

Produits apicoles

23A Miel

Revus par le groupe d'experts « Produits apicoles ».

S. BOGDANOV, (président), Agroscope Liebefeld-Posieux,
Station fédérale de recherches en production animale et laitière (ALP),
Centre de recherches apicoles, Liebefeld-Berne
K. BIERI (experte), Institut biologique d'analyses des pollens, Kehrsatz
G. GREMAUD, Office fédéral de la santé publique, Liebefeld-Berne
D. IFF, Narimpex SA, Bienne
A. KÄNZIG, laboratoire cantonal, Argovie
K. SEILER, laboratoires cantonaux de AI, AR, GL, SH, Schaffhouse
H. STÖCKLI, Fédération des Sociétés suisses d'apiculture, Allschwil
K. ZÜRCHER (Expert), Bâle

Miel

Nouvelle édition, novembre 1995

Complément, décembre 1999

Complément, novembre 2003

En Suisse, un groupe d'experts ^[1] a été chargé par l'OFSP de vérifier périodiquement le répertoire des méthodes nécessaires au contrôle du miel.

La présente nouvelle édition du chapitre 23A contient plusieurs changements par rapport à la version de 1999. D'une part, des méthodes anciennes ont été supprimées car elles ne correspondaient plus aux exigences actuelles en matière d'analyses et d'assurance de qualité. Cela concerne les méthodes 4 «Détermination des cendres» et 9.1 «Détermination du HMF selon Winkler» et les méthodes «Détermination des sucres résidants».

TABLE DES MATIERES

Définition

Directives pour l'analyse et l'appréciation

- 1 Directives générales
- 2 Détériorations dues à la chaleur et aux mauvaises conditions de stockage
- 3 Falsification du miel
- 4 Substances étrangères et contaminants
- 5 Bibliographie

Prescription particulières

(Prélèvement et préparation des échantillons)

Méthodes d'analyse

- 1 Analyse sensorielle
- 2 Détermination de la teneur en eau (au réfractomètre)
- 3 Détermination du pH et de la teneur en acides libres (par potentiométrie)
- 4 Détermination de la teneur en cendres

^[1] (S. Bogdanov, ALP, A. Käzrig, laboratoire cantonal d'Argovie, T. Frey, laboratoire cantonal Bâle-ville, D. Iff, Narimpex)

5	Détermination de la conductivité électrique (par électrométrie)
6	Diastase (amylase, α -amylase)
6.1	Détermination de l'activité de l'amylase (selon Phadebas)
6.2	Détermination de l'activité de l'amylase (selon Schade)
7	Détermination de l'activité de l'invertase (de la saccharase) (par potentiométrie)
8	Sortes de sucres
8.1	Détermination des différentes sortes de sucres (HPLC)
8.2	Détermination du D-glucose et du D-fructose (enzymatiquement)
9	Hydroxymethylfurfural (HMF)
9.1	Détermination du HMF, photométrie (selon Winkler)
9.2	Détermination de HMF, photométrie (selon White)
9.3	Détermination du HMF (HPLC)
10	Détermination de la proline (par photométrie)
11	Détermination des différentes sortes de sucre au moyen d'une chromatographie ionique avec détection par ampérométrie pulsée

Annexes

Détermination de la teneur en substances non hydrosolubles, par gravimétrie (méthodes reconnues internationalement, en anglais)

Définition

Le miel fait l'objet d'une définition dans [l'art. 202 de l'ODAI du 1^{er} mars 1995 \(état au 30 avril 2002\)](#).

PREPARATION DU MIEL

L'élaboration du miel commence dans le jabot des abeilles butineuses. Sitôt prélevée, la matière première est mélangée aux sécrétions des glandes salivaires de l'insecte, qui la modifie. Ce miel brut est ensuite travaillé et stocké par de jeunes ouvrières. L'élaboration du miel comporte les phases suivantes: l'abeille dégorge tout d'abord rapidement, par saccades, le contenu de son jabot et l'étale en une goutte à l'aide de sa trompe puis le réabsorbe. La goutte de miel sera alors mélangée à de nouvelles sécrétions, provenant principalement des glandes du pharynx. Ce processus durera de 15 à 20 minutes. Parallèlement, une partie de l'eau s'évapore, de sorte que le miel brut, qui contenait 25 à 40 g de matière sèche, deviendra du miel à demi mûri contenant 60 % de matière sèche. À ce stade, il est à nouveau déposé dans les alvéoles où se déroulera la deuxième phase de l'élaboration: sous l'influence de l'air sec passant au travers des rayons de la ruche, le miel s'épaissira jusqu'à ce que sa teneur en eau ne soit plus que de 17 à 20%. Lorsqu'il est ainsi parvenu à maturité, les abeilles ferment les alvéoles au moyen de la cire. Quand le miel est extrait des rayons, il contient en général plus de 20 g d'eau/100 g de miel et ne peut être conservé que dans certaines conditions (miel non mûr). Lors de la préparation du miel, les teneurs en protéines (enzymes), en acides organiques et en sels minéraux augmentent. Pendant le processus de maturation de même que plus tard dans les alvéoles operculées, le miel subit des transformations chimiques importantes, en particulier une augmentation des hexoses (fructose et glucose) suite à l'hydrolyse du saccharose en même temps que la formation de nouveaux types de sucre (oligosaccharides), à haut poids moléculaire.

RECOLTE DU MIEL

Pour conserver au miel tout son arôme et pour éviter que certains éléments biologiques et les enzymes ne soient détruits, le miel doit être récolté en prenant certaines précautions indispensables. Il doit en outre être exempt de corps étrangers et d'impuretés. Pour le purifier, on peut passer le miel dans un filtre grossier (le diamètre des mailles ne doit pas être inférieur à 0,2 mm). Cette filtration ne doit pas supprimer le pollen. Par ailleurs, aucune substance ne doit être ajoutée ni aucune autre substance essentielle retirée du miel.

SORTES DE MIEL

On distingue entre le miel de fleurs et le miel de miellat (aussi appelé miel de forêt). Le miellat est formé d'excrétions d'insectes (pucerons, cochenilles) qui ont sucé la sève des plantes. C'est un exsudat brillant, gluant, riche en sucres, que viennent lécher et récolter les abeilles butineuses et qui se trouve sur les feuilles des plantes en général, les aiguilles des conifères ou d'autres organes végétaux.

Si le miel provient principalement d'une fleur, on parle de miel monofloral. Il existe des miels monofloraux de fleurs et de miellat. Les miels monofloraux ont des caractéristiques sensorielles, physiques et chimiques spécifiques (voir "Directives", tableau 23A.6 et 7). Suivant le type de récolte du miel, on distingue entre différentes sortes définies dans [l'art. 204 de l'ODAI du 1^{er} mars 1995 \(état au 30 avril 2002\)](#).

BIBLIOGRAPHIE

Lipp J.: Der Honig. Verlag Eugen Ulmer, Stuttgart (1994).

Horn H. und Lüllmann C.: Das grosse Honigbuch. Verlag Ehrenwirth, München (1992).

Kloft W.J. und Kunkel H. (Hrsg.): Waldtracht und Waldhonig in der Imkerei. Herkunft, Gewinnung und Eigenschaften des Waldhonigs. Verlag Ehrenwirth, München (1985).

Casuta G. (Hrsg.): Der Schweizerische Bienenvater. Fachbuch für Imker. Verlag Sauerländer, Aarau (1985).

Crane E, Walker P. und Day L.: Directory of important world honey sources. International Bee Research Association (1984).

Maurizio A. und Duisberg H.: Der Honig: Herkunft, Gewinnung, Eigenschaften und Untersuchung des Honigs. Ulmer Verlag, Stuttgart (1975).

Crane E. (Hrsg.): Honey. A Comprehensive Survey. Ed. Heinemann, London (1975).

Directives pour l'analyse et l'appréciation

DIRECTIVES GÉNÉRALES

Le miel est un mélange complexe de composition éminemment variable suivant l'origine du produit et les plantes butinées par les abeilles. Les exigences légales auxquelles doit satisfaire le miel figurent dans l'Ordonnance sur les denrées alimentaires, l'Ordonnance sur les substances étrangères et les composants, l'Ordonnance sur les exigences en matière d'hygiène et de microbiologie relatives aux denrées alimentaires, aux objets usuels, aux locaux, aux installations et au personnel.

Les valeurs indiquées dans ce chapitre, en particulier dans les différents tableaux, ont un caractère indicatif et doivent être prises dans le sens décrit dans les "Remarques importantes" du texte d'introduction du Manuel suisse des denrées alimentaires (5ème édition), page IX, point 5.

Dans le *tableau 23A.1* figurent les exigences et recommandations les plus importantes de l'Union européenne et du Codex Alimentarius concernant le miel.

Pour l'appréciation des sortes de miel, il faut tenir compte des propriétés chimiques, sensorielles et polliniques [*Talapy (1985)*]. On désigne par miel monofloral les miels qui proviennent principalement d'une fleur ou d'une plante.

Les propriétés sensorielles des miels monofloraux figurent dans le *tableau 23A.6*, les propriétés chimiques dans le *tableau 23A.7*. Il s'agit de miels monofloraux provenant de différents pays. Ces valeurs varient dans une large mesure. La dispersion est à mettre sur le compte des différentes méthodes d'analyse et des différences de provenance botanique et géographique du miel. Les résultats obtenus par les différents laboratoires varient toutefois beaucoup moins. [*Accorti (1986)*].

Les critères de différenciation les plus importants sont les sortes de sucres (glucose et fructose), le rapport fructose/glucose de même que la conductivité électrique (*tableau 23A.7*).

Examen organoleptique: l'examen organoleptique porte sur les points suivants:

l'apparence (couleur, aspect, consistance) l'odeur et le goût. Voir à ce propos le *tableau 23A.6*, "Caractéristiques de quelques miels de fleurs et de miellat", de même que le Manuel suisse des denrées alimentaires, chapitre 63 "Examen organoleptique"; *Bogdanov (1986;1987)*; *Gonnet et al. (1985)*; *Persano-Oddo et al. (1995)*.

Sédiment, analyse au microscope: dans le sédiment, on décèle seulement les particules qui sont plus lourdes que l'eau. Les particules de cire qui montent à la surface ne sont pas décelables. La teneur en substances insolubles dans l'eau est déterminée au moyen de la filtration; ceci conformément à la Commission du Codex Alimentarius Document CX 5/10.2; CL (1993)/14-SH, Méthode n°. 2.2.3 (voir annexe au chapitre).

Tableau 23A.1
Recommandations et exigences internationales

Caractéristique qualitative	Exigences	Recommandations
	UE ¹	Codex ²
<i>Eau (g/100g)</i>		
Miel, en général	max. 21	max. 21
Miel de bruyère, miel de trèfle	max. 23	max. 23
<i>Teneur apparente en sucres réducteurs (g/100 g)</i>		
Miel de fleurs	min. 65	min. 65
Miel de miellat, ou mélanges avec miel de fleurs	min. 60	min. 60
<i>Teneur apparente en saccharose (g/100 g)</i>		
Miel en général	max. 5	max. 5
Miel de miellat, ou mélanges avec miel de fleurs (miel d'acacias, de lavande, de Banksia, d'Eucryphia)	max. 10	max. 10
<i>Substances non hydrosolubles (g/100 g)</i>	0,1	0,1
<i>Sels minéraux (g/100g)</i>		
Miel en général	max. 0,6	max. 1
Miel de miellat ou mélanges de miel de fleurs	max. 1	pas d'indication
<i>Acides libres (milliéquivalent/kg)</i>	40	40
<i>Indice d'amylase (en unités de Schade)</i>		
Miel en général	min. 8	min. 3
Miels pauvres en enzymes, comme le miel d'acacias, de fleurs d'oranger	min. 3	pas d'indication
<i>Hydroxyméthylfurfurol (mg/kg)</i>	max. 40	max. 80

Il s'agit pour les exigences/recommandations énumérées ci-dessus d'extraits tirés de la directive de l'Union européenne mentionnée et de la norme Codex.

¹Union Européenne: Directive 74/409/CEE; J.O. CE L221/14 (12.8.1974)

²Codex Alimentarius: CX 5/10.2; CL 1993/14-SH, FAO, Rome (1993).

Pour déterminer l'origine géographique des miels, on recourt à la détermination et au dénombrement des grains de pollen (analyse qualitative du pollen) et des composants de miel présents dans le sédiment de celui-ci. Il s'agit là d'un instrument efficace pour découvrir l'origine botanique et géographique d'un miel. À ce propos, on ne se confine pas à des pays délimités par des frontières politiques, mais à des régions géographiquement et climatiquement plus étendues. C'est pourquoi le contrôle des miels récoltés dans les zones limitrophes (par exemple le Tessin ou le Nord de l'Italie) se révèle difficile. Dans des cas d'exception, on décèle des combinaisons de pollen bien particulières qui en laissent deviner le pays d'origine.

La détermination de l'origine botanique du miel a pour objectif d'apprécier la proportion des différentes plantes dans le miel. Il est important pour cela de tenir compte des particularités biologiques des différentes fleurs, particularités qui conduisent à une sur ou sous-représentation du pollen dans le miel. Il faut, en plus de l'analyse au microscope du pollen et des composants du miellat (champignons et algues), tenir également compte des propriétés chimiques, physiques et sensorielles (voir *tableau 23A.6 et 7*).

Une fermentation peut être décelée par l'analyse des levures au microscope. Les méthodes de la méliissopalynologie (analyse du pollen dans le miel) ont été déterminées et décrites dans le cadre d'une collaboration internationale par la Commission internationale de la botanique apicole (IUBS). Elles ont été publiées pour la première fois en 1970 et en 1978 dans une édition revue [*Louveaux et al. (1970 et 1978)*]. C'est ce travail qui forme la base de l'analyse pollinique.

Il est indispensable, pour effectuer des analyses polliniques, de posséder de solides connaissances sur les différentes formes de pollen et la présence de pollens spécifiques dans le miel. Un instrument important et utile, en plus de la littérature [*Horn et al. (1992); Moore et al. (1991); Crane et al. (1984); Erdtman (1954); Zander (1935)*], est de recourir à une collection de préparations comparatives de pollens. Pour obtenir des résultats fiables, il faut s'attacher les services d'un expert en pollens, familiarisé avec la melissopalynologie (la section apicole de la Station fédérale de recherches laitières, à 3097 Liebefeld-Berne, fournit des informations à ce sujet).

Cristallisation: le miel consiste en une solution sucrée sursaturée. La cristallisation du miel est ainsi un processus naturel [*Horn (1991); Schley et al. (1987); Bogdanov (1986)*]. La vitesse de cristallisation dépend surtout de la teneur en glucose du miel [*White (1962); Bogdanov et al. (1987)*]. Les miels dont la teneur en glucose est < 28 g/100 g ou dont le rapport glucose/eau est $< 1,7$ restent plus longtemps liquides. Les miels à cristallisation rapide se cristallisent le plus souvent très finement, alors que les miels à cristallisation lente ont tendance à avoir une cristallisation grossière. Une cristallisation fine peut être obtenue par des procédés spéciaux d'ensemencement [*Horn (1991); Bogdanov et al. (1988); Schley et al. (1987)*].

Densité: le miel a une densité relativement élevée qui varie entre 1,40 et 1,45 g/cm³ [*White (1975)*]. Elle est déterminée au moyen de différentes méthodes : méthode pycnométrique, par la mesure de la poussée hydrostatique et au moyen d'un aréomètre. Elle peut aussi être déterminée selon le principe de au moyen d'un appareil PAAR (voir chapitre 67 « Densité »).

Consistance: il s'agit ici d'une désignation générique des différentes propriétés rhéologiques, telle la viscosité, la thixotropie, la tension superficielle, la cohésion, l'adhésion, etc. La dénomination de consistance est utilisée en relation avec la description de la qualité. On parle de consistance crémeuse, liquide ou épaisse. Quant à la dénomination thixotrope, elle s'applique aux substances qui sont liquides mais ne coulent pas (semblables à un gel). Un exemple de miel thixotrope est le miel de bruyère.

Viscosité: la viscosité est une mesure du frottement interne d'un liquide. Le tableau 23A.2 [*Horn et al. (1992)*, p. 116-119] donne des indications sur la relation entre la viscosité dynamique, la teneur en eau et la température de trois miels différents.

Tableau 23A.2

Rapport entre la teneur en eau, la température et la viscosité
[Horn et al. (1992)]

	Teneur en eau	Température	Viscosité (mPa · m)
Miel d'acacia (liquide)	17,8	20 °C	114,4
	17,8	35 °C	25,6
	19,8	20 °C	59,2
	21,8	20 °C	31,8
Miel de sapin (liquide)	17,1	20 °C	184,4
	19,1	20 °C	74,7
	21,4	20 °C	37,3
Miel de fleurs (crémeux, cristallisation fine)	17,4	20 °C	1578,2
	19,4	20 °C	375,4
	21,4	20 °C	129,5

Dans les ouvrages scientifiques plus anciens, par exemple chez *White* (1975), la viscosité cinématique est indiquée pour le miel. Celle-ci est environ 10 fois plus élevée que la dynamique.

Pour trouver des ouvrages concernant ce domaine, voir *White* (1975), pages 207-239.

Conductivité thermique : la conductivité thermique est une mesure du transfert de chaleur. Elle est aussi désignée en tant qu'indice thermique. La conductivité du miel est relativement faible. Pour un miel liquide, elle s'élève à $12 \cdot 10^{-4}$ cal/cm · s · degré, pour un miel cristallisé à $12,9 \cdot 10^5$ cal/cm · s · degré. Voir *White* (1975) pour d'autres ouvrages à ce propos.

Activité de l'eau (a_w) : l'activité de l'eau (et non la teneur en eau) est le facteur le plus déterminant pour la conservabilité d'une denrée alimentaire. Dans le chapitre 64 "Activité de l'eau" sont résumées les bases pour l' a_w et sa mesure.

L'influence de la composition du miel sur la valeur a_w a été étudiée dans les travaux de *Rüegg et al.* (1981). Les valeurs a_w du miel varient entre 0,55 et 0,75. Les miels dont l' a_w est < 0,60 peuvent être, du point de vue microbiologique, qualifiés de stables. Bien que l'activité de l'eau soit un facteur de qualité important [*Bogdanov et al.* (1987)], on ne la détermine que rarement.

Teneur en eau : celle-ci se situe dans la plupart des cas entre 15-20 g/100 g de miel. Les miels de bruyère en particulier sont très riches en eau et peuvent en contenir jusqu'à 23 g/par 100 g de miel. Pour des raisons de conservabilité, la teneur en eau ne devrait pas dépasser 19 g/100 g de miel, étant donné que dans le cas contraire il existe un risque de fermentation à la surface. Les teneurs en eau élevées sont à mettre au compte d'une récolte trop précoce et d'un climat humide. Il existe un lien entre la teneur en eau ou l'activité de l'eau et la teneur en levures [Stephen (1946)]. Selon cet auteur, la teneur en levures augmente de 5 fois dans le cas d'un accroissement de la teneur en eau de 1 g/100 g. En dessous d'une teneur en eau de 17 g/100 g, le nombre de levures est si faible qu'il n'existe qu'un très faible danger de fermentation. Voir aussi à ce propos le paragraphe "Propriétés bactériennes".

En pratique, la méthode au réfractomètre s'est imposée pour déterminer la teneur en eau. Toutefois, c'est la méthode selon Karl Fischer qui livre les valeurs de teneur en eau les plus exactes. Si l'on compare la méthode au réfractomètre avec celle de Fischer, on obtient des valeurs plus basses avec le réfractomètre. Voir à ce propos Zürcher *et al.* (1980) de même que Stephen (1946). La teneur en eau peut aussi être déterminée en mesurant la densité du miel au moyen d'un appareil PAAR (par exemple DMA 48 avec 4 décimales).

Hydrates de carbone : les principales sortes de sucres du miel sont le fructose et le glucose. On trouve en plus des petites quantités de différents disaccharides (saccharose, turanose, maltose, isomaltose, etc.) et de trisaccharides (mélézitose, erlose et raffinose) [Donner (1977) et Siddiqui (1970)]. Environ 95 g/100 g de la matière sèche du miel se compose de sucres.

Tableau 23A.3

Teneur des différents sucres dans les miels de fleurs et de miellat

Type de sucre	Miel de fleurs (g/100 g)			Miel de miellat (g/100 g)		
	IC* (m)	HPLC** (m)	Domaine** *	IC* (m)	HPLC** (m)	Domaine***
	Nombre 12	Echan. 118		Nombre 7	Echan. 38	
Fructose	37,8	39,6	32,5 – 45,2	35,7	2,3	28,3 - 39,8
Glucose	30,2	30,9	24,3 - 39,9	25,0	23,9	19,0 - 31,5
Saccharose	0,05	0,7	0,05 - 6,2	0,07	0,5	0,05 - 1,0
Maltose ¹	0,9	0,6	0,1 - 2,3	--	1,4	0,5 - 2,5
Turanose	1,1	1,4	0,8 - 2,9	1,7	1,8	0,5 - 2,5
Trehalose	<0,05	0,3	0,05 - 1,5	0,5	1,1	0,1 - 2,4
Isomaltose ²	1,3	0,3	0,2 - 2,2	4,1	0,3	0,1 - 10,8
div. disaccharides	--	2,3	1,1 - 5,5	--	1,8	0,5 - 5,0
Erlose	0,4	0,7	0,1 - 6,0	0,4	1,4	0,1 - 5,3
Mélézitose	0,1	0,2	0,1 - 1,0	1,8	5,3	0,3 - 22,0
Raffinose ³	0,5	Nn	0,3 - 0,7	1,4	0,5	0,1 - 2,5
Mélézitose + Raffinose	--	0,2	0,1 - 1,1	--	5,8	1,1 - 23,5
Maltotriose	0,2	--	0,1 - 0,4	0,6	--	0,1 - 1,3
Oligosaccharides inconnus	4	--	1 - 3	2	--	1 - 3
Total sucre	78,1	77	61,5 - 82,5	74,8	70,4	60,5 - 81,0

Légende:

*IC: Valeurs du laboratoire cantonal de Bâle-ville, obtenues au moyen de la méthode de détection par ampérométrie pulsée (méthode provisoire)

**HPLC: Voir méthode 23A/8.1

***domaine: est valable pour les deux méthodes

m: Valeurs moyennes arithmétiques

-- = pas analysé; pd = pas décelable; "div. disaccharides = nigerose, maltulose et kojibiose.

¹ Avec la méthode HPLC, le maltulose est souvent détecté

² Avec la méthode IC, le maltulose est aussi détecté

³ Avec la méthode IC, le nigerose est aussi détecté

Le spectre des différents types de sucres est parfois caractéristique pour certaines sortes de miel (voir *tableau 23A.3*). Le mélézitose et le raffinose font partie de la composition des miels de miellat. Il n'est toutefois pas toujours possible de déterminer avec sûreté la sorte de miel au seul moyen du spectre de sucres.

Pour déterminer les types de sucres, on utilise aujourd'hui principalement la méthode HPLC sur gel de silice lié à des groupes aminés [*Bogdanov et al. (1988)*] et la méthode selon la norme DIN no 10758 (1992)]. Ces derniers temps, la chromatographie ionique avec détection par ampérométrie pulsée [méthode interne du laboratoire cantonal de Bâle-Ville de même que *Swallow et al. (1990)*] a souvent été utilisée. L'avantage de celle-ci par rapport à la méthode traditionnelle HPLC consiste en une sensibilité plus élevée, une meilleure séparation, l'utilisation d'un éluant compatible avec l'environnement, une durée de vie plus longue de la colonne de séparation. Toutefois, la méthode par chromatographie ionique exige des appareils résistants à la corrosion.

Les différentes sortes de sucres peuvent aussi être déterminées au moyen d'une chromatographie gaz/liquide sur colonne capillaire [*Sabatini et al. (1984)*; *Mateo et al. (1987)*]. Cette méthode exige toutefois plus de temps que la chromatographie liquide/liquide. Par ailleurs, elle ne permet pas de déterminer toutes les sortes de sucres.

En ce qui concerne les miels de miellat, 10 à 15 g/100 g des sortes de sucres ne peuvent pas être déterminés au moyen de la chromatographie liquide/liquide ou de la chromatographie gaz/liquide sur colonne capillaire (voir *tableau 23A.3*). Il s'agit probablement d'oligosaccharides à haut poids moléculaire.

Le fructose et le glucose peuvent être déterminés au moyen d'une méthode enzymatique (méthode 23A/8.3). Pour la chromatographie sur couche mince, voir Gauch et al. (1979).

Les méthodes de détermination des sucres réducteurs de même que du saccharose apparent décrites dans les normes internationales sont encore utilisées dans l'Union européenne [Codex Alimentarius Commission CX 5/10.2; CL (1993)/14-SH; Methode 2.2.1 Determination of reducing sugar content sowie Methode 2.2.2 Determination of apparent sucrose content]. Voir annexe au chapitre.

Teneur en acides : le miel contient un grand nombre d'acides organiques. La plupart d'entre eux sont ajoutés par les abeilles [*Echigo et al. (1974)*]. L'acide principal est l'acide gluconique. On trouve aussi les acides suivants : acides formique, tartrique, malique, citrique, succinique, butyrique, lactique et oxalique de même que différents acides aromatiques. Dans l'Union européenne, la quantité limite admise pour les acides s'élève à 40 milliéquivalents par kg de miel. Il peut arriver que cette teneur soit dépassée dans différentes sortes de miel (voir *tableau 23A.7*).

Dans l'Union européenne, on titre les acides libres avec une solution d'hydroxyde de sodium avec de la phénolphthaléine comme indicateur [Codex Alimentarius Commission CX 5/10.2; CL (1993)/14-SH]. Selon la norme allemande DIN (proposition 1998), on titre jusqu'à un pH de 8,3. Les valeurs obtenues avec ces deux méthodes sont plus ou moins

semblables, mais trop élevées en raison de l'hydrolyse de la lactone. La méthode de Hadorn et al. (1963), dans laquelle on titre jusqu'à un pH de 7,0, livre des valeurs naturellement plus basses.

La méthode officielle française [*Journal Officiel* (1977)] consiste en un titrage au point d'équivalence. Cette méthode donne, selon la théorie de la détermination des acides, les valeurs les plus exactes. Elle exige cependant de disposer d'un appareil de titrage.

Sels minéraux et oligo-éléments : les miels de fleurs contiennent 0,1 à 0,35 g de sels minéraux et d'oligo-éléments/100 g de miel (exception : le miel de châtaignier avec plus de 1 g/100 g), les miels de miellat quant à eux jusqu'à 1 g/100 g et plus. La teneur en sels minéraux et en oligo-éléments du miel est indiquée dans le tableau 23A.4. Ces valeurs ont été mesurées dans des miels de provenance différente [*Morse et al.* (1980); *Petrov* (1970); Indications internes du laboratoire cantonal de Zurich]. La substance minérale principale est le potassium.

Aujourd'hui, au lieu de la teneur en matières minérales (cendres), on détermine la conductivité électrique du miel. Elle est plus facilement mesurable et est utilisée principalement pour la caractérisation des miels monofloraux (voir *tableau 23A.7*). Selon l'origine géographique et botanique des miels, la teneur en matières minérales et la conductivité seront différentes.

Il existe un rapport linéaire entre conductivité électrique et teneur en matières minérales d'un miel sur la base duquel il est possible de calculer la teneur en matières minérales à partir des mesures de la conductivité électrique [*Accorti et al.* (1987) de même que *Samcjo et al.* (1991)].

Valeur pH: les miels de fleurs possèdent le plus souvent des valeurs pH faibles (3,3 à 4,6). Exception : les miels de fleurs de châtaignier ont une valeur pH relativement élevée allant de 5 à 6 (voir *tableau 23A.7*). Les miels de miellat ont, en raison de leur teneur plus élevée en sel à effet tampon, des valeur pH en moyenne plus élevées (4, 2 à 5, 5).

Tableau 23A.4

Sels minéraux et oligo-éléments dans le miel de différentes provenances

	mg/kg			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	3	- 60
Zinc	0,5	- 20	Cuivre	0,2	- 6,0
Plomb ²	<0,02	- 0,8	Cadmium ¹	<0,005	- 0,15

² Contamination

Matières azotées (enzymes et acides aminés): de telles matières se trouvent dans les miels de fleurs (environ 0,3 g/par 100 g) et dans les miels de miellat (1 g/100 g et plus). Jusqu'à aujourd'hui, elles ne sont d'aucune utilité pour l'appréciation des miels, à l'exception des activités enzymatiques [Bogdanov (1981)].

Enzymes: les principaux enzymes du miel sont : l'invertase (α -1,4 glucosidase), l'amylase (α amylase; diastase), glucose oxydase, catalase et la phosphatase. Elles proviennent principalement des abeilles [White *et al.* (1978)]. L'invertase et l'amylase sont importantes pour l'appréciation du miel; voir à ce propos le second paragraphe des directives ("Détériorations dues à la chaleur et aux mauvaises conditions de stockage". Même dans les miels fraîchement récoltés, il existe une grande variabilité de l'activité enzymatique (voir *tableau 23A.7*).

À l'aide du test modifié de Phadebas, il est assez simple de déterminer l'amylase [Bogdanov (1984)]. Dans l'Union européenne, c'est la méthode classique selon Schade [Méthode 23A/6.2; Hadorn *et al.* (1972); Hadorn (1961)] qui est officiellement employée; elle est cependant peu reproductible en raison du manque de standardisation des amidons utilisés. Les valeurs des deux méthodes ont une bonne corrélation, c'est-à-dire que l'on peut, à partir des mesures faites avec la méthode de Phadebas, calculer l'activité de l'amylase selon Schade.

Acides aminés: une partie des acides aminés du miel provient des abeilles, une autre du nectar. [Bergner *et al.* (1972)]. Le principal acide aminé est la proline. La teneur en acides aminés d'un miel donne des informations sur l'origine botanique de celui-ci [Bosi *et al.* (1978) de même que Davies (1975)]. La teneur en proline donne des informations sur la maturité du miel et peut servir à détecter des falsifications [von der Ohe *et al.* (1991)]. On considère qu'un miel est arrivé à maturité lorsque sa teneur en proline est supérieure à 183 mg/kg. Des valeurs plus basses indiquent un manque de maturité ou une falsification.

Hydroxyméthylfurfural (5-[Hydroxyméthyl]-furane-2-carbaldéhyde; HMF). Les miels frais, récoltés après la miellée et provenant de climats tempérés, ne contiennent aucune ou seulement des traces d'HMF (le plus souvent en dessous de 3 mg/kg). Pendant le stockage, l'HMF se forme plus ou moins rapidement à partir du sucre sous l'influence des acides et en fonction de la valeur pH et de la température du miel. Dans le cas d'un stockage normal sous nos latitudes, les valeurs HMF enregistrent annuellement une augmentation d'environ 5 à 10 mg/par kg. Dans le cas d'un stockage au chaud et lors de la fonte à des températures plus élevées (50 à 70°C), la teneur en HMF augmente plus rapidement. Voir Hadorn *et al.* (1962).

Des valeurs supérieures à 40 mg/kg portent préjudice au miel de consommation puisqu'elles indiquent une détérioration due au stockage ou à la chaleur (voir deuxième paragraphe, "Détériorations dues à la chaleur et au stockage"). Les miels traités de façon inappropriée peuvent contenir des teneurs en HMF allant jusqu'à 100 mg/kg ou plus. La détermination photométrique selon Winkler (Méthode 23A/9.1; méthode officielle utilisée dans l'UE) ne devrait pas être utilisée en raison du danger de cancérogénéité de la p-toluidine. En revanche, la détermination photométrique selon White (23A/9.2) et la

détermination au moyen de la méthode HPLC (23A/9.3) permettent une détermination de la teneur en HMF rapide et fiable.

Substances aromatiques: on a isolé environ 100 à 150 différentes substances aromatiques dans le miel et certaines ont même été caractérisées du point de vue chimique [*Bousseta et al.* (1992); *Häusler et al.* (1990); *Maga* (1983)]. Elles jouent un rôle important dans l'appréciation sensorielle du miel. Les substances aromatiques se conservent le mieux si le miel est stocké au froid dans des récipients fermés. Si l'on chauffe le miel, une part de ces substances sont anéanties.

Toxines: il existe des études sur les miels toxiques en particulier de *White* (1981), *Culvenor* (1986) de même que de Lampe (1988). Il s'agit le plus souvent de miels provenant de plantes de la famille des Ericaceae. Les empoisonnement se limitent la plupart du temps à des cas isolés (par exemple des touristes qui ont consommé du miel toxique acheté dans le Caucase ou en Turquie). On trouve aussi des études sur des miels toxiques au Japon, en Nouvelle-Zélande, en Australie et aux USA. On ne connaît pas de cas de miel toxique en Europe centrale. Les substances qui provoquent cette toxicité ont été caractérisées [*White* (1981)]. On les trouve dans la littérature traitant ce sujet.

Toxines: il existe des études sur les miels toxiques en particulier de *White* (1981), *Culvenor* (1986) de même que de Lampe (1988). Il s'agit le plus souvent de miels provenant de plantes de la famille des Ericaceae. Les empoisonnement se limitent la plupart du temps à des cas isolés (par exemple des touristes qui ont consommé du miel toxique acheté dans le Caucase ou en Turquie). On trouve aussi des études sur des miels toxiques au Japon, en Nouvelle-Zélande, en Australie et aux USA. On ne connaît pas de cas de miel toxique en Europe centrale. Les substances qui provoquent cette toxicité ont été caractérisées [*White* (1981)]. On les trouve dans la littérature traitant ce sujet.

Le tableau 23A.5 donne une vue d'ensemble des toxines et des miels dans lesquels elles ont été décelées.

Les empoisonnement dus à du miel toxique sont en particulier provoqués par la consommation de miel qui contiennent des substances du groupe des andromédotoxines, des tutines et des hyénanchines [*White* (1981); *Gösinger et al.* (1983)]. Les symptômes suivants ont été observés: perte de conscience, vomissement, faiblesse visuelle, délire, nausée, maux d'estomac et de tête, pouls faible, etc. On ne connaît aucun cas d'empoisonnement dû à la consommation de miels d'*Echium plantagineum* qui contiennent des alcaloïdes de la pyrrolicidine, [*Culvenor et al.* (1981)].

La détection des toxines dans le miel s'effectue par chromatographie sur couche mince [*White* (1981)], liquide/liquide et en phase gazeuse [*Love* (1990)].

Substances antibactériennes: l'effet antibactérien du miel est dû à la haute teneur en sucre et à la présence de substances antibactériennes spécifiques (inhibines). Même dans les miels fortement dilués, les inhibines qui s'y trouvent sont efficaces. Une partie de l'action de ces inhibines est à mettre sur le compte du peroxyde d'hydrogène [*White et al.*

(1963)], qui se forme à partir de la glucose oxydase. Cette inhibine est à la fois photo et thermosensible. Une autre partie de ces inhibines résistent à la chaleur et à la lumière [Bogdanov (1984); Molan (1992)] et se compose de différents composants tels des acides du miel, des flavonoïdes et des substances volatiles d'origine inconnue.

Tableau 23A.5

Toxines dans les miels, provenance

Substance toxique	Provenance	Teneur mg/kg	Indication de la littérature
• Acétylandromédole	Kalmia latifolia Rhododendron thompsoni	• 100 108	• White (1981)
• Andromédole	Miel d'origine inconnue Sortes de rhododendron	• 7	• White (1981); Gösinger et al. (1983)
Anthydroandromédole	Miel d'origine inconnue	3	White (1981)
Désacétyl- Piéristoxine B	Miel d'origine inconnue	>7	White (1981)
Tuntine Hyénanchine	Miel de miellat de Scolopyra de Nouvelle- Zélande	20 160	White (1981)
Alcaloïdes de pyrrolicidine (Sénécionine, sensciphyline, jacoline, jacobine)	Senecio jacobea	0,3 - 3,9	White (1981)
Echimidine, 7-Acé- tylcopsamine, achiu- mine, uplandicine, ly- copsamine, intermédiaire	Echium plantagineum	0,3 - 1,0	Culvenor (1981)

Vitamines: on ne trouve celles-ci qu'en quantité infime. Pour la détection de certaines vitamines, voir le chapitre 62 „Dosage des vitamines dans les denrées alimentaires et les cosmétiques“.

Propriétés microbiennes: le miel d'abeilles est une solution sucrée concentrée avec une pression osmotique élevée. Les microorganismes qui parviennent dans le miel ne peuvent pas s'y développer. On trouve dans le miel beaucoup moins de bactéries que dans d'autres produits crus de provenance animale [Tysset et al. (1981)]. Il n'y a en particulier

aucune sorte de bacilles pathogènes pour l'homme. On y trouve par contre des *Paenibacillus larvae* à l'origine de la très redoutée épizootie des abeilles (la loque américaine). C'est pourquoi les récipients et les déchets de miels ne devrait pas être accessibles aux abeilles.

On note dans quelques publications la présence de *Clostridium botulinum* dans le miel [Arnon *et al.* (1979); Sugiyama *et al.* (1978)]. Les études menées en Europe ne confirment pas ces résultats [Hartgen (1980); Fleming *et al.* (1980)] à l'exception d'un miel italien [Criseo *et al.* (1993)]. Certes, les toxines ne peuvent pas se former, étant donné que la forte activité de l'eau empêche la germination et la croissance; les spores par contre peuvent survivre. [Wellford *et al.* (1978)]. Le problème du botulisme dans le miel est traité dans une étude globale qui présente l'état actuel des connaissances. [P. Vlaven (1995)]. On admet que si un nourrisson jusqu'à 1 an consomme du miel contaminé, il peut être atteint de botulisme. Pour cette raison, aux Etats-Unis et dans bon nombre de pays européens, on déconseille fortement de donner du miel aux enfants de moins de 1 an.

Le miel contient différentes levures osmotolérantes [Tysset *et al.* (1981)], responsables de la fermentation (voir aussi „Teneur en eau“).

Les examens microbiologiques peuvent être effectués selon le chapitre 56 „Microbiologie“.

Stockage du miel: la qualité du miel se conserve le mieux lorsque celui-ci est entreposé dans un endroit frais et sec. Si le miel est contenu dans des récipients non étanches et entreposé dans un endroit humide, il va absorber de l'eau, ce qui peut mener à une fermentation.

Emballages du miel

Industrie et commerce

Grands récipients: 150-300 kg, récipients en métal, recouverts à l'intérieur d'une couche intacte de laque de protection conforme aux prescriptions en matière de denrées alimentaires.

Le recouvrement intérieur doit être intact et complet. Si le recouvrement est défectueux, le miel va le corroder en raison de son pH bas et de la haute concentration en sucre, ce qui augmentera la teneur en fer du miel.

Les récipients dont l'intérieur est recouvert de paraffine ne doivent plus être utilisés. Les études faites en laboratoire ont montré que le miel est souillé de paraffine lorsqu'il est entreposé dans ce type de récipient.

L'état extérieur d'un récipient ne dévoile généralement jamais l'état du recouvrement intérieur.

Pot: 25-30 kg, en fer blanc, acier chromé, aluminium et plastique.

Commerce de détail

Emballages: en verre, en plastique, en métal. Comme mentionné plus haut, les pots en paraffine ne doivent plus être utilisés.

Tableau 23A.6
 Caractéristiques de quelques miels de fleurs et de miellat
 Miel de fleurs

Sorte de miel	Origine principale	Arôme	Goût	Couleur	Consistance
Miel d'acacias	Europe centrale et du Sud, Chine	Légèrement fruité	Très doux	Aqueuse à jaune clair (l)	Reste assez longtemps liquide (en général plus d'une année)
Miel de rhododendrons	Europe	Légèrement fruité	Doux, peu marqué	Clair (f)	Reste 3 à 6 mois liquide
Miel de châtaignier	Europe	Intensif	Amer, goût d'herbe	Brun rouge (l)	Reste 6 à 12 mois liquide
Miel de bruyère	Europe de l'Ouest et du Nord		Goût d'herbe, très aromatique	Rouge brun Jaune foncé (f)	Tixotrope, consistance gélatineuse
Miel de trèfle	Amérique du Nord		Doux	Beige clair à blanc (f)	Très fin et à cristallisation rapide
Miel de lavande	Bassin méditerranéen	fleurs de lavande	Lavande	Clair (f)	À cristaux fins
Miel de tilleul	Europe, Chine	Arôme d'huiles essentielles	Légèrement amer, goût de tilleul	Jaune tendre à jaune foncé (f)	Liquide ou cristaux de taille moyenne à grossière
Miel de dents-de-lion	Europe	Fruité de façon caractéristique	Fruité, intensif	Jaune clair à jaune foncé (f)	À cristallisation fine et rapide
Miel de fleurs d'oranger	Bassin méditerranéen, Mexique, Australie, USA	Peu aromatisé	Goût de citron	Jaune clair à jaune orange (l)	À cristallisation lente, cristaux fins à moyens
Miel de colza	Europe Amérique du Nord	Plus ou moins comme du chou	Typique, moins aromatisé que l'odeur	Clair, blanchâtre (f)	À cristallisation rapide, parfois consistance dure, cristaux fins

Miel de romarin	Bassin méditerranéen	Fin, aromatique	Romarin	Clair (f)	À cristallisation rapide, cristaux fin à moyens
Miel de fleurs de tournesol	Europe	Faible	Pas aromatisé	Jaune or (f)	À cristallisation rapide, cristaux fins à moyens
Eucalyptus	Bassin méditerranéen, Amérique	intensif, mais ne sent pas l'eucalyptus	Intensif, fort	Brun jaune	Cristaux fins à moyens

Miel de miellat

Sorte de miel	Origine	Goût	Couleur	Consistance
Miel (miel de sapin) de conifères (sapin blanc, rouge, de pin)	Europe de l'Est, Zone à climat tempéré	Épicé, résineux	Sapin blanc : brun foncé à noir vert sur le bord du verre, reflets brun vert Miels d'autres conifères: Brun ou roux	Reste assez longtemps liquide
Miels de conifères et de feuillus	Monde entier	Goût de malt à épicé	Brun rougeâtre	Reste assez longtemps liquide

(l) = liquide

(f) = fortement cristallisé

Tab. 23A.7

Critères d'appréciation de différentes sortes de miel [selon Persano-Oddo¹ de même que Talpay (1985)]

Sorte de miel	Indice d'amylase	Conductivité 10^{-4} S.cm ⁻¹	Valeur pH	Acides libres (meq/kg)	Fructose (g/100 g)	Glucose g/100 g	Saccharose (g/100 g)	Rapport Fructose/ Glucose	Sels min. oligo-él. (g/100 g)
Acacias	3 - 15	1 - 3	3,5 - 4,3	6 - 11	38 - 49	21 - 30	0 - 8	1,55-1,78 ¹	0,1
Rhododendrons	10 - 18	2 - 4	3,7 - 4,1	4 - 9	34 - 41	23 - 31	1 - 4	1,00 - 1,60 ¹	**
Châtaignier	11 - 27	7 - 21	4,2 - 6,5	12 - 32	35 - 47	22 - 31	0 - 4	1,30 - 1,70 ¹	0,5 - 1
Bruyère	21 - 37	6 - 12	4,0 - 5,4	29 - 53	33 - 43	22 - 34	0 - 1	0,95 - 1,25 ¹	0,2 - 0,8
Trèfle	12 - 33	1 - 3	3,5 - 3,8	9 - 33	36 - 41	29 - 34	0 - 5	**	0,02 - 0,1
Lavande	14 - 37	2 - 10	3,2 - 3,9	22 - 42	33 - 39	28 - 34	0 - 12	1,04 - 1,14 ²	**
Tilleul	4 - 34	4 - 10	3,9 - 5,2	13 - 35	30 - 47	26 - 35	0 - 1	1 - 1,4 ⁴	**
Dents-de-lion	3 - 17	3 - 17	3,9-4,6	6 - 19	34 - 37	32 - 37	0 - 3	0,8 - 1,10 ²	**
Fleurs d'oranger	3 - 16	1 - 3	3,5 - 4,2	9 - 32	33 - 44	27 - 44	0 - 8	1,0 - 1,4 ¹	0,01 - 0,2
Colza	11 - 26	1 - 4	3,7 - 4,3	5 - 26	36 - 38	31 - 37	0 - 1	0,76 - 1,00 ²	0,1 - 0,5
Romarin	10 - 43	1 - 3	3,2 - 4,1	4 - 11	33 - 41	28 - 35	0 - 7	1,02 - 1,13 ²	0,1
Tournesol	8 - 38	2 - 6	3,6 - 4,1	**	34 - 45	35 - 42	0 - 3	≤1,2 ¹	0,1 - 0,3
Eucalyptus	13 - 34	4 - 9	3,7 - 4,9	13 - 30	33 - 44	31 - 35	0 - 4	1,00 - 1,40 ¹	0,1 - 0,3
Forêt	17 - 66	min. 8 ⁴	4,2 - 6,0	28	31 - 38	26 - 33	0 - 1	**	**
Sapin	11 - 34	min. 10 ⁴	4,6 - 5,9	22 - 39	25 - 40	18 - 32	0 - 4	1,10 - 1,60 ¹	**

Légende relative au tableau 23A.7

- ¹ *Persano-Oddo, L.*, Rapport EU interne, 1992; Istituto Zool. Agraria, Sezione Apicoltura, Via Leonida Rech 36, 00156 Roma (1992); disponible auprès de la section apicole de la Station fédérale de recherches laitières, 3097 Liebefeld-Berne.
- ² Indications provenant de ACCORTI (1986).
- ³ Indications provenant de: Rapport Institut Technique de l'Apiculture française, Association loi de 1901, N° 1148, Paris (1988); disponible auprès de la section apicole de la Station fédérale de recherches laitières, 3097 Liebefeld-Berne.
- ⁴ Selon *Talpay* (1985).
- ⁵ *Persano-Oddo, L. et al.* (1995).

DÉTÉRIORATIONS DUES À LA CHALEUR ET AUX MAUVAISES CONDITIONS DE STOCKAGE

Les critères de qualité tels que l'hydroxyméthylfurfural (HMF), l'activité de l'ivertase (α glucosidase) et de l'amylase (α amylase; diastase) sont utilisés pour apprécier les détériorations dues au stockage et à la chaleur [*Hadorn et al.* (1962); *White et al.* (1964); *Sancho et al.* (1992)].

Dans le tableau 23A.8 figurent les critères les plus importants.

Tableau 23A.8

Critères d'appréciation pour les miels fraîchement récoltés de même que pour ceux détériorés par la chaleur

Miel	HMF ⁴	Ind. de diastase	Ind. de invertase
1. Normes¹			
Norme UE: Tous les miels	max. 40	min. 8	
Miels pauvres en enzymes	max. 15	min. 3	
Normes du Codex: Tous les miels	max. 80	min. 3	
2. Valeurs indicatives²			
Miels fraîchement récoltés, tous	<0,5 - 15	13 - 30	10 - 25
Miels fraîchement récoltés, pauvres en enzymes	<0,5 - 15	4 - 8	8 - 12
Miels du commerce, tous	10 - 40	8 - 14	4 - 10
Miels du commerce, pauvres en enzymes	3 - 15	5 - 12	2 - 6
Endommagés par un bref chauffage	1 - 30	- ³	<0,5 - 4
Endommagés par un long chauffage	40 - 150	- ³	<0,5 - 4

LÉGENDE

- 1 Selon Directive de l'UE (74/409/EEE) de même que norme du Codex Alimentarius CX 5/10.2; CL 1993/14-SH. FAO, Rome. Voir aussi Tab. 23A.1
- 2 Selon *Duisberg et al.* (1966) de même que *Hadorn et al.* (1962)
- 3 Les valeurs y relatives varient très fortement selon le produit et la technologie
- 4 Hydroxyméthylfurfural
- 5 Indice d'amylase (indice de diastase)
- 6 Indice d'invertase

La teneur en HMF est le critère le plus fiable. Le miel fraîchement récolté ne contient pratiquement pas de HMF. Par contre, dans le cas d'un stockage trop chaud, cette valeur augmente (*Tableau 23A.9*). L'augmentation de la valeur HMF dépend de la valeur pH. Dans les miels avec des valeurs pH basses (par exemple le miel de fleurs), cette augmentation est plus rapide que dans les autres miels (par exemple le miel de miellat); voir *Hadorn et al.* (1962).

Tableau 23A.9

Durée nécessaire pour la formation de 40 mg HMF/kg de miel en fonction de la température de stockage [selon White et al. (1964), Hadorn et al. (1962); Sancho et al. (1992)].

Température (°C)	Durée pour la formation de 40 mg HMF/kg
4	20 - 80 ans
20	2 - 4 ans
30	0,5 - 1 an
40	1 - 2 mois
50	5 - 10 jours
60	1 - 2 jours
70	6 - 20 heures

Les activités de la saccharase et de l'amylase varient fortement d'un miel à l'autre et ne sont fiables que dans une mesure limitée pour déterminer les détériorations dues au stockage et à la chaleur. Dans le miel fraîchement récolté, les activités enzymatiques se trouvent dans un rapport déterminé. La saccharase est nettement plus sensible au stockage et à la chaleur que l'amylase (tableau 23A.10). C'est pourquoi Kiermeier et al. (1954) utilisent le quotient entre l'indice de saccharase et celui de l'amylase (quotient Kiermeier) comme critère d'appréciation. Le quotient Kiermeier du miel non endommagé est supérieur à 0,5, autrement il varie entre 0,2 et 0,5 [Duisberg et al. (1966)]. Etant donné que le quotient Kiermeier est soumis à des fluctuations naturelles importantes, il ne peut pas être utilisé comme seul critère d'appréciation des détériorations dues au stockage et à la chaleur.

Dans différents pays européens, les organisations apicoles ont fixé des exigences minimales pour le miel dit de qualité ou naturel. Pour cette sorte de miel, la valeur HMF devrait être < à 15 mg/kg et l'indice d'invertase \geq à 10 [Duisberg et al. (1966)].

Tableau 23A.10
 Température de stockage et détérioration des enzymes du miel
 [selon White et al. (1964)].

Température (°C)	Demi-vie	
	Amylase	Invertase
10	12'600 jours	9'600 jours
20	1'480 jours	820 jours
30	200 jours	83 jours
40	31 jours	9,6 jours
50	5,4 jours	1,3 jours
60	1 jour	4,7 heures
70	5,3 heures	47 minutes
80	1,2 heures	8,6 minutes

On procède à un traitement thermique pour tuer les levures ou pour retarder la cristallisation. Selon les conditions technologiques appliquées, la saccharase est plus ou moins fortement détériorée, alors que la teneur en HMF et l'activité de l'amylase sont peu influencées [Gonnet et al. (1964); Hadorn et al. (1962)].

FALSIFICATION DU MIEL

Il existe différentes façons de falsifier le miel. La plus courante est le nourrissage au sucre ou l'ajout de sucre. Dans la plupart des pays industrialisés, on nourrit les abeilles avec du sucre durant l'hiver. Il s'agit de sucre pur (saccharose), de sucre inverti ou de produits contenant du sucre dérivés du maïs, des pommes de terre, du blé, du riz, etc., qui ont été extraits par inversion enzymatique ou hydrolyse. On ne peut toutefois parler d'une falsification que si ces produits ont été distribués aux abeilles pendant la miellée ou directement ajoutés au miel.

D'autres façons de falsifier le miel est l'ajout de sel (augmentation de la conductivité du miel de forêt pour faire croire qu'il s'agit de miel de sapin), d'eau et de pollen. Celles-ci sont toutefois de moindre importance.

Donner de fausses indications quant à l'origine botanique et géographique est aussi considéré comme une falsification.

Lors d'un contrôle de routine du miel, on devrait déterminer l'activité enzymatique, la teneur en HMF, la conductivité (cendres) et la teneur en proline. En général, le miel falsifié a une activité enzymatique plus basse, une conductivité plus faible et moins de pollen que le miel authentique. Ces critères peuvent indiquer une falsification, ils ne suffisent toutefois pas à prouver qu'il s'agit réellement d'un acte délibéré de falsification, étant donné que la variation de ces paramètres est très importante d'un miel à l'autre. Les teneurs en HMF et en proline sont plus fiables mais ne suffisent pas non plus à prouver la falsification.

HMF: certains produits obtenus par hydrolyse de l'amidon ont une teneur en HMF plus élevée. C'est pourquoi le miel falsifié par de tels produits enregistre aussi une valeur HMF plus élevée [White et al. (1980)]. Étant donné que le stockage et le chauffage du miel peuvent aussi induire une augmentation de cette valeur, elle n'est pas une preuve irréfutable d'une falsification.

Proline: un miel mûr, non falsifié enregistre une valeur minimale de proline de 180 mg/kg [Von Der Ohe et al. (1991)]. Des valeurs plus basses indiquent une falsification au moyen d'un nourrissage au sucre ou un ajout de sucre dans le miel.

Si, sur la base des résultats du contrôle de routine, on suspecte une falsification, il convient de confirmer ce soupçon au moyen de méthodes spécifiques. Grâce à celles-ci, on peut enregistrer des paramètres qui sont typiques des produits du sucre avec lesquels le miel a été falsifié.

Spectre de sucres : à l'exception de quelques miels pauvres en enzymes ou de miel récolté en très grande quantité comme le miel d'acacias, de rhododendrons, de fleurs d'oranger et de lavande, les teneurs en erlose et en saccharose sont normalement basses (saccharose < 1 g/100 g). Les miels issus d'un nourrissage au sucre peuvent enregistrer une teneur en saccharose et en erlose plus élevée. Toutefois ces deux disaccharides sont transformés au fil du temps par les enzymes du miel, c'est pourquoi eux aussi ne sont pas des preuves irréfutables d'une falsification [Deifel et al. (1985)]. La détection de falsifications dues à des hydrolysats d'amidon au travers du rapport isomaltose/maltose selon Doner et al. (1979) s'est également révélée peu probante.

Lipp et al. (1988) ont amélioré le procédé de chromatographie sur couche mince mis au point par Kushnir (1979) avec lequel on obtient une séparation sensiblement meilleure des oligosaccharides. Les oligosaccharides sont d'ailleurs contenus dans le miel et dans les hydrolysats d'amidon. À l'aide de cette méthode, on peut différencier les oligosaccharides du miel de miellat et des hydrolysats d'amidon.

Les mêmes auteurs ont en plus développé un procédé HPLC avec lequel on peut différencier les oligosaccharides des produits obtenus par hydrolyse de l'amidon et de ceux du miel. Dans un premier temps, la fraction des oligosaccharides est adsorbée sur du charbon actif et ensuite analysée au moyen de la technique HPLC. Si on utilise le procédé HPLC échangeur d'ions avec détection ampérométrique pulsée, on peut

fortement améliorer la sensibilité de la méthode [Swallow *et al.* (1994)]. Ce procédé permet de détecter avec certitude un ajout de sucre de 10g/100 g.

Méthode des isotopes : les abeilles butinent seulement les plantes du type C₃ comme source de nectar. Or, celles comme la canne à sucre et le maïs sont du type C₄. Le rapport des isotopes ¹³C/¹²C est spécifique des deux groupes de plantes. En se basant sur cet état de chose, White *et al.* (1978) ont développé un procédé de détection des falsifications au moyen des produits issus de la canne à sucre et du maïs [Official Methods of AOAC, Nr. 44.4.17 (1995)]. Puis avec l'introduction d'un standard interne de protéine, la méthode a encore été améliorée [White *et al.* (1989); White (1992)]. Ainsi, des ajouts de sucre de ≥7 g/100 g de miel peuvent être décelés [Rossman *et al.* (1992)].

SUBSTANCES ETRANGERES ET CONTAMINANTS

Le miel peut contenir des impuretés provenant de différentes substances étrangères et de contaminations.

Impuretés sous forme de particules

On peut à l'oeil nu constater si le miel est exempt de cire, de souillures et de parties d'insectes, en particulier de couvain de même que d'autres impuretés macroscopiques. Le miel prêt à la consommation, pré-emballé, qui est fortement souillé (constat à l'oeil nu) peut être contesté. Au plan international, une valeur de maximum 0,1 g/100 g est tolérée pour la teneur totale en substances non solubles dans l'eau (*tableau 23A.1*) ; pour le miel pressé, cette valeur s'élève à maximum 0,5 g/100 g.

Impuretés dues à des substances étrangères

Des substances étrangères peuvent en raison de l'activité de récolte des abeilles parvenir dans le miel. D'autres sont apportées dans la colonie par l'apiculteur [Bogdanov (1988)] ou parviennent dans le miel au moment de l'emballage.

Sels minéraux et oligo-éléments

Le miel contient naturellement un grand nombre de sels minéraux et d'oligo-éléments en différentes concentrations. Voir *tableau 23A.4*. Certains oligo-éléments comme le plomb, le cadmium, le mercure, le fer, le zinc, l'aluminium, etc. peuvent parvenir dans le miel à partir de matériaux d'emballage inappropriés, d'outils apicoles de même que directement de l'environnement. En ce qui concerne les contaminations dues à l'environnement, l'abeille agit comme un filtre de sorte que le miel n'est que faiblement contaminé (Bogdanov *et al.* 1991 et 1985; Bogdanov 1988). Les teneurs élevées en fer et en zinc, responsables du goût de métal du miel, proviennent principalement de récipients à miel inappropriés.

Médicaments vétérinaires et substances auxiliaires apicoles

Le *tableau 23A.11* énumère les substances les plus importantes qui sont actuellement utilisées en apiculture et qui peuvent laisser des résidus dans le miel. La liste complète des substances actives utilisées au niveau international est importante.

Les traitements de lutte contre les épizooties des abeilles les plus importants sont les acaricides pour lesquels il existe plus de 50 substances actives différentes à travers le monde. À quelques exceptions près (par exemple les acides organiques), ces substances sont pour la plupart des substances lipophiles, c'est-à-dire qu'elles s'accumulent dans la cire, mais ne contaminent que peu le miel [*Bogdanov (1988); Bogdanov et al. (1990)*]. Les acides organiques que l'on utilise en tant qu'acaricides sont présents naturellement dans le miel [*Horn et al. (1992)*] et leur teneur varie très fortement d'un miel à l'autre (voir *tableau 23A.7*).

Pour lutter contre les épizootie des abeilles, on utilise aussi des antibiotiques. La plupart sont toutefois très rapidement éliminés du miel.

Le paradichlorbenzène est utilisé pour lutter contre la fausse teigne des abeilles. Les résidus dans le miel sont faibles. *Hamman et al. (1990)* ont pu en détecter jusqu'à 0,04 mg/kg de miel. L'utilisation de phénol comme répulsif pour les insectes (insectifuge) peut entraîner des résidus dans le miel s'élevant jusqu'à 12 mg/kg [*Daharu et al. (1985)*].

Tableau 23A.11
Médicaments vétérinaires et substances auxiliaires apicoles

Substances actives et désignation commerciale
<i>Acaricides/insecticides</i>
Amitraze
Brompropylate (Folbex VA)
Chlorbenzilate (Folbex)
Chlordimeforme et produits de dégradation
Coumaphos (Perizin)
Cymiazol (Apitol)
Dibrombenzophénone (produits de dégradation du Brompropylate)
Fluméthrine (Bayvarol)
Fluvalinate (Apistan, Klartan)
Malathion
Thymol
<i>Acides organiques avec effet acaricide</i>
Acide formique
Acide lactique
Acide oxalique
<i>Antibiotiques</i>
Chloramphénicole
Sulfonamide (Sulfaméthazine, Sulfamérazine, Sulfathiazol)
Tétracycline, Oxytétracycline
<i>Autres substances</i>
Chloréthanol
Paradichlorobenzène (Global), contre la fausse teigne de l'abeille
Phénol comme répulsif

Pesticides et hydrocarbures halogénés

En plus des pesticides usuels, utilisés principalement en agriculture, le miel est aussi contaminé par des substances provenant de l'environnement, tel le diphényle polychloré. L'apiculteur peut pour sa part contaminer le miel en utilisant des produits de protection pour le bois (par ex. le pentachlorophénol) que l'on trouve dans la couleur des ruches [Kalnis *et al.* (1984)]. La plupart des pesticides et des hydrocarbures halogénés sont des substances lipophiles qui s'accumulent principalement dans la cire d'abeille et de ce fait ne laissent que peu de traces dans le miel [Bogdanov (1988)].

Autres impuretés

Les substances organiques peuvent migrer des matériaux d'emballage en plastique, en carton paraffiné, etc. Voir à ce propos le chapitre 48 „Outils d'usage courant en plastique“. La détection des différentes impuretés est effectuée au moyen des méthodes suivantes décrites dans les chapitres:

- Métaux toxiques et éléments de trace: chapitre 45 "Eléments de trace".
- Pesticides et hydrocarbures halogénés: chapitre 46 "Résidus de pesticides".
- Substances de migration: chapitre 47A "Matériaux en papier et en carton pour les denrées alimentaires" de même que chapitre 48 "Objets usuels en matières plastiques".
- Produits de lutte contre les épizooties des abeilles: chapitre 55 "Résidus de médicaments vétérinaires".
- Radionucléides: chapitre 68 "Radionucléides dans les denrées alimentaires".

BIBLIOGRAPHIE (CLASSÉE SELON L'ANNÉE DE PARUTION)

- Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists*. 2200 Wilson Boulevard, Arlington, Virginia 22201 USA (neue Auflage ca. alle 5 Jahre).
- Persano-Oddo, L., Sabbatini, A.G., Marcazzan, G.L. et Accorti, M.*: Conoscere il miele. Edizioni, Avenue Media Bollogna (1995).
- Vlayen, P.*: Miel et Botulisme. Les Carnets du CARI, 46, 14-16 (1995).
- Zander, E. und Koch, A.*: Der Honig. 3. von J. LIPP völlig neubearbeitete und erweiterte Auflage. Ulmer Verlag, Stuttgart (1994).
- Swallow, K. and Low, N.*: Determinaton of honey authenticity by anion-exchange liquid chromatography. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 77, 695-702 (1994).
- Criseo, G. et al.*: Isolation of C. botulisme typ B from Sicilian honey samples. Riv. sci alim. 22 (2), 175-181 (1993).
- Codex Alimentarius Commission*: Revised Codex Standards for Sugars and Honey; CX 5/10.2; CL (1993)/14-SH; Via delle Terme di Caracalla, Rome (1993).
- DIN-Norm Nr. 10756 (1993)*: Bestimmung des Gehalts an freier Säure. Beuth Verlag GmbH, Berlin; Vertretung Schweiz: Schweiz. Normen-Vereinigung (SNV), Zürich.
- Horn, H. und Lüllmann, C.*: Das grosse Honigbuch. Verlag Ehrenwirth. München (1992).
- Rossmann, A., Lüllmann, C. und Schmidt, H.L.*: Massenspektrometrische Kohlenstoff- und Wasserstoff-Isotopen-Verhältnismessung zur Authentizitätsprüfung bei Honigen; Z. Lebensm.- Unters. Forsch. 195, 307-311 (1992).
- Bogdanov, S.*: Wiederverflüssigung des Honigs, Schweiz. Bienen-Zeitung 115, 519-525 (1992).
- Molan, P.*: The antibacterial activity of honey, Bee world 73, 5-28 und 59-76 (1992).

- Bousseta, A., Collins, S. and Dufour, J.P.:* Characteristic aroma profiles of unifloral honeys obtained with dynamic headspace GC-MS system, *J. Apic. Res.* 31, 96-109 (1992).
- White, J.:* Internal standard stable carbon isotope ratio method for determination of C₄ plant sugars in honey: collaborativ study and evaluation of improved protein preparation procedure; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 75, 543-548 (1992).
- DIN-Norm-Vorlage Nr. 10758 (1992):* Bestimmung des Gehaltes an Sacchariden (HPLC). Beuth Verlag GmbH, Berlin; Vertretung Schweiz: Schweiz. Normen-Vereinigung (SNV), Zürich.
- Sancho, M.T., Muniategui, S., Huidobro, J.F. and Simal, J.:* Aging of honey. *J. Agric. Food Chem.* 40, 134-138 (1992).
- Horn, H.:* Die Kristallisation des Bienenhonigs. Teile 1 bis 4; 1991: Hefte 11, 323-326 und 12, 361-363; (1992): Hefte 1, 9-13 und 2, 44-48 (1991-2).
- Moore, P.D., Webb, J.A. and Collinson, M.E.:* Pollen analysis. Blackwell Scientific Publications (1991).
- Sancho, M.T., Muniategui, S., Sanchez, M.P., Huidobro, J.F. and Simal, J.:* Relationship between electrical conductivity and total and sulphated ash contents in Basque honeys. *Apidologie*, 22, 487-494 (1991).
- Von Der Ohe, W., Dustman, J. und Von der Ohe, K.:* Prolin als Kriterium der Reife des Honigs, *Dtsch. Lebensm.-Rundsch.* 87, 383-386 (1991).
- Bogdanov, S. und Kilchenmann, V.:* Zink- und Aluminiumrückstände aus Varroagittern. *Schweiz. Bienenztg.* 114, 197-199 (1991).
- Swallow, K. and Low, N.:* Analysis and Quantitation of the carbohydrates in honey using HPLC. *J. Agric. Food Chem.* 38, 1828-1832 (1990).
- Häusler, M. und Montag, A.:* Minorbestandteile des Honigs mit Aromarelevanz. *Dtsch. Lebensm.-Rundsch.* 86, 171-174 (1990).
- Love, J.L.:* Toxic honey - a New Zealand story. *Anal. Proc.* 27, 87-89 (1990).
- Hamman, K., Zehnder, C. und Wald, B.:* Bestimmung von 1,4-Dichlorbenzol in Honig mittels GC. *Lebensmittelchem. Gerichtl. Chem.* 44, 90-91 (1990).
- Bogdanov, S., a. Imdorf, A., v. Kilchenmann, V. und I. Gerig, I.:* Rückstände von Fluvalinat in Bienenwachs, Futter und Honig. *Schweiz. Bienenztg.* 113, 130-134 sowie 113, 250-254 (Rückstände von Folbex in Wachs, Futter und Honig) (1990).
- White, J. and Winters, K.:* Honey protein as internal standard for stable carbon isotope detection of adulteration of honey; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 72, 907-911 (1989).
- Bogdanov, S. und Baumann, E.:* Bestimmung von Honigzuckern mit HPLC. *Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg.* 79, 198-206 (1988).
- Bogdanov, B. und Lehnher, B.:* Honig kann fein umkristallisieren und cremig gemacht werden. *Schweizerische Bienen-Zeitung* 111, 300-303 (1988).
- Lipp, J., Ziegler, H. and Conrady, E.:* Detection of high fructose- and other syrups in honey using high-pressure liquid chromatography; *Z. Lebensm.-Unters. Forsch.* 187, 334-338 (1988).

- Lampe, K.F.:* Rhododendrons, mountain laurel and mad honey. JAMA 259, 2009 (1988).
- Bogdanov, S.:* Bienenvolk und Schadstoffbelastung. Schweiz. Bienenztg. 111, 571-575 (1988).
- Bogdanov, S.:* Honigkristallisation und Honigqualität. Schweizerische Bienen-Zeitung 110, 84-92 (1987).
- Bogdanov, S., Rieder, K. und Rüegg, M.:* Neue Qualitätskriterien bei Honiguntersuchungen, Apidologie, 18, 267-278 (1987).
- Mateo, R., Bosch, F., Pastor, A. und Jimenez, M.:* Capillar column gas chromatographic identification of sugars in honey as trimethylsilyl derivatives. J. Chromatogr. 410, 319-328 (1987).
- Accorti, M., Piazza, M.G. et Persano-Oddo, L.:* La conductivité électrique et le contenu en cendres du miel. Apiacta, 22, 19-20 (1987).
- Schley, P. und Schultz, B.:* Die Kristallisation des Bienenhonigs, Die Biene Nr.1, 5-10, Nr.2, 46-50, Nr.3, 114-118, Nr.4, 186- 187, Nr. 5, 245-247 (1987).
- Accorti, L.P. Oddo, L.P., Piazza, M.G. et Sabatini, A.G.:* Schede di caratterizzazione delle principali qualità di miele Italiano. Apicoltura (appendice a) Nr. 2 (1986).
- Bogdanov, S.:* Honigsensorik und Honigdegustation. Schweizerische-Bienenzeitung 109, 453-457 (1986).
- Gonnet, M. und Vache, G.:* Le goût du miel. Edition U.N.A.F. Paris (1985).
- Talpay, B.:* Spezifikationen für Trachtenhonige. Deutsch. Lebensm.-Rundsch. 81, 148-151 (1985).
- Culvenor, C.C.J.:* Patterson's curse and toxic alkaloids. Search. Australia 16, 219-223 (1985).
- Deifel, A., Gierschner, K. und Vorwohl, G.:* Saccharose im Honig: Saccharose und deren Transglykosidierungsprodukte in natürlichen und Zuckerfütterungshonigen; Dtsch. Lebensm.-Rundsch. 81, 356-362 (1985).
- Bogdanov, S., Zimmerli, B. und Erard, M.:* Schwermetalle in Honig. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 77, 153-158 (1985).
- Daharu, P. and Sporns, P.:* Residue levels and sensory evaluation of bee repellent phenol found in honey. Can. Inst. Food Sci. Technol. 18, 63-66 (1985).
- Sabatini, A.G., Nanetti, A., Maurizi, M. et Lercker, G.:* Studio dell'origine botanica dei mieli attraverso il profilo gaschromatografico dei componenti neutri. Rivista di merceologia 23, 71-81 (1984).
- Bogdanov, S.:* Honigdiastase; Gegenüberstellung verschiedener Bestimmungsmethoden, Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 75, 214-320 (1984).
- Bogdanov, S.:* Characterization of Antibacterial Substances in Honey, Lebensm. Wiss. u. Technol. 17, 74-76 (1984).
- Crane, E., Walker, P. and Day, R.:* Directory of important world honey sources. Verlag International Bee Research Association, London (1984).

- Kalnins, M. and Detroy, B.*: Effect of Wood preservative treatment of beehives and hive products. *J. Agric. Food Chem.* 32, 1176-1180 (1984).
- Maga, J.*: Honey flavour, *Lebensm. Wiss. u. Technol.* 16, 65-68 (1983).
- Gössinger, H.; Hruby, K., Pohl, A., Davogg, S., G. Sutterlüthi, G. und Mathis, G.*: Vergiftungen mit andromedotoxinhaltigem Honig. *Dtsch. med. Wschr.* 108, 1555-1558 (1983).
- Bogdanov, S.*: Bestimmung von Honigprotein mit Coomassie Brilliantblau G 250, *Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg.* 72, 411-417 (1981).
- Rüegg, M. und Blanc, B.*: The water activity of honey and related solutions, *Lebensmitt. Wiss. Technol.* 14, 1-6 (1981).
- Tysset, C. und Rousseau, M.*: Le probleme du microbisme et de l'hygiene des miels du commerce, *Rev. Med. vet.* 132, 591-600 (1981).
- White, J.*: Natural honey toxicants. *Bee world* 62, 23-28 (1981).
- Zürcher, K. und Hadorn, H.*: Vergleichende Wasserbestimmungen in Honig nach Karl Fischer, aus Dichte, refraktometrisch und gravimetrisch. *Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg.* 71, 396-403 (1980).
- Fleming, R. und Stojanovic, V.*: Untersuchungen von Bienenhonig auf Clostridium botulinum-Sporen, *Arch. Lebensm. Hyg.* 31, 179-180 (1980).
- Hartgen, H.*: Untersuchungen von Honigproben auf Botulinustoxin, *Arch. Lebensm. Hyg.* 31, 177-178 (1980).
- Morse, R. und Lisk, D.J.*: Elemental analysis of honeys from several nations, *Am. Bee J.* Nr. 7, 522-523 (1980).
- White, J. and Siciliano, J.*: Hydroxymethylfurfural and honey adulteration; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63, 7-10 (1980).
- Arnon, S., Midura, T., Damus, K., Thompson, B., Wood, R. and Chin, J.*: Honey and other enviromental risk factors for infant botulinism, *J. of Pediatrics* 94, 331-336 (1979).
- Gauch, R., Leuenberger, U. and Baumgartner, E.*: Quantitative determination of mono-, di- and trisaccharides by thin-layer chromatography. *J. Chromatogr.* 174, 195-200 (1979).
- Doner., L., White, J. und Philips, J.*: Gas-liquid chromatographic test for honey adulteration by high fructose corn syrup; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62, 186-189 (1979).
- Kushnir, I.*: Sensitive thin layer chromatographic detection of high fructose corn syrup and other adulterants in honey; *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62, 917-920 (1979).
- White, J. und Rudyi, O.*: The protein content of honey, *J. apic. res.* 17, 234-238 (1978).
- Bosi, G. und Battaglini, M.*: Gas chromatographic analysis of free and protein amino acids in some unifloral honeys, *J. apic. res.* 17, 152-166 (1978).
- Louveaux, J., Maurizio, A. und Vorwohl, G.*: Internationale Kommission für Bienenbotanik der IUBS: Methods of Melissopalynology. *Bee World* 59, 139-157 (1978).

- Sugiyama, H., Mills, D. and Kuo, K.*: Number of Clostridium botulinum Spores in Honey, J. Food Protection 41, 848-850 (1978).
- Wellford, T., Eadie, T. and Liewellyn, G.*: Evaluation the Inhibitory action of Honey on Fungal Growth, Sporulation and Aflatoxin Production; Z. Lebensm. Unters. Forsch. 166, 280-283 (1978).
- White, J. and Doner, L.*: Mass spectrometric detection of high fructose corn syrup in honey by use of $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ratio; J. Assoc. Off. Anal. Chem. 61, 746-750 (1978).
- Doner, L.*: Sugar of honey. A review. J. Sci. Fd. Agric. 28, 443-456 (1977).
- Journal Officiel*: Methodes officielles d'analyses du miel. Textes d'intérêt général No 77-79. Imprimerie des Journaux officiels, Paris (1977).
- Siegenthaler, U.*: Eine einfache und rasche Methode zur Bestimmung der Saccharase im Honig, Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 68, 251-258 (1977).
- Davies, A.*: Amino acid analysis of honeys from eleven countries. J. Apicultural research 14, 29-39 (1975).
- White, J.*: in "Honey"; Ed. E. Crane: Physical Characteristics of Honey. Heinemann, London (1975).
- Echigo, T.E. and Takenaka, T.*: Production of organic acids in honey by honeybees. J. of the Agr. Chem. Soc. of Japan (japanisch) 48, 225-230 (1974).
- Hadorn, H. und Zürcher, K.*: Eine einfache kinetische Methode zur Bestimmung der Diastasezahl im Honig. Dtsch. Lebensm.-Rundsch. 68, 209-216 (1972).
- Bergner, K.G. und Hahn, H.J.*: Zum Vorkommen und zur Herkunft der freien Aminosäuren in Honig, Apidologie 3, 5-34 (1972).
- Siddiqu, I.*: The sugars of honey. Advances in carbohydrate chemistry and biochemistry 25, 285-309 (1970).
- Petrov, V.*: Mineral constituents of some australian honeys as determined by atomic absorption. J. Apic.Res. 9, 95-101 (1970).
- Louveaux, J., Maurizio, A. und Vorwohl, G.*: Internationale Kommission für Bienenbotanik der IUBS: Methodik der Melissopalynologie. Apidologie 1, 193-209 (1970).
- Louveaux, J.*: Annexes Microphotographiques, Tome III. Atlas Photographique d'Analyse Pollinique des Miels. Service de la Répression des Fraudes et du Contrôle de la Qualité (1970).
- Duisberg, H. und Hadorn, H.*: Welche Anforderungen sind an Handelshonige zu stellen. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 57, 386-407 (1966).
- Gonnet, M., Lavie, P. et Louveaux, J.*: La pasteurisation des miels. Ann. Abeilles 7, 81-102 (1964).
- White, J., Kushnir, I. and Subers, M.*: Effect of storage and processing temperatures on honey quality. Food Technology 18, 153-156 (1964).
- White, J., Subers, M. and Schepartz, A.*: The identification of inhibine, the antibacterial factor in honey, as hydrogen peroxide and its origin in a honey glucose oxidase system; Biochim. Biophys. Acta 73, 57-70 (1963).

- Hadorn, H. und Zürcher, K.:* Formolzahl von Honig. Gleichzeitige Bestimmung von Formolzahl, pH, freie Säure und Lactongehalt in Honig. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 54, 304-321 (1963).
- Hadorn, H., Zürcher, K. und Doevelaar, F.:* Über Wärme- und Lagerschädigungen von Bienenhonig, Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 53, 191-229 (1962).
- White, J.:* Composition of American honeys. Techn. Bull. No 1261. US Department of Agriculture (1962).
- Hadorn, H.:* Zur Problematik der quantitativen Diastasebestimmung in Honig. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 52, 67-103 (1961).
- Erdtman, G.:* An introduction to pollen analysis. Chronica Botanica Company. Waltham, Mass. (1954).
- Kiermeier, F. und Köberlein, W.:* Über die Hitzeinaktivierung von Enzymen in Honig. Z. Lebensm.- Unters.- Forsch. 98, 329-347 (1954).
- Stephen, W.:* The relationship of moisture content and yeast count in honey fermentation. Scientific Agriculture 26, 258-264 (1946).
- Zander, E.:* Beiträge zur Herkunftsbestimmung bei Honig. I. Pollengestaltung und Herkunftsbestimmung bei Blütenhonig. Verlag der Reichsfachgruppe Imkerei e.V., Berlin (1935).