



FÉDÉRATION ALGÉRIENNE DE PHARMACIE

Disponible en ligne sur

ASJP
 Algerian Scientific Journal Platform

<https://www.asjp.cerist.dz/en/PresentationRevue/436>


REVUE GENERALE

Méthodes physiques utilisées dans la caractérisation et le contrôle de qualité des miels : revue générale

Physical methods used in the characterization and quality control of honey: a general review

Mohamed Yacine ACHOURI^{a,*}, Mohammed Adil SELKA^b,
Mohamed Nadir SIDI YAKOUB^c

^a Département de Pharmacie, Faculté de Médecine, Université de Sidi Bel-Abbès.

^b Département de Pharmacie, Faculté de Médecine, Université de Tlemcen.

^c Département de Pharmacie, Faculté de Médecine, Université d'Oran.

Article reçu le 10-08-2021; accepté le 18-08-2021

MOTS CLÉS

Miels ;
Physique ;
Contrôle de qualité ;
Caractérisation.

Résumé

Le miel est un produit d'origine animale et végétale issu de multiples réactions chimiques, physiques et biologiques réalisées par les abeilles sur le nectar ou le miellat. L'objectif de cette revue était donc de décrire les méthodes physiques utilisées pour le contrôle et la caractérisation des miels. En effet, la détermination de la densité, de l'indice de réfraction, du pouvoir rotatoire, de la couleur, du pH, de la conductivité électrique, de la viscosité, et des états de cristallisation sont les principales méthodes physiques utilisés pour le contrôle des miels. Les méthodes physiques de routine sont utilisées dans l'approche classique pour l'authentification de l'origine botanique, ainsi que le contrôle de qualité des miels. Ces méthodes doivent impérativement être complétés par la détermination de la teneur en eau, en sucres et en 5-Méthylfurfural (HMF) ainsi que l'analyse microscopique pour l'étude méliissopalynologique. En outre, des techniques chimométriques peuvent être utilisées pour l'analyse des résultats obtenus. Elles devraient être harmonisées pour une utilisation de routine dans les laboratoires de contrôle.

© 2022 Fédération Algérienne de Pharmacie. Tous droits réservés.

KEYWORDS

Honey;
Physics;
quality control;
characterization.

Abstract

Honey is a product of animal and plant origin resulting from multiple chemical, physical and biological reactions performed by bees on nectar or honeydew. The objective of this review was therefore to describe the physical methods used for the control and characterisation of honey. Indeed, the determination of density, refractive index, rotatory power,

colour, pH, electrical conductivity, viscosity, and crystallization states are the main physical methods used for the control of honeys. Routine physical methods are used in the classical approach for authentication of botanical origin, as well as quality control of honeys. These methods must be complemented by the determination of water, sugar and 5-methylfurfural (HMF) content as well as microscopic analysis for the melissopalynological study. In addition, chemometric techniques can be used to analyse the results obtained. They should be harmonised for routine use in control laboratories.

© 2022 Fédération Algérienne de Pharmacie. All rights reserved.

* Auteur correspondant :

Adresse e-mail : yac.achouri@mail.com (M.Y. Achouri)

Introduction :

Le miel naturel est défini comme étant une substance naturelle sucrée produite par les abeilles *Apis mellifera* à partir du nectar des plantes, à partir des sécrétions provenant de parties vivantes de plantes, ou à partir d'excrétions d'insectes butineuses laissées sur les parties vivantes de plantes (Miellat) [1]. Il s'agit d'un produit d'origine animale et végétale issu de multiples réactions chimiques, physiques et biologiques réalisées par les abeilles sur le nectar ou le miellat. Les glucides en constituent la fraction la plus importante avec une teneur d'environ 95% de la matière sèche. Le second constituant du miel est l'eau, avec un taux compris entre 15 et 20%. Les miels contiennent également des acides organiques, des enzymes, des acides aminés, et des sels minéraux. D'autres éléments sont présents à l'état de traces tels que les composés aromatiques, les vitamines, les flavonoïdes, et les lipides [2-4]. (Huchet et al., 1996 ; Lobreau-Callen et al., 1999 ; Bogdanov, 2011)

Compte tenu de la complexité de sa composition chimique, des normes internationales de caractérisation physico-chimique ont été mises en place par la commission du Codex Alimentarius. [1]. Ces normes ont pour objectif de certifier l'origine botanique des miels et de détecter les différentes causes de non-conformité susceptibles d'engendrer des effets néfastes sur le consommateur [5]. L'objectif de cette revue était donc de décrire les méthodes physiques utilisées pour le contrôle et la caractérisation des miels.

1. DENSITÉ

La densité du miel est le ratio de sa masse volumique à la masse volumique d'eau pure. Elle est inversement proportionnelle à la teneur en eau du miel et varie entre 1.39 et 1.44 pour des teneurs en eau entre 13 et 20 % à 20°C (Tableau I) [6].

Tableau V : Variation de la densité du miel en fonction de sa teneur en eau (g/100g) [6]

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

2. INDICE DE RÉFRACTION

Le phénomène de réfraction de la lumière est le changement de direction que subit un rayon lumineux en passant d'un milieu optique donné à un autre, ce changement est dû à une modification de la vitesse de propagation de la

lumière. Il est caractérisé par l'indice de réfraction, défini par le rapport entre la vitesse de propagation de la lumière dans le vide, et celle mesurée dans ce milieu [7].

L'indice de réfraction dépend de la longueur d'onde de la lumière et de la température du milieu. En pratique l'indice de réfraction est souvent donné à 20 °C, à la longueur d'onde de la raie D du sodium (589 nm), il est noté n_D^{20} [7]. L'indice de réfraction du miel est

inversement proportionnel à sa teneur en eau. Il varie entre 1,5041 et 1,4915 pour une teneur en eau entre 13 et 18 %. La table de Chataway revue et corrigé par White donne les valeurs de la teneur en eau en fonction de l'indice de réfraction (Tableau II) [3,8]. Une correction est nécessaire si la température est différente de 20°, la correction à apporter à l'humidité en fonction de la température est représentée dans le Tableau III.

Tableau II : Correspondance entre la teneur en eau des miels et leur indice de réfraction à 20°C [8]

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

Tableau III : Correction à apporter à l'humidité en fonction de la température [7]

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

3. POUVOIR ROTATOIRE

Les miels sont caractérisés par un pouvoir rotatoire encore appelé activité optique, due à leurs compositions en sucres. Le pouvoir rotatoire est la propriété de dévier le plan de vibration d'une lumière polarisée [9-10]. On distingue les composés dextrogyres induisant une déviation à droite quand on fait face à la lumière (glucose, maltose, saccharose), et les composés lévogyres induisant une déviation à gauche (Fructose). Le pouvoir rotatoire des miels est la résultante des pouvoirs rotatoires des différents sucres présents. La

détermination du pouvoir rotatoire permet la différenciation entre les miels de miellat (souvent dextrogyres), et les miels de nectar généralement lévogyres [9-10].

4. COULEUR

La couleur est la première propriété physique, immédiatement perçue par le consommateur. Elle varie du limpide et incolore (comme l'eau) au foncé (presque noir). En effet, la couleur du miel a une importance particulière dans le marché international. Le miel est commercialisé suivant sa couleur : les miels

avec une couleur claire (*Acacia*, *Citrus*) atteignent les prix les plus élevés. Dans certains pays tels que l'Allemagne, l'Autriche, la Suisse, la Grèce et la Turquie les miels de miellat sombres sont appréciés [11-12]. La coloration du miel dépend de sa composition chimique ; plusieurs composés interviennent tels que les caroténoïdes, les composés phénoliques, les minéraux et les acides aminés [13].

Il existe deux types de méthodes pour la détermination de la couleur des miels : sensorielles, et instrumentales (échelle de Pfund, et comparateur LOVIBOND®) :

- **Les méthodes sensorielles** : effectuées en faisant appel à un jury d'évaluateurs formés, en utilisant des références qui peuvent être l'Atlas RHS, le guide Pantone®, le système Munsell ou autres [12].
- **L'échelle PFUND** : basée sur la comparaison de la coloration du miel avec des filtres étalonnés par rapport à des solutions de Caramel dans de la glycérine. Les anglo-saxons utilisent une terminologie spéciale en fonction de la valeur de l'unité Pfund du miel :
 - Blanc d'eau (Water White) : de 0 à 8 mm Pfund.
 - Extra blanc (Extra Light) : 8 à 16,5 mm Pfund.
 - Blanc (Light) : 16,5 à 34 mm Pfund.
 - Ambré extra clair (Extra light amber) : 34 à 50 mm Pfund.
 - Ambré clair (Light amber) : 50 à 85 mm Pfund.
 - Ambré (Amber) : 85 à 114 mm Pfund.
 - Foncé (Dark) : Plus de 114 mm Pfund [14].
- Le comparateur visuel LOVIBOND® : une épaisseur de 10 mm de miel est placée dans une cuve carrée, placée dans un boîtier éclairé par la lumière du jour. Sa coloration est comparée à celle de filtre de plus en plus foncés figurant sur deux disques : l'un pour les miels clairs et l'autre pour les miels foncés [14].

5. VISCOSITÉ

La viscosité représente la résistance qu'opposent les molécules d'un liquide à une force qui tend à les déplacer par glissement. Le

miel est un liquide visqueux, sa viscosité dépend de sa teneur en eau, de sa température et de sa composition chimique [11]. La plupart des miels ont un comportement rhéologique newtonien (coefficient de viscosité constant quelle que soit la contrainte de cisaillement), mais certains sont thixotropes comme ceux d'*Erica cinerea* et de *Calluna vulgaris*. Leur viscosité décroît lorsque la contrainte de cisaillement augmente ; au repos ils se présentent comme une substance gélatineuse rigide, mais une fois remués ils deviennent fluides [2,3].

Les miels d'Eucalyptus ont un comportement rhéoépaississants, ils deviennent plus visqueux, et donc plus épais lorsque le cisaillement croît [2]. D'après Ouchemoukh et al. (2007) la viscosité des miels algériens varie entre 1,12 à 8,98 mP [13].

6. LE POTENTIEL HYDROGÈNE (pH)

Le pH ou le potentiel hydrogène mesure dans une solution l'activité chimique des ions dissociés H⁺ (acide) ou OH⁻ (basique) [15]. Le pH des miels est fonction de la quantité d'acides organiques qu'ils renferment (ions H⁺), ainsi que sa composition minérale (ions OH⁻). Ils sont considérés comme des tampons, ce qui signifie que leurs pH ne change pas par l'addition de petites quantités d'acides ou de bases. Le pH des miels de nectar varie entre 3,3 et 4,6, à l'exception du miel de Châtaigner (*Castanea sativa*) avec une valeur de pH entre de 5 à 6. Les miels de miellat ont une valeur de pH de 4,5 à 6,5 en raison de leur teneur en minéraux plus élevée [3,11].

7. CONDUCTIVITÉ ÉLECTRIQUE (σ)

Le miel contient des minéraux et des acides ionisables capables de conduire le courant électrique. Cette propriété est caractérisée par la conductivité électrique du miel en solution à 20 % de matière sèche, qui se mesure en moyen d'un conductimètre [15]. La conductivité électrique est l'aptitude d'un matériau à permettre le passage d'un courant électrique. Elle est exprimée en milli-Siemens par centimètre (mS/cm) [6].

Ce paramètre a été inclus à partir de l'année 2000 dans les nouvelles normes internationales du Codex Alimentarius et de l'Union européenne, en remplacement de la détermination de la teneur en cendres. Il existe

une relation linéaire entre la conductivité électrique (σ) exprimée en mS/cm, et la teneur en cendres (A) exprimée en g/100 g de miel :

$$\sigma = 0,14 + 1,74 A$$

Selon les normes du Codex Alimentarius, la mesure de ce paramètre permet de différencier les miels de miellat avec des valeurs supérieures à 0,8 mS/cm, des miels de nectar avec des valeurs inférieures à 0,8 mS/cm. Le miel de Châtaigner peut atteindre des valeurs supérieures à 0,8 mS/cm. Certains miels possèdent cependant des variations extrêmes de leur conductivité électrique, c'est le cas des miels suivants : *Arbutus*, *Banksia*, *Erica*, *Leptospermum*, *Melaleuca*, *Eucalyptus* et *Tiglia* ainsi que leurs mélanges [11].

8. CRISTALLISATION

Dans la ruche et lorsqu'il vient d'être récolté le miel est habituellement à l'état liquide, mais une fois conditionné et stocké il se cristallise [16].

La cristallisation est un phénomène naturel qui se déroule en 3 étapes (**Fig. 4**) :

- **La phase de diffusion ou de pré-cristallisation** : les molécules de sucres diffusent, et entrent en collision les unes contre les autres d'une façon aléatoire. Au cours de ces interactions des agrégats se forment. Ils sont cependant instables, ils disparaissent instantanément [16].
- **La phase de nucléation (germination)** : lorsque les conditions sont optimales, un minuscule cristal qu'on appelle germe se forme. Son origine peut être les amas de sucres autour d'un grain de pollen, la saturation en sucres, l'agitation mécanique ou le contact avec les parois. Ce nucléi (ou germe) constitue l'amorce de la cristallisation [5,16].
- **La phase de croissance cristalline** : la croissance cristalline correspond au développement du cristal initial par répétition du motif de base. Elle gagnera progressivement la totalité de la masse du miel. Ces différentes phases se déroulent simultanément [5,16].

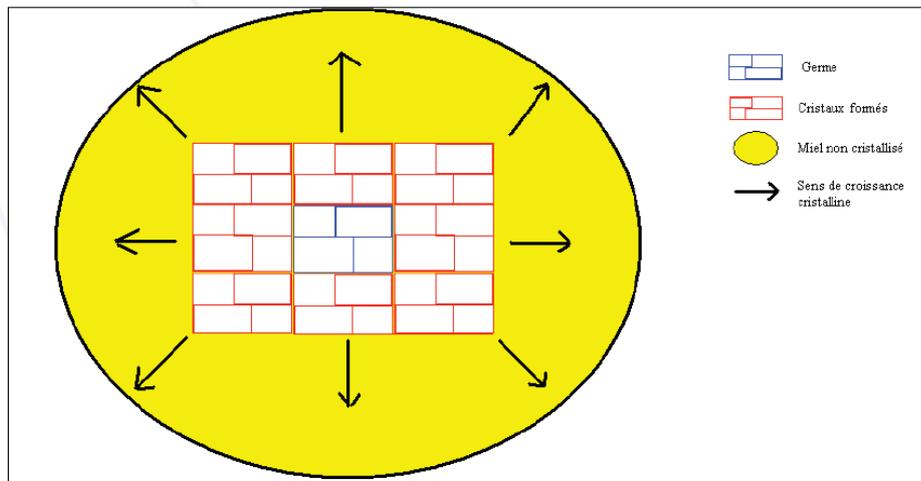


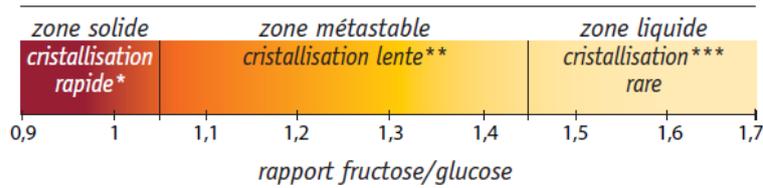
Figure 04 : Processus de croissance cristalline [5]

La cristallisation dépend des facteurs suivants :

- **La teneur en sucres** : contrairement au fructose, le glucose est un sucre peu soluble. Un miel riche en glucose cristallise rapidement. À l'opposé, un miel riche en fructose cristallise lentement.

Le rapport entre ces deux sucres (Fructose/Glucose) est donc un indicateur de cristallisation. Un rapport F/G inférieur à 1,05 correspond à des miels fermes, alors que les

miels avec un rapport F/G supérieur à 1,45 sont des miels liquides (**Fig. 05**) [5, 10, 16]. La présence de di- et tri-saccharides influence également la cristallisation, à titre d'exemple le miel de miellat avec une teneur en mélézitose supérieure à 10% cristallise rapidement, et se transforme en miel dit miel-ciment [10].



* Cristallisation rapide : complète au bout d'un mois.

** Cristallisation lente : 1 à 12 mois

*** Cristallisation rare : + de 12 mois

Figure 05 : Influence du rapport fructose / glucose sur la cristallisation [16]

- La teneur en eau :** le rapport glucose/eau (G/E) est également un bon indicateur de cristallisation. Plus ce rapport est faible, plus le miel contient de l'eau proportionnellement à la quantité de glucose présent. Les miels avec un rapport G/E supérieur à 2,2 cristallisent rapidement, ceux avec un rapport inférieur à 1,6 ont tendance à rester à l'état liquide. Entre ces deux seuils il est difficile de prédire la consistance du miel [16]. **(Fig. 06**

White et al. ont établi une classification des différents degrés de cristallisation en se basant sur le rapport moyen G/E de 477 échantillons de miels [10]. **(Tableau VIII)**

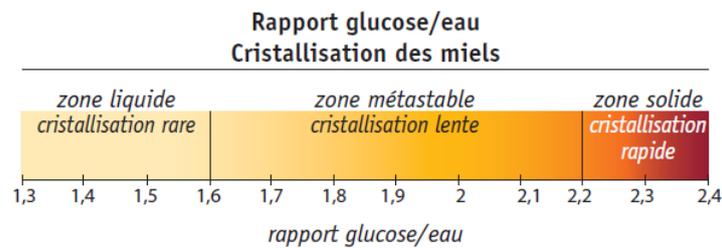


Figure 06 : Influence du rapport glucose/eau sur la cristallisation [16]

Tableau VIII : Degré de cristallisation [10]

Note	Aspect	G/E
0	Entièrement liquide	1.58
1	Quelques cristaux épars	1.76
2	Couche cristallisée sur une hauteur de 1,5 à 3 mm	1.79
3	Quelques amas cristallins	1.86
4	Couche cristallisée sur une hauteur de 6 à 12 mm	1.83
5	Echantillon cristallisé sur ¼ de la hauteur du miel	1.99
6	Echantillon cristallisé sur ½ de la hauteur du miel	1.98
7	Echantillon cristallisé sur ¾ de la hauteur du miel	2.06
8	Echantillon entièrement cristallisé mou (aspect solide ou très visqueux) avec éventuellement une mince couche liquide surnageant (1-3mm)	2.16
9	Echantillon entièrement cristallisé dur	2.24

- La température :** la température idéale pour favoriser le phénomène de cristallisation est comprise entre 10 et 18 °C. A des températures inférieures à 10 °C et supérieures à 25°C les miels cristallisent plus lentement. En pratique, une température de stockage avoisinant les 14 °C est recommandée pour favoriser une cristallisation rapide et uniforme. Le tableau VIII [10,16].

 - La mise en pot :** l'augmentation de la surface de contact lors de la mise en pot favorise la cristallisation [16].

CONCLUSION

Les méthodes physiques de routine sont utilisées dans l'approche classique pour l'authentification de l'origine botanique, ainsi que le contrôle de

qualité des miels. Ces méthodes doivent impérativement être complétés par la détermination de la teneur en eau, en sucres et en 5-Méthylfurfural (HMF) ainsi que l'analyse microscopique pour l'étude méliissopalynologique. En outre, des techniques chimométriques peuvent être utilisées pour l'analyse des résultats obtenus. Elles devraient être harmonisées pour une utilisation de routine dans les laboratoires de contrôle.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Codex A, Intergovernmental TFO. Joint FAO/WHO Food Standard programme Codex Alimentarius Commission Twenty-Fourth Session Geneva, 2-7 July 2001. Codex
2. Huchet E, Coustel J, Guinot L. Les constituants chimiques du miel, méthodes d'analyses chimiques. Département Sciences de l'aliment. 1996; 1-5.
3. Lobreau-Callen D, Clément M-C, Marmion Les miels. Techniques de l'ingénieur Filière de production : produits d'origine animale base documentaire. 2000; F7000.
4. Bogdanov S, Ruoff K, Persano Oddo L. Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys: A review. *Apidologie*. 2004 ;35, S4-S17.
5. Antinelli JF. La technologie des miels. La lettre du développement apicole en Aquitaine. 2010; 7 : 9 - 20
6. Bogdanov S, Lüllmann G, Martin P, Ohe W. Honey quality and international regulatory standards : review by the international honey commission. *Bee World*. 1999; 80(2): 61-69
7. Dailly H. Le réfractomètre : un outil essentiel. *Abeilles et Cie*. 2008 ; 122 : 30 - 32
8. Chataway HD. Honey tables, showing the relationship various hydrometer scales and refractive index to moisture content and weight per galon. *Canadian Journal of Research*. 1935; 6 : 532 - 547
9. Bogdanov S, Martin, P, Lüllmann C. Harmonised methods of the European honey commission. *Apidologie*. 1997; 1-59.
10. Bogdanov S. Physical properties of honey. *Bee Product Sciences*. 2010;1 - 9
11. Bogdanov S. Honey composition. *Bee Product Science*. 2011;1 - 9
12. Martin MJ, Fredes C, Nuñez G, Ginocchio R, Montenegro G. Comparison of methods for determining the color of Chilean honeys and the relationship of color with botanical origin in central Chile. *Cienc. Inv. Agr.* 2014; 41: 411-418.
13. Ouchemoukh S, Louaileche, H, & Schweitzer P. Physicochemical characteristics and pollen spectrum of some Algerian honeys. *Food Control*. 2007; 18, 52-58
14. Schweitzer P. La couleur des miels. *L'Abeille de France*. 2001; 872 :0327-330.
15. Bouchema-Benaziza D, Schweitzer P. Caractérisation des principaux miels des régions du Nord de L'Algérie. *Cah Agric*. 2010 ; 19 : 432 - 438
16. Dailly H. Cristallisation du miel, le savoir et le faire. *Abeilles et Cie*. 2008; 124 : 24 - 28