

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
People's Democratic Republic of Algeria
The Minister of Higher Education and Scientific Research
ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ ⵜⴰⵏⵔⴰⵏⵜ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ ⵜⴰⵏⵔⴰⵏⵜ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ

ABOU BEKR BELKAID UNIVERSITY TLEMCEN
FACULTY OF MEDICINE- Dr. B. BENZERDJEB
PHARMACY DEPARTMENT



جامعة أبو بكر بلقايد – تلمسان
كلية الطب - د. ب. بن زرجب
قسم الصيدلة

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES POUR
L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTEUR EN PHARMACIE**

THÈME :

Etude de la qualité des miels cultivés dans la région de Tlemcen

Présenté par :

**KANOUN FETH-ALLAH
BELKACEM MOHAMMED AKRAM**

Soutenu le

21 septembre 2023

Jury

Présidente :

Dr HADJILA AMINA

Maître-assistante en Hydrobromatologie

Membres :

Dr NORDINE ZAKARIA IBRAHIM

Maître-assistant en Chimie Analytique

Dr LOUZIM HABIBA

Maître-assistante en Chimie Thérapeutique

Encadrant :

Dr FELLAH HOUDA

Assistante en Chimie Analytique

Co-Encadrant :

M. GHELLAI IMAD EDDINE

Master en Chimie Analytique

Année universitaire : 2022-2023

Remerciement

Nous sommes heureux de consacrer cette page en signe de gratitude et de profonde reconnaissance envers tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

On remercie tout d'abord Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage ; la force et la patience d'achever ce modeste travail.

À notre encadrante, **Dr FELLAH Houda**, nous sommes fiers d'avoir été membres de votre équipe et d'avoir pu apprendre de votre grande humanité et de votre expertise inégalée. Votre passion pour votre travail, votre rigueur scientifique et votre dévouement sans faille ont été une source d'inspiration pour nous tous. Nous vous remercions pour votre contribution exceptionnelle à notre formation et à notre réussite.

À notre Co-encadrant, **M. GHELLAI Imad Eddine**, Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude pour votre soutien et votre accompagnement constants. Vous avez toujours été là pour nous prodiguer vos précieux conseils et vos formules de guides, et nous vous en sommes infiniment reconnaissants.

Nous tenons à remercier l'ingénieur du laboratoire de chimie minérale **M. Toufik** pour son accompagnement précieux et son soutien inconditionnel. Grâce à son expertise et à sa disponibilité, nous avons pu mener à bien notre projet avec succès.

À notre président du jury, **Dr HADJILA Amina**, Nous sommes très honorés que vous ayez accepté de juger notre mémoire de fin d'étude. Votre expertise et votre engagement sont une source d'inspiration pour nous. Nous vous remercions sincèrement pour votre temps et votre attention.

À **Dr LOUZIM Habiba** et **Dr NORDINE Zakaria Ibrahim**, Nous vous remercions vivement d'avoir accepté de faire partie de notre jury de mémoire de fin d'étude. Votre présence et votre contribution précieuse à l'évaluation de notre travail nous sont d'une grande importance. Nous vous sommes infiniment reconnaissants pour votre temps, votre expertise et votre bienveillance.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers tous **nos professeurs** de la faculté de médecine de Dr. Benzerdjeb Benouda.

Enfin, merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette mémoire de fin d'études.

Dédicace

Je souhaite avant toute chose, remercié Dieu pour m'avoir soutenu et permis la réalisation de ce travail.

D'un sentiment plein d'amour, de sincérité et de fidélité, je dédie ce modeste travail :

A ma chère mère, GUELLIL KAMILA,

Nul mot ne parviendra jamais exprimer ceux que tu as fait pour moi

Qui a consacré toute sa vie pour m'élever

Qui m'a soutenue pendant toutes ces années, et Qui a toujours été là pour moi

Qui m'a toujours poussé vers la réussite

Je souhaite de tout mon cœur qu'Allah te récompense de les meilleurs des manières, dans ce monde et dans l'au-delà.

A mon père, KANOUN ABD ESSAMAD,

Qui malgré la distance m'a soutenue dans toutes mes décisions.

A ma grande mère maternelle, LOUHIBI YAMENA,

Qui a été la deuxième mère pour moi, qui m'a donné tout son amour et qui m'a aidé avec ces prières, je prie Allah de renouveler sur toi ses miséricordes, d'en haut des sept cieux.

A mon grand-père maternelle, GUELLIL BELLAHCEN,

Qui a endossé le rôle d'un deuxième père, de pourvoyeur et de protecteur,

Je prie Allah de le guérir et de lui accorder longue vie.

A mon oncle G. OMAR et ma tante K. HAFIDA,

Qui ont toujours été là pour moi dans les bons et les mauvais moments depuis mon enfance.

A tous mes professeurs.

A mes meilleurs cousins et amis Abderrahim, Arslane, Taha, Mehdi, Mohammed et Raid.

A mon binôme Akram.

A tous mes proches qui nous ont quitté, mes grands-parents et mes oncles Allah yerhamhoum.

A tous ceux qui me connaissent, qui me sont chers que je n'ai pas pu nommer ici.

Feth Allah



Dédicace

À ma chère famille, mes parents, mes frères, et à mes précieux amis,

Je dédie ce mémoire avec une profonde gratitude pour votre soutien indéfectible tout au long de mon parcours académique. Votre amour, votre encouragement et votre compréhension ont été une source d'inspiration inestimable. Vous avez été mes piliers et ma motivation pour atteindre cet objectif.

Un merci spécial à mon binôme, Fethallah Kanoun, dont le travail d'équipe, la collaboration et l'amitié ont enrichi cette expérience académique. Ton dévouement et ta persévérance ont été un atout précieux pour ce projet.

C'est avec joie que je partage cette réussite avec vous tous, en espérant que ce modeste travail puisse contribuer de manière significative à notre compréhension et à notre contribution dans le domaine.

Avec tout mon amour et ma reconnaissance,

Mohammed Akram



Table des matières

REMERCIEMENT.....	I
<i>DEDICACE</i>	II
TABLE DES MATIERES.....	IV
LISTE DES ABREVIATIONS.....	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	X
LISTE DES FIGURES.....	XI
LISTE DES ANNEXES.....	XII
INTRODUCTION GENERALE :	1
REVUE DE LITTERATURE.....	3
CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LE MIEL.....	3
1. HISTORIQUE :	4
2. DEFINITION :	5
3. TYPES DE MIEL :	5
3.1 L'ORIGINE BOTANIQUE :	5
3.1.1 <i>Les miels monofloraux</i> :	5
3.1.2 <i>Les miels multifloraux (polyfloraux)</i> :	6
3.2 LA SOURCE NATURELLE :	6
3.2.1 <i>Miel de nectar</i> :	6
3.2.2 <i>Miel de miellat</i> :	7
4. PRODUCTION DU MIEL : RECOLTE ET TRANSFORMATION DU MIEL, DE LA FLEUR A L'HOMME :	7
4.1 RECOLTE PAR LES ABEILLES :	7
4.1.1 <i>A partir du nectar : Récolte du nectar par les butineuses</i>	8
4.1.2 <i>A partir du miellat : Récolte du miellat par l'abeille</i>	8
4.2 RECOLTE PAR L'APICULTEUR :	9
4.2.1 <i>La récolte des hausses</i> :	9
4.2.2 <i>La désoperculation</i> :	10
4.2.3 <i>L'extraction du miel</i> :	10
4.2.4 <i>La maturation et la mise en pots</i> :	10
4.2.5 <i>La conservation du miel</i> :	10
5. COMPOSITION DU MIEL :	11
5.1 LES GLUCIDES	13
5.2 L'EAU :	15
5.3 ACIDES ORGANIQUES :	15
5.4 PROTEINES, ACIDES AMINES, ENZYMES :	16
5.5 VITAMINES :	17
5.6 LES SELS MINERAUX :	17
5.7 COMPOSES PHENOLIQUES :	17

5.8	COMPOSES AROMATIQUES :	18
5.9	AUTRES CONSTITUANTS :	18
6.	TOXICITE DU MIEL :	19
6.1	LE CLOSTRIDIUM BOTULINIUM :	19
6.2	LES GRANYOTOXINES OU INTOXICATION AU MIEL FOU :	19
CHAPITRE 2 : CONTROLE DE LA QUALITE DU MIEL		20
1.	CARACTERISTIQUES ORGANOLEPTIQUES DU MIEL :	21
1.1	COULEUR :	21
1.2	GOUT ET ODEUR :	21
1.3	TEXTURE ET CRISTALLISATION :	23
2.	LES PROPRIETES PHYSIQUES DU MIEL :	24
2.1	VISCOSITE :	24
2.2	CONDUCTIVITE ELECTRIQUE :	24
2.3	DENSITE :	25
2.4	INDICE DE REFRACTION :	25
2.5	POUVOIR ROTATOIRE :	25
2.6	PH ET L'ACIDITE :	26
3.	LES PROPRIETES CHIMIQUES DU MIEL :	26
3.1	HUMIDITE :	26
3.2	TENEUR EN CENDRES :	27
3.3	DOSAGE DES SUCRES :	27
3.4	5-HYDROXYMETHYLFURFURAL (5-HMF) :	28
3.5	ACTIVITE DIASTASIQUE :	28
3.6	PROTEINES :	29
3.7	TENEUR EN PROLINE :	29
4.	MELISSOPALYNOLOGIE :	29
5.	QUALITE D'UN MIEL :	30
CHAPITRE 3 : PROPRIETES BIOLOGIQUES DU MIEL		32
1.	PROPRIETES NUTRITIONNELLES :	33
2.	PROPRIETES CICATRISANTES :	33
3.	ACTIVITE ANTIOXYDANTE :	33
4.	ACTIVITE ANTIBACTERIENNE :	34
5.	ACTIVITE ANTI-INFLAMMATOIRE :	34
6.	L'ACTIVITE ANTICANCEREUSE :	35
7.	EFFET METABOLIQUE DU MIEL :	35
8.	EFFET ANTIHYPERTENSEUR DU MIEL :	35
9.	ACTIVITE ANTIFONGIQUE, ANTIPARASITAIRE ET ANTIVIRALE :	36
PARTIE EXPERIMENTALE		37

1.	MATERIELS ET METHODES :	38
1.1	OBJECTIFS DE L'ETUDE :	38
1.2	TYPE, LIEU ET PERIODE DE L'ETUDE :	38
1.3	ECHANTILLONNAGE :	38
1.4	RECUEIL DES DONNES :	38
1.5	MATERIELS UTILISES :	40
1.5.1	<i>Saisie des données et analyse statistique :</i>	40
1.5.2	<i>Verreries, consommables et appareillage :</i>	40
1.5.3	<i>Réactifs utilisés lors de l'analyse physico-chimique des échantillons du miel :</i>	42
1.5.4	<i>Réactifs utilisés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons du miel :</i>	45
1.6	METHODOLOGIE DE L'ETUDE :	46
1.6.1	<i>Analyses physico-chimiques des échantillons du miel collectés :</i>	46
1.6.1.1	Détermination de la teneur en eau et degré Brix par réfractométrie :	46
1.6.1.2	Détermination de la conductivité électrique :	48
1.6.1.3	Détermination du pH :	49
1.6.1.4	Détermination de l'acidité totale :	50
1.6.1.5	Détermination de la teneur en sucres :	53
1.6.1.6	Détermination de la teneur en HMF :	62
1.6.2	<i>Evaluation de l'activité antioxydante du miel :</i>	65
1.6.2.1	Détermination de la teneur en polyphénols totaux :	65
1.6.2.2	Détermination de la teneur en flavonoïdes totaux :	67
1.6.2.3	Effet de balayage du radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) :	69
	PARTIE EXPERIMENTALE	72
2.	RESULTATS :	73
2.1	RESULTATS DE L'ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES ECHANTILLONS DU MIEL :	73
2.1.1	<i>Teneur en eau et degré Brix :</i>	73
2.1.1.1	Teneur en eau :	73
2.1.1.2	Degré Brix :	74
2.1.2	<i>Conductivité électrique :</i>	75
2.1.3	<i>pH :</i>	76
2.1.4	<i>Acidité totale :</i>	77
2.1.5	<i>Teneur en sucres réducteurs :</i>	79
2.1.6	<i>Teneur en HMF :</i>	80
2.2	RESULTATS SUR L'EVALUATION DE L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE DU MIEL :	81
2.2.1	<i>Contenu en polyphénols totaux :</i>	81
2.2.1.1	Courbe d'étalonnage de l'acide gallique :	81
2.2.1.2	Contenu en polyphénols totaux :	81
2.2.2	<i>Contenu en flavonoïdes totaux :</i>	82
2.2.2.1	Courbe d'étalonnage de la quercétine :	82
2.2.2.2	Contenu en flavonoïdes totaux :	83
2.2.3	<i>Activité antioxydante (La capacité de piégeage des radicaux libres %DPPH) :</i>	84
2.2.3.1	Activité antioxydante :	84
2.2.3.2	Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique :	84
2.2.3.2	Balayage du radical DPPH :	85
	PARTIE EXPERIMENTALE	86
3.	DISCUSSION :	87
3.1	DISCUSSION DES RESULTATS DE L'ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE DES ECHANTILLONS DU MIEL :	87

3.1.1	<i>Teneur en eau et degré Brix</i> :	87
3.1.1.1	Teneur en eau :	87
3.1.1.2	Degré Brix :	88
3.1.2	<i>Conductivité électrique</i> :	89
3.1.3	<i>pH</i> :	90
3.1.4	<i>Acidité libre</i> :	91
3.1.5	<i>Teneur en sucres réducteurs et taux de saccharose</i> :	92
3.1.5.1	Teneur en sucres réducteurs :	92
3.1.5.2	Taux de saccharose :	93
3.1.6	<i>L'hydroxyméthylfurfural (HMF)</i> :	94
3.2	DISCUSSION DES RESULTATS DE L'EVALUATION DE L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE DES MIELS :	96
3.2.1	<i>Contenu en polyphénols totaux</i> :	96
3.2.2	<i>Contenu en flavonoïdes totaux</i> :	96
3.2.3	<i>Activité antioxydante</i> :	97
CONCLUSION		99
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		102
ANNEXES		111
RESUME		117

Liste des abréviations

AA : Acide ascorbique.

AC : Acidité combinée.

AG : Acide gallique.

AL : Acidité libre.

AlCl₃ : Chlorure d'aluminium.

AT : Acidité totale.

BBT : Bleu de bromothymol.

CE : Conductivité électrique.

COX : Cyclooxygénase.

E : Eau.

EAG : Equivalent d'acide gallique.

ED : Eau distillé.

F : Fructose.

FAO : L'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture ONUAA.

G : Glucose.

GC-FID : Chromatographie en phase gazeuse avec détection par ionisation de flamme.

GC-MS : Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse.

H₂O₂ : Eau oxygéné.

H₂SO₄ : Acide sulfurique.

HCl : Acide chloridrique.

5-HMF : 5-Hydroxyméthylfurfural.

HPAEC-PAD : Chromatographie d'échange d'anions haute performance avec détection ampérométrique impulsionnelle.

HPLC : La chromatographie en phase liquide à haute performance.

HPLC-DAD : Détecteur à barrette de diodes HPLC.

HPLC-ELSD : Le détecteur évaporatif à diffusion de la lumière HPLC.

HPLC-RID : HPLC avec détecteur d'indice de réfraction.

ICBB : Commission internationale de botanique apicole.

Ihc : Immunohistochimie.

IHC : International honey commission.

INOS : Oxyde nitrique synthase inductible.

KMnO₄ : Permanganate de potassium.

LOX : Lipoxygénase.

Méq : Milliéquivalent.

MGO : Méthylglyoxal.

Min : Minute.

mS : Millisiemens.

Na₂CO₃ : Carbonate de sodium.

NaNO₂ : Nitrite de sodium.

NaOH : Hydroxyde de sodium.

nD : L'indice de réfraction.

NF-κB : Facteur nucléaire kappa B.

nm : Nanomètre.

OMS : Organisation mondiale de la santé.

pH : Potentiel d'hydrogène.

PPT : Polyphénols totaux.

Q : Quercétine.

QSP : Quantité suffisante pour.

RSA : Activité de radical-balayage (radical scavenging activity).

TF : Les flavonoïdes totaux.

UE : Unité européenne.

UE : Unité européenne.

UMF : Facteur Manuka unique.

UV : Ultraviolet.

Véq : Volume équivalent.

Σ ou σ : La conductivité électrique.

Liste des Tableaux

Tableau I. Composition du miel selon sa provenance (21).....	13
Tableau II. Influence de l'humidité et de la teneur en levure sur le risque de fermentation du miel (2).....	27
Tableau III. Norme concernant la qualité du miel selon le projet du Codex Alimentarius et selon le projet de l'UE (72, 73).....	31
Tableau IV. Présentation des échantillons du miel étudié.....	39
Tableau V. Différents réactifs utilisés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons du miel.	45
Tableau VI. Répartition des quantités nécessaires des réactifs sur les deux tubes à essai.	63
Tableau VII. Les valeurs de l'acidité (AL, AC et AT) des miels analysés.....	78
Tableau VIII. Teneurs en sucres réducteurs et le taux de saccharose des miels analysés.	79
Tableau IX. Contenu en polyphénols totaux dans les miels analysés.....	82
Tableau X. Contenu en flavonoïdes totaux dans les miels analysés.	83
Tableau XI. Résultats du test DPPH.....	84
Tableau XII. Valeurs d'IC50 des échantillons testés et du témoin.....	85
Le tableau XIII présente les résultats obtenus comparés avec des études algériennes et étrangères (95-101), la comparaison montre une similarité de valeurs.....	87
Tableau XIII. Teneur en eau des miels algériennes et étrangères.....	87
Tableau XIV. Résultats du test DPPH des miels décrits dans quelques études.....	97

Liste des Figures

Figure 1. Exemple de localisation des nectaires floraux sur une plante (17).	6
Figure 2. Schéma représentant les différentes parties d'une ruche (3).....	9
Figure 3. Cadre rempli de miel avec les alvéoles operculées (3).....	10
Figure 4. Etapes de la récolte du miel par l'apiculteur (3).....	11
Figure 5. Diagramme de composition du miel d'après LOUVEAUX J (17).	12
Figure 6. La roue des odeurs et des arômes des miels (18).	22
Figure 7. Construction de HMF à partir d'un sucre hexose (45).....	28
Figure 8. Mesure de l'indice de réfraction et de degré de Brix par le réfractomètre ATAGO RX-5000i.	47
Figure 9. Mesure de la conductivité électrique d'une solution de miel.	48
Figure 10. Mesure du pH d'une solution à 10% du miel.	49
Figure 11. Dosage de l'acidité libre.	51
Figure 12. Dosage en retour de l'acidité	
Figure 13. Pesés de 5g de miel.	54
Figure 14. Filtration du mélange.....	
Figure 15. Titration de la solution de miel Par NaOH (30%).	55
Figure 16. Titration de la solution de miel Par HCl (10%).....	
Figure 17. Formation du précipité rouge d'oxyde cuivreux après ébullition et refroidissement..	56
Figure 18. Lavage du précipité d'oxyde de cuivre.	57
Figure 19. Solution de miel après filtration et lavage par ED bouillante et ajout de fer ferrique.	58
Figure 20. Dosage de la solution par $KMnO_4$ (avant et après équivalence).	59
Figure 21. Lecture de l'absorbance de la solution du miel M8 à 336nm sur spectrophotomètre UV-Visible JENWAY 6850.	63
Figure 22. Les solutions standards d'acide gallique et le banc après incubation.	66
Figure 23. Les solutions standards de la quercétine et le blanc après incubation.....	68
Figure 24. Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH (92).....	69
Figure 25. Les solutions filles d'un échantillon du miel + DPPH, après incubation et avant lecture spectrophotométrique.....	70
Figure 26. Teneur en eau des miels analysés.....	73
Figure 27. Degré Brix des miels analysés.....	74
Figure 28. Conductivité électrique des miels analysés.	75
Figure 29. pH des miels analysés.....	76
Figure 30. Teneur en HMF des miels analysés.....	80
Figure 31. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	81
Figure 32. Courbe d'étalonnage de la quercétine.	82
Figure 33. Pourcentage du piégeage du radical DPPH des antioxydants standard (acide ascorbique) et des échantillons du miel.	84

Liste des Annexes

Annexe I. Tableau présentatif de variation de la densité du miel en fonction de sa teneur en eau (g/100g).....	112
Annexe II. Correspondance entre la teneur en eau des miels et leur indice de réfraction à 20°C	113
Annexe III. Correction à apporter à l'humidité en fonction de la température.....	113
Annexe IV. Table de conversion des sucres en mg.	114
Annexe V. Table de correspondance des sucres invertis en mg.	115
Annexe VI. Correspondance entre la teneur en eau des miels et leur indice de réfraction (Chataway, 1932 ; Bogdanov, 2009).	116

Introduction Générale

Introduction générale :

Le miel, ce délicieux trésor sucré récolté avec patience et précision par les abeilles, est bien plus qu'une simple douceur pour le palais. C'est un aliment d'une grande richesse, reconnu depuis des siècles pour ses propriétés exceptionnelles. Les abeilles, ces incroyables ouvrières de la nature, créent ce trésor en butinant le nectar des fleurs, le transformant en un produit qui ne cesse de fasciner par sa complexité et ses bienfaits (1-3).

Dans le cadre de cette recherche sur la qualité du miel produit dans la région de Tlemcen en Algérie, nous avons exploré l'apiculture, une pratique ancestrale qui a évolué pour devenir une véritable science alliant tradition et technologie pour garantir l'exploitation des produits de la ruche, principalement le miel, en Algérie il est confrontée à des spéculations quant à son origine et ses qualités physico-chimiques, ainsi qu'à la cherté du produit et à l'absence d'une réglementation qui obligerait les apiculteurs à faire un contrôle systématique de leurs produits, ce qui engendre les fraudes et met en danger la santé du consommateur.

Ce mémoire se penche sur une question cruciale : comment garantir la qualité des miels produits dans la région de Tlemcen ? Et comment garantir la présence d'une activité antioxydante des miels de Tlemcen en fonction de leur origine géographique ? À travers une série d'analyses et de méthodes de contrôle qualité rigoureuses, nous nous sommes efforcés de répondre à cette question en explorant les caractéristiques physico-chimiques, la pureté, l'acidité, et d'autres aspects essentiels de ce nectar doré, ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante des miels cultivés.

Cette recherche se décline en deux parties distinctes mais complémentaires. Dans la première partie, à travers une revue de la littérature, nous plongerons dans les aspects théoriques liés au miel, en explorant ses caractéristiques générales, son histoire, sa composition complexe et ses propriétés biologiques fascinantes. Cette partie se subdivise en trois chapitres.

Dans la deuxième partie, nous passerons de la théorie à la pratique en nous lançant dans une série d'analyses physico-chimiques approfondies du miel de la région de Tlemcen. Notre objectif est de mettre en lumière la qualité de ces miels exceptionnels et de vérifier s'ils répondent aux normes rigoureuses du Codex Alimentarius et de l'Union européenne.

Introduction Générale

L'objectif principal de cette étude est d'évaluer la qualité des miels provenant de différentes régions de Tlemcen. Afin d'atteindre notre objectif, notre étude sera divisée en deux volets distincts : tout d'abord, une analyse des paramètres physico-chimiques des miels et une évaluation de leurs activité antioxydante seront réalisées. Ensuite, nous procéderons à une étude comparative des résultats obtenus pour chaque paramètre analysé, en les confrontant aux normes internationales de qualité, tout en effectuant des comparaisons avec d'autres études menées à l'échelle nationale et internationale sur ce précieux produit.

En réalisant cette étude, nous aspirons à contribuer à la préservation de la richesse apicole de Tlemcen et à garantir aux consommateurs un miel de qualité exceptionnelle, conforme aux normes internationales les plus strictes.

Revue De Littérature

Chapitre 1 : Généralités Sur Le Miel

1. Historique :

On estime que les abeilles sont apparues il y a environ 185 millions d'années. Le plus vieux fossile retrouvé, de la famille Melittosphécidae, révèle la présence d'un ancêtre des abeilles au Myanmar (4).

L'histoire de l'Homme et des abeilles débute il y a environ 10.000 ans. La fin de la dernière période glaciaire l'Homme s'établit dans des zones favorables aux cultures et propices à la survie des abeilles. Une peinture rupestre datant de 7000 ans avant Jésus-Christ, représentant une scène de récolte du miel par un Homme, a été découverte dans la Grotte de l'Araignée de la région de Valence. (5)

Vers (- 4500), en Haute-Égypte, les tribus nomades de la culture tassienne formulent des préparations cosmétiques, à base de miel, pour les yeux (6).

L'utilisation médicale du miel s'amorce en Mésopotamie, vers (- 2700), où les Sumériens et les Akkadiens développent une médecine détachée des croyances et des religions et conservée dans les bibliothèques sous forme de tablettes d'argile. Les Assyriens utilisent également du miel pour embaumer certains de leurs morts (7).

Vers (- 2500), le miel est utilisé en application topique par la médecine ayurvédique et est recommandé pour lutter contre les troubles cutanés tels que les plaies et les brûlures (8).

En Basse-Égypte et aux alentours de (-2400), des premiers apiculteurs recourent à la technique de l'enfumage et les premières ruches s'apparentent à des paniers en osier et à des abris issus de la poterie.

Hippocrate (- 440 environ), médecin grec de renom, utilise le miel par voie orale pour lutter contre la fièvre et prolonger l'espérance de vie, mais également en voie topique pour le traitement des plaies et des brûlures (9).

En 1586, Luis Mendez de Torres publie un traité d'apiculture qui affirme pour la première fois que l'abeille maîtresse de la ruche est une reine, et non un roi (10).

C'est au XIX^{ème} siècle que le cadre mobile est inventé, révolutionnant les pratiques apicoles. On attribue cette invention à François Huber (1792), naturaliste Suisse, et également à l'apiculteur ukrainien Petro Prokopovych (1806).

En 1892, Van Ketel démontre les propriétés antibactériennes du miel.

Au cours de la première guerre mondiale, les plaies sont bandées avec du miel pour accélérer la cicatrisation et prévenir les infections en Russie (8, 11).

Aujourd'hui, les abeilles peuplent tous les continents, hormis l'Antarctique. Devenu denrée rare, le miel n'échappe pas aux fraudes qui déstabilisent les prix et dégradent la confiance des consommateurs (12, 13).

2. Définition :

Le miel est la substance naturelle sucrée produite par les abeilles *Apis mellifera* à partir du nectar de plantes ou à partir de sécrétions provenant de parties vivantes de plantes ou à partir d'excrétions d'insectes butineurs laissées sur les parties vivantes de plantes, que les abeilles butinent, transforment en les combinant avec des substances spécifiques qu'elles sécrètent elles-mêmes, déposent, déshydratent, emmagasinent et laissent affiner et mûrir dans les rayons de la ruche (14).

3. Types de miel :

Le miel peut être classé selon :

3.1 L'origine botanique :

3.1.1 Les miels monofloraux :

Les miels monofloraux sont élaborés à partir du nectar et/ou du miellat provenant d'une seule espèce végétale. Ce type de miel est relativement difficile à obtenir car pour que les abeilles s'intéressent à une espèce particulière, il faut que sa floraison soit abondante et étalée sur une surface suffisamment grande et nécessite d'installer les ruches à proximité de la plante recherchée.

Il faut noter que pour un miel soit considéré comme unifloral, il doit être composé à 80% de la même espèce végétale. Cependant, la recherche de nourriture n'est pas une science exacte et seules des analyses en laboratoire peuvent prouver la nature monofloral un miel (15).

3.1.2 Les miels multif floraux (poly floraux) :

Les multif floraux ou poly floraux comme leurs noms l'indiquent sont élaborés à partir du nectar provenant de plusieurs espèces végétales différents. En règle générale, ils sont nommés selon leur origine géographique, ou à partir d'un type de paysage floral.

On trouve également les appellations « Miel toutes fleurs » ou « Miel de printemps », qui se composent le plus souvent de colza mélangé à d'autres types floraux (16).

3.2 La source naturelle :

3.2.1 Miel de nectar :

Il provient directement du nectar des plantes. Ce dernier est recueilli dans les fleurs au niveau de petites glandes végétales appelées nectaires (Figure 1), et qui est une exsudation sucrée plus ou moins visqueuse. Sa production dépend de l'âge, de la taille, de l'emplacement de la fleur, de l'humidité relative de l'air, de la durée de la floraison, du sexe des fleurs, de leur espèce et du milieu environnant. Il contient environ 90% de sucres dont le saccharose, le glucose et le fructose, des acides organiques, des protéines, des acides aminés et des composés organiques (16).

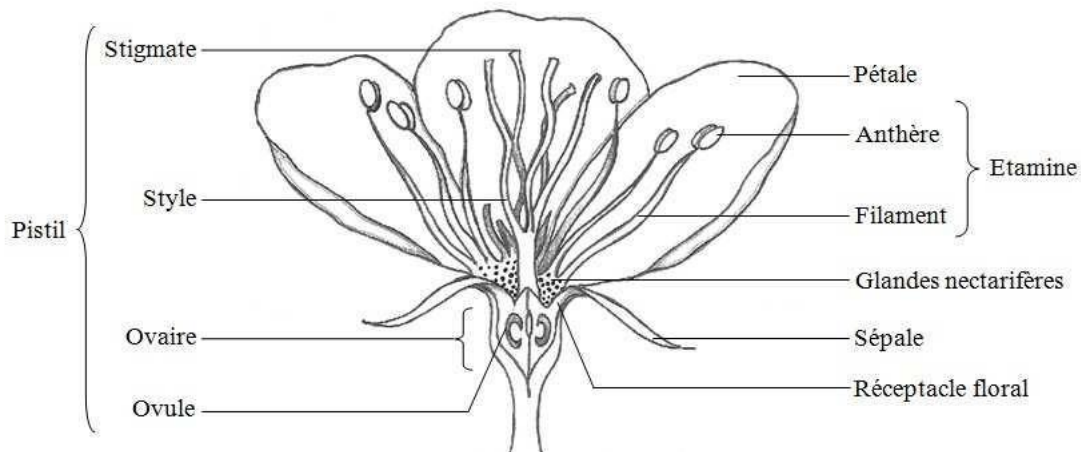


Figure 1. Exemple de localisation des nectaires floraux sur une plante (17).

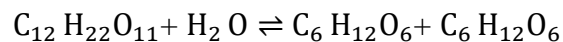
3.2.2 Miel de miellat :

Il provient principalement d'excrétions d'insectes piqueurs-suceurs (les pucerons principalement) laissées sur les parties vivantes de plantes ou de sécrétions de parties vivantes de plantes appelées miellat. Le miellat est donc un liquide épais et visqueux, plus dense que le nectar et plus riche en azote, en acides organiques, en minéraux et en sucres complexes. Il est récolté par les abeilles en complément ou en remplacement du nectar et produit un miel plutôt sombre, moins humide que le miel de nectar (16).

4. Production du miel : Récolte et transformation du miel, de la fleur à l'homme :

4.1 Récolte par les abeilles :

L'abeille butineuse passe de fleur en fleur et aspire le nectar ou le miellat qu'elle emmagasine dans son jabot avec sa salive, ce qui le permet de s'enrichir en enzymes. Cependant, 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 :



À ce stade, le mélange contient plus de 50% d'eau. De retour à la ruche, l'abeille butineuse transmet le contenu de son jabot à une ouvrière par régurgitation successive. Ce transfert s'opère par trophallaxie et se répète jusqu'à ce que le mélange atteigne 18% d'humidité. Il prend alors l'appellation de « miel ». L'atmosphère de la ruche, finement régulée par la colonie, permet de diminuer progressivement la teneur en eau du mélange. Les abeilles maintiennent la température de la ruche entre 34 et 35°C et régule l'humidité relative entre 50 et 70%. Le miel est entreposé dans les rayons qui sont ensuite fermés par un opercule lorsqu'ils ont été entièrement remplis (18).

4.1.1 A partir du nectar : Récolte du nectar par les butineuses

Les nectaires sont généralement situés à la base de la corolle des fleurs. Pour y accéder, la butineuse doit pénétrer dans la fleur et allonger sa langue. Elle aspire le nectar, par pompage et par capillarité et elles le stockent dans leurs jabots. Une fois dans la ruche, les abeilles butineuses transfèrent le nectar prédigéré à des abeilles receveuses. Celles-ci, à tour de rôle, régurgiteront et réingurgiteront ce nectar en le mêlant à de la salive et des sucs digestifs, ce qui complètera le processus de digestion des sucres, cet échange de nourriture se nomme trophallaxie. La teneur en eau s'abaisse en même temps que le liquide s'enrichit de sécrétions salivaires riches en enzymes après passage d'individue à un autre. Au cours de ces échanges entre les abeilles, il y'a évolution de la composition de la miellée après formation des sucres plus complexes et la division d'autre prés-formés (3, 19).

4.1.2 A partir du miellat : Récolte du miellat par l'abeille

Les insectes producteurs de miellat sont tous des insectes de l'ordre des homoptères et des hémiptères, c'est-à-dire ce sont des insectes avec des pièces buccales qui leur permettent de piquer les tissus végétaux recueillent la sève. Ce sont des cigales, des psylles, les aleurodes, en particulier les pucerons. Ils percent le tissu végétal de la plante pour atteindre les faisceaux dans lesquels circule la sève, ce dernier va passer ensuite dans le tube digestif de l'insecte où elle va subir des transformations qui aboutissent à la formation du miellat qui est par la suite excrété par l'anus.

La récolte de miellat a lieu entre la fin du printemps et le début de l'été, et les quantités récoltées par les abeilles sont très variables d'une année à l'autre. Il est à noter qu'en présence de nectar abondant, cette source de récolte est abandonnée par les abeilles.

Après la récolte, les ouvrières complètent la transformation de la miellée et miel ainsi formé, et puis stocké dans les alvéoles où il est déshumidifié par les ailes des ouvrières ventileuses et par brassard à l'aide de leurs pièces buccales. Ce processus permet à la colonie de disposer d'une réserve d'aliment hautement énergétique, stable, de longue durée de conservation et peu sensible à la fermentation (3).

4.2 Récolte par l'apiculteur :

4.2.1 La récolte des hausses :

La récolte du miel peut se faire dès la fin de la miellée lorsque le cadre des hausses est rempli de miel coiffé. Une ruche utilisée de manière sensée est divisée en deux parties : le corps et la boîte (hausse) (Figure 2).

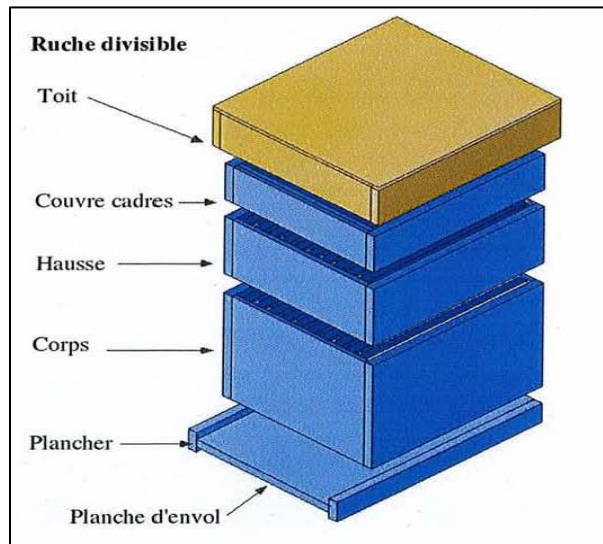


Figure 2. Schéma représentant les différentes parties d'une ruche (3).

Le corps est la partie inférieure ; il contient de hauts cadres dans lesquels les abeilles stockent du miel, et du pollen. L'apiculteur s'occupe uniquement de la ruche et n'enlève pas le miel qui y est stocké, celui-ci servira à nourrir les jeunes larves et permettra à la colonie de passer la mauvaise saison.

La hausse constitue la partie supérieure de la ruche, elle est généralement associée au corps. Elle est constituée d'une grille qui empêche la reine de pondre des œufs plus tard. L'apiculteur la met en printemps. Elle se compose de cadres est conçu pour recevoir le miel en excès.

A la fin de la miellée quand les cadres sont remplis de miel et operculés (Figure 3), l'apiculteur récupère les hausses des ruches et les ramène dans sa miellerie afin d'extraire le miel (3).



Figure 3. Cadre rempli de miel avec les alvéoles operculées (3).

4.2.2 La désoperculation :

L'apiculteur enlève les opercules de cire à l'aide d'un couteau à désoperculer (Figure 4a) ou la herse (méthode manuelle), ou bien à l'aide d'une machine caillas (méthode mécanique) (3).

4.2.3 L'extraction du miel :

Les cadres sont ensuite mis dans un extracteur, une sorte de centrifugeuse manuelle (Figure 4b) ou automatisée, qui permet la sortie du miel des alvéoles (3).

4.2.4 La maturation et la mise en pots :

Le miel est recueilli dans un maturateur (figure 4c), un simple récipient de décantation surmonté d'un filtre. Il est destiné à retenir les impuretés qui pourraient y être contenues (bulles d'air, fragments de cire, etc). Ces dernières remontent à la surface du miel et constituent une écume qui sera éliminée. Enfin, l'apiculteur recueille le miel et le conditionne dans des pots (figure 4d) (3).

4.2.5 La conservation du miel :

Les locaux de conservation du miel sont secs et aérés. Tous les miels dont le pH est inférieur à 4 conviennent de les garder dans des locaux frais ou à des températures qui ne dépassent pas les 20 °C. Si le miel à stocker présente un risque de fermentation, il faudra impérativement le pasteuriser ou le conserver dans des températures allant de 4 à 5 °C (3).



Figure 4. Etapes de la récolte du miel par l'apiculteur (3).

5. Composition du miel :

La composition du miel est variable et dépend de l'origine des miellats ingérés par les abeilles, de l'origine botanique des plantes butinées, de la saison de récolte et des modalités de collecte et de stockage du miel (20).

Le miel est essentiellement une solution aqueuse hautement concentrée de deux sucres, le glucose (dextrose) et le fructose (lévulose), Avec de petites quantités d'au moins 22 autres sucres plus complexes. De nombreuses autres substances sont également présentes dans le miel, mais les sucres sont de loin les principaux composants avec un pourcentage estimé de 95% de la matière sèche du miel, et de 75% à 80% du pourcentage total du miel (Figure5) (3).

Le miel est un produit acide avec un $\text{pH} \approx 4$, il est constitué de 17 à 20% d'eau, et 4% de diverses autres substances (les grains de pollen, protéines, enzymes, peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), acides aminés, acides organiques, polyphénols, vitamines (sauf la vitamine A), des minéraux, et plus de 100 substances volatiles (alcools, esters, substances aromatiques). La faible concentration en eau du miel aide à prévenir la croissance des micro-organismes (levures, champignons, bactéries), mais comme ce produit est hygroscopique (a tendance à absorber l'humidité de l'air, par absorption ou par adsorption), au contact de l'air pendant plusieurs mois, son humidité relative augmente à plus de 50 %, ce qui entraîne une fermentation (20).

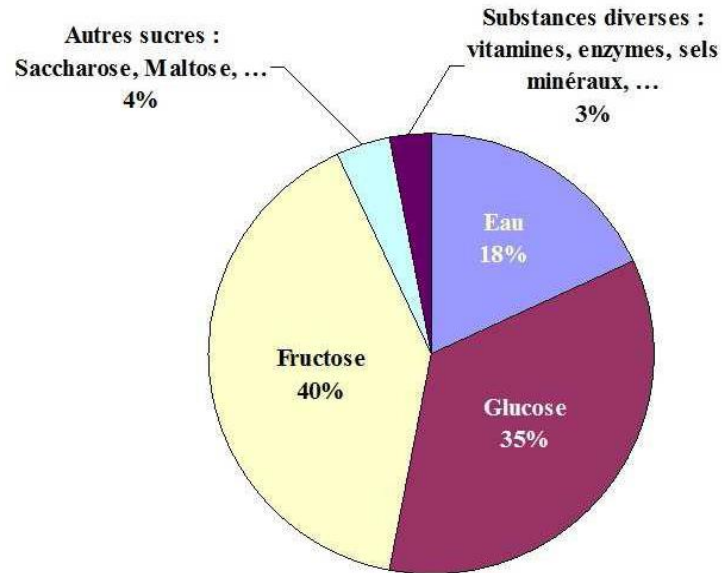


Figure 5. Diagramme de composition du miel d'après LOUVEAUX J (17).

Le tableau I résume la composition moyenne de miel selon sa provenance (21), les valeurs données sont exprimées en g/100g de miel :

Tableau I. Composition du miel selon sa provenance (21).

		<i>Miel de fleurs</i>		<i>Miels de forêt (miellat)</i>	
		<i>Moyenne</i>	<i>Min-Max</i>	<i>Moyenne</i>	<i>Min-Max</i>
Eau		17,2	15-20	16,3	15-20
Monosaccharides	Fructose	38,2	30-45	31,8	28-40
	Glucose	31,3	20-40	26,1	19-32
Disaccharides	Saccharose	0,7	0,1-4,8	0,5	0,1-4,7
	Autres disaccharides	5,0	2-8	4	1-6
Trisaccharides	Mélézitose	<0,1		4	0,3-22
	Erlose	0,8	0,5-6	1	0,1-6
	Autres trisaccharides	0,5	0,5-1	3	0,1-6
Polysaccharides non déterminés		3,1		10,1	
Total des sucres		79,7		80,5	
Sels minéraux		0,2	0,1-0,5	0,9	0,6-2
Acides aminés, protéines		0,3	0,2-0,8	1,1	0,8-1,5
Acides		0,5	0,2-0,8	1,1	0,8-1,5
pH		3,9	3,5-4,5	5,2	4,5-6,5

5.1 Les glucides

Les hydrates de carbones constituent le pourcentage le plus abondant dans la formulation du miel (3).

Le miel contient :

- *Les monosaccharides* : les deux sucres les plus abondants sont le fructose (38 %) et le glucose (31 %) qui représentent 75 % des sucres totaux présents dans le miel.
- *Les disaccharides* (10 à 15 %) : qui sont composés principalement de saccharose et de maltose et d'autres disaccharides (turanose, isomaltose, isomaltulose, maltulose, tréhalose, mélibiose, nigerose, kojibiose, etc).

- *Les trisaccharides* : qui comprennent le maltotriose, le mélézitose, l'erlose, le centose, le l-kestose, l'isomaltosylglucose, l'isomaltotriose, le panose, l'isopanose, la raffinose, le dextrantiose, le maltotétraose et la théandrose (22, 23).

Ces sucres présents dans le miel sont responsables de propriétés telles que la valeur énergétique, l'hygroscopicité, la viscosité et la granulation (24).

Le rapport entre le fructose et le glucose influence la fluidité du miel et sa cristallisation. Dans presque tous les types de miel, le fructose est le sucre en plus grande proportion, sauf dans certains miels comme celui de colza (*Brassica napus*) et de pissenlit (*Taraxacum officinale*), dans lesquels la fraction de glucose peut être supérieure à la fraction de fructose, et par conséquent ces miels cristallisent rapidement après la récolte et parfois déjà dans les rayons (24).

Le saccharose est constitué d'une molécule de fructose liée au glucose par une liaison (-1-4). Il est hydrolysé par l'enzyme invertase, ce qui donne un mélange équimolaire d'hexoses (24).

Les sucres et autres composants du miel peuvent se changer pendant le stockage. En plus des changements chimiques, le miel subit des changements physiques au fil du temps, comme un assombrissement de la couleur et un changement de saveur (24).

Lorsque le miel est chauffé ou stocké pendant une longue période, les pentoses et hexoses se décomposent en une émolisation lente et une élimination rapide de trois molécules d'eau pour former des composés indésirables tels que les furanes. Les principaux furanes formés sont le furfural, qui est dérivé des pentoses, et le 5-hydroxyméthylfurfural (5-HMF), dérivé d'hexoses tels que le glucose et le fructose. Ce sont les principaux produits de dégradation des sucres et leur présence dans les aliments est généralement liée à des réactions de brunissement non enzymatiques, à savoir la réaction de Maillard, la dégradation des sucres en milieu acide et la caramélisation. Actuellement, ces furanes ont été utilisés comme marqueurs pour le traitement thermique des aliments (24).

Il est important de noter que le miel ne contient que très peu d'amidon car une enzyme d'abeille, l'amylase, décompose l'amidon du nectar en dextrines, qui à leur tour se décomposent en maltose (17).

5.2 L'eau :

L'eau est le deuxième constituant du miel et provient du nectar butiné par les abeilles où sa teneur représente le degré de maturation du miel. En effet, cette teneur dépend de l'origine florale, des conditions climatiques lors de la production, des conditions de récolte et de stockage du miel (25).

La teneur en eau présente en moyenne un pourcentage de 17 %, et dont cette valeur peut varier vu l'origine biologique de ce produit (3).

L'humidité du miel ne doit pas être supérieure à 20%. Une teneur en eau élevée provoque la fermentation du miel, ce qui affecte sa qualité (17, 25).

Certains miels de bruyères ou de boulangère peuvent contenir jusqu'à 26 % d'eau (26, 27).

5.3 Acides organiques :

Le miel contient des acides organiques sous forme libre ou combinée (les lactones) qui lui confèrent un caractère acide et un goût caractéristique. Ils participent également à la stabilité du miel en inhibant le développement de certains micro-organismes. Ils sont présents dans le miel en faible quantité (moins de 0,6 %) (28, 29).

Certains acides du miel proviennent du nectar ou du miellat mais leur origine principale est dans les sécrétions salivaires de l'abeille et dans les processus enzymatiques et de fermentation. Après plusieurs passages par le jabot de l'abeille l'acidité augmente. L'acide prédominant dans le miel est l'acide gluconique, qui provient de la glucose oxydase, que les abeilles fournissent pendant la maturation, sa proportion représente 70 à 90 % du totale (30).

On y trouve également une vingtaine d'acides organiques comme l'acide acétique, l'acide citrique, l'acide lactique, l'acide malique, l'acide oxalique, l'acide butyrique, l'acide pyroglutamique et l'acide succinique. On y trouve des traces d'acide formique (un des constituants du venin), d'acide chlorhydrique et d'acide phosphorique. D'autres composés, les lactones, dont la présence est constante, ont également une fonction acide, il s'agit surtout de la gluco-lactone (24).

5.4 Protéines, acides aminés, enzymes :

Le miel contient environ 0.5% de protéines, essentiellement représentées par des enzymes et des acides aminés (19).

Les concentrations de protéines et d'acides aminés dans des miels varient en fonction de leur origine botanique et leur temps de stockage. La teneur en protéines dans les miels consiste principalement en enzymes qui sont ajoutées par les abeilles pendant le processus de maturation du miel (31).

Les acides aminés représentent environ 1% des constituants du miel. L'acide aminé le plus abondant dans le miel et le pollen est la proline (50 à 85% de la teneur totale en acides aminés) et est donc généralement choisie comme un étalon pour la quantification de la teneur en acides aminés, aussi, il est un indice de maturité et de non falsification du miel et qui doit dépasser 180 mg /kg (32).

Outre proline, d'autres acides aminés présents dans le miel comprennent l'acide glutamique, l'acide aspartique, glutamine, histidine, glycine, thréonine, arginine, -alanine, acide -aminobutyrique proline, tyrosine, valine, méthionine, cystéine, isoleucine, leucine, tryptophane, phénylalanine, ornithine, lysine, sérine, asparagine et alanine (24).

Les trois principales enzymes du miel sont la *diastase* (amylase), qui décompose l'amidon en glucose, l'*invertase* (alpha-glucosidase), qui décompose le saccharose en fructose et en glucose, ainsi que la *glucose oxydase*, qui produit du peroxyde d'hydrogène (responsable de l'activité antimicrobienne du miel) et de l'acide gluconique (le principal acide du miel) à partir du glucose.

Ces enzymes sont détruites par la chaleur, et leur présence ou leur absence peut servir d'indication de surchauffage du miel (17, 21).

La mesure de l'activité des enzymes va indiquer si le miel a subi ou non une dégradation. Deux enzymes peuvent être analysées dans le miel : l'amylase et l'invertase. La mesure de leurs activités permet de savoir si un miel a été chauffé ou conservé à une température trop élevée (3).

5.5 Vitamines :

Le miel contient de petites quantités de vitamines, notamment le complexe de vitamines B, qui proviennent des grains de pollen en suspension. Les vitamines présentes dans le miel sont les suivantes : thiamine (B1), riboflavine (B2), acide nicotinique (B3), acide pantothénique (B5), pyridoxine (B6), biotine (B8 H) et l'acide folique (B9). La vitamine C est également présente que l'on trouve dans presque tous les types de miel et qui a été évalué principalement en raison de son effet antioxydant (24).

5.6 Les sels minéraux :

Les matières minérales ou les cendres ont une teneur inférieure à 1%. Cette valeur varie de 0,04 %, dans les miels clairs, à 0,2 %, dans les miels foncés (33).

Le miel contient une variété d'éléments minéraux, y compris des macroéléments (potassium, calcium et sodium), des oligo-éléments (fer, cuivre, zinc et manganèse) et des métaux lourds (plomb). Le potassium est toujours l'élément le plus abondant, correspondant à un tiers de la teneur totale en minéraux du miel.

Leur teneur dépend des plantes butinées par les abeilles ainsi que du type de sol sur lequel les végétaux poussent.

Ces éléments minéraux déterminent la conductivité électrique du miel (34).

5.7 Composés phénoliques :

Les polyphénols constituent une classe hétérogène de composés chimiques et sont le groupe le plus nombreux et le plus répandu de métabolites secondaires dans les miels. Deux grands groupes de composés phénoliques ont été identifiés dans le miel : flavonoïdes et acides phénoliques et qui sont responsables de l'activité antioxydante du miel (21, 35).

Les flavonoïdes sont les principaux composants fonctionnels du miel. La concentration de flavonoïdes dans le miel est d'environ 20 mg/kg et elle diffère selon l'origine botanique du miel. Selon différentes études, les principaux composés flavonoïdes identifiés dans le miel sont : les flavonols (quercétine, myricétine, kaempférol) ; flavones (chrysin, apigénine, lutéoline, diosmétine) ; flavanones (hespéretine, pinocembrine, naringénine) ; et les flavanols (catéchine, épicatechine, épigallocatechine-menton, épigallocatechine gallate).

Les acides phénoliques du miel peuvent être divisés, en fonction de leur structure chimique, en deux sous-groupes les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques. Les acides hydroxybenzoïques les plus courants dans le miel sont l'acide benzoïque, l'acide vanillique, l'acide syringique, l'acide salicylique, l'acide gallique et l'acide ellagique. Les acides hydroxycinnamiques présentent des différences dans les cycles d'origine (acides phénylacétiques et acétophénones). Les principaux acides hydroxycinnamiques identifiés dans le miel sont l'acide caféique, l'acide p-coumarique, l'acide férulique et les acides sinapique. D'autres acides phénoliques tels que les acides asphydroxycinnamiques et l'acide chlorogénique pourraient également être présents dans le miel, selon les origines botaniques (36).

5.8 Composés aromatiques :

Les composés aromatiques jouent un rôle important dans l'appréciation sensorielle du miel. Pour assurer leur conservation, il est nécessaire de stocker le miel à basse température dans des récipients fermés. Parmi les substances aromatiques identifiées, on trouve le méthylantranilate dans le miel d'orangers et de lavande, le formaldéhyde et l'acétaldéhyde dans les miels de colza et de trèfle. Des alcools et des esters peuvent aussi être rencontrés dans la plupart des miels (37).

5.9 Autres constituants :

On trouve également :

- Des traces de 5-hydroxyméthylfurfural (5-HMF) issues de la dégradation du fructose en milieu acide.
- Des grains de pollen, des spores, des algues unicellulaires, des levures osmotolérantes (responsables de la fermentation), et des champignons microscopiques. Toutefois, le miel possédant une forte pression osmotique, les microorganismes qui parviennent dans le miel ne peuvent pas s'y développer.
- Des bactéries à l'état de spores du genre *Bacillus*. Ce sont, généralement, des *Bacillus* mésophiles introduites par les abeilles et sans danger pour le consommateur (38).
- Des facteurs antibiotiques naturels regroupés sous le nom générique d'inhibines qui sont de puissants bactériostatiques tel que le peroxyde d'hydrogène (39).

6. Toxicité du miel :

Peu de plantes utilisées par les abeilles sont connues pour produire du nectar contenant des substances toxiques. Les alcaloïdes diterpénoïdes et pyrrazolidine sont les deux principaux groupes de toxines présents dans le nectar (21, 40).

La présence de micro-organismes dans le miel peut influencer la qualité et la sécurité. Les microbes présents dans le miel et les alvéoles sont les bactéries, les moisissures et les levures. Ils proviennent des abeilles, du nectar ou de sources extérieures. Le pollen, l'intestin des abeilles, les humains, les équipements, les récipients, les vents, et la poussière sont des sources possibles de contamination microbienne (41).

Les plus graves contaminations du miel sont dues aux :

6.1 Le clostridium botulinium :

Le *C. botulinium*, est un bacille anaérobie à Gram positif qui provoque le botulisme infantile.

On estime que 20 à 35% des observations de botulisme infantile seraient attribuables à l'ingestion de miel ou le sirop de maïs (42).

Les cliniciens doivent se familiariser avec les risques associés au miel et ne doivent pas recommander des compléments contenant du miel ou l'utilisation du miel comme agent aromatisant pour les nourissants (43).

6.2 Les granyotoxines ou intoxication au miel fou :

Le terme de « miel fou » ou le « mad honey » a été consacré par l'usage, il a été montré que ces miels contiennent des granyotoxines, issues de certaines plantes de la famille des Ericaceae (rhododendrons et azalées en particulier), non toxiques pour les abeilles qui vont butiner ces plantes. Ces toxines ont essentiellement un effet hallucinogène et un effet cardiotrope (44).

Chapitre 2 : Contrôle De La Qualité Du Miel

1. Caractéristiques organoleptiques du miel :

Les caractéristiques organoleptiques du miel sont des propriétés qui peuvent être perçus par les sens humains, telles que la couleur, la saveur, l'odeur et la texture.

1.1 Couleur :

La couleur est la première propriété physique, immédiatement perçue par le consommateur. Elle varie du limpide et incolore (comme l'eau) au foncé (presque noir). Le miel est commercialisé suivant sa couleur, vu qu'il a une importance dans le marché international : les miels avec une couleur claire (Acacia, Citrus) atteignent les prix les plus élevés. Dans certains pays tels que l'Allemagne, l'Autriche, la Suisse, la Grèce et la Turquie les miels de miellat sombres sont appréciés (45-47). La coloration du miel dépend de sa composition chimique en caroténoïdes, en composés phénoliques, en minéraux et en acides aminés (32). Il existe deux types de méthodes pour la détermination de la couleur des miels : sensorielles, et instrumentales (échelle de Pfund, et comparateur LOVIBOND®) (46, 48).

1.2 Gout et odeur :

Les substances aromatiques jouent un rôle important dans l'appréciation sensorielle du miel. Suivant son origine florale, le miel peut présenter une grande variété de saveurs et d'arômes différents. Il existe une roue d'odeurs et d'arômes (figure 6) qui permet de décrire, les sensations perçues tant au niveau olfactif que gustatif lors de la dégustation d'un miel. Le Centre Apicole de Recherche et d'Information (CARI) a mené des recherches sur les saveurs et les arômes des miels et a réalisé une roue des odeurs et des arômes (18).

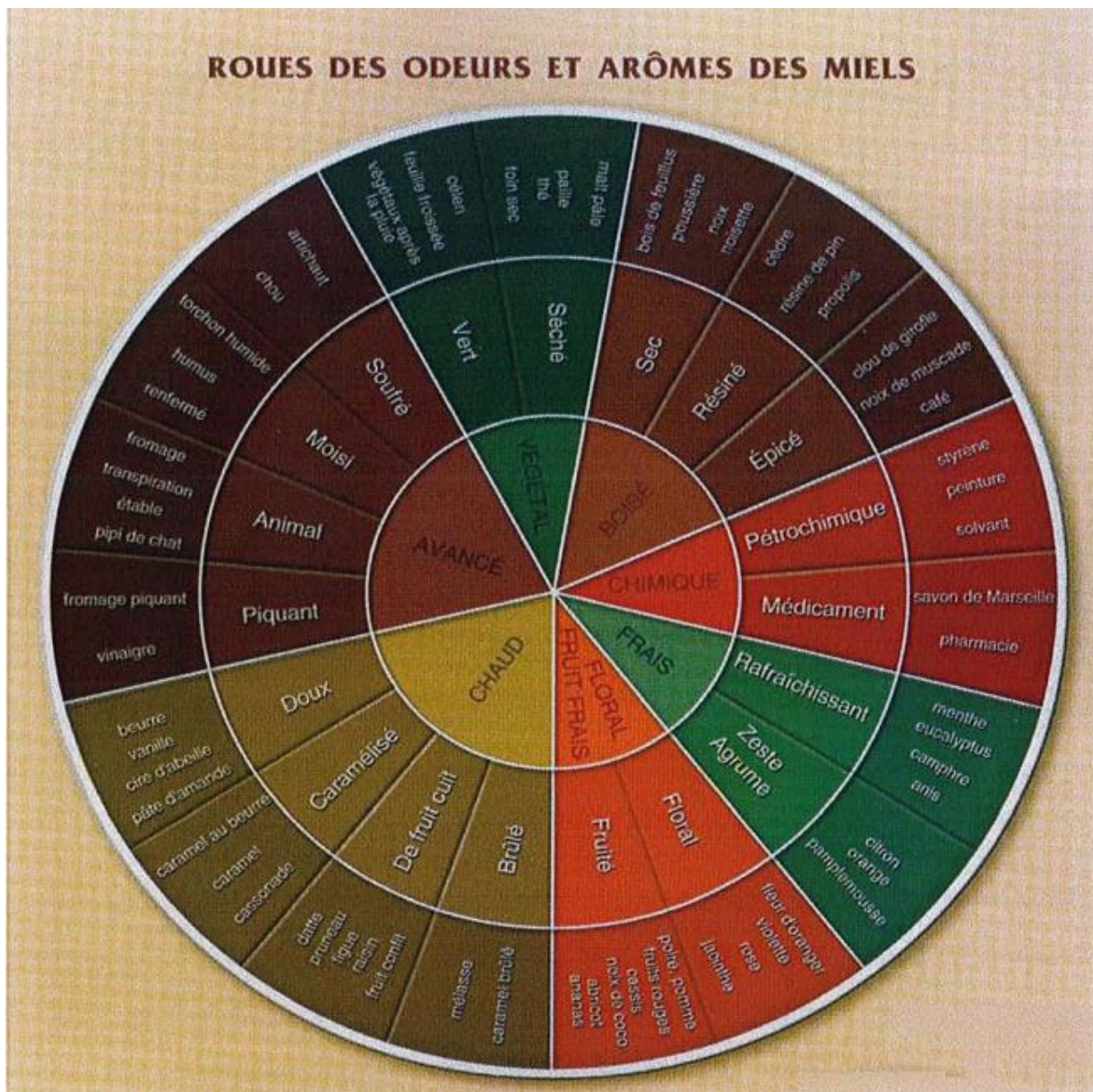


Figure 6. La roue des odeurs et des arômes des miels (18).

1.3 Texture et cristallisation :

Le miel peut se présenter sous de nombreux aspects : cristallisé finement ou grossièrement, dur ou souple, pâteux ou liquide. Lorsqu'il vient d'être récolté, le miel est habituellement à l'état liquide, mais une fois conditionné et stocké il se cristallise (49).

La cristallisation est un phénomène naturel et qui dépend des facteurs suivants :

-La teneur en sucres : un miel riche en glucose cristallise rapidement, vu qu'il est un sucre peu soluble. A l'opposé, un miel riche en fructose cristallise lentement. Le rapport entre ces deux sucres (Fructose/Glucose) est donc un indicateur de cristallisation. Un rapport F/G inférieur à 1,05 correspond à des miels fermes, alors que les miels avec un rapport F/G supérieur à 1,45 sont des miels liquides (48-50). La présence de di-et trisaccharides influence également la cristallisation (50).

-La teneur en eau : le rapport glucose/eau (G/E) est également un bon indicateur de cristallisation. Les miels avec un rapport G/E supérieur à 2,2 cristallisent rapidement, ceux avec un rapport inférieur à 1,6 ont tendance à rester à l'état liquide. Entre ces deux seuils il est difficile de prédire la consistance du miel (49).

-La température : la température idéale pour favoriser le phénomène de cristallisation est entre 10 et 18 °C. A des températures inférieures à 10 °C et supérieures à 25°C les miels cristallisent plus lentement. En pratique, une température de stockage avoisinant les 14 °C est recommandée pour favoriser une cristallisation rapide et uniforme (48).

- La mise en pot : l'augmentation de la surface de contact lors de la mise en pot favorise la cristallisation (49).

2. Les propriétés physiques du miel :

2.1 Viscosité :

La viscosité est une propriété physique du miel qui mesure sa résistance à l'écoulement. Plus la viscosité est élevée, plus le miel est épais et visqueux. Elle dépend de plusieurs facteurs, tels que la teneur en eau, la température, le taux de cristallisation et la composition chimique du miel. La viscosité peut être mesurée à l'aide d'un viscosimètre, qui permet de déterminer le temps nécessaire à l'écoulement d'une certaine quantité de miel à une température donnée (3).

La viscosité augmente avec la quantité de la matière colloïdale contenue dans le miel, les miels foncés ont une viscosité plus élevée que les miels clairs (51). D'autre part, Elle dépend également de la composition des différents sucres (52).

2.2 Conductivité électrique :

La conductivité électrique caractérise l'aptitude d'un matériau ou d'une solution à laisser les charges électriques se déplacent librement et donc permettre le passage d'un courant électrique (53).

Dans le cas du miel, la conductivité électrique est principalement due à la présence de sels minéraux tels que le sodium, le potassium et le calcium, ainsi que de traces de métaux tels que le fer, le cuivre et le zinc, les acides organiques et les protéines (54).

La conductivité du miel est un indicateur important de sa qualité. Elle est souvent utilisée pour évaluer l'origine botanique, la pureté du miel et pour faire la différenciation entre le miel de nectar et le miel de miellat. Les miels de miellat, possèdent une conductibilité électrique beaucoup plus élevée que les miels de fleurs (55, 56).

La couleur claire du miel indique généralement une conductivité plus faible que la couleur foncée du miel (56, 57).

Ce paramètre a été récemment inclus dans les nouvelles normes internationales du Codex Alimentarius et de l'Union Européenne en remplacement la détermination de la teneur en cendres et qui exprimé en mS/cm à 20°C. En outre, la CE est un paramètre efficace pour la distinction entre les miels de nectar avec des valeurs inférieures à 0,8 mS/cm (selon le Codex Alimentarius) et les miels de miellat avec des valeurs supérieures à 0,8 mS/cm. Le miel de

Châtaigner peut atteindre des valeurs supérieures à 0,8 mS/cm. Certains miels possèdent cependant des variations extrêmes de leur conductivité électrique, c'est le cas des miels suivants : Arbutus, Banksia, Erica, Leptospermum, Melaleuca, Eucalyptus et Tiglia ainsi que leurs mélanges (45).

2.3 Densité :

La densité du miel est le ratio de sa masse volumique à la masse volumique d'eau pure. Elle est inversement proportionnelle à la teneur en eau du miel et varie entre 1,39 et 1,44 pour des teneurs en eau entre 13 et 20 % à 20°C (Annexe I) (58).

2.4 Indice de réfraction :

Il est défini par le rapport entre la vitesse de propagation de la lumière dans le vide, et celle mesurée dans ce milieu. L'indice de réfraction dépend de la longueur d'onde de la lumière et de la température du milieu. En pratique l'indice de réfraction est souvent donné à 20 °C, la longueur d'onde de la raie D du sodium (589 nm), il est noté n_D^{20} (59).

L'indice de réfraction du miel est inversement proportionnel à sa teneur en eau. Il varie entre 1,5041 et 1,4915 pour une teneur en eau entre 13 et 18 %. La table de Chataway revue et corrigé par White donne les valeurs de la teneur en eau en fonction de l'indice de réfraction (Annexe II) (60, 61).

Une correction est nécessaire si la température est différente de 20°C, la correction à apporter à l'humidité en fonction de la température est représentée dans l'Annexe II.

2.5 Pouvoir rotatoire :

Le pouvoir rotatoire ou l'activité optique est la propriété de dévier le plan de vibration d'une lumière polarisée. C'est une caractéristique des miels liée à leurs compositions en sucres. On distingue les composés dextrogyres induisant une déviation à droite quand on fait face à la lumière (glucose, maltose, saccharose), et les composés lévogyres induisant une déviation à gauche (fructose). Le pouvoir rotatoire des miels est la résultante des pouvoirs rotatoires des différents sucres présents. La détermination du pouvoir rotatoire permet la différenciation entre les miels de miellat (souvent dextrogyres), et les miels de nectar généralement lévogyres (50, 58)

2.6 pH et l'acidité :

Le pH des miels est fonction de la quantité d'acides organiques qu'ils renferment (ions H^+), ainsi que sa composition minérale (ions OH^-). Ils sont considérés comme des tampons, ce qui signifie que leurs pH ne changent pas par l'addition de petites quantités d'acides ou de bases. Le pH des miels de nectar varie entre 3,3 et 4,6, à l'exception du miel de Châtaigner (*Castanea sativa*) avec une valeur de pH entre de 5 à 6. Les miels de miellat ont une valeur de pH de 4,5 à 6,5 en raison de leur teneur en minéraux plus élevée (11, 21).

L'acidité du miel est déterminée par titrage et exprimée en milliéquivalents par kg. Le Comité du Codex Alimentarius sur les sucres (2001) a fixé la valeur maximale de 50 méq/kg pour l'acidité libre. Des valeurs plus élevées indiquent sur la fermentation des sucres en acides organiques (62, 63).

3. Les propriétés chimiques du miel :

3.1 Humidité :

La teneur en eau est mesurée en pourcentage ou en grammes par 100 g de miel et elle est souvent utilisée comme indicateur de la qualité et de l'authenticité du miel, et il permet d'évaluer le degré de maturation du miel, ainsi que sa stabilité contre la fermentation et la cristallisation. La teneur en eau du miel varie en fonction de la source florale, de la saison, des conditions climatiques et des pratiques apicoles. Une humidité élevée pourrait augmenter la fermentation du miel par certaines levures osmotolérantes, réduisant ainsi la durée de conservation du miel (Tableau II). En outre, une teneur en eau élevée dans certains miels peut accélérer le processus de cristallisation (64). Ce paramètre est parmi les plus importants dans la caractérisation de la qualité du miel (65). Les normes internationales fixent une limite maximale de 20% pour la teneur en eau du miel (3, 63). En excès, l'humidité est souvent responsable de la fermentation du miel (65), Trop sec (< 16,5 %), le miel ne libère plus ses arômes de façon idéale (66).

Tableau II. Influence de l'humidité et de la teneur en levure sur le risque de fermentation du miel (2).

Teneur en eau	Risque de fermentation en fonction du nombre de levures par gramme de miel
Moins de 17,1 %	Aucun risque quel que soit le nombre de levures
De 17,1% à 18 %	Aucun risque si le nombre de levures est inférieur à 1000
De 18,1% à 19 %	Aucun risque si le nombre de levures est inférieur à 10
De 19,1% à 20 %	Aucun risque si le nombre de levures est inférieur à 1
Plus de 20 %	Risque de fermentation quel que soit le nombre de levures

3.2 Teneur en cendres :

La teneur en cendres est un critère de qualité qui dépend de l'origine végétale et botanique du miel. Le miel du nectar a une teneur en cendres inférieure à celle du miel de miellat. La teneur maximale autorisée par les normes internationales est de 0,6g/100g, le miel de miellat ou le mélange de miel de miellat, de nectar de fleurs et de miel de châtaignier est de 1,20g/100g.

L'incinération du miel est le procédé par lequel il est possible de se renseigner sur sa teneur en minéraux, qu'elle est variable. Le miel de couleur claire a moins de contenu que le miel de couleur foncée. Elle est comprise entre 0,020 et 1,028 g/100 g de miel (66).

3.3 Dosage des sucres :

Le miel est composé principalement d'hydrates de carbone. Par conséquent, certains des paramètres de qualité du miel sont liés aux teneurs en glucose, fructose et saccharose.

Les méthodes analytiques instrumentales pour déterminer les sucres dans le miel sont généralement basées sur la chromatographie et la spectroscopie. Parmi les techniques chromatographiques qu'on peut utiliser : HPLC avec détecteur d'indice de réfraction (HPLC-RID), détection par diffusion de lumière par évaporation (HPLC-ELSD) ou détecteur à barrettes de diodes (HPLC-DAD), chromatographie par échange d'anions avec détection ampérométrique pulsée (HPAEC-PAD), chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme (GC-FID) et chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) (62).

3.4 5-Hydroxymethylfurfural (5-HMF) :

Le 5-HMF est un produit de dégradation du fructose et du glucose dans un milieu acide (Figure 7) (67). Des effets cancérigènes, mutagènes, toxiques pour la reproduction et pour la peau de ce composé ont été rapportés par plusieurs études (68, 69).

Dans les miels frais, le HMF n'est présent qu'à l'état de traces et sa teneur augmente avec la température et la durée de stockage (67).

La détermination de sa teneur est donc essentielle pour garantir la bonne qualité des miels. Selon les normes du Codex Alimentarius, la teneur en HMF ne doit pas dépasser 40 mg/kg dans les régions à climat tempéré, tandis que les miels tropicaux ne doivent pas dépasser 80 mg/kg (70).

Dans plusieurs pays tels que l'Allemagne, l'Italie, la Finlande, la Suisse, les organisations d'apiculteurs ont mis une valeur maximale de 15 mg/kg pour un étiquetage spécial miel « de qualité » ou miel « vierge » (65).

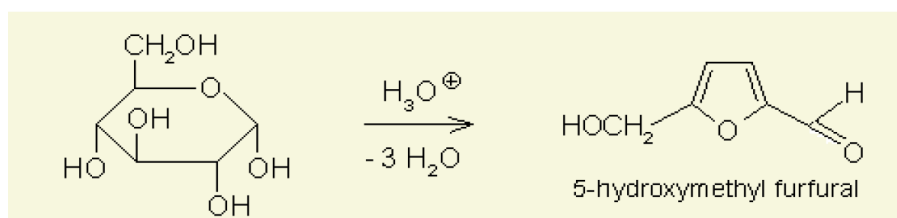


Figure 7. Construction de HMF à partir d'un sucre hexose (45).

Trois façons de déterminer HMF ont été décrit et validés par l'IHC, Seules deux d'entre elles sont recommandées : la méthode HPLC et la méthode de White. La méthode de Winkler ne doit pas être utilisée car l'un des réactifs (p-toluidine) est cancérigène (65).

3.5 Activité diastasique :

L'activité diastasique correspond à l'activité de l'enzyme présent dans 1g de miel, qui peut hydrolyser 0,01g d'amidon en 1h à 40°C, exprimée par le nombre de diastase en unités Schade. Elle est utilisée comme un indicateur de chauffage du miel. En effet, le miel ne doit pas être chauffé au point que ses enzymes naturelles soient détruites ou considérablement inactivées. La loi actuelle prévoit une valeur minimale de 8,00 unités Schade. Toutefois, les miels dont l'activité diastasique est naturellement plus faible en enzymes (cas des miels d'agrumes)

tolèrent un minimum de 3 unités Schade si les miels contiennent jusqu'à 15 mg.kg^{-1} de 5-HMF (24).

3.6 Protéines :

La détermination du taux de protéine se fait par la méthode de KJELDAHL, cette méthode consiste à un dosage indirect des protéines par le dosage de l'azote. La teneur en protéines varie avec la quantité de grains de pollens dans les miels (58, 70).

3.7 Teneur en proline :

Un miel mûr, non falsifié enregistre une valeur minimale de proline de 180 mg/kg . Des valeurs plus basses indiquent un manque de maturité ou une falsification par addition de sucres invertis ou de saccharose (58, 70).

4. Méliissopalynologie :

C'est la science qui étudie le pollen contenu dans le miel. Ainsi, l'analyse pollinique ou encore l'examen microscopique du miel donne une information sur son origine géographique et sur son origine botanique, elle donne aussi de précieuses informations sur l'activité de butinage des abeilles. Elle est aussi nécessaire pour confirmer l'appellation « mono floral » d'un miel. La Méliissopalynologie permet de contrôler la qualité des miels et en particulier de détecter les fraudes et les mélanges. Et elle permet par ailleurs de faire des constatations sur l'éventuelle souillure du miel par des fragments de couvain, des poussières, etc...

Cette méthode a été élaborée et proposée par la commission internationale de botanique apicole (ICBB) en 1970, puis révisée et mise à jour en 1978. Les difficultés particulières de cette méthode sont associées à la nécessité d'une bonne expérience et d'une bonne connaissance de la morphologie du pollen et de la disponibilité d'une bibliographie de grains de pollen (71).

5. Qualité d'un miel :

Selon le Codex Alimentarius 2001, Le miel vendu en tant que tel ne doit pas contenir d'ingrédient alimentaire et seul miel pourra y être ajouté. Le miel ne doit pas avoir de matière, de goût, d'arôme ou de contamination inacceptable provenant de matières étrangères absorbées durant sa transformation et son entreposage. Le miel ne doit pas avoir commencé à fermenter ou être effervescent. Ni le pollen ni les constituants propres au miel ne pourront être éliminés sauf si cette procédure est inévitable lors de l'élimination des matières inorganiques ou organiques étrangères. Le miel ne doit pas être chauffé ou transformé à un point tel que sa composition essentielle soit changée et/ou que sa qualité s'en trouve altérée. Aucun traitement chimique ou biochimique ne doit être utilisé pour influencer la cristallisation du miel. Aucun additif alimentaire n'est autorisé dans ce produit (72).

Les normes internationales concernant le miel sont régies par plusieurs organismes, notamment la directive européenne relative au miel et la norme pour le miel du Codex Alimentarius. La directive européenne 2001/110/CE du Conseil de l'Union Européenne définit les normes de qualité pour le miel commercialisé dans l'Union Européenne. Cette directive est actuellement en cours de révision pour prendre en compte les dernières connaissances scientifiques et pour harmoniser les normes de qualité pour le miel dans tous les États membres de l'UE (73).

La norme pour le miel du Codex Alimentarius est élaborée par la Commission du Codex Alimentarius, un organe de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et de l'Organisation mondiale de la santé (OMS). Cette norme établit les critères de qualité pour le miel commercialisé à l'échelle mondiale et sert de référence pour l'harmonisation des normes de qualité pour le miel dans les différents pays. Cette norme a également été révisée récemment pour prendre en compte les dernières avancées scientifiques et pour améliorer la qualité et la sécurité du miel commercialisé à l'échelle mondiale (74).

L'évaluation de la qualité du miel passe essentiellement par la vérification de son authenticité ainsi que l'estimation de sa maturité et sa fraîcheur. Ainsi, afin d'offrir aux consommateurs un produit de qualité. Le Codex Alimentarius (2001) et le Journal Officiel de la Communauté Européenne (2002) ont établi des limites pour les paramètres de qualité du miel. Ces paramètres complètent également le processus de reconnaissance de l'origine botanique du miel (tableau III) (72, 73).

Tableau III. Norme concernant la qualité du miel selon le projet du Codex Alimentarius et selon le projet de l'UE (72, 73).

Critères de qualité	Normes du Codex	Normes de l'UE
TENEUR EN EAU		
Générale	≤ 20 %	≤ 20 %
Miel de bruyère (<i>Calluna</i>) et miel destiné à l'industrie en général	≤ 23 %	≤ 23 %
Miel de bruyère (<i>Calluna</i>) destiné à l'industrie	-	≤ 25 %
TENEUR EN SUCRES		
Teneur en fructose et en glucose (total des deux)		
Miel de fleurs	≥ 60 g/100 g	≥ 60 g/100 g
Miel de miellat, mélange de miel de miellat avec du miel de fleurs	≥ 45 g/100 g	≥ 45 g/100 g
Teneur en saccharose		
En général	≤ 5 g/100 g	≤ 5 g/100 g
Miels de luzerne (<i>Medicago sativa</i>), espèces d'agrumes, robinier (<i>Robinia pseudoacacia</i>), sainfoin d'Espagne (<i>Hedysarum</i>), Menzies banksia (<i>Banksia menziesii</i>), <i>Eucalyptus camaldulensis</i> , dirca (<i>Eucryphia lucida</i>), <i>Eucryphia milligani</i>	≤ 10 g/100 g	≤ 10 g/100 g
Miels de lavande (espèces <i>Lavandula</i>), de bourrache (<i>Borago officinalis</i>)	≤ 15 g/100 g	≤ 15 g/100 g
TENEUR EN MATIERES INSOLUBLES DANS L'EAU		
En général	≤ 0,1 g/100 g	≤ 0,1 g/100 g
Miel pressé	≤ 0,5/100 g	≤ 0,5/100 g
CONDUCTIVITE ELECTRIQUE		
Miel non énuméré ci-dessous et mélanges de ces miels		≤ 0,8 mS/cm
Miel de miellat et miel de châtaignier et mélanges de ces miels, à l'exception des mélanges avec les miels énumérés ci-dessous		≥ 0,8 mS/cm
Exceptions : arbousier (<i>Arbutus unedo</i>), bruyère cendrée (<i>Erica</i>), eucalyptus, Tilleul (<i>Tilia</i> spp.), bruyère commune (<i>Calluna vulgaris</i>), manuka ou Jelly bush (<i>leptospermum</i>), théier (<i>Melaleuca</i> spp.)		
ACIDES LIBRES		
	≤ 50 méq d'acides /kg	≤ 50 méq d'acides /kg
INDICE DIASTASIQUE : Tous les miels du commerce (UE) à l'exception des miels ayant une faible teneur naturelle en enzymes (par exemple, miels d'agrumes) (Unités de Schade)	-Miel de commerce ≥ 8 -Miel avec une faible teneur en enzymes naturellement ≥ 3	-Miel de commerce ≥ 8 -Miel avec une faible teneur en enzymes naturellement ≥ 3
HMF		
	≤ 40 mg/kg (≤ 80mg/kg si climat tropical)	≤ 40 mg/kg (≤ 80 mg/kg si climat tropical)

Chapitre 3 : Propriétés Biologiques Du Miel

1. Propriétés nutritionnelles :

Les principaux composants nutritionnels et sanitaires du miel sont les hydrates de carbone, principalement le fructose et le glucose, qui en font une excellente source d'énergie, en particulier pour les enfants et les sportifs. Bien que le miel soit un aliment riche en glucides, son indice glycémique varie de 32 à 85, en fonction de la source botanique. Outre ses principaux composants, le miel contient aussi un grand nombre d'autres constituants en petites quantités et à l'état de traces, produisant de nombreux effets nutritionnels et biologiques (21).

2. Propriétés cicatrisantes :

Les effets cicatrisants du miel sont attribués à son acidité, à sa teneur en H₂O₂, à son effet osmotique et à son contenu nutritionnel et antioxydant. Les prostaglandines et l'oxyde nitrique jouent un rôle majeur dans l'inflammation, la destruction des microbes et le processus de guérison. Le miel a été trouvé pour réduire les niveaux de prostaglandine et augmenter les produits finaux d'oxyde nitrique (75).

3. Activité antioxydante :

Contrairement aux autres édulcorants, le miel a montré une activité antioxydante qui confère à cet aliment des avantages nutritionnels et technologiques. Le miel s'est avéré capable de prévenir ou de retarder l'altération des aliments due aux réactions oxydatives, en protégeant les viandes contre l'oxydation des lipides. Par conséquent, le miel a un grand potentiel pour être utilisé comme un antioxydant naturel pour les aliments.

Les composés phénoliques (flavonoïdes, acides phénoliques), ainsi que les mélanoidines (produits de la réaction de Maillard), apparaissent dans le miel et semblent être les plus importants constituants du miel responsables de son activité antioxydante (35). Les miels foncés ont plus de composés phénoliques et par conséquent, ils sont censés présenter une activité antioxydante plus élevée. Des recherches récentes ont mis en évidence qu'en raison de son activité antioxydante, le miel pourrait jouer un rôle intéressant dans la gestion des maladies chroniques associées au stress oxydatif (28).

4. Activité antibactérienne :

L'activité antimicrobienne du miel est liée à plusieurs facteurs :

-L'effet osmotique du miel est attribué à sa forte concentration en sucres. En effet, ces derniers ont une activité antibactérienne par leur pouvoir d'abaissement de l'activité de l'eau.

-Le pH du miel est suffisamment acide pour ralentir ou inhiber le développement de nombreux microorganismes pathogènes.

-La viscosité du miel permet de créer une barrière protectrice autour de la zone à traiter (plaie), empêchant ainsi toute surinfection.

- La défensine-1 est une protéine fabriquée par les glandes hypopharyngiennes et mandibulaires des abeilles. Elle est retrouvée dans le miel et la gelée royale. Chez l'homme, les défensines constituent une famille de peptides antimicrobiens naturels largement impliqués dans l'immunité spécifique, ou innée et qui possèdent un large spectre d'activité antimicrobienne (bactéries Gram positif et Gram négatif, champignons, virus enveloppés) (76, 77).

- Le méthylglyoxal MGO est le composé actif du miel de manuka, qui est un miel néo-zélandais et australien, issu de l'arbuste *Leptospermum scoparium*. Sa concentration en MGO y est jusqu'à cent fois supérieure à celle des autres miels. Une étude a clairement démontré la corrélation entre la présence du MGO dans le miel de manuka et ses propriétés antibactériennes (78).

5. Activité anti-inflammatoire :

Le potentiel anti-inflammatoire du miel est démontré par les flavonoïdes contenus dans le miel qui réduisent les processus inflammatoires. En plus de leur activité antioxydante, les flavonoïdes inhibent les enzymes pro-inflammatoires telles que LOX, COX, iNOS et les médiateurs pro-inflammatoires tels que les cytokines, l'oxyde nitrique et les chimiokines. De plus, les flavonoïdes régulent les facteurs de transcription tels que NF- κ B, contrôlant ainsi l'expression de divers médiateurs inflammatoires (79).

6. L'activité anticancéreuse :

L'activité anticancéreuse du miel a été testée sur divers groupes de tissus et de lignées cellulaires cancéreuses, par exemple dans le cancer colorectal, du sein, de l'endomètre, de la prostate, des reins et du col de l'utérus. Le miel brut stimule l'action des traitements chimiothérapeutiques tels que le cyclophosphamide et le 5-fluorouracile et il contient des polyphénols qui sont des facteurs cruciaux expliquant son activité antioxydante et anticancéreuse.

Bien que le mécanisme complet n'ait pas encore fait l'objet d'un consensus, différentes explorations ont montré que le miel exerce un effet anticancéreux en intervenant sur des voies complexes de signalisation cellulaire, par exemple en encourageant les voies antimutagènes, d'apoptose, anti-inflammatoires et antiprolifératives (80).

7. Effet métabolique du miel :

L'effet du miel sur les micro-organismes intestinaux non pathogènes est bénéfique et bien documenté. Des études in vitro et in vivo ont montré que le miel augmente de manière largement significative le nombre de *Lactobacillus* (*L. acidophilus* et *L. plantarum*). Il renforce également la croissance de *Lactobacillus acidophilus*, *Bifidobacterium bifidum*, *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus delbrukei* (19).

8. Effet antihypertenseur du miel :

La consommation du miel et de dérivés du miel peut contribuer à réduire le risque d'hypertension. Des recherches ont montré que le miel entre en mécanismes d'inhibition de l'enzyme de conversion de l'angiotensine I (IEC) qui est l'un des mécanismes antihypertenseurs les plus connus (28).

9. Activité antifongique, antiparasitaire et antivirale :

Le miel s'avère efficace contre les champignons filamenteux tels que les dermatophytes qui sont à l'origine des mycoses très communes chez l'homme. Une étude sur les propriétés antifongiques du miel a montré que le développement de quarante souches de levures du genre *Candida* testées a été inhibé *in vitro* par le miel à des concentrations d'environ 80%. Le miel témoigne aussi de facultés antiparasitaires, il inhibe ainsi trois espèces du parasite *Leishmania* qui provoquent des affections cutanées ou viscérales invalidantes, voire mortelle si elles ne sont pas soignées. Le miel possède également un pouvoir antiviral inhibant *in vitro* les virus *Rubella* (ou Rubivirus : virus de la rubéole) et *Herpes* (19, 38).

Partie Expérimentale

Matériels et méthodes

1. Matériels et méthodes :

1.1 Objectifs de l'étude :

Objectif principal :

Evaluer de manière approfondie la qualité des miels produits dans la région de Tlemcen, en Algérie. Cela implique une analyse rigoureuse des caractéristiques physico-chimiques de ces miels et une évaluation de leur conformité aux normes internationales en vigueur.

Objectif secondaire :

Mesurer l'activité antioxydante de ces miels pour mieux comprendre leurs propriétés bénéfiques potentielles.

1.2 Type, lieu et période de l'étude :

Il s'agit d'une étude descriptive prospective réalisée au niveau du laboratoire de chimie minérale du département de pharmacie de la faculté de médecine « Dr. B. BENZERDJEB » de Tlemcen, pendant une période de 11 mois, allant du mois d'octobre 2022 jusqu'à septembre 2023.

1.3 Echantillonnage :

Notre étude a porté des échantillons de miels collectés des différentes localités de la région de Tlemcen. Les miels sont classés selon leurs origines florales et leurs provenances (Tableau IV). Les échantillons ont été conditionnés dans des bocaux en verre hermétique ou en plastique et conservés à température ambiante (19-30) °C jusqu'à l'analyse.

1.4 Recueil des données :

Pour chaque échantillon du miel collecté, nous avons reporté (voir le tableau IV) les données suivantes :

-date de sa récolte,

-son origine géographique,

-sa couleur,

-son origine botanique.

Tableau IV. Présentation des échantillons du miel étudié

N° échantillon du miel	Date de récolte	Origine géographique	Couleur du miel	Origine florale
M1	2020	Bee-Miel Tlemcen	Jaune or	Miel de Jujubier
M2	Juillet 2022	Sidi Brahim (Souahlia)	Jaune or	Miel multi fleur
M3	Juillet-Aout 2022	Ferme privé à Birouana (Tlemcen)	Orange très claire	Miel multi fleurs
M4	Mars-Avril 2022	Foret Arbouz (Msirda Fouaga)	Jaune orangé	Miel de montagne
M5	2022	Foret Sidi M'hamed (Honain)	Jaune orangé	Miel de montagne
M6	2022	Bab el Assa	Jaune claire	Miel multi fleur
M7	2022	Sidi El Djilali	Brun foncé	Miel d'eucalyptus
M8	2022	Ferme de l'oranger Henaya	Dorée claire	Miel de l'oranger
M9	2022	Coopérative apicole Mansourah région Henaya	Jaune orangé	Miel agrume
M10	2022	Coopérative apicole Mansourah région Merbah Ouled Mimoun	Brun foncé(caramel)	Miel multi fleur
M11	2022	Coopérative apicole Mansourah (Tlemcen)	Jaune or	Miel de jujubier
M12	2022	Coopérative apicole Mansourah région Ouled Riah	Blanc translucide	Miel de cresson
M13	2022	Coopérative apicole Mansourah région Oued Lakhdar	Brun foncé	Miel de centaurée
M14	2022	Bee-Miel Nedroma	Jaune foncé	Miel multi fleur
M15	2022	Bee-Miel Oued Zitoun (Sebra)	Blanc translucide	Miel de cresson
M16	2022	Bee-Miel Ouled Riah	Jaune claire	Miel de centaurée

1.5 Matériels utilisés :**1.5.1 Saisie des données et analyse statistique :**

Nous avons établi une base de données sur le logiciel Microsoft Excel 2016 les résultats de l'analyse physico-chimique et de l'activité antioxydante du miel ont été reportés pour faire l'analyse des différents résultats (moyennes et écart types), et pour établir les représentations graphiques.

1.5.2 Verreries, consommables et appareillage :

Pour élaborer l'étude expérimentale, nous avons utilisé le matériel suivant :

✚ Verreries :

- | | |
|---|------------------------------------|
| -Béchers de différents volumes | -Baguette en verre |
| -Barreaux magnétiques | -Burettes graduées de 25mL |
| -Compte-gouttes | -Cristalliseur |
| -Entonnoir Büchner | -Entonnoir en verre |
| -Eprouvettes graduées | -Erlenmeyers de différents volumes |
| -Fiole à vide | - Flacons en verre |
| -Pissettes d'eau distillée | -Propipettes |
| -Spatules | -Tubes à essais |
| -Verres de montre | |
| -Fioles jaugées de 10mL, 25mL, 50mL, 100mL, 200mL, 1000mL | |
| -Pipettes graduées en verre de 2mL, 5mL, 10mL, 20mL | |

✚ Consommables :

- Bavettes chirurgicales
- Gants en latex
- Lunettes de protections
- Papier en aluminium
- Papier filtres
- Parafilm

✚ Les appareils utilisés lors de l'analyse physico-chimique :

- **Plaques chauffantes et agitateurs magnétiques :** VELP Scientifica F20500162
- **Bain marie :** Memmert
- **Balance de précision :** OHAUS Pioneer PA4101C
- **Conductimètre :** HANNA instruments - EC 215
- **Distillateur :** BHANU BASIC/PH4 MK1
- **pH-mètre :** Adwa AD1030
- **Spectrophotomètre UV-Visible :** Jenway 6850 UV/Vis
- **Réfractomètre automatique :** ATAGO RX-5000 i
- **Thermomètre à mercure**
- **Hotte :** IBERICA industrial laborum ENS 1500
- **Vortex :** DAIHAN Scientific VM-10
- **Centrifugeuse :** SIGMA 1-6

1.5.3 Réactifs utilisés lors de l'analyse physico-chimique des échantillons du miel :

Lors de l'analyse physico-chimiques des échantillons du miel collectés, nous avons utilisé les réactifs, les solutions et les indicateurs colorés suivants, selon le paramètre à déterminer :

a- Conductivité électrique :

- Solution de miel à 20% (m/v) : -10g de miel

-ED qsp 50 mL

b- Acidité totale :**➤ Vérification du titre de la solution d'acide sulfurique H₂SO₄ :**

- Solution de carbonate de sodium Na₂CO₃ à 0,05M : -0,5300g de Na₂CO₃

-ED qsp 100 mL

- Solution de H₂SO₄ à 0,05M : -0,55 mL de H₂SO₄

-ED qsp 200 mL

- Méthylorange (hélianthine) : -Dissolvez 0,1g de méthylorange dans 80 mL d'ED puis compléter à 100 mL avec de l'alcool (81).

➤ Détermination du titre de la solution d'hydroxyde de sodium NaOH :

- Solution de NaOH à 0,05M : -2g de NaOH

-ED qsp 1000 mL

- Phénolphtaléine : -Dissolvez 0,1g de phénolphtaléine dans 80 mL d'alcool puis compléter à 100 mL avec de l'ED (81).

➤ **Acidité libre :**

- Solution de miel à 10% (m/v) : -5g de miel

-ED qsp 50 mL

- Solution de NaOH à 0,05N : -Préparée et titrée précédemment
- Bleu de bromothymol BBT : - Dissolvez 50mg de BBT dans un mélange de 4 mL de NaOH 0,02M et de 20 mL d'éthanol à 96%, puis compléter à 100 mL avec de l'ED (81).

➤ **Acidité combinée :**

- Solution de H₂SO₄ à 0.05M : Préparée et titrée précédemment

c- Teneur en sucres réducteurs :

➤ **Etalonnage de la solution de permanganate de potassium KMnO₄ :**

- Solution de KMnO₄ à 0,1N : -3,1927g de KMnO₄

-ED qsp 1000 mL

- Solution d'acide oxalique (H₂C₂O₄, 2H₂O) à 0,1N : -0,6334g de (H₂C₂O₄, 2H₂O)

-ED qsp 100 mL

- Solution de H₂SO₄ à 20% : -20 mL de H₂SO₄

-ED qsp 100 mL

➤ **Dosage des sucres réducteurs avant et après inversion :**

- Solution de ferrocyanure de potassium (K₄[Fe(CN)₆]) à 15% : -15g de (K₄[Fe(CN)₆])

-ED qsp 100 mL

- Liqueur cuivrique (Fehling A) : -40g de sulfate de cuivre (CuSO₄)

-ED qsp 1000 mL

- Liqueur alcaline (Fehling B) : -200g de sel de Seignette (C₄H₄KNaO₆; 4H₂O)

-150g de NaOH

-ED qsp 1000 mL

- Liqueur ferrique : -50g de Sulfate ferrique $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$
-200g de H_2SO_4
-ED qsp 1000 mL
- Solution de KMnO_4 à 0,1N : -Préparée et titrée précédemment
- Solution de NaOH à 30%, étalonnée : -30g de NaOH
-ED qsp 100mL
- Solution d'acide chlorhydrique HCl à 10% étalonnée : -10mL de HCl
-ED qsp 100 mL
- HCl.

d- Teneur en HMF :

- Solution Carrez I : -15g de ferrocyanure de potassium ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$).
-ED qsp 100 mL.
- Solution Carrez II : -30g d'acétate de zinc ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
-ED qsp 100 mL.
- Solution de bisulfite de sodium à 0,2% : -0,2 de bisulfite de sodium (NaHSO_3).
-ED qsp 100 mL.

1.5.4 Réactifs utilisés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons du miel :

Le tableau (V) résume les différents réactifs, solutions préparées et les indicateurs colorés utilisés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons du miel collectés.

Tableau V. Différents réactifs utilisés lors de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons du miel.

Paramètre à mesurer	Réactifs et solutions	Préparations
Polyphénols totaux	1. Méthanol	
	2. Solution de miel à 1mg/mL	-10mg du miel -Méthanol qsp 10 mL
	3. Solution d'acide gallique (AG) à 100mg/L.	-5mg d'AG -Méthanol qsp 50 mL
	4. Réactif de Follin-Ciocalteu 1/10	-2,5mL du réactif de Folin-Ciocalteu -ED qsp 25mL
	5. Na ₂ CO ₃ à 7%	-1,75g Na ₂ CO ₃ -ED qsp 25mL
Flavonoïdes	1. Méthanol	
	2. Solution de miel à 0,1g/mL	-1g de miel -Méthanol qsp 10mL
	3. Nitrite de sodium NaNO ₂ à 5%	-2,5g de NaNO ₂ -ED qsp 50mL
	4. Chlorure d'aluminium AlCl ₃ à 10%	-5g d'AlCl ₃ -ED qsp 50 mL
	5. NaOH à 1M	-2g de NaOH -ED qsp 50mL
	6. Solution de quercétine (Q) à 1mg/mL	-0,05 g de Q -Méthanol qsp 50 mL
Activité de radical-balayage de DPPH	1. Méthanol	
	2. Solution de miel à 0,1g/mL	-2,5g de miel -Méthanol qsp 25 mL
	3. DPPH à 0,02g/mL	-2mg de DPPH -Méthanol qsp 100 mL
	4. Solution d'acide ascorbique AA à 100 mg/L	-5 mg d'AA -Méthanol qsp 50 mL

1.6 Méthodologie de l'étude :

1.6.1 Analyses physico-chimiques des échantillons du miel collectés :

1.6.1.1 Détermination de la teneur en eau et degré Brix par réfractométrie :

- *La teneur en eau :*

- ❖ *Principe :*

La mesure de la teneur en eau se fait au moyen d'un réfractomètre ATAGO RX-5000i (Figure 8).

Cet appareil qui fonctionne sur le principe de la réfractométrie, permet de déterminer l'indice de réfraction (nD) d'un échantillon liquide. Soit lorsqu'un faisceau de lumière traverse un milieu, sa vitesse et sa direction sont modifiées en fonction de l'indice de réfraction du milieu. Cette modification est mesurée pour estimer l'indice de réfraction.

- *Le degré Brix :*

Le degré Brix du miel indique la quantité de sucres (en g) contenue dans 100 g de miel à 20°C. Grâce à la méthode de réfractomètre, on a pu évaluer le taux de sucres totaux contenu dans les différents échantillons de miel étudiés. Le degré Brix est lu sur l'afficheur numérique du réfractomètre ATAGO RX-5000i.

- ❖ *Mode opératoire :*

- Calibrer le réfractomètre est par de l'ED et puis appuyer sur la touche "ZERO", "ZERO SET END" sera afficher sur l'afficheur.

- Placer une petite quantité d'échantillon de miel bien liquide sur le prisme après nettoyage par de l'ED (Figure 8).

- Fermer la plaque de recouvrement et toucher "START".

- Lire sur l'afficheur numérique la valeur de l'indice de réfraction et le degré de Brix (Figure 8).



Figure 8. Mesure de l'indice de réfraction et de degré Brix par le réfractomètre ATAGO RX-5000i.

❖ *Interprétation des résultats :*

-Les valeurs de la teneur en eau sont données par la table de Chataway revue et corrigé par White en fonction de l'indice de réfraction (Annexe V).

-Aussi, suite aux résultats des indices de réfraction trouvés, la teneur en eau peut être déterminée à partir de la formule développée par la table de conversion de CHATAWAY (79-82) (Annexe V).

$$\text{Teneur en eau en \%} = (-0.2681 - \log(nD - 1)) / 0.002243$$

Avec : nD = indice de réfraction du miel à 20°C.

-Si la température est différente de 20°C, on apporte une correction à l'humidité en fonction de la température (voir l'Annexe V).

1.6.1.2 Détermination de la conductivité électrique :

❖ Principe :

La détermination de la conductivité électrique est basée sur la mesure de la résistance électrique qui lui est réciproque. La conductivité électrique d'un fluide correspond à la conductance d'une colonne de liquide comprise entre deux électrodes métalliques de 1cm² de surface et séparées l'une de l'autre de 1cm. Elle est mesurée par un conductimètre. Les mesures sont effectuées à 20°C dans une solution aqueuse de miel à 20% (m/v). La lecture est faite directement après immersion de la cellule du conductimètre dans la solution. Le résultat est exprimé en milli Siemens par centimètre mS/cm.

❖ Mode opératoire :

-Dissoudre 10g de miel dans une fiole jaugée de 50mL avec de l'eau distillée.

-Transférer environ 40 mL de cette solution dans un bécher et le placer dans un bain-marie thermostaté à 20°C.

-Après que la température voulue soit atteinte, plonger la cellule du conductimètre dans le bécher pour la mesure de la conductivité électrique (Figure 9).



Figure 9. Mesure de la conductivité électrique d'une solution de miel.

☞ Il faut noter qu'avant chaque mesure, la cellule du conductimètre est rincée soigneusement avec de l'eau distillée.

❖ **Expression des résultats :**

La lecture de la valeur de la conductivité du miel est directement relevée sur l'écran du conductimètre.

1.6.1.3 Détermination du pH :

❖ **Principe :**

Il s'agit de la mesure du potentiel hydrogène d'une solution de miel à 10% (m/v) à l'aide d'un pH-mètre, selon la méthode Louveaux (82). C'est une méthode potentiométrique utilisant une électrode de verre spécifique aux ions H⁺. Le pH-mètre mesure la différence de potentiel entre ces deux électrodes. Celle-ci est directement liée au pH de la solution dans laquelle la sonde est immergée.

❖ **Mode opératoire :**

-Effectuer l'étalonnage du pH-mètre à l'aide des solutions tampons.

-Dissoudre 5g de miel dans 50mL d'ED.

-Immerger les électrodes du pH-mètre dans la solution et lire la valeur du pH qui s'affiche

(Figure 10).

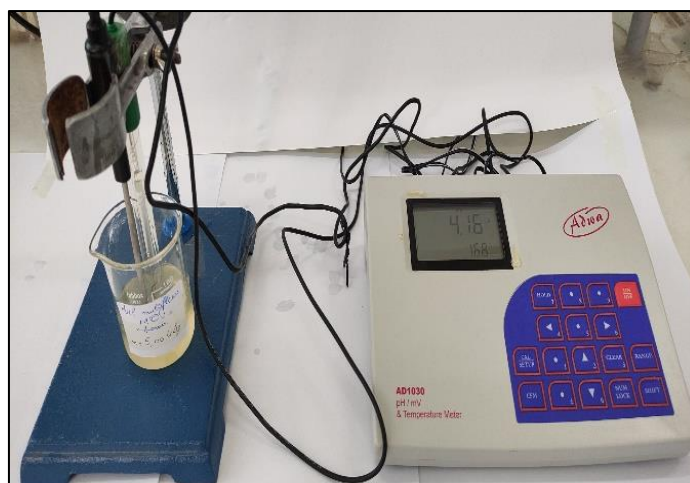


Figure 10. Mesure du pH d'une solution à 10% du miel.

❖ Expression des résultats :

La valeur du pH est directement lue sur l'écran du pH-mètre.

1.6.1.4 Détermination de l'acidité totale :**❖ Principe :**

L'acidité libre correspond à l'acidité qui peut être titrée par l'hydroxyde de sodium en présence du BBT jusqu'au point de neutralisation de tous les acides libres présents (pH du point équivalent). Sa détermination se fait par la méthode titrimétrique préconisée par le Codex Alimentarius. Cette approche permet de quantifier de manière précise les acides libres présents dans le miel (83).

L'acidité mesurée est celle d'une solution de miel à 10% (m/v).

L'acidité combinée correspond à l'acidité des lactones qui est titrée en retour par une solution de H₂SO₄.

L'acidité total du miel et donc la somme de l'acidité libre et combinée.

❖ Mode opératoire :

-Préparer une solution de miel à 10% (m/v).

-Remplir une burette avec 10 ml d'une solution de NaOH à 0,05M et une autre burette avec 10 ml d'une solution de H₂SO₄ à 0,05M.

-Ajouter 2 à 3 gouttes de BBT comme indicateur du point d'équivalence. La solution se colore en jaune.

-Commencer le dosage avec la solution de NaOH à 0,05M jusqu'à ce que la couleur du BBT vire au vert foncé (pH 7). Noter le volume équivalent de NaOH utilisé (V_{éq}).

-Ajouter le reste de la solution de NaOH dans le bécher, la solution se colore en bleue.

-Immédiatement, effectuer un dosage inverse, en utilisant la burette contenant la solution de H₂SO₄ à 0,05M, jusqu'à ce que la couleur passe du bleu au vert foncé.

-Noter le volume équivalent de H₂SO₄ utilisé (V_{éq'}).

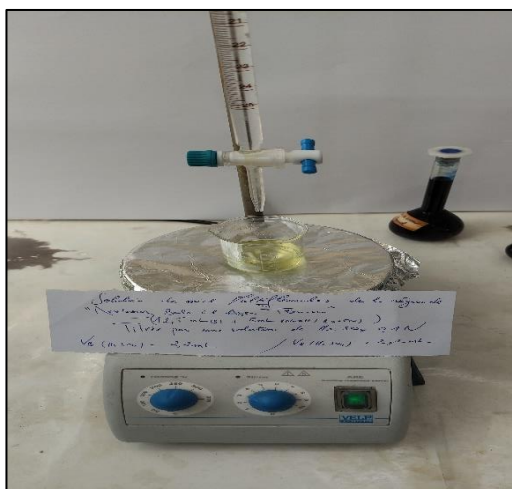


Figure 11. Dosage de l'acidité libre.



Figure 12. Dosage en retour de l'acidité Combinée.

❖ *Expression des résultats :*

Les paramètres précédemment mesurés (acidité libre et acidité combinée) sont calculés par les formules suivantes :

• **Acidité libre AL :**

L'AL est exprimé en milliéquivalents d'hydroxyde de sodium nécessaire pour neutraliser 1000g de miel : (mEq/kg).

$$AL \text{ (mEq/Kg)} = \frac{1000 \times V_{eq} \times N}{m}$$

Avec :

V_{eq} : le volume équivalent de NaOH (en L).

N : la normalité du NaOH (en Eq/L).

m : la prise d'essai de l'échantillon de miel (en Kg).

- **Acidité combinée :**

$$AC \text{ (mEq/Kg)} = \frac{1000 \times [(10 - V_{eq}) \times N' - 0.05 \times V_{eq}']}{m}$$

Avec :

V_{eq} : le volume équivalent de NaOH (en L).

V_{eq}' : le volume équivalent de H₂SO₄ (en L).

N' : la normalité de H₂SO₄ (en Eq/L).

m : la prise d'essai de l'échantillon de miel (en g).

- **Acidité totale AT :**

$$AT \text{ (mEq/Kg)} = AL + AC$$

☞ Avant de procéder au dosage de l'acidité totale du miel, il est nécessaire de vérifier le titre de la solution d'acide sulfurique par une solution de carbonate disodique et aussi de vérifier le titre de la solution d'hydroxyde de sodium par la solution d'acide sulfurique étalonnée précédemment.

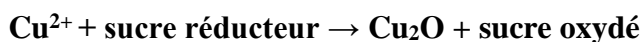
1.6.1.5 Détermination de la teneur en sucres :

❖ *Principe :*

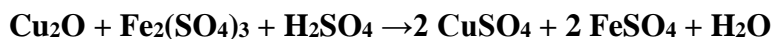
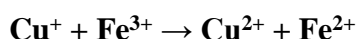
Le dosage des sucres se fait par la méthode de Bertrand (84), C'est une méthode d'oxydoréduction qui permet le dosage des oses réducteurs grâce à un dosage en retour, elle est basée sur les propriétés réductrices des oses vis-à-vis des ions Cu^{2+} de la liqueur de Fehling en milieu basique et à ébullition. C'est un dosage en plusieurs étapes successives :

Les sucres réducteurs réduisent partiellement la liqueur de Fehling en excès, l'oxyde cuivreux constitué (précipité rouge) est dosé par manganimétrie. Une table donne la correspondance entre la masse de cuivre et la masse des sucres réducteurs. La réaction doit se dérouler à chaud et pendant trois minutes à partir de l'ébullition pour respecter la correspondance des tables. Une quantité des sucres réducteurs réagit avec les ions cuivre (II) en excès pour former un précipité rouge brique. L'excès d'ions cuivre (II) est éliminé. Le précipité réagit avec un excès d'ions fer (III) pour le dissoudre. On obtient des ions fer (II) dosés par une solution de permanganate de potassium (84). Les différentes étapes du dosage impliquent les réactions suivantes :

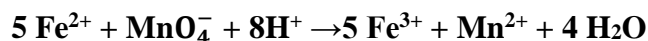
- **1ère étape :** Réduction de la liqueur alcalino-tartro-cuivrique (FEHLING A+ FEHLING B) par les sucres réducteurs avec formation d'oxyde cuivreux (Cu_2O) de coloration rouge brique.



- **2ème étape :** Réaction de l'oxyde cuivreux avec un excès d'ions ferriques.



- **3ème étape :** Dosage manganimétrique des ions Fe^{2+} formés en milieu acide.



∞ Il est nécessaire de déféquer la solution de miel avant d'effectuer le dosage de ces sucres.

Défécation des solutions : Les sucres à doser se trouvent généralement mélangés à d'autres substances en solution ou en suspension comme eux et pouvant empêcher ou fausser le dosage des sucres. Ces substances étrangères doivent être éliminées sans que la teneur en hydrates de carbone s'en trouve modifiée ; cette clarification est obtenue en provoquant la formation d'un précipité dans le liquide, opération appelée « défécation ». Les agents de défécation ou clarification doivent donc avoir une action sélective. Certains, tel l'acétate de plomb, agissent par précipitation (sel de plomb) et partiellement par adsorption. Les réactifs de Carrez (hexacyanoferrate II de K et sulfate de Zn) agissent uniquement par adsorption. Ils provoquent la formation d'un précipité à "l'état naissant" entraînant les substances étrangères par "occlusion".

❖ **Mode opératoire :**

➤ **Défécation de la solution de miel :**

- Peser 5g de miel dans un bécher (Figure 13).
- Ajouter 1mL de ferrocyanure de potassium à 15%.
- Ajouter 1mL d'acétate de zinc puis mélanger.
- Verser le contenu du bécher dans une fiole jaugée de 50Ml puis compléter avec de l'ED jusqu'au trait de jauge.
- Laisser la solution de miel 15min au repos puis filtrer (Figure 14).

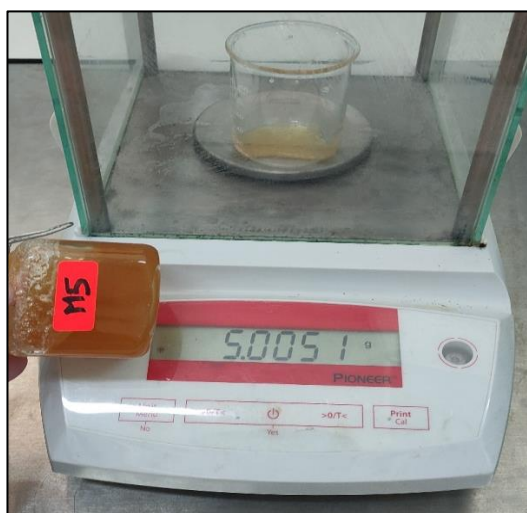


Figure 13. Pesés de 5g de miel.

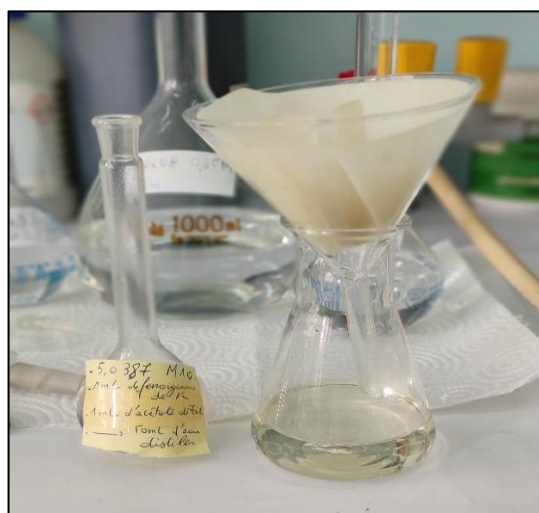


Figure 14. Filtration du mélange.

➤ *Inversion de la solution de miel :*

C'est une étape cruciale dans la méthode de Bertrand pour déterminer la teneur en sucres réducteurs. Cette étape vise à convertir les sucres non réducteurs, tels que le saccharose, en sucres réducteurs, principalement le glucose et le fructose, qui sont ensuite titrés.

L'étape d'inversion permet donc de rendre tous les sucres présents dans la solution de miel sous une forme réductrice, ce qui facilite la détection et la quantification précises des sucres réducteurs lors du titrage ultérieur.

Les étapes suivies pour la réalisation de l'inversion sont :

-Prendre 10mL de la solution de miel filtré, ajouter 50mL d'ED et 1mL d'HCL concentré, puis mettre en bain marie à 75°C pendant 15min.

-Refroidir, puis neutraliser avec une solution de NaOH (30%) en présence de phénolphtaléine, ensuite la solution de HCl à 10% jusqu'à décoloration, puis on complète à 100mL avec de l'ED (Figures 15 et 16).

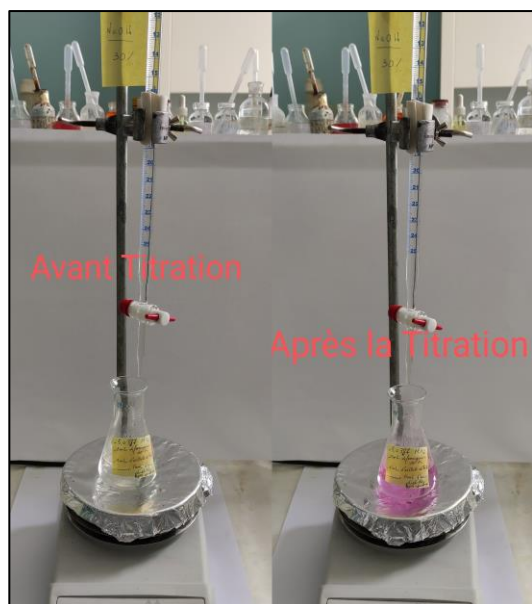


Figure 15. Titration de la solution de miel miel Par NaOH (30%).

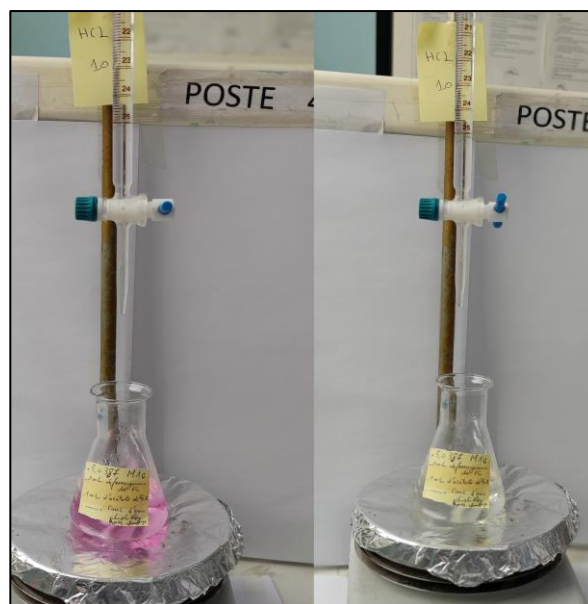


Figure 16. Titration de la solution de miel Par HCl (10%).

➤ *Dosage des sucres réducteurs avant et après inversion :*

a) Réduction de la solution cuivrique (Cu^{2+}) par la solution de miel :

Dans un erlenmeyer de 250mL propre, placer :

- 20mL de la solution cuivrique : liqueur de Fehling A.
- 20mL de la solution tartro-sodique : liqueur de Fehling B.
- 10mL de la solution du miel déféquée, à doser.
- 10ml d'ED.
- Chauffer jusqu'à ébullition et maintenir une ébullition douce pendant 3 minutes.
- Laisser refroidir le mélange en maintenant l'erlenmeyer inclinée pour décanter le précipité rouge d'oxyde de cuivre (Figure 17).

Attention : Ne jamais laisser le précipité de Cu_2O à l'air (risque d'oxydation) et toujours le maintenir couvert d'une couche de liquide.

Remarque : le surnageant doit être bleu indiquant que le Cu^{2+} est en excès. Dans le cas contraire, recommencer avec une prise d'essai plus faible ou une dilution de la solution à doser.

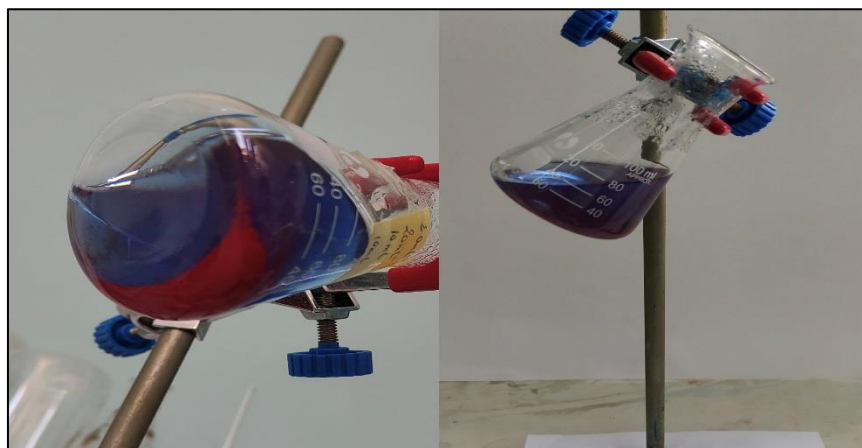


Figure 17. Formation du précipité rouge d'oxyde cuivreux après ébullition et refroidissement.

b) Lavage du précipité d'oxyde de cuivre :

- Adapter un filtre sur une fiole à vide puis le rincer soigneusement à l'ED.
- Verser le surnageant sur le filtre et prendre soin d'entraîner le moins de précipité possible et de ne jamais le laisser en contact avec l'air en le maintenant toujours recouvert d'une couche de liquide (erlenmeyer incliné).
- Faire une légère aspiration pour faire passer le liquide versé précédemment sur le filtre, débrancher la trompe à vide alors qu'il reste une hauteur de 1 cm environ de liquide sur le filtre afin d'éviter toute oxydation de quelques particules de précipité éventuellement passées sur le filtre.
- Recommencer l'opération jusqu'à ce qu'il reste le minimum de surnageant dans l'erlenmeyer.
- Verser environ 20mL d'ED bouillante dans l'erlenmeyer, l'agiter pour laver le précipité et laisser décanter le précipité (erlenmeyer incliné).
- Verser à nouveau le surnageant de l'erlenmeyer sur le filtre selon la technique décrite précédemment et recommencer le lavage au moins 3 à 6 fois afin d'éliminer toute trace de tartrate.
- A la fin du lavage, on obtient que le précipité rouge avec un minimum d'ED claire.



Figure 18. Lavage du précipité d'oxyde de cuivre.

c) Oxydation du précipité de Cu_2O par une solution ferrique (Fe^{3+}) :

- Vider la fiole à vide, la rincer soigneusement et replacer le filtre.
- Verser 10ml de solution ferrique sur le précipité (resté dans l'erenmeyer) puis, agiter l'erenmeyer jusqu'à complète dissolution du précipité. La solution devient verte (présence de fer II).
- Verser cette solution sur le filtre en veillant à dissoudre les particules de précipité qui se trouveraient sur celui-ci. Faire passer lentement le liquide dans la fiole à vide.
- Rincer la fiole erlenmeyer à deux reprises avec 10mL de solution ferrique, transvaser sur le filtre et faire passer lentement.
- Laver encore la fiole erlenmeyer à 3 reprises avec de l'ED et faire passer les eaux de rinçage sur le filtre.
- A ce stade, nous obtiendrons une solution de miel prête au dosage manganimétrique (Figure 19).

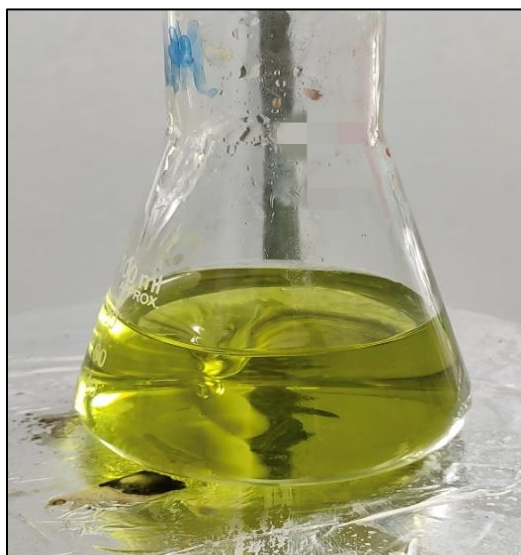


Figure 19. Solution de miel après filtration et lavage par ED bouillante et ajout de fer ferrique.

d) Dosage du fer ferreux formé (Fe^{2+}) par manganimétrie :

- Effectuer le dosage des ions fer (II) formés, en ajoutant 1,5 mL d'acide sulfurique, directement dans la fiole à vide à l'aide de la solution de permanganate de potassium 0,1N préalablement étalonnée (Figure 20).

- Verser le permanganate jusqu'à coloration rose persistant. Noter le volume équivalent.

Remarque : On a effectué avant chaque utilisation de la solution de permanganate de potassium un étalonnage avec une solution d'acide oxalique à 0,1N en milieu acide.



Figure 20. Dosage de la solution par $KMnO_4$ (avant et après équivalence).

❖ *Conditions opératoires :*

- Le précipité n'est jamais en contact avec l'air pour éviter son oxydation.
- Utiliser de l'eau distillée bouillie pour éviter l'oxydation par l' O_2 dissout dans l'eau.
- Laver abondamment le précipité pour éliminer le tartrate, sinon le virage avec le permanganate ne sera pas visible.

❖ *Mode de calcul :*Utilisation de la table de Bertrand :

-A partir du volume équivalent du KMnO_4 , calculer la masse de cuivre en mg ayant réagi ($M_r(\text{Cu}) = 63,54 \text{ g.mol}^{-1}$).

- En déduire la masse du glucose contenue dans la prise d'essai à l'aide de la table de Bertrand.

$$m(\text{Cu}) = 5.V(\text{KMnO}_4) \times C(\text{KMnO}_4) \times M_r(\text{Cu})$$

Avec :

- $m(\text{Cu})$: Masse du cuivre en (g).
- $V(\text{KMnO}_4)$: volume de KMnO_4 à en L.
- $C(\text{KMnO}_4)$: concentration de KMnO_4 en mol/l
- $M_r(\text{Cu})$: Masse molaire de Cu en g/mol.

∞ Il n'y a pas de proportionnalité entre les masses de cuivre formé et les sucres. On ne peut donc pas utiliser le produit en croix, mais néanmoins une interpolation linéaire est envisageable. De plus, on trouve rarement une masse de cuivre qui est écrite dans le tableau. Dans l'exemple suivant, on trouve une masse de cuivre de 22 mg.

Sucre (mg)	Cuivre (mg)
10 A	20,6 D
x B	22,0 E
11 C	22,6 F

Exemple :

$$\frac{AB}{AC} = \frac{DE}{DF}$$

$$\frac{X-10}{11-10} = \frac{22-20,6}{22,6-20,6}$$

$$x = 10,7 \text{ mg}$$

∞ Il faut tenir compte des dilutions pour retrouver la concentration en sucres de la solution initiale.

∞ *Détermination du taux de saccharose :*

On obtient le taux de Saccharose par déduction des sucres réducteurs après inversion et des sucres réducteurs avant inversion en le multipliant par un facteur de 0,95.

Avec : S (saccharose) = $(G'-G) \times 0.95$

G : la quantité de sucres réducteurs précédemment établie

G' : la totalité des sucres (sucres réducteurs naturels et sucres intervertis)

0.95 : le coefficient d'inversion dont il faut tenir compte en raison de la différence des poids moléculaires du saccharose et du glucose. Donc la correspondance en poids moléculaire est de 342 pour 360 soit le rapport $342/360=0.95$: coefficient d'inversion.

1.6.1.6 Détermination de la teneur en HMF :**❖ Principe :**

La teneur en HMF a été mesurée par la méthode de White décrite parmi les méthodes harmonisées de la commission internationale des miels (83, 85). Les résultats obtenus sont généralement exprimés en milligrammes par kilogramme mg/Kg.

La détermination de la teneur en HMF est basée sur la détermination de l'absorbance UV du HMF à 284 nm. Afin d'éviter l'interférence d'autres composants à cette longueur d'onde, la différence entre les absorbances d'une solution aqueuse de miel et de la même solution après addition de bisulfite de sodium est déterminée. La teneur en HMF est calculée après soustraction de l'absorbance de fond à 336 nm.

❖ Mode opératoire :

- Peser environ 5 g de miel dans un bécher de 50 mL.
- Dissoudre l'échantillon dans environ 25 mL d'ED et transférer de manière quantitative dans une fiole jaugée de 50 mL.
- Introduire 0,5 mL de la solution de Carrez I, agiter pour homogénéiser.
- Ajouter ensuite 0,5 mL de la solution de Carrez II, mélanger soigneusement, puis compléter avec de l'ED (ajouter une goutte d'éthanol si nécessaire pour éliminer la mousse).
- Effectuer la filtration à travers un papier filtre, en éliminant les dix premiers ml du filtrat.
- Verser dans deux tubes à essai 5 mL de la solution filtrée prélevés à l'aide d'une pipette.
- Dans l'un des deux tubes à essai, ajouter 5 mL d'ED et bien mélanger (solution d'échantillon).
- Dans le deuxième tube à essai, ajouter 5 mL de solution de bisulfite de sodium 0,2 % et bien mélanger (solution de référence).

La dilution des solutions d'échantillon et de référence est effectuée comme suit (Tableau VI).

Tableau VI. Répartition des quantités nécessaires des réactifs sur les deux tubes à essai.

	Solution de miel initial	ED	Bisulfite de sodium 0,2%
Solution échantillon	5mL	5mL	-
Solution de référence	5mL	-	5mL

-Mesurer l'absorbance de la solution d'échantillon par rapport à la solution de référence à 284 et 336 nm dans des cuves en quartz de 10 mm dans l'heure qui suit à l'aide d'un spectrophotomètre (Figure21).

-Si l'absorbance à 284 nm dépasse une valeur d'environ 0,6, diluer la solution d'échantillon avec de l'ED et la solution de référence avec une solution de bisulfite de sodium dans la même mesure afin d'obtenir une absorbance de l'échantillon suffisamment faible.

Si une dilution (D) est nécessaire, elle est calculée par :

$$D = \frac{\text{volume finale de la solution échantillon}}{10}$$

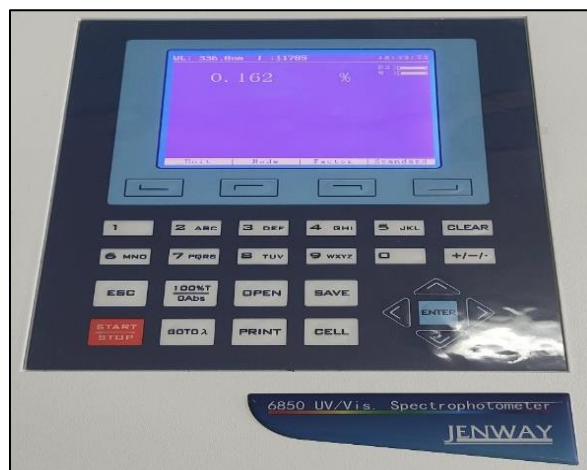


Figure 21. Lecture de l'absorbance de la solution du miel M8 à 336nm sur spectrophotomètre UV-Visible JENWAY 6850.

❖ *Expression des résultats :*

$$\text{HMF en mg/kg} = (A_{284} - A_{336}) \times 149,7 \times 5 \times \frac{D}{W}$$

Avec :

A284 = absorbance à 284 nm.

A336 = absorbance à 336 nm.

D = facteur de dilution, le cas où une dilution est nécessaire.

W = poids en g de l'échantillon de miel.

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

- 126 : masse molaire du HMF
- 1000 : conversion g en mg
- 1000 : conversion g du miel en Kg
- 16830 : coefficient d'absorption molaire de HMF à 284 nm
- 10 : conversion de 5 en 50 mL
- 5 : masse théorique de l'échantillon de miel en g

1.6.2 Evaluation de l'activité antioxydante du miel :

1.6.2.1 Détermination de la teneur en polyphénols totaux :

❖ Principe :

Le dosage des polyphénols est réalisé selon la méthode de Folin-Ciocalteu. Le réactif de Folin-Ciocalteu est composé d'un mélange d'acide phosphotungstique $H_3PW_{12}O_{40}$ et d'acide phosphomolybdique $H_3PMO_{12}O_{40}$ qui est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration bleue produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans le milieu réactionnel et l'absorbance maximale de la solution est situé entre 700 et 760nm (86).

❖ Protocole de dosage :

La concentration du contenu phénolique dans les extraits a été déterminée en utilisant la méthode décrite de Bouyahya *et al.* (2017) (87) qui ont suivi l'ancienne méthode de Folin-Ciocalteu (88), avec quelques modifications. Les extraits sont dilués à une concentration de 1 mg/ml, puis 100 μ L d'extrait ou de la solution standard d'acide gallique (20, 40, 60, 80 et 100 mg/L) sont mélangés avec 500 μ L du réactif du Folin-Ciocalteu dilué dix fois dans l'ED et 400 μ L de Na_2CO_3 (7%). Après 40 minutes d'incubation à température ambiante (23 ± 2 °C), l'absorbance est mesurée à 760 nm. La quantification a été faite par rapport à la courbe standard de l'acide gallique (AG).

❖ Interprétation des résultats :

Les résultats ont été exprimés en milligrammes d'équivalents d'acide gallique (EAG) par gramme d'extrait (mg EAG/g d'extrait) (89).

❖ Préparation de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique :

a- Préparation de 50 mL de la solution étalon mère de l'AG à 100 mg/L :

-Dissoudre 5 mg d'AG dans le méthanol, puis transvaser cette solution dans une fiole jaugée de 50 mL.

-Compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

b- Préparation des solutions étalons filles d'AG :

-A partir de la solution étalon mère d'AG à 100 mg/L, nous avons préparé quatre solutions filles à 20, 40, 60 et 80 mg/L, soit le volume pipeté pour obtenir 10 mL de chaque solution fille est : 2, 4, 6 et 8 mL respectivement.

-Prélever les volumes à partir de la solution étalon mère de l'AG, les transvaser dans des fioles jaugées de 10 mL, puis compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

-Dans des tubes à essai, mélanger 100 μ L des solutions standards d'AG (20, 40, 60, 80 et 100 mg/L) avec 500 μ L du réactif de Folin-Ciocalteu (1/10^e), pour le blanc remplacer les solutions standards d'AG par le méthanol.

-Attendre trois (3) minutes sans dépasser 10 minutes et ajouter 400 μ L de Na₂CO₃ à 7%.

-Après 40 minutes d'incubation à température ambiante, lire l'absorbance mesurée à 760 nm (Figure 22).

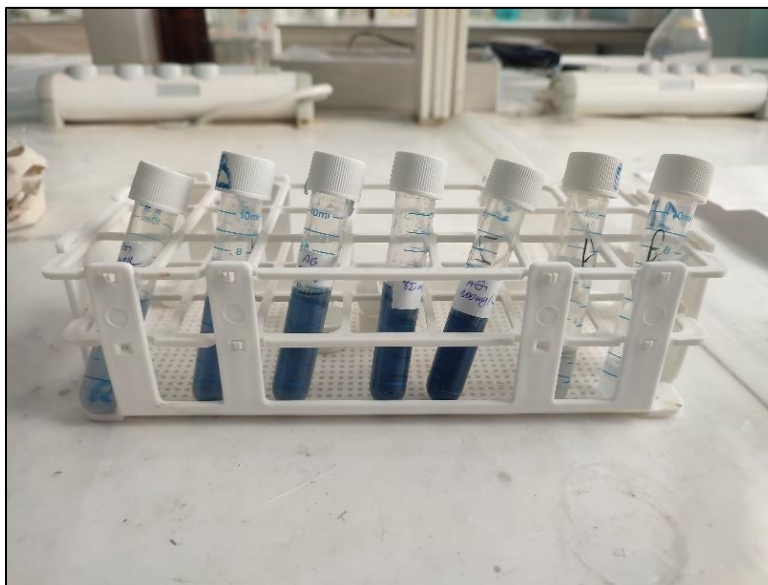


Figure 22. Les solutions standards d'acide gallique et le banc après incubation.

1.6.2.2 Détermination de la teneur en flavonoïdes totaux :**❖ Principe :**

La teneur en flavonoïdes a été déterminée par la méthode colorimétrique en utilisant une solution de chlorure d'aluminium (AlCl_3). Cette méthode est basée sur la formation d'un complexe de couleur jaune entre les flavonoïdes présents dans l'échantillon et le chlorure d'aluminium. L'intensité de cette couleur est proportionnelle à la quantité des flavonoïdes contenue dans l'échantillon de miel (90).

❖ Protocole de dosage :

Le contenu total en flavonoïdes a été déterminé par la méthode colorimétrique de chlorure d'aluminium décrite par Al *et al.* 2009 (90).

Cette méthode comporte l'interpolation de l'absorbance de l'échantillon à partir d'une courbe d'étalonnage de la quercétine.

❖ Mode opératoire :

-Préparation de la solution de miel à 0,1 g/mL : transférer 1g de miel dans une fiole jaugée de 10 mL puis compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

-A partir de cette solution, transférer 1mL dans des tubes à essai ambrés protégés par une feuille d'aluminium, pour le blanc, remplacer la solution de miel par le méthanol.

-Ajouter 4 mL d'ED et 300 μ L de NaNO_2 (5%).

-Après 5 minutes, ajouter 300 μ L d' AlCl_3 (10%).

-Après 6 minutes, ajouter 2 mL de NaOH (1M).

-Après agitation par vortex et après 30 minutes d'incubation à température ambiante et à l'obscurité, lire l'absorbance mesurée à 510 nm.

❖ Expression des résultats :

La teneur en flavonoïdes est exprimée en mg EQ/100g de miel en se référant à la courbe d'étalonnage de la quercétine.

❖ *Préparation de la courbe d'étalonnage de la quercétine :*

a- Préparation de 50 mL de la solution étalon mère de la quercétine à 1 mg/mL :

-Dissoudre 0,05 g de la quercétine (Q) dans le méthanol, puis transvaser cette solution dans une fiole jaugée de 50 mL.

-Compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

b- Préparation des solutions étalons filles de la Q :

-A partir de la solution étalon mère de la Q à 1 mg/mL, nous avons préparé quatre solutions filles à 20, 40, 60 et 80 %, soit le volume pipeté pour obtenir 10 mL de chaque solution fille est : 2, 4, 6 et 8 mL respectivement.

-Prélever les volumes à partir de la solution étalon mère de la Q, les transvaser dans des fioles jaugées de 10 mL, puis compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

-Transférer 1mL des solutions standards de la Q (20, 40, 60, 80 et 100 %) dans des tubes à essai ambrés protégés par une feuille d'aluminium, pour le blanc remplacer les solutions standards de la Q par le méthanol

-Ajouter 4 mL d'ED et 300 μ L de NaNO₂ (5%).

-Après 5 minutes, ajouter 300 μ L d'AlCl₃ (10%).

-Après 6 minutes, ajouter 2 mL de NaOH (1M).

-Après agitation par vortex et après 30 minutes d'incubation à température ambiante et à l'obscurité, lire l'absorbance mesurée à 510 nm (Figure 23).

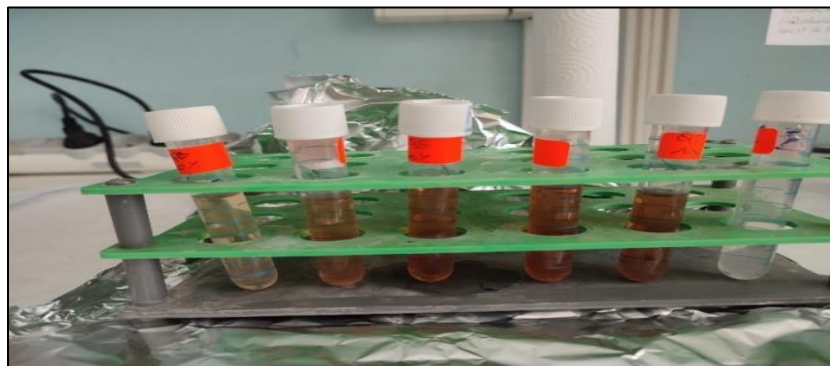


Figure 23. Les solutions standards de la quercétine et le blanc après incubation.

1.6.2.3 Effet de balayage du radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) :

❖ Principe :

La molécule de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est définie comme un radical libre stable par la vertu de la délocalisation de l'électron disponible, qui provoque la couleur violette profonde, caractérisée par une absorption. L'activité antioxydante est déterminée donc par la capacité de balayage de ce radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) (91).

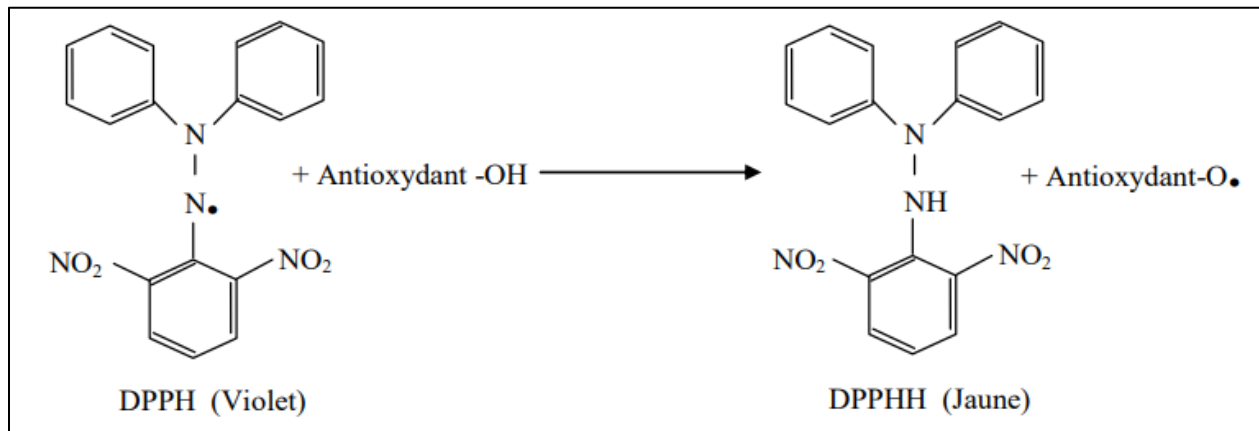


Figure 24. Réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH (92).

Dans ce test, le radical chromogène violet 2,2-diphényl-1 picrylhydrazyle (Figure 24) est réduit par des composés antioxydants/réducteurs en l'hydrazine jaune pâle correspondante. La capacité de balayage est généralement évaluée dans des milieux organiques en surveillant la diminution de l'absorbance à 515-528 nm jusqu'à ce que l'absorbance reste constante (93).

❖ Protocole de dosage :

La capacité du piégeage du radical DPPH a été déterminée par la méthode de Velázquez et al 2003 (94) :

- Préparer la solution mère du miel à 100 mg/mL.
- Préparer les solutions filles de miel de différentes concentrations (20, 40, 60 et 80 mg/mL à partir de la solution mère du miel.
- Ajouter 0,75 mL de différentes concentrations (20–100 mg/ml) de miel à 1,5 mL de la solution méthanolique de DPPH de 0,02 mg/mL.

-Après incubation de 30 minutes à l'obscurité et à température ambiante (23 ± 2 °C), mesurer l'absorbance à 517 nm contre un blanc de méthanol (Figure 25).

❖ *Expression des résultats :*

L'activité de radical-balayage (RSA) de DPPH a été calculée comme suit :

$$\%(\text{RSA}) = \left[\frac{A_{517\text{témoin}} - A_{517\text{échantillon}}}{A_{517\text{témoin}}} \right] \times 100$$

$A_{517\text{témoin}}$: l'absorbance de la réaction du témoin (contenant tous les réactifs, excepté l'échantillon d'essai).

$A_{517\text{échantillon}}$: absorbance du miel.

-L'acide ascorbique est utilisé comme un témoin positif, et la concentration en extrait qui inhibe 50% (IC50) du radical DPPH est calculée à partir du graphe du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration d'extrait en utilisant l'équation exponentielle.

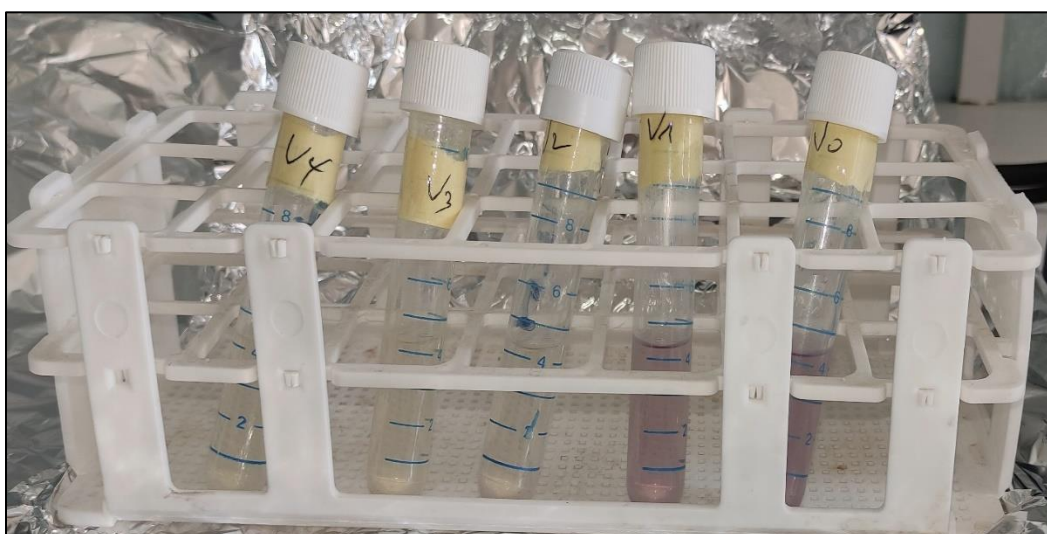


Figure 25. Les solutions filles d'un échantillon du miel + DPPH, après incubation et avant lecture spectrophotométrique.

❖ *Préparation de la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique AA :*

a- Préparation de 50 mL de la solution étalon mère de l'AA à 100 mg/L :

-Dissoudre 5 mg d'AA dans le méthanol, puis transvaser cette solution dans une fiole jaugée de 50 mL.

-Compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

b- Préparation des solutions étalons filles d'AA :

-A partir de la solution étalon mère d'AA à 100 mg/L, nous avons préparé quatre solutions filles à 20, 40, 60 et 80 mg/L, soit le volume pipeté pour obtenir 10 mL de chaque solution fille est : 2, 4, 6 et 8 mL respectivement.

-Prélever les volumes à partir de la solution étalon mère de l'AA, les transvaser dans des fioles jaugées de 10 mL, puis compléter avec du méthanol jusqu'au trait de jauge.

-Dans des tubes à essai, mélanger 0,75 mL des solutions standards d'AA (20, 40, 60, 80 et 100 mg/L) avec 1,5 mL de la solution méthanolique de DPPH de 0,02 mg/mL.

-Après incubation de 30 minutes à l'obscurité et à température ambiante, mesurer l'absorbance à 517 nm contre un blanc de méthanol.

Partie Expérimentale

Résultat

2. Résultats :

2.1 Résultats de l'analyse physico-chimique des échantillons du miel :

2.1.1 Teneur en eau et degré Brix :

2.1.1.1 Teneur en eau :

Les résultats obtenus sont représentés au niveau de la (Figure 26).

Les valeurs obtenues sont comprises entre 12,6% et 23,38%, cette large gamme indique une certaine variabilité dans la teneur en eau des échantillons de miel testés, avec une valeur moyenne de 17,20% et un écart type de 2,95% ce qui indique une certaine cohérence entre les résultats obtenues.

Les deux échantillons de miel (M10) et (M11) présentent la valeur la plus basse qui est de 12,6%.

La plupart des échantillons (M1, M2, M4, M5, M7, M8, M9, M10, M11, M12, M13, M14, M15, M16) qui présentent plus 87% des échantillons ont des valeurs en teneur en eau qui se situent au-dessous de 20% avec des valeurs comprise entre 12,6 et 18,83%.

Il faut noter que les deux échantillons (M3) et (M6) ont des valeurs en teneur en eau plus élevées que 20%.

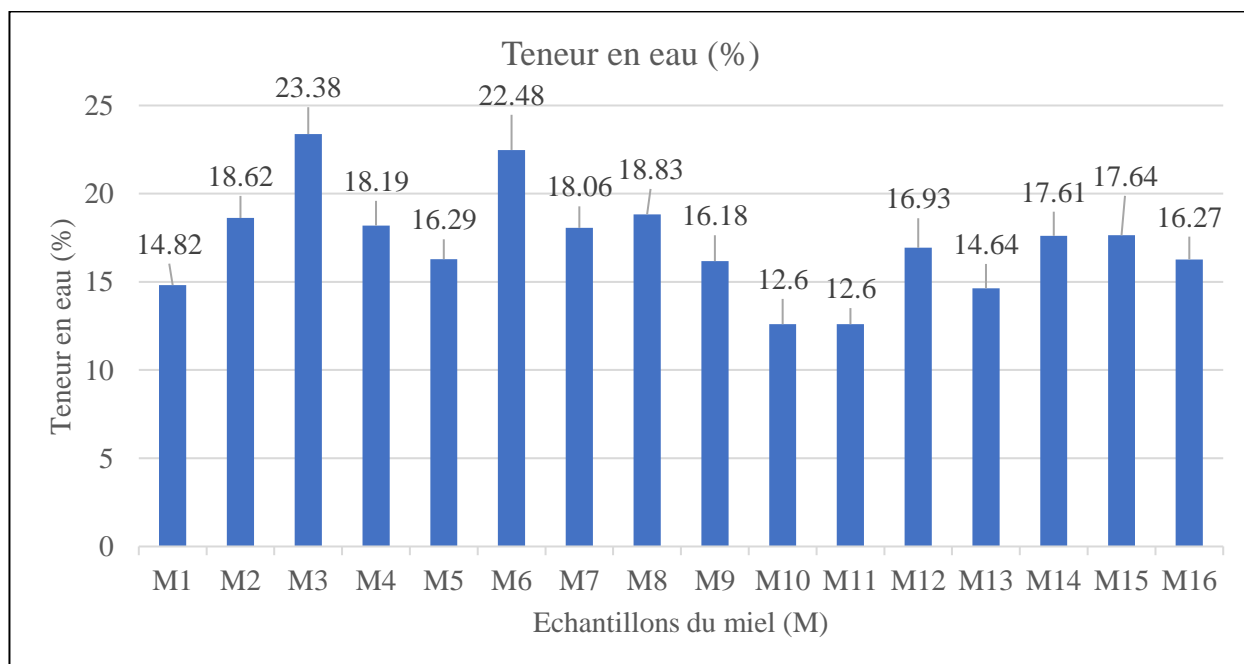


Figure 26. Teneur en eau des miels analysés.

2.1.1.2 Degré Brix :

Les résultats obtenus sont représentés au niveau de la (Figure 27).

Le degré Brix mesure la concentration de sucres solubles dans une solution de miel.

Les valeurs obtenues sont comprises entre 75,07 et 85,53 qui sont relativement étroite avec une moyenne de 81,28 et un écart type de 2,53.

Les valeurs minimales et maximales du degré Brix montrent l'étendue de la concentration en sucres solubles dans l'échantillon. Dans ce cas, les valeurs vont de 75,07 (la plus basse) à 85,53 (la plus élevée).

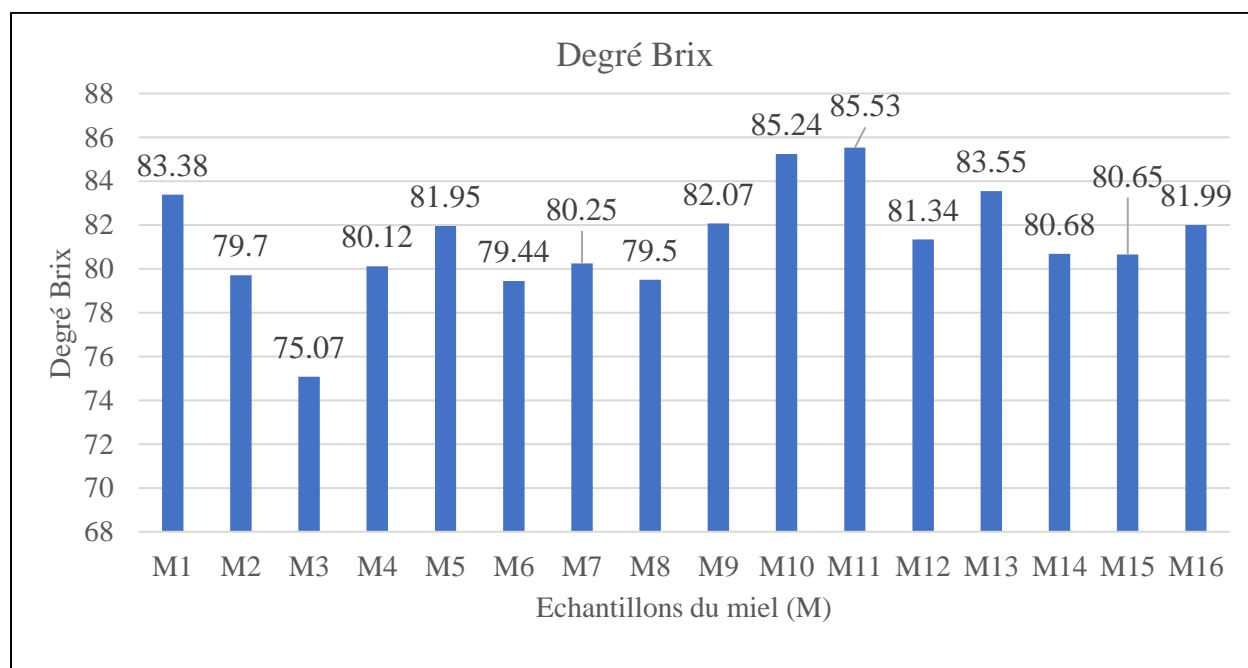


Figure 27. Degré Brix des miels analysés.

2.1.2 Conductivité électrique :

Les résultats obtenus sont représentés par la (Figure 28).

Les résultats montrent que la conductivité électrique des échantillons de miel se situe entre 0,14 et 0,62 millisiemens par centimètre mS/cm, avec une moyenne de 0,32 mS/cm et un écart type de 0,13 mS/cm.

L'échantillon (M10) présente la valeur la plus haute en termes de la conductivité électrique avec une valeur de 0,62 mS/cm qui est d'une couleur brun foncé.

L'échantillon (M12) présente la valeur la plus basse entre les seize échantillons avec une valeur de 0,14mS/cm suivie de l'échantillon (M15) qui sont des miels de cresson de couleur banches translucides.

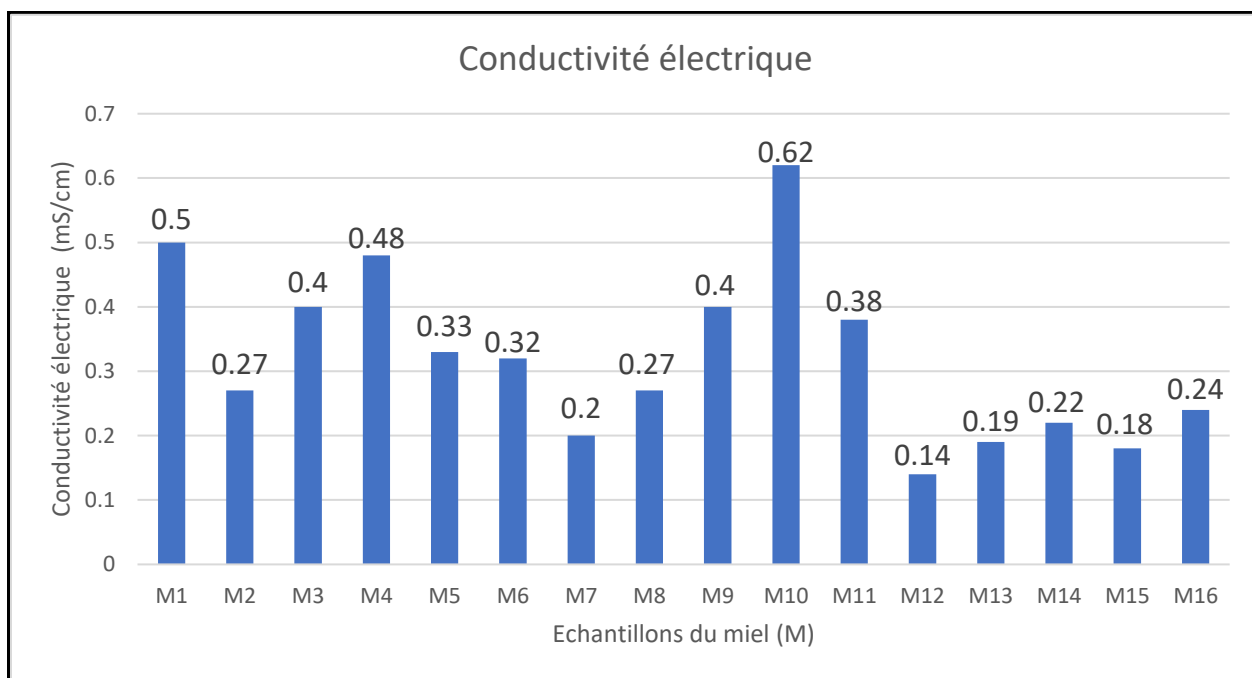


Figure 28. Conductivité électrique des miels analysés.

2.1.3 pH :

Les résultats obtenus sont représentés par la (Figure 29).

Le pH de tous types de miels présentés oscille entre 3,5 et 5,7 avec une moyenne de 3,5 et un écart type 0,5.

L'échantillon (M11) présente la valeur de 5,7 du pH qui est la plus élevée.

Les autres échantillons ont des valeurs plus proches à celle de la moyenne.

Le pH moyen de 3,5 indique que la plupart des miels analysés sont légèrement acides.

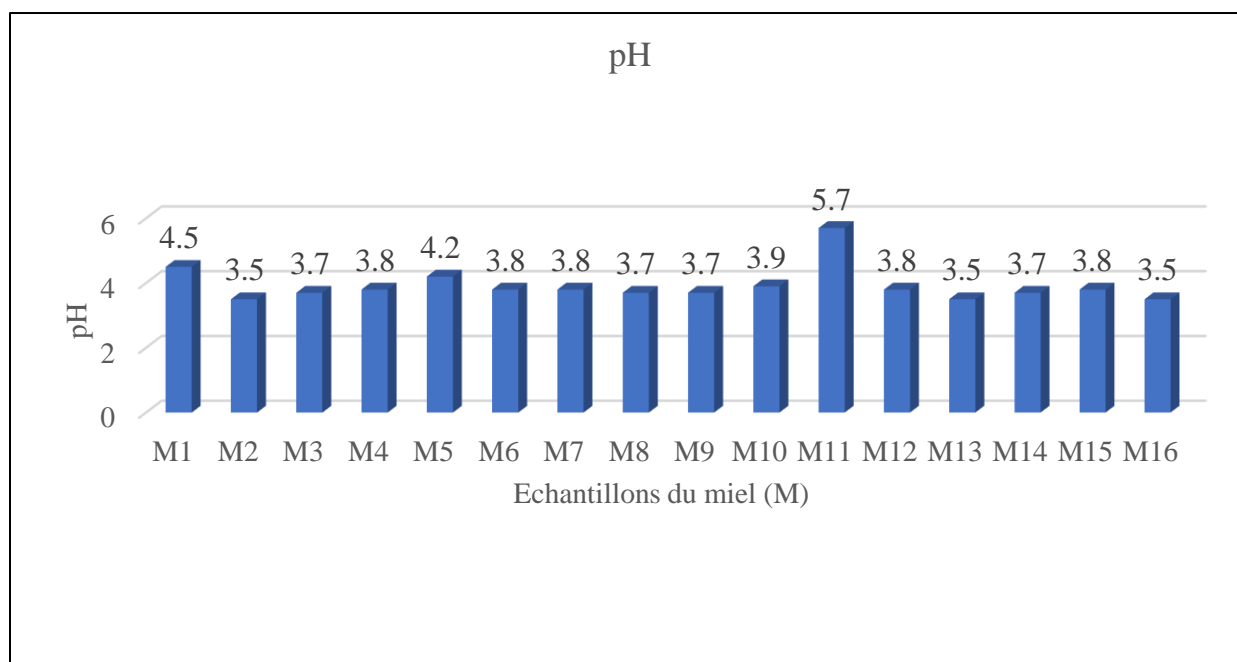


Figure 29. pH des miels analysés.

2.1.4 Acidité totale :

Les résultats obtenus sont représentés par le (Tableau VII).

- Les valeurs obtenues lors du dosage de l'acidité libre de nos seize échantillons sont comprises entre une valeur minimale de 1,052 méq/kg et une valeur maximale de 9,406 méq/kg, avec une moyenne 4,544 méq/kg de et un écart type de 2,302 méq/kg.

L'échantillon (M11) présente la valeur minimale de l'acidité libre.

L'échantillon (M10) présente la valeur maximale de l'acidité libre.

- Concernant l'acidité combinée, on a obtenu une valeur minimale de 160,49 méq/kg et une valeur maximale de 169,56 méq/kg, avec une moyenne de 164,33 méq/kg et un écart type de 3,151 méq/kg.

L'échantillon (M3) présente la valeur minimale de l'acidité combinée.

L'échantillon (M4) présente la valeur maximale de l'acidité combinée.

Une valeur anormale est une valeur qui est très éloignée de la moyenne. Dans ce cas, il n'y a aucune valeur anormale. Toutes les valeurs se situent dans la plage de 3,151 écarts type de la moyenne.

- L'acidité totale est la somme de l'acidité libre et l'acidité combinée.

Les résultats de l'acidité totale nous montrent une valeur minimale de 166,70 méq/kg et une valeur maximale de 174,76 méq/kg, avec une moyenne de 168,87 méq/kg et un écart type de 2,698 méq/kg.

L'échantillon (M3) présente la valeur minimale pour l'acidité totale.

L'échantillon (M9) présente la valeur maximale pour l'acidité totale.

Tableau VII. Les valeurs de l'acidité (AL, AC et AT) des miels analysés.

Echantillon du miel	AL (méq/kg)	AC (méq/kg)	AT (méq/kg)
M1	2,065	165,68	167,745
M2	5,710	162,30	168,010
M3	6,208	160,49	166,698
M4	3,990	169,56	173,550
M5	3,977	169,53	173,507
M6	2,989	164,00	166,989
M7	2,642	165,14	167,782
M8	6,090	160,71	166,800
M9	5,992	168,77	174,762
M10	9,406	161,40	170,806
M11	1,052	165,84	166,892
M12	1,902	165,49	167,392
M13	6,385	161,36	167,745
M14	5,484	161,64	167,124
M15	2,073	166,03	168,103
M16	6,746	161,31	168,056

2.1.5 Teneur en sucres réducteurs :

Les résultats obtenus sont représentés par le (Tableau VIII).

- Les teneurs obtenues pour les sucres réducteurs des miels varient de 26,400 à 99,750%, avec une moyenne de 64,225% et un écart type de 18,980%.

Les échantillons (M4) et (M12) présentent des résultats très élevés en sucres réducteurs.

L'échantillon (M5) présente la valeur minimale en sucres réducteurs.

- Les proportions de sucres non réducteurs (saccharose) varient de 0,048 à 0,760% avec une moyenne de 0,257 et un écart type de 0,248.

Tableau VIII. Teneurs en sucres réducteurs et le taux de saccharose des miels analysés.

Echantillon du miel	Teneurs en sucres réducteurs (mg)	Taux de saccharose (mg)
M1	59,220	0,114
M2	60,350	0,114
M3	56,060	0,057
M4	99,750	0,760
M5	26,400	0,095
M6	55,160	0,057
M7	65,950	0,219
M8	43,440	0,057
M9	79,630	0,475
M10	52,210	0,048
M11	57,540	0,086
M12	97,660	0,751
M13	65,890	0,228
M14	72,180	0,399
M15	73,880	0,418
M16	57,270	0,095

2.1.6 Teneur en HMF :

Les résultats obtenus sont représentés par la (Figure 30).

Les teneurs en HMF, montrent des valeurs comprises entre 2,07 à 39,36 mg/Kg, avec une moyenne de 21,34 mg/Kg et un écart type de 9,45 mg/Kg.

La valeur minimale en HMF est présentée par l'échantillon (M11).

L'échantillon (M7) représente la valeur maximale en HMF.

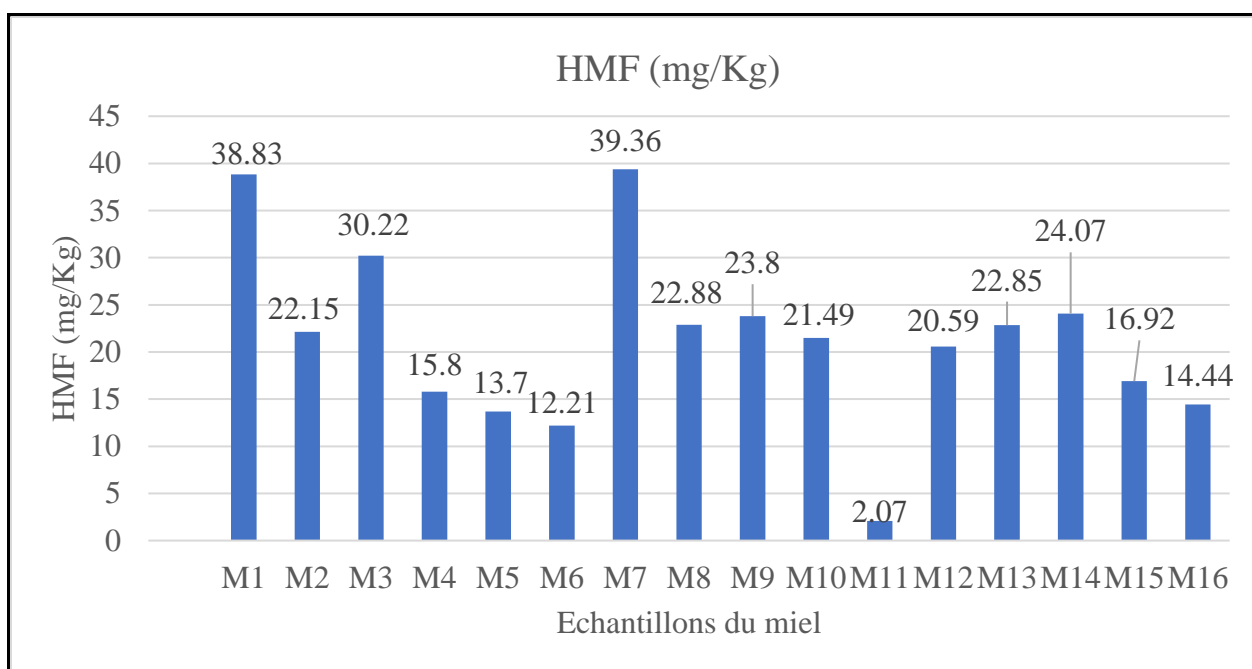


Figure 30. Teneur en HMF des miels analysés.

2.2 Résultats sur l'évaluation de l'activité antioxydante du miel :

2.2.1 Contenu en polyphénols totaux :

2.2.1.1 Courbe d'étalonnage de l'acide gallique :

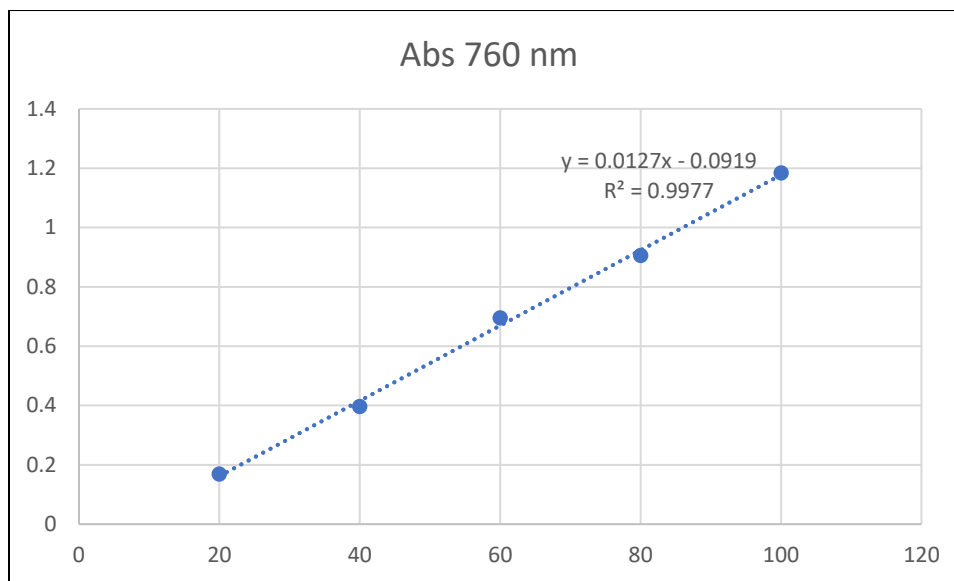


Figure 31. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

2.2.1.2 Contenu en polyphénols totaux :

Le tableau IX montre que la teneur en polyphénols enregistrée dans les miels varie entre 8,0761 et 28,9685 (mg EAG/100g de miel), avec une moyenne de 15,9408(mg EAG/100g de miel) et un écart type de 7,2974(mg EAG/100g de miel).

L'échantillon (M1) représente la valeur minimale en polyphénols totaux.

La valeur maximale en PPT est présentée par l'échantillon (M15).

Tableau IX. Contenu en polyphénols totaux dans les miels analysés.

Echantillon de miel	C (mg EAG/ 100 g de miel)
M1	8,0761
M2	22,5118
M3	9,7034
M4	14,3228
M5	9,3885
M6	27,6824
M7	17,1837
M8	19,7822
M9	9,1785
M10	10,2546
M11	14,5591
M12	9,2572
M13	16,8504
M14	27,1837
M15	28,9685
M16	10,1496

2.2.2 Contenu en flavonoïdes totaux :

2.2.2.1 Courbe d'étalonnage de la quercétine :

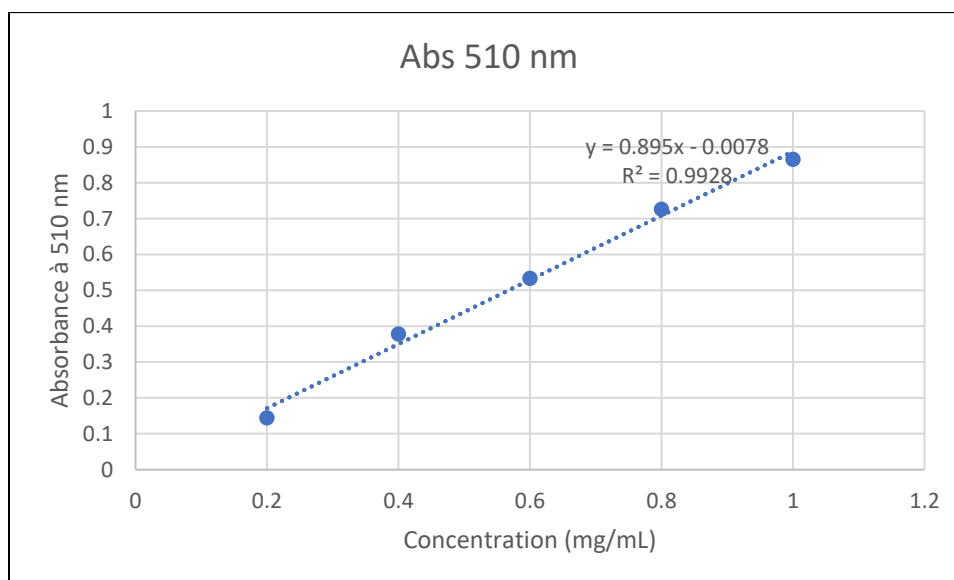


Figure 32. Courbe d'étalonnage de la quercétine.

2.2.2.2 Contenu en flavonoïdes totaux :

Les résultats sont représentés par le Tableau X.

Le taux des flavonoïdes des miels analysés varie entre 1,095 et 5,117 mg EQ/100g de miel, avec une moyenne de 2,468 mg EQ/100g de miel et un écart type de 1,146 mg EQ/100g de miel.

Les résultats enregistrés montrent que la concentration la plus élevée est observée avec l'extrait de miel de la région Merbah Ouled Mimoun (M10) de couleur brun foncé, la valeur la plus faible est obtenue pour l'échantillon (M6) qui est de couleur jaune claire.

Tableau X. Contenu en flavonoïdes totaux dans les miels analysés.

Echantillon du miel	C (mg EQ/g de miel)	C (mg EQ/100g de miel)
M1	0,043	4,261
M2	0,020	1,989
M3	0,015	1,542
M4	0,012	1,207
M5	0,015	1,542
M6	0,011	1,095
M7	0,016	1,579
M8	0,023	2,324
M9	0,034	3,441
M10	0,051	5,117
M11	0,021	2,101
M12	0,018	1,765
M13	0,025	2,547
M14	0,037	3,702
M15	0,024	2,436
M16	0,028	2,845

2.2.3 Activité antioxydante (La capacité de piégeage des radicaux libres %DPPH) :

2.2.3.1 Activité antioxydante :

La Tableau XI présente les résultats du test DPPH et qui résume la variation du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration du miel (20–100 mg/ml). À des fins comparatives, un antioxydant standard a été utilisé : l'acide ascorbique.

Tableau XI. Résultats du test DPPH.

Paramètre	Moyenne+/- Ecart-type	Min-Max
DPPH	51,04 +/- 10,74	23,9 +/- 76,51

2.2.3.2 Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique :

La courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique est représentée dans la figure suivante :

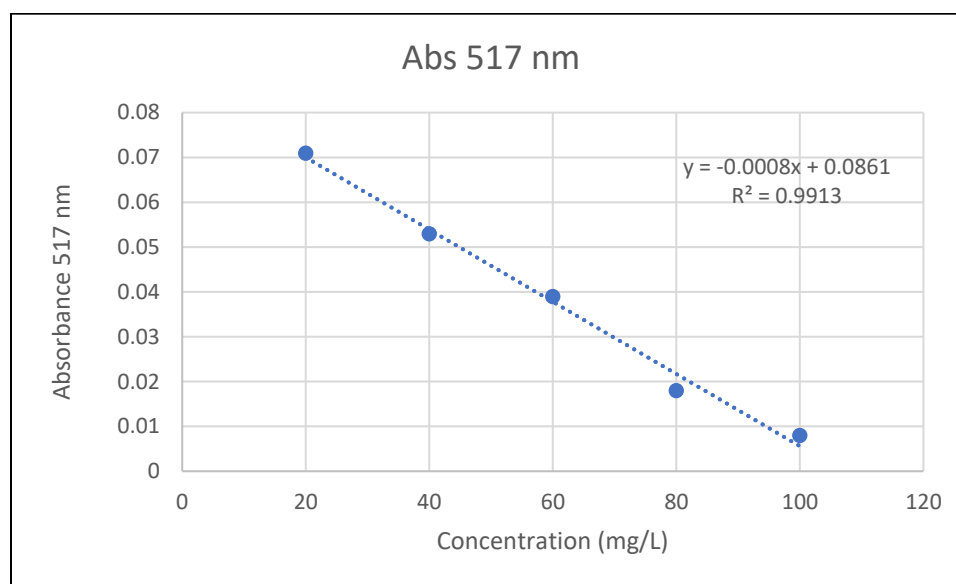


Figure 33. Pourcentage du piégeage du radical DPPH des antioxydants standard (acide ascorbique) et des échantillons du miel.

2.2.3.2. Balayage du radical DPPH :

Les IC50 des échantillons du miel ont été déterminées dans le Tableau XI :

Tableau XII. Valeurs d'IC50 des échantillons testés et du témoin.

Echantillons du miel	IC50(mg/mL)
M1	56,96
M2	76,51
M3	47,19
M4	52,28
M5	46,61
M6	40,64
M7	46,23
M8	73,6
M9	32,6
M10	61,03
M11	62,05
M12	23,9
M13	35,88
M14	58,14
M15	49,31
M16	53,63
AA	22,9

L'échantillon du miel M12 (miel de cresson) présente l'activité antioxydante la plus élevée avec IC50 = 23,9 mg/mL et l'échantillon M2 (miel multifleurs) a montré une activité antioxydante très faible avec IC50 = 76,51 mg/mL.

Partie Expérimentale

Discussion

3. Discussion :

3.1 Discussion des résultats de l'analyse physico-chimique des échantillons du miel :

3.1.1 Teneur en eau et degré Brix :

3.1.1.1 Teneur en eau :

Plus de 87% de nos échantillons de miel présentaient une teneur en eau inférieure aux limites fixées par le Codex Alimentarius et l'Union européenne, avec une moyenne de $17,20 \pm 2,95\%$. Cependant, deux échantillons (M3 et M6) dépassaient les 20% de teneur en eau (M3 : 23,38% et M6 : 22,48%) ; ces valeurs peuvent être dues soit à une récolte trop précoce, soit simplement à l'hygroscopicité du miel, car ils ont été analysés dans un délai d'un an après leurs récoltes.

La majorité de nos échantillons de miel sont donc mûrs, récoltés à des périodes appropriées et ont été extraits dans de bonnes conditions. Ils ne risquent pas de fermenter et peuvent être conservés sans altération de leurs propriétés physico-chimiques dans des conditions appropriées.

Le tableau XIII présente les résultats obtenus comparés avec des études algériennes et étrangères (95-101), la comparaison montre une similarité de valeurs.

Tableau XIV. Teneur en eau des miels algériennes et étrangères.

L'étude	Lieu de l'étude	Nbr d'échantillon	Teneur en eau %
Nos résultat	Algérie (Tlemcen)	16	12,6 - 23,38
Zidane D <i>et al.</i> (2022)	Algérie (Ouest)	64	14,20 - 20,80
Otmani I <i>et al.</i> (2019)	Algérie (Nord-est)	2	18 - 20,8
Bella D G <i>et al.</i> (2020)	Algérie (Nord)	28	13,5 - 19,3
Belhaj O <i>et al.</i> (2015)	Maroc	5	18,55 - 21,01
Raweh HSA <i>et al.</i> (2023)	Arabie saoudite	20	13,1 - 17,1
Abera T <i>et al.</i> (2023)	Ethiopie (Nord-est)	24	13,2 - 17,39
Royo V.A.-O <i>et al.</i> (2022)	Brasil	7	17,5 - 19,5

3.1.1.2 Degré Brix :

La valeur Brix du miel est corrélée à la teneur en sucre du miel, une augmentation de la teneur en sucre conduisant à la croissance de Brix.

Les miels analysés présentent un degré Brix compris entre 75,07 et 85,53 et une moyenne de $81,28 \pm 2,53$, Cela signifie que certains échantillons de miel ont une concentration en sucres solubles légèrement plus basse que la moyenne, tandis que d'autres ont une concentration légèrement plus élevée.

Globalement, ces résultats indiquent que les échantillons de miel présentent une concentration en sucres solubles typique pour le miel, avec une faible variabilité par rapport à la moyenne. Cela suggère que les échantillons de miel analysés ont des caractéristiques physico-chimiques cohérentes en termes de teneur en sucres solubles, ce qui est conforme aux normes de qualité pour le miel.

Une étude algérienne menée par Otmani I *et al.* (2019) sur deux échantillons de miel depuis deux sites non pollués situés dans la région de Skikda, le nord-est de l'Algérie, a révélé que les miels analysés présentaient des degrés Brix compris entre 77,7 et 80,5, avec une moyenne de 79,1 (96).

Le travail de Kaoudji Younes, Nehlil Malek et Sadadou Amina (2020) sur le miel de Nord-Ouest de la ville de Tizi Ouzou montre une moyenne en degré Brix de 81,5 (102).

L'étude menée par Ulloa P *et al.* (2015) sur des miels du sud du Portugal a révélé une fourchette de degrés Brix allant de 78,00 à 79,94, avec une moyenne de $78,35 \pm 0,49$ (103).

Ces résultats sont concordants avec ceux trouvés pour nos échantillons de miel.

3.1.2 Conductivité électrique :

La conductivité électrique moyenne des miels analysés est de $0,32 \pm 0,13$ mS/cm, avec des extrêmes de 0,14 et 0,62 mS/cm. La conductivité de tous les échantillons est inférieure à la limite maximale recommandée par le Codex Alimentarius pour les miels de nectar (0,8 mS/cm). Ce résultat suggère que les échantillons proviennent de fleurs, car les miels de miellat ont une conductivité plus élevée.

Une faible conductivité électrique est cohérente avec la nature du miel, qui est naturellement pauvre en ions. Cela renforce l'authenticité des échantillons de miel, car une conductivité électrique élevée pourrait résulter d'une dilution ou d'une altération.

En comparant les résultats que nous avons obtenus avec ceux précédemment publiés par d'autres études, on peut constater que nos résultats sont similaires aux résultats obtenus par les auteurs dont Laallam H *et al.* (2015) sur 32 miels algériens de la région de Sahara (0,46 à 0,56 mS/cm) (104), khalil I *et al.* (2012) sur 4 miels algériens (0,417 à 0,806 mS/cm) (31).

Nos résultats sont un petit peu inférieur aux résultats obtenus par Mouhoubi Z *et al.* (2018) qui ont réalisé l'étude sur 6 échantillons de miel (4 de la région de Bejaïa et 2 d'autres régions) qui ont présentés des résultats compris entre (0,41 à 1,41 mS/cm) (105), et à l'étude présenté par Mehdi Y *et al.* (2018) sur 23 miels collectés dans les régions du nord des différentes zones d'Algérie (0,310 à 1,643 mS/cm) (106) ; l'infériorité remarquée en termes des résultats par rapport au ces résultats peuvent être due à l'absence des miels de miellat dans nos échantillons.

Nos résultats étaient aussi similaires à ceux de certains miels de la Malaisie faite par Robin L *et al.* (2022) avec une moyenne de 0,781 mS/cm pour une étude faites sur 25 échantillons (107), et de la Roumanie cité par Vîjan *et al.* (2023) avec des résultats de (0,169 à 0,615 mS/cm) sur cinq miels différents (108).

3.1.3 pH :

Le pH du miel étudié a été déterminé, révélant une tendance à l'acidité, avec une plage de valeurs comprise entre (3.5-5.7) et une moyenne de $3,5 \pm 0,5$, et il faut mentionner que 15/16 échantillons avaient des résultats compris entre (3,5 et 4,5), et juste l'échantillon M11 de jujubier avait un pH de 5,7, ce qui peut nous dire qui est peut-être un mélange de miel de fleur et de miellat ; ces résultats sont cohérents avec les constatations de Ketfi L *et al.* (2023), à partir de sites situés dans deux régions de Souk-Ahras, qui ont également observé une acidité marquée dans leurs échantillons de miel, avec des valeurs de pH variant entre 3,5 et 4,38 avec une moyenne de 3.738 ± 1.666 (109). Cette concordance suggère une cohérence dans les propriétés physico-chimiques du miel, malgré d'éventuelles variations géographiques.

Cependant, des divergences sont apparues dans les résultats obtenus par d'autres études :

Le travail D'Ait Adi Chahrazad et Rami Dehbia (2019) sur des miels de différentes régions de l'Algérie ont révélé une gamme plus large de valeurs de pH, allant de 3,15 à 6,21 avec une moyenne de $4,304 \pm 0,033$ (110). Cette variation pourrait être attribuée à des facteurs géographiques ou environnementaux spécifiques à la région de collecte de chaque échantillon.

D'autre part, le travail fait par Bouzid Ghania, Hattab Halima et Khattou Fatiha (2021) sur des miels de Pégane (*Peganum harmala*) proviennent de quatre régions (Djelfa, El Bayadh, Ksar chellala et Laghouat), ont montré des valeurs de pH plus restreintes, comprises entre 4,02 et 4,41 (111). De même, les résultats de l'étude faite par Bakchiche B *et al.* (2018) sur quatre échantillons de miel de la région de Laghouat (Sahara Algérien) ont montrer une fourchette de valeurs de potentiel d'hydrogène aussi restreintes situé de 3,97 et 4,65 avec une moyenne de 4,3 (112).

Cette hétérogénéité des résultats pourrait refléter des différences dans les sources florales, environnementale ou les pratiques apicoles dans les régions d'origine respectives.

Il convient de noter que malgré ces variations, tous les miels examinés, y compris ceux que nous avons étudiés dans notre recherche, présentent un pH acide. Cette caractéristique est en accord avec les normes établies par le Codex Alimentarius. La présence de cette acidité dans divers types de miel suggère l'influence commune de facteurs internes, notamment la flore butinée par les abeilles, la sécrétion salivaire des abeilles, ainsi que les processus enzymatiques et

fermentaires intervenant lors de la transformation du nectar en miel. Ces processus biochimiques pourraient jouer un rôle essentiel dans la régulation du pH final du miel (113).

3.1.4 Acidité libre :

Les niveaux d'acidité libre dans le miel analysé se sont étendus sur une plage de valeurs allant de 1,05-9,40 méq/kg et une moyenne de $4,544 \pm 2,302$ méq/kg. Une infériorité des valeurs de l'acidité libre a été signalé des échantillons étudiés mais qui se trouvent toujours dans l'intervalle des normes du Codex Alimentarius et de l'UE.

Le travail fait par Bouzid Ghania, Hattab Halima et Khattou Fatiha en 2021 sur quatre miels de Pégane (*Peganum harmala*) a montré des résultats en acidité libre plus ou moins similaires à nos résultats avec des valeurs qui oscillent entre 4 à 27 méq/kg avec une moyenne de $11,75 \pm 10,62$ méq/kg (111). Une autre similarité d'un point de vue résultat été mentionné par le travail de Akhal Yamina, Belkacem Kaissa et Bouhadjer Zakia en 2022 qui a été effectué sur 6 échantillons de miel multifleurs provenant de déférentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou en 2022, après analyses ils ont trouvé une moyenne en acidité libre $11,45 \pm 1,95$ méq/kg et des valeurs qui se situent de $5,25 \pm 0,25$ à $16,50 \pm 1,5$ meq/kg (114).

En outre une étude menée par Siluana K *et al.* (2019) sur des miels de miellats de différentes régions européenne a donné des résultats comprise entre 15.1 et 49.4 méq/kg indiquant une qualité acceptable et un niveau de détérioration faible ou nul. Cette comparaison frappante met en évidence la diversité des résultats obtenus à partir de diverses sources géographiques (115).

Dans une autre étude portant sur trente-huit échantillons de miel provenant de onze localités différentes, situées dans les régions nord, centrale et sud de la zone semi-aride de Djelfa, réalisée par Mekious *et al.* (2015), des résultats similaires ont été obtenus pour l'acidité libre, avec des valeurs comprises entre 2,61 et 14,40 méq/kg (116). Il convient de noter qu'il existe des différences géographiques notables entre les régions de Tlemcen et Djelfa. Cependant, malgré ces différences, les résultats obtenus dans les deux études présentent une similitude frappante.

Cette similitude suggère plusieurs conclusions potentielles. Tout d'abord, bien que les régions de Tlemcen et Djelfa aient des climats différents, il est envisageable que les facteurs climatiques n'aient qu'un impact limité sur l'acidité libre du miel. De plus, il est possible que des techniques apicoles similaires aient été employées pour la récolte, le traitement et le stockage des

échantillons de miel dans les deux régions étudiées. Cette cohérence dans les résultats souligne l'importance de comprendre les pratiques apicoles locales et leur impact sur la qualité du miel et plus précisément son acidité.

3.1.5 Teneur en sucres réducteurs et taux de saccharose :

3.1.5.1 Teneur en sucres réducteurs :

Les teneurs obtenues pour les sucres réducteurs des miels varient de 26,400% à 99,750%, avec une moyenne de $64,225\% \pm 18,980\%$.

La moitié des échantillons présente des résultats conformes aux normes fixées par le Codex Alimentarius, qui est de 60% en tant que limite minimale. C'est le cas des échantillons (M2, M4, M7, M9, M12, M13, M14, M15). L'autre moitié affiche des résultats soit très proches de la limite minimale, comme les échantillons (M1, M3, M6, M10, M11, M16), soit légèrement inférieurs, comme le montrent les valeurs des échantillons (M5, M8).

Dans notre étude, 75 % des échantillons de miel présentaient des quantités de sucres réducteurs comprises entre 52,21 % et 79,63 %. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par divers auteurs, notamment Makhloufi C *et al.* (2010), qui ont étudié 66 miels de différentes régions algériennes et ont trouvé des taux de sucres réducteurs allant de 55,20 % à 79,80 % (117); Mouhoubi-Tafnine Z *et al.* (2018), qui ont analysé 6 échantillons de miel de l'est algérien et ont obtenu des valeurs comprises entre 62,75 % et 76 % (105); et Haouam *et al.* (2015), qui ont examiné 20 miels provenant des régions semi-arides du nord-est de l'Algérie et ont obtenu des résultats de 49,82 % à 77,14 % en termes de pourcentage de sucres réducteurs (118). Cette similitude peut être attribuée à la composition florale des échantillons de miel étudiés.

Cependant, 25 % des miels (soit 4 échantillons) ont présenté des résultats non conformes en ce qui concerne les sucres réducteurs, soit supérieurs M4 et M12, soit inférieurs M5 et M8. Pour les échantillons M4 et M12, qui ont des taux de sucres réducteurs supérieurs aux normes, il est possible que ces miels aient été contaminés par l'ajout de sucre, étant donné que leur teneur en sucres réducteurs est très élevée. Cela suggère qu'il pourrait s'agir de miel naturel ayant été altéré par l'ajout de sucre. En ce qui concerne les échantillons M5 et M8, qui ont des taux de sucres réducteurs inférieurs aux normes, il est possible que ces miels aient été mal conservés, et il se

peut également que les dates de récolte déclarées par les apiculteurs soient incorrectes, ou il y'avais une faute de manipulation lors de dosage de ses deux échantillons.

3.1.5.2 Taux de saccharose :

Les proportions de sucres non réducteurs des miels analysés varient de 0,048 à 0,760 % avec une moyenne de $0,257 \% \pm 0,248$.

Les résultats sont dans les normes du Codex Alimentarius, mais ils sont un peu bas par rapport aux études de : Mouhoubi-Tafnine *et al.* (2018) avec des taux en saccharose de (0.95 - 13.64%) (105) ; Makhloufi C *et al.* (2010) qui ont trouvé une teneur qui varie entre (0 - 4.30 %) (117).

En parallèle, nos résultats sont comparables à ceux des études menées par Mehdi Y *et al.* (2018), qui ont analysé 23 miels de différentes natures et de différentes régions algériennes. Les résultats de cette étude, qui ont révélé une teneur en saccharose comprise entre 0 % et 2,286 %, avec une moyenne de $0,621 \% \pm 0,754 \%$, sont similaires à ceux de notre étude (106).

De même, les résultats de notre étude sont comparables à ceux de l'étude menée par Agripina Scripca A *et al.* (2019), qui ont analysé 16 échantillons de miels d'origine polyfleurs et 12 miels de prairie du nord de la Roumanie ; cette étude a révélé une teneur en saccharose comprise entre 0,19 % à 1,95 % et 0,27 à 0,99 % d'une manière successive (119).

Enfin, l'étude de Gurbuz S *et al.* (2020), qui ont analysé 68 échantillons de miel du sud-est de la Turquie, a également révélé des résultats en saccharose similaires à ceux de notre étude. La teneur en saccharose de ces échantillons était comprise entre 0,39 % et 1,79 %, avec une moyenne de $0,90 \% \pm 1,35 \%$ (120).

Généralement la composition en sucres du miel est influencée par son origine botanique. Dans ce cas où on a une faible teneur en sucrose indique que les échantillons de miel ont été correctement maturés avant la récolte, et les valeurs du saccharose sont en accord aussi avec celles rapportées pour les miels du Mozambique (121, 122).

3.1.6 L'hydroxyméthylfurfural (HMF) :

Les teneurs en HMF, montrent des valeurs comprises entre 2,07 à 39,36 mg/Kg, avec une moyenne de $21,34 \pm 9,45$ mg/Kg.

Tous les résultats sont dans les normes décrites par le codex Alimentarius et de l'Union Européenne.

Nos résultats sont en concordance à celles reportés par ACHOURI Mohamed Y *et al.* (2021) ; qui ont fait une étude sur la teneur en 5-hydroxyméthylfurfural (HMF) sur 34 échantillons de miels du Nord-Ouest de l'Algérie, et qui ont trouvés des résultats dans la fourchette de 5,90 mg/kg et 47,10 mg/kg de miel, la teneur moyenne est de $21,15 \pm 11,7$ mg/kg, il faut juste noter qu'ils ont utilisé pour ce dosage la méthode de Winkler qui est une méthode un peu différente par-rapport à la méthode de White utilisé pour le dosage de nos seize échantillons (48).

Nos résultats sont aussi similaires aux résultats du travail fait par Belaidi A et Kadri R (2018) sur 15 échantillons de miel collectés de différentes régions de l'Algérie, et qui ont suivies la méthode de White pour ce dosage, les résultats trouvés lors de ce travail sont entre 0.44 et 34.88 mg/kg (123).

Dans une autre étude de Surma M.A-O *et al.* (2023), des échantillons de miel provenant des marchés de détail de sept pays de l'UE ont été analysés. Les échantillons provenaient d'Europe de l'Est (Pologne et Slovaquie), d'Europe du Sud (Italie, France et Espagne) et d'Europe du Nord (Écosse et Angleterre). Dans le cas des échantillons polonais, le miel a été acheté dans une région industrielle (Malopolska) et dans une région non industrielle (Warmia et Mazurie). Les échantillons étaient d'origines florales et géographiques totalement différentes. Les résultats de l'étude ont montré que les taux d'HMF dépassaient les limites recommandées pour la plupart des échantillons. Les auteurs ont conclu que la principale cause de ces valeurs élevées était la contamination des miels testés par des agrochimiques couramment utilisés. Ils ont confirmé cette conclusion en dosant les pesticides organophosphorés et les néonicotinoïdes, en parallèle avec l'HMF. Ces résultats suggèrent que la contamination par les agrochimiques est une cause importante de la détérioration du miel. Ils suggèrent également que le chauffage, les mauvaises techniques de stockage, l'humidité et la durée de stockage ne sont pas les seules causes de l'augmentation du taux d'HMF (124).

Dans notre cas, les valeurs obtenues indiquent la haute qualité des miels étudiés, car elles se situent toutes en dessous de la valeur maximale recommandée par le Codex Alimentarius (< 40 mg/kg). Cette qualité peut principalement être attribuée au fait que nos échantillons de miel sont en grande partie issus d'une récolte récente. De plus, ces miels n'ont pas été soumis à un chauffage excessif et ont été stockés et conditionnés de manière adéquate, et n'ont pas été détériorés par des contaminants externes dans les différentes périodes de production du miel, ce qui les maintient frais et de qualité exceptionnelle.

3.2 Discussion des résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante des miels :

3.2.1 Contenu en polyphénols totaux :

La teneur en polyphénols totaux dans la présente étude varie de 8,08 à 28,97 mg EAG/100 g d'extrait.

Une fourchette plus basse a été rapportée pour les miels de Slovénie (4,48-24,14 mg/100 g) (Bertoncelj, J *et al.* 2007) (125). Des teneurs plus élevées ont été observées dans les miels d'une région kabyle en Algérie (41,8-128,3 mg EAG/100g) (Ghorab A *et al.* 2021) (126), d'Espagne (33,9-154,2 mg/100 g) (Escuredo, O *et al.* 2011) (127), du Brésil (61,11-175,39 mg/100 g) (Sant'Ana, L.D *et al.* 2011) (128), d'Italie (16,5-133,3 mg/100 g) (Attanzio, A *et al.* 2016) (129), du Soudan (55,97 et 224,99 mg/100 g) (Lokossou, S.C *et al.* 2017) (130), et de Turquie (34,37 et 470,7 mg/100 g) (Gül, A *et al.* 2018) (131). Alors qu'une étude roumaine a montré des valeurs allant de 18,9 à 23,9 mg EAG/100 g (Pauliuc D *et al.* 2020) (132), une autre étude effectuée en Pologne a montré des valeurs allant de 15,84 à 56,79 mg EAG/100 g (Kedzierska-Matysek M *et al.* 2021) (133). Cette différence en composés phénoliques peut s'expliquer par la différence botanique et géographique des échantillons étudiés.

3.2.2 Contenu en flavonoïdes totaux :

Plusieurs études ont montré des teneurs en flavonoïdes totaux variables dans les miels de différents pays. Alors que dans notre étude le contenu en flavonoïdes varie de 1,095 à 5,117 mg EQ/100 g de miel.

Une étude établie par Ghorab A *et al.* (2021) dans une région kabyle en Algérie a reporté des valeurs allant de 2,3 à 9,7 mg EQ/ 100 g de miel (126).

Des valeurs plus faibles ont été enregistré dans le miel roumain de 1,08 à 3,2 mg EQ/100 g (Marghitas, L.A *et al.* 2010) (134), et dans le miel de Pologne de 0,014 à 2,994 mg EQ/100 g (Kedzierska-Matysek M *et al.* 2021) (133).

Des valeurs plus élevées ont été enregistrées dans le miel espagnol de 1,4 à 10,3 mg EQ/100 g (Escuredo, O *et al.* 2011) (127), dans le miel brésilien de 2,16 à 10,91 mg EQ/100 g (Sant'Ana, L.D *et al.* 2012) (128), dans le miel italien de 5,09 à 14,05 mg EQ/100 g (Perna, A *et al.* 2012) (135), et dans le miel portugais de 11,7 à 13,5 mg EQ/100 g (Gomes, T *et al.* 2011) (136).

3.2.3 Activité antioxydante :

Le DPPH est un radical libre organique protonique stable sous sa forme cristalline, mais en solution aqueuse, il devient réactif. La DPPH mesurée après une certaine période de temps est inversement proportionnelle à l'activité de l'antioxydant, c'est-à-dire que la couleur jaune maximale indique une activité antioxydante élevée.

Les valeurs du pourcentage d'inhibition varient entre (23,9 - 76,51%). D'après la valeur moyenne du pouvoir antiradicalaire de tous les échantillons étudiés qui est de $51,04 \pm 10,74\%$, la puissance de cette activité varie considérablement, d'un échantillon à un autre.

Ces résultats sont similaires de ceux rapportés par Zaidi *et al.* (2018) sur 31 miels Algériens (4,41 - 83,93 %) (137), et ceux de Boussaid *et al.* (2018) sur 6 miels tunisiens (11,08 - 93,26 %) (138), et une légère différence avec celle de Djelloul Z (2022) qui est une étude faite sur 64 miels de l'Ouest Algérien avec 14,02 – 78,94 % (95).

Pourtant, ces résultats sont différents de ceux rapportés par El-Haskoury *et al.* (2018) sur 8 miels marocains (12,54 - 23,52%) (139) et ceux de Rodríguez-Flores *et al.* (2019) sur 40 miels en Espagne (10,1 - 12 %) (Voir Tableau XIV).

Tableau XV. Résultats du test DPPH des miels décrits dans quelques études.

	Lieu	N échantillon	DPPH (%)
Notre étude	Tlemcen (Algérie)	16	23,9 - 76,51
Djelloul Z (2022)	Ouest Algérien (Algérie)	64	14,02 – 78,94
Zaidi <i>et al.</i> (2019)	Algérie	31	4,41 – 83,93
Boussaid <i>et al.</i> (2018)	Tunisie	6	11,08 – 93,26
El-Haskoury <i>et al.</i> (2018)	Maroc	8	12,54 – 23,52
Rodríguez-Flores <i>et al.</i> (2019)	Espagne	40	10,1 - 12

La valeur d'IC50 est définie comme la concentration de miel qui inhibe 50 % du radical DPPH. Cette valeur est calculée par la modélisation du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration du miel en utilisant l'équation exponentielle. La valeur la plus faible de l'IC50 (la concentration du substrat qui cause une inhibition de 50 % de l'activité de DPPH) indique une activité antioxydante plus élevée. L'échantillon du miel M12 (miel de cresson) a donc présenté l'activité antioxydante la plus élevée (IC50 = 23,9 mg/mL) suivie de l'échantillon M9 (miel des agrumes) et M13 (miel de centaurée), avec une IC50 = 32,6 et 35,88 mg/mL respectivement. L'échantillon M2 (miel multifleurs) a montré une activité antioxydante très faible (IC50 = 76,51 mg/mL). L'activité de piégeage des radicaux d'échantillons de miel testés varie en fonction du miel, en raison de la complexité de la composition chimique qui dépend de l'origine florale, des facteurs environnementaux et des conditions de stockage (140). L'activité antiradicalaire, antioxydante et la teneur en composés phénoliques du miel est fortement affectées par les sources florales (141). D'autres auteurs expliquent que cette activité antioxydante dépend non seulement de l'origine florale, mais aussi de la structure, la teneur et la nature des composés phénoliques qu'elles contiennent ainsi qu'à la présence d'autres composés non phénoliques (catalase, vitamines) (142, 143). D'autres composants tels que les peptides, les acides organiques, les enzymes et les minéraux comme le Se, Fe, Mn, Cu et Zn, en tant que cofacteurs dans les enzymes antioxydantes, ont une influence significative (144).

Les différentes caractéristiques du miel nous permettent donc de comprendre mieux leurs propriétés antioxydantes, d'où son utilisation comme un aliment naturel et une source d'antioxydants dans la nutrition humaine et qui sont efficaces pour réduire le risque de maladies cardiaques, de cancer, de faiblesse du système immunitaire et des différents processus inflammatoires (145).

Plusieurs études ont montré que l'activité antioxydante est fortement corrélée avec le contenu des composés phénoliques totaux. Par ailleurs, une forte corrélation a été trouvée entre l'activité antioxydante et la couleur du miel (146). Beretta *et al.* (2005) ont constaté que les miels de couleur foncée ont une teneur élevée en composés phénoliques totaux et par conséquent une capacité antioxydante élevée (147).

Conclusion

Conclusion

L'analyse des miels peut devenir une méthode efficace de lutte et de prévention pour garantir la santé des consommateurs et promouvoir de bonnes pratiques apicoles. La quantité et la qualité des miels peuvent nous renseigner sur les méthodes et les procédés utilisés en apiculture, tout en nous permettant de détecter d'éventuelles fraudes ou adultérations non destinées à être présentes.

Cette étude de recherche, menée au sein du laboratoire de chimie minérale du département de pharmacie de la faculté de médecine Dr. Benzerdjeb Benouda, a d'abord porté sur l'analyse de sept paramètres physico-chimiques de diverses variétés de miel cultivées à Tlemcen. De plus, elle visait à évaluer l'activité antioxydante de ces miels.

L'objectif principal de cette étude était de déterminer les critères de qualité de 16 échantillons de miels grâce à l'analyse de certains paramètres physico-chimiques. La plupart des valeurs obtenues se situaient dans les limites imposées par la législation en vigueur, et ces résultats de cette analyse se sont révélés hautement pertinents et applicables dans les domaines de l'agroalimentaire et de la santé.

Tout d'abord, en ce qui concerne la teneur en eau, la grande majorité (87%) de nos échantillons présente des valeurs conformes aux normes, avec des taux en dessous des 20%. Cela suggère que les miels de la région sont généralement bien conditionnés et ne subissent pas de variations excessives de leur teneur en eau, ce qui est crucial pour leur qualité. En ce qui concerne le degré Brix, les valeurs se situent dans une fourchette acceptable, indiquant une concentration en sucres adéquate dans les miels. Cependant, il est important de noter que le pH de nos échantillons présente une variation notable, bien que toutes les valeurs restent dans la plage de (3,5 à 5,7) ; Ceci pourrait refléter des variations des sources florales, des localisations géographiques et climatiques des différentes régions de Tlemcen, ou des pratiques apicoles locales.

Les résultats démontrent que les échantillons étaient de bonne qualité chimique et répondaient aux normes établies. L'analyse physico-chimique a révélé que la totalité des échantillons de miel examinés étaient conformes aux normes établies par la commission du Codex Alimentarius, ce qui suggère que la plupart d'entre eux étaient des miels frais, comme en témoignent leurs faibles niveaux de HMF. Cependant, il convient de noter une légère diminution des valeurs d'acidité libre dans les échantillons étudiés, bien que celles-ci demeurent toujours dans la fourchette des normes du Codex Alimentarius et de l'Union européenne.

Conclusion

En ce qui concerne les sucres réducteurs, la moitié de nos échantillons répond aux normes minimales fixées par le Codex Alimentarius, tandis que l'autre moitié présente des valeurs très proches ou légèrement inférieures, cela pourrait indiquer une variation dans les pratiques apicoles ou la composition florale des miels, et les taux de saccharoses restent généralement faibles dans nos échantillons, ce qui reflète une maturité correcte des miels avant récolte.

concernant l'activité antioxydante, tous les échantillons de miel testés ont révélé des niveaux aussi considérables en polyphénols totaux et de flavonoïdes, mais ces taux varient en fonction de l'origine botanique, géographique et saisonnière du miel. De plus, l'activité de piégeage des radicaux libres des échantillons de miel varie en fonction de leur composition chimique complexe, laquelle est influencée par l'origine florale, les facteurs environnementaux et les conditions de stockage.

Pour nos perspectives, nous envisageons d'élargir notre échantillonnage pour renforcer nos conclusions et d'inclure des miels de sources florales diversifiées pour mieux comprendre leur impact sur les propriétés du miel. L'étude approfondie des valeurs nutritionnelles et biologiques des miels locaux pourrait mettre en lumière leurs atouts nutritionnels. De plus, l'utilisation de méthodes d'analyse plus avancées comme l'HPLC pourrait améliorer nos analyses. Nous envisageons également d'explorer les corrélations entre l'activité antioxydante des miels et leurs teneurs en polyphénols et flavonoïdes pour mieux comprendre les mécanismes en jeu. Enfin, pour garantir la sécurité alimentaire, nous prévoyons d'évaluer la présence d'éléments toxiques comme le cadmium, le plomb, le mercure et l'arsenic dans les miels, ce qui contribuerait à assurer leur qualité et leur sécurité pour les consommateurs de cette région.

Références

Bibliographiques

1. Berekci-Reguig D, Bouchentouf S, Allali H, Adamczuk A, Kowalska G, Kowalski R. Trace Elements and Heavy Metal Contents in West Algerian Natural Honey. *J Anal Methods Chem.* 2022;2022:7890856.

2. LEQUET L. DU NECTAR A UN MIEL DE QUALITE : CONTROLES ANALYTIQUES DU MIEL ET CONSEILS

PRATIQUES A L'INTENTION DE L'APICULTEUR AMATEUR.: UNIVERSITE CLAUDE-BERNARD - LYON I

(Médecine - Pharmacie). 2010.

3. CLEMENT. H. Miel : de la source à la thérapeutique [Thèse] 2005.

4. Sann M, Niehuis O, Peters RS, Mayer C, Kozlov A, Podsiadlowski L, et al. Phylogenomic analysis of Apoidea sheds new light on the sister group of bees. *BMC Evolutionary Biology.* 2018;18(1):71.

5. Viel Claude DJ-C. Histoire et emplois du miel, de l'hydromel et des produits de la ruche. In: *Revue*

d'histoire de la pharmacie. 2003;n°337: pp. 7-20.

6. Burlando B, Cornara L. Honey in dermatology and skin care: a review. (1473-2165 (Electronic)).

7. Heckel A. Early beginnings of medicine in Mesopotamias

Emergence de la médecine en Mésopotamie: UHP - Université Henri Poincaré; 2003.

8. Eteraf-Oskouei T, Najafi M. Traditional and modern uses of natural honey in human diseases: a review. (2008-3866 (Print)).

9. Koechler S. Honey in wound healing : a new drug ?

Le miel dans la cicatrisation des plaies : un nouveau médicament ? : Université de Lorraine; 2015.

10. Guzmán-Álvarez JR. Tratado Breve de la Cultivación y Cura de las Colmenas. Ordenanzas de Colmenería de la Ciudad de Sevilla y su Tierra 2006.

11. Bogdanov S. Nature and Origin of the Antibacterial Substances in Honey. *LWT - Food Science and Technology.* 1997;30(7):748-53.

12. WILSON-RICH N, K A. Abeilles: une histoire naturelle. Ed Artemis 2020.

13. Escuredo O, Seijo MC. Honey: Chemical Composition, Stability and Authenticity. *Foods [Internet].* 2019; 8(11).

14. FAO O. NORMES POUR MIEL. CODEX ALIMENTARUS. 2019.

15. BONTÉ F, DESMOULIÈRE A. Le miel : origine et composition. 2013.

16. Bonté F, Alexis D. Le miel : origine et composition. *Actualités Pharmaceutiques.* 2013;52:18–21.

17. L L. Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie. Du Nectar au Miel de Qualité: Contrôle Analytique du Miel et Conseils Pratiques à l'Intention de l'Apiculteur Amateur. Université Claude-Bernard - Lyon I ; 2010.

18. CLEMENT. H. Le traité Rustica de l'apiculture. Ed Rustica. 2018.

19. Fanny B. Les propriétés thérapeutiques du miel et leurs domaines d'application en médecine générale : revue de la littérature [Thèse]. Nice: Université Nice Sophia Antipolis. 2015.

20. Werner A, Laccourreye O. Honey in otorhinolaryngology: when, why and how? *Eur Ann Otorhinolaryngol Head Neck Dis.* 2011;128(3):133-7.

21. Bogdanov S, Jurendic T, Sieber R, Gallmann P. Honey for nutrition and health: a review. *J Am Coll Nutr.* 2008;27(6):677-89.

22. Kurek-Górecka A, Górecki M, Rzepecka-Stojko A, Balwierz R, Stojko J. Bee Products in Dermatology and Skin Care. *Molecules [Internet].* 2020; 25(3).

23. Ahmed S, Sulaiman SA, Baig AA, Ibrahim M, Liaqat S, Fatima S, et al. Honey as a Potential Natural Antioxidant Medicine: An Insight into Its Molecular Mechanisms of Action. (1942-0994 (Electronic)).
 24. da Silva PM, Gauche C, Gonzaga LV, Costa AC, Fett R. Honey: Chemical composition, stability and authenticity. *Food Chem.* 2016;196:309-23.
 25. Pătruică S, Alexa E, Obiștioiu D, Cocan I, Radulov I, Berbecea A, et al. Chemical Composition, Antioxidant and Antimicrobial Activity of Some Types of Honey from Banat Region, Romania. *Molecules.* 2022;27(13).
 26. Terrab A, Díez MJ, Heredia FJ. Characterisation of Moroccan unifloral honeys by their physicochemical characteristics. *Food Chemistry.* 2002;79(3):373-9.
 27. Gupta RK, Reybroeck W, van Veen JW, Gupta A. *Beekeeping for Poverty Alleviation and Livelihood Security : Vol. 1: Technological Aspects of Beekeeping.* Springer Netherlands. 2014.
 28. Machado De-Melo AA, Almeida-Muradian LBd, Sancho MT, Pascual-Maté A. Composition and properties of *Apis mellifera* honey: A review. *Journal of Apicultural Research.* 2018;57(1):5-37.
 29. Momoka S. Determination of Organic Acids in Honey by Liquid Chromatography with Tandem Mass Spectrometry. *Food analytical methods.* 2020;v. 13(no. 12):pp. 2249-57-020 v.13 no.12.
 30. Cucu A-A, Baci G-M, Moise AR, Dezsi Ş, Marc BD, Stângaciu Ş, et al. Towards a Better Understanding of Nutritional and Therapeutic Effects of Honey and Their Applications in Apitherapy. *Applied Sciences [Internet].* 2021; 11(9).
 31. Khalil I, Moniruzzaman M Fau - Boukraâ L, Boukraâ L Fau - Benhanifia M, Benhanifia M Fau - Islam A, Islam A Fau - Islam N, Islam N Fau - Sulaiman SA, et al. Physicochemical and antioxidant properties of Algerian honey. (1420-3049 (Electronic)).
 32. Ouchemoukh S, Louaileche H, Schweitzer P. Physico-chemical characteristics and pollen spectrum of some Algerian honey. *Food Control.* 2007;18:52-8.
 33. Miguel MG, Antunes MD, Faleiro ML. *Honey as a Complementary Medicine.* (1177-3936 (Print)).
 34. Zhu M, Zhao H, Wang Q, Wu F, Cao W. A Novel Chinese Honey from *Amorpha fruticosa* L.: Nutritional Composition and Antioxidant Capacity In Vitro. *Molecules [Internet].* 2020; 25(21).
 35. Cianciosi D, Forbes-Hernández TA-O, Afrin SA-O, Gasparrini MA-O, Reboredo-Rodríguez P, Manna PP, et al. Phenolic Compounds in Honey and Their Associated Health Benefits: A Review. LID - 10.3390/molecules23092322 [doi] LID - 2322. (1420-3049 (Electronic)).
 36. Afrin SA-O, Haneefa SM, Fernandez-Cabezudo MJ, Giampieri F, Al-Ramadi BK, Battino M. Therapeutic and preventive properties of honey and its bioactive compounds in cancer: an evidence-based review. (1475-2700 (Electronic)).
 37. Gonnet M. *Le miel. Composition, propriétés, conservation;*2.ed. 1982.
 38. Avisse I. *Le grand traité des miels*2014. 107-67 p.
 39. Irlande D. *Le miel et ses propriétés thérapeutiques, Utilisation dans les plaies cutanées* 2010.
 40. Brugnerotto P, Seraglio SKT, Schulz M, Gonzaga LV, Fett R, Costa ACO. Pyrrolizidine alkaloids and beehive products: A review. (1873-7072 (Electronic)).
 41. Al-Waili N, Salom K, Al-Ghamdi A, Ansari MJ. Antibiotic, Pesticide, and Microbial Contaminants of Honey: Human Health Hazards.
 42. Van Horn NL, Street M. *Infantile Botulism.* StatPearls. Treasure Island (FL): StatPearls Publishing
- Copyright © 2022, StatPearls Publishing LLC.; 2022.
43. Tanzi MG, Gabay MP. Association between honey consumption and infant botulism. *Pharmacotherapy.* 2002;22(11):1479-83.
 44. Khan FR, Ul Abadin Z, Rauf N. Honey: nutritional and medicinal value. *Int J Clin Pract.* 2007;61(10):1705-7.

45. Bogdanov S. Honey Composition. *Bee Product Science*. 2011.
46. Martin MJ, Fredes C, Núñez G, Ginocchio R, Montenegro G. Comparison of methods for determining the color of Chilean honeys and the relationship of color with botanical origin in central Chile. *Ciencia e investigación agraria*. 2014;41:411-8.
47. Dettori A, Tappi S, Piana L, Dalla Rosa M, Rocculi P. Kinetic of induced honey crystallization and related evolution of structural and physical properties. *LWT*. 2018;95.
48. Mohamed Yacine ACHOURI, Mohammed Adil SELKA, YAKOUB MNS. Physical methods used in the characterization and quality control of honey: a general review. *Algerian journal of pharmacy*. 2021;04.
49. Dailly H. Cristallisation du miel, le savoir et le faire. *Abeilles et Cie*. 2008;122 : 24-28.
50. Stefan B. "Physical Properties of Honey,". In *Book of honey, Bee Product Science*. 2010;chapter 4:1-9.
51. Hooper T. *Les abeilles et le miel guide de l'apiculteur: DELACHAUX ET NIESTLE*; 1980.
52. JEAN-PROST P, LE CONTE Y. *Apiculture: Lavoisier*; 2005.
53. internationale Cé. *Électromagnétisme - Propriétés électromagnétiques des matériaux Vocabulaire électrotechnique international*.
54. Terrab A, Recamales AF, Hernanz D, Heredia FJ. Characterisation of Spanish thyme honeys by their physicochemical characteristics and mineral contents. *Food Chemistry*. 2004;88(4):537-42.
55. Downey G, Hussey K, Kelly J, Walshe T, Martin PG. Preliminary contribution to the characterization of artisanal honey on the Ireland by palynological and physico-chemical data. *Food Chemistry*. 2005;91:347-54.
56. Baloš M, Popov N, Vidakovic Knezevic S, Ljubojević Pelić D, Pelić M, Mihaljev Ž, et al. Electrical conductivity and acidity of honey. *Archives of Veterinary Medicine*. 2018;11:91-101.
57. Vilma K, Petras Rimantas V, Violeta e. Carbohydrate composition and electrical conductivity of different origin honeys from Lithuania. *Lwt - Food Science and Technology*. 2010;43:801-7.
58. Bogdanov S, Lüllmann C, Martin P, von der Ohe W, Russmann H, Vorwohl G, et al. Honey quality and international regulatory standards: review by the International Honey Commission. *Bee World*. 1999;80(2):61-9.
59. Dailly H. Le réfractomètre : un outil essentiel. *Abeilles et Cie*. 2008;122 : 30-32.
60. Lobreau-Callen D, M-C C. Marmion Les miels. *Techniques de l'ingénieur Filière de production : produits d'origine animale base documentaire*. 2000;F7000.
61. Chataway H. Honey tables, showing the relationship various hydrometer scales and refractive index to moisture content and weight per gallon. *Canadian Journal of Research*. 1935;6 : 532 – 47.
62. Pita-Calvo C, Guerra-Rodriguez M, Vázquez M. A Review of the Analytical Methods used in the Quality Control of Honey. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2017;65.
63. FAO, OMS. *Norme pour le miel: Codex Alimentarius*. 2019; 2019.
64. Abdulkhaliq A, Swaileh KM. Physico-chemical properties of multi-floral honey from the WestBank, Palestine.
65. Stefan B, Kaspar R, Livia Persano O. Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys: a review. *Apidologie*. 2004;35(Suppl. 1):S4-S17.
66. YOUNES CHAOUCHE L, BOUNSIAR N. *Contrôle qualité des miels locaux et importés [Mémoire]: Tizi Ouzou : Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou.*; 2018.
67. Ajlouni S, Sujirapinyokul P. Hydroxymethylfurfuraldehyde and amylase contents in Australian honey. *Food Chemistry*. 2010;119(3):1000-5.
68. Islam MN, Khalil Mi Fau - Islam MA, Islam Ma Fau - Gan SH, Gan SH. Toxic compounds in honey. (1099-1263 (Electronic)).

69. Shapla UM, Solayman M, Alam N, Khalil MI, Gan SH. 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) levels in honey and other food products: effects on bees and human health. *Chemistry Central Journal*. 2018;12(1):35.
70. Alimentarius C. Revised codex standard for honey. *Codex Stan* 2001;12:1982.
71. Louveaux J, Maurizio A, Vorwohl G. Methods of Melissopalynology. *Bee World*. 1978;59(4):139-57.
72. Codex. NORME POUR LE MIEL CODEX STAN 12-1981.
73. LE PARLEMENT EUROPÉEN ET LE CONSEIL DE L'UNION EUROPÉENNE. DIRECTIVE 2001/110/CE DU CONSEIL

du 20 décembre 2001

relative au miel. *Journal officiel des Communautés européennes*. 12.1.2002.

74. Mădaş MN, Mărghitaş LA, Dezmirean DS, Bobiş O, Abbas O, Danthine S, et al. Labeling Regulations and Quality Control of Honey Origin: A Review. *Food Reviews International*. 2020;36(3):215-40.
75. Al-Waili N, Salom K Fau - Al-Ghamdi AA, Al-Ghamdi AA. Honey for wound healing, ulcers, and burns; data supporting its use in clinical practice. (1537-744X (Electronic)).
76. Tashkandi H. Honey in wound healing: An updated review. (2391-5412 (Electronic)).
77. Kwakman PH, Zaat SA. Antibacterial components of honey. (1521-6551 (Electronic)).
78. Johnston M, McBride M, Dahiya D, Owusu-Apenten R, Nigam PS. Antibacterial activity of Manuka honey and its components: An overview. (2471-1888 (Electronic)).
79. Mohammed H. Anti-inflammatory properties of raw honey and its clinical applications in daily practice. (0253-8253 (Print)).
80. Pichichero E, Cicconi R Fau - Mattei M, Mattei M Fau - Muzi MG, Muzi Mg Fau - Canini A, Canini A. Acacia honey and chrysin reduce proliferation of melanoma cells through alterations in cell cycle progression. (1791-2423 (Electronic)).
81. EUROPEAN, PHARMACOPOEIA, TENTH EDITION. the European Directorate for the Quality of Medicines &

HealthCare of the Council of Europe (EDQM).

2019. 4370 p.

82. Louveaux J. Les abeilles et leur élevage. Edition Opida. p.165-181 ed1985.
83. Bogdanov S. Harmonised methods of the International Honey Commission. *International Honey Commission (IHC)*. 2002:1-62.
84. Daniel Bourdon, Gielfrich H. Observations sur la méthode de Gabriel Bertrand pour le dosage des sucres réducteurs. *Sciences Agronomiques Rennes*. hal-02308956. 1972.
85. Bogdanov S, Martin P, Lullmann C, Borneck R, Flamini C, Morlot M, et al. Harmonised methods of the European Honey Commission. 1997;28:1-59.
86. Lanorte M, Paraggio M, Viggiano M, Lattanzio V. Reproducible, rapid and inexpensive Folin-Ciocalteu micro-method in determining phenolics of plant methanol extracts. 2013.
87. Bouyahya A, Abrini J, Et-Touys A, Lagrouh F, Dakka N, Bakri Y. Analyse phytochimique et évaluation de l'activité antioxydante des échantillons du miel marocain. *Phytothérapie*. 2018;16:S220-S4.
88. Singleton VL, Orthofer R, Lamuela-Raventós RM. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*. 1999;299:152-78.
89. Wong S, Leong L, Koh J. Antioxidant activities of aqueous extracts of selected plants. *Food Chemistry*. 2006;99:775-83.
90. Al ML, Daniel D, Moise A, Bobis O, Laslo L, Bogdanov S. Physico-chemical and bioactive properties of different floral origin honeys from Romania. *Food Chemistry*. 2009;112(4):863-7.

91. Sereia M, Março P, Perdoncini M, Parpinelli R, Lima E, Anjo F. Techniques for the Evaluation of Physicochemical Quality and Bioactive Compounds in Honey. 2017.
92. Talbi H, Boumaza A, El-Mostafa K, Talbi J, Hilali A. Evaluation de l'activité antioxydante et la composition physico-chimique des extraits méthanolique et aqueux de la *Nigella sativa* L. (Evaluation of antioxidant activity and physico-chemical composition of methanolic and aqueous extracts of *Nigella sativa* L.). *Journal of Materials and Environmental Science*. 2015;6:1111-7.
93. Brand-Williams W, Cuvelier ME, Berset C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*. 1995;28(1):25-30.
94. Velázquez E, Tournier Ha Fau - Mordujovich de Buschiazso P, Mordujovich de Buschiazso P Fau - Saavedra G, Saavedra G Fau - Schinella GR, Schinella GR. Antioxidant activity of Paraguayan plant extracts. (0367-326X (Print)).
95. Zidane D. Potentialités mellifères, analyse et étude des vertus thérapeutiques des miels de la région de Sidi bel Abbès [THESE de DOCTORAT en Chimie]: Université MUSTAPHA Stambouli Mascara; 2022.
96. Otmani I, Abdennour C, Dridi A, Kahalerras L, Halima-Salem A. Characteristics of the bitter and sweet honey from Algeria Mediterranean coast. *Vet World*. 2019;12(4):551-7.
97. Bella GD, Licata P, Potortì AG, Crupi R, Nava V, Qada B, et al. Mineral content and physico-chemical parameters of honey from North regions of Algeria. *Nat Prod Res*. 2022;36(2):636-43.
98. BELHAJ O, OUMATO J, ZRIRA S. Étude physico-chimique de quelques types de miels marocains.
99. Raweh HSA, Badjah-Hadj-Ahmed AY, Iqbal JA-OX, Alqarni AA-OX. Physicochemical Composition of Local and Imported Honeys Associated with Quality Standards. *LID - 10.3390/foods12112181* [doi] LID - 2181. (2304-8158 (Print)).
100. Abera T, Alemu T. Physico-chemical characteristics of honey produced from northeastern Ethiopia. (2405-8440 (Print)).
101. Royo VA-O, Oliveira DA, Veloso PA-O, Sacramento VM, Olimpio ELA, Souza LF, et al. Physicochemical Profile, Antioxidant and Antimicrobial Activities of Honeys Produced in Minas Gerais (Brazil). *LID - 10.3390/antibiotics11101429* [doi] LID - 1429. (2079-6382 (Print)).
102. KAOUJJI Younes, NEHLIL Malek, SADADOU Amina. Etude physico-chimique et pharmaco-toxicologique des effets du miel et du pollen: Université Mouloud Mammeri, Faculté de Médecine Tizi Ouzou; 2020.
103. Ulloa P, Maia M, Brigas A. Physicochemical Parameters and Bioactive Compounds of Strawberry Tree (*Arbutus unedo* L.) Honey. *Journal of Chemistry*. 2015;2015.
104. Laallam H, Boughediri L, Bissati S, Menasria T, Mouzaoui MS, Hadjadj S, et al. Modeling the synergistic antibacterial effects of honey characteristics of different botanical origins from the Sahara Desert of Algeria. (1664-302X (Print)).
105. Mouhoubi-Tafinine Z, Ouchemoukh S, Bey M, Louaileche H, Tamendjari A. Effect of storage on hydroxymethylfurfural (HMF) and color of some Algerian honey. *International Food Research Journal*. 2018;25:1044-50.
106. Mehdi Y, Mutlaq A, Al-Balas Q, Azzi E, Bouadjela L, Taïbi N, et al. Physicochemical characterization and determination of chloramphenicol residues and heavy metals in Algerian honeys. (1614-7499 (Electronic)).
107. Robin Lim AH, Sam LM, Gobilik J, Ador K, Choon JLN, Majampan J, et al. Physicochemical Properties of Honey from Contract Beekeepers, Street Vendors and Branded Honey in Sabah, Malaysia. (1985-3718 (Print)).
108. Vijan LA-O, Mazilu IA-O, Enache C, Enache S, Topală CM. Botanical Origin Influence on Some Honey Physicochemical Characteristics and Antioxidant Properties. *LID - 10.3390/foods12112134* [doi] LID - 2134. (2304-8158 (Print)).

109. Louiza K, Draiaia R, Necib A, Mohamadi N. Physicochemical and Melissopalynological Study of Some Honey Samples from the Algerian East Region. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*. 2023 ;11:780-4.
110. Ait adi C, Rami D. Etude des propriétés physico-chimiques, biochimiques et sensorielles des miels monofloraux des diverses régions d'Algérie : Université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, Faculté des sciences Biologique et des Sciences Agronomiques ; 2019.
111. BOUZID G, HATTAB H, KHATTOU F. Etude physicochimique et évaluation des activités biologiques du miel de Pégane (*Peganum harmala*). Université IBN KHALDOUN -Tiaret. Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie.; 2021.
112. Bakchiche B, Habati M, Benmebarek A, Gherib A. Caractéristiques physico-chimiques, concentrations en composés phénoliques et pouvoir antioxydant de quatre variétés de miels locales (Algérie). *Revue Marocaine des Sciences Agronomiques et Vétérinaires*. 2018;6.
113. 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.
114. AKHAL Y BK, BOUHADJER Z. Analyses physicochimiques et activité antioxydante et antimicrobienne de quelques miels de la wilaya de Tizi-Ouzou.: Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques.; 2022.
115. Seraglio SKT, Silva B, Bergamo G, Brugnerotto P, Gonzaga LV, Fett R, et al. An overview of physicochemical characteristics and health-promoting properties of honeydew honey. *Food Research International*. 2019;119:44-66.
116. Mekious S, Houmani Z, Bruneau É, Masseaux C, Guillet A, Hance T. Characterization of honeys produced in the region of Djelfa steppe land in Algeria. *Biotechnology, Agronomy and Society and Environment*. 2015;19:221-31.
117. Makhloufi C, Kerkvliet JD, D'albore GR, Choukri A, Samar R. Characterization of Algerian honeys by palynological and physico-chemical methods*. *Apidologie*. 2010;41(5):509-21.
118. Haouam L, Tahar A, Dailly H, Lahrichi A, Chaqroune A, Abdennour C. Physicochemical properties and major elements contents of Algerian honeys from semi-arid regions. *Emirates Journal of Food and Agriculture*. 2015;28:1.
119. Scripcă LA, Norocel L, Amariei S. Comparison of Physicochemical, Microbiological Properties and Bioactive Compounds Content of Grassland Honey and other Floral Origin Honeys. LID - 10.3390/molecules24162932 [doi] LID - 2932. (1420-3049 (Electronic)).
120. Gürbüz SA-O, Çakıcı N, Mehmetoğlu S, Atmaca H, Demir T, Arıgül Apan M, et al. Physicochemical Quality Characteristics of Southeastern Anatolia Honey, Turkey. (1687-8760 (Print)).
121. Escriche I, Tanleque-Alberto F, Visquert M, Oroian M. Physicochemical and rheological characterization of honey from Mozambique. *LWT - Food Science and Technology*. 2017;86.
122. Oroian M, Ropciuc S, Paduret S. Honey authentication using rheological and physicochemical properties. (0022-1155 (Print)).
123. BELAIDI A, KADRI R. Variabilité physico-chimique de miels d'ouest et de sud algérien et leur activité biologique: CENTRE UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AÏN-TEMOUCHENT; 2018.
124. Surma MA-O, Sadowska-Rociek AA-O, Draszanowska AA-O. Levels of Contamination by Pesticide Residues, Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs), and 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) in Honeys Retailled in Europe. (1432-0703 (Electronic)).
125. Bertoneclj J, Doberšek U, Korošec M, Golob T. Evaluation of the phenolic content, antioxidant activity and colour of Slovenian Honey. *Food Chemistry*. 2007;105:822-8.

126. Ghorab A, Rodríguez-Flores MS, Nakib R, Escuredo O, Haderbache L, Bekdouche F, et al. Sensorial, Melissopalynological and Physico-Chemical Characteristics of Honey from Babors Kabylia's Region (Algeria). *Foods* [Internet]. 2021; 10(2).
127. Escuredo O, Seijo MC, Fernández-González M. Descriptive analysis of *Rubus* honey from the north-west of Spain. *International Journal of Food Science & Technology*. 2011;46(11):2329-36.
128. Sant'Ana LD, Sousa Jp Fau - Salgueiro FB, Salgueiro Fb Fau - Lorenzon MCA, Lorenzon Mc Fau - Castro RN, Castro RN. Characterization of monofloral honeys with multivariate analysis of their chemical profile and antioxidant activity. (1750-3841 (Electronic)).
129. Attanzio A, Tesoriere L, Allegra M, Livrea MA. Monofloral honeys by Sicilian black honeybee (*Apis mellifera* ssp. *sicula*) have high reducing power and antioxidant capacity. *Heliyon*. 2016;2(11):e00193.
130. Lokossou SC, Tchobo FP, Yédomonhan H, Soumanou MM. Physicochemical Characterization and Polyphenolic Content of Beninese Honeys. *International Scholarly Research Notices*. 2017; 2017:6571089.
131. Gül A, Pehlivan T. Antioxidant activities of some monofloral honey types produced across Turkey. (1319-562X (Print)).
132. Pauliuc D, Dranca FA-O, Oroian M. Antioxidant Activity, Total Phenolic Content, Individual Phenolics and Physicochemical Parameters Suitability for Romanian Honey Authentication. LID - 10.3390/foods9030306 [doi] LID - 306. (2304-8158 (Print)).
133. Kędzierska-Matysek M, Stryjecka M, Teter A, Skalecki P, Domaradzki P, Florek M. Relationships between the Content of Phenolic Compounds and the Antioxidant Activity of Polish Honey Varieties as a Tool for Botanical Discrimination. *Molecules* [Internet]. 2021; 26(6).
134. Marghitas L, Dezmirean D, Cristina Bianca P, Ilea M, Gergen I. The Development of a Biochemical Profile of Acacia Honey by Identifying Biochemical Determinants of its Quality. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*. 2010;38.
135. Perna A, Simonetti A, Intaglietta I, Sofo A, Gambacorta E. Metal content of southern Italy honey of different botanical origins and its correlation with polyphenol content and antioxidant activity. *International Journal of Food Science & Technology*. 2012;47(9):1909-17.
136. Gomes T, Feás X Fau - Iglesias A, Iglesias A Fau - Estevinho LM, Estevinho LM. Study of organic honey from the Northeast Portugal. (1420-3049 (Electronic)).
137. Zaidi H, Ouchemoukh S, Ouchemoukh N, Debbache Benaïda N, Pacheco R, Serralheiro ML, et al. Biological properties of phenolic compound extracts in selected Algerian honeys—The inhibition of acetylcholinesterase and α -glucosidase activities. *European Journal of Integrative Medicine*. 2018;25.
138. Boussaid A, Chouaibi M, Rezig L, Hellal R, Donsi F, Ferrari G, et al. Physicochemical and bioactive properties of six honey samples from various floral origins from Tunisia. *Arabian Journal of Chemistry*. 2014;101.
139. El-Haskoury R, Kriaa W, Lyoussi B, Makni M. *Ceratonia siliqua* honeys from Morocco: Physicochemical properties, mineral contents, and antioxidant activities. (2224-6614 (Electronic)).
140. Vinson J, Dabbagh Y, Serry M, Jang J. Plant Flavonoids, Especially Tea Flavonols, Are Powerful Antioxidants Using an in Vitro Oxidation Model for Heart Disease. *Journal of Agricultural and Food Chemistry - J AGR FOOD CHEM*. 1995;43.
141. Sagdic O, Silici S, Ekici L. Evaluation of the Phenolic Content, Antiradical, Antioxidant and Antimicrobial Activity of Different Floral Sources of Honey. *International Journal of Food Properties - INT J FOOD PROP*. 2012;16.
142. Šenk N. (2006) Evaluation of honey: relationship between honey colour and antioxidative activity.: Thesis, biotechnical faculty, university in Ljubljana, Slovenian, pp 8–19.
143. Andrade P, Ferreres F, Amaral M. Analysis of Honey Phenolic Acids by HPLC, Its Application to Honey Botanical Characterization. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*. 1997;20:2281-7.

144. Alfonso-Prieto M, Biarnés X, Vidossich P, Rovira C. The Molecular Mechanism of the Catalase Reaction. *Journal of the American Chemical Society*. 2009;131(33):11751-61.
145. Gheldof N, Wang Xh Fau - Engeseth NJ, Engeseth NJ. Identification and quantification of antioxidant components of honeys from various floral sources. (0021-8561 (Print)).
146. Al-Mamary M, Al-Meerri A, Al-Habori M. Antioxidant activities and total phenolics of different types of honey. *Nutrition Research*. 2002;22(9):1041-7.
147. Beretta G, Granata P, Ferrero M, Orioli M, Facino R. Standardization of antioxidant properties of honey by combination of spectrophotometric/fluorimetric assays and chemometrics. *Analytica Chimica Acta - ANAL CHIM ACTA*. 2005;533:185-91.

Annexes

Annexes

Annexe I. Tableau présentatif de variation de la densité du miel en fonction de sa teneur en eau (g/100g).

Teneur en eau	Densité	Teneur en eau	Densité
13.0	1.4457	17.0	1.4237
13.2	1.4446	17.2	1.4224
13.4	1.4435	17.4	1.4211
13.6	1.4425	17.6	1.4198
13.8	1.4414	17.8	1.4185
14.0	1.4404	18.0	1.4171
14.2	1.4393	18.2	1.4175
14.4	1.4382	18.4	1.4143
14.6	1.4372	18.6	1.4129
14.8	1.4361	18.8	1.4115
15.0	1.4350	19.00	1.4101
15.2	1.4339	19.02	1.4087
15.4	1.4328	19.04	1.4072
15.6	1.4317	19.06	1.4057
15.8	1.4306	19.08	1.4042
16.0	1.4295	20.00	1.4027
16.2	1.4284	20.2	1.4012
16.4	1.4272	20.4	1.3996
16.6	1.4260	20.6	1.3981
16.8	1.4243	20.8	1.3966

Annexes

Annexe II. Correspondance entre la teneur en eau des miels et leur indice de réfraction à 20°C

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

Annexe III. Correction à apporter à l'humidité en fonction de la température.

Température (°C)	17	18	19	20	21	22	23	24
Humidité (%)	+ 0,273	+0,182	+0.091	0	-0,091	-0,182	- 0,273	-0.364

Annexes

Annexe IV. Table de conversion des sucres en mg.

sucre en mg	cuivre en mg	sucre en mg	cuivre en mg	sucre en mg	cuivre en mg
10	20,4	40	77,5	70	129,8
11	22,4	41	79,3	71	131,4
12	24,3	42	81,1	72	133,1
13	26,3	43	82,9	73	134,7
14	28,3	44	84,7	74	136,3
15	30,2	45	86,4	75	137,9
16	32,2	46	88,2	76	139,6
17	34,2	47	90,0	77	141,2
18	36,2	48	91,8	78	142,8
19	38,1	49	93,6	79	144,5
20	40,1	50	95,4	80	146,1
21	42,0	51	97,1	81	147,7
22	43,9	52	98,9	82	149,3
23	45,8	53	100,6	83	150,9
24	47,7	54	102,3	84	152,5
25	49,6	55	104,1	85	154,0
26	51,5	56	105,8	86	155,6
27	53,4	57	107,6	87	157,2
28	55,5	58	109,3	88	158,8
29	57,2	59	111,1	89	160,4
30	59,1	60	112,8	90	162,0
31	60,9	61	114,5	91	163,6
32	62,8	62	116,2	92	165,2
33	64,6	63	117,9	93	166,7
34	66,5	64	119,6	94	168,3
35	68,3	65	121,3	95	169,9
36	70,1	66	123,0	96	171,5
37	72,0	67	124,7	97	173,1
38	73,8	68	126,4	98	174,6
39	75,7	69	128,1	99	176,2
				100	177,8

Annexes

Annexe V. Table de correspondance des sucres invertis en mg.

sucres en mg	cuivre en mg	sucres en mg	cuivre en mg	sucres en mg	cuivre en mg
10	20,6	40	77,7	70	129,2
11	22,6	41	79,5	71	130,8
12	24,6	42	81,2	72	132,4
13	26,5	43	83,0	73	134,0
14	28,5	44	84,8	74	135,6
15	30,5	45	86,5	75	137,2
16	32,5	46	88,3	76	138,9
17	34,5	47	90,1	77	140,5
18	36,4	48	91,9	78	142,5
19	38,4	49	93,6	79	143,7
20	40,4	50	95,4	80	145,3
21	42,3	51	97,1	81	146,9
22	44,2	52	98,8	82	148,5
23	46,1	53	100,6	83	150,0
24	48,0	54	102,5	84	151,6
25	49,8	55	104,0	85	153,2
26	51,7	56	105,7	86	154,8
27	53,6	57	107,4	87	156,4
28	55,5	58	109,2	88	157,9
29	57,4	59	110,9	89	159,5
30	59,3	60	112,6	90	161,1
31	61,1	61	114,3	91	162,6
32	63,0	62	115,9	92	164,2
33	64,8	63	117,6	93	165,7
34	66,7	64	119,2	94	167,3
35	68,5	65	120,9	95	168,8
36	70,3	66	122,6	96	170,3
37	72,2	67	124,2	97	171,9
38	74,0	68	125,9	98	173,4
39	75,0	69	127,5	99	175,0
				100	176,5

Annexes

Annexe VI. Correspondance entre la teneur en eau des miels et leur indice de réfraction (Chataway, 1932 ; Bogdanov, 2009).

DETERMINATION OF MOISTURE CONTENT FROM VISCOSITY AND REFRACTIVE INDEX* MEASUREMENTS													
% H ₂ O	Time of fall through 14 cm., large ball, sec.	Refractive index at 25° C.	% H ₂ O	Time of fall through 14 cm., large ball, sec.	Refractive index at 25° C.	% H ₂ O	Time of fall through 14 cm., sec.		Refractive index at 25° C.	% H ₂ O	Time of fall through 14 cm., sec.		Refractive index at 25° C.
							Large ball	Small ball			Large ball	Small ball	
12.0	982	1.50550	14.6	164.8	1.49884	17.2	41.2		1.49234	19.9	12.65	30.3	1.48570
.1	906	529	.7	155.2	859	.3	39.1		210	20.0	12.16	29.1	548
.2	840	504	.8	145.9	832	.4	37.1		185	.1	11.70	28.0	526
.3	776	481	.9	137.7	807	.5	35.5		160	.2	11.25	26.9	503
.4	719	454	15.0	129.8	781	.6	33.7		134	.3	10.84	25.9	481
.5	668	427	.1	122.2	756	.7	32.2		108	.4	10.45	25.0	460
.6	618	401	.2	116.4	735	.8	30.8		83	.5	10.07	24.1	437
.7	575	374	.3	109.4	706	.9	29.4		57	.6	9.68	23.2	416
.8	535	346	.4	102.8	681	18.0	28.1		32	.7	9.33	22.3	394
.9	496	319	.5	97.5	657	.1	26.9		009	.8	9.03	21.6	373
13.0	462	293	.6	92.1	632	.2	25.7		1.48983	.9	8.69	20.8	352
.1	428	266	.7	87.5	607	.3	24.7		959	21.0	8.38	20.1	329
.2	400	240	.8	83.2	581	.4	23.6		935	.1	8.07	19.3	305
.3	374	219	.9	79.1	557	.5	22.6		909	.2	7.82	18.7	284
.4	348	189	16.0	75.0	533	.6	21.7		885	.3	7.53	18.02	261
.5	325	162	.1	70.8	507	.7	20.7		860	.4	7.28	17.42	240
.6	304	136	.2	67.4	482	.8	19.86		840	.5	7.03	16.82	217
.7	285	111	.3	63.6	457	.9	19.05		811	.6	6.76	16.18	195
.8	266	84	.4	60.7	431	19.0	18.28		786	.7	6.50	15.55	172
.9	251	61	.5	57.8	405	.1	17.54		762	.8	6.28	15.03	149
14.0	237.7	35	.6	54.8	382	.2	16.79		732	.9	6.10	14.60	127
.1	221.3	10	.7	52.1	357	.3	16.07		713	22.0	5.89	14.09	103
.2	208.4	1.49985	.8	50.0	333	.4	15.45		690	.1	5.72	13.69	80
.3	196.3	960	.9	47.5	307	.5	14.83		666	.2	5.50	13.16	56
.4	185.4	940	17.0	45.4	283	.6	14.22		641	.3	5.31	12.70	31
.5	174.2	910	.1	43.3	259	.7	13.65		618	.4	5.13	12.28	8
			.8			.8	13.15		593	.5	4.95	11.84	1.47982

*Correction of refractive index = -0.00023 per °C.

Résumé

Le miel est un produit complexe et diversifié, aux propriétés nutritionnelles et thérapeutiques multiples. Pour évaluer la qualité du miel de Tlemcen, seize échantillons provenant de différentes sources florales ont été collectés et analysés. Les résultats ont montré que la grande majorité des échantillons respectaient les normes de qualité en vigueur. La teneur en eau était satisfaisante, indiquant un bon conditionnement. Les taux de sucres étaient variés, mais dans une fourchette acceptable. Le pH des miels présentait une certaine diversité, liée aux sources florales et aux pratiques apicoles locales. Tous les échantillons répondaient aux normes de l'acidité et de l'HMF, confirmant leur fraîcheur. Cependant, les sucres réducteurs variaient, certains se situant près des limites minimales. L'analyse des activités antioxydantes a révélé des niveaux considérables en polyphénols et de flavonoïdes, dépendant de l'origine botanique et géographique. Ces résultats montrent que le miel de Tlemcen est un produit de qualité, sûr et riche en composés bioactifs, cette qualité est encore plus élevée pour les miels récoltés récemment, comme c'est le cas de nos échantillons. Envisageant l'avenir, nous cherchons à élargir notre échantillonnage, à explorer davantage les valeurs nutritionnelles et biologiques, à utiliser des méthodes d'analyse avancées, et à évaluer la qualité toxicologique des miels.

Mots-clés : Tlemcen, miel, analyses, propriétés physico-chimiques, qualité, HMF.

Abstract

Honey is a complex and diverse product with multiple nutritional and therapeutic properties. To assess the quality of Tlemcen honey, we collected and analyzed sixteen samples from various floral sources. The results showed that the majority of the samples met the existing quality standards. The moisture content was satisfactory, indicating good packaging. Sugar levels varied but remained within an acceptable range. The pH of the honey exhibited some diversity, linked to floral sources and local beekeeping practices. All samples met the standards for acidity and HMF, confirming their freshness. However, reducing sugar levels varied, with some nearing the minimum limits. Analysis of antioxidant activities revealed considerable levels of polyphenols and flavonoids, depending on the botanical and geographical origin. These findings demonstrate that Tlemcen honey is a high-quality product, safe, and rich in bioactive compounds, with even higher quality for recently harvested honey, as in our samples. Looking ahead, we aim to expand our sampling, further explore nutritional and biological values, employ advanced analytical methods, and assess the toxicological quality of honey.

Key words: Tlemcen, honey, analysis, physicochemical properties, quality, HMF.

ملخص

العسل هو منتج معقد ومتنوع يحتوي على خصائص غذائية وعلاجية متعددة. لتقييم جودة عسل تلمسان، تم جمع ستة عشر عينة من مصادر نباتية مختلفة وتحليلها. أظهرت النتائج أن الغالبية العظمى من العينات تستوفي معايير الجودة الحالية. كانت نسبة الماء مرضية، مشيرة إلى تخزين جيد. كانت مستويات السكر متفاوتة، ولكن ضمن نطاق مقبول. أظهرت درجة الحموضة للعسل بعض التنوع، مرتبباً بالمصادر النباتية وممارسات تربية النحل المحلية. استوفت جميع العينات معايير الحموضة والهيدروكسي ميثيل فورفورال، مما يؤكد نضارتها. ومع ذلك، كانت نسبة السكريات المختزلة متفاوتة، حيث كان بعضها بالقرب من الحدود الدنيا. كشف تحليل نشاط مضادات الأكسدة عن مستويات معتبرة من البوليفينول والفلافونويد، اعتماداً على الأصل النباتي والجغرافي. تظهر هذه النتائج أن عسل تلمسان هو منتج عالي الجودة وآمن وغني بالمركبات النشطة بيولوجياً، وهذه الجودة تكون أعلى بكثير بالنسبة للعسل الذي تم حصاده مؤخراً، كما هو الحال مع عيناتنا. بالنظر إلى المستقبل، نسعى إلى توسيع أخذ العينات لدينا، واستكشاف المزيد من القيم الغذائية والبيولوجية، واستخدام طرق تحليل متقدمة، وتقييم الجودة السمية للعسل.

الكلمات المفتاحية: تلمسان، عسل، تحليلات، خصائص فيزيائية وكيميائية، جودة، هيدروكسي ميثيل فورفورال.