



UNIVERSITÉ MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI
BORDJ BOU ARRERIDJ

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد البشير الإبراهيمي برج بوعرييرج

Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.

كلية علوم الطبيعة والحياة وعلوم الارض والكون

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et de l'Univers

قسم العلوم البيولوجية

Département des Sciences Biologiques



UNIVERSITÉ MOHAMED EL BACHIR EL IBRAHIMI
BORDJ BOU ARRERIDJ

Mémoire

En vue de l'obtention du Diplôme de Master

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences Alimentaire

Spécialité : Qualité des Produits et sécurité alimentaire

Thème

Analyses physico-chimiques et propriétés antioxydantes du miel.

Présenté par : -BENSEFIA Fadila
- BALI Manel

Devant le jury :

Président :	M ^F DERRARDJA. A	MCA	(Univ BBA)
Encadrant :	M ^F TOUATI. N	MAA	(Univ BBA)
Examineur :	HADDACHE. L	MAB	(Univ BBA)

Année universitaire : 2018/2019

Table de matière

Remerciements	
Dédicace	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviation	
Introduction	1-2
Chapitre 01 : Elaboration du miel	
1- Elaboration du miel	03
1-1 A partir du nectar	03
1-1-1 Définition	03
1-1-2 Composition du nectar	03
1-1-3 Collecte du nectar par l'abeille	04
1-2 A partir du miellat	05
1-2-1 Définition	05
1-2-2 Composition du nectar	05
1-2-3 La récolte du miellat par l'abeille	05
1-3 La transformation de nectar en miel	06
1-4 Technologie du miel	07
1-4-1 Production	07
1-4-2 Récolte	08
1-5 La flore mellifère	09
Chapitre 02 : Le miel	
2-1 Définition	10
2-2 Classification du miel	10
2-3 Composition du miel	11
2-3-1 Composition majeur du miel	11
2-3-1-1 Eau	12
2-3-1-2 Les glucides	12
2-3-2 Composition mineur du miel	13
2-3-2-1 Les vitamines	13
2-3-2-2 Trace de protéine	13
2-3-2-3 Les enzymes	13
2-3-2-4 Trace de lipide	14
2-3-2-5 Les substances aromatiques	14
2-3-2-6 Les composés phénoliques	14
2-3-2-7 L'Hydroxyméthylfurfural	15
2-3-2-8 Les acides organiques	15
2-3-2-9 Les sels minéraux et oligo-éléments	16
2-3-2-10 Les diverses substances	16

2-4 Propriétés du miel	16
2-4-1 Propriétés physico-chimiques	16
2-4-1-1 Indice de réfraction et humidité	17
2-4-1-2 pH	17
2-4-1-3 Conductivité électrique	18
2-4-1-4 Pouvoir rotatoire	18
2-4-1-5 Couleur	18
2-4-1-6 Acidité	18
2-4-1-7 Viscosité	19
2-4-2 Propriété biologique	19
2-4-2-1 Propriété antioxydante	19
2-5 Principales transformations physiques et chimiques du miel	20
2-5-1 La cristallisation	20
2-5-2 La fermentation	20
Chapitre 03 : Matériel et méthode	
1- Matériel	22
1-1 Produits chimique	22
1-2 Appareillage	22
2- Méthodes	22
2-1 Analyse physicochimique	22
2-1-1 Degré Brix	23
2-1-2 pH	23
2-1-3 Conductivité électrique	23
2-1-4 Protéines	24
2-1-5 Densité	24
2-1-6 Acidité	24
2-1-7 Indice de réfraction	25
2-1-8 Teneur du HMF	25
2-1-9 Humidité	26
2-2 Dosage des antioxydants et activité antioxydante	26
2-2-1 Dosage des antioxydants	26
2-2-1-1 Détermination des composés phénoliques totaux	26
2-2-1-2 Détermination des flavonoïdes	27
2-3 Etude de l'activité anti-radicalaire	28
2-3-1 Test de DPPH	28
2-4 Analyse statistique	29
Chapitre 04 : Résultats et discussion	
2-1 Les paramètres physico-chimiques	30
2-1-1 Degré Brix	30
2-1-2 pH	30
2-1-3 Conductivité électrique	31

2-1-4 Densité	31
2-1-5 Acidité	32
2-1-6 Indice de réfraction	32
2-1-7 Teneur du HMF	33
2-2 Dosage des antioxydants et activité antioxydante	34
2-2-1 Dosage des antioxydants	34
2-2-1-1 Détermination des composés phénoliques totaux	34
2-2-1-2 Détermination des flavonoïdes	35
2-3 Etude de l'activité anti-radicalaire	35
2-3-1 DPPH	35
Conclusion	36

Dédicaces

Au nom du Dieu le tout puissant

Je dédie ce modeste travail:

A mon cher père, Younes qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie.

A ma chère et douce mère Aïcha Benredouane pour toute son assistance et sa présence dans ma vie.

Pour mes frères : Islem et Chouaïbe

A toute ma famille sans exception

A toutes mes amies et mes collègues de notre promotion 2018-2019

*Fulla, Ma chère binôme, Hadjer, Sifla, Yasma, Warda, Iffekale,
Soumia, Chaïma.*

Enfin à toutes les personnes qui comptent pour moi, intervenues dans ma vie à un moment ou à un autre et qui m'ont accompagné et soutenu, et Tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer...



Fadila

Remerciement

Je remercie Dieu Tout Puissant de nous avoir donné la patience et le courage pour réaliser cette étude.

J'adresse mes sincères remerciements à tout le personnel de laboratoire de m'avoir accueilli et aider, et pour toutes les conditions et matériel mis à ma disposition afin de réaliser ce modeste travail.

Je n'oublie pas d'accorder un grand merci à Younes Bensefia, Samir et Oussama qui ont attribué à la recherche des échantillons du miel

Je tien à exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements à mon promoteur Dr Touati N, d'avoir accepté de m'encadrer et de suivre ce travail.

Un grand merci à nos enseignants du Département de Science Alimentaire.

Enfin mes remerciements s'adressent aussi à

Tous ceux qui ont contribué de près ou

De loin à la réalisation de ce travail.

Fadila et Manel

Dédicaces

Au nom du Dieu le tout puissant

Je dédie ce modeste travail:

*A mon **cher père**, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie.*

*A ma **chère et douce mère** pour toute son assistance et sa présence dans ma vie.*

Pour mes frères :

*A toute **ma famille** sans exception*

*A toutes **mes amies et mes collègues** de notre promotion 2018-2019*

*Ma **chère binôme**, Hadjer, Saja, Yasma, Warda, Fajelale, , Chaima.*

Enfin à toutes les personnes qui comptent pour moi, intervenues dans ma vie à un moment ou à un autre et qui m'ont accompagné et soutenu, et Tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer...



Manel

Liste des figures

Figure 01: Abeille butineuse de fleur.....	-05-
Figure 02: Cadre de miel operculé.....	-07-
Figure 03: Origine du miel.....	-08-
Figure 04: Etapes de la récolte du miel par l'apiculteur.....	-09-
Figure 05: Composition moyenne du miel.....	-12-

Liste des Tableaux

Tableau 01 : Composition du nectar de quelques espèces végétales.....	-04-
Tableau 02 : principales différences entre miels de nectar et de miellat.....	-06-
Tableau 03 : Principaux composants du miel.....	-11-
Tableau 04 : Les vitamines dans le miel.....	-13-
Tableau 05 : sels minéraux et oligo-éléments du miel.....	-16-
Tableau 06 : Influence de l'humidité et de la présence de levures sur le risque de fermentation du miel.....	-17-
Tableau 07 : Présentation des échantillons de miel étudiés.....	-23-
Tableau 08 : La préparation de la gamme d'étalonnage de la quercétine	-28-
Tableau 09 : La préparation de la gamme d'étalonnage de l'acide ascorbique	-29-

Liste des abréviations

pH: Potentiel d'hydrogène

DPPH: 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl

N: Normalité.

NaCl: Chlorure de sodium.

nm: Nanomètre.

HMF : Hydroxy-méthyl-furfural.

CE : conductivité électrique.

Méq : Milliéquivalent.

EAG : équivalent d'acide gallique.

EAA : équivalent d'acide ascorbique.

EQ : équivalent de quercétine.

Abs : absorbance.



Introduction

Pour la protection de la santé humaine, une attention considérable est actuellement axée sur la consommation des aliments fonctionnels. En particulier, le rôle des antioxydants alimentaires capables de piéger les oxydants responsables initiaux de diverses maladies qui a ont été intensément discutés par **Kris-Etherton *et al.*, (2004)**.

Le miel est un aliment naturel, visqueux, aromatique qui est apprécié pour son goût, sa saveur ainsi que ses valeurs nutritives, consommé par plusieurs personnes dans le monde entier, et c'est pour cette raison qu'il exige certaines normes, qui garantissent sa qualité et son identité (**Da Silva, 2015**).

Il est très riche en sucre, constituée principalement par des glucides (dont le fructose et le glucose sont les composants principaux), et d'autres composés tels que l'eau, les protéines, les vitamines, les minéraux, les lipides, les acides aminés, les acides organiques, les composés phénoliques, flavonoïdes, caroténoïdes, les enzymes, les composés volatils (**Azeredo *et al.*, 2003 ; Saxena *et al.*, 2010 ; Alquarni *et al.*, 2012**).

Ces nutriments précieux, possèdent plusieurs propriétés nutritionnelles, antioxydante et sont utilisés pour le traitement de nombreuses maladies. Les principaux agents antioxydants du miel sont les composés phénoliques et les flavonoïdes qui ont comme rôle de neutraliser ou de réduire les dommages causés par les radicaux libres présent dans l'organisme. Ces derniers interagissent avec toute une série de substrats biologiques induisant la dénaturation des protéines, l'inactivation des enzymes, l'oxydation du glucose et plusieurs autres dommages (**Aljadi *et al.*, 2004**).

Les caractéristiques antioxydantes du miel est en augmentation, Les composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes) ainsi que les non-phénoliques (l'acide ascorbique, les acides organiques et les protéines, y compris certaines enzymes telles que la glucose oxydase et la catalase) peuvent contribuer à l'activité antioxydante du miel. Divers tests sont appliqués pour déterminer l'activité antioxydante du miel (**Alvarez-Suarez *et al.*, 2009**).

L'objectif de notre travail vise à déterminer quelques propriétés physico-chimiques ainsi que certaines activités antioxydantes de 2 échantillons de miel.



Pour réaliser cela la présente étude est divisée en deux parties :

La première (**chapitre 1 et 2**) est une partie théorique qui vise à présenter le miel dans ces généralités (définition, origine, variétés, récolte, composition chimique) ainsi que ces propriétés physico-chimiques.

La deuxième (**chapitre 3 et 4**) est une partie pratique qui porte sur la détermination de quelques caractéristiques physico-chimiques (pH, humidité, brix, conductivité électrique, HMF), dosage de quelques composants (composés phénoliques totaux, flavonoïdes), ainsi que la détermination de l'activités antiradicalaires des échantillons de miel vis à vis des radicaux DPPH. Enfin, les résultats ont été présentés et discuté.



1-Elaboration du miel

Le terme « miel », qui vient du latin mel, est un produit naturel qui a accompagné l'homme depuis la plus haute antiquité. Il est élaboré par les abeilles de l'espèce *Apis mellifera* peut provenir de deux sources mellifères distinctes : le nectar ou le miellat (**Codex Alimentarius, 2001**).

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

Pour certains miels (le miel de sapin par exemple) la principale source sucrée est le miellat. Il s'agit de l'excrétion d'insectes parasites vivant sur la plante. Il a été montré qu'en présence d'une grande quantité de nectar, elles délaissent le miellat. Cependant, lorsque les conditions climatiques sont défavorables, le miellat peut représenter une source nutritive intéressante pour l'abeille (**Climent , 2006**).

1-1 A partir du nectar

1-1-1 Définition

Le nectar est une exsudation sécrétée par des glandes, dites nectaires, organes propres aux végétaux supérieurs. Ces glandes sont des structures de petite dimension dont la localisation est variable, il existe des nectaires floraux : qui sont à la base des fleurs , des nectaires extra floraux : qui sont portés sur les feuilles, les tiges ou les autres parties de la plante. Ce fameux liquide se forme à partir de la sève de la plante (**Hoyet, 2005**).

1-1-2 Composition du nectar

Il est composé d'une majorité de sucres et d'eau mais il renferme également d'autres substances dont il y a: les acides organiques, les protéines dont des enzymes, les acides aromatiques et des composés inorganiques. Chaque plante à nectar présente ses caractéristiques conférant au miel sa couleur et sa saveur (**Lacub, 2013**).

Le nectar est un mélange composé d'eau, de glucides dont le saccharose et divers autres produits. Les proportions des glucides varient d'une plante à une autre et influent sur la qualité du miel (**Schweitzer, 2005**).



Outre les glucides et l'eau, à de faibles quantités, le miel contient des acides organiques (acides fumarique, oxalique, succinique, malique, etc.), des protéines notamment des enzymes, des acides aminés libres (acide glutamique, aspartique, méthionine, sérine, tyrosine, etc.), composés inorganiques (phosphate), des alcaloïdes, des phénols, de substances bactéricides... (**Gardener et Gillman, 2001 ; Nicolson et Thornburg, 2007 ; Bonté et Dismolière, 2013**).

On les classes en :

- ❖ Des nectars à saccharose prédominant ;
- ❖ Des nectars à taux égaux de saccharose, fructose et glucose ;
- ❖ Des nectars avec prédominances du glucose et fructose.

Tableau 01: Composition du nectar de quelques espèces végétales (**Schweitzer, 2005**).

Type de nectar	Nectar de lavande	Nectar de chèvrefeuille
Composition	8% Eau	76% Eau
	8% Saccharose	12% Saccharose
	7,5% Glucose	9% Glucose
	4,5% Gomme, résidus et pertes	3% Dextrine, résidus et perte

1-1-3 Collecte du nectar par l'abeille

Pour produire 100 g de miel, l'abeille butineuse doit visiter un nombre considérable de fleurs (**figure N°2**) : environ un million (**Ioiriche , 1984**).

Elle aspire le nectar de chacune d'entre elles à l'aide de sa trompe (**figure N°1**). L'appareil suçoir est composé d'un ensemble de pièces buccales dont principalement : des palpes labiaux, des maxillaires et de la langue. L'ensemble est parfaitement étanche, ce qui permet l'aspiration du liquide sucré par les muscles du pharynx. Le nectar est ainsi envoyé dans l'œsophage puis dans le jabot (**Climent , 2002**).

Afin que l'aspiration soit plus facile, l'abeille dilue le nectar avec de la salive, mélange de sécrétions riches en enzymes (**Climent , 2002**).



Figure N°1: Abeille butineuse de fleur (Climent , 2002).

1-2 A partir du miellat

1-2-1 Définition

Le miellat est une sécrétion issue de la plante forestière (comme le sapin) ou une sécrétion se trouvant sur celle-ci et provenant des excréments de certains insectes suceurs de sève comme les pucerons. Le miellat produit un miel plutôt sombre et moins humide que le miel de nectar (Aupy *et al.*, 1994) .

Il est plus dense en sucre que le nectar (Climent , 2002).

1-2-2 Composition du miellat

La composition du miellat est plus proche de la sève végétale que celle du nectar. Elle est plus riche en azote (0,2 % - 1,8 %), en minéraux (0,58 %) et en acide organique. Le miellat contient du glucose et du fructose (61,6 %) ainsi que d'autres sucres tels que le melizitose (8,6 %), le raffinose (0,84 %) et l'isomaltose (9,6 %) (Bruneau , 2002).

1-2-3 La récolte du miellat par l'abeille

Les récoltes de miellat ont lieu entre la fin du printemps et l'été. Les quantités récoltées sont très variables d'une année à l'autre. En effet, les pucerons sont très sensibles aux conditions météorologiques défavorables et il faut noter qu'en présence d'une abondance de nectar, cette source est délaissée par les abeilles (Climent , 2005). Et que même le miel qui en résulte est de mauvaise qualité, par suite de la présence des gommés et dextrines (Guezou , 2009).



Tableau 02 :principales différences entre miels de nectar et de miellat (**Rossant, 2011**).

Paramètres	Miel de miellat	Miel de nectar
pH	4,50	3,90
Minéraux (cendres)	0,58%	0,26%
Fructose + glucose	61,60%	74%
Autres sucres exprimés en % des sucres totaux		
Mélézitose	86%	0,2%
Raffinose	0,84%	0,03%
Maltose + isomaltose	9,60%	7,80%

1-3 La transformation de nectar en miel

La maturation du nectar en miel consiste en une transformation des sucres et une diminution de la teneur en eau. Elle commence dès la récolte du nectar par l'abeille, se poursuit lors du stockage dans la ruche (**Maurizio, 1968**) (**Popa, 1968**). Chaque jour, l'abeille butineuse quitte sa ruche à la recherche du nectar et du miellat, elle s'arrête sur 500 à 1100 fleurs par jour pour produire 10 g de miel (**Koudama, 1985**). L'élaboration du miel commence dans le jabot de l'abeille butineuse. Sitôt prélevée, la matière première est mélangée aux sécrétions des glandes salivaires de l'insecte, qui la modifie (**Bogdanov et Bieri, 1995**). Parallèlement, une partie de l'eau s'évapore, de sorte que la matière sèche du miel atteigne 60%. La deuxième phase se déroule au niveau des alvéoles sous l'influence de l'air sec qui élimine une autre partie de l'eau du miel jusqu'à atteindre un taux d'humidité de 18 à 20 % (**Bogdanov et Kanziny, 2004**). Les enzymes apportées par la salive (en particulier l'invertase) hydrolysent le saccharose en glucose et fructose. Cette réaction d'hydrolyse est appelée « inversion du saccharose », car le saccharose est dextrogyre et le produit de l'hydrolyse (glucose et fructose) est lévogyre (**Popa, 1968**).

Lorsque le miel atteint un faible degré d'humidité, la glucose-oxydase devient inactive et le produit se stabilise. Les abeilles cirières opercules l'alvéole à l'aide d'une fine couche de cire, imperméable à l'air, ce qui permet une longue conservation du miel (**figure N°2**) (**Lequet, 2010**).



Figure N°2 : Cadre de miel operculé (Lequet, 2010).

1-4 Technologie du miel

1-4-1 Production

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



Une fois arrivée à la ruche, la butineuse transmet le nectar ingéré aux ouvrières, qui le régurgitent encore puis le passent à d'autres abeilles et ainsi de suite (phénomène de trophallaxie). La teneur en eau du liquide sucré s'abaisse progressivement jusqu'à atteindre environ 18 % et s'enrichit en même temps en sucs gastriques et en substances salivaires. Il est ensuite déposé dans des alvéoles qui seront operculées par une couche de cire afin d'assurer sa conservation (Figure 04) (Alvarez, 2010 ; Hoyet, 2005).

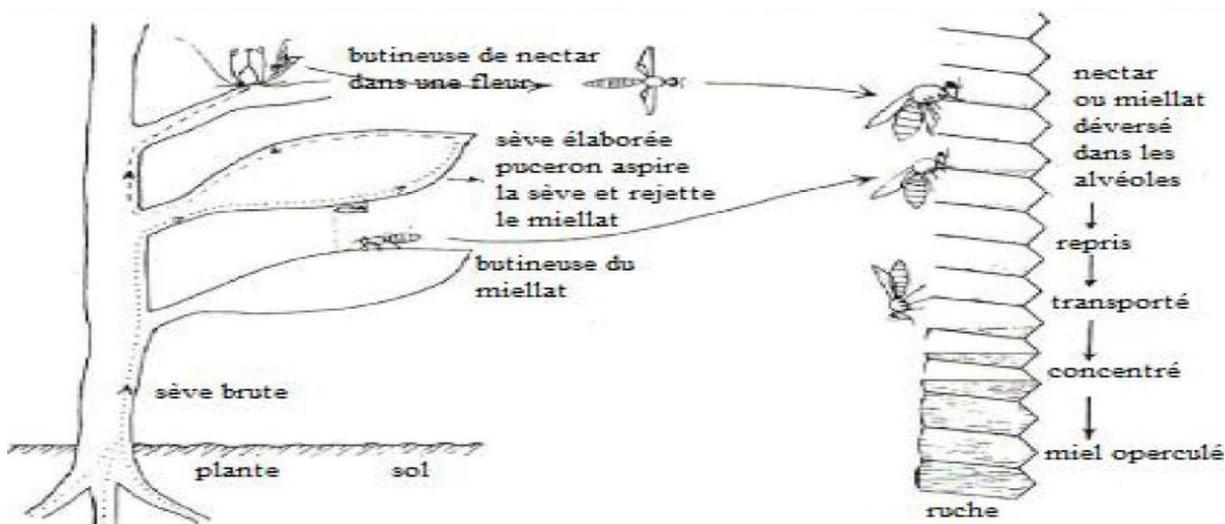


Figure 04: Origine du miel (Jean-Prost et Le Conte, 2005).

1-4-2 Récolte

La récolte du miel peut se pratiquer dès la fin de la miellée quand la ruche est devenue très lourde. L'apiculteur retire les cadres du miel, il laisse que les provisions nécessaires pour que les abeilles puissent nourrir les jeunes larves et éventuellement passer l'hiver suivant. Après avoir enfumé la colonie, la récolte du miel peut s'effectuer essentiellement en 4 étapes

(Figure 04) (Irlande, 2010).

a) La désoperculation : l'apiculteur enlève les opercules de cire à l'aide d'un couteau désoperculer (Figure 04-a).

b) L'extraction : Les cadres sont ensuite mis dans un extracteur, une sorte de centrifugeuse manuelle ou automatisée, qui permet la sortie du miel des alvéoles (Figure 04-b).

c) La maturation : Le miel est recueilli dans un maturateur, 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...). Ces dernières remontent à la surface du miel et constituent une écume qui sera retirée (Figure 04-c).

d) La conservation du miel : Le miel est un produit vivant qui subit au cours du temps un certain nombre de modifications aboutissant inévitablement à la perte de sa qualité. Dans la mesure du possible, les locaux de conservation du miel seront secs et aérés. Tout les miels dont le pH est inférieur à 4 convient de les garder dans des locaux frais ou à des températures



qui ne dépasse pas 20 °C. Si le miel à stocker présente un risque de fermentation, il faudra impérativement le pasteuriser ou le conserver dans des températures de 4 à 5 °C (Hoyet, 2005) (Figure 04-d).

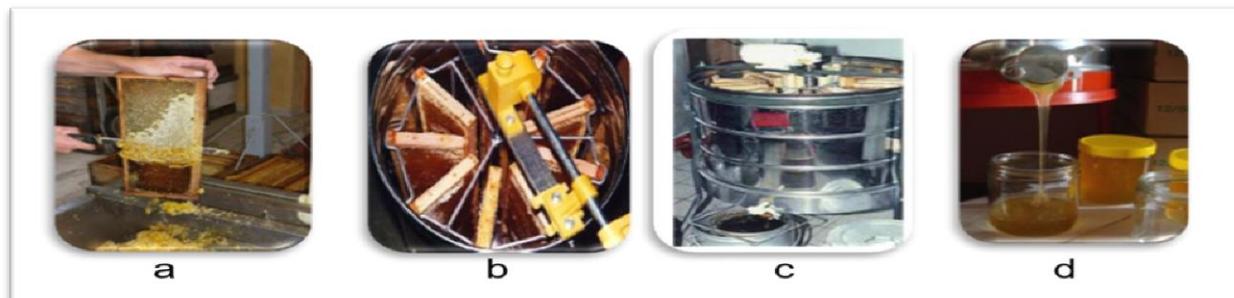


Figure 04 : Etapes de la récolte du miel par l'apiculteur (Hoyet, 2005).

1-5 La flore mellifère

De très nombreuses espèces végétales produisent du nectar ou du pollen, mais toutes n'attirent pas les abeilles et sont moins intéressantes pour un apiculteur. La valeur apicole d'une plante dépend de certains critères : elle doit produire du nectar ou du pollen attractif pour les abeilles, le nectar doit être accessible (à cause de la profondeur de leurs corolles, les fleurs de certaines plantes, comme le trèfle rouge, ne peuvent être visitées que par des abeilles qui ont une longue langue), il doit également devenir un bon miel et, enfin, il faut que la plante soit commune (la surface fleurie doit être suffisamment importante) (Vear ; Pham-Delegue, 1990).

La flore mellifère est fortement influencée par l'homme, qui, en cultivant de grands espaces, fournit du nectar et du pollen aux abeilles. Cependant, certaines techniques agricoles nuisent à l'apiculture. D'une part, l'utilisation d'herbicides fait disparaître des plantes comme les coquelicots ou les chardons, pourtant utiles aux abeilles. De plus, les légumineuses telles que la luzerne ou les trèfles sont généralement fauchées dès le début de leur floraison. D'autre part, des pesticides ont récemment été mis en cause dans la disparition des colonies d'abeilles domestiques, phénomène connu sous le nom de syndrome d'effondrement des colonies, et trois molécules de la famille des néonicotinoïdes ont été interdites dans l'Union européenne : l'imidaclopride, le thiaméthoxame et la clothianidine (Clément, 2002).



2- Le miel

2-1 Définition

Le miel est la substance naturelle sucrée produite par l'abeille *Apis mellifera* (Apidae), à partir du nectar 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 (**Codex, 2001**).

2-2 Classification du miel

Selon (**Sanz et al., 2005**), le miel vient des plantes par l'intermédiaire des abeilles à partir du nectar recueilli dans la fleur, ou du miellat recueilli sur la plante. donc d'après leur origine botanique les miels peuvent être classifiés en :

- **Miel de nectar de fleurs**

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

- **Miel du miellat**

Pour certains miels (le miel de sapin par exemple) la principale source sucrée est le miellat. il s'agit d'un liquide sucrée produit par plusieurs espèces d'insectes parasites vivant sur la plante, tels que des pucerons, des cochenilles ou de cicadelles par exemple. ces insectes munis d'un appareil buccal piqueur suceur, prélèvent la lymphe végétale dont ils se nourrissent en perforant la plante qui les abrite (**Bruneau, 2004**).

Il est difficile d'observer les abeilles effectuer ce type de butinage. Il a été montré qu'en présence d'une grande quantité de nectar, elles délaissent le miellat. Cependant, lorsque les conditions climatiques défavorables, le miellat peut représenter une source nutritive intéressante pour l'abeille (**Clément, 2006**).



2-3 Composition du miel

Tableau 03: Principaux composants du miel (Lobreau-Callen, 2000).

Composition	Pourcentage totale	Type de composés	Principaux composants
Eau	15 à 20 % (moyenne 17 %)		
Glucides	75 à 80 %	Monosaccharides Disaccharides Polysaccharides	Glucose 33% Fructose 39% Maltose 0,9% , isomaltose, saccharose 2,3% Erllose, raffinose, mélézitose...
Substances diverses	1 à 5 %	Acides organique (0,1 à 0,5 %) Protéines et acides aminés (0,2 à 2 %) Vitamines Enzymes provenant des glandes hypopharyngiennes Enzymes provenant du nectar Minéraux	Acide gluconique, succinique, citrique, formique... Matières albuminoïdes, matières azotées, proline, leucine, glutamate... B, C, A, D, K. Amylases, invertase, glucose oxydase. Catalase, phosphatases. K, Ca, Na, Mg, Mn, Co, Fe...
Pigments		Caroténoïdes	
lipides	traces	Flavonoïdes Acides gras	Catéchine, quercitrine Acides palmitiques, butyriques, caprique, valérique

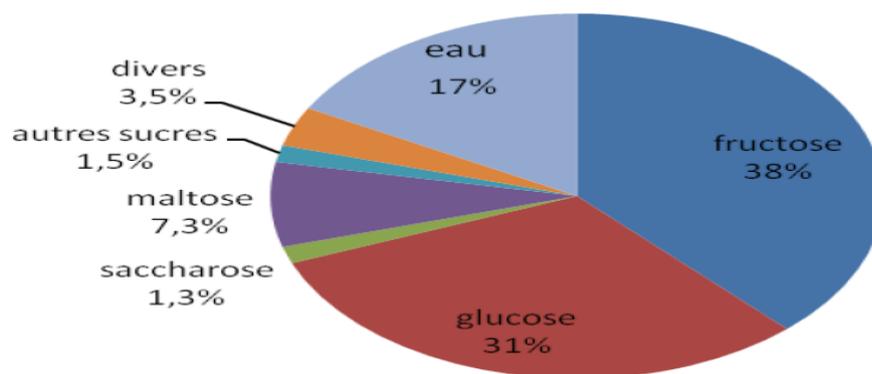


Figure n°5: Composition moyenne du miel (Bruneau, 2002).

1-3-1 Composition majeur du miel

1-3-1-1 Eau

Selon le **codex alimentarius (2001)** et les **règlements de l'Union européenne** la teneur en eau dans le miel peut varier entre 13 à 20 %, exception faite pour le miel de boulangère et le miel de bruyère, qui peuvent présenter des teneurs plus élevées (jusqu'à 26%). La teneur en eau dépend de la source du miel, des conditions climatiques et d'autres facteurs (le degré de maturation). Si la teneur en eau du miel est supérieur à 20%, ce dernier a des chances de fermenter (Gupta *et al.*, 2014).

2-3-1-2 Les glucides

Selon les miels, les glucides représente 90-99% de la matière sèche. Les principaux sucres constitutifs du miel sont le fructose et le glucose. De nombreuses autres sucres sont également présents dans le miel, en plus faible quantité, tels que le saccharose, le mélézitose, et le raffinose (Can *et al.*, 2015). D'autres sucres tels que le maltose, l'érlose, l'isomaltose apparaissent seulement comme des produits secondaires issus de la transformation par les abeilles (Barcelo, 2013). La proportion des différents sucres présents dans le miel est très aléatoires, elle dépend directement du type de fleurs butinée par les abeilles (Ramon-Sierra, 2015). Les glucides sont responsables de plusieurs propriétés physico-chimiques du miel tels que la viscosité, l'hygroscopicité et la granulation (Can *et al.*, 2015).

Certains proviennent du nectar ou du miellat (d'origine végétale), d'autres apparaissent seulement comme des produits secondaires après transformation par les enzymes de l'abeille (Lequet, 2010).



1-3-2 Composition mineur

1-3-2-1 Les vitamines

Le miel contient peu de vitamines. On y trouve essentiellement des vitamines du groupe B (B1, B2, B3 ...), parfois on y trouve aussi de la vitamine C et très rarement de la vitamines A ,K et D (Preedy, 2013).

Tableau 04: Les vitamines dans le miel, en mg/100g (Bogdanov et Matzke ,2003).

Les vitamines	Unité mg/100g
Thiamine (B1)	0,00-0,01
Riboflavine (B2)	0,02-0,01
Pyridoxine	0,01-0,23
Niacine	0,10-0,20
Acide pantothénique	0,02-0,11
Acide ascorbique (vitamine C)	2,2-2,5
Phylloquinone (vitamine K)	0,25

1-3-2-2 Trace de protéine

Le miel convenablement récolté est pauvre en protéine et en acides aminés, la source de ces protéines dans la ruche est le pollen. Quelques traces de pollen sont cependant inévitables et participent d'ailleurs à son identification florale. Seule le miel de bruyère callun contient une protéine particulière, responsable de l'évolution de sa viscosité au cours du temps (Majtan *et al.*, 2012 ; Beretta *et al.*, 2012 ; Ramon-Sierra *et al.*, 2015). Ils sont présents en faible quantité dans le miel (0,26%) et la teneur en azote est négligeable, de l'ordre de 0,041%. Il s'agit essentiellement de peptones, d'albumines, de globulines et de nucléoprotéines qui proviennent soit de la plante (nectars, grains de pollen), soit des sécrétions de l'abeille. Il y a également des traces d'acides aminés comme la proline, la trypsine, l'histidine, l'alanine, la glycine, la méthionine, etc. La proline est le plus abondant des acides aminés du miel.

1-3-2-3 Les enzymes

Le miel contient plusieurs enzymes dont la présence est à rattacher à l'origine double du miel : végétales ou animales et leurs teneurs diminuent considérablement avec le traitement thermique et la conservation. On sait que le nectar contient dès sa récolte des



enzymes qui agissent sur les sucres ; les sécrétions de l'abeille viennent y ajouter des enzymes des glandes pharyngiennes. Les principaux enzymes du miel sont les α et β amylases l'amylase qui est une enzyme responsable de l'hydrolyse de l'amidon en dextrine puis en maltose, la glucose oxydase qui donne naissance à du peroxyde d'hydrogène et à la gluconolactone, la catalase et la phosphatase. L'invertase et l'amylase sont importantes pour l'appréciation du miel (**Gilliam et Jackson, 1972 ; Pontoh et Low, 2002 et Sak-Bosmar et Sakac, 2012**). Ces enzymes sont détruites par la chaleur, et leur présence ou leur absence peut servir d'indication de surchauffage du miel (**Rossant, 2011**).

1-3-2-4 Traces de lipide

De très faibles quantités de lipides ont été isolées dans le miel, principalement l'acide palmitique, oléique, l'aurique, myristoleique, stéarique et linoléique (**Lobreau- Callen et al., 1999**).

1-3-2-5 Les substances aromatique

L'arome est un facteur de qualité important dans les produits alimentaires. L'arome du miel dépend de la composition de la fraction volatile, qui est sous l'influence de la composition du nectar et de l'origine florale. Certaines de ces aromes ont été identifiées, notamment le méthylantranilate dans les miels d'orangers et de lavandes ; 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 (**Gonnet, 1982 ; Jelen, 2012**).

1-3-2-6 Les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires dont les principales sources sont les sécrétions végétales (propolis, nectar et pollen) (**Can et al., 2015**). Parmi les structures identifiées dans le miel, On retrouve les acides phénoliques (acides benzoliques et cinnamiques), les flavonoïdes en proportions très variables selon la source florale (**Collin et Crouzet, 2011**). Selon (**Sarmiento Silva et al., 2013**), les phénols interviennent sur la couleur par l'intermédiaire des flavonoïdes susceptibles de contribuer à la couleur jaune. En règle générale, plus les miels sont foncés (comme ceux issus du tournesol, du sarrasin et du miellat), plus ils sont riches en flavonoïdes. Ces derniers possèdent de fortes propriétés antioxydantes très intéressantes, car ils participent à la neutralisation des radicaux libres de l'organisme. Les flavonoïdes sont synthétisés par les plantes lors de l'invasion microbienne, il est par conséquent logique, qu'ils agissent comme substances antimicrobienne (**Lachman et al., 2010 ; Wilczynska, 2014**).



D'autre part, les flavonoïdes les mieux représentés dans le miel sont la chryusine, l'apigénine, l'héspértine, la pinocembrine, la pinobanksine et la galangine (**Collin et Crouzet, 2011**).

1-3-2-7 L'Hydroxyméthylfurfural

On appelle hydroxyméthylfurfural, ou simplement HMF, un dérivé (aldéhyde cyclique) de déshydratation des hexoses (glucose ou fructose) qui se forme dans le miel au cours de son vieillissement. A température ordinaire (entre 15°C et 10°C), le taux d'HMF augmente tout d'abord progressivement pour s'accélérer par la suite. Cette progression serait plus rapide dans le miel à pH faible (compris entre 3 et 3.5) (**Paul et al., 2013**). L'HMF est un excellent indicateur de la fraîcheur et de la pureté du miel ; sa concentration ne doit pas dépasser 40mg/Kg, selon (**Boussaid et al., 2014**), HMF est observé avec une concentration élevée dans les miels d'eucalyptus et d'oranger. Plusieurs facteurs influencent la formation de l'HMF, comme les conditions de stockage (température) et la source floral (**Meda et al., 2005**). En plus de ces facteurs, le taux d'HMF dépend du type de sucres présent dans le miel (fructose, glucose, rati) (**Gras et al., 2014**).

L'élévation de la température à une action importante sur la formation de l'HMF. Deux paramètres entrent en jeu dans cette formation ; la température et la durée. ils sont constaté, en effet qu'une chaleur modérée (35 à 40°C) pendant plusieurs jours peut avoir le même effet sur les miels, qu'un chauffage de quelques heures à 50°C ou de quelques minutes à 80°C (**Tosi et al., 2004**).

Un miel de bonne qualité ne devrait pas avoir un taux supérieur à 25mg/kg d'HMF (**Downey et al., 2005 ; Zappala et al., 2005**).

1-3-2-8 Les acides organiques

Les miels contiennent des acides organiques (dont certains sont volatils), ainsi que des lactones. Leur provenance est diverse: certains sont issus du nectar directement, d'autres sont le fruit de réactions, enzymatiques et de fermentations. Les acides identifiés dans le miel sont: l'acide gluconique (constituant acide majoritaire, issu du glucose), les acides butyriques, l'acide acétique, l'acide formique, l'acide lactique, l'acide succinique, l'acide pro glutamique, l'acide malique et l'acide citrique. L'acidité totale est la somme des acides libres et des lactones. Légalement, elle ne doit pas dépasser 50 milliéquivalents par kg. Pour les miels destinés à l'industrie, la limite tolérée est de 80 milliéquivalents (**Lequet, 2010**).



1-3-2-9 Sels minéraux et oligo-éléments:

Les éléments minéraux contenus dans le miel sont de l'ordre de 0.2% pour ceux du nectar et jusqu'à 1% pour ceux du miellat. Les plus importants sont le calcium, le magnésium, le phosphore, le potassium... (Altman, 2010). D'une manière générale, les miels foncés sont globalement plus riches quantitativement en matières minérales que les miels claires (Mbogning *et al.*, 2011).

Les miels de fleurs contiennent 0.1 à 0.35 g d'oligo-éléments par 100 g de miel, le miel de châtaignier et les miels de miellat avec plus de 1g/100g. La teneur en sel minéraux et en oligo-éléments du miel est indiquée dans le **tableau 5**.

Tableau 05: sels minéraux et oligo-éléments du miel (Mores *et al.*, 1980).

Les constituants minéraux	Quantité en mg/kg	Les constituants minéraux	Quantité en mg/kg
Potassium	200-1500	Manganèse	0,2-10
Sodium	16-170	Chrome	0,1-0,3
Calcium	40-300	Cobalt	0,01-0,5
Magnésium	7-130	Nickel	0,3-1,3
Fer	0,3-40	Aluminium	60
Zink	0,5-20	Cuivre	0,2-6
plomb	0,02-0,8	Cadmium	0,005-0,15

1-3-2-10 Diverses substances

Le miel renferme aussi, des spores, des algues unicellulaires, des levures osmotolérantes et des champignons microscopiques. En raison de la forte pression osmotique, les microorganismes qui parviennent dans le miel ne peuvent pas s'y développer (Schiver, 2006).

2-4 Propriétés du miel

2-4-1 Propriétés physico-chimiques

Les caractéristiques physico-chimiques des miels sont très importantes, leur interprétation permet de déduire non seulement l'état de fraîcheur du miel mais également ses conditions optimales de conservation ainsi que sa qualité. Certaines d'entre eux participent aussi à l'identification de l'origine florale d'un miel.



2-4-1-1 Indice de réfraction et humidité

L'indice de réfraction permet de calculer une variable très importante, la teneur en eau. Il est d'autant plus élevé que la teneur du miel en eau est faible. Il oscille entre 1,47 et 1,50 à une température de 20 °C. La teneur en eau d'un miel provient essentiellement de l'humidité du nectar mais elle peut être aussi influencée par de nombreux d'autres facteurs parmi lesquels: les conditions climatiques lors de la récolte et les conditions de stockage (**Lazarević et al., 2012 ; Belay et al., 2013**).

L'humidité du miel conditionne sa conservation : plus elle est élevée, plus le miel risque de se fermenter. Toutefois, l'humidité ne doit pas dépasser une teneur en eau de 18 % (**Daily, 2010**).

Tableau 06: Influence de l'humidité et de la présence de levures sur le risque de fermentation du miel (**Lequet, 2010**).

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

2-4-1-2 pH

Tous les miels sont acides. En effet, leur pH varie entre 3,2 et 5,5. Les miels de nectar ont un pH faible (de 3,3 à 4,0) tandis que les miels de miellat ont un pH un peu plus élevé (de 4,5 à 5,5) (**Lequet, 2010 ; Bogdanov et al., 2011**).

Cette acidité est due principalement à la teneur du miel en acide gluconique (**Cavia et al., 2007**). Le pH influence la stabilité du miel et ses conditions de conservation. Les miels à pH bas accélèrent le processus de la formation de l'HMF, ce qui il faudra alors prendre un soin particulier à leur conservation (**Khalil et al., 2012**).



2-4-1-3 Conductivité électrique

La conductivité électrique est un paramètre efficace pour la distinction entre les miels floraux et les miels de miellats. Elle dépend de la teneur du miel en minéraux et en acidité (la présence des acides organiques et des protéines) (Yucel et Sultanoglu, 2013). En général, la conductivité électrique du miel est d'autant plus élevée que sa teneur en substances minérales est élevée (Acquarone *et al.*, 2007).

Ce paramètre est en rapport avec la couleur du miel. Selon (Belay *et al.*, 2013), les miels foncés conduisent mieux le courant électrique que les miels clairs.

2-4-1-4 Pouvoir rotatoire

Le pouvoir rotatoire est un des paramètres qui permet la distinction entre les miels de miellat et les miels de nectar, en se basant sur la caractéristique optique des sucres de dévier le plan de la lumière polarisée. En effet, la majorité des miels font tourner à gauche la lumière polarisée (miel de nectar), mais il existe des miels dextrogyres (miel de miellat), qui par conséquent font tourner le plan de polarisation à droite (Bogdanov *et al.*, 2004).

2-4-1-5 Couleur

La coloration est une caractéristique physique importante des miels car elle est en rapport avec leur origine florale ainsi qu'avec leur composition. La couleur du miel peut présenter une coloration d'une très grande variabilité qui peut aller d'une teinte presque incolore ou blanche au brun sombre. Plus le miel est clair, moins il est riche en minéraux et inversement. Le chauffage, le vieillissement ainsi que la lumière provoquent une intensification de la coloration du miel (Lequet, 2010 ; Oudjet 2012).

Les caroténoïdes, les composés phénoliques, les minéraux et les acides aminés (tyrosine, tryptophane) sont responsables de la couleur du miel (Lequet, 2010).

2-4-1-6 Acidité

L'acidité des miels augmente sous l'action de la dégradation du glucose en acide gluconique dont le taux augmente régulièrement avec le vieillissement (Bogdanov *et al.*, 2011). Les phénomènes de dégradation spontanée du miel lors de son vieillissement naturel ou d'un chauffage sont largement dépendants du pH au moment de la mise en pot et font eux-mêmes évoluer le pH (le miel s'acidifie en vieillissant) (Bogdanov, 2004 ; Décret n°2003-587 du 30 juin 2003).



2-4-1-7 Viscosité

La viscosité est très élevée à basse température et décroît rapidement lorsque la température augmente à 35° C, tous les miels sont fluides. Toutefois, il existe des exceptions notamment pour certains miels qui ont une composition particulière et une viscosité anormale (Bogdanov *et al.*, 2004, Bogdanov 2011).

2-4-2 Propriété biologique

2-4-2-1 Propriété antioxydante

Les antioxydants sont des substances endogènes ou exogènes capables de neutraliser ou de réduire les dommages causés par les radicaux libres (molécules hautement réactives) dans l'organisme, qui sont produits suite à un stress oxydant (Ouchemoukh, 2012).

Les réactions biochimiques qui ont lieu dans notre organisme produisent des radicaux libres initiant des réactions d'oxydation en chaîne qui ont une action néfaste sur les cellules de notre corps, en les abîmant et en accélérant le processus du vieillissement.

Normalement, le corps humain maintient l'équilibre entre les antioxydants et les radicaux libres en produisant simultanément les deux types de substances dans le processus métabolique. Le déséquilibre entre ces deux types de composés conduit à un phénomène appelé *stress oxydatif* (Goodarzi et Khosravi, 2013).

L'initiation des phénomènes de réactions d'oxydations en chaîne dans l'organisme humain peut conduire à des pathologies comme l'athérosclérose, le cancer, maladies cardiovasculaires, la cataracte, la dégénérescence musculaire, l'altération de la cicatrisation de la plaie et les maladies inflammatoires gastro-intestinales (Aljadi et Kamaruddin, 2004).

Un groupe important de composés phytochimiques ; les polyphénols (flavonoïdes et acides phénoliques) sont impliqués dans l'activité antioxydante du miel. De nombreux phénols totaux ont été identifiés dans le miel :

- ❖ Les flavonoïdes tels que l'apigénine, la pinocembrin, la kaempférol, la quercétine, la galangine, la chrysin, l'hésperétine et la myricétine.
- ❖ Les acides phénoliques tels que les acides caféiques, féruliques ... (Gheldof et Engeseth, 2002 ; Rakha *et al.*, 2008 ; Ouchemoukh, 2012 ; Vallianou *et al.*, 2014).

En plus de polyphénols, d'autres constituants sont connus pour contribuer à l'effet antioxydant du miel. Il s'agit notamment des vitamines (C et E), des enzymes (catalase, peroxydase et glucose oxydase), des caroténoïdes et les produits de la réaction de Maillard (Khan *et al.*, 2007 ; Mandal *et al.*, 2011). De nombreux composants du miel, en particulier les flavonoïdes et des acides phénoliques, contribuent de manière significative à la capacité



anti-oxydante, dont la plupart fonctionne ensemble pour fournir un effet antioxydant synergique (**Moussa *et al.*, 2012 ; Vallianou *et al.*, 2014**). De nombreuses études ont montré que l'activité antioxydante est fortement corrélée avec la teneur en composés phénoliques, ainsi que le miel foncé a une teneur plus élevée en composés phénoliques totaux et par conséquent une plus grande capacité antioxydante (**Al-Mamary *et al.*, 2002**).

La capacité antioxydante du miel dépend de l'origine florale et géographique, les conditions climatiques et le stockage de miel. La plus grande influence sur l'activité antioxydante du miel est liée à son origine botanique (**Frankel *et al.*, 1998 ; Al-Mamary *et al.*, 2002; Gheldof *et al.*, 2002 ; Beretta *et al.*, 2005**).

En général, l'activité antioxydante d'un miel se résulte de la combinaison d'une large gamme d'activité de ces composés. Elle est variable d'un miel à l'autre selon la source botanique et la présence de différents composés antioxydants. En effet, le miel est connu pour être riche en antioxydants enzymatiques et non-enzymatiques, notamment la glucose-oxydase, la catalase, l'acide ascorbique, les caroténoïdes, les acides phénoliques et les flavonoïdes (**Beretta *et al.*, 2005 ; Alvarez-Suarez *et al.*, 2010**). Cette dernière est considérée non seulement comme des piègeurs efficaces des radicaux pyroxyles mais aussi des piègeurs d'ions métalliques car elles ont des propriétés chélatrices (**Al-Mamary *et al.*, 2002 ; Ediriweera et Premarathna, 2012**).

2-5 Principales transformations physiques et chimiques du miel

2-5-1 La cristallisation

La cristallisation du miel est un processus naturel et inévitable qui modifie l'état du miel, sans altérer sa qualité. Elle est considérée comme une première étape du vieillissement du miel. Sa vitesse dépend de différents facteurs mais surtout de la teneur du miel en glucose (**Huchet *et al.*, 1996**). En effet, les miels dont la teneur en glucose est faible restent plus longtemps liquides. La température idéale pour une bonne cristallisation du miel est de 14 °C. Cependant, les basses températures retardent la croissance des cristaux de glucides et les hautes températures entraînent la dissolution de ces cristaux et leurs disparitions (**Hélène Dailly, 2008**).

2-5-2 La fermentation

Tous les miels naturels contiennent des levures, champignons microscopiques responsables de fermentations. Ces derniers proviennent du nectar, mais également de pollutions accidentelles dues aux abeilles ou intervenant après la récolte (**Louveaux , 1985**).



La fermentation peut intervenir lorsque plusieurs facteurs favorables sont réunis:

- Une teneur en eau du miel supérieure à 18 %.
- La présence de levures vivantes en quantité suffisante.
- Une température voisine de 16°C, et comprise entre 10 et 25 °C (**Chauvin , 1968**).

Le miel qui fermente dégage des bulles de gaz carbonique; sa surface se soulève, son goût change, et il n'est plus commercialisable (**Jean-prost , 1987**).



Matériel et Méthode

1- Matériel

1-1 Produits chimique

L'acide sulfurique, oxalate de potassium, sulfate de potassium, chlorure de sodium, solution de carrez 1 (hexacyanoferrate de potassium), carrez 2 (acétate de zinc), bisulfite de sodium, folin, acide gallique, éthanol, méthanol, quercétine, chlorure d'aluminium, DPPH.

1-2 Appareillage

pH-mètre (inolab, pH 7300 N° 09060943), Agitateur magnétique (AGIMATIC-N Jp.selecta.Sa code :N° 700243 Série/serial 05337785 Barcelona, Spain) ; Balance analytique, Balance (Marque KERN et Sohn GmbH D-72336 Balingen, Germany) ; Bain marie, étuve (Memmert Desching Kung-Loading Modell 100-800) ; Conductimètre (WTW ; Wissenschaftlich-Technischf Werksatten GmbH, Germany) ; Réfractomètre model (WYA Abbe Réfractomètre) ; Densitomètre (ALLA Hydromètre_Areomètre, Tp.20°C=68°F.N°0601)

Viscosimètre (RION Visco-tester VT-03F Série N° 8481887) ; Spectrophotomètre (UV mini-1240_UV. Vis. Spectrophotomètre SHIMADZU).

2- Méthodes

2-1 Analyses physicochimiques

Diverses analyses physico-chimiques sont effectuées sur deux échantillons de miel (humidité, degré Brix, pH, pouvoir rotatoire, couleur, protéines, proline, HMF).

Le tableau suivant donne le codage utilisé pour ces différents échantillons, leur provenance géographique, leur couleur ainsi que leur texture.



Tableau 07: Présentation des échantillons de miel étudiés.

Echantillons	Provenance géographique	Couleur	Texture
Miel bio	France	Jaune foncé	Liquide
Miel thym	France	Marron foncé	Semi cristallisé

2-1-1 Degré Brix

La teneur en eau des miels analysés est déterminée par un réfractomètre, en se basant sur la mesure optique de son indice de réfraction. Une goutte de miel liquide est étalée sur la platine du prisme du réfractomètre, qui est préalablement étalonné avec l'eau distillée. La lecture du Brix ainsi que l'indice de réfraction sont faites à travers l'oculaire au niveau de la ligne horizontale de partage entre une zone claire et une zone obscure.

2-1-2 pH

C'est la mesure du potentiel hydrogène d'une solution de miel à l'aide d'un pH mètre.

a) Mesure du pH de nos échantillons :

- Placer dans un petit bécher une quantité de miel ;
- Rincer l'électrode à l'eau distillée puis sécher là avec du papier joseph ;
- Plonger l'électrode propre et sèche dans la solution à analyser ;
- Attendre la stabilisation de la valeur du pH.

b) Expression des résultats :

La valeur du pH est directement lue sur l'écran de l'appareil. La valeur du pH de la solution est déterminée après l'immersion de la cellule du pH-mètre dans celle ci. Elle se varie entre 3,5 et 4,5 pour les miels de nectars et entre 4,5 et 5,5 pour les miels de miellats.

c) Conductivité électrique

La conductivité électrique est la mesure de la capacité d'un échantillon de miel à transmettre un flux électrique dans une solution aqueuse de miel à l'aide d'un conductimètre.

**a) Mode opératoire**

- Placer dans un petit bécher une quantité de miel ;
- Plonger l'électrode du conductimètre dans la solution (lorsque la température est à

20 \pm 0.5°C).

b) Expression des résultats

Effectuer la lecture de la valeur qui s'affiche à l'écran. La conductivité du miel est mesurée en siemens par cm : S.cm⁻¹ conventionnellement la conductivité est donnée en 10⁻⁴ S.cm⁻¹

2-1-4 Protéines

On introduit dans chaque matras :

- ✓ 5 g de l'échantillon ;
- ✓ 15 à 20 ml d'acide sulfurique concentré ;
- ✓ 2 g d'oxalate de potassium ;
- ✓ Agiter les matras ;
- ✓ Placer les matras dans le minéralisateur puis l'allumer ;
- ✓ Poursuivre l'expérience jusqu'à l'obtention d'une solution limpide pendant 3 à 4 heures avec une température de 390 °C, attendre 30 min puis atteindre l'appareil et laisser refroidir pendant 15 min.

2-1-5 Densité

Elle est déterminée au densimètre. La densité du miel varie de 1,39 à 1,44 à 20 °C. Elle est fonction de la teneur en eau, plus un miel est riche en eau et moins il est dense (**Jean-Prost, 1987**). La valeur moyenne de la densité du miel est de 1,4225 à 20 °C (**Rossant, 2011**).

2-1-6 Acidité

L'acidité titrable est un critère de qualité qui sert à détecter les fermentations indésirables du miel (**Mendes et al., 1998**). Elle est mesurée comme suit : cinq gramme de miel sont dissous dans 25 ml d'eau distillée chaude, puis la solution est transférée dans une fiole de 50 ml. Le volume est ajusté au trait de jauge avec de l'eau distillée. Après agitation, un volume de 25 ml de la solution est dosé avec une solution de NaOH (0,05 N). Le pH est



noté après chaque addition. Lorsque le pH atteint 8,2 il y'a l'apparition de la couleur rose. Le pourcentage d'acidité est calculé en utilisant la formule ci-dessous.

$$\text{L'acidité titrable} = \text{chute de burette} * 0,64/5$$

2-1-7 Indice de réfraction

La détermination de la teneur en eau du miel est basée sur la mesure de l'indice de réfraction, par la méthode de réfractométrie. Deux grammes de miel sont introduits dans un tube à essai. Après liquéfaction du miel à l'étuve (50 °C), une goutte de miel est déposée sur le prisme du refractomètre. La lecture de l'indice de réfraction est réalisée à travers l'oculaire au niveau de la ligne horizontale de partage entre une zone claire et une zone obscure. L'indice de réfraction des échantillons de miel est déterminé à 50 °C, après étalonnage de l'appareil avec de l'eau distillée (**Bogdanov, 1999 ;Journal officiel**). La table de CHATAWAY (**Annexe N°2**) donne le pourcentage d'eau correspondant à l'indice de réfraction à 20 °C. Une correction additive est appliquée ; le facteur de correction est de 0,00023 par degré Celsius.

2-1-8 Teneur du HMF

La teneur en HMF du miel est déterminée selon la méthode suivante : 5 g de miel sont dissous dans 25 ml d'eau distillée. La solution est homogénéisée avec 0,5 ml de solution carrez 1 (hexacyanoferrate de potassium à 15 %) et 0,5 ml de solution carrez 2 (acétate de zinc à 30 %). Le mélange est transfère dans une fiole de 50 ml, puis le volume est ajusté au trait de jauge avec de l'eau distillée. Après filtration sur papier, les premiers 10 ml sont récupères.

5 ml du filtrat obtenu sont introduit dans un premier tube à essai puis additionné de 5 ml d'eau distillée (tube analyse) et dans un deuxième tube à essai, 5 ml de sulfite de sodium à 0,2 % sont ajouté à 5 ml du filtrat obtenu (tube de référence). Après une agitation, la lecture des absorbances est faite à 284 nm et à 336 nm. La teneur en HMF est calculée selon la formule suivante (**Bogdanov , 2002**):

$$\text{HMF (mg/Kg de miel)} = (A_{284} - A_{336}) * 149,7 * 5 / P$$

Où : A₂₈₄ : Absorbance à 284 nm.

A₃₃₆ : Absorbance à 336 nm.



P : prise d'essai.

149,7 : constante.

2-1-9 L'humidité

a) Mode opératoire

- Peser le plat vide (M1) ;
- Remplir avec au moins 5 grammes de miel ;
- Peser avant le séchage (M2) ;
- Mettre le plat dans l'étuve à 105°C jusqu'à la stabilisation du poids ;
- Ouvrir l'étuve, laisser refroidir 10 min dans le dessiccateur ;
- Peser le plat avec l'échantillon après le séchage (M3).

b) Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en pourcentage massique qui doit être calculer selon la formule suivante:

$$\text{Mad} = \frac{\text{M2-M3}}{\text{M2-M1}} \times 100$$

2-2 Dosage des antioxydants et activité antioxydante

2-2-1 Dosage des antioxydants

2- 2-1-1 Détermination des composés phénoliques totaux

La teneur en phénols est déterminée selon la méthode de (Naithanie *et al.*, 2006). Cette dernière est basée sur la réaction colorée des composés phénoliques avec le réactif de Folin Ciocalteu (acide phosphotungstique et acides phosphomolybdique) qui est utilisée pour déterminer les phénols totaux dans l'échantillon. Lors de la réaction avec des phénols, le réactif de Folin-Ciocalteu est réduit à un oxyde de couleur bleue. La coloration produite est proportionnelle au taux des composés phénoliques (Benazzouz, 2005).

a) La préparation des échantillons :

Brièvement, 200 µl de chaque échantillon (1g de miel est dissoute dans 25 ml d'eau distillée), sont additionnés de 1000 µl de Folin-Ciocalteu. Après 5 min on ajout 800 µl de



carbonate de sodium. Les échantillons sont mis à l'obscurité pendant 30 min puis la lecture est faite à 765 nm.

Le blanc contient 200 µl d'eau distillée et 1000 µl du Folin-Ciocalteu et 800 µl de carbonate de sodium.

Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique (EAG) par 100 g E en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique (0,02 à 0,1 mg/ml)

b) La préparation de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique

11 mg d'acide gallique a été pesé et les dissoute dans 11 ml de méthanol.

La gamme d'étalonnage d'acide gallique permet de déterminer le taux en composés phénoliques

2-2-1-2 Détermination de la teneur en flavonoïdes

La détermination de la teneur en flavonoïdes des échantillons des miels ont été quantifiés par la méthode du trichlorure d'aluminium (**Bahorun *et al.*, 1996**).

Le principe de la méthode de dosage des flavonoïdes se traduit par la formation d'un complexe flavonoïdes-métaux tel que l'aluminium qui est utilisé sous sa forme de chlorure d'aluminium ($AlCl_3$) qui forme des complexes jaunâtres avec les atomes d'oxygènes présents sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes (**Arvouet-Grand *et al.*, 1994**).

a) La préparation des échantillons :

1ml de la solution du miel est mélangé avec 1 ml de chlorure d'aluminium . Le mélange est incubé à l'obscurité pendant 10 min à température ambiante, avant de lire les absorbance à 415 nm. Les concentrations en flavonoïdes sont estimées en se référant à la courbe d'étalonnage les résultats sont exprimés en mg équivalent quercétine par 100 g de miel (mg EQ /100 g E).

b) La préparation de la courbe d'étalonnage de la quercétine :

Peser 8,5 mg de quercétine et dissoudre dans 8500 µl de méthanol. Les dilutions de la quercétine s'effectuent comme indiqué dans le **tableau 08**.



Tableau 08 : La préparation de la gamme d'étalonnage de la quercétine.

	1	2	3	4	5
Quercétine (µl)	200	400	600	800	1000
H2O (µl)	800	600	400	200	0
[mg/ml]	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
AlCl3 (ml)	1	1	1	1	1

2-3 Étude de l'activité anti-radicalaire

2-3-1 Test de DPPH (2,2-diphényl-1 picrylhydrazyl)

La détermination du pouvoir antiradicalaire est basée sur la diminution de l'absorbance à 517 nm quand le radical libre 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH), réagit avec un antioxydant (Meda *et al.*, 2005).

La molécule de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est définie comme radical libre stable par la vertu de la délocalisation de l'électron disponible qui provoque la couleur violette profonde, caractérisée par une absorption. Il réagit avec des groupements amine, les phénols et les acides. Quand la solution de DPPH est mélangée à celle d'une substance qui peut donner un atome d'hydrogène ou un électron, alors ceci provoque la forme réduite (DPPH2) avec la perte de la couleur violette et l'apparition d'une couleur jaune pâle due à la présence de groupement picryl et l'absorbance est lue à 517 nm (Gulcin *et al.*, 2003).

a) La préparation des échantillons :

Un volume de 400 µl extrait (la solution de miel) est mélangé avec 2 ml de la solution de DPPH (< à 0,9). Le mélange est laissé à l'obscurité pendant 15 min avant de lire l'absorbance. La différence d'absorbance entre la solution de DPPH en présence et en absence de l'échantillon reflète le potentiel des composés responsables de cette activité à réduire ce radical.

Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide ascorbique (EAA) par 100 g de E en se référant à une courbe d'étalonnage.

b) La préparation de la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique :

Peser 0,1 mg d'acide ascorbique et dissoudre dans 1000 µl d'eau distillé . Les dilutions de l'acide ascorbique s'effectuent comme indiqué dans le **tableau 09**.

**Tableau 09** : La préparation de la gamme d'étalonnage de l'acide ascorbique.

	1	2	3	4	5
Acide ascorbique (μ l)	40	80	120	160	200
H ₂ O (μ l)	160	120	80	40	0
[mg/ml]	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
DPPH (ml)	1	1	1	1	1

2-4 Analyse statistique

Les résultats ($n = 3$) sont soumis à une analyse de la variance (ANOVA). Les valeurs moyennes sont comparées à l'aide d'Excel. Toutes les analyses statistiques sont réalisées avec le logiciel infostat.



1- Résultats et discussions

2-1 Les paramètres physico-chimiques

2-1-1 Degré Brix

Le degré Brix ou pourcentage de matière sèche indique la quantité de sucres contenue dans le miel. Il est 78,4 pour le miel Bio et de 82 pour le miel Thym. Ces valeurs sont en relation inverse avec la teneur en eau (**Daily, 2008**).

2-1-2 pH

Le pH représente un bon critère de qualité et qui figure dans les normes internationales. Il peut être utile dans la détermination de l'origine botanique du miel.

Tous les miels présentent un pH acide mais, qui peut considérablement varier d'un miel à l'autre (**Ibrahim et al., 2012**).

Les valeurs de pH des miels analysés sont de 3,2 pour le miel bio et de 3,6 pour le miel Thym. Elles sont en accord avec les recommandations du Codex alimentaire (2001), ce qui confirme le caractère acide de ces échantillons.

Bogdanov et al., (1997) affirment que les miels issus du nectar ont un pH compris entre 3,5 et 4,5 ceci témoigne que ces miels pourraient être d'origine du nectar.

Ceci explique que l'acidité du miel est indépendante de son origine géographique, mais elle peut être attribuée à la flore butinée par l'abeille, à la sécrétion salivaire de l'abeille et aux processus enzymatiques pendant la transformation de la matière première (**Khalil et al., 2012**).

Le pH dépend de la richesse du miel en acides organiques, tels que les acides gluconiques, pyruviques, maliques et citriques, et en éléments minéraux (**Cavia et al., 2007**).

Les valeurs de pH du miel sont d'une grande importance lors de l'extraction et de stockage. Toutefois, les pH faibles de l'ordre de 3,5 pré-déterminent un produit « fragile » pour la conservation duquel faudra prendre beaucoup de précautions (**Terrab et al., 2004**).



2-1-3 Conductivité électrique

La conductivité électrique (CE) apporte une indication précieuse sur l'origine botanique des miels et elle est désignée aujourd'hui lors de contrôles de routine. Elle est étroitement liée à la concentration des sels minéraux, des acides organiques et des protéines.

La conductivité électrique des miels analysés est de 0,6 mS/cm pour le miel Bio et de 0,4 mS/cm pour le miel Thym. Selon les recommandations du codex alimentaire (2001) et le journal officiel de la communauté Européenne 2002, les miels ayant une CE inférieure à 0,8 mS/cm sont des miels issus de nectar, tandis que ceux qui sont issus de miellats ont des valeurs supérieures à 0,8 mS/cm. Cependant, la conductivité électrique seule ne suffit pas à une appellation florale (**Amri, 2006**).

La composition chimique (teneurs en minéraux, acides organiques, protéines et autres substances ionisables), la variabilité de l'origine botanique de ces miels ainsi que les conditions climatiques de la région de récolte sont à l'origine de la variabilité de la conductivité électrique des miels analysés, c'est un paramètre utilisé pour différencier entre les miels de nectar et ceux de miellat.

2-1-4 Densité

La densité des miels analysés varie de 1,4 à 1,5 g/cm. Ces résultats indiquent une petite différence par rapport aux normes attribuées au miel qui est de 1,39 à 1,44 g/cm³ (**Abdulaziz et al., 2012**).

Le miel commercial a la densité la plus faible. La densité du miel commercial est loin par rapport à l'intervalle ce qui est en relation directe avec la teneur élevée en eau, contrairement à celui de miel (Bio) qui a la teneur la plus basse. La densité peut varier dans de mauvaises conditions de conservation, un miel récolté prématurément aura une densité plus faible (**Gonnet, 1986**). Par conséquent, à par le miel commercial tous les miels sont mûrs et bien stockés par les apiculteurs.



2-1-5 Acidité

D'après (**Bogdanov, 1999**) l'acidité est un critère de qualité important, elle donne des indications fort importantes de l'état du miel, une acidité forte de milieu favorise la dégradation des hexoses en HMF qui déprécie la qualité du miel. La fermentation du miel provoque une augmentation de l'acidité dans le miel. L'acidité libre est ainsi exprimée en milliéquivalents (meq) d'hydroxyde de sodium nécessaires pour neutraliser 1 kg de miel (**Bogdanov et al., 1997**) et ne doit pas dépasser 50 meq/kg. Les teneurs en acide libre des miels (tableau N°11), se situent entre 11 meq/Kg et 6,5 meq/Kg ; sont dans les limites autorisées par le codex alimentarius de l'année 2001 (< 50 meq/kg) (**Codex Alimentarius, 2001**), indiquant l'absence de fermentation indésirables.

L'acide gluconique est un dérivé de glucose, est le principal composé responsable de l'acidité du miel. Les acides non organiques, acides phosphorique, sulfurique et chlorhydrique, contribuent dans l'acidité du miel (**Bogdanov et al., 2004 ; Gomes et al., 2010 ; Silva et al., 2009**). La plupart d'entre eux proviennent des sécrétions digestives des abeilles pendant l'élaboration du miel ou résultats des réactions enzymatiques et de fermentations (**Elise et al., 2011**).

2-1-6 Indice de réfraction

La teneur en eau est un facteur hautement important ; il permet non seulement d'estimer le degré de maturité du miel mais aussi de renseigner sur la stabilité contre la fermentation et la cristallisation au cours du stockage (**De Rodriguez et al., 2004 ; Kùcùk et al., 2007**). Selon (**Nombré et al., 2010**), l'humidité est la caractéristique la plus importante du miel car elle est étroitement liée à sa qualité, sa viscosité, sa cristallisation, sa fermentation et à sa saveur.

Une bonne évaporation de miel du nectar transformé dans la ruche permet de produire un miel pauvre en eau donc mûr. Une teneur élevée en eau favorise la fermentation. C'est un paramètre lié aux conditions climatiques, à la saison, au degré de maturité, à la période d'extraction, il peut être affecté par le traitement thermique (**Terrab et al., 2004**).

La norme attribuée par le codex alimentarius de l'année 2001 et le journal officiel des communautés Européenne 2002 est de 20 % au maximum. Les résultats d'analyse de nos échantillons donnent des teneurs en eau qui varient de 14 à 16 % qui correspondent à des indices de réfraction allant de 1,4861 à 1,4965 (**Annexe N°2**).



On note que un miel pauvre en eau (16,06 %) ; ceci est un critère de qualité et de maturité du miel. Les risques de fermentation sont faibles. Nos échantillons sont conformes aux normes en vigueur, ils ne dépassent pas les 20%. Ceci indique un bon degré de maturité. La variation de taux d'humidité des échantillons peut être due aux conditions climatiques et à la saison de la récolte (**Baroni et al., 2009**).

Le miel est une solution de sucre sursaturée avec une faible activité de l'eau, ce qui signifie qu'il n'y a pas assez d'eau disponible pour soutenir la croissance des bactéries et levures (**Malika et al., 2005**)

D'après (**Zerrouk et al., 2011**), l'eau et la teneur en sucre du miel sont strictement corrélées.

2-1-7 Teneur du HMF

L'HMF est un produit de dégradation des glucides, il se présente sous forme de trace dans les miels frais mais il augmente avec la température de stockage, le surchauffage et le vieillissement naturel de miels (**Bogdanov et al., 2004**). Les recommandations de l'Union Européenne (2002) fixent un maximum de 40 mg d'HMF/kg de miel, des valeurs supérieures sont révélatrices de la perte de qualité du miel.

Le taux de HMF est un facteur de qualité important qui permet de situer le niveau de fraîcheur de miel, c'est le critère le plus important et le plus fiable pour détecter les miels surchauffés (**Karabouriotti, 2001**). La teneur limite de HMF conseillée pour les miels de commerce est de 80 mg kg⁻¹ pour les miels tropicaux et 40 mg kg⁻¹ pour les autres (**Linda et al., 2010**). Le miel frais ne contient presque pas de HMF (**Silva et al., 2008**), dans un miel de bonne qualité une quantité de 10 à 15 mg/Kg est admise. La teneur en HMF augmente naturellement lors du stockage à cause de la décomposition de fructose catalysée par un acide ou par traitement thermique (**Crane, 1980**).



2-2 Antioxydant et activité antioxydante

2-2-1 Antioxydants

2- 2-1-1 Teneur en composés phénoliques totaux

Le miel contient un nombre important en composés phénoliques, ces derniers bénéficient à l'heure actuelle d'une réputation grandissante en ce qui concerne leurs propriétés fonctionnelles notamment leurs capacités antioxydantes.

Le taux des composés phénoliques totaux des deux miels analysés est de 22,22 mg/100g pour le miel Bio et 31,04 mg/100g pour le miel Thym .

D'après ces analyses, cette variation prouve que le taux des polyphénols varie en fonction de la source florale du miel ainsi que dans une moindre mesure, des conditions climatiques et géographiques.

La qualité et la quantité de ces composés dépend de la source florale. La teneur totale en phénols est un bon critère d'appréciation de la qualité et des propriétés curatives du miel (**Al-Mamary et al., 2002**). L'activité antioxydante est en relation étroite avec la teneur en phénols. Selon l'étude publiée par Ouchemoukh 2003, la quantité totale de phénols varie de 22 à 32 mg/100g.

Les teneurs en composés phénoliques totaux des échantillons analysés est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (Annexe N°3).

Une couleur foncé ce qui correspond au taux de phénols le plus élevé, 30 mg/100 et 31 mg/100 g de miel respectivement. Un miel de couleur sombre possède un taux élève en composés phénoliques par rapport au miel de couleur moins foncée (**Buratti et al., 2007**). Le miel commercial enregistre la teneur la plus faible, malgré que ca couleur est foncé, ce qui est contradictoire a la relation entre le taux de phénols et la couleur, preuve que ce miel est surchauffé et/ou adultéré.



2- 2-1-1 Teneur en flavonoïdes

L'étude des flavonoïdes semble être une technique prometteuse dans l'étude de l'origine botanique et géographique du miel (**Elke, 1998**).

La teneur des miels en flavonoïdes est de 3,31 mg EQ/100 g pour le miel Bio et de 5,26 mg EQ/100 pour le miel Thym. Ces résultats entrent dans l'intervalle obtenu par (**Ouchemoukh, 2012**) (0,30 à 35,61 mg EQ/100 g) et entrent aussi à celui de (**Khalil et al., 2012**) (2,70 à 7,17 mg/100 g).

Le miel M2 est le plus riche en flavonoïdes dont la teneur est de: 5,37 mg EQ/100g suivi par le miel M1 avec une teneur de 3,34 mg EQ/100 g.

Ces composés complexes sont à l'origine de la couleur du miel et de son activité antioxydante (**Amiot et al., 1989**).

2-3 Activité antiradicalaire

2-3-1 DPPH

La mesure de l'activité antiradicalaire par le radical DPPH est une méthode couramment employée pour évaluer l'activité antioxydante en raison de sa stabilité en forme radical et simplicité d'analyse (**Doukani et al., 2014**). Elle est basée sur la réduction du radical DPPH par un transfert d'hydrogène, qui se traduit par une décoloration de la solution de DPPH du violet au jaune (**Wong et al., 2005**).

L'activité antiradicalaire est de 487,025 mg/100g pour le miel Bio et de 831,34 mg/100g pour le miel Thym. Ces résultats sont inclus dans l'intervalle rapporté par (**Ouchemoukh, 2012**) et ils diffèrent de celui de (**Doukani et al., 2014**).

Cette différence en ce qui concerne la capacité de la réduction du radical DPPH est probablement due à la composition chimique des miels analysés, elle-même dépend de la diversité de l'origine botanique de ces échantillons.

En effet, les miels qui sont riches en composés phénoliques et en flavonoïdes ont une forte capacité de piéger les radicaux libres et donc une activité antioxydante élevée.

L'activité antioxydante du miel dépend en grande partie de la composition chimique (les polyphénols, flavonoïdes...) aussi bien de leur origine (**Noor et al., 2014**).





Conclusion

La présente étude est menée dans le cadre de l'évaluation de la qualité de deux échantillons de miel, en se basant sur l'analyse de quelques paramètres physico-chimiques, ainsi que leur potentiel antioxydant.

Les différents paramètres étudiés montrent que les deux échantillons de miel sont conformes aux normes de Codex Alimentarius. En outre, les résultats montrent que nos échantillons de miel ne sont ni chauffés ni mal conservés.

Les résultats physicochimiques obtenus nous permettent de constater que nos échantillons de miel sont de bonne qualité selon les normes établies par le codex Alimentarius. Les paramètres étudiés diffèrent d'un miel à un autre et relèvent que nos échantillons de miels analysés sont d'origine florale. Chacun paramètre analysé contribue à une indication précise sur la qualité du miel. Ainsi, ils peuvent être classés en trois groupes ; ceux qui déterminent la maturité (teneur en eau), l'origine florale (conductivité électrique, pH) et fraîcheur (HMF).

L'analyse de la qualité du miel par la méthode physico-chimique, bien qu'elle soit indispensable, mais demeure insuffisante pour porter un jugement de valeur complet sur sa qualité et sur l'adultération. D'autres techniques doivent impérativement compléter et confirmer ou infirmer ces résultats. D'ailleurs, c'était l'objectif initial de cette étude.

- ✚ **Abdulaziz S., Alqarni ., Ayman A., Owayss A., Awad A., Mahmoud .(2012).** « Physicochemical characteristics, total phenols and pigments of national and international honeys in Saudi Arabia » ; Arabian Journal of Chemistry : 4-5.
- ✚ **Acquarone, C., Buera, P. et Elizalde, B. (2007).** Pattern of pH and electrical conductivity upon honey dilution as a complementary tool for discriminating geographical origin of honeys. Food Chemistry, 101: 695–703.
- ✚ **Aljadi AM et Kamaruddin MY. (2004).** Evaluation of the phenolic contents and antioxidant.
- ✚ **Al-Mamary M., Al-Meeri A., Al-Habori M .(2002).** « Antioxidant activities and total phenolics of different types of honeys » ; Nutrition Research :1041-1047.
- ✚ **Alqarni AS, Owayss AA et Mohamed AA. (2012).** Physicochemical characteristics, total phenols and pigments of national and international honeys in Saudi Arabia. Arab.J. Chem. (Inpress).
- ✚ **Alvarez, L.M. (2010).** Honey Proteins and their Interaction with Polyphenols. Submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science, Univ. Brock, 93 p.
- ✚ **Amiot, M.J., Aubert, S., Gonnet, M. et Tacchini, M. (1989).** Les composés phénoliques des miels: étude préliminaire sur l'identification et la quantification par familles. Apidologie, 20 (2): 115-125.
- ✚ **Amri A. (2006).** Evaluation physico-chimique et détermination de l' origine botanique de quelques variétés de miel produites à l' Est d'Algérie. Mémoire de Magistère de Biologie en Biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar. Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Annaba, pp. 33-51.
- ✚ **Antinelli J.F., Clement M.C., Moussa I., Cordella C., Faucon J.P.(2001).** « Détection de canne à sucre dans les miels par analyses isotopique et microscopique : étude et Comparaison » ; Ann Falsif ; Expert chim ; 94(954) :13-22.
- ✚ **Azeredo L. C., Azeredo M. A. A. , Souza S.R. de et Dutra V.M.L. (2003).** Protein contents and physicochemical properties in honey samples of *Apis mellifera* of different floral origins. Food chemistry. 80 : 249-254.
- ✚ **Barcelo, D. (2013).** Comprehensive analytical chemistry. In “Honey Authenticity and traceability”. Ed. Elsevier. Science & Thecnology: 512-530.
- ✚ **Baroni M. V., Arrua C., Nores M. L., Fayé P., Diaz M. P., ChiaBrando G. A., Wunderlin D. A.(2009).** « Composition of honey from Cordoba (Argentina) : Assessment of North/South provenance by chemometrics » ; Food Chemistry :727-733.
- ✚ **Belay, A., Solomon, W.K., Bultona, G., Adgaba, N. et Melaku, S. (2013).** Physicochemical properties of the Hareenna forest honey, Bale, Ethiopia. Food Chemistry, 141: 3386-3392.
- ✚ **Bogdanov S.(2006).** « Contaminants of bee products » ; Apidologie ; 37(1) :1-18.
- ✚ **Bogdanov S. (1999).** « Stockage, cristallisation et liquéfaction du miel » ; Centre suisse de recherche apicoles 05.
- ✚ **Bogdanov S. (2011).** The honey book. Chapter 5, Honey composition. Bee Product Science : 1-10.
- ✚ **Bogdanov S.(2003).** « Authenticité du miel suisse » ; Un nouveau projet au centre de recherche apicole ; Revue Suisse d'Apiculture : 27-30.

- ✚ **Bogdanov S., Bieri K., Figar M., Figueiredo V., Iff D., Känzig A., Stockli H., Zurcher K .(1995).** « Miel : définition et directives pour l'analyse et l'appréciation » ; In : Livre Suisse des denrées alimentaires ; Ed.OCFIM :1-26.
- ✚ **Bogdanov S., Bieri K., Gremaud G., Iff D., Känzig A., Seiler K., Stöckl H. and Zürcher K. (2004):** Produits apicoles: le Miel. Produits apicoles : 1-37.
- ✚ **Bogdanov S., Kanzing A., Frey T., Iff D .(2004).** « Manuel des denrées alimentaires » ; Ed : MSDA :1-39.
- ✚ **Bogdanov S., Lullman C., Martin P., Von Der Ohe W., Russmann H., Vorwohl G., Persano-Oddo L .,Sabatini A. G., Marcazzan G. L., Piro R., Flamini C., Morlot M., Heritier J., Borneck R., Marioleas P., Tsigouri A., Kerkvliet J., Ortiz A., Ivanov T., D_Arcy B., Mossel B., Vit P . (1999).** « Honey quality and international regulatory standards » ; review by the international honey commission ; Bee World ; 80(2) :61-69.
- ✚ **Bogdanov S., Lullman C., Martin P., Von Der Ohe W., Russmann H., Vorwohl G., Oddo P.L., Sabatini A.G., Marcazzan G.L., Piro R., Flamini C., Morlot M., Lhéritier J., Borneck R., Marioleas P., Tsigouri A., Kerkvliet J., Ortiz A., Ivanov T., D'Arcy B.,Mossel B., Vit P .(1999).** « Qualite du miel et norms internationaux » ; Abeilles et Cie ; 71 :20-26.
- ✚ **Bogdanov S., Martin P., Lullmann C .(1997).** « Harmonised methods of the European Honey Commission » ; Apidologie ; Extra issue :1-59.
- ✚ **Bogdanov S., Ruoff K. and Persano Oddo L. (2004).** Physico- chemical methods for the characterization of unifloral honey : a review .Apidologie. 35 : 4-17.
- ✚ **Bogdanov V S ; Matzke ,A (2003).** la propolis – un antibiotique naturel . Edition VDB 6235 Winikon ; 72 pp.
- ✚ **Bogdanov, S .(2002).** « Harmonized methods of the international honey commission » :162.
- ✚ **Bogdanov, S., Martin, P., Lüllman, C., Borneck, R., Morlot, M., Heritier, J., Vorwohl, G., Russmann, H., Persano-Oddo, L., Sabatini, A.G., et al. (1997).** Harmonised methods of the european honey commission. Apidologie, 1-59.
- ✚ **Bogdanov, S., Ruoff, K. et Persano Oddo, L. (2004).** Physico-chemical methods for characterisation of unifloral honeys. Apidologie, 35: 4-17.
- ✚ **Bogdanov, S., Ruoff, K. et Persano Oddo, L. (2004).** Physico-chemical methods for characterisation of unifloral honeys. Apidologie, 35: 4-17.
- ✚ **Boussaid, A., Chouaibi, M., Rezig, L., Hellal, R., Donsi, F., Ferrari, G. & Hamdi, S. (2014).** Physicochemical and bioactive properties of six honey samples various floral origins from Tunisia. Arabia Journal of Chemistry, In Press.
- ✚ **Bruneau E .(2002).** « Les produits de la ruche » ; In Le traité rustica de l'apiculture ; Paris ; Rustica : 354-384.
- ✚ **Bruneau E. (2002).** Le miel. In «le Traité Rustica de l'Apiculture ». Edition Rustica, 63-354.
- ✚ **Buratti S., Benedetti S., Cosio M. S .(2007).** « Evaluation of the antioxidant power of honey, propolis and royal jelly amperometric flow injection analysis » ; Talanta ; volume 13871392.

- ✚ **Can, Z. Yaldiz, O. Sahim, H. Turumtay, E.A, Silici, S. & Kolayli, S. (2015).** An investigation of Turkish honeys: their physic-chemical Properties, antiorycht capacities and phenolic profiles. *Foud Chemistry*, 180: 133-141.
- ✚ **Can, Z. Yaldiz, O. Sahim, H. Turumtay, E.A, Silici, S. & Kolayli, S. (2015).** An investigation of Turkish honeys: their physic-chemical Properties, antiorycht capacities and phenolic profiles. *Foud Chemistry*, 180: 133-141.
- ✚ **Cavia, M.M., Fernandez-Muino, M.A., Alonso-Torre, S.R., Huidobro, J.F. et Sancho, M.T. (2007).** Evolution of acidity of honeys from continental climates: Influence of induced granulation. *Food Chemistry*, 100: 1728–1733.
- ✚ **Chauvin R.(1968).** « Traité biologique de l'abeille », Tome 3 ; Edition Masson de Cie ; Paris : 298-310.
- ✚ **Clémence H.(2005).** « LE MIEL : DE LA SOURCE A LA THERAPEUTIQUE » ; thèse de Doctorat en Pharmacie ; UNIVERSITE HENRI POINCARÉ - NANCY I.
- ✚ **Clément .(2006).** Le Traité Rustica de l'Apiculture. Editions Rustica/FLER, Paris, 528p.
- ✚ **Clement H .(2002).** « Guide des miels » ; Paris ; Rustica :64.
- ✚ **Climent H.(2006).** « Le Traité Rustica de l'Apiculture » ; Editions Rustica/ FLER ; Paris : 528.
- ✚ **Codex Alimentarius** ; revised codex standard for honey ; codex standard 12- 1981 ; Rev. 1 (1987) ; Rev. 2 ; 2001 ; 1-7.
- ✚ **Codex, .(2001).** :PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES. Commission du Codex Alimentarius. ALINORM 01/25, 1-31.
- ✚ **Codex.(2001).** PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES. Commission du Codex Alimentarius. ALINORM 01/25, 1-3.
- ✚ **Collin, S. & Crouzet, J. (2011).** Les polyphenols et procédés. Ed. Lavoisier : 333.
- ✚ **Comenvi (Commission de l'environnement, de la sante publique et de la sécurité alimentaire). Décembre.(2013).** RAPPORT sur la crise alimentaire, la fraude dans la chaine alimentaire et son contrôle (2013/2091).
- ✚ **Cotte J.F.(2003).** « Application de l'analyse des sucres au contrôle de l'authenticité des miels ».
- ✚ **Crane E .(1980).** « Constituents and characteristics of honey » ; In : A Book of Honey ; Oxford Univ ; Press ; London :39.
- ✚ **Da Silva, P.M., Gauche, C., Gonzaga, L.V., Oliveira Costa, A.C., Fett, R. , (2015).** Honey: Chemical Composition, Stability and Authenticity. *Food Chemistry*, 196: 309-323.
- ✚ **Daily H. (2010).** Le réfractomètre, un outil essentiel, revue « Technique ».
- ✚ **De Rodriguez G. O., De Ferrer B. S., Ferrer A., Rodriguez B .(2004).** « Characterization of honey produced in Venezuela » ; *Food Chemistry* :599-502.
- ✚ **Devillers J., Pham-Delegue M.H.(2002).** « Honey bees: estimating the environmental impact of chemicals » ; Editions Taylor & Francis ; Londres et New-York : 332.
- ✚ **Doukani K, Tabak S, Derriche A et Hacini Z.(2014).** Etude physicochimique et phytochimique de quelques types de miels Algériens. *Rev. Ecol. Environ.* 10, 37-46.
- ✚ **Doukani, K., Tabak, S., Derriche, A. et Hacini, Z. (2014).** Etude physicochimique et phytochimique de quelques types de miels Algeriens. *Ecologie-Environnement*, 10: 1112-5888.

- ✚ **Downey G ., Hussey K ., Kelly J.D., Walshe T.F and Martin P.G.(2005).** Preliminary contribution to the characterisation of artisanal honey produced on the island of Ireland by palynological and physico-chemical data. *Food chemistry* ,91 : 347-354.
- ✚ **Elise Mbogning J., Tchoumboue F., Damesse M., Sanou Sobze., Antonella Canini .(2011).** « Caractéristiques physico-chimiques des miels de la zone Soudano-guinéenne de l'Ouest et de l'Adamaoua Cameroun » ; *TROPICULTURA* : 168-175.
- ✚ **Gheldof, N. and Engeseth, N.J. (2002).** Antioxidant capacity of honeys from various floral sources based on the determination of oxygen radical absorbance capacity and inhibition of in vitro lipoprotein oxidation in human serum samples. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* , 50: 3050–3055.
- ✚ **Gilliam, M., Jackson, K. K. (1972).** Enzyme in honey bee (*Apis Milliferal*) Hemolymph. *Comp. Biochem.Physiol*, 42 Bb :423-427.
- ✚ **Gilliam, M., Jackson, K. K. (1972).** Enzyme in honey bee (*Apis Milliferal*) Hemolymph. *Comp. Biochem.Physiol*, 42 Bb :423-427.
- ✚ **Gomes S., Dias L. G. ,Moreira L. L., Rodrigues P. et Estevinho L.(2010).** Pysicochemical, microbiological and antimicrobial properties of commercial honeys from Portugal. *Food and Chemical Toxicology*. 48 : 544-548.
- ✚ **Gonnet M.(1986).** « L'analyse des miels. Description de quelques méthodes de contrôle de la qualité » ; *Bulletin techniques Apicoles* ; volume 13(1) :17-36.
- ✚ **Gonnet, M. (1986).** Le miel: composition, propriétés et conservation. Ed. OPIDA : 22.
- ✚ **Goodarzi., B. and Khosravi A. (2013).** The Effects of Simultaneous 8 Weeks *Astragalus sp/ Euphorbia Cheriradenia* Honey Supplementation and Endurance Training on Membrane Lipid Peroxidation of Erythrocytes after a Bout Acute Exhaustive Treadmill Exercise in Rats. *European Academic Research*, 1 (2): 2286- 4822.
- ✚ **Guerzou M.N., NADJI N.(2009).** « Etude comparative entre les miels locaux et les miels importés » ; *Mémoire d'Ingénieur* ; Université ZIANE ACHOUR – Djelfa.
- ✚ **Gupta, R.K., Rybroeck, W. & Johan, W. R. (2014).** Beeking for poverty allevaition and livelihood security. Ed. Springer: 1-114.
- ✚ **Hélène, D. (2008).** Cristallisation de miel. *abeilles & cie* , 3: 124.
- ✚ **Hoyet, C. (2005).** Le miel: De la source à la thérapeutique, Thèse en vue d'obtention de docteur en pharmacie, Pharmacie, Université Henri Poincaré – Nancy-1, p. 87.
- ✚ **Huchet, E., Julie, C. et Laurent, G. (1996).** Les constituants chimiques du Miel. *Science et Medecine*, 4: 1-7.
- ✚ **Ioiriche N.(1984).** « Les abeilles, pharmaciennes ailées » ; 3e édition complétée ; Editions MIR ; Moscou :240.
- ✚ **Irlande, D. (2010).** Le miel et ses propriétés thérapeutiques. Utilisation dans les plaies cutanées : 1-25.
- ✚ **Jean-Prost P.(1987).** « L'apiculture. Connaître l'abeille .conduire le rucher » ; 6ème édition Lavoisier :597.
- ✚ **Jean-Prost P.(1987).** « Miel » ; In *Apiculture* ; Edition technique et documentation ; 6 ème édition :310-346.

- ✚ **Jean-Prost P. et Le Conte Y. (2005).** Apiculture: connaître l'abeille.conduire le rucher. 7^{ème} édition. Edition TEC & DOC Lavoisier. 697 p.
- ✚ **Jean-Prost P.(1987).** « Miel » ; In Apiculture ; Edition technique et documentation ; 6^{ème} édition :310-346.
- ✚ **Jelen, H. (2012).** Food flavors: chemical sensory technology properties. E. Taylors & Francis Group, LLC: 389-390.
- ✚ **Jelen, H. (2012).** Food flavors: chemical sensory technology properties. E. Taylors & Francis Group, LLC: 389-390.
- ✚ **Journal officiel Français.** Arrête du 15 février 1977 relatif aux méthodes officielles d'analyse du miel : 1-30.
- ✚ **Journal officiel Français.** Arrête du 15 février 1977 relatif aux méthodes officielles d'analyse du miel : 1-30.
- ✚ **Journal officiel des Communautés Européennes. (2002).** Directive 2001/110/CE/47-52. **K. (2004):** Produits apicoles: le Miel. Produits apicoles : 1-37.
- ✚ **Karabournioti S., Zevalaki P .(2001).** « les effets du chauffage sur le HMF et l'invertase des miels » ; Apiacta ; 36(4) : 178-181.
- ✚ **Khalil, M.I., Moniruzzaman, M., Boukraâ, L., Benhanifia, M., Islam, M.N., Sulaiman, S.A. et Gan, S.H. (2012).** Physicochemical and antioxidant properties of Algerian honey. *Molecules*, 17 (19): 11199-11215.
- ✚ **Khalil, M.I., Moniruzzaman, M., Boukraâ, L., Benhanifia, M., Islam, M.N., Sulaiman, S.A. et Gan, S.H. (2012).** Physicochemical and antioxidant properties of Algerian honey. *Molecules*, 17 (19): 11199-11215.
- ✚ **Khan FR., Ul Abadin Z. and Rauf N. (2007).** **Honey:** nutritional and medicinal value. *International Journal of Clinical Practice*, 61: 1705-1707.
- ✚ **Koudama A .(1985) ;** « Miel » ; in Encyclopédie de l'alimentation et de la phytothérapie ; Ed : Dar El-Nafais : 400-414.
- ✚ **Kronic M.D., Terzic L.R., Kulincevic J.M .(1989).** « Honey resistance to air » ; contamination with arsenic from a copper processing plant ; *Apidologie* ; 20(3) : 251-255.
- ✚ **Kùcùk M., Kolayli S., Karaolu S., Ulusoy E., Baltaci C., Candan F .(2007).** « Biological activities and chemical composition of the honeys of different types of Anatolia » ; *Food Chemistry* ; 100 ; 526-534.
- ✚ **Lachman, J., Orsak, M., Hejtmankova, a. & Kovarova, E. (2010).** Evolution of antioxidant activity and total phenolics of selected Czech honeys. *Food Science and Technology*, 1(43): 52-58.
- ✚ **Lacub, J. (2013).** L'ABC de l'apiculteur. Edition Rustica, Paris, 219p.
- ✚ **Lequet L. (2010).** Du Nectar au Miel de Qualité: Contrôle Analytique du Miel et Conseils Pratiques à l'Intention de l'Apiculteur Amateur. Thèse de Doctorat Vétérinaire. Université Claude-Bernard Lyon I, France.
- ✚ **Lequet L.(2010).** « Du nectar a un Miel de Qualité » : Contrôle Analytique du Miel et Conseils pratiques a L'intention de L'apiculteur Amateur ; Thèse de Doctorat ; Université CLAUDEBERNARD - LYON I.

- ✚ **Linda B.L., Lim., Franz L., Wimmer., Kooh Chern Yen., Adeline C.Y., Sung.(2010).** « A SURVEY OF THE QUALITY OF THE HONEYS SOLD IN BRUNEI DARUSSALAM » ; AJSTD ; 27(1) : 1-10.
- ✚ **Lobreau- Callen, D., Marmion, V. & Clement, M. C. (1999).** Les miels. In « techniques de l'ingénieur »:1-20.
- ✚ **Lobreau- Callen, D., Marmion, V. & Clement, M. C. (1999).** Les miels. In « techniques de l'ingénieur »:1-20.
- ✚ **Lobreau-Callen, D., Clement, M.C. et Marmion, V. (2000).** Les miels. Les Techniques de l'Ingénieur, traité agroalimentaire, 7000: 1-20.
- ✚ **Louveaux J.(1985).** « Les produits de rucher » In : Les abeilles et leur élevage ; Ed : OPIDA : 165-199.
- ✚ **LQUET. L.(2010).** du nectar a un miel de qualite : controles analytiques du miel et conseils pratiques a l'intention de l'apiculteur amateur, thèse docteur vétérinaire, l'universiteclaudebernard - lyoni ,pages 194.
- ✚ **Majtan, J., Klanding, J., Bohova, J., Kohutova, I., Dyurova, M., Sediva, M., Bartosova, M. & Majtan, V. (2012).** Methylglyxul- induced modification of significant honeybee proteienous components in honey: possible therapeutic implications. Fitoterapia, 83:671-677.
- ✚ **Majtan, J., Klanding, J., Bohova, J., Kohutova, I., Dyurova, M., Sediva, M., Bartosova, M. & Majtan, V. (2012).** Methylglyxul- induced modification of significant honeybee proteienous components in honey: possible therapeutic implications. Fitoterapia, 83:671-677.
- ✚ **Mandal M .D. and Mandal S. (2011).** Honey: its medicinal property and antibacterial activity. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 1: 154-160.
- ✚ **Marchenay et Berard ,(2007).** L'homme, l'abeille et le miel Edition De Borée 223p.
- ✚ **Marchenay P., Berard L.(2007).** « L'homme, l'abeille et le miel » ; Editions De Borée ; Romagnant; 223 -224.
- ✚ **Maurizio A .(1968).** « La formation du miel » ; In : Chauvin R ; Traité de biologie de l'abeille ; Editions Masson et Cie ; Paris ; Tome 3 : 264-276.
- ✚ **Meda, A., Lamien, C. E., Romito, M., Millogo, J. & Nacoulma, O. G. (2005).** Determination of total phenolic, flavonoid and proline in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. Food Chemistry, 91:571-577.
- ✚ **Meda, A., Lamien, C.E., Romito, M., Millogo, J. et Nacoulma, O.G. (2005).** Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasho honey, as well as their radical scavenging activity. Food Chemistry, 91: 571-577.
- ✚ **Megherbi M .(2006).** « Analyse des polysaccharides dans les miels en vue du contrôle de leur qualité ».
- ✚ **Mendes E., Brojo P., roenc E., Ferreira I.M.P.L.V.O., Ferreira M.A .(1998).** « Quality évaluation of Portuguese honey » ; Carbohydrate Polymers : 219-223.
- ✚ **Mendes E., Brojo P., roenc E., Ferreira I.M.P.L.V.O., Ferreira M.A .(1998).** « Quality évaluation of Portuguese honey » ; Carbohydrate Polymers ; 37 : 219-223.
- ✚ **Morse R.,Lisk DJ.(1980).** Elemental analysis of honeys from several nations. Am Bee.J.522-523.

- ✚ **Moussa A., Saad A. and Nouredine D. (2012).** How Honey Acts as an Antioxidant. *Medicinal & Aromatic Plants*, 1: 121.
- ✚ **Naithani, V., Nair, S. et Kakkar, P. (2006).** Decline in antioxidant capacity of Indian herbal teas during storage and its relation phenolic content. *Food Research International*, 39: 176-181.
- ✚ **Noor N, Sarfraz R A, Ali S et Shahid M. (2014).** Antitumour and antioxidant potential of some selected Pakistani honeys. *Food Chem.*143, 362– 366.
- ✚ **Ouchemoukh S .(2002/2003).** « Caractérisation physico-chimique d'échantillons de miel d'origine locale » ; mémoire de magister en Biochimie ; Université Abderrahmane Mira de Béjaia.
- ✚ **Ouchemoukh S. (2012).** Caractérisation physicochimique, profils polliniques, glucidiques et phénoliques et activités antioxydantes de miels Algériens. Thèse de Doctorat. Université Abderrahmane Mira de Béjaia, P. 162.
- ✚ **Ouchemoukh, S. (2012).** Caractérisation physicochimique, profils polliniques, glucidiques et phénoliques et activités antioxydantes de miels Algériens. Thèse Doctorat, Biochimie. Université Abderrahmane Mira de Bejaia, p.162.
- ✚ **Paul, S. Issa, N., Kwame, A. & Joseph, B. I. (2013).** Physico-chemical and labeling control of imported honeys Burkina Faso. *Food and Nutrition Food*, 4:1266-1270.
- ✚ **Pontoh, J. & Low, N.H. (2002).** Purification characterization of B-glucosidase from honey bee (*Apis mellifera*). *Insect Biochemistry and Molecular Biology*, 32:679-690.
- ✚ **Popa A .(1962).** « The maturation of honey » ; *J; Insect Physiol* :180-183.
- ✚ **Ramon-sierra, J.M., Ruiz –riuz, J.C. & Ortiz-Vasquez, E. (2015).** Electrophoresis characterization of protein as a method to establish the entomological origin of Stingless bee honeys. *Food Chemistry*, 183:43-48
- ✚ **Rossant A .(2011).** « LE MIEL, UN COMPOSE COMPLEXE AUX PROPRIETES SURPRENANTES » ; thèse de doctorat en pharmacie ; UNIVERSITE DE LIMOGES.
- ✚ **Rossant A. (2011).** Le miel, un composé complexe aux propriétés surprenante. Thèse de Doctorat en Pharmacie. Université de Limoges, 136.
- ✚ **Rossant A.(2011).** « LE MIEL, UN COMPOSE COMPLEXE AUX PROPRIETES SURPRENANTES » ; thèse de doctorat en pharmacie ; UNIVERSITE DE LIMOGES.
- ✚ **Sak-Bosmar, M., Sakac, N. (2012).** Direct potentiometric determination of diastase activity in honey. *Food Chemistry*, 135:827-831.
- ✚ **Sancho, M. T. (2007).** Evolution of acidity of honeys from continental climates:Influence of induced granulation. *Food chemistry*, 100(4), 1728-1733.
- ✚ **Sanz et al.(2005).** In vitro investigation into the potential prebiotic activity of honey oligosaccharides, *J Agric Food Chem*.
- ✚ **Sarmiento Silva, T. M., Dos Santos, F. P., Evangelista-Rodrigues, A. E., Sarmiento da Silva, E. M., Sarmiento da Silva, G., Santo de Navais, J., Assis Ribeiro dos Santo, F. & Camara, C. A. (2015).** Phenolic compounds, melissopalynological physicochemical analysis and antioxidant activity of jondiará (*Melipona subnitida*) honey. (2013). *Journal of Food Composition and Analysis*, 29: 10-18.
- ✚ **Saxane S., Gautam S. et Sharma A. (2010).** Physical, biochemical and antioxidant properties of some Indian honeys. *Food Chemistry*. 118 : 391-397.

- ✚ **Schivre E. (2006).** L'abeille, ses produits de sécrétion et leurs utilisations thérapeutiques. Thèse de Doctorat. Université de Nancy, 169.
- ✚ **Schweitzer.(2005).** Un miel étrange... L'abeille de France n°920, Décembre 2005.
- ✚ **Shuifang Li.,Yang Shan., Xiangrong Zhu., Xin Zhang., Guowei Ling .(2012).** « Detection of honey adulteration by high fructose corn syrup and maltose syrup using Raman spectroscopy » ; Journal of Food Composition and Analysis ; Elsevier ; 28 : 69-74.
- ✚ **Silva da S.J.N., Schuch P.Z., Vainstein,M.H., Jablonski A .(2008).** « Determination of 5hydroxymethyl-2-furaldehyde in honey by micellar electrokinetic capillary electrophoresis » ; Cienc. Tecnol. Aliment. Campinas :46-50.
- ✚ **Silva Luís R., Videira Romeu , Monteiro Andreia P., Valentão Patrícia , Andrade Paula B (2009)** .Honey from luso Region (Portugal) : physicochemical characteristics and minerl contents .Microchemical Journal , Volume 93 ,Issue 1 Page 73-77.
- ✚ **Terrab A., Recamales A. F., Hernanz D., Heredia F.J .(2004).** « Characterisation of Spanish thyme honeys by their physicochemical characteristics and mineral contents » ; FOOD Chemistry : 537-542.
- ✚ **Terrab, A., Recamales, A.F., Hernanz, D., Heredia, F.J. (2004).** Characterisation of Spanish thyme honeys by their physicochemical characteristics and mineral contents. Food Chemistry, 8: 537–542..
- ✚ **Tosi E .A.,Ré E ., Lucero H. and Bulacio L.(2004).** Effect of honey high temoerature shorttime heating on parameters related to quality ,crystallisation phenomena and fungal inhibition .Lebensm-Wiss.u-Techol.,37:669-678.
- ✚ **URossant A. (2011).** Le miel : un composé complexe aux propriétés surprenantes,Thèse de Rustica, 2002, p. 354-384.
- ✚ **Vallianou NG., Gounari P., Skourtis A., Panagos J. and Kazazis C. (2014).** Honey and its Anti-Inflammatory, Anti-Bacterial and Anti-Oxidant Properties. General Medicin, 2: 132.
- ✚ **Wilczynska, A. (2014).** Effect of filtration on couleur, antioxidant activity and total phenolics of honey, LWT. Food Science and Technologie, 57: 767-774.
- ✚ **Wong, S. P., Leong, L. P., & Koh, J. H. W. (2005).** Antioxidant activities of aqueous extracts of selected plants. *Food Chemistry*, 99, 775–783.
- ✚ **Zappala M. ,Fallico B., Arena E. and Verzera A.(2005).** Methods for the determination of HMF in honey : a comparaison . Food Control, 16: 273-277.



Annexe N°01 : Normes et limites de certains paramètres physico-chimiques du miel.
selon le codex alimentarius de l'année 2001 et le journal officiel des
communautés européennes 2002.

Parametres physico chimiques	Norme et limite
Teneur en eau	Miel en générale: <20%
Teneur en sucre: Glucose et fructose Saccharose Sucre réducteur	Miels de fleur : superieur à 45% Miels en général: <5% Miels de fleurs: >65% Miels de miellat ou mélangés avec des miels de fleurs>60%
Acidité libre	Miel en générale: <50meq kg Miel destinés à l'industrie: <80meq par kg
Teneur en HMF	Miel en générale: <40meq par kg
Conductivité électrique	Miels de nectar: <0,8mS par cm Miels de miellat:> 0,8mS par cm
Teneur en cendre	Miels de nectar: <0,6% Miels de miellat ou mélange avec des miels de fleurs <1%



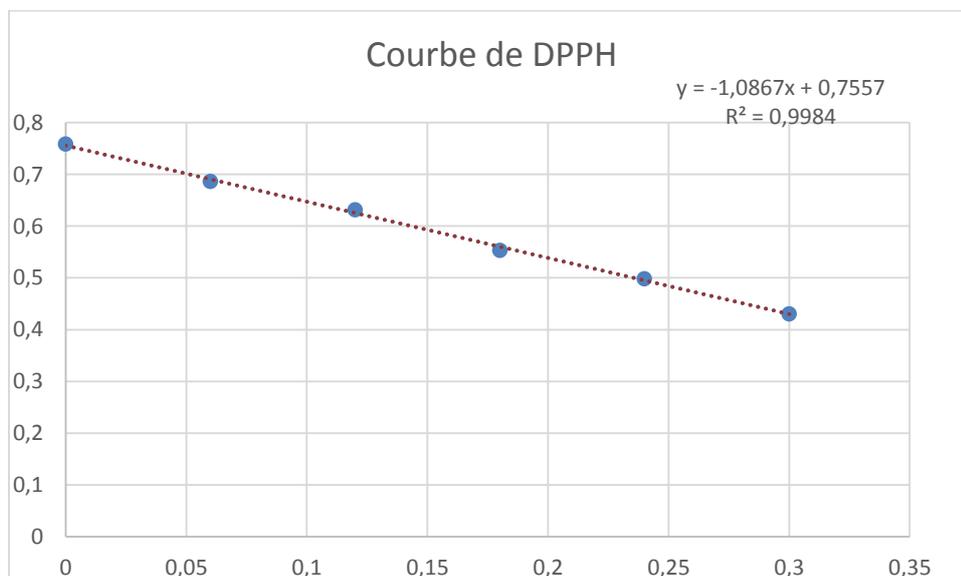
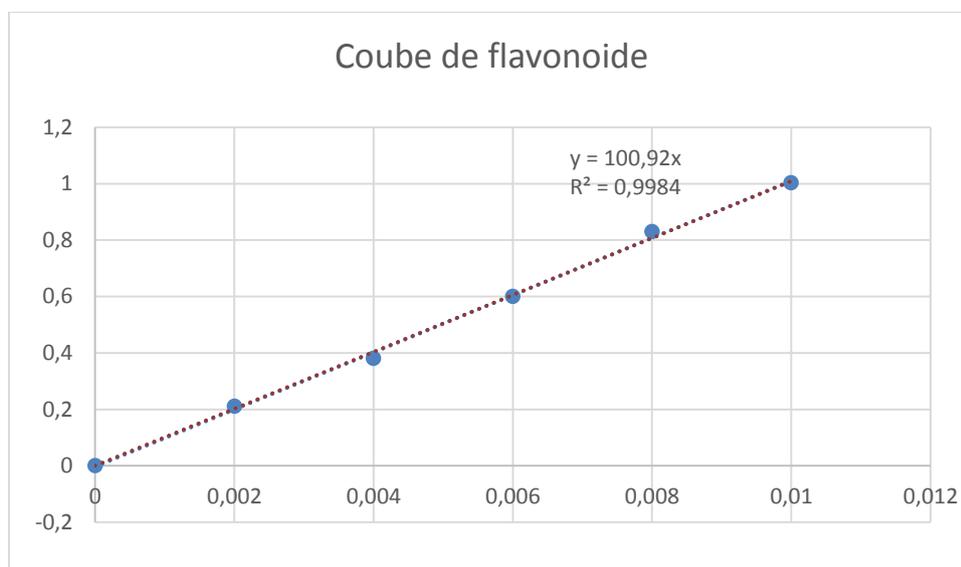
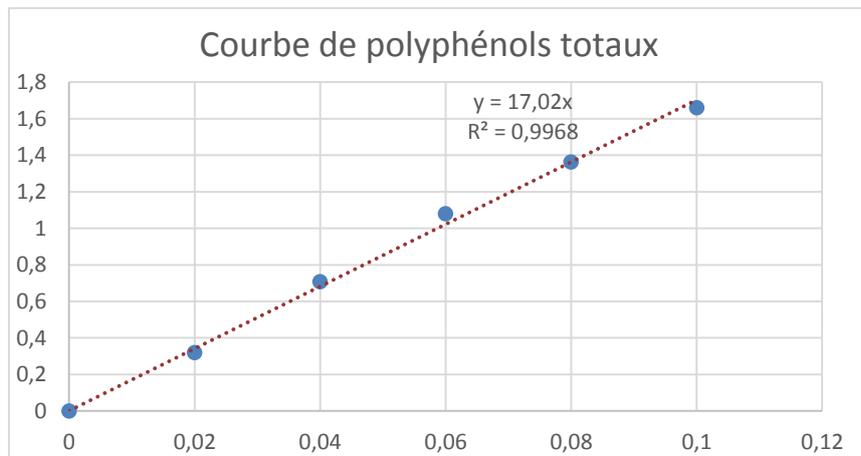
Annexe N°02

Table de CHATAWAY (1935)

Indice de réfraction (20°C)	Teneur en eau (%)	Indice de réfraction (20°C)	Teneur en eau (%)	Indice de réfraction(20°C)	Teneur en eau (%)
1.5044	13.0	1.4935	17.2	1.4835	21.2
1.5038	13.2	1.4930	17.4	1.4830	21.4
1.5033	13.4	1.4925	17.6	1.4825	21.6
1.5028	13.6	1.4920	17.8	1.4820	21.8
1.5023	13.8	1.4915	18.0	1.4815	22.0
1.5018	14.0	1.4910	18.2	1.4810	22.2
1.5012	14.2	1.4905	18,4	1.4805	22.4
1.5007	14.4	1.4900	18.6	1.4800	22.6
1.5002	14.6	1.4895	18.8	1,4795	22.8
1.4997	14.8	1.4890	19.0	1.4790	23.0
1.4992	15.0	1.4885	19.2	1.4785	23.2
1.4987	15,2	1.4880	19.4	1.4780	23.4
1.4982	15.4	1.4875	19.6	1.4775	23.6
1.4976	15.6	1.4870	19.8	1.4770	23.8
1.4971	15.8	1.4865	20.0	1.4765	24.0
1.4966	16.0	1.4860	20.2	1.4760	24.2
1.4961	16.2	1.4855	20.4	1.4755	24.4
1.4956	16.4	1.4850	20.6	1.4750	24.6
1.4951	16.6	1.4845	20.8	1.4745	24.8
1.4946	16.8	1.4840	21.0	1.4740	25.0
1.4940	17.0				



Annexe N°03 : Les courbe d'étalonnages



Résumé

Le miel est une substance sucrée que les abeilles fabriquent à partir du nectar des fleurs ou du miellat, ayant une composition chimique variable et des propriétés physico-chimiques diverses et propriétés antioxydantes.

Le but de ce travail est l'étude de la qualité de Deux miels. L'analyse des paramètres physico-chimiques du miel étudié, montre une teneur en eau de 14 à 16%. Un pH acide de 3.5 et 4. La conductivité électrique : les valeurs obtenus sont 0,18 et $0,64 \times 10^{-4}$ S/cm ce qui signifie que nos échantillons sont d'origine Nectar. Le HMF : les valeurs obtenus sont 22 et 30 mg/kg. Les valeurs établies par Codex Alimentarius confirment bien nos résultats (< 40 mg/kg).

Mots clés : Miel, analyses physico-chimiques, propriété antioxydante

Abstract

Honey is a sweet substance that bees produce from the nectar of flowers or honeydew, having a variable chemical composition and various physico-chemical properties and antioxidant properties.

The purpose of this work is the study of the quality of Two Honeys. The analysis of the physico-chemical parameters of the honey studied, shows a water content of 14 to 16%. An acidic pH of 3.5 and 4. The electrical conductivity: the values obtained are 0.18 and 0.64×10^{-4} S / cm which means that our samples are of Nectar origin. HMF: the values obtained are 22 and 30 mg / kg. The values established by Codex Alimentarius confirm our results (<40 mg / kg).

Key words: Honey, physico-chemical analyzes, antioxidant property

ملخص

العسل عبارة عن مادة حلوة تنتجها النحل من رحيق الأزهار أو نحل العسل ، ولها تركيبة كيميائية متغيرة وخواص فيزيائية كيميائية مختلفة وخصائص مضادة للأكسدة.

الغرض من هذا العمل هو دراسة نوعية اثنين من العسل. تحليل المعلمات الفيزيائية والكيميائية للعسل درس ، ويظهر محتوى الماء من 14 إلى 16 ٪. درجة الحموضة الحمضية من 3.5 و 4. الموصلية الكهربائية: القيم التي تم الحصول عليها هي 0.18 و 0.64×10^{-4} S / 4 ~ 10 سم مما يعني أن عينات لدينا هي من أصل الرحيق HMF: القيم التي تم الحصول عليها هي 22 و 30 مجم / كجم. تؤكد القيم التي وضعها Codex Alimentarius نتائجا (> 40 مجم / كجم)

الكلمات المفتاحية: العسل ، التحليلات الفيزيائية والكيميائية ، خاصة مضادات الأكسدة