

INFLUENCE DES ACIDES ORGANIQUES ET DES COMPOSANTS D'HUILES ESSENTIELLES SUR LE GOÛT DU MIEL

Stefan Bogdanov, Verena Kilchenmann, Peter Fluri, Ursula Bühler et Pierre Lavanchy
Centre Suisse de Recherches Apicoles
Station de Recherche Laitières, Liebefeld, CH-3003 Berne

INTRODUCTION

L'acide formique, l'acide oxalique et l'acide lactique sont utilisés dans le monde entier pour lutter contre *Varroa* dans les colonies d'abeilles. Comme toutes les substances actives introduites dans les colonies, ces substances naturelles laissent des traces dans le miel. Il faut cependant savoir qu'elles sont présentes de manière naturelle dans le miel et que les faibles quantités qui viennent s'ajouter à ces concentrations naturelles par l'intermédiaire de la lutte contre *Varroa* ne présentent aucun risque pour la santé. Par contre, l'on peut se poser la question si elles influencent le goût. Les législations suisse et européenne sur les denrées alimentaires ainsi que le Codex Alimentarius interdisent les additifs qui modifient le goût naturel du miel. Dans le présent travail, nous avons déterminé les seuils de détection sensoriels des substances naturelles susmentionnées et comparé les résultats avec les concentrations présentes naturellement ainsi qu'avec les résidus issus de la lutte contre *Varroa*.

ANALYSES SENSORIELLES

Echantillons

La plupart des analyses de miel ont été effectuées par un groupe comprenant environ 15 dégustateurs de la FAM. Ceux-ci ont été spécialement entraînés en analyse sensorielle et ont travaillé d'après un standard de qualité reconnu (accrédité selon la norme SN-EN 45001).



Fig. 1

Le jury de dégustation de la FAM travaille d'après un système d'assurance de la qualité. Les analyses sensorielles s'effectuent dans une salle de dégustation spécialement aménagée. Afin de garantir de bonnes appréciations, les capacités sensorielles sont testées régulièrement. Après la dégustation des échantillons de miel, le goût sucré qui reste dans la bouche est neutralisé par l'absorption d'eau.

Fig. 2

Les miels testés (dans ce cas, différents miels monofloraux de Suisse) sont mis dans de petits gobelets en plastique et fermés, prêts pour les tests. Chaque dégustateur reçoit un set d'échantillons à tester.



Pour les tests, on a utilisé du miel d'acacias européen ainsi que du miel de colza et du miel suisse de forêt. A partir de ceux-ci, on a préparé deux types d'échantillons:

1. Echantillons d'essai: on a ajouté aux miels différentes quantités d'acide organique (acide lactique, acide formique, acide oxalique) ou un composant d'huile essentielle (thymol, camphre, menthol). De plus, les acides ont été dissous dans de l'eau et les substances naturelles dans de l'éthanol et ajoutés au miel dans le rapport 1:1000. Afin de conserver un mélange homogène, le miel a été brassé durant 30 minutes avec un bâton de verre.

2. Echantillons témoins: on a ajouté de l'eau ou de l'éthanol au miel dans le rapport 1:1000. On a ensuite mélangé les échantillons témoins de la même manière que les échantillons d'essai.

On a rempli des petits gobelets en plastique avec 10 à 15 g de mélanges et on les a fermé avec des couvercles. (Fig. 2).

Analyse du miel

Les échantillons de chaque set d'essai ont été comparés par paires ou groupe de trois. Lors de l'essai triangulaire, on a toujours effectué une comparaison des miels avec et sans additif. Les gobelets de miel étaient codés. Les dégustateurs ont testé 10 miels différents au maximum par séance. Ils ont travaillé selon les consignes libellées comme suit: (les numéros sont des exemples):

Analyse par paires d'après DIN [1]

Vous recevez un set d'essai comprenant 2 échantillons. Analysez le goût des échantillons.

1. Les échantillons sont-ils identiques ou différents? Veuillez entourer d'un cercle la bonne réponse.
2. Décrivez les deux échantillons.

N° de l'échantillon	Descriptions
379 = 695	379.....
379 ≠ 695	695.....

Essai triangulaire d'après DIN [2]

Vous recevez un set d'essai comprenant trois échantillons dont 2 sont identiques. Analysez le goût des échantillons.

1. Entourer d'un cercle le numéro de l'échantillon différent.
2. Décrivez l'échantillon qui diffère et les deux échantillons identiques .

N° de l'échantillon	Descriptions
125 278 698	Echantillon qui diffère.....
	Echantillons identiques

Ensuite, à l'aide d'un test statistique selon DIN [1,2], on a cherché à savoir si les dégustateurs pouvaient reconnaître les différences de goût entre les miels. Ceci est expliqué au travers d'un exemple: sur la base d'un groupe de 15 personnes, il faut 12 réponses correctes pour l'analyse par paires et 9 réponses correctes pour l'essai triangulaire pour que la différence entre l'échantillon et le contrôle soit reconnue comme valable (dans le cas d'une probabilité d'erreur p de 5 % au maximum, indication du tableau: 0,05).

Seuil de détection

On entend par seuil de détection du goût, la plus basse concentration d'un additif dans le miel pouvant être reconnue correctement. Par exemple, lors de l'analyse de l'acide formique (AF) dans le miel d'acacias (tableau 1), le goût étranger d'AF n'est pas reconnu de manière correcte avec 150 mg/kg, mais il l'est avec 300 mg/kg. Ainsi, le seuil de détection pour l'AF dans le miel d'acacias se situe environ entre 150 et 300 mg/kg (indication d'après le tableau: 150-300 mg/kg).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Seuils de détection pour les acides ajoutés

Les résultats sont rassemblés dans le tableau 1. Les seuils de détection pour les acides analysés dans le miel sont classés selon un ordre croissant en fonction de l'effet sur le goût:

acide formique	(300-600 mg/kg)
acide oxalique	(400-900 mg/kg)
acide lactique	(800- 1600 mg/kg)

Cela signifie que l'acide formique a la plus grande influence sur le goût du miel et l'acide lactique la plus faible. La sorte de miel joue un rôle très important: le seuil de détection du miel d'acacias est environ deux fois moins élevé que celui du miel de forêt. Celui-ci a beaucoup plus d'arôme, est plus relevé et supporte ainsi une adjonction d'acide plus importante que le miel d'acacias qui est peu aromatique. En Italie, on a obtenu des seuils de détection semblables pour l'acide formique [3], les acides oxalique et lactique n'ayant pas encore été l'objet d'une analyse sensorielle. Dans de l'eau pure, le seuil de détection pour l'acide formique avec 10 mg/kg [4] est environ 20 à 50 fois moins élevé que pour le miel.

Substance analysée, test	Miel analysé	n	Seuil de détection gustatif dans le miel en mg/kg	p	Remarques
Acide formique (AF) essai triangulaire	Miel d'acacias	35*	150-300	0,005	Miel avec AF: acide
Acide formique essai triangulaire	Miel de forêt	20	300-600	0,05	Miel avec AF: acide
Acide oxalique (AO) essai par paires	Miel d'acacias	12	300-400	0,05	Miel avec AO: acide
Acide oxalique essai par paires	Miel de forêt	12	700-900	0,05	Miel avec AO: acide
Acide lactique (AL) essai triangulaire	Miel de colza	17	800-1600	0,05	Miel avec AL: acide

Tableau 1. Seuils de détection gustatifs pour les acides formique, oxalique et lactique dans le miel. Les analyses ont été effectuées avec un groupe de dégustateurs entraînés en analyse sensorielle.

*Exception: le test avec l'acide formique dans le miel d'acacias a été effectué avec des personnes sans formation spéciale en analyse sensorielle. p = probabilité d'erreur.

Teneurs naturelles en acide dans le miel

De manière naturelle, les miels contiennent déjà des acides organiques. Les quantités varient dans de larges mesures selon la provenance et la sorte de miel. Les teneurs se situent entre 5 et 600 mg/kg [3,5] pour l'acide formique, entre 1 et 225 mg/kg pour l'acide oxalique et entre 10 et 386 mg/kg [6] pour l'acide lactique, les miels d'acacias présentant des valeurs nettement moins élevées que le miel de miellat.

Résidus d'acides organiques dus à un traitement contre *Varroa*

Acide formique: lors d'une application en automne, la teneur en acide formique du nourrissage au sucre dans les rayons de couvain croît énormément et peut être beaucoup plus élevée que la teneur d'origine. Ensuite, elle diminue gentiment en raison de l'évaporation et atteint son état originel [3, 5] au printemps suivant. Pour cette raison, les traitements à base d'acide formique en automne peuvent être recommandés sans suites préjudiciables pour le goût du miel de l'année suivante. Par contre, ils sont indiqués uniquement en cas d'urgence au printemps car les résidus ne s'évaporent pas assez vite et peuvent influencer le goût du miel de printemps ou d'été.

Acide oxalique: après le traitement d'automne, la concentration d'acide oxalique dans le miel de l'année suivante n'était pas plus élevée [7]. Ainsi, l'utilisation d'acide oxalique en automne peut être recommandée sans qu'il y ait une menace pour la qualité du miel.

Acide lactique: après une application en automne, la teneur en acide lactique du nourrissage au sucre augmente tout de suite après le traitement et peut atteindre jusqu'à 1500 mg/kg mais diminue déjà après 4 semaines pour atteindre une valeur d'environ 500 mg/kg [6]. Cette valeur se situe en dessous du seuil de détection de l'acide lactique. L'acide lactique pourrait donc être utilisé au printemps, mais au plus tard 4 semaines avant le début de la miellée.

Seuils de détection du thymol, du menthol et du camphre

Les résultats des analyses sensorielles sont rassemblés dans le tableau 2. De toutes les substances analysées, c'est le thymol qui a la plus forte influence sur le goût du miel. Les seuils de détection augmentent selon l'ordre suivant:

thymol	(1,1-1,3 mg/kg)
camphre	(5-10 mg/kg)
menthol	(20-30 mg/kg)

Les analyses de camphre ont donné le même résultat avec les dégustateurs entraînés qu'avec les dégustateurs non entraînés (tableau 2). Ceci signifie que des consommateurs sans formation de dégustateur peuvent déjà reconnaître de petites quantités de cet additif dans le miel. D'autres analyses ont donné des seuils de détection similaires pour le thymol (entre 0,5 et 2 mg/kg) [8] et le menthol (36 mg/kg) [9]. Dans une solution d'eau, on a trouvé un seuil de tolérance nettement moins élevé de 0,1 mg/kg pour les 3 substances. Pour le miel, il est de 10 à 30 fois moins élevé. Comme c'est le cas pour l'acide formique, on a également un seuil de détection plus élevé dû au sucre.

Substance analysée, test	Miel analysé	n	Seuil de détection gustatif dans le miel en mg/kg	p	Remarques
Thymol (TH) essai triangulaire	Miel de colza	16	1,1-1,3	0,05	Miel avec TH: goût étranger
Thymol essai par paires	Miel d'acacias	14	1,1-1,3	0,05	Miel avec TH: goût étranger
Camphre (CA) essai par paires	Miel d'acacias	15	5-10	0,05	Miel avec CA: moisissure, chimique
Camphre essai triangulaire	Miel d'acacias	34*	5-10	0,001	Miel avec CA: Astringent, relevé
Menthol (ME) essai par paires	Miel d'acacias	18	20-30	0,05	Miel avec ME: bonbon contre la toux, rafraîchissant

Tableau 2: seuils de détection gustatifs pour le thymol, le camphre et le menthol dans le miel. Les analyses ont été effectuées avec un groupe de dégustateurs entraînés en analyse sensorielle.

* En outre, le test avec le camphre dans le miel d'acacias a aussi été réalisé avec des personnes sans formation spéciale en analyse sensorielle. p = probabilité d'erreur.

Résidus de composants d'huiles essentielles dus à un traitement contre *Varroa*

Thymol: en Suisse, la valeur de tolérance pour le thymol contenu dans le miel est de 0,8 mg/kg. Après des traitements avec Apilife VAR en automne, on a mesuré au maximum 0,5 mg de thymol/kg dans le miel de printemps de l'année suivante [10]. Cependant, si du thymol s'évapore durant toute l'année dans des colonies d'abeilles (traitement de longue durée avec cadre à thymol), il peut arriver que la valeur de tolérance soit dépassée [11]. Pour cette raison, l'utilisation de thymol et de mélanges contenant du thymol devrait rester limitée à la période qui suit la récolte de miel, entre août et novembre.

Menthol et camphre: le menthol est avant tout utilisé contre les acariens des trachées. Les tests de laboratoire ont démontré que le menthol et le camphre sont efficaces contre *Varroa* [12]. Les seuils de détection sensoriels pour ces deux substances sont bien plus élevés que pour le thymol. Ceci représente une condition préalable avantageuse pour une utilisation thérapeutique dans les colonies d'abeilles. Toutefois, aucune étude scientifique concernant une application de menthol et de camphre dans la pratique n'a encore été publiée.

Résumé

On a déterminé, à l'aide d'analyses sensorielles, pour trois acides organiques et trois composants d'huiles essentielles les seuils de détection gustatifs dans le miel. Ils se situent dans les domaines de concentration suivants:

Acides organiques:

acide formique (150-600 mg/kg), acide oxalique (300-900 mg/kg), acide lactique (800-1600 mg/kg).

A noter que la saveur des miels avec moins d'arôme (miel d'acacias par exemple) supporte moins d'adjonction d'acides que les miels plus relevés (miel de miellat par exemple).

Composants d'huiles essentielles:

thymol (1,1-1,3 mg/kg), camphre (5-10 mg/kg), menthol (20-30 mg/kg).

Ces substances sont utilisées dans la lutte alternative contre *Varroa* dans les colonies d'abeilles et génèrent des résidus dans le miel. Les prescriptions de la législation sur les denrées alimentaires au plan national et international interdisent les additifs susceptibles de modifier le goût du miel. En d'autres termes, les résidus de ces substances doivent rester en dessous des seuils de détection. Dans la pratique, on devrait choisir uniquement des méthodes d'application qui garantissent le respect de cette exigence.

Traduction: M. Dubois

D'après :

Bogdanov S., Kilchenmann V., Fluri P, Bühler U., Lavanchy P (1998) Influence des acides organiques et des composants d'huiles essentielles sur le goût du miel. *Revue Suisse d'apiculture* 95 (9) 352-358.

Bibliographie

1. DIN Norm: Paarweise Unterschiedsprüfung, DIN 10 954, DK 543.92 (1977). Deutsches Institut für Normung
2. DIN Norm: Dreiecksprüfung, DIN 10 951, DK 543.92.05 (1977). Deutsches Institut für Normung
3. Capolongo F., Baggio A., Piro R., Schivo A., Mutinelli F., Sabatini A.G., Colombo R., Marcazzan G.L., Massi S., Nanetti A., (1996). Trattamento della varroasi con acido formico: accumulo nel miele e influenza sulle sue caratteristiche, *L'Ape nostra Amica*, 18, 4-11
4. Handbook of Sensory Physiology, Vol.4, Chemical Senses: Taste, (1971) ed. Lloyd Beidler, Springer Verlag, Berlin
5. Stoya W., Wachendörfer G., Kary I., Siebentritt P., Kaiser E. (1986). Ameisensäure als Therapeutikum gegen Varroatose und ihre Auswirkungen auf den Honig, *Deutsche Lebensmittel-Rundschau* 82, 217-221
6. Kary I. (1987). Untersuchungen zur Rückstandsproblematik in Bienenhonig im Rahmen der Varroatosebekämpfung, Dissertation, Justus-Liebig-Universität Giessen, Giessen, Deutschland
7. Mutinelli F., Baggio A., Capolongo F., Piro R., Prandin L., Biaisson L. (1997). A scientific note on oxalic acid by topical application for the control of varroosis. *Apidologie*, 28, 461-462
8. Tüshaus M (1993) Gaschromatographischer und sensorischer Thymolnachweis in Bienenhonig zur Beurteilung der Rückstandsproblematik bei der Varroabekämpfung mit ätherischen Ölen. Universität Hohenheim
9. Li M., Nelson D.L., Sporns P. (1993). Determination of menthol in honey by gas chromatography, *J. AOAC Internat.* 76, 1289-1295
10. Bogdanov S., Imdorf A. and Kilchenmann V. (1998). Residues in Wax and Honey after Apilife VAR Treatment, *Apidologie*, in print
11. Bogdanov S., Imdorf A., Kilchenmann V. und Fluri P. (1998). Résidus dans le miel dus à l'utilisation du cadre à thymol dans les colonies. *Revue Suisse d'apiculture*, 95 (6) 214-217
12. Imdorf A., Kilchenmann V, Bogdanov S., Bachofen B., Beretta C. (1995). Toxic effects of thymol, camphor, menthol and eucalyptol on *Varroa jacobsoni* Oud. and *Apis mellifera* L. in a laboratory test, *Apidologie*, 26 (1) 27-31