock, 93 p.

**Amiot M J., Aubert S., Gonnet M., Tacchini M. (1989).** Les composés phénoliques des miels : étude préliminaire sur l'identification et la quantification par familles. *Apidologie*, 20, (2), pp : 115-125.

**Amri A., (2007) :** Evaluation physico-chimique et détermination de l'origine botanique de quelques variétés de miel produites à l'Est. Mémoire de Magistère. Université Badji Mokhtar, Annaba, Algérie.

**Anklam E, A. (1998).** Review of the analytical methods to determine the geographical and botanical origin of honey, *Food chemistry*, 63, 549-562.

**ANSO J., 2012 -** Du miel à volonté. D2A, N°. 1, 23 p.

**AOAC, 1995. In: P. Cunniff (Ed.).** O 467 Official methods of analysis of AOAC International (16th ed.), Gaithersburg, Maryland. USA: Association of Official Analytical Chemists.

**Apfelbaum M, Romon M et Dubus M, (2004) :** Diététique et nutrition .6ème édition (c) Masson .paris .345p

**Azeredo, L.D.C., Azeredo, M.A.A., Souza, S.R. et Dutra, V.M.L. (2003).** Protein contents and physicochemical properties in honey samples of *Apis mellifera* of different floral origins. *Food Chemistry*, 80:249–254.

**Bazoche, M. (2011).** «Les produits de la ruche». Edition GFA. Paris, 159 p.

**Benhanifia, M.B., Boukraâ, L., Hammoudi, S.M., Sulaiman, S.A. et Manivannan, L. (2011).** Recent Patents on Topical Application of Honey in Wound and Burn management. *Recent Patents on Inflammation & Allergy Drug Discovery*, 5:1.

**Benitti C., Dainese N., Biancotto G., Piro B. R., Mutinelli, F (2004).** Unauthorised antibiotic treatments une beekeeping Devolvement and validation of a method to quantify and conform tylosin residues une heony using liquid chromatography-tendem mass spectrometric detection. *Analytica Chimica Acta*, 520.*Biotechnologiy*,37(3), 195-201.

**Biri M, (1976):** l'élevage moderne des abeilles. Ed vecchi S.A Paris . 321p.

**Blanc, M. (2010).** «Propriétés et usage médical des produits de la ruche». Thèse pour l'obtention de diplôme d'état de docteur en pharmacie. Université de Limoges. En français.

**BOGDANOV et al, 1997** Harmonised methods of the European Honey Commission.*Apidologie*, Extra issue, 1-59

**Bogdanov S, Imdrof A, Charrière J-D, Fluri P et Kilchenmann V, (2003):** Qualité des produits apicoles et sources de contamination .Centre Suisse de recherché apicoles.Station

fédérale de recherche laitières, Liebefeld, CH-3003 Berne P:1-2-3. traduction Evelyne Fasnacht (Partie 1) et Michel Dubois (Partie 2).

**Bogdanov S, Ruoff K, Oddo PL, (2004):** *Physicochemical methods for the characterization of unifloral honeys*. Apidologie 35. 17p.

**Bogdanov S. (1984).** « Characterisation of antibacterial substances in honey ». Lebensm.-Wiss.U.Technol, vol.17, p. 74-76.

**BOGDANOV S., JURENDIC T., SIEBER R. et GALLMANN P., 2008** - Honey for Nutrition and Health: a Review. American Journal of the College of Nutrition, 27, 677-689.

**Bogdanov S., Ruoff K. and Persano Oddo L., (2004).** Physico-chemical methods for the characterization of unifloral honeys: a review, Apidologie 35, S4–S17.

**Bogdanov V S ; Matzke ,A 2003** . la propolis – un antibiotique naturel . Edition VDB 6235 Winikon ; 72 pp

**Bogdanov,S. Tomislav, J. Sieber, R. Gallmann,P. (2008).** «Honey for Nutrition and Health». American Journal of the College of Nutrition, vol. 27, p. 677-689

**BOGDANOV.S, Bieri K ,Germand G.IFFD Känzig A, Seiler K , Stöckli H , Zürcher K (2004 a)** Swiss food manual pollen Bienenprodukte ,Ba G (SWISS Federal Office for Public Health) Berne.

**BOGDANOV.S, Ruoff K and PersanoOddoL(2004 b)** physico chemical methods for the characterization of unifloral honey : A review. Apidologie,35 : S4-S17

**Bose B. (1982).** Honey or Sugar in treatment of infected wounds? The lancet, (1), PP: 8278, 963.

**Bounnias M. (1999).** Les invertébrés auxiliaires (traitement de toxicologie général).Springer,804 :563-565pp.

**BRADBEAR N., 2005** - Apiculture et moyens d'existence durables. Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. ISSN 1813-6001, Rome, 64 p.

**Bradbear, N. (2010).** « Le rôle des abeilles dans le développement rural (Manuel sur la récolte, la transformation et la commercialisation des produits et services dérivés des abeilles) ». Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture. Rome. 176 p.

**Brady,N.F., Molan.P,C Et Harfoot ,C.G.(1996).** The Sensitivity Of Dermatophytes To The Antimicrobial Activity Of Manuka Honey And Other Honey. Pharmaceutical Sciences.,2 :471-473.

**Bruneau E, (2008) :** Humidité du miel, attention, abeilles & Cie, 122 (1)28-29

**Buba, F., Gidado, A., Shugaba, A., (2013).** Analysis of biochemical composition of honey samples from North-East Nigeria. Biochem. Anal. Biochem. 2 (3), 139.

**Burdock, G.A. (1998).** Review Of The Biological Properties And Toxicity Of Bee Propolis (Propolis). *Food Chem Toxicol.* 36:347.

**C. ACQUARONE, P. BUERA and B. ELIZALDE,** Pattern of pH and electrical conductivity upon honey dilution as a complementary tool for discriminating geographical origin of honeys, *Rev. Food Chem.*, 101(2007) 695–703.

**C. FREDES and G. MONTENEGRO,** Heavy metals and other trace elements contents in Chilean honey, *Rev. Ciencia e Investigacion Agraria.*, 33 (2006) 50–58.

**Cavia Mria M., Fernandez-Muiño Miguel A., Alonso-Torre Sara R., Huidobro J.F and Sancho M.T (2006)** An attempt to establish reliable « Best before » dates for honeys originating in both continental and oceanic climates. *apiacta*, 41: 86-98

**Chipuk, J.E. et Green, D.R. (2006).** Dissecting p53-dependent apoptosis. *Cell Death and Differentiation*, 13: 994–1002.

**Clémence, H. (2005).** « Le miel: de la source à la thérapeutique ». Thèse pour l'obtention de diplôme d'état de docteur en pharmacie. Université Henri-Poincaré-Nancy. En français.

**Clément 2006 :** Le Traité Rustica de l'Apiculture. Editions Rustica/FLER, Paris, 528p

**Clément, H. (2014).** Créer son rucher. Editions Rustica, Paris, 111p.

**Codex Alimentarius, (1998):** Codex Alimentarius Standard for honey Ref. CL 1998/12-287 S. FAO and WHO. Rome.

**Codex Alimentarius Commission 2001.** Revised Codex Standard for Honey, Codex STAN 12-1981, Rev.1 (1987), Rev.2 (2001).

**Codex Alimentations. (2001).** Draft revised standard for standard for honey (at step 10 of the Codex procedure). *Alinorm 01 (25)*, 19–26.

**Commission Européenne (2002).** Directive 2001/110/EC du 20 décembre 2001 relative au miel. *Journal Officiel des Communautés Européennes*, L10, 47-52.

**Corbella E. and Cozzolino D. (2006)** . Classification of the floral origin of Uruguayan honeys by chemical and physical characteristics combined with chemometrics. *Lebensm-Wiss .u.-Technol.*, 39:534-539

**Cordella C. (2003).** Caractérisation des aliments et Détection de l'Application aux Miel. Thèse de doctorat ES-sciences (spécialité science chimiques), Université de Nice Sophia Antipolis, 184p

**Damiri A. (2010).** Les molécules aromatiques : comportement électrique et polarité, Document Powerpoint, Habana.

**Décret n°2003-587 du 30 juin 2003,** pris pour l'application de l'article L.214-1 du code de la consommation en ce qui concerne le miel. <http://www.legifrance.gouv.fr>

**Deschamps V. C.(1998).** Production et commercialisation du miel. These de doctorat vétérinaire, Université Paul Sabatier, Toulouse, 118p.

**Donadiou Y (1984), et Gonnet (1982) :**pollen thérapeutique naturelles. 5éme Ed Maloine S.A .Paris.3 1p.

**Donadiou Y. (1978).** Le miel thérapeutique naturel, 2° Edition, Paris, Maloine edit, pp : 36.

**El-Sohaimy, S.A. Masry, Sh.D. Shehata, M.G. (2015).**« Physicochemical characteristics of honey from different origins». Annal of Agricultural Sciences, vol.60, n°2, p. 279-287. (Science directe).

**EMMANUELLE H., JULIE C. et LAURENT G., 1996** - Les Constituants Chimiques du miel. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaire. APISERVICES, Galerie Virtuelle apicole.

**Erejuwa, O.O., Sulaiman, S.A. et Wahab, M.S.A. (2014).** Effects of Honey and Its Mechanisms of Action on the Development and Progression of Cancer. *Molecules*, 19: 2497-2522.

**Fallico, B., Zappala, M., Arena, E. et Verzera, A. (2004).** Effects of conditioning on HMF content in unifloral honeys. *Food Chemistry*, 85: 305–313.

**Fauzi, A.N., Norazmi, M.N. et Yaacob, N.S. (2011).** Tualang honey induces apoptosis and disrupts the mitochondrial membrane potential of human breast and cervical cancer cell lines. *Food and Chemical Toxicology*, 49: 871–878.

**Feas X ., Pires J., Iglesias A., Estevinho M L.(2010).** Characterization of artisanal honey produced on the Northwest of Portugal by melisspalynological and physico-chemical data. *food chem. Toxicol.*48 : 3462-3470.

**Finola, M.S., Lasagno, M.C. et Marioli, J.M. (2007).** Microbiological and chemical characterization of honeys from central Argentina. *Food Chemistry*, 100:1649–1653.

**Flamini C. (1986).** Analyse de divers types de résidus en apiculture. Thèse de Doctorat, Université de Nice, pp : 101.

**François, L. (2017).** «La texture du miel. Journal aliments naturels et biologiques». En ligne [www.essentielle-coop](http://www.essentielle-coop). Consulté le 5 mai 2017.

**Gebremariam T., Brhane G., (2014).** Determination Of Quality And Adulteration Effects Of Honey From Adigrat And Its Surrounding Areas, *International Journal Of Technology Enhancements And Emerging Engineering Research*, 2(10),

**Gheldof, n et engeseth ,n. J.(2002).** Antioxidant capacity of honeys from various floral sources based on the determination of oxygen radical absorbance capacity and inhibition of

## *Les références*

---

vitro lipoprotein oxidation in human serum samples. Journal of agricultural and food chemistry. 50 :3050-3055.

**Gheldof,n., wang ,x. H et engeseth,n.j.(2003.)** Buch wheat honey increases serum antioxidant capacity in humans. J. Agri.food chem. 51: 1500-5.

**Gilliam M. (1979).** Microbiology of pollen and bee bread: the yeasts. Apidologie, 10 (1), pp: 43-53.

**Gilliam M., Prest D B. (1987).** Microbiology of feces of the larval honey bee, *Apis mellifera*.]. Invertebr. Pathol, 49, pp: 70-75.

**Gomes Susana , Luis G .Dias ,Leandro L . Moreira , Paula Rodrigues , Leticia Estevinho (2010) .** Physicochemical, microbiological and antimicrobial properties of comercial honys from Portugal. Food and Chemical Toxicologie ,Volume 48.Issue 2 ,Pages 544-548.

**GONNET M 1982 :** le miel : composition : propriétés et conservation 2éme édition OPIDA, France, p 31

**Gonnet M. (1963).** L'hydroxyméthylfulfural dans les miels. Mise au point d'une méthode de dosage. Ann. Abeille. 6 (1). 53-67.

**Gonnet M. (1984).** Un miel de soleils. Rev. Fr. Apic. (434) 483-485.

**Gonnet M.(1982)** Le miel : composition,propriétés, conservation INRA station expérimentale d'apiculture, 1982 : 1-18

**Gonnet M., 1982.** Le miel : composition, propriétés, conservation. Ed. Echauffour. Argentan. Ornes. 9-12 pp.

**Goyer, A. A. 1986.** Toxic effects of metals. In Klaasen, C. D., Amdur, M. O. and Doull, J. (eds). Casarett and Doull's Toxicology: The Basic Science of Poisons. Macmillan, New York, pp. 582-635.

**Guerriat, H. (2000).** « Etre performant en Apiculture ». Édition Rucher du Tilleul. 415p.

**Guinot L, Coustel J et Huchet E, (1996) :** les constituants chimiques du miel. Méthodes d'analyses. Département science des aliments.

**Gurezou,M .N. Nadji, N.(2002).** «Etude comparative entre quelques miels locaux et autre importés». Mémoire d'obtention d'ingénieur d'état en agronomie. Université de Djelfa. En français

**Hoyet, C. (2005).** Le miel: De la source à la thérapeutique, Thèse en vue d'obtention de docteur en pharmacie, Pharmacie, Université Henri Poincaré – Nancy-1, p. 87-106.

**Huchet,E., constel., et guinat, (1996).** les constitutions chimique du miel, L, Avenue des olympiades 91744 Massy cedex :3-5.

**Hussein, S.Z., Yusoff, K.M., Makpol, S. et Yusof, Y.A.M. (2013).** Gelam Honey Attenuates Carrageenan-Induced Rat Paw Inflammation via NF-Kb Pathway. *Plos one*, 8(8): 72365.

**Ibrahim Khalil Md. , Moniruzzaman M., Boukraâ L., Benhaniffa M., Asiful Islam Nazmul Islam Md., Siti Amrah S and Siew Hua Gan. (2012).** Physicochemical and Antioxidant Properties of Algerian Honey, *Molecules*, 17, 11199-11215.

**Ioïriche N. (1984).** Les abeilles, pharmaciennes ailées. 3e édition complétée. Editions MIR, Moscou, pp : 240

**Irlande, D. (2010).** Le miel et ses propriétés thérapeutiques. Utilisation dans les plaies cutanées. 1-25.

**Jean-Prost P. et Le Conte Y. (2005).** Apiculture: connaitre l'abeille.conduire le rucher. 7ème édition. Edition TEC & DOC Lavoisier. 697 p.

**Jessica, Y- Y. (2015).** «Etude de l'effet de quatre composés contenant du miel sur deux bactéries cariogènes : *Streptococcus mutans* et *Lactobacillus rhamnosus*». Thèse pour l'obtention du diplôme d'état de Docteur en chirurgie dentaire .Université de Bordeaux. En français.

**JoVE Science Education Database. Organic Chemistry II.** Nettoyage de verrerie. JoVE, Cambridge, MA, (2021).

**Karabournioti Sand Zervalaki P.(2001)** . les effets du chauffage sur le HMF et l'invertase des miels . *Apiacta*,36(4)

**Kašonienė V .,Venskutonis P.R., Čeksterytė V .(2010)** .Carbohydrate .Carbohydrate composition and electrical conductivity of different origin honys from Lithuania LWTFood Science and Technology ,Volume 43,Issue 5, June 2010 ,Pages 801-807.

**KHAROUBA M.** Investigation des taux de salinité dans la région de la station de dessalement de Béni saf .mémoire de Master . Université de Tlemcen. 2013, p :36

**Küçük M ., Kolayli S ., Karaolu S ., Ulusoy E., Baltaci C and Candan F . (2007).** Biological activities and chemical composition of three honyes of different types of Anatolia .*Food Chemistry* ,100 :526-534.

**Lacub, J. (2013).** L'ABC de l'apiculteur. Edition Rustica, Paris, 219p

**Laudine L. (2010).** Du nectar a un miel de qualité : contrôles analytiques du miel et conseils pratiques a l'intention de l'apiculteur amateur. Ecole Nationale Vétérinaire De Lyon. N° 085, pp :195.

## *Les références*

---

**Liobera A. (2008).** Best of period once opened for honey samples from oceanic climates on the basis of their acidity typ. *International Journal of food science and technology*, 43, 1929-1934.

**Lobereau-callen D., Marmion V. And clémet M-C (1999).** Les miels .In « Techniques de l'ingénieur » : 1-20

**LOTFI.B (2014) :** « application de la spectrométrie de fluorescence X à analyse et la caractérisation des matériaux ». Mémoire d'obtention du diplôme de magister en physique. Université d'ORAN-Mohamed Boudiaf. En français

**Louveaux J.,( 1980).** Les abeilles et leur élevage. Edition : Hachélte Pp 1.

**Louveaux J, (1968):** *Composition propriété et technologie du miel.* Les produits de la ruche, in *Traité de biologie de l'abeille.* Tome 03. Ed Masson et Cie. 389p.

**Louveaux J, (1968):** *L'analyse pollinique des miels, in Traité biologique de l'abeille,* Tome 3. Édition Masson de Cie, Paris. Pp 324-361.

**Louveaux J, (1985) :** *Les abeilles et leur élevage.* Edition Opida. Pp : 165-181.

**Louveaux J, 1970 :** Atlas photographique d'analyse pollinique des miels. Tome III. Des Annexes microphotographiques aux méthodes officielles d'analyse. Service de la répression des fraudes et du contrôle de la qualité, 24 pp.

**Louveaux J., 1968:** Composition, propriétés et technologie du miel. In : CHAUVIN R. *Traité de biologie de l'abeille.* Editions Masson et Cie, Paris, Tome 3, p 277-324.

**LQUET. L., 2010:** du nectar a un miel de qualite : controles analytiques du miel et conseils pratiques a l'intention de l'apiculteur amateur, thèse docteur vétérinaire, l'universiteclaudebernard- lyoni ,pages 194

**M.R. PROVENZANO, H. EL BILALI, V. SIMEONE, N. BASER, D. MONDELLI and G.CESARI,** Copper contents in grapes and wines from a Mediterranean organic vineyard, *Rev. Food Chem.*, 72 (2010) 89-95.

**Manzoor M., Mathivanan V., Nabi Shah Gh., Mir G. M. And Selvisabhanayakam,** (2013). Physico-Chemical Analysis Of Honey Of *Apis Cerana Indica* And *Apis Mellifera* From Different Regions Of Anantnag District, Jammu & Kashmir. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences.* 5(3). 635-638.

**Marcel Dore.** Chimie des oxydants et traitement des eaux. L'université de poitiers (E.S.I.P), p : 2-3.

**Marchenay et Berard ,2007 :** L'homme, l'abeille et le miel Edition De Borée 223p

**Maurizio A. (1968).** La formation du miel. In : CHAUVIN R. *Traité de biologie de l'abeille.* Editions Masson et Cie, Paris, Tome 3, pp : 264-276.

**Mazrou, K. (2008).** « L'effet de la température sur l'évolution de l'HMF dans les miels Algériens». Mémoire d'obtention de diplôme d'étude supérieure en biologie. Université Ibn Khaldoune, Tiaret, Algérie. En français.

**Mbogning, E. Tchoumboue, J. Damesse, F. Sanou-Sobze, M. Canini, A. (2011).** « Caractéristiques physico-chimiques des miels de la zone Soudano-guinéenne de l'ouest de l'Adamaoua Cameroun». *Tropicultura*, vol.29, n°3, p. 168-175.

**Meda A., Lamien C. E., Marco R., et al. (2005).** Determination of the total phenolic, flavonoïde and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. *Food Chemistry*, vol. 91, n°3, pp: 571-577.

**Mendes ,e., brojo ,p.e., ferreira implvo., ferreira ,m.a .(1998).** Quality evaluation of portuguese honey. *Carbohydr. Polym.* 37(3):219-223.

**Mokeddem, T. (1998).** «Contribution à l'analyse physicochimique et pollinique du miel d'oranger, région de Mitidja». Thèse d'ingénieur en agronomie. Université des sciences et de la technologie de Blida. En Français.

**Molan ,p. C.(1992).** The antibacterial activity of honey. *Bee world.* 73 :5-28-59-76.

**Moniruzzaman, M., An, C.Y., Rao, P.V., Hawlader, M.N., Amirah, S., Bintimohd, A., Sulaiman, S.A. et Gan, S.H. (2014).** Identification of phenolic acids and flavonoids in monofloral honey from Bangladesh by high performance liquid chromatography: Determination of antioxidant capacity. *Hindawi Publishing Corporation*, 1-13.

**Nadir,S. (2014).**« Identification des plantes mellifères et analyses physicochimiques des miels Algériens». Thèse d'obtention du diplôme de doctorat en biologie. Université d'Oran, Algérie. En français.

**O'Connor, O.A. (2011).** Apoptosis: from biology to therapeutic targeting. *Annals of Oncology*, 22 (4): 76–79.

**Olaitan, P.B. Adeleke, O.E. Ola, IO. (2007).** «Honey: a reservoir for microorganisms and an inhibitory agent for microbes». *African Health Sciences*, vol. 7, n°3, p. 159-65.

**Ouchemoukh S ., Louaileche H . and Schweitzer P .(2007) .** Physicochemical characteristics and pollen spectrum of some Algerian Honeys .*Food Control* , 18:52-58.

**Pataca Luiz C.M., NetoWaldomiro Borges , Marcucci Maria C ., PoppiRonei J .(2007).** Determination of apparent reducing sugars , moisture and acidity in honey by attenuated total reflectance-Fourier transform infrared spectrometry *Talanta* , Volume 71, Issue 5, Pages 1926-1931.

**Pesenti Marion E ., Spinelli Silvia , Bezirard Valérie ,Briand Loïc , Pernollet Jean-Claude , Tegoni Mariella, Cambillau Christian (2008) .** Structural Basis of the Honey Bee PBP Pheromone and pH-induced Conformational Change .Journal of Molecular Biology,Volume 380,Issu 1 ,Page 158-169.

**Popa A. (1962).** The maturation of honey. J. Insect Physiol., 5, pp: 180-183.

**Prost P-J, (1987 ):**l'apiculture 1987 .ED :j.b : Ballière, Lavoisier, Paris, pp : 141-153.

**Ravazzi, G. (1996).** Abeilles et apiculture. Edition De vecchi .S.A. Paris. 92p.

**Rezzag, M.O. (2010).** «Extraction de certains composés du miel naturel ayant l'effet antimicrobienne». Mémoire pour l'obtention de diplôme d'étude supérieure en biologie. Université Kasdi Merbah, Algérie. En français

**Rossant, A. (2011).** «Le miel un composé complexe aux propriétés surprenantes». Thèse pour l'obtention du diplôme d'état de docteur en pharmacie. Limoges. En français.

**S. BAGDANOV,** International Honey Commission (2002).

**S. BOGDANOV S,** Contaminants of bee products. Apidologie, 37 (1) (2006) 1-18.

**S. BOGDANOV, A. IMDORF, J.D. CHARRIÈRE, P. FLURI andV. KILCHENMANN,** Qualité des produits apicoles et sources de contamination. Centre suisse de recherches apicoles (2003),12 p.

**S. BOGDANOV,** Produits apicoles, 23A Miel, Revus par le groupe d'experts « Produits apicoles » (2004)37 P.

**S.A. El Sohaimy S. A., S.H.D. Masry S. H. D. and M.G. Shehata M. G. (2015).** Physicochemical characteristics of honey from different origins. Annals of Agricultural Science, 60(2), 279-287.

**Sanz et al.2005 :** In vitro investigation into the potential prebiotic activity of honey oligosaccharides, J Agric Food Chem.

**Saxena S., Gautam S. and Sharma A, (2010).**Physical, biochemical and antioxidant tproperties of someIndian honeys.*Food Chem* ; 1(3) : 202-203.

**Schweitzer ,2004 :** Le monde des miellats. Revue l'abeille de France N°908 .Laboratoire d'analyse et d'Ecologie Apicole. 02p.

**Schweitzer P, (2005):** encore des miels hors normes. Revue l'abeille de France N°917 laboratoire d'analyse et d'écologie apicole. 03p.

**Schweitzer P, (2005):** miel étranger. Revue l'abeille de France N°920 .laboratoire d'analyse et d'écologie apicole. 04p.

**Schweitzer, P. (2000).** «La couleur des miels». Syndicat National D'apiculture. En ligne < [www.apiservices.biz](http://www.apiservices.biz) >. Consulté le 21 mars 2017

**Shin , H.S.&Ustunol ,Z. (2005) .** Carbohydrate composition of honey from different floral sources and their influence on growth of selected intestinal bacteria : An in vitro comparison .*Food Research International* ,38:721-728 .

**Snowdon J A. (1999).** The microbiology of honey –Meeting your buyers' specifications, *Am. Bee J.*139,pp: 51–60.

**Snowdon J A., Cliver D O. (1996).** Microorganisms in honey, *Int. Food Microbiol.* 31, pp: 1–26.

**Terrab ,a., diez ,m.j., heredia .f.j .(2002).** Characterization of moroccan unifloral honeys by their physicochemical characteristics. *Food chemistry.* 79:373-379.

**Terrab A, Diez MJ and Heredia FJ. (2003b,).** Palynological, Physicochemical and Colour Characterisation of Moroccan Honeys. II. Other unifloral honey type, *International J. of Food Science. and Technology*, 38, 387-402.

**Terrab A, Recamales-Angeles F, Hernanz D and Heredia FJ, (2004).** Characterisation of Spanish thyme honey by their physicochemical characteristics and mineral contents, *Food chemistry*, 88, 537-542.

**TOMCZAK C., 2010** - Utilisation du miel dans le traitement des plaies. Thèse de doctorat, école nationale vétérinaire, Univ. Lyon, 185 p.

**Tysset C, Rousseau M and Duran C (1980).** Microbism and wholesomeness of commercial honey. *Apiacta*, 15: 51–60.

**Valérie Thirion-Merle., (2014)** Spectrométrie de fluorescence X ., HAL.

**Velghe, C. (2016).** «Miel valeurs nutritionnelle et bienfaits». Santé-MGC- Prévention. En ligne < [www.mgc-prevention.fr](http://www.mgc-prevention.fr) > Nutrition > Aliments et santé >. Consulté le 17 février 2017.

**Vit P.O, Persano M.M and Salas E. (1998).** Venezuelan stingless bee honey characterized by multivariate analysis of physicochemical properties. *Apidologie*, 29: 377–389.

**Wang, Y., Kim, N.S., Haince, J.-F., Kang, H., David, K.K., Andrabi, S.A., Poirier, G.G., Dawson, V.L. et Dawson, T.M. (2011).** Poly (ADP-ribose) (PAR) Binding to Apoptosis-Inducing Factor Is Critical For PAR Polymerase-1-Dependent Cell Death (Parthanatos). *Science signaling*, 4(167).

**weitzer P, (2004):** les critères de qualité du miel. *Revue l'abeille de France* N°916 laboratoire d'analyse et d'écologie apicole.

## *Les références*

---

**White j.w.(1979)**,spectrophotometric method for hydroxymethyl furfural in honey.  
Journal of the association of official chemists, 62:509-514.

**White .J. (1962): cite par lauveaux J :** composition, propriété et technologie du miel in  
traité de la biologie de l'abeille . Tome 3 les produits de la ruche.

**White JW. (1978).** Honey, Advances in Food Res, 24, 287–374.

[https://www.martinchrist.de/fileadmin/user\\_upload/christ/PDF/Bedienungsanleitung/Lbor/fr/BA\\_Alpha\\_1-2\\_LDplus\\_2006-11\\_2-10\\_fr.pdf](https://www.martinchrist.de/fileadmin/user_upload/christ/PDF/Bedienungsanleitung/Lbor/fr/BA_Alpha_1-2_LDplus_2006-11_2-10_fr.pdf)