

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE DE BLIDA 1



**Faculté des sciences de la nature et de la vie
Département des Sciences Alimentaires
THESE DE DOCTORAT**

*Etude analytique des caractéristiques des miels Algériens en vue d'une mise en place d'une
démarche qualité*

En sécurité agro-alimentaire et assurance qualité

Par : Ouardia Kessi

Devant le jury composé de :

Mme. MEFTI KORTEBY H.	Maître de conférences A, Uni. Blida1	Présidente
Mme. AOUES K.	Maître de conférences A, Uni. Blida1	Examinatrice
Mme GUENDEZ R.	Maître de conférences A, ESSAIA	Examinatrice
M. MEGATLI S.	Professeur Uni. Blida 1	Directeur de thèse
Mme. MEKIOUS S.	Professeur Uni. Djelfa	Co-Directrice de thèse

09 NOVEMBRE 2024

Résumé

La qualité de 86 échantillons de miel a été évalué en se basant sur leurs propriétés palynologique et physicochimique, ainsi que sur leur composition en éléments minéraux de traces et métaux lourds. L'analyse pollinique qualitative a été conduite pour identifier l'origine botanique de ces miels. Les analyses physicochimiques ont concerné la teneur en eau (H), le 5-hydroxymethylfurfural (HMF), le pH, l'acidité libre (AL), la conductivité électrique (CE), la couleur et la composition en sucres (glucose, fructose et saccharose). L'analyse des minéraux et métaux lourds a concerné les éléments : Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, Ni, Pb, Cd et As.

Le spectre pollinique a montré une grande diversité en plantes mellifères, avec 327 taxons identifiés dans l'ensemble des miels analysés couvrant l'ensemble des régions. L'analyse pollinique a montré que la majeure partie des miels collectés sont des monofloraux (60 %). Les monofloraux les plus représentés sont les miels de citrus, d'eucalyptus, de ziziphus et d'*Alkanna sp* à un taux de 38 % à eux seuls.

L'analyse physicochimique a montré que la majorité des miels présentent une bonne maturité et de bonnes aptitudes à la conservation avec une couleur ambrée foncée. Globalement, les caractéristiques des miels analysés sont en conformité avec les recommandations du Codex Alimentarius et l'union Européenne.

Concernant les critères exigés dans une démarche qualité : teneur en eau et HMF, il s'avère que 86% de l'effectif ont une teneur en eau inférieure ou égale à 18% et 69% ont une teneur inférieure à 15mg/kg en HMF, soulevant ainsi l'intérêt et l'importance du respect des pratiques apicoles pour pouvoir être en conformité avec les exigences d'une approche qualitative.

L'analyse des éléments essentiels et métaux lourds indique que le miel Algérien n'est pas loin des miels européens et chinois en termes de qualité et de sécurité des aliments. Même au regard de la réglementation européenne, les taux de Pb et Cd sont inférieurs à la limite maximale.

Les résultats de l'ensemble des analyses montrent bien l'opportunité offerte aux apiculteurs de valoriser et protéger leur miel par différents moyens notamment par l'obtention d'un signe distinctif lié à une origine géographique ou à une qualité supérieure.

Mots clés : Miel, Algérie, mellissopalynologie, qualité, métaux lourds

Summary

The quality of 86 honey samples was evaluated based on their palynological and physicochemical properties, as well as their composition of trace elements and heavy metals. Qualitative pollen analysis was carried out to identify the botanical origin of these honeys. The physicochemical analyzes concerned the water content (H), 5-hydroxymethylfurfural (HMF), pH, free acidity (AL), electrical conductivity (EC), color and sugar composition (glucose, fructose and sucrose). The analysis of minerals and heavy metals focused on the following elements: Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, Ni, Pb, Cd and As.

The pollen spectrum demonstrated remarkable diversity in melliferous plants, with 327 taxa identified in all the honeys analyzed covering all studied regions. Pollen analysis showed that the majority of honeys collected are monoflorals (60%). The most represented monoflorals are citrus, eucalyptus, ziziphus and *Alkanna sp* honeys accounting for 38% of the total.

The physicochemical analysis demonstrated that the majority of honeys exhibited optimal maturity and conservation qualities, with a dark amber color. Overall, the characteristics of the honeys analyzed are in compliance with the recommendations of the Codex Alimentarius and the European Union.

Concerning the criteria required in a quality approach: water content and HMF, it turns out that 86% of the total samples have a water content less than or equal to 18% and 69% have a content less than 15 mg/kg in HMF. This result highlights the importance of respecting beekeeping practices to comply with the requirements of a quality approach.

The Analysis of essential elements and heavy metals shows that Algerian honey is of a high standard, comparable to European and Chinese honey in terms of quality and food safety. Furthermore, the levels of Pb and Cd are below the maximum limit set by European regulations.

The results of all the analyzes clearly show the opportunity offered to beekeepers to promote and protect their honey by various ways, particularly by obtaining a distinctive sign linked to a geographical origin or superior quality.

Keywords : Honey, Algeria, melissopalynology, quality, heavy metals

ملخص

تم تقييم جودة 86 عينة من العسل على أساس خصائصها الكيميائية وتكوينها من حبوب اللقاح، فضلاً عن تركيبها من العناصر المعدنية والمعادن الثقيلة. تم إجراء تحليل نوعي لحبوب اللقاح لتحديد الأصل النباتي للعسل. التحاليل الكيميائية المعنية هي: نسبة الرطوبة (H) ، 5-هيدرووكسي ميثيل فورفورال (HMF) ، درجة الحموضة (pH) والحموضة الحرة (LA) ، الناقلية الكهربائية (EC)، اللون والكاربوهيدرات (الجلوكوز والفركتوز والسكروز). كما تم تحليل المعادن النزرة والمعادن الثقيلة: الزنك، المنغنيز، الحديد، النحاس، الكروم، النيكل، الرصاص، الكاديوم، والأرسنيك.

أظهر تحليل حبوب اللقاح تنوعاً كبيراً في النباتات الرحيقية، حيث تم تحديد 327 صنفاً في جميع أنواع العسل التي تم تحليلها. كما أظهر أن معظم أنواع العسل التي تم جمعها كانت أحادية الزهرة (60%). وكانت أكثر النباتات الأحادية الزهرية تمثيلاً هي الحمضيات والأوكالبتوس والسدر وعسل *Alkanna sp* والتي شكلت معاً 38%.

التحليل الكيميائي أظهر أن معظم أنواع العسل كانت ناضجة بشكل جيد وذات صفات حفظ جيدة، مع لون كهربائي غامق. وبشكل عام، تتوافق خصائص العسل الذي تم تحليله مع معايير الجودة الأوروبية والدولية.

وفيما يتعلق بالمعايير المطلوبة لمقارنة الجودة: نسبة الرطوبة و محتوى HMF، فقد تبين أن 86% من العسل يحتوي على نسبة الرطوبة أقل من أو يساوي 18% و 69% يحتوي على محتوى HMF أقل من 15 ملجم/كجم، مما يبرز أهمية احترام ممارسات تربية النحل من أجل الامتثال لمتطلبات مقارنة الجودة.

أظهر تحليل العناصر الأساسية والمعادن الثقيلة أن العسل الجزائري ليس بعيداً عن العسل الأوروبي والصيني من حيث الجودة وسلامة الأغذية. حتى من حيث اللوائح الأوروبية، فإن مستويات الرصاص والكاديوم أقل من الحد الأقصى المقرر.

تُظهر نتائج جميع التحاليل بوضوح الفرصة المتاحة لمربي النحل للترويج لعسلهم وحمايته بوسائل مختلفة، لا سيما من خلال الحصول على علامة مميزة مرتبطة بالمنشأ الجغرافي أو الجودة الفائقة.

الكلمات المفتاحية: العسل، الجزائر، تحليل حبوب اللقاح ، الجودة، المعادن الثقيلة

Remerciements

Au terme de ce travail, il m'est agréable de témoigner ma profonde reconnaissance à toutes les personnes qui m'ont accompagné dans la réalisation de ce travail. Les nombreux appuis ne me permettent pas de les citer tous nominativement mais que chacun sache que j'ai été profondément sensible à son aide.

Cependant, je remercie en particulier le M. MEGATLI Smain, Professeur à l'Université Saad Dahleb/Blida 1 pour avoir dirigé cette thèse, pour ses précieux conseils et orientations, qu'il trouve ici mon entière gratitude.

Je remercie également Mme Mekious Scharazed, Professeur à l'université Ziane Achour/Djelfa, d'avoir accepté de co-diriger cette thèse, je la remercie pour sa précieuse contribution, son aide, ses orientations et ses conseils, qu'elle trouve ici aussi ma profonde reconnaissance et mon entière gratitude.

J'adresse mes sincères remerciements et reconnaissance à Mme. MEFTI KORTEBY H. MCA à l'université de Blida 1 pour la présidence du jury. Ma reconnaissance va également à Mme AOUES K. MCA à l'université de Blida 1 et à Mme GUENDEZ R. MCA à L'ESSAIA d'avoir accepté d'examiner ce travail. C'est un honneur pour moi de vous avoir dans le jury. Vos remarques et suggestions ne feront qu'améliorer la qualité du manuscrit.

Je remercie également Mme Houdeib Jinane (Dr vétérinaire et responsable du laboratoire central d'analyse à l'ITELV) ainsi que le directeur de l'ITELV de m'avoir donné l'opportunité de réaliser mes analyses au sein de l'institut et de m'avoir aidé à leur réalisation.

Mes remerciements s'adressent aussi à M. Aouadi Abdellah docteur à l'université d'El Taref (Chedli Benjedid) pour sa collaboration et sa précieuse aide.

J'exprime aussi ma profonde gratitude aux apiculteurs qui ont contribué à la fourniture des échantillons de miel.

Je remercie mes neveux Kessi Rafik et Kessi Lamia et leurs amis qui m'ont aussi aidé à la réalisation de ce travail.

Mes remerciements s'adressent aussi à Mme Benaziza-Bouchama de l'école ENS de Kouba de m'avoir donné l'opportunité de réaliser une partie des analyses dans leur laboratoire.

Je remercie tous les membres de ma famille, pour leur soutien, patience et encouragement tout au long de la réalisation de ce travail. Ma gratitude s'adresse particulièrement à ma chère mère que dieu la protège, à mes sœurs, mes frères et leurs enfants.

J'adresse mes remerciements à toute personne qui m'a aidé, soutenu, orienté et conseillé de près ou de loin, je n'oublierais jamais leur précieuse aide.

Table des matières

Introduction	1
Généralités sur le miel	5
1.1. L'apiculture dans le monde.....	6
1.2. L'apiculture en Algérie.....	7
1.3. Le miel :.....	8
1.3.1. Définition du miel	8
1.3.2. Elaboration du miel	8
1.3.3. Composition du miel	9
1.3.4. Effets physiologiques et vertus thérapeutiques du miel	13
1.3.5. Variabilité des miels	15
1.4. Méthodes d'authentification des miels et critères de qualité.....	16
1.4.1. Analyse physicochimique	16
1.4.2. L'analyse pollinique	23
1.4.3. L'analyse organoleptique.....	28
1.5. Normes internationales et mentions de valorisation des miels de qualité	30
Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel	34
2.1. Contaminations liées aux pratiques apicoles :	35
2.1.1 Les acaricides.....	35
2.1.2 Antibiotiques.....	36
2.1.3 Autres contaminations liées aux pratiques apicoles.....	37
2.2 Contamination liée à l'environnement :	37
2.2.1 Pesticides	37
2.2.2 Résidus de métaux lourds	39
Matériel et méthodes	43
3.1 Echantillonnage.....	44
3.2. Analyse melissopalynologique qualitative	45
3.2.1 Objectif	45
3.2.2 Préparation des échantillons	45
3.2.3 Identification et dénombrement	46
3.3 Analyse physicochimique	46
3.3.1 Teneur en eau	46
3.3.2 HMF	46

3.3.3	pH et Acidité libre	47
3.3.4	La conductivité électrique.....	47
3.3.5	La couleur	47
3.3.6	Spectre des sucres.....	47
3.4	Détermination des éléments traces et métaux lourds	47
3.4.1	Préparation des échantillons : Procédure de digestion	48
3.4.2	Analyse des échantillons par ICP-MS.....	48
3.5	Analyse statistique.....	48
Résultats et discussion		51
4.1	Analyse melissopalynologique qualitative	52
4.1.1	Fréquence de distribution	52
4.1.2	Fréquence des pollens dans les miels	62
4.2	Analyse physicochimique	78
4.3	Détermination des éléments traces et métaux lourds	89
4.3.1	Détermination des éléments traces	89
4.3.2	Détermination des métaux lourds.....	92
4.4	Analyse multifactorielle (MFA).....	95
Conclusion		98
Bibliographie		102
Annexe		116
Article		126

Liste des figures

Figure 1: Eléments figurés dans le miel (Schweitzer, 2012)	13
Figure 2: Formation de la molécule d'HMF	20
Figure 3: Séparation de phase et apparition de deux couches Schweitzer (2012)	22
Figure 4: Roue des arômes des miels (Piana et al., 2004)	29
Figure 5: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Nord/Centre (* : espèces non nectarifères).....	53
Figure 6: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Nord/Est (* : espèces non nectarifères)	55
Figure 7: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Nord/Ouest (* : espèces non nectarifères)	57
Figure 8: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Sud/Steppe (* : espèces non nectarifères)	59
Figure 9: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Sud/Sahara (* : espèces non nectarifères)	61
Figure 10 : Statistiques descriptives (H, pH, AL, CE, Couleur) des échantillons de miels étudiés (histogrammes des fréquences par classe).	85
Figure 11: Statistiques descriptives (profil glucidique) des échantillons de miels étudiés (histogrammes des fréquences par classe).	86
Figure 12 : Cercle de corrélation des différentes variables	95
Figure 13 : Graphe des individus (échantillons de miel) représentés par région	96
Figure 14: Graphe des individus (échantillons de miel) représentés par origine florale	97
Figure 15: Cluster hiérarchique sur les composantes principales (HCPC)	97

Liste des tableaux

Tableau 1 : Production mondiale en miel par pays (en 1000 tonnes) (EC, 2023)	6
Tableau 2: Consommation journalière du miel en g par habitant (FAO, 2020)	7
Tableau 3: Effet de l'humidité relative sur la teneur en eau dans le miel (Schweitzer, 2012) ..	9
Tableau 4: Correspondance des couleurs du miel aux valeurs de Pfund (Schweitzer, 2001) ..	17
Tableau 5: Relation entre teneur en eau du miel et le développement des moisissures et le risque de fermentation (Schweitzer, 2001a)	18
Tableau 6: Normes du codex pour le miel et de l'union Européenne (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002)	18
Tableau 7: Temps nécessaire pour atteindre 40 mg/kg d'HMF dans le miel (Gonnet, 1993) ..	20
Tableau 8: Régions, wilayas et nombre d'échantillons de miel collectés	44
Tableau 9: Les conditions d'ICP-MS	48
Tableau 10: Valeurs des indices de Kaiser-Meyer-Olkin (KMO) pour l'analyse MFA	49
Tableau 11 : Fréquence de distribution du pollen Nord /Centre	52
Tableau 12: Fréquence de distribution des taxons dans la région Nord /Est	54
Tableau 13: Fréquence de distribution des taxons dans la Nord /Ouest	56
Tableau 14: Fréquence de distribution Sud/Steppe	58
Tableau 15: Fréquence de distribution Sud/Steppe	60
Tableau 16: Fréquence de distribution des taxons par région	62
Tableau 17: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Centre (pollen prédominants et secondaires)	63
Tableau 18: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Centre (pollens isolés important et isolés rares)	65
Tableau 19: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Est (pollens prédominants et secondaires)	69
Tableau 20: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Est (pollens isolés importants et isolés rares)	70
Tableau 21: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Ouest (pollens prédominants et secondaires)	71
Tableau 22: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Ouest (pollens isolés importants et isolés rares)	72
Tableau 23: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Steppe (pollen prédominants et secondaires)	73
Tableau 24: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Steppe (pollens isolés importants et isolés rares)	74
Tableau 25 : Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Sahara (pollens prédominants et secondaires)	75
Tableau 26 : Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Sahara (pollens isolés importants et isolés rares)	76
Tableau 27 : Résultats des analyses physicochimiques par origine florale	80
Tableau 28 : Résultats des analyses physicochimiques par région	82
Tableau 29: Résultats des analyses des éléments traces et métaux lourds par origine florale	90
Tableau 30: Résultats des analyses des éléments traces et métaux lourds par région	92

Liste des Annexes

Annexe I: Table de Chataway (Table de correspondance IR – teneur en eau)	117
Annexe II : Chromatogrammes des sucres standards.....	118
Annexe III: Données des temps de rétention, Aire de pic et concentration des sucres standards (tableau) et formule de calcul des pourcentages des sucres	119
Annexe IV : : Courbes d'étalonnage des éléments minéraux et métaux lourds.....	120
Annexe V: Pollens non identifiés classés en inconnus	122
Annexe VI : Représentation en box plots des paramètres de caractérisation des miels étudiés représentés par origine florale	123
Annexe VII: Résultat analyse ANOVA pour region.....	124
Annexe VIII: Résultat analyse Kruskal-Wallis pour région.....	125

Liste des abréviations

AFSSA : Agence Française de la Sécurité Sanitaire des Aliments
AB : Agriculture biologique
ACP : Principal component analysis (analyse en composante principale- ACP)
AL : Acidité Libre
AMM : Autorisation de mise sur le marché
AOC : Appellation d'origine contrôlée
AOP : appellation d'origine protégée
BNEDER : Bureau National d'Etudes pour le Développement Rural
Bq/kg : Becquerel par kilo
CARI : Centre Apicole de Recherche et d'Information (association belge)
CE : Conductivité électrique
CEI : Convention Internationale de l'Eclairage.
CEI L**Cab**h°ab : L'espace des couleurs L*c*h* de la Commission International de l'Eclairage
CPD : Charge particle detector
CPG : Chromatographie en Phase Gaz
DA : Dinar algérien.
DAD : Diode array detector
ECD : Electron capture detector
ELISA : Enzyme Linked Immuno Sorbent Assay
ETAAS : Electrothermal atomic absorption spectrometry (spectrométrie d'absorption atomique électrothermique)
FAAS : Flame atomic absorption spectrometry (spectrométrie d'absorption atomique à flamme)
FAES : Flame atomic emission spectrometry (spectrométrie d'émission atomique à flamme)
FAO : Food and Agriculture Organisation (United Nations).
FID : Flamme ionisation detection
g/j/personne : gramme/jour/personne
ha : hectares
HAPs : Hydrocarbures aromatiques polycycliques
HMF : Hydroxyméthylfurfural
HNO₃ : Acide nitrique
H₂O₂ : Peroxyde d'Hydrogène
HPAEC-PAD: High Performance Anion Exchange chromatography-Pulsed Amperometric Detection.
HPLC: High performance liquid chromatography
ICP-AES : Inductively coupled plasma -Atomic emission spectrometry (spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif)
ICP-MS : Inductively coupled plasma-Mass spectrometry (La spectrométrie de masse à plasma inductif)
ID : Indice diastasique
IGP : Indication géographique protégé

IG : Indication géographique
IHC : International Honey Commission
INAO : Institut national des appellations d'origine
IR : Indice de réfraction
IS : Indice de saccharase
JMPR : Joint FAO/OMS committee for pesticides residues (comité mixte FAO/OMS pour les résidus de pesticides)
JORA : Journal officiel de la république algérienne
LAQ : Label agricole de qualité
LMR : Limite maximale de résidus
LOD : Limite de détection
LOQ : Limite de quantification
LR : Label rouge
MADR : Ministère de l'agriculture et du développement rural
mg/kg : milligramme/kilogramme
MS : Masse spectrometry
Mt : Million de tonne
NPD : Nitrogen-phosphorus detector
OMS : Organisation mondiale de la Santé
PC : Principal component
PLS : Partial least squares
Raman-TF : Raman à transformée de Fourier.
1H RMN : Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire du proton
SD : Standard deviation (Ecart type)
STG : Spécialité traditionnelle garantie
TF : Toutes fleurs
tr/mn : Tours/minute
UE : Union Européenne
VR : Valeur de référence

Introduction

Introduction :

Le miel est la substance sucrée produite par les abeilles mellifères à partir du nectar et autres matières sucrées (miellat) (Codex Alimentarius, 1981, 2001);. C'est un composé biologique très complexe et d'une très grande diversité ce qui lui confère une multitude de propriétés aussi bien sur le plan nutritionnel que thérapeutique.

Le miel est une solution sursaturée en sucre présentant des teneurs de 80 à 85% comparées à la teneur en eau qui se situe entre 15 et 20%. Le 1% restant de la composition chimique du miel représente les enzymes, les acides aminés, les acides organiques et un grand nombre de sels minéraux et oligo-éléments en différentes concentrations (De Andrade et al., 2014).

Le miel est célèbre pour son gout, sa saveur ainsi que ses valeurs nutritives et son potentiel thérapeutique considérable. Grâce à sa composition en sucre (pression osmotique) et à son pH, le miel a un effet antibactérien, antifongique, antiviral et antiparasitaire (Bilandžić et al., 2011). L'effet cicatrisant est aussi reconnu au miel grâce à l'enzyme gluco-oxydase qui permet la formation de peroxyde d'hydrogène, cette molécule joue un rôle très important dans le processus de cicatrisation des plaies (Küçük et al., 2007). Un autre effet reconnu aussi pour le miel est l'effet anti mutagène et antitumoral. Toutes ces vertus thérapeutiques ont donné au miel une place notable chez le consommateur Algérien qui le considère même comme un alicament.

Cependant, les pratiques apicoles modernes, l'emploi de médicaments vétérinaires et les traitements phytosanitaires employés en agriculture — dont la liste complète des substances actives utilisées à l'échelle mondiale est très étendue — ont entraîné une contamination du miel, suscitant ainsi de vifs débats sur la présence de résidus et leurs effets potentiels sur la santé humaine.

L'apiculteur peut ; de 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. Vient s'ajouter à tout cela la contamination du miel par des substances et des métaux lourds provenant de l'environnement, tel que le diphényle polychloré, le plomb, l'arsenic, le cadmium, etc.... (Bogdanov, 2006)

Les miels produits en Algérie jouissent d'une bonne réputation, mais les pratiques apicoles, l'utilisation de traitements phytosanitaires et de médicaments vétérinaires affectent leur image. En effet, ces miels peuvent contenir des résidus dont les concentrations dépassent les limites maximales autorisées par la réglementation algérienne ou internationale. Ainsi, le consommateur algérien se trouve dans une situation délicate, ne sachant pas comment choisir

un miel de qualité ni où se le procurer pour garantir sa valeur nutritive, organoleptique, ainsi que sa conformité aux normes sanitaires et hygiéniques.

Actuellement, l'Algérie observe une diversification dans les variétés de miel, des variétés qui peuvent aller jusqu'à 13 types, à citer à titre d'exemple : miels d'agrumes, d'eucalyptus, de jujubier, de carotte sauvage, d'euphorbe, de thym, de harmel, de toutes fleurs. De nouveaux miels sont aujourd'hui produits avec de nouvelles appellations tel que miel de roquette, de sar, de romarin. Des appellations aussi liées ; soit à l'origine géographique tel que miel de montagnes, de forêt, d'Idough (Wilaya de Annaba), de Chechar (wilaya de khenchla) ; soit à une caractéristique typique attribuée au miel tel que le miel amer ; sont aussi utilisées dans la commercialisation du miel.

A échelle nationale et depuis quelques années, l'Algérie s'est dotée d'un système de renforcement de la qualité des produits agricoles, encadré juridiquement, d'un côté pour valoriser la qualité des produits agricoles et d'un autre côté pour protéger le consommateur contre l'usurpation. Le décret n° 13-260 du 7 juillet 2013 fixe le système de qualité des produits agricoles ou d'origine agricole (JORA, 2013). Pour le produit miel et à ce jour, il ne s'est pas encore traduit par l'enregistrement d'un signe de qualité particulier. Cette situation est probablement due ; d'une part à l'absence d'une réglementation claire spécifique aux miels Algériens et d'autre part, à la lourdeur de la démarche qualité qui nécessite de réunir les apiculteurs autour d'une démarche et les ramener à adopter une politique adéquate basée sur le choix collectif d'une marque convenable à l'ensemble des apiculteurs adhérant.

Pour une approche participative à la valorisation de certains miels Algériens, nous nous sommes intéressés à réaliser une étude analytique multidisciplinaire (physico-chimiques, pollinique, détermination d'éléments traces et de métaux lourds) des miels produits en Algérie pour la mise en œuvre d'une démarche qualité.

Dans ce contexte, l'objectif de cette étude est de fournir une analyse approfondie et multidisciplinaire des miels produits en Algérie, en prenant en compte non seulement leurs caractéristiques physico-chimiques et polliniques, mais aussi la présence d'éléments traces et de métaux lourds. Cette approche globale vise à renforcer la connaissance des spécificités des miels algériens, tout en fournissant des données fiables et scientifiquement validées qui pourront servir de base à l'élaboration de normes de qualité adaptées au contexte local.

En effet, les résultats de cette étude joueront un rôle crucial dans la construction d'un cadre de référence pour la qualité du miel en Algérie, en permettant de mieux comprendre les facteurs influençant la production, la composition et la sécurité des miels. Ils permettront ainsi

aux apiculteurs et aux acteurs de la filière de disposer d'un outil de suivi et d'évaluation de la qualité du produit à chaque étape de la chaîne de production. Cette approche analytique constitue un préalable essentiel à l'instauration d'une démarche qualité nationale, qui pourrait être formalisée par l'adoption de labels ou d'appellations d'origine contrôlée, renforçant ainsi la compétitivité des miels algériens sur le marché intérieur et international.

Au-delà de la simple valorisation du produit, cette étude contribuera également à une prise de conscience collective parmi les apiculteurs algériens quant à l'importance de l'harmonisation des pratiques apicoles et de la conformité aux normes de sécurité sanitaire. L'objectif final étant d'inciter à promouvoir une démarche collaborative qui fédère les producteurs autour de valeurs communes, telles que la traçabilité, la qualité et la transparence, tout en mettant l'accent sur la préservation de l'environnement et la santé publique.

De plus, à travers l'identification des contaminations potentielles par des métaux lourds, cette étude permettra d'orienter les efforts vers une gestion plus rigoureuse des pratiques apicoles, tout en sensibilisant les apiculteurs aux risques sanitaires associés à la contamination. En assurant la sécurité du produit, on favorisera la confiance des consommateurs et l'acceptation des miels algériens dans les circuits commerciaux à plus grande échelle, notamment à l'international.

Enfin, cette étude participera également à une réflexion plus large sur l'avenir du secteur apicole en Algérie. Elle incitera à la mise en place de politiques publiques et de mécanismes de soutien pour les producteurs, dans le but de renforcer leur compétitivité tout en préservant les spécificités régionales et les savoir-faire traditionnels. En ce sens, elle constitue un véritable levier pour une transition vers une apiculture moderne, durable et respectueuse des normes internationales de qualité et de sécurité alimentaire.

Chapitre I

Généralités sur le miel

1.1. L'apiculture dans le monde

Jusqu'à 2021, la production mondiale du miel a été estimée à presque 1,8 Mt (million de tonnes). Avec 27% de la production mondiale, la Chine est considérée le pays le plus grand producteur et exportateur du miel pour un volume de production de 473 000 t/an en 2021. (EC, 2023). L'union européenne (avec ses 27 membres) occupe la deuxième place avec 286 000 tonnes soit 13% du volume de la production mondiale (voir tableau 1) (EC, 2023). L'Allemagne et le Japon sont par contre les premiers importateurs (Badren, 2016).

Tableau 1 : Production mondiale en miel par pays (en 1000 tonnes) (EC, 2023)

Pays	Production 2020	Production 2021	Part de production mondiale
Chine	458	473	27%
Union Européenne	230	228	13%
Turquie	104	96	5%
Iran	74	77	4%
Argentine	72	71	4%
Ukraine	68	69	4%
Inde	65	66	4%
Russie	66	65	4%
Mexique	54	62	4%
Etats unis d'Amérique	67	57	3%
Brazil	52	56	3%
Canada	38	41	2%
Tanzanie	31	32	2%
Corée	30	30	2%
Angola	23	23	1%
Viet Nam	21	22	1%
Nouvelle Zélande	27	21	1%
Kenya	18	17	1%
République centre Africaine	17	17	1%
Uz Pakistan	13	14	1%
Ethiopie	13	13	1%
Uruguay	14	13	1%
Thaïlande	12	12	1%
Autre	197	198	11%
Total	1 766	1 772	

La production mondiale est fluctuante et passe par des hauts et des bas en raison de pas mal de facteurs, dont les plus importants sont : le changement climatique, la désertification qui influence sur les plantes mellifères et l'utilisation de pesticides qui cause la mortalité des abeilles.

La consommation du miel varie d'un continent à un autre et selon la culture de consommation d'un pays à un autre et bien que l'Italie soit le pays le plus producteur des variétés de miel avec plus de 30 types, le pays le plus consommateur ; selon la FAO (2020) ; est la république centre-africaine avec 9,62 g/j/personne (voir tableau 2). Or, la consommation

journalière recommandée par le Codex alimentarius est passée de 20 à 50 g/j/personne. Ceci dit, la consommation du miel demeure toujours inférieure à la prise journalière recommandée (Codex Alimentarius, 2010).

Tableau 2: Consommation journalière du miel en g par habitant (FAO, 2020)

Pays	Consommation	Pays	Consommation
République centre africaine	9,62	Autriche	3,62
Nouvelle Zélande	5,55	Turquie	3,33
Slovénie	4,4	Ukraine	3,15
Grèce	4,24	Slovaquie	3,02
Suisse	3,87	Monténégro	3,01

1.2. L’apiculture en Algérie

Selon une étude menée par le BNEDER en 2005, la superficie mellifère Algérienne est estimée à 471 184 ha. L’apiculture en Algérie se pratique dans différentes régions réparties comme suit :

- Zone de littorale y compris la Mitidja produisant plus les miels d’agrumes et d’eucalyptus ;
- Zone des maquis et forêts produisant des miels de toutes fleurs et miellat ;
- Zone de montagne telle que la Kabylie, le massif d’Idough, les montagnes de Jijel produisant des miels toutes fleurs, lavande, carotte sauvage, arbousier et bruyère ;
- Zone des hauts plateaux produisant des miels de sainfoin, romarin, jujubier et euphorbe. (Oudjet, 2012)

Les forêts et les maquis sont les prédominants. Les prairies naturelles et les vergers d’agrumes sont les zones les plus productrices de miel. Cependant, cette superficie s’est vue réduite par causes de déforestation, incendies, désertification, etc... Et bien que le rendement par ruche soit passé de 6 à 8 kg en 2000 à 8 et 10 kg en 2019 (Behidj et al., 2019), il demeure toujours faible comparativement au rendement optimal qui est estimé entre 10 et 15 kg par ruche si les conditions de production soient fournies tel qu’un bon entretien du rucher et une superficie mellifère adéquate au nombre de ruches installées.

L’Algérie comptait environ 18 696 apiculteurs en 2015 (Behidj et al., 2019), le cheptel apicole est passé de 36 000 colonies en 2000 à 1,3 million de colonies en 2016 (MADR, 2016). Avec tous ce potentiel, l’Algérie est loin d’être un grand pays producteur de miel. Les données recensées par le MADR (2019), montrent une fluctuation dans la production nationale du miel. Cette fluctuation est caractérisée par une période de production irrégulière entre 1990 et 2000 (avec une moyenne de 1 700 t/an) et une production presque constante entre 2001 et 2020 moyennant 277 t/an avec un volume de production estimé à 5376 tonnes en 2020 (FAO, 2021). Ce volume de production reste faible et ne peut couvrir les besoins de consommation nationale en miel. A cet effet, l’Algérie importe en moyenne 150 000 tonnes de miel par an, provenant généralement de la Chine, de la Turquie, de l’Arabie Saoudite, de l’Inde et des Etats-Unis (Bourkache & Perret, 2014).

La consommation moyenne de miel est estimée entre 200 à 300 grammes/an par habitant. Ces valeurs sont nettement inférieures à celles des pays européens à l’exemple de la France et de l’Allemagne pour lesquelles la consommation annuelle par habitant est estimée à 600 et 1500 grammes respectivement (Behidj et al., 2019; Bourkache & Perret, 2014).

Ce fait revient à plusieurs raisons dont les plus importantes sont la culture Algérienne en consommation du miel qui est considéré comme un alicament, le miel est généralement consommé en traitement de certaines maladies (grippe, toux, ...). Le prix de vente du miel aussi influence le ratio de consommation. Celui-ci est en hausse continue et varie de 3000 à 5000 DA selon le type de miel produit. Il faut dire que le marché local du miel n'est pas assez organisé, les circuits informels prédominent dans la commercialisation du miel et le consommateur Algérien préfère l'achat direct de chez l'apiculteur par manque de confiance en circuits formels.

1.3. Le miel :

1.3.1. Définition du miel

Le miel est sujet à différentes définitions régies par une réglementation selon chaque pays. Selon le (Codex Alimentarius, 2001) et la directive Européenne 2001/110/CE (Council Directive, 2002) du Conseil Européen le miel est défini en tant que substance naturelle sucrée produite par les abeilles *Apis Mellifera* à partir du nectar des plantes ou à partir des sécrétions provenant de parties vivantes de plantes ou à partir d'excrétions d'insectes laissées sur les parties vivantes de plantes, que les abeilles butinent, transforment en les combinant avec des substances spécifiques qu'elles sécrètent elles-mêmes, déposent, déshydratent, emmagasinent et laissent affiner et mûrir dans les rayons de la ruche.

Cette réglementation vise à protéger le consommateur contre les pratiques frauduleuses, notamment en sa composition chimique.

Afin de garder le caractère naturel initial du miel et éviter le changement de sa composition, la directive Européenne a limité toute intervention humaine dans ce sens. Que ce soit par ajout d'ingrédients alimentaires à l'exemple des additifs ou par extraction de composants du miel tel que le pollen, à l'exception d'une élimination inévitable en cas d'extraction de matières étrangères. (Codex Alimentarius 2001)

1.3.2. Elaboration du miel

L'élaboration du miel s'effectue en deux phases : la première nommée active dans laquelle l'abeille commence un travail initial dès l'absorption du nectar ou du miellat avant même son retour à la ruche. A cette étape, un mélange entre la matière brute et les enzymes salivaires s'effectue débutant ainsi les premières modifications. Une fois rentrée à la ruche d'autres modifications sont observées pour lesquelles les abeilles réalisent des opérations de dégorgeement et de réabsorptions successives des gouttelettes de miel tout en l'enrichissant en d'autres enzymes provenant des glandes de pharynx. (Gonnet, 1986; Guerrini et al., 2009). Ces modifications prennent entre 15 et 20 minutes pour donner un miel ayant un taux de matière sèche d'environ 60% et enrichis en composés ajoutés par l'abeille. (Jeanne, 1983).

La deuxième phase appelée passive consiste en une évaporation de l'eau du miel après dépôt dans les alvéoles. Ainsi, la solution de miel va se concentrer sous l'effet de plusieurs facteurs, d'abord la température de la ruche (située entre 36 et 37°C), ensuite par le mouvement de ventilation des ailes d'abeilles ventiluses, par l'humidité relative de l'air ambiant et par le temps qui peut aller de 1 à 3 jours en moyenne. En fin de cette phase le miel devient mûr ayant une teneur en eau de moins de 20%. Les abeilles operculent les alvéoles avec de la cire fraîchement sécrétée (Antinelli et al., 2001; Kerkvliet et al., 1995). Une fois operculé le miel est physiquement mature et concentré. Cependant des équilibres des différents composés s'établissent notamment pour les sucres en formant plus de fructose et de glucose et ainsi que de nouveaux oligosaccharides (Bogdanov, 1995)

1.3.3. Composition du miel

Selon Bogdanov et al. (2004) le miel est considéré une substance ayant une composition complexe et variable selon son origine géographique et botanique. Chimiquement le miel est composé de divers sucres, essentiellement du fructose et du glucose (70-88 %), d'eau (16-20 %) et environ de 2 % de composés mineurs qui confèrent au miel ses caractéristiques organoleptiques. Cette fraction mineure comprend les protéines, les acides aminés et organiques, les flavonoïdes, les minéraux, les pigments et les éléments figurés (grains de pollen, spores diverses, levures) et des substances volatiles aromatiques, etc.

- **La teneur en eau**

L'humidité du miel est un critère important pour évaluer sa qualité, cette dernière est en lien étroit avec les caractéristiques physique, rhéologique et chimique du miel (Antinelli et al., 2001). En effet, le miel avec sa caractéristique réactionnelle se transforme (par cristallisation), ou fermente selon sa teneur en eau.

Le nectar est la source principale de l'eau dans le miel, (Gonnet, 1993). La teneur en eau dans le miel varie en fonction de plusieurs facteurs (l'origine florale du miel, la saison et la technique de récolte, l'emplacement du rucher, l'intensité de la miellée et la force des colonies d'abeilles (CE, 2007; Guerrini et al., 2009). Le miel est une solution hygroscopique qui lorsqu'elle est exposée à l'air ambiant réagit selon son humidité relative. Un équilibre hydrique s'établit donc entre l'humidité du miel et celle de l'atmosphère. A partir de 60 % d'humidité relative, l'équilibre humidité du miel/humidité atmosphérique montre que la teneur en eau du miel ne peut pas descendre en dessous de 18 % et ce quoi que fassent les abeilles (voir tableau 3). C'est ce qui explique la teneur en eau élevée des miels produits en zone tropicale et leur tendance à fermenter (Schweitzer, 2012).

Tableau 3: Effet de l'humidité relative sur la teneur en eau dans le miel (Schweitzer, 2012)

Humidité relative de l'air (en %)	Teneur en eau du miel à l'équilibre
50	15.9 %
55	16.8 %
60	18.3 %
65	20.9 %
70	24.2 %
75	28.8 %
80	33.1 %

- **Hydrates de carbones (sucres)**

L'origine botanique des miels influe beaucoup sur leur composition en glucides. Ces derniers forment la fraction la plus importante du miel, car ils représentent à eux seuls 79 % du poids humide et 95 à 98 % de la matière sèche du miel (Antinelli et al., 2001; Guerrini et al., 2009). En moyenne 84% de monosaccharides sont présents dans le miel, avec 38% du fructose et 31% du glucose. Le saccharose et le maltose sont les disaccharides les plus importants avec

des valeurs de 1.3 et 7.3 % respectivement. Antinelli et al. (2001) ont présenté des intervalles pour le fructose allant de 25 à 45 %, pour le glucose de 25 à 37 %, pour le maltose de 2 à 12 %, pour le saccharose de 0,5 à 3 % et pour les autres oligosaccharides de 0,1 à 8 %.

Le fructose est le sucre prédominant dans la majorité des miels. Cependant certains miels peuvent avoir des teneurs en glucose plus élevées qu'en fructose, à l'exemple des miels de colza ou de pissenlit (Alvarez-Suarez et al., 2010). La prédominance du fructose dans les miels est due essentiellement à des enzymes telles que la gluco-invertase et la glucose-oxydase. La première intervient pendant la formation du miel, elle agit en scindant le saccharose en ses deux molécules compositrices le glucose et le fructose qui s'ajoutent aux sucres simples présents dans le nectar contenant préalablement du fructose en proportions élevées. La deuxième enzyme agit au niveau du stade de maturation du miel. A ce stade, le miel est encore humide et le risque de fermentation y est toujours. La glucose-oxydase dégrade le glucose pour donner du peroxyde d'hydrogène qui agit comme un antibactérien et de l'acide gluconique. Cette dégradation contribue à la diminution du taux de glucose dans le miel. Généralement les miels qui contiennent du glucose plus que le fructose cristallisent rapidement.

Des polysaccharides sont aussi présents dans le miel tels que l'isomaltose, le nigérose, le mélizitose, l'érlose, le raffinose, le turanose, le tréhalose, leurs teneurs ne dépassent pas 2% (Donnadieu, 1984) Certains de ces polysaccharides sont présents dans le miel mais pas dans le nectar. Ce sont soit les enzymes des pucerons soit les invertases telle que l'alpha-glucosidase ; produites par les glandes salivaires et hypo pharyngiennes des abeilles ; qui les synthétisent. (Alvarez-Suarez et al., 2010; Clément, 2011; Jerković, 2009) Ces réactions enzymatiques contribuent aussi à la modification des proportions du glucose et du fructose dans le miel (Jerković et al., 2009a)

Les (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002) (voir tableau 6) ont établi une norme pour le miel dans laquelle il est indiqué que la somme des concentrations du glucose et du fructose devrait être au minimum 60% pour les miels de nectars et 40% pour les miels de miellat ou de mélanges nectar miellat (Jerković et al., 2009b). Dans cette même norme la teneur du saccharose devrait être inférieur à 5% pour les miels de qualité, (Bogdanov et al., 1997c; Cotte et al., 2004), à l'exception de certains miels à savoir les miels d'acacia, de luzerne, de lavande, d'eucalyptus, d'hédysarum, d'agrumes, de banksie et de bourrache (Jerković et al., 2009b) qui peuvent contenir jusqu'à 10% de saccharose.

- **Protéines, acides aminés et enzymes**

Les constituants azotés du miel (protéines, acides aminés, et enzymes) représentent en moyenne 0,04 à 0,3% de sa composition. Leur source diffère entre le nectar, le pollen, les microorganismes ou l'abeille (Anklam, 1998; Louveaux, 1980). La fraction protéique la plus importante dans les miels est représentée par les enzymes qui proviennent principalement des sécrétions salivaires de l'abeille et qui les introduit lors de la transformation du nectar en miel dans son jabot (Marshall & Williams, 1987). Parmi ces enzymes, les plus importantes sont les amylases (α et β), les invertases (α et β glucosidase), la glucose oxydase et la catalase.

Le miel contient 19 acides aminés libres, leur présence est variable selon les types de miel. Parmi ces acides nous retrouvons neufs essentiels (le tryptophane, la lysine, la méthionine, la phénylalanine, la thréonine, la valine, la leucine, l'isoleucine et l'histidine) en plus de ces acides aminés essentiels, nous trouvons aussi la glycine, la serine, l'acide aspartique, la tyrosine, l'arginine, la cystéine, l'alanine, l'acide glutamique et la proline qui est une constante du miel (Anklam, 1998; Darmaun, 1998).

L'étude du profil protéique et des acides aminés pourrait renseigner sur les flores butinées par les abeilles et donc sur l'origine botanique et géographique des miels (Alvarez-Suarez et al., 2010; Anklam, 1998; Hermosín et al., 2003; Kečkeš et al., 2013). A titre d'exemple les miels de nectar peuvent être différenciés des miels de miellat par dosage de leurs concentrations en proline, en asparagine, en glutamine et en phénylalanine (Pérez et al., 2007). Les tentatives de fraudes et d'adultération et les opérations de chauffage effectuées sur le miel peuvent être détectées aussi par étude de la matière azotée du miel (Bogdanov, 2009b). Selon la réglementation un miel contenant moins de 183 mg de proline/kg de miel est considéré non conforme en raison de son adultération par un ajout de sirops de sucres (Anklam, 1998; Jeanne, 1983; Meda et al., 2005).

- **Vitamines et minéraux**

Le miel est pauvre en vitamines et minéraux comparativement au pollen ou à d'autres aliments (Gonnet, 1993). Cette pauvreté vient du fait que les nectars et les miellats en contiennent déjà très peu. Les vitamines identifiées dans le miel sont toutes hydrosolubles, parmi lesquelles nous retrouvons la vitamine C qui est la plus importante avec une teneur allant de 0 à 30 ppm. Les autres vitamines détectées sont du groupe B, particulièrement la B1, B2 et B9.

La fraction minérale dans le miel est de l'ordre de 0.04 à 0.2%. Environ 80% de cette fraction est représentée par le potassium (K) (Antinelli et al., 2001; Bogdanov et al., 2007; Silva et al., 2009; Vanhanen et al., 2011). Le Calcium (Ca), le Sodium (Na), le Magnésium (Mg) et le Phosphore (P) sont présents à de moindres teneurs. Le Fer, le Cuivre, le Zinc et le Manganèse sont les oligo-éléments les plus représentés. (Lachman et al., 2007). D'autres minéraux peuvent aussi être présents dans le miel sous forme de trace, Bogdanov et al. (2008) mentionnent qu'il y a plus de 20 éléments dans le miel tels que l'Aluminium (Al), le Lithium (Li), le Barium (Ba), le Molybden (Mo), le Bore (B), le Nickel (Ni), le Brome (Br), le Rubidium (Rb), le Silicium (Si), le Chlore (Cl), le Strontium (Sr), le Cobalt (Co), le Soufre (S), le Fluore (F), le Vanadium (V), le Zirconium et l'Iode (I), l'Arsenic (As), le plomb (Pb) et le Cadmium (Cd). En général, les minéraux sont considérés comme indicateurs d'origine botanique ou géographique ; à l'exemple des miels de miellat qui sont plus riches en minéraux comparativement au miels de nectar (Barišić et al., 1999; Baroni et al., 2009; Feller-Demalsy & Parent, 1989; Lachman et al., 2007) ; ou comme indicateurs de pollution environnementale des régions butinées par les abeilles (Bogdanov, 2006; Bogdanov et al., 2008; Bratu, 2005) à l'exemple du Pb et du Cd qui sont des métaux lourds les plus toxiques ayant un risque sur la santé humaine. A cet effet, le (Codex Alimentarius, 2001) stipule que le miel ne doit contenir des métaux lourds qu'à des niveaux ne présentant pas de risque pour la santé humaine.

- **Composés chimiques mineurs (polyphénols, acides organiques et fraction volatile)**

La famille des polyphénols regroupe un large nombre de molécules, au-delà de 6000 composés sont identifiés. Cette famille est divisée majoritairement en cinq catégories à savoir : les acides phénoliques, les flavonoïdes, les stilbènes, les lignines et les acides ellagiques.

Les polyphénols confèrent au miel ses caractéristiques fonctionnelles. Leurs teneurs oscillent entre 56 et 500 mg/kg (Al Mamary et al., 2002; Gheldof & Engeseth, 2002a). Parmi les polyphénols identifiés dans le miel, les flavonoïdes (quercitrine, lutéoline, apigénine, galangine, kœmpferia, chrysin, etc.) sont les plus présents et les plus étudiés en raison de leurs bienfaits sur la santé notamment leurs activités anti-oxydantes (Crozier et al., 2008; Panche et al., 2016; Tomas-barberan et al., 2001; Tsao, 2010). La teneur en flavonoïdes dans le miel est

sujette à des valeurs variables avancées par plusieurs auteurs. Toutefois cette variation est en relation avec la flore butinée, la période de récolte et la nature de la saison (sèche et chaude ou humide et froide). Néanmoins, une gamme de 2 à 46 mg/kg a été proposée (Kenjeric et al., 2007).

Les polyphénols et les acides phénoliques ont longtemps été utilisés pour la classification systématique des plantes et c'est suite à cela qu'ils ont été proposés pour attester de l'origine botanique des miels. Les premières études dans ce sens ont été initiées par Bogdanov (1989) en 1989 avec la pinocembrine qui fût déterminée par la méthode HPLC. Ainsi les miels d'arbousier et de bruyère ont été aussi marqués par l'acide homogentisique et l'acide ellagique respectivement (Cabras et al., 1999; Ferreres et al., 1994a; Ferreres et al., 1996a; Ferreres et al., 1994b; Truchado et al., 2009).

D'autres études ont montré une différence en composition phénolique entre les miels par rapport à leur couleur. Selon Amiot et al. (1989) les miels foncés contiennent moins de flavonoïdes et plus de dérivés d'acides phénoliques comparativement aux miels clairs.

Des miels monofloraux ont été aussi marqués par certaines molécules de flavonoïdes typiques, à l'exemple de l'hesperetin (5,7,3'-trihydroxy-4'méthoxyflavanone) présent uniquement dans le miel de Citrus. (Al Mamary et al., 2002; Ferreres et al., 1993)

La caractérisation par les polyphénols ne peut être généralisée pour l'ensemble des miels, vue la complexité des méthodes d'analyse et leur coût ainsi que l'interférence des composés phénoliques de la propolis avec ceux du miel. (Al Mamary et al., 2002)

Outre les acides phénoliques, le miel contient d'autres acides organiques libres ou combinés sous forme de lactones. A savoir l'acide gluconique issu de la dégradation du glucose par la glucose-oxydase sécrétée par les abeilles. On note aussi la présence d'autres acides d'origine végétale provenant essentiellement du nectar tels que l'acide oxalique, citrique, formique et malique. (Gonnet & Vache, 1984).

Presque 600 molécules représentant la fraction volatile et responsables de l'odeur des miels monofloraux ont été identifiées. (Bogdanov et al., 2004; Jerković et al., 2009c; Jerković et al., 2009d; Jerković, 2009b; Kaškonienė & Venskutonis, 2010; Manyi-Loh et al., 2011) Ces composés appartiennent à plusieurs familles telles que les aldéhydes, les cétones, les esters, les alcools, les hydrocarbonés, etc... Ces composés proviennent en premier lieu du nectar et en second lieu des sécrétions d'abeilles. (Alissandrakis et al., 2003)

- **Élément figurés, levures et bactéries**

Un nombre d'hyphes, de spores de champignons, d'algues pluricellulaires et d'organismes unicellulaires est présent dans le miel. Ces derniers sont nommés éléments figurés (Bogdanov, 2009a). Leur présence est indicatrice de miellats. La figure 1 montre un exemple de ces éléments.



Figure 1: Eléments figurés dans le miel (Schweitzer, 2012)

Outre les éléments figurés, le miel contient des levures osmo-tolérantes, ces levures sont l'initiateur du risque de fermentation lorsque la teneur en eau dans le miel dépasse la valeur recommandée pour sa stabilité. La détection des levures est réalisée directement sous microscope (Timmroth et al., 2005).

La présence des bactéries dans le miel est rare, elles sont généralement inhibées par la forte pression osmotique caractéristique du miel et les peroxydases acides. Pour ce, elles se retrouvent sous forme sporulée.

La contamination du miel en bactéries provient soit des abeilles soit des mauvaises pratiques des apiculteurs. La contamination en *Bacillus* mésophiles par exemple est due aux abeilles. Par contre le *Clostridium botulinum* est transmis au miel à l'ouverture des ruches lorsque les apiculteurs déposent le toit directement sur le sol. A cet effet, il est interdit par principe de précaution d'administrer du miel aux nourrissons de moins d'un an. (Olaitan et al., 2007) mentionnent que le miel ne doit pas contenir plus de 100 germes mésophiles par gramme. Contrairement aux levures, l'analyse bactériologique est complexe et nécessite des cultures préalables sur milieux gélosés.

1.3.4. Effets physiologiques et vertus thérapeutiques du miel

En plus de son apport énergétique, le miel possède de nombreux effets et activités thérapeutiques dont entre autres des propriétés antibactérienne, antioxydante, antiinflammatoires (Vallianou et al., 2014) en plus d'autres vertus quant à sa contribution dans la prévention des tumeurs, au traitement des gastrites et à la cicatrisation.

- **Apport énergétique**

Le miel est considéré comme une solution sursaturée en sucres à haute valeur énergétique, dont il apporte environ 320 à 350 kcal par 100 g. Les hexoses présents dans le miel, le rendent très facilement assimilable sans laisser de déchets métaboliques. 20 g de miel consommés journalièrement contribuent à fournir 3% d'énergie nécessaire (Bogdanov, 2011). Cette quantité peut être augmentée jusqu'à 40-50 g/j si le miel est pris comme seule source sucrante.

Le miel est connu pour son pouvoir tampon, ce pouvoir vient du fait que le glucose contenu est directement utilisé par les différents organes du corps, alors que le fructose ne peut être utilisé qu'après son passage au foie où il est transformé partiellement en glucose prolongeant ainsi l'effet du glucose. C'est ainsi qu'un mélange des deux sucres est mieux toléré et est plus efficace pour un bref effort ou même prolongé. (The National Honey Board, 2004)

The National Honey Board (2004) propose ; pour avoir un bon état de santé ; des prises journalières de 50 à 80 g (soit 0,8-1,2 g/j/kg du poids corporel) comme cure de quelques jours

chaque mois. Cette cure montre des effets remarquables au bout de 2 à 3 semaines de consommation régulière.

- **Effet Antibiotique**

L'effet antibiotique revient à la présence de plusieurs facteurs qui travaillent de façon synergétique dans le miel, nous retrouvons donc :

- La pression osmotique : due à la forte concentration du miel en sucres, la pression osmotique va détruire les bactéries par effet d'une forte déshydratation. Ces dernières ; par manque d'eau ; verront leur croissance inhibée (Vallianou et al., 2014).
- Les inhibines : dont la principale est le peroxyde d'hydrogène ou l'eau oxygénée qui résulte de l'oxydation du glucose sous l'action de la glucose-oxydase. Son activité antibactérienne est due à un mécanisme biochimique qui interrompt le métabolisme des germes et dénature leurs protéines.(Jeffrey & Echazarreta, 1996; Lusby et al., 2002)

Les flavonoïdes, les acides aromatiques, le méthylglyoxal (ce dernier est particulièrement présent dans le miel de Manuka), les substances volatiles et d'autres substances non encore identifiées sont aussi considérées comme substances inhibines (Bogdanov & Blumer, 2001).

La complexité de la composition du miel et la variation des teneurs de ses composés font varier l'activité antibactérienne d'un miel à un autre. (Kwakman & Zaat., 2012; Mescle & Zucca, 1996)

- **Effets antioxydant et antiinflammatoire**

L'effet antioxydant du miel a largement été discuté et prouvé par plusieurs auteurs (Beretta et al., 2005; Ferreira et al., 2009; Nagai et al., 2006). Cet effet est dû à la composition du miel en substances antioxydantes enzymatiques et non enzymatiques, telles que : la peroxydase, la glucose oxydase, la catalase, la vitamine C, les acides organiques, les dérivés caroténoïdes, les acides aminés et les protéines, les produits de la réaction de Maillard et plus de 150 composés polyphénoliques comprenant les flavonoïdes et acides phénoliques. Ces composés réagissent par différents mécanismes : par piégeage de l'oxygène, par chélation des ions métalliques ou par neutralisation des radicaux libres en leur fournissant des hydrogènes. (Genot et al., 2004). Selon certains auteurs (Aljadi & Kamaruddin, 2004; Bertoneclj et al., 2007; Frankel et al., 1998; Taormina et al., 2001; Vela et al., 2007), plus le miel est sombre plus son activité antioxydante est élevée comparativement aux miels clairs. Ainsi le pouvoir antioxydant est variable selon la richesse du miel en ses composés et selon son origine botanique. (Heim et al., 2002)

Un lien a été établi entre les activités antibactérienne et antioxydante du miel et son pouvoir antiinflammatoire. En effet, l'aptitude du miel à inhiber la croissance des bactéries qui causent l'inflammation et due à sa richesse en antioxydants comme les composés phénoliques principalement les flavonoïdes (impliqués dans la suppression des activités pro-inflammatoires de la COX-2 et/ou de l'oxyde nitrique synthase inductible (iNOS)). (Cho et al., 2004; González et al., 2011; Viuda-Martos et al., 2008)

Même la douleur ressentie à cause de l'inflammation peut aussi être atténuée par le miel (González et al., 2011; Molan, 2001).

Outre les effets précités, le miel est connu d'avoir l'aptitude de : stimuler le système immunitaire à combattre l'infection via les sucres fermentescibles ou les autres composés non

sucrés (Chepulis, 2007), de lutter contre les tumeurs par les macrophages, les cellules T et les cellules B (Attia et al., 2008), de prévenir et traiter les problèmes gastroentérologiques, d'inhiber l'action de l'*Helicobacter pylori* (l'agent causant les ulcères gastroduodénaux et gastrites) (Kečkeš et al., 2013), de cicatriser les brûlures, les blessures chirurgicales infectées et les ulcères de décubitus. (Antinelli et al., 2001; Franty 1984)

1.3.5. Variabilité des miels

La composition des miels varie selon certains facteurs à savoir : la flore mellifère butinée par les abeilles, le lieu de production et les conditions climatiques.

Les abeilles produisent généralement trois sortes de miel qui sont le miel de nectar, le miel de miellat et le miel mélange de ces deux miels (nectar et miellat).

1.3.5.1. Miel de nectar :

C'est à partir de la sève brute ou élaborée, que les nectaires ; floraux ou extra floraux ; sécrètent le nectar qui est une solution initialement sucrée et aqueuse (Marcheney & Berard, 2007). Cette solution est composée essentiellement d'eau et de sucre (principalement le saccharose, le glucose et le fructose) à des taux allant de 40 à 80% et de 7 à 60 % respectivement (Schweitzer, 2005a). Les autres constituants du nectar sont présents à un faible taux dans lequel nous retrouvons : les minéraux entre 0,023 et 0,45 %, la matière azotée représentée essentiellement en protéines et acides aminés, les acides organiques, les enzymes et les vitamines ainsi que les pigments et les substances aromatiques.

Les abeilles agissent sur la composition du nectar en changeant les proportions de ses composants. La teneur en eau est généralement réduite à 18%, le saccharose est inverti pour donner du glucose et du fructose augmentant ainsi le taux de ces sucres jusqu'à 60% au minimum. Les abeilles transforment donc le nectar d'une solution qui était initialement assez susceptible à la fermentation ; vue sa composition en eau ; en une denrée alimentaire assez visqueuse et concentrée en sucre, la rendant ainsi plus stable, plus dense et plus énergétique.

1.3.5.2. Miel de miellat

Le miellat, liquide épais et visqueux, provient de l'excrétion de gouttelettes sucrées par des insectes piqueurs ayant une trompe leur permettant de sucer la sève élaborée des plantes tels que les pucerons, les cochenilles et les membracidae. Les abeilles collectent donc ces gouttelettes déposées sur les différentes parties des plantes pour en produire du miel (Jean Prost & Le Conte, 2005; Techniques de l'ingénieur, 2000).

Le miellat est majoritairement composé de sucres de 90 à 95% de la matière sèche. Cependant le profil glucidique du miellat diffère de celui du nectar, (Bogdanov et al., 2004), on y retrouve du saccharose à 60%, du mélizitose à 20%; du lévulose, du maltose, du tréhalose, du raffinose, du glucose, et d'autres sucres synthétisés durant le passage de la sève dans le tube digestif de l'insecte suceur. La matière azotée représente environ 0,2 à 1,8 % de la matière sèche. Le miellat contient aussi des sels minéraux, des acides notamment l'acide citrique, des vitamines des gommes et des dextrines (Bruneau, 2004). Du fait que le miellat provient des excréments d'insectes suceurs, ce dernier comprend aussi des enzymes provenant des glandes salivaires et de l'intestin de ces insectes, telles que les invertases, les diastases, les peptidases et les protéinases.

Il faut signaler que beaucoup de plantes produisent du miellat tels que les résineux (le sapin, le pin, le mélèze...), les feuillues (le tilleul, le châtaignier, l'érable) et certains arbres fruitiers (le cerisier, les chênes) (Gonnet, 1986).

1.3.5.3. Le miel mono floral

Un miel mono ou uni floral provient principalement du nectar d'une seule espèce florale. A l'exemple des miels d'oranger, de callune ou d'acacia (Gonnet, 1982). Ces miels sont caractérisés organoleptiquement et contiennent certains principes de la plante ayant principalement fourni le nectar (Gout & Jardel, 1998; Huchet Julie & Laurent, 1996). Toutefois, un miel complètement mono floral n'existe pas. En effet, nous notons la présence du nectar d'autres espèces florales en faible quantité sans que cela n'affecte les qualités organoleptiques du miel à dominance mono florale (Guerrini et al., 2009).

1.3.5.4. Le miel poly floral

Le miel poly floral ou communément appelé miel de toutes fleurs est issu du nectar et/ou du miellat de plusieurs espèces végétales sans qu'il y est une dominance d'une espèce botanique déterminée (Clément & Garand, 2006; Tyssier, 2005). Ce type de miel peut être caractérisé par son lieu ou sa saison de récolte tels que miels de montagne, de forêts ou miels d'été ou de printemps (Tyssier, 2005). Afin de valoriser la spécificité de ce type de miels et permettre au consommateur de reconnaître leur caractère dominant, les apiculteurs associent l'appellation de ces miels à leur origine géographique (Rossant, 2011) car ils témoignent des fleurs les plus représentatives d'une région donnée (Gout & Jardel, 1998).

1.4. Méthodes d'authentification des miels et critères de qualité

Plusieurs méthodes ont été proposées pour authentifier de l'origine des miels. Cependant, aucune de ces méthodes utilisées seule ne peut satisfaire le renseignement total des origines botanique et géographique des miels. L'authentification des miels s'avère donc compliquée et nécessite de combiner différentes méthodes complémentaires entre elles. Sachant que ces méthodes sont longues et coûteuses et nécessitent même une maîtrise de la part des chercheurs. (Da Silva et al., 2016; Dinkov, 2014; Wang & Li, 2011). Les principales méthodes utilisées sont l'analyse physicochimique, pollinique et organoleptique.

1.4.1. Analyse physicochimique

L'analyse physicochimique des miels demeure importante. Son importance réside dans son utilité et son efficacité à identifier l'origine botanique des miels et à évaluer leur qualité, leur fraîcheur et leur stabilité dans le temps. Ces analyses sont d'ailleurs pratiquées depuis longtemps dans les contrôles de routine. Suite à leur validation par L'IHC (international Honey Commission), ces techniques ; simples à appliquer et peu coûteuses (Bogdanov et al., 2004); sont normalisées et adoptées à échelle Européenne et internationale par la (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002).

Les principaux paramètres de qualité physicochimiques sont la coloration, l'humidité, la teneur en hydroxyméthylfurfural (HMF), la conductivité électrique, le pH et l'acidité, le profil glucidique, ainsi que l'activité enzymatique de l'amylase et de l'invertase (Bogdanov et al., 1997a).

1.4.1.1. La couleur

La couleur est une propriété physique qui résulte d'une absorption d'une partie de la lumière et réflexion d'une autre partie par le miel. Cette interaction dépend de la composition et de l'état physique du miel (liquide, cristallisé finement ou grossièrement). Les miels absorbent les longueurs d'ondes les plus basses (violet et bleu) et réfléchissent les plus élevées (jaune, orange, rouge) (Schweitzer, 2001), la raison pour laquelle ils sont en général de couleur jaune caramel.

La couleur revêt une importance d'aspect commercial car elle est facilement perçue par le consommateur. En général, la couleur d'un miel est liée à sa force aromatique. Plus un miel est foncé et plus l'arôme est intense. Ce paramètre est aussi lié à l'origine botanique des miels, à l'exemple des miels d'agrumes qui se démarquent par une couleur ambre clair. La couleur des miels évolue dans le temps et varie plus ou moins rapidement selon l'origine botanique (Barbier & Pangaud, 1961). Une exposition du miel à la lumière provoquerait un brunissement (Gonnet et al., 1986) qui serait dû à l'oxydation enzymatique des composés phénoliques, et plus particulièrement des ortho-diphénols (Amiot et al., 1989).

En générale, la couleur est exprimée en mm sur échelle Pfund : 5-140 mm correspondant à sept colorations croissantes allant d'extra blanc à ombré foncé (tableau 4).

Tableau 4: Correspondance des couleurs du miel aux valeurs de Pfund (Schweitzer, 2001)

Couleur	Color	Valeur Pfund
Blanc d'eau	Water white	0-8
Extra blanc	Extra light	8-16,5
Blanc	Light	16,5-34
Ambré extra clair	Extra light amber	34-50
Ambré clair	Light amber	50-85
Ambré	Amber	85-114
Ambré foncé	Dark amber	>114

Plusieurs techniques sont utilisées dans la mesure de la couleur. Le comparateur Lovibond permet de classer les couleurs par comparaison directe entre l'échantillon et une série de filtres standards présentés en disques colorés. Les résultats obtenus sont convertis en mm ou en cm Pfund. Cette méthode présente des limitations premièrement face à la mesure des teintes qui sont loin du caramel et aussi, la mesure de teintes intermédiaires entre les disques colorés peut être biaisée du fait des grands décalages entre ces disques, ces teintes seront dans ce cas sous ou surévaluées.

Une autre méthode proposée par Aubert & Gonnet (1983), est basée sur une trivariance des couleurs (bleu, vert, rouge) et la mesure de la lumière transmise par une épaisseur de 1cm de miel liquide dans le visible (350-700 nm). Des courbes obtenues (sigmoïdes), ils tirent les trois coordonnées tristimulaires (X (700 nm), Y (546 nm) et Z (436 nm)) puis calculent leur valeur relative x et y ($x+y+z = 1$) qu'ils rapportent sur le diagramme de chromaticité de Hardy. Cette méthode aussi présente une certaine limitation, car les résultats obtenus pour les différents types de miels analysés étaient différents de la perception humaine voir même inattendus.

Une autre méthode rapportée par Tuberoso et al. (2014) est basée sur les coordonnées spectrophotométriques (en mode transmittance) de chromaticité CEI $L^*C_{ab}^*h_{ab}^*$ (en coordonnées polaires). Ces chercheurs ont travaillé sur 17 types de miels monofloraux (305 échantillons de différents pays d'Europe) dans le but de les discriminer botaniquement. Ils ont d'ailleurs statistiquement prouvé le pouvoir de cette technique à différencier entre les miels d'origines florales diverses.

La mesure de la couleur peut être aussi effectuée par la méthode de Bianchi qui consiste à préparer une solution de miel à 50% (p/v), cette solution est ensuite filtrée ou centrifugée et l'absorbance est mesurée à 635 nm. La couleur est ensuite déterminée sur échelle Pfund en utilisant une équation : $Pfund = -38.70 + 371.39 \times Abs$ (Lacerda, 2010)

1.4.1.2. Humidité

La teneur en eau est l'un des paramètres d'évaluation de la qualité des miels. Elle détermine sa stabilité dans le temps et conditionne sa sensibilité à la fermentation. La teneur en eau des miels dépend fortement du climat (notamment l'humidité relative), des saisons et des régions de collecte. Par contre, elle peut influencer le comportement rhéologique du miel et sa tendance à cristalliser. (Bogdanov, 1997; Bogdanov & al. (21 members of IHC), 1999 ; Persano Oddo & Piro, 2004).

Les teneurs en eau dans le miel oscillent donc entre 14 % et 25 % (Anklam, 1998). La valeur optimale pour le maintien de la stabilité et de la qualité du miel est de 17 %. En dessous de cette valeur le nombre de levures est si faible qu'il n'existe qu'un faible danger de fermentation. Le tableau n°5 illustre le lien entre le risque de fermentation et la teneur en eau du miel.

Tableau 5: Relation entre teneur en eau du miel et le développement des moisissures et le risque de fermentation (Schweitzer, 2001a)

Teneur en eau du miel	Effet de la richesse en levures - Nombre de germes pour un gramme de miel.
Moins de 17.1 %	Pas de fermentation quelle que soit la richesse en levures.
17,1 à 18.0 %	Pas de fermentation si le nombre de levures ne dépasse pas 1000.
18.1 à 19.0 %	Pas de fermentation si le nombre de levures ne dépasse pas 10.
19.1 à 20.0 %	Pas de fermentation si le nombre de levures ne dépasse pas 1.
Plus de 20 %	Risque de fermentation dans tous les cas.

À l'exception du miel de Bruyère (*Calluna spp.*) et des miels destinés à l'industrie, le (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002) indiquent une teneur en eau maximale de 20%, mais pour les miels de qualité, le laboratoire du CARI (Centre Apicole de Recherche et d'Information) en Belgique, recommande une teneur inférieure à 18% (Anklam, 1998).

Le dosage de la teneur en eau s'effectue avec réfractomètres analogiques ou digitaux par mesure optique des indices de réfraction des miels. L'indice de réfraction est inversement proportionnel à la teneur en eau (Antinelli et al., 2001) et en est converti selon la table de Chataway (annexe I) (Jerković et al., 2009b). Dans le tableau 6 figurent les exigences et recommandations les plus importantes de l'Union européenne et du Codex Alimentarius concernant le miel.

Tableau 6: Normes du codex pour le miel et de l'union Européenne (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002)

Composant		Normes
Teneur en eau	Tous les miels	20 % au maximum

Chapitre I : Généralités sur le miel

	Exception : miel de callune (bruyère)	23 % au maximum
Teneur en sucres	<p>Teneur en glucose et fructose (somme des deux) :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tous les miels - Exception : miel de miellat, mélanges de miel et de miellat et de miel de nectar <p>Teneur en saccharose :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tous les miels - Exception : miels de luzerne, espèces d'agrumes, robinier, sainfoin d'Espagne, menzies de banksies, <i>Eucalyptus camaldulensis</i>, <i>dirca (Eucryphia lucida)</i>, <i>Eucryphia milligani</i> - Miels de lavande (espèces <i>Lavandula sp</i>), de bourrache 	<p>Au minimum 60 g/100 g</p> <p>Au minimum 45 g/100 g</p> <p>Au maximum 5 g/100 g</p> <p>Au maximum 10 g/100 g</p> <p>Au maximum 15 g/100 g</p>
Teneur en matières insolubles dans l'eau	<p>Miels autres que le miel pressé</p> <p>Miel pressé</p>	<p>Au maximum 0,1 g/100 g</p> <p>Au maximum 0,5 g/100 g</p>
Acidité libre	Tous types de miels	≤ 50 meq/1000 g
Indice diastasique	<p>Miels naturels (basse teneur en enzymes)</p> <p>Miels traités ou mélangés</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Minimum 3 unités de Schade, • Au minimum 8 unités de Schade,
Teneur en hydroxyméthylfurfural	<p>Tous types de miels</p> <p>Miels provenant de zones tropicales</p>	<p>≤ 40 mg/kg</p> <p>≤ 80 mg/kg</p>
Conductivité électrique	<p>Tous types de miels sauf exception</p> <p>Miels de miellat ou de châtaignier et mélanges de ces miels sauf exception.</p> <p>Exception : Arbousier commun (<i>Arbutus unedo</i>), bruyère cendrée (<i>Erica</i>), eucalyptus, tilleul (<i>tilia</i>), bruyère commune (<i>Calluna vulgaris</i>), <i>Leptospermum</i>, arbre à thé (espèces <i>Melaleuca</i>).</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Au maximum 0,8 mS/cm • Pas moins de 0,8 mS/cm • Leur conductibilité varie fortement

1.4.1.3. L'HMF (5-HydroxyMéthyleFurfural)

Initialement, l'hydroxyméthylfurfural (figure 2) n'existe pas ou existe peu dans le miel. L'apparition de cette molécule résulte de la transformation des sucres simples ; essentiellement le fructose par effet de déshydratation en milieu acide ; en 5-(hydroxyméthyl)-2-furaldéhyde (HMF) (Gonnet, 1986) (figure xx). L'HMF ne peut être considéré dans ce cas-là comme

paramètre d'authentification des miels. En revanche, il est considéré comme indicateur de qualité et de fraîcheur puisque son apparition et son accumulation indique un vieillissement ou un mauvais traitement thermique.

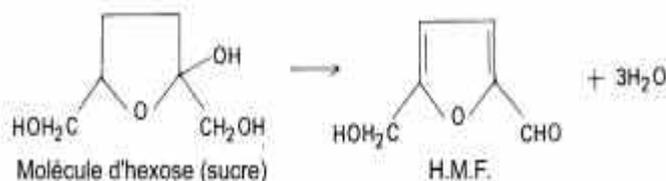


Figure 2: Formation de la molécule d'HMF

La production de l'HMF dépend de trois facteurs essentiels qui sont la présence de sucres simples, de pH acide et de la chaleur. La conversion des sucres en HMF est spontanée et peut se produire même à température ambiante en raison du caractère acide du miel. L'augmentation de la température favorise son accumulation. A cet effet, un taux faible d'HMF renseigne sur la fraîcheur et la bonne conservation du miel (Isla et al., 2011; Sahinler & Gul, 2005; White et al., 1961). Selon le codex alimentarius, la concentration en HMF ne doit pas excéder 40 mg/kg pour un miel récolté dans une zone tempérée. Par contre pour un miel provenant d'une zone tropicale la concentration en HMF ne doit pas excéder 80 mg/kg de miel (Bogdanov, 2009b; Codex Alimentarius, 2001). Donc plus le miel est acide et stocké à température élevée, plus rapidement il atteindra cette limite. Le tableau 7 montre le temps nécessaire pour atteindre 40mg/kg d'HMF dans le miel en fonction de la température de stockage.

Tableau 7: Temps nécessaire pour atteindre 40 mg/kg d'HMF dans le miel (Gonnet, 1993)

Température de stockage	Durée pour atteindre 40mg/kg d'HMF
4	20 à 80 ans
20	2 à 4 ans
30	0,5 à 1 an
40	1 à 2 mois
50	5 à 10 jours
60	1 à 2 jours
70	6 à 20 heures

La mesure de l'HMF se réalise par plusieurs méthodes. La méthode de Winkler se base sur le dosage de l'HMF qui réagit avec la para-toluidine et l'acide barbiturique pour former un complexe rouge mesuré à 550 nm et la concentration d'HMF est déterminée par une droite d'étalonnage. (Gonnet, 1992). Cette méthode a fortement été critiquée en raison de sa spécificité aux dérivés furfuriques globalement plus qu'à l'HMF spécifiquement (Gonnet, 1963) ainsi qu'à l'utilisation de la *p*-toluidine (Bogdanov, 2009b). La méthode de White, est une méthode adoptée par l'IHC, cette méthode se base sur l'absorbance par l'HMF de la lumière à 284 nm (White & Jonathan, 1979). La chromatographie liquide à haute performance (H.P.L.C) est aussi une autre méthode pour la détermination du taux d'HMF par mesure d'absorbance à 285 nm.(Bogdanov, 1997; Gonnet, 1986)

1.4.1.4. Conductivité électrique

Exprimée en milliSiemens/cm ou microSiemens/cm, la conductivité est une mesure très facile à réaliser et ne nécessite que peu de matériel non couteux (cellules conductimétriques), devenant ainsi une technique usuelle pour analyse de routine des miels ; au début discriminant

les miels de nectar ($\leq 0,8$ mS/cm) des miels de miellats ($\geq 0,8$ mS/cm) (Codex Alimentarius, 2001; Louveaux et al., 1970), ensuite (Bogdanov, 2009a) ont établi la corrélation entre la conductivité électrique et la teneur en minéraux du miel qui suit une courbe linéaire. Suite à cela, la mesure de la conductivité est devenue l'alternative à la mesure du taux de cendres. Cette dernière étant une analyse consommatrice d'énergie et de temps (nécessitant un four à moufle).

Ce paramètre fut donc adopté dans la réglementation Européenne et dans le *Codex Alimentarius* (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002). Les travaux de (Persano Oddo & Piro, 2004) ont aussi démontré l'importance et l'efficacité de ce paramètre à identifier et à discriminer les miels monofloraux. Néanmoins, l'ajout de sel dans le miel est une forme d'adultération dans le but d'augmenter sa conductivité et faire croire qu'il s'agit d'un miel particulier comme celui du sapin.

1.4.1.5. Le pH et l'acidité

Les miels ont un pH relativement bas qui oscille entre 3,5 et 5,5, ce qui leur confère un caractère acide contribuant ainsi à leur conservation vis-à-vis des micro-organismes. Les acides organiques (notamment l'acide gluconique) et leurs dérivés lactones sont les composants acides représentant l'acidité libre et liée du miel. Le pH et l'acidité libre sont considérés comme forts paramètres de discrimination entre les miels monofloraux. Il n'en est cependant pas le cas pour l'acidité liée qui montre une grande variabilité ne permettant pas son utilisation dans l'identification des miels monofloraux. (Bogdanov et al., 2004; Persano Oddo et al., 1986).

La mesure du pH s'effectue au moyen d'un pH-mètre d'une solution de miel à 10 % mv (masse volumique : 10g de miel dans 100ml d'eau). Les miels de nectars ont un pH compris entre 3,5 et 4,5, alors que les miels de miellats ont un pH entre 4,5 et 5,5 (Gonnet, 1986).

L'acidité libre se mesure par titration avec une quantité d'hydroxyde de sodium nécessaire à sa neutralisation et à ramener le pH au point équivalent (pHe : où les deux formes libre et lactones sont égales). Exprimée en milliéquivalent (meq) et considéré un indicateur de fermentation des miels elle ne doit pas être supérieure à 50 meq/kg (Codex Alimentarius, 2001).

Quant à l'acidité due aux lactones dite acidité liée, sa mesure ne peut se faire par titration directe. Elle est en fait mesurée par addition d'hydroxyde de sodium en excès à la solution de miel en déterminant cet excès par un titrage en retour par de l'acide sulfurique. La somme de l'acidité libre et de l'acidité combinée forme l'acidité totale.

1.4.1.6. Le profil glucidique

L'ayant déjà mentionné précédemment, les sucres constituent 95 à 98% de la matière sèche du miel. Les différents taux de fructose et de glucose dosés, renseignent sur les diverses origines florales des miels. Sauf qu'au cours du stockage, ces teneurs diminuent pour faire apparaître des polysaccharides comme le saccharose et le maltose. Ce changement de composition en sucres entraîne une modification de la structure du miel qui se liquéfie graduellement et entraîne une augmentation de l'eau libre, aboutissant à une fermentation ou à un développement bactérien (White et al., 1961). L'accroissement de l'eau libre peut provoquer l'apparition de deux couches (figure 3) : une couche solide composée de molécules de glucose cristallisées immergée dans une couche liquide dominée par le fructose (Bakier, 2007; Molan, 1992).



Figure 3: Séparation de phase et apparition de deux couches Schweitzer (2012)

A cet effet, la législation internationale et Européenne, recommandent des teneurs en fructose et glucose ensemble supérieures à 60g /100g et à 45g/100g pour un miel de nectar et un miel de miellat, respectivement (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002).

Le profil glucidique renseigne aussi sur les possibles tentatives de fraudes (Sabatini et al., 1989) par l'ajout de différents sirops de maïs, d'amidon ou l'ajout de sucres de cannes et de betterave ou par l'addition de sucres invertis. Selon (Guerrini et al., 2009) le rapport fructose/glucose (F/G) est un critère important dans la détection des miels adultérés au sirop (ex : sirop de canne).

Cette adultération peut être exercée à différents niveaux de production des miels. Par nourrissage pendant la miellée, les sirops de nourrissage vont donc se mélanger avec le miel dans les hausses. Par ajout de sucres dans le miel récolté et voir même par mélange de différents sucres pour en fabriquer un faux miel. (Bruneau, 2016).

L'utilisation du saccharose comme moyen d'adultération des miels n'est plus courante, car le saccharose (sucre de faible taux dans le miel) est facilement détectable. Les fraudeurs ont eu recours à l'utilisation de saccharose inverti (glucose + fructose). Ce type d'adultération provoque la production d'HMF en fortes proportions. Le sucre et le sirop de canne, de betteraves, sont aussi des moyens d'adultération du miel. (Antinelli et al., 2001; Kerkvliet & Meijer, 2000; Kerkvliet et al., 1995).

La détection des fraudes nécessite la combinaison de plusieurs analyses en complément de l'analyse des sucres majeurs, à savoir l'analyse pollinique (miels filtrés ou non), le dosage des taux de proline (acide aminé synthétisé par l'abeille) et d'HMF. Cependant, la combinaison de ces différentes analyses, rend le contrôle compliqué et difficile à réaliser et à interpréter. A cet effet, les chercheurs se sont penchés à découvrir des méthodes d'analyses qui permettent le dosage des différents paramètres simultanément et ayant une précision dans l'identification et la quantification des substances d'adultération sans avoir recours à une préparation exhaustive des échantillons. La spectroscopie Raman à transformée de Fourier (Raman-TF) en est un exemple. Elle est ; en effet ; utilisée pour la détection des sirops de canne et de betterave (Paradkar & Irudayaraj, 2001) et des sirops de maïs connus pour leur richesse en fructose et en maltose (Li et al., 2012).

De nouvelles perspectives analytiques sont actuellement utilisées dans les analyses d'authentification des miels. La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire du proton (^1H

RMN) combinée à la chimométrie utilisée pour l'analyse du miel offre plusieurs avantages, notamment l'obtention d'une variété d'informations en une seule mesure. La méthode est reproductible et comparable avec un niveau de confiance statistique élevé. C'est une approche utile à la détermination de l'origine botanique et géographique du miel à l'aide de l'analyse du pollen (Olawode et al., 2018) et du profil complet des sucres (Consonni et al., 2013).

Différentes techniques sont utilisées pour le dosage et l'identification des sucres dans le miel. A mentionner en titre d'exemple : les méthodes chromatographiques qui donnent des résultats sur le glucose, le fructose et le saccharose assez précis comparativement aux résultats des oligosaccharides qu'elles génèrent (chromatographie liquide haute performance avec détecteur à indice de réfraction (IR) ou chromatographie haute performance d'échange anionique avec détecteur ampérométrique pulsé (HPAEC-PAD), chromatographie gazeuse avec dérivation, détecteur FID, ou sur couche mince). Les méthodes spectrales (UV-visible ou infrarouge) qui permettent la quantification des sucres réducteurs et non réducteurs et produisent donc des données estimatives sur la somme des sucres majeurs et le saccharose. (Antinelli et al., 2001; Gonnet, 1973, 1979; Jerković et al., 2009b)

Les données obtenues suite à ces analyses contribuent à fournir des informations supplémentaires qui peuvent renseigner sur la tendance des miels à cristalliser ou non, notamment les ratios fructose/glucose et glucose/eau.

1.4.1.7. L'activité enzymatique (diastase et invertase)

Le miel contient de la diastase et de l'invertase. Introduites initialement par les abeilles, ces enzymes varient en quantités selon l'origine botanique des miels, l'intensité de la miellée et l'état physiologique des glandes de l'abeille pendant la miellée (Persano Oddo et al., 1990; Persano Oddo et al., 1999).

Bien que la diastase soit plus résistante à la chaleur que l'invertase, ces enzymes sont toutes deux thermosensibles. Leurs teneurs diminuent progressivement avec le temps jusqu'à atteindre zéro. Elles renseignent de ce fait mieux que l'HMF sur les traitements thermiques que subit le miel et sa fraîcheur (Gonnet, 1986; Gonnet, 1991; Gonnet, 1993).

La méthode de dosage de ces enzymes est basée sur la dégradation d'un substrat et de la lecture de la quantité résiduelle de substrat par spectrophotométrie (Persano Oddo et al., 1999; Von der Ohe et al., 1999).

Les résultats de l'activité de ces enzymes s'expriment en indice de saccharase (IS) et indice diastasique (ID).

1.4.2. L'analyse pollinique

L'analyse pollinique ou la méliissopalynologie est une discipline qui s'intéresse à l'étude du pollen dans le miel. Les miels de nectars par exemple contiennent des grains de pollen représentatifs de leurs origines botaniques, par contre, les miels de miellat contiennent divers indicateurs de miellat (spores, algues, filaments mycéliens, pollen anémophiles...) (Ricciardelli d'Albore). Cette analyse, permet de donner plusieurs informations sur le miel, telles que : le milieu botanique dans lequel les abeilles ont butiné et produit leur miel, les modes d'extraction (ex : filtration) ainsi que les conditions d'hygiène et les possibilités de fraudes (présence de levures en quantité importante, poussière, sable, amidon, charbon,) (Von Der Ohe et al., 2004). Ce qui donne à la méliissopalynologie un rôle important dans la garantie du contrôle de qualité, la prévention et la répression des fraudes.

L'historique de l'analyse pollinique remonte jusqu'à 1895 avec les premiers travaux de Pfister. Ces travaux réalisés par des techniques peu développées avaient généré des résultats ayant des interprétations sommaires. Le premier guide d'identification des pollens classés en

familles botaniques fût élaboré en 1935 par Zander, qui a proposé aussi une première classification portant son nom (classification de Zander) utilisées jusqu'à nos jours, qui permet de classer les pollens en fréquences relatives divisées en quatre catégories. Les fréquences relatives étant le rapport du nombre de grains d'un taxon identifié au nombre total de grains comptés et les fréquences étant :

- pollen « dominant » lorsque la fréquence relative est supérieure à 45% ;
- pollen « accompagnant » lorsque la fréquence relative est comprise entre 16% et 45% ;
- pollen « isolé important » lorsque la fréquence du grain est comprise entre 3% et 16%
- pollen isolé « rare » lorsque sa fréquence est inférieure à 3%.

(Louveaux, 1990; Louveaux et al., 1970; Pons, 1970; Von Der Ohe et al., 2004)

Il a y eu ensuite les travaux de Maurizio cités par Sahinler & Gul (2005) qui a ajouté au concept des fréquences relatives les notions de sur- et sous-représentation de pollens. Par définition, la surreprésentation d'une espèce est son apport en grains de pollen qui est plus important que son apport en nectar. La sous-représentation ; par contre ; étant le phénomène inverse (Louveaux et al., 1970, 1977; Von Der Ohe et al., 2004).

Sur la base des travaux suscités et ceux de (Vorwohl, 1964) qui ont été publiés par Louveaux et al. (1970) dans les années 70, la technique de la méliissopalynologie fût adoptée par la commission internationale de botanique apicole (International Commission for Bee Botany) pour l'analyse du pollen dans le miel. Quoique beaucoup de techniques ont été proposées ultérieurement, la méliissopalynologie reste la méthode conventionnelle pour les analyses de routine pour authentifier l'origine géographique et botanique des miels.

Les différents types d'analyse du pollen (qualitative et quantitative) sont ; depuis 1999 ; clairement décrites et harmonisées par l'International Honey Commission (IHC) dans le but d'éviter les erreurs liées aux mauvaises préparations. Dans ce travail même, (Von Der Ohe et al., 2004) mentionnent que les calculs de fiabilité, de répétabilité et de reproductibilité de la méthode ont réalisés et vérifiés.

La méliissopalynologie reste toutes fois limitée quant à l'identification de l'origine botanique des miels. Plusieurs facteurs interviennent dans ce sens à l'exemple des plantes ayant des nectaires extra-floraux comme le coton (absence de contact entre l'abeille et le pollen), des miels de miellat qui présentent des indicateurs de miellat et non du pollen (Molan, 1998), des pratiques apicoles ; telles que la réutilisation de cadres de cire ou la désoperculation accidentelle des cellules de pollens ; qui affectent la densité pollinique et varient leur pourcentage dans les miels provenant de même origine botanique (Gonnet, 1992; Stephens et al., 2010). Le défaut de précision de la méliissopalynologie se rencontre aussi dans le cas de ressemblances morphologiques des grains de pollen de différentes espèces à l'exemple des plantes manuka et kanuka (Gonnet, 1963).

La source des pollens présents dans le miel est variable et est tributaire de différents facteurs : la distance par rapport à la ruche, les pratiques apicoles et la taille et la forme des fleurs mellifères.

Chaque facteur et chaque étape de production du miel interviennent dans son enrichissement en pollens. Cet enrichissement varie en fonction de la zone et de la période de

récolte (Andrés, 1994; Battesti, 1990; Louveaux, 1958) et est classé en différents degrés : primaire, secondaire et tertiaire. (Antinelli et al., 2001; 1999 ; Maurizio & Hodges, 1951).

1.4.2.1. L'enrichissement primaire :

Cet enrichissement marque véritablement le miel puisqu'il provient de la plante nectarifère (source botanique). Le marquage s'effectue lors du butinage, lorsque la butineuse se pose sur une fleur nectarifère, en fonction du positionnement des anthères, elle pourra répandre le pollen dans le nectar produit par les nectaires si ces derniers sont situés à proximité des anthères. De ce fait, l'abeille ; de retour vers la ruche ; ramène avec elle les grains de pollens (sous forme de pelotes) colées à ses pattes et du nectar (contenant du pollen) dans son jabot qu'elle finit de déposer dans les alvéoles après transformation du nectar en miel (Antinelli et al., 2001).

La force de l'enrichissement primaire est fonction de la flore butinée et de l'emplacement des nectaires par rapport aux anthères. Certaines espèces (ex : certaines variétés d'agrumes : *Citrus sp*) ont les fleurs orientées vers le bas avec des étamines d'une longueur permettant aux abeilles de sucer le nectar sans qu'il y ait contact avec les anthères (Gribel et al., 1999) affaiblissant ainsi le marquage primaire. A cet effet, (Louveaux et al., 1970) mentionnent qu'une fréquence de 10 à 20 % de pollen de *Citrus sp* est acceptée pour l'appellation miel de citrus. Les nectaires extra-floraux et les plantes unisexuées (dont les fleurs femelles sont dépourvues de pollen) de même que la forme rugueuse de la membrane des pollens et leur grand diamètre ($>0.5 \mu\text{m}$) qui ne peuvent pas transiter le pro-ventricule (contrairement aux pollens dont la forme de la membrane est lisse et dont le diamètre est petit ($<0.5\mu\text{m}$)) diminuent aussi l'intensité de l'enrichissement primaire et compliquent la reconnaissance de la source nectarifère des miels (Persano Oddo et al., 1986).

L'enrichissement primaire aide malgré sa complexité à distinguer les miels de nectar de ceux du miellat. Ces derniers sont caractérisés par leur richesse en éléments appelés indicateurs de miellat représentés par les algues, les hyphes et les spores de champignons microscopiques, etc... en plus de grains de pollen des plantes pollenifères et/ou anémophiles qui proviennent d'un enrichissement secondaire (Louveaux et al., 1970; Paradkar & Irudayaraj, 2001).

1.4.2.2. L'enrichissement secondaire :

Il est observé dans la ruche durant le processus de réception et de stockage du miel dans les alvéoles avant operculation par la cire. Cet enrichissement est dû au pollen ramené par les butineuses dans leurs pattes ainsi qu'à celui ramené par le vent notamment celui des plantes anémophiles (plantes chez lesquelles la pollinisation est effectuée par le vent) qui peuvent se coller dans les cadres de miel en cours d'élaboration. (Raven et al., 2007).

L'enrichissement secondaire est en fait une sorte de contamination du miel par des pollens dits non marqueurs en raison de leur absence dans le nectar (Antinelli et al., 2001). Cette contamination est dépendante ; entre-autre ; de la force de la miellée. En effet, avec une miellée forte les abeilles en profitent pour en produire plus de miel, elles emmagasinent le miel donc rapidement sans avoir à le travailler longuement, on obtient un miel faiblement contaminé dans ce cas. Par contre avec une faible miellée, les abeilles auront assez de temps pour produire le miel, la contamination se trouve accrue et l'enrichissement secondaire augmente (Antinelli et al., 2001; Bakier, 2007; Ball, 2007; Donnadiou, 1984).

1.4.2.3. L'enrichissement tertiaire :

Il est dû aux différentes étapes de récolte du miel effectuées par l'apiculteur, à savoir : la désoperculation, l'extraction, la filtration et la maturation. C'est aussi une sorte de contamination du miel par des pollens qui peuvent provenir soit :

- Du couteau à désoperculer lors de son passage sur les cadres contenant les cellules de pollen.
- De l'extraction par centrifugation : Cette technique est utilisée par les apiculteurs afin de réutiliser les cadres de cire dans une nouvelle récolte en faisant ainsi gagner du temps aux abeilles en évitant l'étirement d'une nouvelle cire pour la formation des cellules à miel. Les cadres déjà utilisés gardent toujours des grains de pollen de l'ancienne récolte et contaminent ainsi la nouvelle production de miel.
- De la filtration du miel : la filtration se fait par le biais de toiles en nylon ou métalliques qui sont placées à la sortie de l'extracteur, ces toiles gardent aussi des grains de pollen d'une filtration précédente enrichissant ainsi le miel en pollen tertiaire.
- De la maturation du miel : durant cette étape le miel décante et les particules grossières remontent à la surface dont les fragments de cellules qui contiennent du pollen. Cependant, les grains de pollen isolés ayant un petit diamètre remontent lentement et peuvent rester au fond du miel. En réalité, l'étape de la maturation influe peu sur la richesse du miel en pollen tertiaire sauf si les apiculteurs utilisent les cadres du corps de la ruche pour l'extraction du miel. (Antinelli et al., 2001; Bakier, 2007).

Tout comme l'enrichissement secondaire, les pollens incorporés durant les étapes de récolte de miel sont aussi dits non-marqueurs puisqu'ils ne proviennent pas de la fleur source.

1.4.2.4. Les Méthodes de méliissopalynologie

Globalement, le principe de la méthode consiste en une concentration d'éléments microscopiques contenus dans le miel dans un volume très faible (de l'ordre de quelques microlitres) au moyen d'une centrifugation. Ces éléments consistent en grains de pollens essentiellement, en plus de spores de champignons, d'algues, de levures et de grains d'amidon. Après rejet du surnageant, le culot récupéré est utilisé pour confectionner des lames dont l'analyse microscopique révèle plusieurs informations sur le miel, notamment son origine botanique et géographique, son mode d'extraction et son degré de filtration (via l'identification et le dénombrement des pollens et les indicateurs de miellat), ses conditions de stockage (par l'analyse des levures) ainsi que la possibilité de sa souillure par analyse des grains d'amidon, de poussière et de suie (Lobreau-Callen et al., 1999; Schweitzer, 2005b).

Deux méthodes sont proposées pour effectuer la méliissopalynologie, à savoir la méthode classique et la méthode d'acétolyse.

A. Méthode classique

Proposée par la Commission Internationale de Botanique Apicole ; cette méthode se base sur la technique suivante :

Dix grammes de miel sont dissouts dans une solution d'eau chaude (< 40°C) et centrifugé ensuite à 3000 tours/mn pendant 10mn. Le culot est transmis sur une lame et mis à séchage (< 40°C), après séchage, la préparation est lutée au baume du Canada (Louveaux et al., 1977). Une solution étendue d'eau acidulée à mesure de 5g d'acide sulfurique concentré par litre d'eau distillée est recommandée en cas de miels riches en colloïdes, afin de permettre leur dissolution en grande partie et de les éliminer avec la fraction liquide. Avec cette technique, les

préparations obtenues présentent deux principaux défauts à savoir le manque de clarté rendant les observations difficiles et la mauvaise conservation de ces préparations (Louveaux et al., 1977).

B. Méthode d'acétolyse

Mise au point par Erdtman (Gadbin, 1979), la méthode de l'acétolyse se base sur la déshydratation du matériel par l'acide acétique pur, le traitement au bain-marie du matériel dans un mélange de 9 volumes d'anhydride acétique et d'un volume d'acide sulfurique et les lavages multiples par centrifugation. A l'inverse de la méthode classique, l'acétolyse permet une observation claire des structures de la paroi pollinique facilitant ainsi la détermination des formes polliniques et l'identification des taxons inconnus et douteux (Louveaux, 1958).

L'acétolyse permet aussi une bonne conservation des préparations. Sauf qu'à défaut du temps long que cette méthode requiert en plus de pertes d'éléments accessoires (levures, algues, fragments d'insectes) qui sont intéressants pour l'étude du miel, cette méthode fût exclue par (Vorwohl, 1967). A cet effet, la Commission Internationale de Botanique Apicole de l'U.I.S.B. ne mentionnait l'acétolyse comme méthode de méliissopalynologie qu'en 1970. Cependant, l'intérêt que porte cette méthode dans les analyses palynologiques a rendu son application nécessaire (Louveaux, 1958).

La méliissopalynologie peut être qualitative ou quantitative. L'analyse qualitative elle-même peut être sommaire ou complète. Le but de l'analyse qualitative est d'établir le spectre pollinique d'un échantillon de miel en identifiant de façon la plus exhaustive que possible les grains de pollen et les éléments caractéristiques (analyse sommaire) ainsi que la fréquence relative pour chaque taxon (analyse complète). Les fréquences représentent un rapport entre les grains de pollen d'un taxon identifié et le nombre total de grains comptés. Selon (Von Der Ohe et al., 2004) il est important d'effectuer un comptage de 200 à 1000 grains pour pouvoir établir des fréquences relatives correctes.

Ces pollens seront ensuite classés selon la classification de Zander en pollens dominants, pollens d'accompagnements et pollens isolés importants et isolés rares.

L'analyse quantitative ou la densité pollinique concerne le comptage de tous les grains de pollens présents dans 10 g de miel (exprimé PK/10g), cette méthode initialement introduite par Maurizio, a été ensuite reprise par Bakier (2007); Louveaux et al. (1978); Louveaux et al. (1970, 1977), (Von Der Ohe et al., 2004) et Ramos & Ferreras (2006).

Ainsi, selon la densité pollinique, (Louveaux et al., 1977) ont établi cinq groupes de classification pour le miel :

- Groupe I : représente les miels extrêmement pauvres en pollens, la densité étant inférieure à 20 000 grains par 10 g de miels, cas des miels de robinier (*Robinia pseudacacia*), de lavandin (*Lavandula vera* et *Lavandula latifolia*), de tilleul (*Tilia cordata*), d'oranger (*Citrus sp*), de luzerne (*Medicago sativa*).
- Le groupe II : comporte les miels à densité pollinique comprise entre 20 000 et 100 000 grains par 10 g de miel, cas de la plupart des plantes mellifères.
- Groupe III : renferme les miels dont la densité pollinique est comprise entre 100 000 et 500 000 grains par 10 g de miel.
- Groupe IV : renferme les miels dont la densité pollinique est comprise entre 500 000 - 1 000 000
- Groupe V : ont des densités polliniques supérieures à 1 000 000.

Suite à cela et pour attribuer les miels mono-floraux à leur origine botanique, un minimum de taux polliniques a été déterminé. Ainsi, les miels faisant partie du groupe I (dont la densité pollinique est faible) des pourcentages de 10- 20% ont été établis pour les miels de citrus et de lavande, de 20- 30 % pour les miels de tilleul et de salvia et plus que 30% pour ceux de robinier et de la luzerne. Par contre pour les miels des groupes III à IV, le pourcentage pollinique doit être supérieur à 90%. Dans le cas des autres miels, un pourcentage pollinique de plus que 45% doit être déterminé pour considérer le miel comme mono floral (Persano Oddo et al., 1995).

1.4.3. L'analyse organoleptique

L'analyse organoleptique ou sensorielle, est une discipline qui s'intéresse à la description des caractéristiques d'un produit (odeur, couleur, goût, toucher et bruit) perceptibles par les différents organes sensoriels. L'analyse sensorielle pour le miel trouve ses débuts en 1979 avec les travaux de (Gonnet & Vache, 1985) qui se sont inspiré des techniques utilisées pour l'évaluation de la qualité organoleptique des vins. Leur méthodologie a été ensuite améliorée et adoptée par l'IHC en 2004 après avoir harmonisé les méthodes sur la base des normes ISO relatives aux analyses sensorielles (Piana et al., 2004). Ainsi, la technique d'évaluation sensorielle des miels repose sur une méthode de dégustation déterminée, un vocabulaire et des formulaires spécifiques et des panels formés (Persano Oddo et al., 1999).

L'intérêt de l'analyse organoleptique réside dans sa possibilité à distinguer les origines botaniques des miels et à détecter certains de leurs défauts tels que les odeurs exogènes, la fermentation et les impuretés, voir même confirmer une appellation (Gout & Jardel, 1998; INAO., 2008; Persano Oddo et al., 1999).

L'analyse organoleptique des miels repose sur les caractères visuels, olfactifs, gustatifs et tactiles qui diffèrent d'un miel à un autre selon leurs origines (JORA, 2013). La sensation visuelle se définit par l'appréciation de la couleur (d'une importance commerciale, en générale exprimée en mm sur échelle Pfund) (Bogdanov et al., 1999), de la propreté (absence de débris d'abeilles ou de cire, etc...), de l'homogénéité (absence de séparation de phases dans le miel) et de la cristallisation (ex : cristallisation complète ou partielle, cristallisation en feutrage, fine ou grossière, etc...) (Declerck, 1998).

La sensation olfactive se décline en l'appréciation des odeurs et arômes émanant des molécules volatiles qui sont perçues par voie nasale pour les odeurs et rétro-nasale pour les arômes (Ricciardelli d'Albore). La sensation olfactive est très difficile à étudier, pour cette raison, les arômes du miel n'ont pas encore été étudiés de manière exhaustive, des études récentes ont permis d'identifier une centaine de molécules volatiles dans les miels (Gonnet, 1995) sans que cela puisse aider à identifier les substances responsables d'arômes spécifiques de certains miels. Cependant, (Castro-vázquez et al., 2008; Persano Oddo & Piro, 2004) ont suggéré le méthyl-antranilate comme précurseur de l'arôme spécifique du miel des Citrus, et le formaldéhyde et l'acétaldéhyde dans les miels de colza et de trèfle.

La sensation gustative : Les 4 saveurs fondamentales de base sont : l'acidité, l'amertume, le salé et le sucré (Ricciardelli d'Albore). Ce dernier est plus ressenti en miel, la saveur sucrée provient du pouvoir sucrant du fructose (le composant sucré majeur du miel). Les saveurs acide et amère sont moins prononcées mais peuvent diminuer le goût sucré dans certains miels, à l'exemple des miels de châtaignier et d'arbousier connus pour leur amertume. Ferreres et al. (1994b); Persano Oddo et al. (1990) citent que le goût du miel dépend de sa composition notamment en phénols et en terpènes. Les miels précités voient leur amertume positivement proportionnelle avec leur composition en phénols. Par contre la faible teneur du miel en

minéraux rend la saveur salée inaperçue. Cependant certains défauts présents dans le miel ou certaines pratiques apicoles peuvent influencer son goût et l'altérer telles que la fermentation, l'enfumage et l'utilisation de certains produits chimiques pour lutter contre le *Varroa destructor* tels que les acides organiques et les huiles essentielles (Bogdanov, 2009b).

Les sensations tactiles : elles reposent sur une action mécanique au moyen des lèvres, de la gencive, du palais et de la langue. Généralement, pour un miel on cherche à apprécier le type de cristallisation (granulation fine ou grossière) (Schweitzer, 2007).

L'analyse sensorielle s'avère fondamentale dans la description des miels mono-floraux et dans l'accompagnement des procédures de reconnaissance d'une qualité spécifique aux miels telle que l'AOC/AOP. Quoique cette analyse soit complexe et difficile en raison de la particularité de chaque type de miel même celui provenant de la même source botanique. Les travaux de (Gonnet & Vache, 1985; Persano Oddo & Piro, 2004) ont permis d'élaborer une méthodologie de description des miels mono floraux. Il y a eu ensuite le concours de CARI en 1998 qui avait sélectionné un vocabulaire précis représenté par un schémas appelé roue des odeurs, cette dernière est divisée en :

- 7 principales classes de perceptions sensorielles : frais, floral et fruit frais, boisé, chimique, chauffé, fermenté, végétal.
- 19 sous-classes : rafraichissant, zest d'agrumes, floral, fruité, végétal sec, résineux, épicé, pétrochimique, médicamenteux, brûlé, de fruit cuit, caramélisé, doux, piquant, animal, moisi, soufré, plante verte, plante séchée.

De ces sous-classes émanent des notes aromatiques plus précises mentionnées comme exemples à utiliser. Ainsi pour expliquer au mieux l'arôme rafraichissant les termes « menthe, graines d'anis, eucalyptus » sont proposés (figure 4).

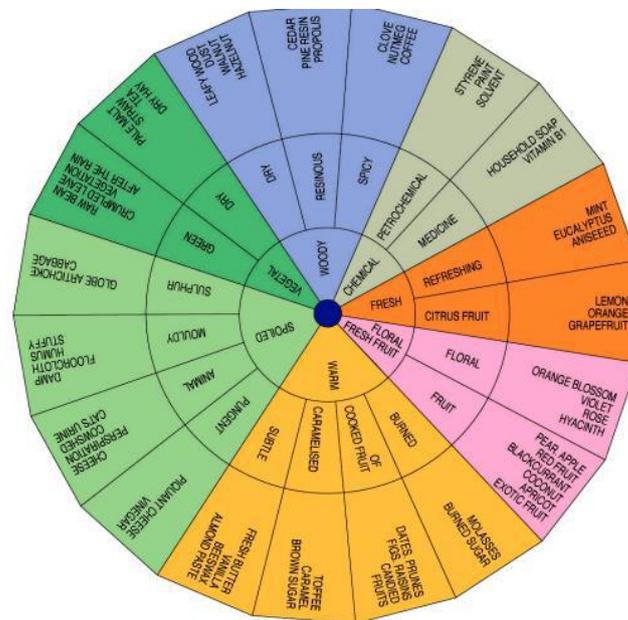


Figure 4: Roue des arômes des miels (Piana et al., 2004)

En utilisant cette roue, les dégustateurs peuvent définir les attributs organoleptiques d'un miel particulier et avec une grille d'évaluation, ils peuvent quantifier les sensations perçues sur une échelle (le CARI propose une grille d'évaluation proposée basée sur une échelle à 9 points qui regroupe 3 niveaux : faible, moyen et fort, chaque niveau est subdivisé en trois

parties. L'absence d'odeur équivaut à 0), pour finalement arriver à décrire le profil organoleptique sous forme de schémas ou fiche d'identification. Il est cependant, important de noter que la méthode n'est reproductible qu'avec un panel de dégustateurs formés et professionnels (Persano Oddo et al., 1999).

1.5. Normes internationales et mentions de valorisation des miels de qualité

Globalement, la qualité du miel se définit par la présentation d'un produit sain, élaboré, récolté et conditionné dans de bonnes pratiques de production, d'hygiène et de conservation. Le respect de ces bonnes pratiques permet au miel de garder ses caractéristiques initiales tout en les conservant longtemps autant que possible. Aussi, le miel doit être exempt de tout ajout d'ingrédients alimentaires ou d'adultérant et exempts d'odeur, de goût ou de saveur étrangère et désagréable. L'élimination des constituants du miel (tel que le pollen) n'est pas autorisée sauf en cas inévitables (récolte de miel par filtration ou élimination de matières étrangères). Le miel ne doit pas présenter une fermentation ou une effervescence. Les résidus d'antibiotiques, de produits vétérinaires, de pesticides, de métaux lourds ou de polluants ; n'y doivent pas être présents ou être présents à des taux trop minimes (Codex Alimentarius, 2001; Tyssier, 2005).

Le (Codex Alimentarius, 2001) et la communauté Européenne (Council Directive, 2002) ont tous deux établis des seuils pour les critères de qualité qui sont révisés en permanence (voir Tableau 6). Ces critères servent de références normatives pour les échanges commerciaux au niveau international et au niveau intra/extra Européen respectivement.

En 1990, il y a eu la fondation d'une commission internationale du miel (IHC) ; sous la supervision de Bogdanov S. ; afin d'harmoniser les méthodes d'analyse et de proposer de nouvelles normes pour le miel. De cette commission, il en résulte la publication des méthodes d'analyses pour la caractérisation et le contrôle de la qualité des miels par Bogdanov et al. (1997b).

Cependant, ces deux législations sont moins exigeantes quant à l'identification des miels. Certes, elles établissent des seuils pour des critères de qualité globale dans le but de gérer la commercialisation mondiale des miels mais elles fragilisent les composantes de leur image (origine botanique et géographique, caractéristiques organoleptiques particulières, typicité). Dans le souci donc de mieux identifier les miels, il serait judicieux de s'intéresser aux mentions valorisantes qui soient en lien avec les notions d'authenticité et/ou aux spécificités liées à l'origine botanique et/ou géographique. Yin yang miel de corse

Ainsi, en Europe, une approche de qualité basée sur la définition de la valeur du produit (dont entre-autres le miel) liée à sa zone de production (origine géographique) est apparue. Le dispositif Européen repose sur 4 signes officiels :

Appellation d'origine protégée (AOP) : Régie par le règlement (CE) N°510/2006 du Conseil du 20 mars 2006 relatif à la protection des indications géographiques et des appellations d'origine des produits agricoles et des denrées alimentaires (CE, 2006a). Ce signe désigne un produit dont la qualité est due à une zone géographique ou un terroir délimité où a eu lieu sa production, sa transformation et son élaboration. Dans lequel interviennent des facteurs humains (savoir-faire particulier), naturels (nature du sol, altitude, etc ...) et climatiques (pluviométrie, température, humidité, etc...) qui confèrent tous ensembles les caractéristiques typiques au produit.

Indication géographique protégée (IGP) : elle relève du même règlement communautaire que l'AOP, le règlement (CE) N°510/2006 (CE, 2006a). Ce signe désigne aussi un produit dont la qualité ou la réputation est due à une zone géographique ou un terroir délimité où a eu lieu au moins une des étapes de son élaboration (production, transformation ou élaboration).

Agriculture biologique (AB) : Reconnu la première fois officiellement en France par la loi d'orientation agricole de 1980, puis, au niveau européen, par le règlement de 1991, complété en 1999 et révisé en juin 2007(CE, 2007). Ce signe désigne un mode de production et de transformation respectueux des équilibres écologiques et du bien-être de l'animal. Il se distingue par le recyclage des matières organiques, la lutte biologique et la prohibition de l'utilisation de produits chimiques de synthèse.

Spécialité traditionnelle garantie (STG) : Régie par le règlement communautaire (CE) N°509/2006 du Conseil du 20 mars 2006 relatif aux spécialités traditionnelles garanties des produits agricoles et des denrées alimentaires (CE, 2006b). Ce signe désigne un produit ayant un caractère traditionnel (matières premières traditionnelles ou mode de production/transformation traditionnelle) sans lien avec son origine géographique.

Le dispositif Français s'articule avec le dispositif Européen mis en place en 1991 et 1992. Bien qu'il soit profondément modifié par la loi d'orientation agricole du 5 janvier 2006. Il en ressort donc les mêmes signes officiels suscités ; à l'exception de l'AOP qui trouve son équivalent Français en AOC avec la même définition sauf que celui-ci couvre des produits non couverts au niveau Européen à l'exemple des produits de forêt. Vient s'ajouter à ces signes, un signe particulièrement français qui est le label rouge.

Label rouge (LR) : Reconnu par la loi d'orientation agricole du 5 août 1960, ce signe s'intéresse à la qualité gustative du produit, il garantit la supériorité de cette qualité comparativement à un produit courant similaire. Des profils sensoriels et des tests organoleptiques doivent être réalisés et actualisés pour attester de cette supériorité.

A noter que ces démarches de qualité font objet de procédures de contrôles par des organismes certificateurs indépendants et agréés par les pouvoirs publics (INAO).

Les miels de Corse et de Sapin des Vosges sont parmi les produits de terroir Français qui ont bénéficié d'une reconnaissance officielle de qualité en AOC, par contre les miels d'Alsaces, de Cévennes et de Provence ont bénéficié d'une reconnaissance officielle de qualité en IGP. Les miels de lavande, et de toutes fleurs de Provence bénéficient aussi d'une reconnaissance de qualité en LR.

D'autres modes de valorisation existent aussi au niveau Français, on distingue ainsi : les mentions valorisantes ; produit fermier, produit de montagne, produit-pays qui reposent sur la détermination de caractéristique spécifique liée au mode de production du produit ; et la certification de produits qui atteste que le produit est conforme à des règles de fabrication particulières.

A l'instar de la France et de l'union Européenne, l'Algérie aussi s'est vue dotée d'un dispositif national pour la reconnaissance de la qualité des produits de terroir. En 2008, la loi n°8-16, du 3 août 2008 portant orientation agricole fût promulguée afin d'améliorer la sécurité alimentaire du pays et valoriser ses fonctions économiques, environnementales et sociales (JORA, 2008). Elle prévoit la mise en place d'un système de qualité des produits agricoles et d'origine agricole, par quelques signes distinctifs de qualité : l'indication géographique, l'appellation d'origine, le label agricole et l'agriculture biologique.

Appellation d'origine : Signe attestant que la qualité d'un produit agricole ayant des caractéristiques ou une réputation est due exclusivement à une zone géographique ou une

localité dans laquelle interviennent des facteurs humains et naturels et dont la production, la transformation et la préparation ont lieu dans l'aire géographique délimitée.

Indication géographique : Signe servant à identifier un produit comme étant originaire d'un territoire, d'une région ou d'une localité, ayant une qualité, une réputation ou toute autre caractéristique déterminée attribuée essentiellement à cette origine géographique et qu'au moins l'une des étapes de son élaboration a eu lieu dans le lieu déterminé.

Label agricole : Signe attestant qu'un produit possède des qualités et des caractéristiques spécifiques sans qu'il y ait lien avec un territoire ou une zone géographique déterminé.

Agriculture biologique : Ce signe est relatif aux modes de production biologique, interdisant l'utilisation de produits chimiques de synthèse et assurant la protection de l'environnement.

En 2013, un décret exécutif n°13-260 du 7 juillet 2013 est apparu fixant le système de qualité des produits agricoles ou d'origine agricole et définit les principaux acteurs du système et leurs rôles. Le système est organisé en quatre instances : un comité national de labellisation, un secrétariat permanent, des sous-comités spécialisés et des organismes de certification (JORA, 2013).

Les objectifs stratégiques de ce système s'articulent sur trois axes :

- Lutter contre la dévitalisation rurale en maintenant le tissu local, en valorisant les savoir-faire et les bassins de productions agricoles traditionnels et en maintenant une agriculture durable notamment dans les zones défavorisées.
- Protéger les producteurs et les consommateurs en valorisant et en protégeant la démarche volontaire des producteurs, en informant le consommateur sur l'origine ou la qualité du produit (provenance, mode de fabrication, contrôles réalisés) et notamment en protégeant les produits surtout du terroir contre les usurpations et imitations par les signes distinctifs de qualité.
- Valoriser au plan économique les produits concernés en assurant une meilleure pénétration et segmentation des marchés et une meilleure exportation des produits, par la diversification des produits et du goût et la garantir de l'origine et de leur qualité, et en luttant contre la concurrence déloyale et la fraude

Trois produits de terroir sont donc reconnus en IG jusqu'à maintenant à savoir les dattes Deglet nour de Tolga, les figes sèches de béni Maouche et le fromage Bouhezza (tous bénéficiant d'une IG). D'autres produits sont en cours de reconnaissance dont les miels d'Idough (Wilaya de Annaba) et de Chechar (Wilaya de Khenchla).

Chapitre II

Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

Le miel comme tout produit de la ruche a l'image d'être un produit sain, nutritif, à plusieurs vertus thérapeutiques. Sauf que les mauvaises pratiques apicoles appliquées dans la production du miel et les conditions d'ambiance environnantes peuvent nuire à cette belle image par effet de contamination. Les contaminations dues aux mauvaises pratiques apicoles peuvent être des résidus de produits vétérinaires utilisés contre le varroa et la fausse teigne, des résidus d'antibiotiques utilisés pour lutter contre les loques Américaines et Européennes ainsi que des résidus des produits expulsifs utilisés pendant la récolte du miel. Par contre, les contaminations environnementales s'articulent autour des résidus de pesticides, de métaux lourds, d'activités radioactives, de bactéries et de molécules génétiquement modifiées.

Les modes de contamination sont diverses. L'air, le sol, l'eau et les plantes sont les voies principales qui peuvent véhiculer les différents contaminants vers la matière première du miel (nectar, pollen, miellat).

2.1. Contaminations liées aux pratiques apicoles :

Si les contaminants issus de l'environnement sont considérés comme source de contamination indirecte, ceux issus des pratiques apicoles sont en revanche considérés comme source de contamination directe du miel. Dans le souci de maintenir les colonies fortes et résistantes aux maladies, les apiculteurs ont souvent recours à l'utilisation de produits chimiques pour lutter contre les maladies pouvant affaiblir les colonies d'abeilles. On distingue dans ce sens deux types de médicaments, ceux destinés à lutter contre le *Varroa destructor*, acarien parasitant les abeilles, et les antibiotiques destinés pour lutter contre les maladies bactériennes. L'usage irrationnel et le non-respect des modes d'admission et de contre-indication de ces traitements entraîne la contamination des matrices apicoles y compris le miel (Wallner, 1999).

2.1.1 Les acaricides

Le *Varroa destructor* est l'ennemi redoutable des abeilles, il se nourrit de leur hémolymphe, les rendant ainsi vulnérables et tout en les blessant il ouvre la voie aux infections secondaires. A cet effet, plusieurs acaricides sont utilisés pour lutter contre la varroose tels que l'amitrazé, le coumaphos, le bromopropylate, le tau-fluvalinate et la fluméthrine (Frazier et al., 2008; Wallner, 1999). Ces produits sont en fait synthétiques et pas suffisamment efficaces. Comme ils sont lipophiles ils s'accumulent dans la cire et graduellement dans le miel pouvant provoquer une toxicité pour les consommateurs (Bogdanov, 2006; Bogdanov et al., 1998b; Martel et al., 2007; Wallner, 1999). A cet effet, ils sont interdits d'utilisation dans l'UE (Council Regulation (EU) No. 485/2013, 2013) à l'exception du tau-fluvalinate (Apistan®) et l'amitrazé (Apivar®) avec des LMR de 100 et 200 µg/kg de miel respectivement chacun.

Il existe aussi des acaricides naturels non toxiques tels que les acides organiques (acide oxalique et formique) qui font partie de la composition du miel et les composés d'huiles essentielles (thymol) (Bogdanov, 2006; Wallner, 1999). L'innocuité de ces substances encouragent les apiculteurs à les utiliser d'avantage, sauf que le goût du miel pourrait être altéré par une utilisation excessive de ces produits. Selon Bogdanov et al. (2002) la concentration des résidus de l'acide formique à partir de laquelle le goût du miel pourrait être altéré est de 300mg/kg. Cependant, il est rare d'atteindre une telle valeur sauf en cas de traitements en période de miellée. Le même cas est observé pour le thymol si la concentration de ses résidus atteint 1,1 mg/kg et ce pour les miels issus de ruches traitées sur une longue période (Bogdanov et al., 1998a).

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

Les méthodes de détection de ces substances se basent sur une extraction en phase solide puis séparation par chromatographie phase gazeuse (GC) ou HPLC et détection par masse spectrométrie (MS), par détecteur à capture d'électron (ECD) ou par détecteur azote phosphore (NPD). La combinaison de GC/MS semble être la meilleure entre les différentes méthodes. Le seuil de détection oscille entre 1 et 10 ppb (Bogdanov et al., 1998b).

2.1.2 Antibiotiques

Les antibiotiques se divisent en bactériostatiques et bactéricides, les premiers agissent sur les bactéries en inhibant leur multiplication et les seconds en tuant carrément les bactéries. Les résidus d'antibiotiques peuvent être présents dans le miel du fait du traitement des ruches contre les loques (américaine et européenne) et la nosébose qui sont responsables de la perte importante des abeilles. Les effets néfastes de ces résidus sur la santé des consommateurs se manifestent de deux façons : développement d'antibiorésistance ou provocation de toxicité en cas de niveaux élevés de ces résidus. L'analyse des résidus d'antibiotiques ; pour certains miels ; a révélé la présence de sept familles d'antibiotiques à savoir : les tétracyclines, les aminoglycosides, les macrolides, les beta-lactamines, les sulfonamides, les amphénicolés et les métabolites du nitrofurane. Sachant bien que le chloramphénicol et les nitrofuranes sont des substances très toxiques et sont à cet effet strictement interdites en UE (Council Regulation (EU) No. 37/2010, 2009) et même dans un grand nombre de pays dans le monde.

A échelle internationale et Européenne et en raison de l'absence de LMR (Council Regulation (EU) No. 37/2010, 2009) dans les matrices apicoles notamment le miel, l'utilisation d'antibiotiques et la présence de leurs résidus dans le miel ne sont pas autorisés. A cet effet, plusieurs pays dans le monde (le Canada (FDR, 2005), la Belgique (AFSSA, 2016), l'Inde (EIC, 2015), l'Australie (APVMA, 2015) et la Suisse (DFI, 2005) se sont fixés des LMR en se référant aux limites de quantification des techniques (LOQ) ou limites de détection (LOD) utilisées pour la détection des résidus (DGAL, 2015). Ces LMR représentent les valeurs de références (VR) pour lesquelles les résidus d'antibiotiques dans le miel sont comparés et jugés conformes ou non conformes avant leur commercialisation sur le territoire Européen. (Commission Européenne, 2011). En France par exemple, ces valeurs sont de 10 µg/kg pour les tétracyclines, les sulfamides et la streptomycine et de 15 µg/kg pour la tylosine (DGAL, 2015; Reybroeck et al., 2012).

Par comparaison aux LMR établies pour d'autres produits d'origine animale, la majorité des résidus d'antibiotiques retrouvés dans le miel sont très inférieurs, suggérant ainsi que les résidus retrouvés dans le miel ne forment réellement pas un danger de santé publique, (Bogdanov, 2006) d'autant plus que le mode de consommation du miel fait que ceux-là ne participent que faiblement à la dose journalière ingérée (AFSSA, 2002).

En principe, l'application d'antibiotiques dans les ruches de façon conforme à leur posologie et le respect des contre-indications ; tel que ne pas les utiliser en période de miellée ; ne devraient pas poser de risque de résidus dans le miel (Faucon et al., 2002). C'est en fait le manque de médicaments autorisés pour lutter contre les maladies apicoles qui poussent les apiculteurs à utiliser des antibiotiques destinés aux autres espèces ou des produits sans AMM de façon extemporanée et illégale.

Il est important de signaler que dans une démarche de qualité, la présence de résidus d'antibiotiques dans le miel nuit à l'image de cette qualité (Bogdanov, 2006; Faucon et al., 2002). Dans une étude réalisée par (Martel et al.) en 2007, il a été enregistré des échantillons contenant des résidus de tétracycline à des teneurs élevées pour des miels qui ont participé à

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

des concours et qui ont été même primés (Martel et al., 2009). C'est pourquoi que dans la réalisation de concours, il faut prêter attention à cet aspect et procéder aux analyses nécessaires pour les miels participants.

Les méthodes de détection des résidus d'antibiotiques sont diverses. On distingue deux étapes :

- D'abord un dépistage par une méthode microbiologique (Delvotest®/Premi®test), immunologique (Charm test) ou physico-chimique. Ces méthodes sont qualitatives, elles permettent de séparer les échantillons positifs de ceux qui sont négatifs. Les échantillons positifs sont ensuite confirmés dans la deuxième étape.
- Ensuite une deuxième étape qui consiste en une confirmation de la présence de l'antibiotique par méthodes immuno-enzymatique à l'exemple de l'ELISA (Enzyme Linked Immuno Sorbent Assay) qui est une méthode semi-quantitative (Delepine et al., 2002) ou physico-chimique effectuée par chromatographie liquide couplée soit à la détection UV, à la fluorimétrie ou à la spectrométrie de masse (Guillemot, 2006).

2.1.3 Autres contaminations liées aux pratiques apicoles

Les apiculteurs se retrouvent toujours face à des problèmes de maintien et de protection des ruches et des colonies d'abeilles pour lesquelles ils tentent plusieurs méthodes de protection et de lutte. A l'exemple de la fausse teigne (grande et petite fausse teigne) un lépidoptère qui se nourrit des rayons de cires des cadres causant ainsi des dégâts d'ordre matériel quand les conditions lui sont favorables (colonies faibles ou stockage des cadres des ruches en périodes hors miellée). Pour lutter contre cet insecte, les apiculteurs utilisent des produits chimiques tels que le paradichlorobenzène qui est potentiellement cancérigène et retrouvé dans la cire et le miel (exemple miel suisse pour lequel des teneurs de plus de 10µg/kg ont été retrouvées) ou du naphthalène également retrouvé dans le miel (Bogdanov, 2006).

Autres types de contamination proviennent aussi par les apiculteurs qui par méconnaissance peuvent contaminer le miel par : le *Clostridium botulinum* lors de la manipulation des cadres en les posant sur sol aux moments des visites des colonies ou en utilisant des peintures protectrices du bois de la ruche contenant des insecticides ou des fongicides capables de contaminer le miel (Bogdanov, 2006) et enfin en utilisant un matériel d'extraction non conforme aux normes sanitaires (Becker, 2005).

2.2 Contamination liée à l'environnement :

2.2.1 Pesticides

Il est entendu par pesticides : les molécules actives permettant de lutter par prévention, par contrôle ou par élimination de tout organisme (plantes, champignons, animaux) considéré ennemi des cultures. Selon l'organisme ciblé, nous retrouvons différentes catégories de pesticides : les insecticides, les herbicides, les acaricides, les fongicides, les rodenticides, ... La liste des pesticides autorisés sur le marché étant très longue (EU Pesticides database, 2024).

Pour lutter contre les insectes nuisibles aux récoltes, les agriculteurs utilisent des insecticides. Comme ils sont très stables, leurs résidus persistent dans l'environnement et peuvent aussi s'accumuler dans les plantes à partir de sols pollués (Panseri et al., 2014). A cet effet, ils sont suspectés par les apiculteurs de causer des intoxications aux abeilles. Les familles d'insecticides utilisés en agriculture et qui font objet de recherche dans les matrices apicoles sont : les organochlorés, les organophosphorés, les carbamates, et les néonicotinoïdes (Osborne, 2012; Whitehorn et al., 2012).

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

Selon Bogdanov (2006), la majorité des pesticides détectés dans les miels sont des organochlorés. Les valeurs obtenues sont ; pour la plupart des échantillons analysés ; inférieures à 0,5 mg/kg. Les habitudes alimentaires en relation à la consommation du miel font que celui-ci ne participe que de manière minimale à la dose journalière de pesticides ingérée comparativement aux autres aliments.

Le fluvalinate, acaricide utilisé contre l'acarien *Varroa jacobsoni* dans la ruche, est aussi utilisé contre les acariens et les insectes infectant les végétaux. En raison de son innocuité envers les abeilles, cet acaricide peut être utilisé dans le traitement des arbres fruitiers même en pleine miellée à condition de respecter les dosés recommandées. Dans une étude publiée par Haouar et al. (1990) il a été enregistré ; dans les échantillons de miel analysés ; des valeurs de contamination par le fluvalinate ne dépassant pas le seuil de détection de 2 µg/kg.

Les herbicides bactéricides et fongicides ne font pas beaucoup d'objet de recherche dans le miel malgré leur utilisation importante en agriculture. Cependant, par comparaison avec les autres pesticides, le miel contient plus de fongicides, surtout les fongicides systémiques. (Kubik et al., 1999; Kubik et al., 2000).

Les résidus de pesticides sont relativement faibles dans le miel pour essentiellement trois raisons à savoir : l'effet de filtration de ces substances par les abeilles (parfois d'un facteur 1000). La décomposition des molécules de pesticides (nouvellement élaborées) après usage et donc ne se retrouvent pas dans les miels. Enfin, les pesticides sont caractérisés par une lipophilie, à l'exception de certaines molécules de la famille des carbamates qui sont hydrosolubles (Bourg, 2006; Keck, 1998), leur accumulation est plus accrue dans la cire et la propolis que dans le miel. Le degré de contamination dans la matrice apicole suit l'ordre décroissant suivant : propolis > cire > pollen > miel (Johnson et al., 2013).

A échelle nationale, l'Algérie ne possède pas de réglementation concernant la fixation des LMR pour les résidus phytosanitaires et médicaments. Alors qu'à échelle internationale, les deux organisations FAO (Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture) et OMS (Organisation mondiale de la Santé) ont établi ; conjointement ; ces LMR sur la base du Codex Alimentarius pris pour référence dans les critères internationaux de sécurité alimentaire. Un comité d'experts mixte FAO / OMS composé de scientifiques travaille à l'élaboration des LMR des résidus de pesticides (JMPR). Dans son travail, ce comité s'appuie sur l'analyse des risques et sur les avis scientifiques indépendants fournis par des groupes d'experts organisés par la FAO et l'OMS (Codex Alimentarius, 2015).

Le Codex Alimentarius établit des LMR après l'autorisation et la mise sur le marché du produit et à la demande des industriels. Cette approche est différente de celle de la législation européenne qui exige qu'une LMR soit établie avant de mettre un produit sur le marché.

Les LMR sont établies ; par le Codex Alimentarius ; afin d'aider les pays en développement qui n'ont pas de structures chargées de les déterminer et aussi afin d'encourager le commerce international tout en assurant la sécurité des consommateurs. Les pays exportateurs tels que le Canada, les États-Unis, les pays d'Europe et d'Asie sont les principaux pays concernés.

Ces LMR sont aussi adoptées par l'UE tant qu'elles ne représentent pas de risque sur le consommateur Européen. Cependant pour des raisons de différence d'habitudes alimentaires d'un pays à un autre ou d'une région à une autre en Europe et pour des considérations

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

scientifiques propres à l'UE, cette dernière peut adopter des LMR spécifiques à elle autres que celles du Codex. A l'heure actuelle, aucune LMR n'a été fixée pour le miel et les autres matrices apicoles par le Codex Alimentarius.

A échelle européenne, et en raison de la grande variabilité de la contamination du miel qui elle-même dépend de plusieurs facteurs, les pays Européens ne se sont pas parvenus à harmoniser les LMR pour les pesticides, la plupart des LMR est donc définie sur la base des performances des techniques utilisées et leur seuil de détection qui ; par défaut ; est fixé à 10 µg/kg. Ces limites peuvent changer et évoluer selon l'évolution des techniques d'analyses utilisées. (EU Pesticides database, 2024)

En général, pour éviter les contaminations par les produits phytosanitaires, il est conseillé aux apiculteurs d'installer leurs ruchers de 3km loin des zones traitées (Bogdanov, 2006).

Les méthodes de détection des pesticides sont basées sur deux techniques chromatographiques, la chromatographie en phase gazeuse (CPG) sur colonne capillaire avec détection par MS, NPD, CPD, et la reversed-phase HPLC avec détection par DAD. (Bogdanov et al., 1998a). Les limites de détection pour ces techniques vont de 25 à 200 ppb (Dreyfuss et al., 1994).

2.2.2 Résidus de métaux lourds

Les métaux lourds proviennent généralement des émissions des industries et des moyens de transport. Ils se propagent donc dans l'air et se retrouvent dans l'eau et le sol. Le plomb et le cadmium sont les métaux lourds les plus toxiques, par conséquent, ils sont les plus étudiés (Bogdanov, 2006). L'installation d'un rucher près de zones industrielles, urbaines ou près des circulations routières augmenterait la possibilité de contamination du miel par les résidus de ces polluants. Cependant, le degré de contamination diffère selon les zones géographiques, l'origine florale et les saisons de récolte (Maggid et al., 2015; Mbiri et al., 2011; Rashed et al., 2009).

Le matériel d'extraction et la nature des matériaux d'emballage utilisés sont aussi des sources de contamination du miel par les résidus de métaux lourds (Fredes & Montenegro, 2006)

Les modes de propagation des résidus des métaux lourds font que l'abeille elle-même soit en premier lieu touchée par la contamination. Nombreux sont les auteurs qui ont démontré cet aspect dans leurs recherches, en indiquant que le miel est nettement moins contaminé en plomb que l'abeille (Bogdanov, 2006; Eremia et al., 2010; Mihaly Cozmuta et al., 2012).

Ceci revient au comportement de l'abeille, qui pour récolter la matière première sillonne de façon intensive dans son rayon de butinage. Elle collecte donc ; sur son corps ; les particules qui se trouvent en suspension dans l'air augmentant ainsi son exposition aux différents contaminants (Bogdanov, 2006). Il est aussi avancé que l'abeille filtre les métaux lourds autant qu'elle le fait pour les pesticides. (Devillers & Pham-Delegue, 2002). Elle est donc considérée comme bio-indicateur de pollution de l'environnement par les métaux lourds et beaucoup plus pour le plomb. (Bogdanov, 2006; Bromenshenk et al., 1991; Conti & Botrè, 2001; Devillers & Pham-Delegue, 2002; Özcan & Al Juhaimi, 2012).

La spectrométrie de masse à plasma inductif (ICP-MS) et la spectrométrie d'absorption atomique électrothermique (ETAAS) sont les méthodes les plus utilisées dans l'analyse des résidus de métaux lourds dans le miel, en raison de leur sensibilité supérieure. Il existe aussi d'autres méthodes telles que la spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

(ICP-AES) et la spectrométrie d'absorption ou d'émission atomique à flamme (FAAS, FAES) qui sont préférées pour l'analyse des macro-éléments et certains microéléments (Pohl, 2009; Pohl et al., 2017). Cependant, étant donné que le miel est une matrice complexe contenant de la matière organique, il est nécessaire de procéder à une préparation des échantillons qui permet d'éliminer cette matière sans perdre les éléments à analyser.

2.2.2.1 Plomb

Le plomb est le métal lourd le plus répandu dans l'environnement avec un potentiel de toxicité avéré. En effet, le plomb peut causer une toxicité graduelle et plusieurs complications sur la santé telles que l'insomnie, les maux de tête et les vertiges, l'anémie, la perte de poids et de mémoire, l'irritabilité et la fatigue, des problèmes de réduction des fonctions neurophysiologiques et de troubles sensoriels (Davies et al., 2006).

Comme il est issu des moteurs, le plomb se propage dans l'air et contamine ainsi le nectar et le miellat directement. Le plomb se mélange aussi au sol et pénètre dans les plantes sauf qu'il n'est pas véhiculé par celles-ci. Les taux de concentration du plomb dans le miel sont selon Bogdanov (2006), compris entre 0,001 et 1,4 mg/kg. Depuis l'utilisation de pots catalytiques et d'essence sans plomb, ces valeurs tendent à diminuer.

2.2.2.2 Cadmium

Le cadmium est très utilisé dans les industries de métallurgie et des incinérateurs (Yao et al., 2019), il est de ce fait libéré dans l'environnement. Son absorption par les plantes vient suite à la contamination des sols et de l'eau et donc en conséquence le nectar et le pollen. Cependant une petite proportion de cadmium peut atteindre le miel par l'air surtout si les ruches sont installées près des incinérateurs. Les taux de concentration du cadmium dans le miel sont selon Bogdanov (2006), compris entre 0,001 et 0,113 mg/kg.

Avant 2015, aucune limite maximale de résidus (LMR) n'avait été fixée pour le miel. Le Codex Alimentarius (2001) stipule que le miel ne devrait contenir des métaux lourds qu'à des taux ne présentant pas de risque sur la santé humaine.

L'Union européenne avait proposé des limites de 1,0 mg/kg et 0,1 mg/kg pour le Pb et le Cd respectivement (Bal-Prylypko et al., 2018; Bogdanov, 2006; Bogdanov et al., 2003). Cette limite fût instaurée en 2015 (Commission Regulation (EU), 2015; Squadrone et al., 2020). Elle a aussi fixé une LMR pour le plomb de 0.1 mg/kg pour les miels destinés à la consommation par les enfants et les personnes en besoin diététique spécifique. (Commission Regulation (EU), 2015).

2.2.2.3 Arsenic

L'arsenic provient des usines et industrie non métalliques, mais peut aussi être propagé dans l'air à travers l'utilisation de produits agrochimiques, à l'exemple des fertilisants et des pesticides contenant de l'arsenic. Il se retrouve donc dans l'eau, le sol et finit par être absorbé par les plantes et retrouvé dans le nectar et le miel.

Contrairement aux plomb et cadmium, L'Union européenne n'a pas fixé de LMR pour l'arsenic. (Bal-Prylypko et al., 2018)

2.2.2.4 Mercure, nickel

Peu d'études ont été menées sur ces deux métaux lourds, Toporèak J. et al. (1992) ont rapporté des valeurs allant de 0.05 à 0.212 et de 0.001 mg/kg à 0.003 mg/kg pour le mercure pour des miels provenant de régions contaminées et non contaminées en Slovénie

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

respectivement. Devillers et al. (2002a); Devillers et al. (2002b); Porrini C. et al. (2002) ont tous rapporté des valeurs de 0.004–3.23 mg/kg, < 0.001 mg/kg et 0.09–0.34 mg/kg pour le Ni respectivement. Cependant, il n’y a pas de LMR fixées pour ces deux métaux lourds.

2.2.3 Radioactivité

La contamination par des éléments radioactifs dans le miel peut avoir lieu de façon naturelle (cas de l’isotope ^{40}K) ou accidentelle (cas de l’isotope ^{137}Cs provenant suite à la fameuse catastrophe de Tchernobyl en 1986). Exprimée en Becquerel par kilo (Bq/kg), la contamination par la radioactivité a été retrouvée dans certains miels dans différents pays européens suite à l’incident de Tchernobyl mais les valeurs étaient plus élevées en Ukraine notamment pour l’isotope ^{137}Cs qui a été le plus étudié. Des études plus récentes à l’évènement de Tchernobyl ont montré aussi une contamination des miels par le césium, l’iode et le ruthénium radioactifs (Barišić et al., 1994; Barišić et al., 1992; Barišić et al., 1999; Borawska et al., 2000; Devillers & Pham-Delegue, 2002; Machado De-Melo et al., 2017).

En général, la radioactivité ne présente pas de risque dans le miel, il est cependant important de procéder à l’analyse des miels après n’importe quel incident nucléaire.

2.2.4 Polluants organiques

La combustion incomplète des matières organiques et l’émission thermique résultant de l’activité industrielle comme les incinérateurs sont les principales sources de polluants organiques dans l’environnement notamment les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAPs) (Dong & Lee, 2009). Les résidus de ces polluants peuvent évidemment contaminer le miel et les autres matrices apicoles grâce à leur particularité de se fixer sur les particules suspendues dans l’air, l’eau et les matières organiques (Amiard-Triquet et al., 2011).

Selon le type des HAPs, légers ayant moins de 4 cycles aromatiques ou lourds ayant au-delà de 4 cycles, les HAPs se propagent différemment dans l’environnement. Les premiers se retrouvent dans les végétaux et les animaux et ce sont ceux-là d’ailleurs les plus retrouvés dans l’abeille et le miel (Perugini et al., 2009). Alors que les derniers se retrouvent dans le sol et les racines (Cécile & Guido, 2003; Tao et al., 2004). La contamination par ces substances s’avère encore une fois toucher l’abeille et le pollen plus que le miel (Lambert et al., 2012).

2.2.5 Contamination par les spores de *Clostridium botulinum*

Le miel possède des caractéristiques antimicrobiennes grâce à sa faible activité d’eau, à son pH relativement acide et à sa capacité à produire du peroxyde d’hydrogène, empêchant ainsi le développement bactérien. Le *Clostridium botulinum* par contre pourrait causer un souci quant à la consommation du miel. Cette bactérie est présente dans l’environnement (poussière) et le sol, l’abeille en butinant peut ramener à la ruche les spores de cette bactérie qui sont capables de rester vivantes dans le miel, mais n’y peuvent pas produire de toxine.

Quelques cas d’intoxication au botulisme ont été rapporté chez les bébés qui ont été liés à la consommation du miel. Ce qui a conduit l’association Britannique des importateurs et des emballeurs de miels à prévenir que le miel ne devrait pas être donné aux enfants de moins d’un an. Cependant, le comité scientifique de l’UE est sorti par une conclusion que l’incidence du *Clostridium botulinum* est faible dans le miel (Commission Européenne, 2002).

Chapitre II : Etude bibliographique des polluants et résidus dans le miel

Chapitre III

Matériel et méthodes

3.1 Echantillonnage

86 échantillons de miel (monofloraux et multifloraux), ont été récoltés sur une période de deux ans (2020, 2021) ; auprès des apiculteurs ; pour lesquels l'origine florale et géographique et l'année de leur production ont été renseignés. Les échantillons ont été codés au fur et à mesure de leur obtention au fil des deux années et ont été conservés au réfrigérateur à 4°C le temps d'effectuer les analyses requises.

Le choix des miels sujets d'étude a été fait sur la base de la disponibilité des différents types de miel ; dans le marché et durant l'année ; qui couvrent les différentes régions mellifères Algériennes.

Les échantillons ont été donc collectés sur 23 wilayas représentant le nord (avec les régions Centre, Est et Ouest) et le sud Algériens (avec les régions Steppe et Sahara). Le tableau 8 représente les différentes régions et wilayas et le nombre d'échantillon de miel correspondant.

Tableau 8: Régions, wilayas et nombre d'échantillons de miel collectés

Région	S/Région	Wilayas	Nbre échantillons
Nord Total échantillons : 61	Centre (35 échantillons)	Alger	5
		Blida	10
		Médéa	8
		Tipaza	2
		Chlef	3
		Ain Defla	2
		Tizi Ouzou	3
		Bejaïa	1
	Bouira	1	
Est (17 échantillons)	Jijel	3	
	Annaba	5	
	Skikda	1	
	Mila	3	
	Guelma	1	
	El Taref	3	
Ouest (9 échantillons)	Tiaret	5	
	Mostaganem	4	
Sud Total échantillons : 25	Steppe (12 échantillons)	Djelfa	10
		Mssila	1
		Naama	1
	Sahara (13 échantillons)	El Bayadh	2
		Laghouat	11

Les paramètres d'analyse pris en considération dans notre étude sont les paramètres qui nous permettent de caractériser les miels ; selon leur origine florale et/ou géographique, leur qualité, leur stabilité dans le temps ; et qui permettent aussi d'évaluer leur aspect toxique. Ces paramètres se répartissent donc en : analyse mellissopalynologique, analyse physicochimique (H%, HMF, pH, acidité libre, conductivité électrique, couleur et sucres) et recherche des éléments traces et métaux lourds.

3.2. Analyse melissopalynologique qualitative

3.2.1 Objectif

L'objectif de l'analyse qualitative est d'établir le spectre pollinique du miel et d'identifier l'origine florale en inventoriant les différents taxons présents dans le miel et leur fréquence relative. Cette dernière est exprimée en pourcentage de la quantité de grains de pollen d'un taxon identifié par rapport au nombre total de grains de pollen comptés dans l'échantillon. Selon (Von Der Ohe et al., 2004) pour identifier une fréquence relative correctement, il est nécessaire de compter entre 200 et 1000 grains de pollen (dans notre étude, les fréquences ont été déterminées sur un nombre de 500 grains de pollen). Les pollens sont ensuite répartis en quatre classes de fréquences polliniques :

- « Pollen dominant ou prédominant » (> 45%)
- « Pollen d'accompagnement » (16 – 45%)
- « Pollen isolé important » (3 – 15%)
- « Pollen isolé rare » (< 3%).

On considère une plante mellifère comme une source principale de nectar lorsque le pollen de celle-ci est dominant (>45%). A condition de retirer au préalable les pollens des plantes anémophiles du comptage et que les indicateurs de miellats soient peu nombreux (Louveaux et al., 1970). Le miel est donc considéré comme « monofloral » (Molan, 1998; Von Der Ohe et al., 2004).

Cependant, il existe des particularités pour certains types de pollens pour lesquels leur représentation diffère d'où l'utilisation des notions suivantes :

- Pollen sur-représenté : la fréquence relative en pollen d'une espèce donnée est plus élevée que l'apport réel en nectar correspondant. C'est le cas du miel d'eucalyptus d'Italie (*E. camaldulensis*) ou de châtaignier (*Castanea sativa*) pour lesquels un échantillon est considéré comme « monofloral » lorsque les fréquences relatives en pollen sont supérieures à 90% (Louveaux et al., 1970; Persano Oddo & Piro, 2004).
- Pollen sous-représentés : la fréquence relative en pollen d'une espèce donnée est moins élevée que l'apport réel en nectar correspondant. C'est par exemple le cas du miel de lavandin (*Lavandula spica* x *Lavandula latifolia*) pour lequel la fréquence relative en pollen de ce taxon atteint 10-20%. Le miel de citrus peut aussi avoir un faible pourcentage en pollen correspondant (10 à 20%) pour certaines variétés dont les anthères sont stériles (Louveaux et al., 1970).

Il faut noter que l'analyse pollinique permet aussi d'évaluer la qualité du miel quant à la présence de particules insolubles qui peuvent souiller le miel et à la présence des levures. La méthode de l'analyse pollinique est basée sur la différence de densité entre le pollen et le miel dilué.

3.2.2 Préparation des échantillons

Avant analyse microscopique, l'échantillon est préparé par extraction des pollens contenus dans le miel par lavage et centrifugation successifs. L'objectif est d'avoir une meilleure observation de la morphologie des pollens sous microscope et de retarder l'apparition des moisissures sur les lames. Les étapes de préparation sont comme suit :

Brièvement, 10 g de miel sont pesés à 0,1 g près (dans un tube à centrifuger en verre pointu de capacité d'environ 50 ml) et dissous avec 20 ml d'eau distillée acidulée à 5% et

chauffée à 40 ° C. la solution est ensuite centrifugée pendant 10 à 20 min à 2 500/3 000 tr/mn, le liquide surnageant est jeté pour ne garder que le culot de centrifugation pour lequel 20 ml d'eau distillée sont ajoutés pour dissoudre complètement le reste des cristaux de sucre et centrifugé une deuxième fois pendant 5 min à 2 500/3 000 tr/mn. Le liquide surnageant est décanté et retiré sauf la dernière goutte en plaçant le tube à l'envers à un angle de 45 ° pour permettre l'excès de liquide restant à être repris sur une lame à laquelle une goutte de glycérine gélatinée est ajoutée. La lame est recouverte d'une lamelle et luttée.

3.2.3 Identification et dénombrement

La lecture des lames se fait à l'aide d'un microscope au grossissement x40. L'identification pollinique est réalisée par comparaison de la morphologie et des dimensions des grains de pollen observés au microscope dans nos échantillons avec celles des pollens référenciés dans différentes littératures notamment celles de (Ricciardelli d'Albore, 1998). En plus de la détermination des fréquences polliniques de chaque type de pollen mentionnée en objectif, le dénombrement des grains de pollens a porté aussi sur le calcul de la fréquence de distribution d'un taxon par rapport à l'ensemble des échantillons.

- La fréquence de distribution d'un taxon est déterminée sur la base de présence ou absence d'un taxon dans la totalité des échantillons étudiés (exprimé en pourcentage). Elle reflète la composition et la richesse floristique du milieu. La fréquence de distribution des taxons est calculée suivant le nombre d'échantillons de miels dans lesquels ils sont retrouvés selon (Feller-Demalsy & Parent, 1989) qui distinguent 4 classes de taxons:

- Taxons très fréquents (+50%) ;
- Taxons fréquents (20-50%) ;
- Taxons peu fréquents (10-20%) ;
- Taxons rares (-10%).

3.3 Analyse physicochimique

A l'exception de la couleur tous les paramètres physicochimiques (Teneur en eau, HMF, pH, acidité libre et conductivité électrique) ont été analysés selon les techniques d'analyses recommandées par la commission internationale du miel (IHC) publiées par Bogdanov (2004) et mises à jour par (Bogdanov, 2009b) et indiquées aussi dans la norme Algérienne (NA19410, 2018).

3.3.1 Teneur en eau

La teneur en eau (H%) est réalisée par la mesure des indices de réfraction des miels à 20°C à l'aide d'un réfractomètre de type ATAGO NAR-3T. Les indices de réfraction sont convertis en teneur en eau selon la table de Chataway (annexe I). Plus les matières solides dans le miel augmentent plus l'indice de réfraction augmente. La teneur en eau est exprimée en pourcentage (%).

3.3.2 HMF

L'HMF est mesuré par spectrophotométrie à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis de type CECIL CS-3041. La mesure est basée sur la détermination de l'absorbance spécifique de la molécule à 284 nm. Pour cela, on détermine la différence entre l'absorbance d'une solution de miel claire (échantillon) et la même solution contenant du bisulfite de sodium (blanc de lecture) qui a pour rôle de détruire l'hétérocycle du HMF. Les résultats sont conventionnellement exprimés en mg/kg de miel.

3.3.3 pH et Acidité libre

La mesure du pH et de l'acidité libre est réalisée par la méthode de titrage au point d'équivalence sur une solution de miel à 10 % dans l'eau distillée à l'aide d'un pH-mètre HANNA. L'acidité libre est exprimée en milliéquivalent par kg de miel (meq/kg).

3.3.4 La conductivité électrique

La conductivité électrique a été déterminée par la mesure d'une solution de miel à 20% par rapport à la matière sèche. La lecture se fait après immersion de la cellule d'un conductimètre (de type CORNING) dans la solution à 20 °C. L'unité de mesure est le milli Siemens par cm (mS/cm).

3.3.5 La couleur

La mesure de la couleur a été réalisée selon la méthode Bianchi tel que décrite par Ferreira et al. (2009); Lacerda et al. (2010). Une solution de miel à 50% (p/v) a été préparée avec de l'eau tiède entre 45° et 50°C, elle est ensuite filtrée pour éliminer toutes particules grossières et la mesure est réalisée par lecture d'absorbance à 635 nm. L'intensité de la couleur a été déterminée à l'aide de l'échelle de Pfund selon l'équation 1 :

$$\text{Pfund} = - 38.70 + 371.39 \times \text{Abs.}$$

3.3.6 Spectre des sucres

Le profil glucidique est réalisé par dosage sur chromatographie liquide haute performance (H.P.L.C.).

Des solutions standards de fructose (2 g%), glucose (2 g%) et de saccharose (0,5 g%) ont été préparées dans de l'eau ultra pure. La solution de mélange de sucres a été préparée en transférant 1 ml de chacune des solutions standard des trois sucres dans une fiole jaugée de 10 ml, puis le volume final a été complété avec de l'eau distillée. La préparation de l'échantillon a été réalisée à partir de l'échantillon de miel correspondant en dissolvant 2 g d'échantillon dans 20 ml d'eau distillée. Un volume d'injection de 5 µl de chacun des étalons préparés et des solutions d'échantillon a été chromatographié en utilisant une HPLC Agilent 1260 Infinity II équipée d'un détecteur DAD et un logiciel de traitement de données OpenLab CDS.—La séparation des sucres fût réalisée par une colonne Ammonia (NH₂) USP L8 analytical column (25 cm _ 4.6 mm, 5 mm i.d.). La phase mobile est constituée d'un mélange d'eau ultra pure : acétonitrile (20:80 v/v), le volume d'injection est de 5 µl avec un débit de 1ml/min. La détection a été réalisée à une longueur d'ondes de 195 nm. Tout au long de l'opération la température a été maintenue à 35°C.

L'identification des sucres dans les échantillons de miel analysés a été rendue possible en comparant les chromatogrammes résultants avec ceux obtenus à partir d'un mélange de sucre standard, tel que préparé ci-dessus. L'identification des pics a été réalisée grâce à la correspondance des temps de rétention de chaque sucre, la détermination quantitative de chaque sucre a été réalisée en rapportant la surface du pic obtenue pour un sucre particulier dans les échantillons examinés à celle des solutions de sucre standard (voir annexe II et III). (Aljohar et al., 2018)

3.4 Détermination des éléments traces et métaux lourds

66 échantillons correspondant à 77% du total des échantillons a été retenu pour les analyses des éléments traces et métaux lourds

3.4.1 Préparation des échantillons : Procédure de digestion

La digestion humide est la méthode utilisée pour cette étude. Avant de procéder à la digestion, un nettoyage de la verrerie a été effectué avec 2% d'acide nitrique que nous avons laissé tremper pendant la nuit. 200 mg d'échantillon préalablement homogénéisé auquel nous avons ajouté 7 ml d'acide nitrique (HNO₃) et 1 ml de peroxyde d'Hydrogène (H₂O₂), le mélange est mis dans le micro-onde à digestion pendant 35 min. Le programme de température et de pression est mentionné comme suit :

- Augmenter la température pour les premières 20 min jusqu'à 200 °C,
- Fixer cette température pendant 15 min.
- La valeur de pression était de 200 bar

Le micro-onde utilisé est de marque ETHOS EASY - MILESTONE CONNECT

3.4.2 Analyse des échantillons par ICP-MS

Six métaux, à savoir : Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, et Ni, et trois métaux lourds Pb, Cd et As, ont été déterminés dans les solutions d'échantillon et du blanc à l'aide d'un masse spectromètre couplé à un plasma inductif de type ICP-MS (ICAP-RQ THERMO SCIENTIFIC) (tableau 9). Les dosages sont effectués en réalisant un étalonnage. Les droites de calibration (annexe IV) sont réalisées à partir de six solutions étalons (1 ppm, 0.7 ppm, 0.5 ppm, 0.3 ppm, 0.1 ppm, 0.05 ppm) qui sont préparées à partir d'une solution mère de concentration connue (1000 µg/ml), en utilisant l'eau bidistillée (le générateur d'eau est de marque THERMO SCIENTIFIC PUREWATER station). Pour le test à blanc, nous avons utilisé de l'eau acidifiée à 2%. La même procédure a été utilisée pour tous les métaux en question.

Tableau 9: Les conditions d'ICP-MS

Conditions	Valeurs
Nébuliseur	THERMO SCIENTIFIC® Nubulizer
RF puissance (W)	1549
Fréquence du générateur (MHz)	27,12
Température d'interface	29.84°C
Débit du plasma (L/min)	14.17
Débit du nébuliseur (L/min)	1.15
Débit du gaz auxiliaire (Ar) (L/min)	0.79
Temps d'intégration max	30 (0.1s par élément 4min et demi)

Les résultats de l'analyse des éléments traces et métaux lourds sont exprimés en mg/kg pour le Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, et Ni et en µg/kg pour le Pb, Cd et As

3.5 Analyse statistique

L'analyse statistique a été réalisée avec le programme R version 4.2.2. Nous avons d'abord réalisé une analyse descriptive (les résultats des analyses physicochimiques et des analyses des éléments minéraux et métaux lourds sont exprimés en moyenne ± écart type) et

analyse des corrélations entre les paramètres par pair, ainsi que les tests ANOVA et Kruskal-Wallis pour vérifier la signifiante des différences entre les groupes et appliqué le test de Duncan pour déterminer les groupes différents.

Après avoir effectué le test de Kaiser-Meyer-Olkin (KMO) sur l'ensemble de données initiales contenant 23 variables, les résultats ont indiqué que la matrice n'est pas inversible (numéro de condition réciproque = $1,14156e^{-17}$).

Ce problème peut survenir pour plusieurs raisons : (1) Taille d'échantillon et variables déséquilibrées (la taille de l'échantillon est trop petite par rapport au nombre de variables). (2) Variables hautement corrélées et redondantes : les variables de l'ensemble de données peuvent être hautement corrélées et redondantes, conduisant à une matrice de corrélation non inversible. Pour résoudre ce problème, nous avons filtré l'ensemble de données en ne conservant que 12 variables quantitatives parmi les 23 variables initiales. Ce processus de filtrage a contribué à réduire la multicollinéarité et à améliorer la stabilité des estimations de coefficients en supprimant les variables redondantes qui fournissaient des informations similaires (tableau 10).

Tableau 10: Valeurs des indices de Kaiser-Meyer-Olkin (KMO) pour l'analyse MFA

Variabes du test MFA	KMO
Humidité	0,63
HMF	0,45
pH	0,47
Conductivité électrique	0,64
Couleur	0,58
Glucose	0,46
Fructose	0,45
Saccharose	0,46
As	0,58
Cd	0,47
Pb	0,70

L'analyse MFA est conçue pour modéliser la structure de covariance entre les variables observées en identifiant les facteurs latents sous-jacents (région et origine florale) qui expliquent la variance partagée. Cela correspond bien à notre objectif de comprendre comment la région et l'origine florale contribuent aux caractéristiques observées du miel. Par contre, l'analyse PCA se concentre sur la capture de la variance totale des données à travers quelques composantes principales sans faire de distinction entre les variances partagées et uniques. Cette approche sans modèle ne prend pas explicitement en compte les facteurs latents qui nous intéressent.

De plus, l'analyse multifactorielle (MFA) s'étend en effet au-delà de l'analyse en composantes principales (PCA) en permettant l'analyse de plusieurs groupes de variables, à la fois quantitatives et qualitatives. Contrairement à la PCA, qui traite principalement des variables quantitatives, la MFA peut gérer des ensembles de données mixtes dans lesquels les variables peuvent inclure à la fois des mesures numériques et des descripteurs catégoriels.

En résumé, l'analyse factorielle multivariée (MFA) est la méthode privilégiée pour notre projet de caractérisation du miel car elle correspond à nos objectifs de compréhension des facteurs latents de la région et de l'origine florale. L'MFA fournit un cadre clair pour modéliser la variance partagée, valider les constructions théoriques, gérer les erreurs de mesure et produire des facteurs interprétables. Ces avantages font de la MFA un choix plus approprié que l'analyse en composantes principales (ACP) pour découvrir les facteurs de qualité sous-jacents qui influencent les propriétés du miel.

Une analyse factorielle multiple (MFA) a donc été réalisée pour explorer les relations multivariées entre les variables dérivées de l'ensemble de données à l'aide du logiciel statistique R (version 4.2.2). L'analyse a été réalisée à l'aide de la fonction MFA du package FactoMineR, comprenant 14 variables (12 variables quantitatives et 2 variables catégorielles) regroupées en quatre groupes à savoir "Phi_chi", "Sugar", "Hmetal", "Cat"

Sur la base de ces valeurs MSA, des variables telles que H, CE, AL, Couleur et Pb semblent avoir des corrélations suffisantes avec d'autres variables, ce qui suggère qu'elles conviennent à l'analyse factorielle. Les variables avec des valeurs MSA limites ou inférieures (HMF, pH, Glucose, Fructose, Saccharose, As, Cd) peuvent être moins adaptées et doivent être examinées attentivement avant de procéder à l'analyse factorielle.

Un regroupement hiérarchique sur les composantes principales (HCPC) a été réalisé pour analyser plus en détail les résultats obtenus par l'analyse factorielle multiple (MFA). L'analyse a été réalisée à l'aide de la fonction HCPC du package FactoMineR dans R (version 4.2.2).

Chapitre IV

Résultats et discussion

4.1 Analyse melissopalynologique qualitative

4.1.1 Fréquence de distribution

4.1.1.1 Région Nord/Centre

Au total 99 taxons ont été identifiés dans la région Nord/Centre pour un nombre de 35 échantillons de miel dont : 57 sont très rares avec deux espèces que nous n'avons pas pu déterminer (inconnu 1 et 2) (annexe V), 22 sont rares, 13 sont fréquents et 7 sont très fréquents. La fréquence de distribution des taxons est représentée dans le tableau 11.

Tableau 11 : Fréquence de distribution du pollen Nord /Centre

Fréquence de distribution (%)	Taxon
Très rare <10%	Annonaceae, Apocynaceae, Araceae, <i>Artemisia vulgaris</i> , Betulaceae, Buxaceae, Campanulaceae, Caparidaceae Caprifoliaceae, <i>Carex sp</i> , Caryophyllaceae, <i>Centaurea sp</i> <i>Ceratonia siliqua</i> , <i>Crepis vesicaria</i> , <i>Colutea sp</i> , Cornaceae, <i>Coronilla sp</i> , Cupressaceae, Dipsacaceae, <i>Dorycnium sp</i> , <i>Echinops sp</i> , <i>Erica umbellata</i> , Ephedraceae, <i>Ferule communis</i> , Fumariaceae, <i>Inula viscosa</i> , Lauraceae, <i>Lavendula sp</i> , <i>Medicago sativa</i> , Musaceae, <i>Muscari osum</i> , <i>Ononis spinosa</i> , Orobanchaceae, Oxalidaceae, Papaveraceae, <i>Peganum harmala</i> , <i>Pimpinella anisum</i> , Pinaceae, Polygonaceae, <i>Quercus robur</i> , Rhamnaceae, <i>Robinia pseudo-acacia</i> , <i>Rosa sp</i> , Rubiaceae, <i>Rubus sp</i> , Rutaceae, <i>Salix sp</i> , Sapinadaceae, <i>Sinapis arvensis</i> , <i>Smyrnum sp</i> , <i>Sophora sp</i> , Verbinaceae, <i>Vicia sativa</i> , Vitaceae, <i>Xanthium sp</i> , Inconnu 1, Inconnu 2
Rare 10-20 %	<i>Alkanna sp</i> , Anacardiaceae, Boraginaceae, <i>Brassica sp</i> , <i>Capsella sp</i> , <i>Castanea sativa</i> , Cyperaceae, <i>Diploaxis erucoides</i> , <i>Echium sp</i> , <i>Euphorbia sp</i> , Fagaceae, <i>Galega officinalis</i> , Geraniaceae, <i>Hedysarum coronarium</i> , <i>Lotus sp</i> , Mimosaceae, Poaceae, Ranunculaceae, Smilacaceae, <i>Taraxacum sp</i> , <i>Trifolium sp</i> , <i>Ziziphus lotus</i>
Fréquent 20-50 %	<i>Borago officinalis</i> , Brassicaceae, <i>Citrus sp</i> , <i>Daucus carota</i> , Ericaceae, Euphorbiaceae, Liliaceae, Malvaceae, Myrtaceae, <i>Oxalis sp</i> , Plantaginaceae, Salicaceae, <i>Seneico vulgaris</i>
Très fréquent > 50 %	Apiaceae, Asteraceae, <i>Eucalyptus sp</i> , Fabaceae, Lamiaceae, Oleaceae, Rosaceae

La figure 5 illustre les spectres polliniques représentant la fréquence de chaque pollen rencontré dans les miels en fonction des quatre classes de fréquence pollinique dans les 35 échantillons de miel de la région Nord/Centre.

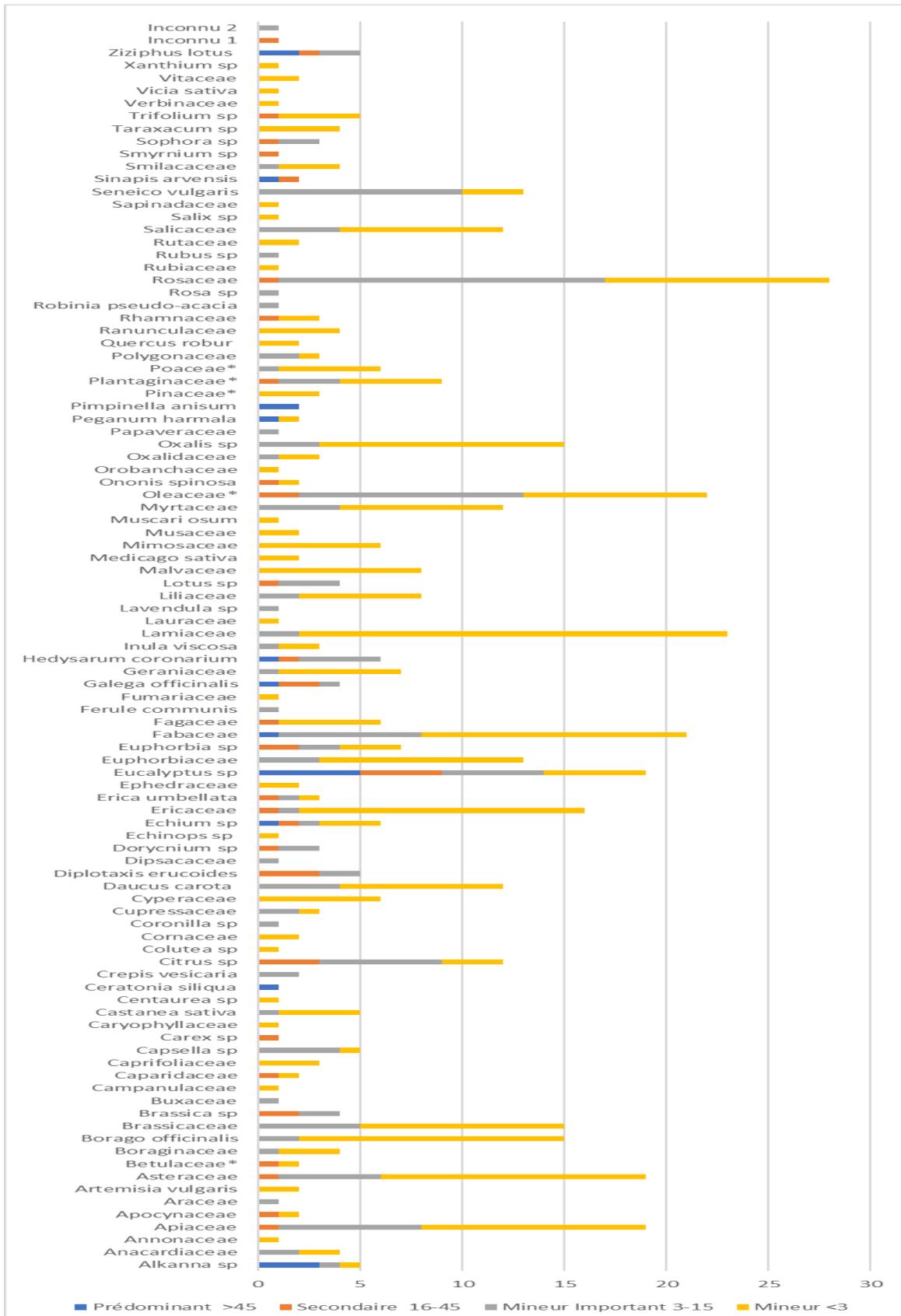


Figure 5: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Nord/Centre (* : espèces non nectarifères)

4.1.1.2 Région Nord/Est

60 taxons ont été identifiés dans la région Nord/Est pour un nombre de 17 échantillons de miel. De ces 60 taxons nous avons trouvé 25 qui sont très rares, 16 rares, 13 fréquents et 6 très fréquents. La fréquence de distribution des taxons est représentée dans le tableau 12.

Tableau 12: Fréquence de distribution des taxons dans la région Nord /Est

Fréquence de distribution (%)	Taxon
Très rare <10%	<i>Arbutus unedo</i> , <i>Bupleurum sp</i> , Buxaceae, <i>Calendula arvensis</i> , Caprifoliaceae, Caryophyllaceae, Casuarinaceae, <i>Citrus sp</i> , Cupressaceae, Cyperaceae, Ephedraceae, <i>Erica umbellata</i> , <i>Euphorbia sp</i> , <i>Hedysarum coronarium</i> , <i>Inula viscosa</i> , <i>Lotus sp</i> , <i>Melilotus sp</i> , Oxalidaceae, <i>Pimpinella anisum</i> , Plantaginaceae, Polygonaceae, <i>Robina pseudo acacia</i> , <i>Rosa canina</i> , <i>Rubus sp</i> , <i>Sophora sp</i>
Rare 10-20 %	Anacardiaceae, <i>Borago officinalis</i> , Brassicaceae, Convolvulaceae, <i>Crepis vesicaria</i> , <i>Diplotaxis sp</i> , Fagaceae, Geraniaceae, Liliaceae, Myrtaceae, <i>Ononis spinosa</i> , Ranunculaceae, Salicaceae, <i>Taraxacum officinalis</i> , <i>Trifolium sp</i>
Fréquent 20-50 %	Apiaceae, Asteraceae, Boraginaceae, <i>Castanea sativa</i> , Ericaceae, Euphorbiaceae, <i>Lavendula sp</i> , Mimosaceae, Oleaceae, <i>Oxalis sp</i> , <i>Quercus sp</i> , Rhamnaceae, <i>Seneico vulgaris</i>
Très fréquent > 50 %	<i>Daucus carota</i> , <i>Erica arborea</i> , <i>Eucalyptus sp</i> , Fabaceae, Lamiaceae, Rosaceae

La figure 6 illustre les spectres polliniques représentant la fréquence de chaque pollen rencontré dans les miels en fonction des quatre classes de fréquence pollinique dans les 17 échantillons de miel pour la région Nord/Est.

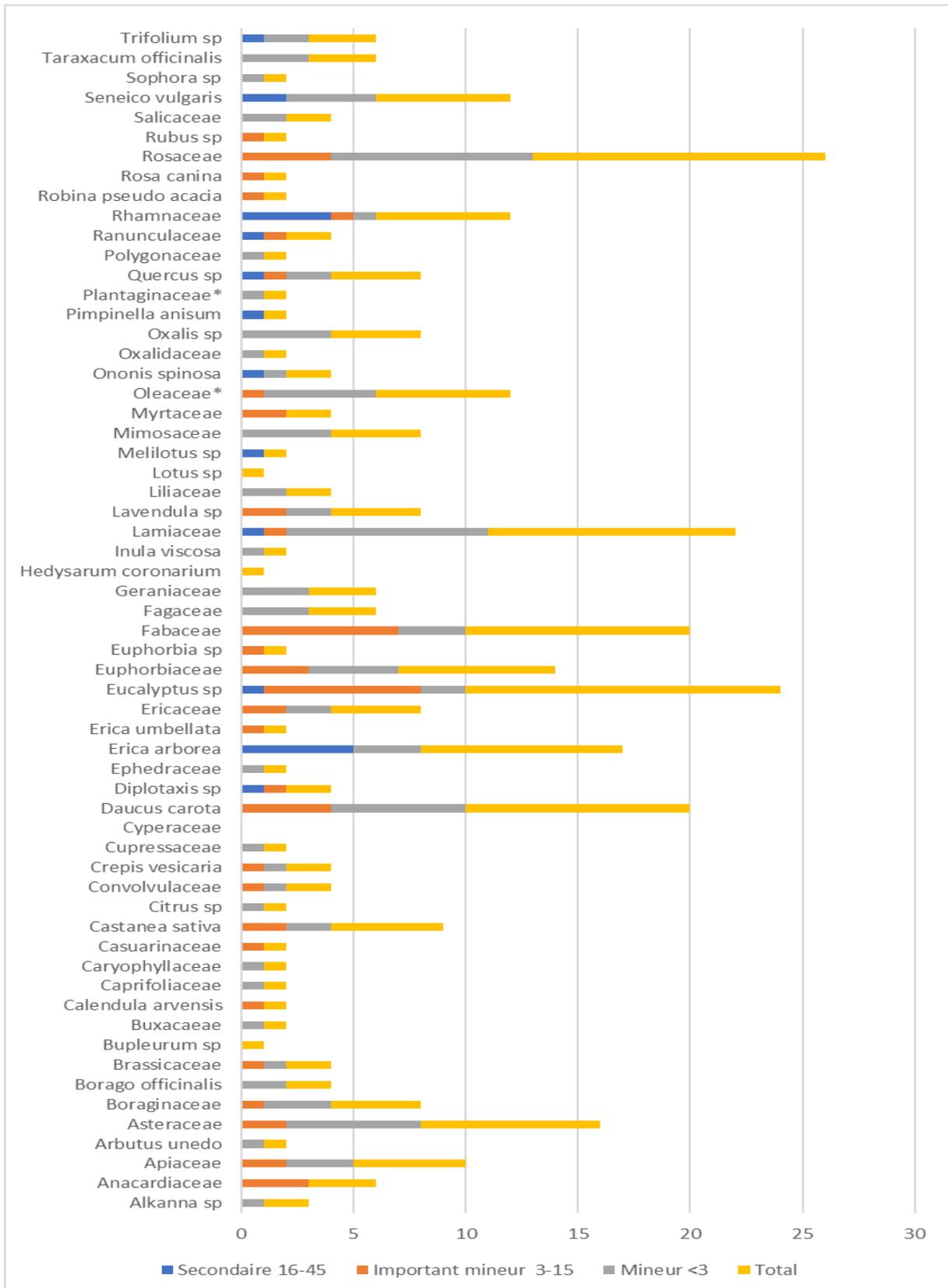


Figure 6: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Nord/Est (* : espèces non nectarifères)

4.1.1.3 Région Nord/Ouest

59 taxons ont été identifiés dans un nombre de 09 échantillons de miel pour la région Nord/Ouest et dont : 28 sont rares, 27 sont fréquents et 4 sont très fréquents. La fréquence de distribution des taxons est représentée dans le tableau 13.

Tableau 13: Fréquence de distribution des taxons dans la Nord /Ouest

Fréquence de distribution (%)	Taxon
Très rare <10%	
Rare 10-20 %	<i>Alkanna sp</i> , Amaranthaceae, Araceae, Boraginaceae, <i>Brassica sp</i> , Caprifoliaceae, <i>Carex sp</i> , Caryophyllaceae, <i>Cercis sp</i> , <i>Citrus sp</i> , <i>Colutea sp</i> , Cucurbitaceae, <i>Diploaxis erucoides</i> , Ephedraceae, <i>Genista sp</i> , <i>Mathiola sp</i> , <i>Lavendula sp</i> , <i>Malus sp</i> , Myrtaceae, <i>Origanum vulgare</i> , Papaveraceae, Raffesciaceae, Ranunculaceae, Rhamnaceae, <i>Rhamnus sp</i> , <i>Robinia pseudo acacia</i> , <i>Trifolium sp</i> , <i>Ziziphus lotus</i>
Fréquent 20-50 %	<i>Borago officinalis</i> , Brassicaceae, <i>Capsella sp</i> , <i>Centaurea sp</i> , Cupressaceae, <i>Daucus carota</i> , <i>Erica sp</i> , Ericaceae, <i>Eucalyptus sp</i> , Euphorbiaceae, <i>Euphorbia sp</i> , Fabaceae, Lamiaceae, Liliaceae, <i>Muscari sp</i> , <i>Ononis sp</i> , <i>Oxalis sp</i> , <i>Peganum harmala</i> , Pinaceae, Plantaginaceae, Poaceae, Polygonaceae, Rutaceae, Salicaceae, <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Taraxacum officinalis</i> , Verbinaceae
Très fréquent > 50 %	Apiaceae, Asteraceae, Oleaceae, Rosaceae

La figure 7 illustre les spectres polliniques représentant la fréquence de chaque pollen rencontré dans les miels en fonction des quatre classes de fréquence pollinique dans les 9 échantillons de miel de la région Nord/Ouest.

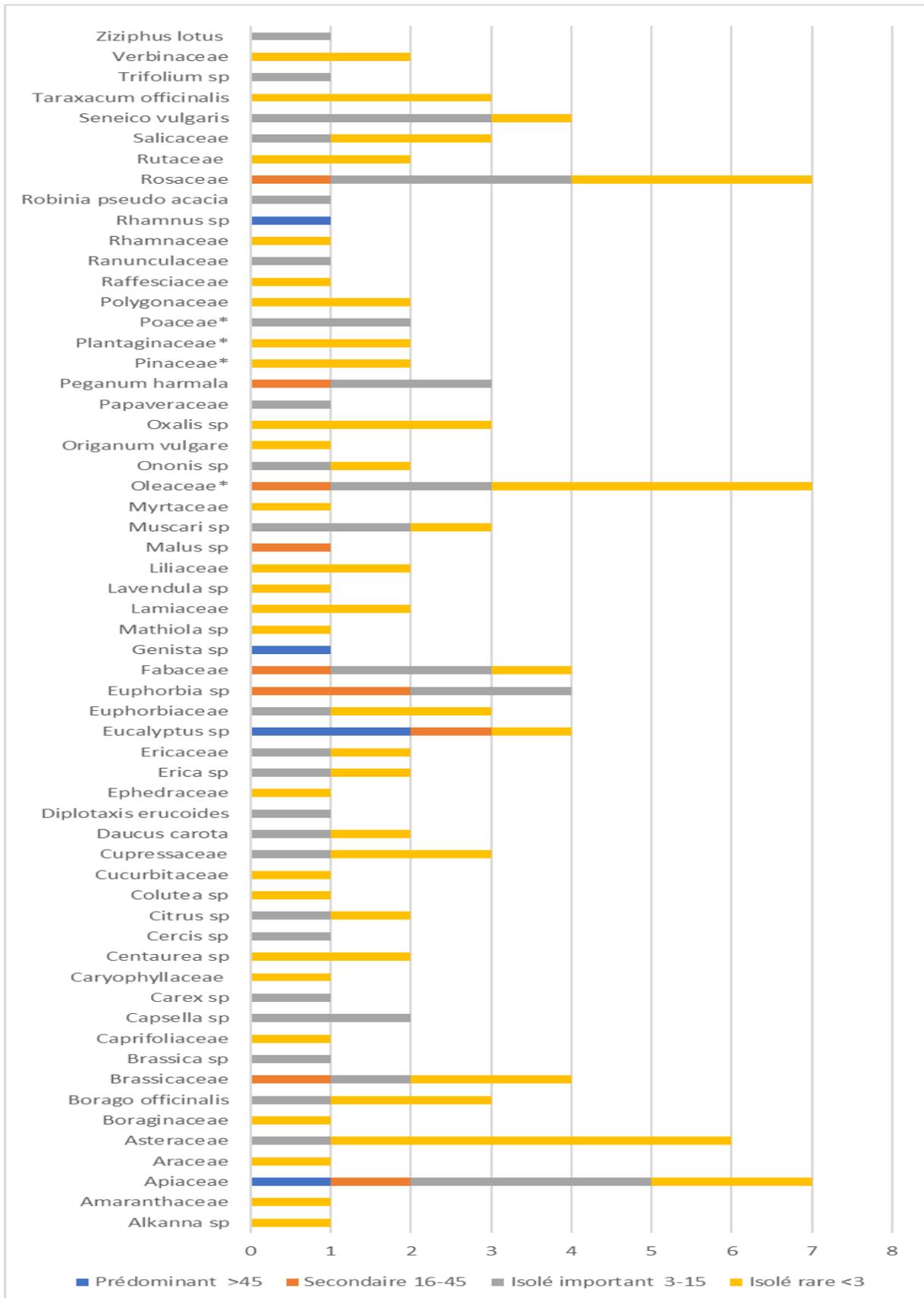


Figure 7: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Nord/Ouest (* : espèces non nectarifères)

4.1.1.4 Région Sud/Steppe

51 taxons ont été identifiés pour un nombre de 12 échantillons de miel pour la région Sud/Steppe et dont : 24 sont très rares (dont un n'a pas été reconnu inconnu 3/ voir annexe V), 9 sont rares, 13 sont fréquents et 5 sont très fréquents. La fréquence de distribution des taxons est représentée dans le tableau 14.

Tableau 14: Fréquence de distribution Sud/Steppe

Fréquence de distribution (%)	Taxon
Très rare <10%	<i>Alkanna sp, Anthylis sp, Araceae, Borago officinalis, Cactaceae, Caryophyllaceae, Chenopodiaceae, Crepis vesicaria, Cyperaceae, Eucalyptus sp, Gleditsia sp, Malvaceae, Mimosaceae, Muscari osum, Peganum harmala, Pimpinella anisum, Pinaceae, Plantaginaceae, Polygonaceae, Ranunculaceae, Robinia pseudo acacia, Salicaceae, Viscia craca, Inconnu 3</i>
Rare 10-20 %	<i>Asteraceae, Centaurea sp, Cupressaceae, Diplotaxis sp, Erica arborea, Hedysarum coronarium, Lotus sp, Oxalidaceae, Trifolium sp</i>
Fréquent 20-50 %	<i>Apiaceae, Boraginaceae, Brassicaceae, Daucus carota, Euphorbiaceae, Ericaceae, Lamiaceae, Myrtaceae, Oleaceae, Ononis spinosa, Oxalis sp, Poaceae, Taraxacum officinalis</i>
Très fréquent > 50 %	<i>Euphorbia sp, Fabaceae, Rosaceae, Seneico vulgaris, Ziziphus lotus</i>

La figure 8 illustre les spectres polliniques représentant la fréquence de chaque pollen rencontré dans les miels en fonction des quatre classes de fréquence pollinique dans les 12 échantillons de miel pour la région Sud/Steppe.

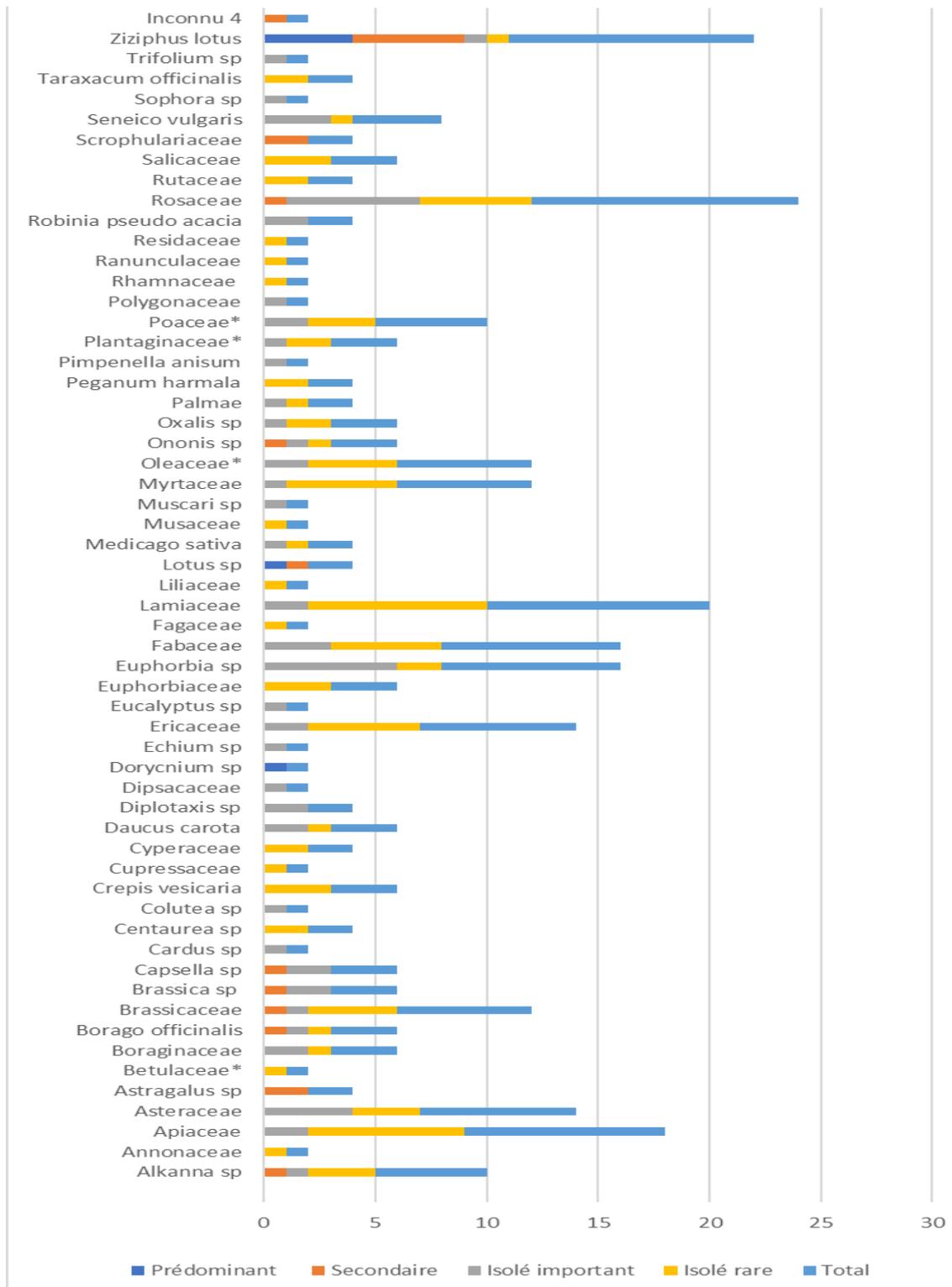


Figure 8: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Sud/Steppe (* : espèces non nectarifères)

4.1.1.5 Région Sud/Sahara

58 taxons ont été identifiés pour un nombre de 13 échantillons de miel dans la région Sud/Sahara et dont : 21 sont très rares (dont un n'a pas été identifié inconnu 4/ voir annexe V), 12 sont rares, 18 sont fréquents et 7 sont très fréquents. La fréquence de distribution des taxons est représentée dans le tableau 15.

Tableau 15: Fréquence de distribution Sud/Steppe

Fréquence de distribution (%)	Taxon
Très rare <10%	Annonaceae, Betulaceae, <i>Cardus sp</i> , <i>Colutea sp</i> , Cupressaceae, Dipsacaceae, <i>Dorycnium sp</i> , <i>Echium sp</i> , <i>Eucalyptus sp</i> , Fagaceae, Liliaceae, Musaceae, <i>Muscari osum</i> , <i>Pimpenella anisum</i> , Polygonaceae, Rahmnaceae, Ranunculaceae, Residaceae, <i>Sophora sp</i> , <i>Trifolium sp</i> , Inconnu 4
Rare 10-20 %	<i>Astragalus sp</i> , <i>Centaurea sp</i> , Cyperaceae, <i>Diplotaxis sp</i> , <i>Lotus sp</i> , <i>Medicago sativa</i> , Palmae, <i>Peganum harmala</i> , <i>Robinia pseudo acacia</i> , Rutaceae, Scrophulariaceae, <i>Taraxacum officinalis</i>
Fréquent 20-50 %	<i>Alkanna sp</i> , Asteraceae, Boraginaceae, <i>Borago officinalis</i> , Brassicaceae, <i>Brassica sp</i> , <i>Capsella sp</i> , <i>Crepis vesicaria</i> , <i>Daucus carota</i> , Euphorbiaceae, Myrtaceae, Oleaceae, <i>Ononis spinosa</i> , <i>Oxalis sp</i> , Plantaginaceae, Poaceae, Salicaceae, <i>Seneico vulgaris</i>
Très fréquent > 50 %	Apiaceae, Ericaceae, <i>Euphorbia sp</i> , Fabaceae, Lamiaceae, Rosaceae, <i>Ziziphus lotus</i>

La figure 9 illustre les spectres polliniques représentant la fréquence de chaque pollen rencontré dans les miels en fonction des quatre classes de fréquence pollinique dans les 13 échantillons de miel pour la région Sud/Sahara.

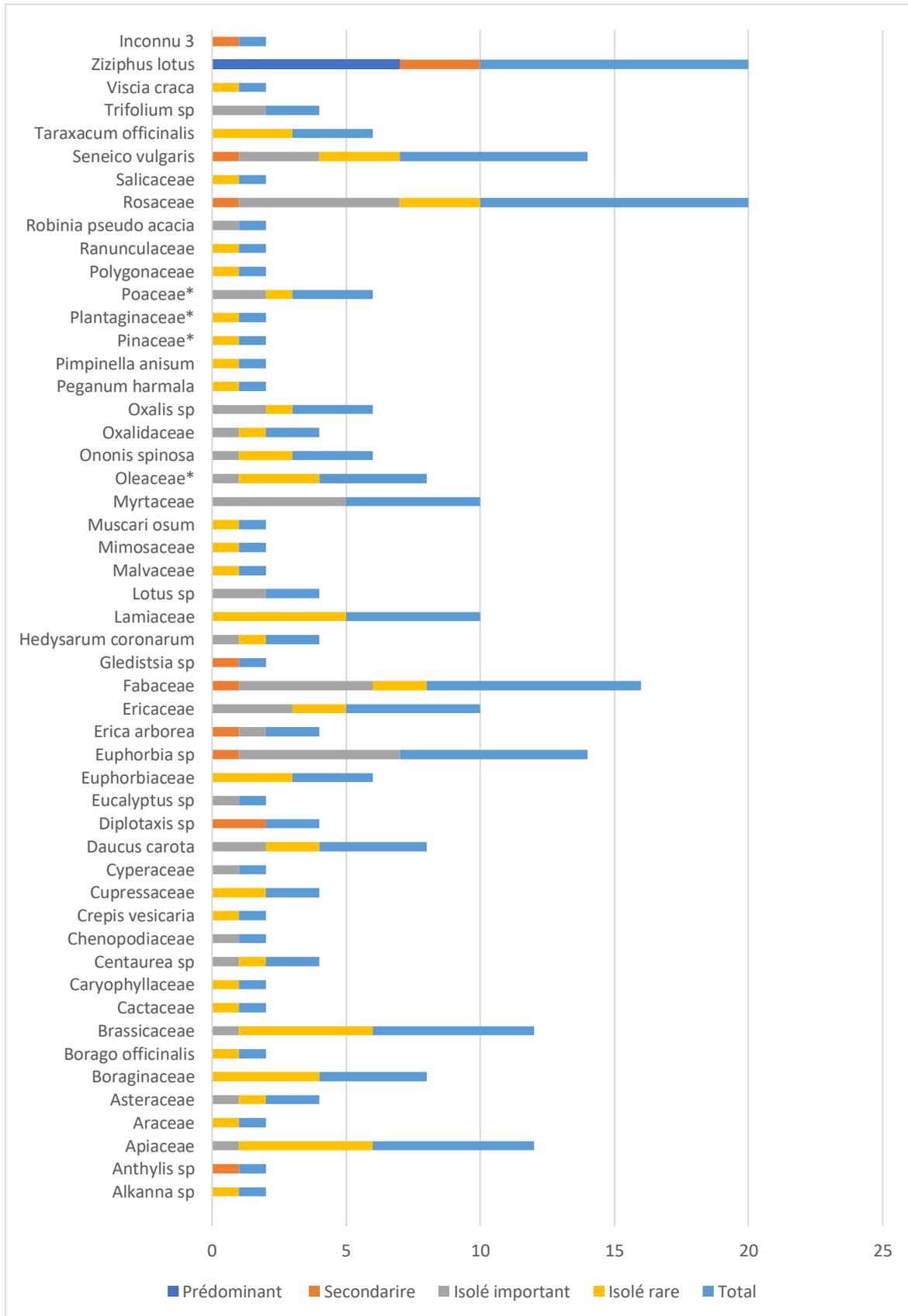


Figure 9: Fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans les échantillons de miel de la Région Sud/Sahara (* : espèces non nectarifères)

Le tableau 16, résume les fréquences de distribution des taxons retrouvés dans chaque région.

Tableau 16: Fréquence de distribution des taxons par région

Fréquence Distribution	Région Nord			Région Sud	
	Centre (n= 35)	Est (n=17)	Ouest (n= 9)	Steppe (n= 12)	Sahara (n= 13)
Très rare <10%	57	25		24	21
Rare 10-20%	22	16	28	9	12
Fréquents 20 -50%	13	13	27	13	18
T. fréquents > 50%	7	6	4	5	7
Total	99	60	59	51	58
Part des taxons/total (%)	30%	18%	18%	16%	18%

Un total de 327 taxons a été identifiés dans toutes les régions étudiées. La région Nord/Centre a présenté le nombre le plus élevé de taxons, représentant une part de 30% du total, ce qui peut être attribué à la plus grande quantité d'échantillons prélevés dans cette zone (n = 35). Cependant, il apparaît que la taille des échantillons n'a qu'un impact limité sur la répartition des taxons, car les régions Nord/Est, Nord/Ouest et Sud/Sahara ont montré des proportions identiques de 18%, avec respectivement 17, 9 et 13 échantillons. Cette répartition peut s'expliquer par la diversité végétale de chaque région, en particulier la présence d'espèces mellifères. Selon Amirouche & Misset (2009), les étages bioclimatiques en Algérie sont riches mais différents entre eux. Dans son rapport (Chouaki, 2006) a mentionné que l'Algérie est composée de 40,5 % de flore allant de rare à très rare composée d'espèce mellifères spontanées, diverses et abondantes.

Parmi les espèces très fréquentes les plus rencontrées dans toutes les régions nous retrouvons la famille des apiaceae comprenant l'espèce *Daucus carota*, la famille des asteraceae comprenant aussi l'espèce *Seneico vulgaris* et la famille des fabaceae. Ces plantes sont de bonnes espèces nectarifères. Louveaux & Abed (1984) ont mentionné l'abondance de la famille des apaiceae dans les miels de l'Afrique du Nord. Ricciardelli d'Albore (1998) avait cité les familles d'asteraceae et d'apiaceae comme plantes rencontrées souvent dans la steppe.

4.1.2 Fréquence des pollens dans les miels

La fréquence de la présence des pollens des taxons identifiés dans l'ensemble des échantillons de miel est représentée aussi pour chaque région et illustrée dans les tableaux de 17 à 27. Les pollens sont répartis en quatre classes de fréquences polliniques : Pollens dominants à +45%, Pollens secondaires entre 16-45%, Pollens tertiaires entre 3-15%, et pollens rares à -3%.

Les résultats de l'analyse mellisopalynologique montrent que la majeure partie des miels collectés sont des monofloraux (60 %). Les monofloraux les plus représentés sont les miels de citrus, d'eucalyptus, de ziziphus et d'*Alkanna sp* à un taux de 38 % à eux seuls

(comparativement à l'effectif total) ceci est probablement dû à la prévalence des échantillons de la région Nord dans notre échantillon global.

Des miels à dominance de fabaceae ont été identifiés tel que les miels de *Ceratonia*, *Galega*, *Hedysarum* et *Lotus*. D'autres espèces ont été retrouvées qui sont spécifiques aux montagnes et forêts tel que le miel de *Castanea* (chatâigner) et d'*Erica* (bruyère).

4.1.2.1 Région Nord/Centre

L'analyse des spectres polliniques de la région Nord/Centre (tableaux 17 et 18) a révélé la présence de 24 miels monofloraux : 5 citrus (E2, E6, E41, E98, E104), 5 eucalyptus (E32, E60, E58, E28, E44), 2 ziziphus (E66, E46), 4 miels à dominance de fabaceae avec les genres *Ceratonia*, *Galega* et *Hedysarum* (ou sainfoin), 4 miels à dominance de boraginaceae avec les genres *Alkanna*, *Echium*, 2 miels à dominance d'apiaceae avec le genre *Pimpenilla*, 1 miel à dominance de brassicaceae avec le genre *Sinapis* et 1 miel de *Peganum harmala*. Les 11 échantillons restants sont des miels multifloraux composés de pollens secondaires de 1 à 3 taxons maximum.

Tableau 17: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Centre (pollen prédominants et secondaires)

Wilaya	N° éch.	Pollens prédominants (>45%)	Pollens secondaires (16-45%)
Blida	E2	---	<i>Citrus sp</i> (30%), <i>Sinapis arvensis</i> (18%)
	E6	---	<i>Citrus sp</i> (42%), <i>Brassica sp</i> (17%), <i>Apocynaceae</i> * (16%)
	E25	Fabaceae (51%)	<i>Ononis spinosa</i> (20%), Rosaceae (16%)
	E26	---	<i>Galega officinalis</i> (36%), <i>Oleaceae</i> * (25%)
	E41	---	<i>Citrus sp</i> (21%), <i>Diplotaxis eruroides</i> (20%), <i>Lotus sp</i> (17%)
	E43	---	<i>Eucalyptus sp</i> (37%)
	E66	<i>Ziziphus lotus</i> (57%)	---
	E101	---	Apiaceae (25%), <i>Euphorbia sp</i> (20%), <i>Brassica sp</i> (18%)
	E102	<i>Ceratonia siliqua</i> (71%)	---
	E104	---	<i>Echium sp</i> (31%), <i>Plantaginaceae</i> * (22%),
Alger	E1	<i>Sinapis arvensis</i> (83%)	---
	E32	<i>Eucalyptus sp</i> (71%)	---

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E60	<i>Eucalyptus sp</i> (69%)	Caparidaceae (16%)
	E65	--- --- --- ---	<i>Diplotaxis eruroides</i> (16%)
	E98	--- --- --- ---	Rhamnaceae (39%), Oleaceae* (23%)
Médéa	E4	<i>Pimpinella anisum</i> (55%)	<i>Eucalyptus sp</i> (18%)
	E9	--- --- --- ---	<i>Eucalyptus sp</i> (45%), Inconnu 1 (25%)
	E14	--- --- --- ---	<i>Trifolium sp</i> (35%)
	E18	--- --- --- ---	<i>Diplotaxis eruroides</i> (24%), <i>Dorycnium sp</i> (19%), <i>Hedysarum coronarium</i> (17%)
	E21	<i>Pimpinella anisum</i> (71%)	--- --- --- ---
	E39	<i>Peganum harmala</i> (81%)	--- --- --- ---
	E58	<i>Eucalyptus sp</i> (59%)	--- --- --- ---
	E61	--- --- --- ---	<i>Ziziphus lotus</i> (41%)
Tipaza	E33	<i>Echium sp</i> (85%)	--- --- --- ---
	E82	--- --- --- ---	<i>Eucalyptus sp</i> (28%), <i>Sophora sp</i> (18%)
Chlef	E24	<i>Galega officinalis</i> (75%)	--- --- --- ---
	E44	<i>Eucalyptus sp</i> (70%)	--- --- --- ---
	E46	<i>Ziziphus lotus</i> (81%)	--- --- --- ---
Ain Defla	E28	<i>Eucalyptus sp</i> (91%)	--- --- --- ---
	E103	--- --- --- ---	Fagaceae (22%), <i>Euphorbia sp</i> (20%), <i>Galega officinalis</i> (17%)
Tizi Ouzou	E76	<i>Alkanna sp</i> (63%)	--- --- --- ---
	E77	<i>Alkanna sp</i> (83%)	--- --- --- ---
	E84	<i>Hedysarum coronarium</i> (56%)	<i>Smyrniium sp</i> (28%), Ericaceae (22%)
Béjaia	E75	<i>Alkanna sp</i> (46%)	<i>Erica umbellata</i> (41%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

Bouira	E83	--- --- --- ---	Carex sp (17%), Asteraceae, Betulaceae* (16%)
---------------	-----	-----------------	---

* : plantes non nectarifères

Tableau 18: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Centre (pollens isolés important et isolés rares)

	N° éch.	Pollens isolés importants (3-15%)	Pollens isolés rares (<3%)
Blida	E2	Oleaceae* (13%), Polygonaceae (11%), Dipsacaceae, Rosaceae (7%), Fabaceae (4%), Apiaceae, <i>Seneico vulgaris</i> (3%)	<i>Salix sp</i> (1%), Boraginaceae, Ericaceae, Lamiaceae, Liliaceae, Malvaceae, Myrtaceae, Orobranchaceae, <i>Oxalis sp</i> , Poaceae* (<1%)
	E6	Inconnu 2 (12%), Asteraceae (5%), <i>Oxalis sp</i> (3%)	Rosaceae (2%), <i>Borago officinalis</i> , Fabaceae, Lamiaceae (1%), Caryophyllaceae, Myrtaceae, Pinaceae, (<1%)
	E25	Asterceae, Brassicaceae (3%),	<i>Daucus carota</i> , Fagaceae (2%), Asteraceae, <i>Oxalis sp</i> , Oleaceae* (1%), <i>Peganum harmala</i> (<1%)
	E26	<i>Capsella sp</i> (11%), Rosaceae, <i>Citrus sp</i> (7%), plantaginaceae* (5%)	<i>Daucus carota</i> , Asteraceae, Geraniaceae, <i>Oxalis sp</i> (2%), <i>Borago officinalis</i> (1%), Ericaceae, Malvaceae (<1%)
	E41	Boraginaceae (7%), Oleaceae* (6%), <i>Seneico vulgaris</i> , Fabaceae (5%), Rosaceae (4%), <i>Eucalyptus sp</i> , Polygonaceae (3%)	<i>Oxalis sp</i> , Rubiaceae, Smilacaceae (2%), Annonaceae, Apiaceae, Malvaceae (1%), Geraniaceae (<1%)
	E43	Fabaceae (12%), <i>Diplotaxis erucoides</i> , Apiaceae (8%), Rosaceae, Oleaceae* (6%) <i>Castanea sativa</i> (5%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Anthylis sp</i> (4%), <i>Dorycnium sp</i> , <i>Oxalis sp</i> (3%)	Cyperaceae, <i>Citrus sp</i> (2%), Anacardiaceae, <i>Borago officinalis</i> , Lamiaceae (<1%)
	E66	Brassicaceae (12%), <i>Hedysarum coronarium</i> , Myrtaceae (5%), <i>Citrus sp</i> (4%),	Cupresaceae, Musaceae, Plantaginaceae, Poaceae* (2%), Apiaceae, Euphorbiaceae, Lamaiaceae, <i>Ononis spinosa</i> , <i>Colutea sp</i> , <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Trifolium sp</i> , autre Fabaceae, (1%), Ericaceae, Fagaceae, <i>Taraxacum sp</i> , <i>Borago officinalis</i> , <i>Vicia sativa</i> , Malvaceae, Oxalidaceae, Rosaceae, Salicaceae (<1%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E101	Oleaceae* (11%), <i>Robinia pseudo-acacia</i> (9%), <i>Sophora sp</i> (7%), <i>Rosaceae</i> (3%)	<i>Asteraceae</i> , <i>Citrus sp</i> (2%), <i>Plantaginaceae</i> , <i>Eucalyptus sp</i> , <i>Renonculaceae</i> (1%), <i>Boraginaceae</i> , <i>Liliaceae</i> , <i>Pinaceae</i> (1%)
	E102	<i>Smilacaceae</i> (8%), <i>Galega officinalis</i> (6%), <i>Brassica sp</i> , <i>Rosaceae</i> (3%)	<i>Apiaceae</i> , <i>Asteraceae</i> (2%), <i>Caprifoliaceae</i> , <i>Euphorbiaceae</i> , <i>Fagaceae</i> , <i>Myrtaceae</i> , <i>Vitaceae</i> (1%), <i>Plantaginaceae</i> (<1%)
	E104	<i>Rosaceae</i> (12%), <i>Citrus sp</i> (10%), <i>Araceae</i> (7%), <i>Borago officinalis</i> , <i>Salicaceae</i> (4%), <i>Asteraceae</i> (3%)	<i>Eucalyptus sp</i> (2%), <i>Apiaceae</i> , <i>Brassicaceae</i> , <i>Fabaceae</i> , <i>Trifolium sp</i> (1%), <i>Ericaceae</i> , <i>Oxalis sp</i> (<1%)
Alger	E1	<i>Citrus sp</i> (11%), <i>Fabaceae</i> (4%)	<i>Apiaceae</i> , <i>Rosaceae</i> , <i>Oleaceae</i> * (1%), <i>Taraxacum sp</i> , <i>Myrtaceae</i> , <i>Poaceae</i> * (<1%)
	E32	<i>Hedysarum coronarium</i> (10%), <i>Ericaceae</i> (7%), <i>Euphorbia sp</i> (5%), <i>Asteraceae</i> (4%)	<i>Brassicaceae</i> (2%), <i>Apiaceae</i> (1%), <i>Mimosaceae</i> , <i>Lamiaceae</i> (<1%)
	E60	<i>Daucus carota</i> , <i>Liliaceae</i> (4%)	<i>Fabaceae</i> (2%), <i>Asteraceae</i> , <i>Borago</i> <i>officinalis</i> , <i>Euphorbiaceae</i> , <i>Medicago</i> <i>sativa</i> , <i>Lamiaceae</i> (1%), <i>Cyperaceae</i> , <i>Ephedraceae</i> , <i>Ericaceae</i> , <i>Rosaceae</i> , <i>Oleaceae</i> (<1%)
	E65	<i>Seneico vulgaris</i> (14%), <i>Oxalidaceae</i> (11%), <i>Rosaceae</i> (10%), <i>Fabaceae</i> , <i>Citrus sp</i> (9%), <i>Plantaginaceae</i> * (7%), <i>Anacardiaceae</i> , <i>Myrtaceae</i> (5%), <i>Apiaceae</i> (4%), <i>Alkanna sp</i> , <i>Cupressaceae</i> , <i>Lamiaceae</i> (3%)	<i>Taraxacum officinalis</i> , <i>Ericaceae</i> , <i>Mimosaceae</i> , <i>Geraniaceae</i> , <i>Malvaceae</i> , <i>Salicaceae</i> (1%), <i>Euphorbiaceae</i> , <i>Liliaceae</i> , <i>Pinaceae</i> , <i>Ranunculaceae</i> , <i>Xanthium sp</i> (<1%)
	E98	<i>Citrus sp</i> (10%) <i>Borago officinalis</i> , <i>Capsella sp</i> , <i>Eucalyptus sp</i> (6%), <i>Apiaceae</i> (4%), <i>Plantaginaceae</i> *, <i>Rosaceae</i> (3%)	<i>Castanea sativa</i> (2%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Alkanna sp</i> , <i>Euphorbiaceae</i> , <i>Trifolium sp</i> , <i>Oxalis sp</i> (1%), <i>Echium sp</i> , <i>Campanulaceae</i> , <i>Caprifoliaceae</i> , <i>Cyperaceae</i> , <i>Fabaceae</i> , <i>Lamiaceae</i> , <i>Malvaceae</i> , <i>Polygonaceae</i> (<1%)
Médéa	E4	<i>Fabaceae</i> (12%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Echium sp</i> (3%)	<i>Euphorbia sp</i> , <i>Oleaceae</i> * (2%), <i>Asteraceae</i> , <i>Ericaceae</i> , <i>Ranunculaceae</i> , <i>Smilacaceae</i> , <i>Plantaginaceae</i> (1%), <i>Borago officinalis</i> , <i>Brassicaceae</i> , <i>Castanea sativa</i> , <i>Geraniaceae</i> , <i>Lamiaceae</i> (<1%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E9	<i>Crepis vesicaria</i> , Rosaceae (6%), Oleaceae* (5%), Caprifoliaceae (4%)	<i>Euphorbia sp</i> , Fabaceae (2%), Apiaceae, <i>Artemisia vulgaris</i> , <i>Quercus robur</i> , Lamiaceae (1%), <i>Centaurea sp</i> , <i>Borago officinalis</i> , <i>Echium sp</i> , Brassicaceae, Malvaceae (<1%)
	E14	<i>Capsella sp</i> (13%), <i>Lotus sp</i> (11%), <i>Ferule communis</i> , Buxaceae (8%), <i>Coronilla sp</i> (6%), Euphorbiaceae, <i>Lavendula sp</i> (4%)	Asteraceae, <i>Eucalyptus sp</i> , Salicaceae (2%), Ericaceae, Cornaceae, <i>Muscari osum</i> (1%), <i>Artemisia vulgaris</i> , <i>Echinops sp</i> , Apocynaceae, <i>Borago officinalis</i> , Cyperaceae, Rosaceae, Rutaceae (<1%)
	E18	<i>Daucus carota</i> , Lamiaceae (7%), <i>Ziziphus lotus</i> (5%), Euphorbiaceae (4%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Sophora sp</i> (3%)	<i>Oxalis sp</i> , Salicaceae, Poaceae* (2%), <i>Borago officinalis</i> , Cyperaceae, Myrtaceae, Rosaceae (1%), Fumariaceae, Liliaceae (<1%)
	E21	<i>Lotus sp</i> (11%), Myrtaceae (5%), <i>Seneico vulgaris</i> (3%),	Caparidaceae (2%), <i>Borago officinalis</i> , <i>Echium sp</i> , Brassicaceae, Euphorbiaceae, Fabaceae, Rhamnaceae, Rosaceae, Salicaceae (1%), Ericaceae, Lamiaceae, Oleaceae* (<1%)
	E39	<i>Diplotaxis erucooides</i> (6%), Anacardiaceae (5%), <i>Euphorbia sp</i> (4%)	Oleaceae*, Smilacaceae, (2%), Asteraceae, Fabaceae (1%), Apiaceae, Rosaceae (<1%)
	E58	<i>Ziziphus lotus</i> (8%), Oleaceae* (6%), Asteraceae (5%), Euphorbiaceae (3%)	Apiaceae, Lamiaceae, Rosaceae (2%), Fabaceae (1%), <i>Oxalis sp</i> , Salicaceae (<1%)
	E61	Papaveraceae (12%), Asteraceae, <i>Capsella sp</i> , <i>Eucalyptus sp</i> (8%), Apiaceae (7%), <i>Lotus sp</i> (5%), Rosaceae, Oleaceae* (3%)	Euphorbiaceae, poaceae (2%), Salicaceae (1%), <i>Taraxacum officinalis</i> , Boraginaceae, Ericaceae, Mimosaceae, Lamiaceae (<1%)
Tipaza	E33	Fabaceae Salicaceae (4%), Asteraceae (3%),	Ericaceae, <i>Eucalyptus sp</i> , Lamiaceae, <i>Oxalis sp</i> (1%), Apiaceae, Brassicaceae (<1%)
	E82	<i>Rosa sp</i> (8%), <i>Dorycnium sp</i> (7%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Oxalis sp</i> (6%), Salicaceae (4%)	<i>Borago officinalis</i> , Cyperaceae (2%), <i>Daucus carota</i> , Brassicaceae, Ericaceae, Lamiaceae (1%), Liliaceae, Ranunculaceae, <i>Citrus sp</i> , Vitaceae (<1%)
Chlef	E24	Brassicaceae (7%), Rosaceae (4%), <i>Daucus carota</i> , Oleaceae* (3%),	Liliaceae (2%), Asteraceae, Fagaceae, Euphorbiaceae, Rutaceae (1%), <i>Borago</i>

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E44	Oleaceae* (10%), Salicaceae, Poaceae* (5%), <i>Hedysarum coronarium</i> (4%), Brassicaceae (3%)	<i>officinalis</i> , Ericaceae, Lamiaceae, Musaceae, Myrtaceae (<1%) Apiaceae, Mimosaceae (1%), Asteraceae, Ephedraceae, Fagaceae, Lamiaceae, <i>Oxalis sp</i> , Rosaceae, Verbenaceae, Betulaceae* (<1%)
	E46	Apiaceae (8%), <i>Hedysarum coronarium</i> (6%), Asteraceae (5%)	--- --- --- ---
Ain Defla	E28	--- --- --- ---	<i>Daucus carota</i> , Asteraceae, Rosaceae (2%), Ericaceae, Fabaceae (1%), Brassicaceae, Lamiaceae, Lauraceae, <i>Oxalis sp</i> (<1%)
	E103	Rosaceae (11%), Apiaceae (9%), Liliaceae, Oleaceae* (6%), <i>Brassica sp</i> (4%)	Asteraceae, Fabaceae (2%), Plantaginaceae, Rhamnaceae (1%), <i>Borago officinalis</i> , Liliaceae, Oxalidaceae (<1%)
Tizi Ouzou	E76	<i>Rubus sp</i> (12%), <i>Erica umbellata</i> (11%), <i>Eucalyptus sp</i> (7%), Geraniaceae (4%)	Brassicaceae, <i>Inula viscosa</i> , Lamiaceae (1%), <i>Daucus carota</i> , Mimosaceae, <i>Castanea sativa</i> , Oleaceae* (<1%)
	E77	<i>Eucalyptus sp</i> (8%), <i>Inula viscosa</i> (3%)	<i>Daucus carota</i> , <i>Capsella bursa</i> , <i>Erica umbellata</i> , Fabaceae, Lamiaceae, Rosaceae (1%), Euphorbiaceae, Oleaceae* (<1%)
	E84	Rosaceae (9%)	<i>Daucus carota</i> , Lamiaceae, Myrtaceae (2%), Asteraceae, <i>Castanea sativa</i> , <i>Oxalis sp</i> (1%), Caprifoliaceae, <i>Euphorbia sp</i> , Malvaceae (<1%)
Béjaia	E75	Rosaceae (8%)	<i>Daucus carota</i> , <i>Inula viscosa</i> , Geraniaceae, Myrtaceae (1%), Brassicaceae, Lamiaceae, Oleaceae* (<1%)
Bouira	E83	Oleaceae (15%), Myrtaceae (11%), <i>Crepis vesicaria</i> (8%), Cupressaceae (6%), Rosaceae (5%), Brassicaceae (4%), <i>Daucus carota</i> , <i>Seneico vulgaris</i> (3%)	<i>Borago officinalis</i> , <i>Quercus robur</i> (2%), Anacardiaceae, Cornaceae, Euphorbiaceae, Fabaceae, Geraniaceae, Lamiaceae (1%), Mimosaceae, Rutaceae, Sapinadaceae (<1%)

4.1.2.2 Région Nord/Est

L'analyse des spectres polliniques de la région Nord/Est (tableaux 19 et 20) a révélé la présence de 10 miels monofloraux : eucalyptus (E93, E94, E73, E78), des miels à dominance de : fabaceae avec les genres Lotus et Hedysarum (ou sainfoin), de boraginaceae avec le genre Alkanna, et d'apiaceae avec le genre Bupleurum. Deux types de miels typiques à la forêt et à la

Chapitre IV. Résultats et discussion

montagne sont aussi présents avec les miels de *Castanea* (chatâigner) et d'*Erica* (bruyère). Les 07 échantillons restants sont des miels multif floraux composés de pollens secondaires de 1 à 4 taxons maximum.

Tableau 19: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Est (pollens prédominants et secondaires)

Wilaya	N° Ech.	Pollens prédominants (>45%)	Pollens secondaires (16-45%)
Annaba	E72	---	<i>Erica arborea</i> (37%), Rhamnaceae (19%)
	E92	---	<i>Erica arborea</i> (45%), <i>Seneico vulgaris</i> (37%)
	E93	<i>Eucalyptus sp</i> (89%)	---
	E94	<i>Eucalyptus sp</i> (63%)	Ranunculaceae (28%)
	E95	---	<i>Eucalyptus sp</i> (39%), <i>Seneico vulgaris</i> (20%), <i>Ononis spinosa</i> (18%), <i>Erica arborea</i> (17%)
Mila	E11	<i>Alkanna sp</i> (77%)	---
	E13	---	Rhamnaceae (44%), <i>Trifolium sp</i> (27%) <i>Pimpinella anisum</i> (20%)
	E48	<i>Lotus sp</i> (55%)	---
El Taref	E71	---	Lamiaceae (38 %), <i>Erica sp</i> (33 %)
	E73	<i>Eucalyptus sp</i> (51%)	<i>Erica arborea</i> (33 %)
	E100	<i>Castanea sativa</i> (60)	<i>Quercus sp</i> (26%)
Jijel	E78	<i>Eucalyptus sp</i> (71%)	---
	E79	<i>Hedysarum coronarium</i> (72%)	---
	E80	---	<i>Diplotaxis eruroides</i> (40%), Rhamnaceae (20%)
Guelma	E35	<i>Bupleurum sp</i> (62%)	---
Tébessa	E40	---	<i>Mellilotus alba</i> (28%)
Skikda	E81	<i>Erica arborea</i> (64%)	Rhamnaceae (27%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

Tableau 20: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Est (pollens isolés importants et isolés rares)

Wilaya	N° Ech.	Pollens isolés importants (3-15%)	Pollens isolés rares (<3%)
Annaba	E72	Rosaceae (15%), Euphorbiaceae (9%), <i>Eucalyptus sp</i> , <i>Quercus sp</i> (5%), Convolvulaceae, Fabaceae, Casuarinaceae (3%)	Asteraceae, Oxalidaceae, Salicaceae (1%), <i>Borago officinalis</i> , Fagaceae, Lamiaceae (<1%)
	E92	Fabaceae (5%), <i>Eucalyptus sp</i> (11%)	Rosaceae (1%), <i>Daucus carota</i> , Lamiaceae (<1%)
	E93	Fabaceae (8%)	<i>Daucus carota</i> (2%), <i>Lavendula sp</i> , Lamiaceae (<1%)
	E94	<i>Daucus carota</i> (3%)	Asteraceae, Fabaceae, Lamiaceae (2%), <i>Erica arborea</i> (1%), Rosaceae (<1%)
	E95	<i>Daucus carota</i> (6%)	<i>Trifolium sp</i> (1%)
Mila	E11	<i>Calendula arvensis</i> (5%), <i>Eucalyptus sp</i> (4%), <i>Lavendula sp</i> (3%)	<i>Inula viscosa</i> , Boraginaceae (symphytium), <i>Oxalis sp</i> (2%), <i>Daucus carota</i> , <i>Erica arborea</i> , Euphorbiaceae, Rosaceae, Oleaceae* (1%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Taraxacum officinalis</i> , Caprifoliaceae, Convolvulaceae, <i>Trifolium sp</i> , Mimosaceae, Plombaginaceae, Rhamnaceae (<1%)
	E13	<i>Eucalyptus sp</i> , <i>Robinia pseudo-acacia</i> (5%), <i>Daucus carota</i> , Euphorbiaceae (3%),	<i>Lavendula sp</i> , Rosaceae (2%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Crepis vesicaria</i> , Asteraceae, <i>Borago officinalis</i> , <i>Ononis spinosa</i> , <i>Erica arborea</i> , Salicaceae, Oleaceae* (1%), <i>Taraxacum officinalis</i> , Fagaceae, Liliaceae, <i>Oxalis sp</i> , Ephedraceae,
	E48	Rhamnaceae (11%), <i>Rosa canina</i> (7%), Myrtaceae (3%)	<i>Alkanna sp</i> , Brassicaceae, Oleaceae* (1%), <i>Seneico vulgaris</i> , Ericaceae, Geraniaceae, Lamiaceae (<1%)
El Taref	E71	<i>Eucalyptus sp</i> (12%), Asteraceae, Fabaceae (5%), <i>Daucus carota</i> (3)	Rosaceae (2%), Mimosaceae (1%)
	E73	<i>Castanea sativa</i> (5%), Anacardiaceae, Fabaceae (3%)	Rosaceae (2%), <i>Daucus carota</i> , Asteraceae, Euphorbiaceae, Lamiaceae, Oleaceae*, <i>Quercus sp</i> (1%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E100	<i>Eucalyptus sp</i> (9%)	<i>Arbutus unedo</i> (2%), <i>Seneico vulgaris</i> , Liliaceae, Citrus sp (1%), Apiaceae, Boraginaceae, Fabaceae, Rosaceae (<1%)
Jijel	E78	Fabaceae (13%), Apiaceae (6%), Rosaceae (5%), Ericaceae (3%)	<i>Castanea sativa</i> , <i>Taraxacum officinalis</i> (1%), Lamiaceae (<1%)
	E79	<i>Rubus sp</i> (15%), <i>Erica umbellata</i> (10%)	<i>Daucus carota</i> , Asteraceae, <i>Castanea sativa</i> (1%), Euphorbiaceae, Geraniaceae, <i>Quercus sp</i> (<1%)
	E80	<i>Castanea sativa</i> (11%), Anacardiaceae (7%), Oleaceae (6%), <i>Crepis vesicaria</i> (4%)	Cupressaceae, Lamiaceae, <i>Eucalyptus sp</i> , Rosaceae (2%), Euphorbiaceae, Fabacea, Geraniaceae (1%), <i>Daucus carota</i> (<1%)
Guelma	E35	Rosaceae (13%), <i>Eucalyptus sp</i> (11%), Asteraceae (5%), Brassicaceae, Ericaeae (3%)	Lamiaceae, <i>Oxalis sp</i> (1%), Boraginaceae, Buxaceae, Mimosaceae (<1%)
Tébessa	E40	Fabaceae, Myrtaceae (13%), Apiaceae, Boraginaceae (9%), Anacardiaceae (7%), Lamiaceae (5%), <i>Diplotaxis erucoides</i> , Rosaceae (4%), <i>Euphorbia sp</i> , Ranunculaceae (3%)	Asteraceae (2%), Polygonaceae (1%), Ericaceae, Fagaceae, Mimosaceae (<1%)
Skikda	E81	<i>Lavendula sp</i> (4%)	Rosaceae (2%), Caryophyllaceae, Oleaceae* (1%), <i>Sophora sp</i> , <i>Eucalyptus sp</i> , <i>Oxalis sp</i> (<1%)

4.1.2.3 Région Nord/Ouest

L'analyse des spectres polliniques de la région Nord/Ouest (tableaux 21 et 22) a révélé la présence de 05 miels monofloraux : eucalyptus (E23, E74), des miels à dominance de : fabaceae avec le genre *Genista* (E54), d'apiaceae (E99) et rahmnaceae avec le genre *Rhamnus* (E10). Les 04 échantillons restants sont des miels multifloraux composés de pollens secondaires de 1 à 3 taxons maximum.

Tableau 21: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Ouest (pollens prédominants et secondaires)

Wilaya	N° Ech.	Pollens prédominants (>45%)	Pollens secondaires (16-45%)
--------	---------	-----------------------------	------------------------------

Chapitre IV. Résultats et discussion

Tiaret	E34	--- --- --- ---	<i>Peganum harmala</i> (33%), Rosaceae (21%), <i>Euphorbia sp</i> (19%)
	E51	--- --- --- ---	Apiaceae (23%), <i>Malus sp</i> (21%), Brassicaceae (20%)
	E54	<i>Genista sp</i> (59%)	--- --- --- ---
	E99	Apiaceae (53%)	Oleaceae* (26%)
	E105	--- --- --- ---	<i>Euphorbia sp</i> (24%)
	E10	<i>Rhamnus sp</i> (63%)	--- --- --- ---
	E23	<i>Eucalyptus sp</i> (55%)	--- --- --- ---
	E55	--- --- --- ---	Fabaceae (43%), <i>Eucalyptus sp</i> (24%)
	E74	<i>Eucalyptus sp</i> (72%)	--- --- --- ---

Tableau 22: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Nord/Ouest (pollens isolés importants et isolés rares)

Wilaya	N° Ech.	Pollens isolés importants (3-15%)	Pollens isolés rares (< 3%)
Tiaret	E34	<i>Ziziphus lotus</i> (6%), <i>Diplotaxis erucoides</i> (5%), Poaceae* (4%), Ericaceae (3%)	Asteraceae, Fabaceae (2%), Apiaceae, Cucurbitaceae, Polygonaceae (1%), Cupressaceae, Liliaceae, Salicaceae, Verbinaceae (<1%)
	E51	Salicaceae (10%), <i>Euphorbia sp</i> , <i>Peganum harmala</i> (6%), <i>Seneico vulgaris</i> (5%), <i>Muscari sp</i> (3%)	Lamiaceae, Myrtaceae, Raffesciaceae, <i>Citrus sp</i> , Oleaceae* (1%), <i>Ononis sp</i> , Polygonaceae, Verbinaceae (0%)
	E54	Apiaceae (11%), Ranunculaceae (6%), Rosaceae (5%), <i>Muscari sp</i> , Poaceae*, Oleaceae* (4%)	Brassicaceae, Caryophyllaceae (2%), Amaranthaceae, Asteraceae, Euphorbiaceae, Lamiaceae (1%), Ephedraceae, Pinaccaeae, Rutaceae (<1%)
	E99	<i>Capslla sp</i> (15%)	Plantaginaceae, Rosaceae (2%), <i>Seneico vulgaris</i> , Boraginaceae (1%), Liliaceae (<1%)
	E105	<i>Brassica sp</i> (11%), <i>Capsella sp</i> , Papaveraceae (9%), <i>Cercis sp</i> , <i>Peganum harmala</i> (8%), Fabaceae (6%), <i>Trifolium</i>	<i>Mathiola sp</i> (2%), Ericaceae, <i>Oxalis sp</i> (1%), <i>Centaurea sp</i> , <i>Taraxacum officinalis</i> , <i>Borago officinalis</i> , Oleaceae* (<1%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

		<i>sp</i> (6%), Asteraceae, Rosaceae (5%), Apiaceae (3%)	
Mostaganem	E10	<i>Ononis sp</i> (7%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Robinia pseudo-acacia</i> (6%), <i>Daucus carota</i> , <i>Citrus sp</i> (5%), <i>Euphorbia bupleuroides</i> (3%)	Asteraceae, <i>Taraxacum officinalis</i> , <i>Eucalyptus sp</i> , <i>Oxalis sp</i> , Rosaceae (1%), Cupressaceae, <i>Erica sp</i> , <i>Lavendula sp</i> , <i>Origanum vulgare</i> , Oleaceae* (<1%)
	E23	<i>Borago officinalis</i> , <i>Carex sp</i> (11%), Cupressaceae, Euphorbiaceae (5%), Apiaceae (4%), Brassicaceae (3%)	<i>Colutea sp</i> (2%), Asteraceae, <i>Alkanna sp</i> , Salicaceae (1%), Plantaginaceae, <i>Centaurea sp</i> , Rosaceae, Pinaceae (<1%)
	E55	<i>Seneico vulgaris</i> (9%), Rosaceae (7%)	Apiaceae, <i>Taraxacum officinalis</i> , <i>Borago officinalis</i> , Brassicaceae, Caprifoliaceae, Euphorbiaceae (2%), <i>Muscari sp</i> , Rhamnaceae, Rutaceae (1%), Araceae, <i>Oxalis sp</i> , Oleaceae* (<1%)
	E74	Oleaceae* (13%), <i>Erica sp</i> (8%), Fabaceae (5%),	Apiaceae, Asteraceae (1%)

4.1.2.4 Région Sud/Steppe

L'analyse des spectres polliniques de la région Sudd/Steppe (tableaux 23 et 24) a révélé la dominance du miel de ziziphus (jujubier) avec un nombre de 07 (E12, E17, E36, E62, E85, E88, E91) tous issus de la wilaya de Djelfa. Les 05 miels multif floraux ; issus des wilayas de mssila et Naama ; sont composés de pollens secondaires de 1 à 3 taxons maximum.

Tableau 23: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Steppe (pollen prédominants et secondaires)

Wilaya	N° Ech.	Pollens prédominants (>45%)	Pollens secondaires (16-45%)
Djelfa	E12	<i>Ziziphus lotus</i> (86%)	--- --- --- ---
	E17	<i>Ziziphus lotus</i> (58%)	<i>Diploaxis sp</i> (16%)
	E36	<i>Ziziphus lotus</i> (52%)	--- --- --- ---
	E62	<i>Ziziphus lotus</i> (68%)	--- --- --- ---
	E85	<i>Ziziphus lotus</i> (76%)	--- --- --- ---
	E88	<i>Ziziphus lotus</i> (80%)	--- --- --- ---
	E89	--- --- --- ---	Rosaceae (24%), <i>Ziziphus lotus</i> (19%), <i>Erica arborea</i> (18%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E90	--- --- --- ---	<i>Ziziphus lotus</i> (24%)
	E91	<i>Ziziphus lotus</i> (49%)	--- --- --- ---
	E96	--- --- --- ---	Inconnu 3 (28%), <i>Gledetsia sp</i> (20%), <i>Diplotaxis sp</i> (21%)
Mssila	E56	--- --- --- ---	Fabaceae (40%), <i>Ziziphus lotus</i> (33%), <i>Euphorbia sp</i> (18%)
Naama	E42	--- --- --- ---	<i>Anthylis sp</i> (38%), <i>Seneico vulgaris</i> (27%)

Tableau 24: Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Steppe (pollens isolés importants et isolés rares)

Wilaya	N° Ech.	Pollens isolés importants (3-15%)	Pollens isolés rares (<3%)
Djelfa	E12	Rosaceae (5%), <i>Oxalis sp</i> (3%)	Brassicaceae (2%), Fabaceae, Euphorbiaceae (1%), <i>Crepis vesicaria</i> , Boraginaceae, Ericaceae, Oleaceae* (<1%)
	E17	<i>Lotus sp</i> (14%), Myrtaceae (6%)	Apiaceae, <i>Seneico vulgaris</i> , Fabaceae, Rosaceae (1%), <i>Centaurea sp</i> , Lamiaceae, Salicaceae (<1%)
	E36	Rosaceae (14%), Poaceae* (13%), Fabaceae (6%), Asteraceae, Myrtaceae (3%)	Apiaceae, Araceae, Brassicaceae, <i>Euphorbia sp</i> (2%), Boraginaceae, Lamiaceae (1%), Mimosaceae (<1%)
	E62	<i>Lotus sp</i> , <i>Eucalyptus sp</i> (9%), <i>Hedysarum coronarium</i> (4%), <i>Seneico vulgaris</i> , Cyperaceae (3%)	Apiaceae, Brassicaceae, Euphorbiaceae, Lamiaceae, <i>Peganum harmala</i> , (1%) Oleaceae (<1%)
	E85	Rosaceae (9%), Myrtaceae (6%), Ericaceae (3%)	<i>Daucus carota</i> (2%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Ononis spinosa</i> , Euphorbiaceae (1%), Boraginaceae (<1%)
	E88	Ericaceae, <i>Euphorbia sp</i> , Fabaceae (5%)	<i>Hedysarum coronarium</i> (2%), <i>Daucus carota</i> , Brassicaceae, Cupressaceae (1%), <i>Seneico vulgaris</i> , <i>Taraxacum officinalisi</i> , Rosaceae (<1%)
	E89	Fabaceae (12%), <i>Euphorbia sp</i> (10%), <i>Seneico vulgaris</i> (5%), Apiaceae (4%), Myrtaceae, Oxalidaceae (3%)	<i>Taraxacum officinalis</i> , Cactaceae, Oleaceae* (<1%)
	E90		

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E91	<i>Erica arborea</i> (14%), <i>Seneico vulgaris</i> (13%), Rosaceae (12%), Fabaceae (10%), <i>Euphorbia bupleuroides</i> (9%), <i>Daucus carota</i> (7%), Myrtaceae, <i>Trifolium sp</i> , (4%)	<i>Taraxacum officinalis</i> (2%), <i>Ononis spinosa</i> , Oxalidaceae (1%), Brassicaceae (<1%)
	E96	<i>Robinia pseudo-acacia</i> (11%), <i>Ononis spinosa</i> (9%), Oleaceae* (8%), Fabaceae (7%), <i>Euphorbia sp</i> (5%), Ericaceae, <i>Trifolium sp</i> , <i>Oxalis sp</i> (3%) <i>Centaurea sp</i> (13%), <i>Euphorbia sp</i> , Rosaceae (4%)	Apiaceae, <i>Taraxacum officinalis</i> , Rosaceae (1%), Boraginaceae, Lamiaceae, Pinaceae (<1%) <i>Alkanna sp</i> , <i>Viscia craca</i> , <i>Muscari osum</i> , Poaceae* (2%), Caryophyllaceae, Plantaginaceae, Oleaceae* (1%), <i>Pimpinella anisum</i> , Ericaceae, Lamiaceae, Malvaceae, Ranunculaceae (<1%)
	E56	<i>Daucus carota</i> (6%), Asteraceae (3%)	--- --- --- ---
Naama	E42	<i>Euphorbia sp</i> , Rosaceae (8%), Brassicaceae (5%), Chenopodiaceae, Poaceae* (4%)	<i>Borago officinalis</i> (2%), Apiaceae, Cupressaceae (1%), <i>Oxalis sp</i> , Polygonaceae (<1%)

4.1.2.5 Région Sud/Sahara

L'analyse des spectres polliniques de la région Nord/Sahara (tableaux 25 et 26) a révélé la présence de 06 miels monofloraux : notamment celui de ziziphus (jububier) avec E3, E69, E70, E87 deux miels à dominance de fabaceae sont aussi retrouvés avec les genres Lotus et Dorycnium. Les 07 échantillons restants sont des miels multifloraux composés de pollens secondaires de 1 à 3 taxons maximum.

Tableau 25 : Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Sahara (pollens prédominants et secondaires)

Wilaya	N° Ech.	Pollens prédominants (>45%)	Pollens secondaires (16-45%)
Laghouat	E3	<i>Ziziphus lotus</i> (72%)	--- --- --- ---
	E29	--- --- --- ---	<i>Ziziphus lotus</i> (35%), Scrophulariaceae (19%), Inconnu 4 (17%)
	E30	--- --- --- ---	<i>Lotus sp</i> (19%), <i>Ziziphus lotus</i> (18%), <i>Astragalus sp</i> (17%)
	E37	--- --- --- ---	Scrophulariaceae (42%), Rosaceae (16%)
	E38	<i>Lotus sp</i> (46%)	--- --- --- ---
	E57	--- --- --- ---	<i>Brassica sp</i> , <i>Ziziphus lotus</i> (29%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E69	<i>Ziziphus lotus</i> (89%)	--- --- --- ---
	E70	<i>Ziziphus lotus</i> (80%)	--- --- --- ---
	E86	--- --- --- ---	<i>Ziziphus lotus</i> (42%), <i>Astragalus sp</i> (27%)
	E87	<i>Ziziphus lotus</i> (59%)	<i>Ononis sp</i> (23%)
	E97	--- --- --- ---	<i>Borago officinalis</i> , <i>Capsella sp</i> (30%), <i>Alkanna sp</i> (26%)
El Byadh	E31	<i>Dorycnium sp</i> (72%)	--- --- --- ---
	E68	--- --- --- ---	<i>Ziziphus lotus</i> (22%), Brassicaceae (19%)

Tableau 26 : Représentation de l'analyse pollinique des miels de la région Sud/Sahara (pollens isolés importants et isolés rares)

Wilaya	N° Ech.	Pollens isolés importants (3-15%)	Pollens isolés rares (<3%)
Laghouat	E3	<i>Eucalyptus sp</i> (11%), <i>Capsella sp</i> (10%), Fabaceae (3%)	Rosaceae (2%), <i>Alkanna sp</i> , Lamiaceae (1%), Apiaceae, <i>Seneico vulgaris</i> (<1%)
	E29	<i>Brassica sp</i> (12%), <i>Daucus carota</i> (9%), <i>Euphorbia sp</i> (3%)	<i>Crepis vesicaria</i> (2%), Fabaceae, Myrtaceae, Rosaceae (1%), Cyperaceae, Ericaceae, Lamiaceae (<1%)
	E30	Rosaceae (13%), <i>Brassica sp</i> , <i>Euphorbia sp</i> (8%), Asteraceae (5%), <i>Alkanna sp</i> (3%)	Apiaceae, Cyperaceae, <i>Medicago sativa</i> , Myrtaceae (2%), Rutaceae (1%), Ericaceae, Lamiaceae (<1%)
	E37	Asteraceae, <i>Diplotaxis eruroides</i> , <i>Oxalis sp</i> (8%), Fabaceae (4%), Brassicaceae, <i>Euphorbia bupleuroides</i> , Lamiaceae, Oleaceae* (3%)	Poaceae* (2%), <i>Alkanna sp</i> , Ericaceae, ; Musaceae (1%), Apiaceae (<1%)
	E38	Poaceae* (13%), <i>Diplotaxis eruroides</i> (9%), <i>Sophora sp</i> (8%), <i>Muscari sp</i> , Rosaceae (5%), Apiaceae, Asteraceae, Boraginaceae (4%)	Annonaceae, Fabaceae (1%), Betulaceae*, <i>Euphorbia sp</i> , Lmaiaceae, Myrtaceae, (<1%)
	E57	Rosaceae (13%), <i>Euphorbia sp</i> (8%), Apiaceae (4%), <i>Cardus sp</i> , <i>Seneico vulgaris</i> (3%)	<i>Crepis vesicaria</i> , Oleaceae* (2%), Plantaginaceae, <i>Alkanna sp</i> , Ericaceae, Myrtaceae, Lamiaceae (1%), Fabaceae (<1%)

Chapitre IV. Résultats et discussion

	E69	<i>Ononis sp</i> (5%), <i>Euphorbia sp</i> (3%)	Apiaceae, Fagaceae, Rosaceae (1%), Asteraceae, <i>Borago officinalis</i> (<1%)
	E70	Rosaceae (4%), <i>Capsella sp</i> , Myrtaceae (3%)	<i>Crepis vesicaria</i> , Fabaceae, Oleaceae* (2%), Apiaceae, Ericaceae, Plantaginaceae, Poaceae (1%), <i>Centaurea sp</i> , Brassicaceae, Euphorbiaceae, Salicaceae, <i>Peganum harmala</i> (<1%)
	E86	Ericaceae (10%), Rosaceae (6%), Poaceae* (5%), Asteraceae, <i>Euphorbia sp</i> (3%)	<i>Daucus carota</i> (2%), Oleaceae* (1%), Brassicaceae, Lamiaceae, Ranunculaceae, Salicaceae, <i>Peganum harmala</i> (<1%)
	E87	<i>Seneico vulgaris</i> , <i>Euphorbia sp</i> (4%), <i>Daucus carota</i> , Ericaceae, <i>Robinia pseudo-acacia</i> (3%)	Rosaceae (1%), <i>Taraxacum officinalis</i> , Lamiaceae, <i>Oxalis sp</i> (<1%)
	E97	Rosaceae (12%), Oleaceae* (8%), Plantaginaceae (7%), <i>Pimpinella anisum</i> (5%), <i>Colutea sp</i> (4%), Fabaceae (3%)	<i>Centaurea sp</i> , Boraginaceae, Residaceae (2%), Euphorbiaceae, <i>Ononis sp</i> , Lamiaceae, Rutaceae (1%), Brassicaceae, Cupressaceae, <i>Oxalis spi</i> , <i>Ziziphus lotus</i> (<1%)
El Byadh	E31	<i>Echium sp</i> , Polygonaceae (8%), Palmeae, Rhamnaceae (3%)	<i>Euphorbia sp</i> , Poaceae* (2%), Apiaceae, Asteraceae (1%), Brassicaceae, Lamiaceae (<1%)
	E68	<i>Seneico vulgaris</i> , <i>Trifolium sp</i> (11%), <i>Borago officinalis</i> , Dipsacaceae (8%), <i>Robinia pseudo-acacia</i> (4%), <i>Medicago sativa</i> , Lamiaceae (3%)	Fabaceae, Euphorbiaceae, Rosaceae, Oleaceae* (2%), <i>Taraxacum officinalis</i> , Asteraceae, Plameae, Salicaceae (1%), Apiaceae, Liliaceae, Myrtaceae (<1%)

Globalement l'analyse des fréquences polliniques des deux régions Nord et Sud a révélé ce qui suit :

- **Région Nord :**

Les échantillons de miels de citrus ; identifiés uniquement dans la région Nord/Centre ; présentent une fréquence allant de 10 à 42% pour le pollen *Citrus sp*, selon Persano Oddo & Piro (2004) le pollen de *Citrus sp* est sous-représenté à un degré plus ou moins important tout dépend des différentes espèces ou cultivars. Un minimum de 10 à 20% est accepté pour le considérer comme miel de citrus. (Louveaux et al., 1977; Reyes, 2017; Seraglio et al., 2021). A noter aussi que les propriétés physicochimiques et organoleptiques de ces échantillons sont en accord avec ceux décrits par Persano Oddo & Piro (2004) pour le miel de citrus. Les pollens d'accompagnement pour le miel de citrus sont beaucoup plus de la famille des brassicaceae avec les espèces *Sinapis sp*, *Brassica sp* et *diplotaxis erucoides*, nous avons aussi noté la présence des rhamnaceae et oleaceae, cette dernière famille n'est pas nectarifère mais reste une très bonne source pour le pollen.

Les miels d'eucalyptus ; identifiés dans les trois régions du Nord ; présentent des fréquences variant de 51 à 91%. A l'encontre du pollen de citrus, le pollen d'eucalyptus est sur-représenté (Persano Oddo & Piro, 2004). Selon le même auteur, des laboratoires Italiens ne considèrent les miels d'eucalyptus que ceux ayant une fréquence de plus de 90% de pollen d'eucalyptus typique. Dans notre cas tous les échantillons présentant plus de 45% ont été considérés miels d'eucalyptus. Cependant les miels d'eucalyptus obtenus dans notre étude ne présentent pas de pollens d'accompagnement sauf les caparidaceae pour un seul échantillon de la région Nord/Centre et de rhamnaceae et d'*Erica arborea* pour les échantillons provenant de l'Est.

Le spectre pollinique pour les miels de ziziphus montre des fréquences allant de 57 à 81%, dans des études menées par Mekious et al. (2015); Zerrouk et al. (2017) sur le miel de ziziphus, ces derniers ont enregistré des fréquences allant de 45,75 à 97,12 % et de 45,3 à 93,7% respectivement. Le spectre pollinique des miels de ziziphus de la région n'a montré aucun pollen d'accompagnement.

Les miels à dominance pollinique de boraginaceae identifiés dans la région Nord sont représentés par un seul échantillon d'*Echium sp* et 4 échantillons d'*Alkanna sp*, ces derniers ont montré des fréquences allant de 46 à 83% avec un seul pollen accompagnant *Erica umbellata* avec 46% pour un seul échantillon provenant de la région Nord/Centre.

Les miels à dominance pollinique d'apaiaceae sont représentés par l'espèce *Pimpinella anisum* et *Bupleurum sp*, les fréquences varient de 53 à 71% pour toutes espèces confondues. Selon Makhoulfi et al. (2010) les espèces *Daucus carota* et *Pimpinella anisum* sont plus retrouvées dans les régions centre et Ouest. Les pollens d'accompagnement les plus retrouvés pour ces miels sont l'eucalyptus et les oleaceae.

Le restant des miels à dominance pollinique de fabaceae ont montré la présence de plusieurs espèces : *Hydasarm coronarium* (sain foin), *Ceratonia siliqua* (carroubier), *Galega officinalis*, *Lotus sp* et *Genista sp*. Leurs fréquences varient de 51 à 75%. Les pollens d'accompagnement sont *Ononis spinosa*, les rasoceae pour la région du centre et *smyrium sp* et *ericaceae* pour la région de l'Est. Ces résultats sont aussi obtenus par d'autres chercheurs comme Haouam et al. (2016); Zerrouk et al. (2014) et par Nair (2014) qui a enregistré la dominance des fabacées dans deux de ses échantillons récoltés de l'Ouest Algérien. Ces mêmes miels monofloraux ont été cités par Ricciardelli d'Albore (1998) pour l'Algérie. Selon Louveaux & Abed (1984) l'espèce *Hedysarum coronarium* est dominante dans la partie centrale de l'Algérie, en Tunisie et au Maroc.

- **Région Sud :**

Cette région a montré une dominance des miels de *Ziziphus lotus* ayant des fréquences variant de 49 à 89%, les pollens d'accompagnement sont : *Diplotaxis sp* et *Ononis spinosa*, Zerrouk et al. (2017) cite aussi avoir trouvé des pollens de la famille des brassicaceae et des fabaceae dans les miels de ziziphus collectés des wilayas de Djelfa et Laghouat.

Les autres miels à dominance pollinique de fabaceae sont représentés par *Dorycnium sp* et *Lotus sp* avec des fréquences de 72 et 46% respectivement chacun.

4.2 Analyse physicochimique

Les résultats des analyses physico-chimiques des miels sont présentés par origine floral et par région. Suite à l'analyse mellissopalynologique, les miels ont été classés par origine florale : Citrus, Eucalyptus, Ziziphus, *Alkanna sp*, *Hedysarum coronarium*, *Pimpinella anisum*

Chapitre IV. Résultats et discussion

et *Lotus sp* (pour ceux dont la répétition est de deux ou plus). Les autres miels monofloraux qui se retrouvent sans répétition sont classés en autre. Les miels toutes fleurs sont classés en multifloraux. Dans la représentation par région, les miels ont été divisés selon deux grandes régions Nord et Sud, ces dernières sont sous divisées en sous régions à savoir : Nord/Centre, Nord/Est, Nord/Ouest, Sud/Steppe et Sud/Sahara. Les tableaux 27 et 28 résument ces résultats.

Tableau 27 : Résultats des analyses physicochimiques par origine florale

	MF (n=34) Moy±SD	Citrus (n=5) Moy±SD	Eucalyptus (n=11) Moy± SD	<i>Alkanna sp</i> (n=4) Moy±SD	<i>Ziziphus</i> (n=13) Moy±SD	H. C. (n=2) Moy±SD	P.A. (n=2) Moy±SD	<i>Lotus sp</i> (n=2) Moy±SD	Autre (n=13) Moy±SD
H%	16,18±1,54	17,92±1,38	16,62±1,22	17,73±0,32	15,80±1,12	18,20±1,13	16,20±0,85	16,70±1,27	16,62±1,64
HMF (mg/kg)	13,39±9,07	12,60±7,01	24,76±53,57	37,40±16,23	10,27±13,58	7,03±4,03	10,92±2,75	35,16±29,42	15,08±16,41
pH	3,88±0,29	3,91±0,67	3,98±0,24	4,57±0,54	4,41±0,72	4,25±0,53	4,15±0,68	3,64±0,12	4,21±0,64
AL (meq/kg)	26,69±8,09	27,30±8,84	27,60±8,82	19,51±13,88	20,42±6,33	32,50±10,61	31,75±0,35	23,50±2,12	25,41±8,34
CE (mS/cm)	0,30±0,13	0,20±0,08	0,49±0,21	0,24±0,15	0,26±0,08	0,49±0,03	0,37±0,01	0,20±0,11	0,39±0,26
Couleur (mm Pfund)	157,44±81,79 Ombre foncé	71,97±62,36 Ombre clair	141,90±64,46 Ombre foncé	180,51±89,57 Ombre foncé	87,46±44,27 Ombre	162,04±110,56 Ombre foncé	177,08±103,99 Ombre foncé	69,75±30,46 Ombre clair	96,09±73,83 Ombre
Glucose %	31,03±2,51	31,47±4,99	30,80±3,36	30,50±3,64	27,78±2,66	30,80±0,57	31,88±1,83	34,23±2,82	31,25±2,69
Fructose %	33,08±2,60	34,63±4,75	31,38±3,14	36,16±3,04	34,53±2,53	33,63±1,21	36,21±1,32	33,28±2,61	32,86±4,64
Saccharose %	3,69±1,62	1,79±1,15	3,22±1,50	3,22±1,46	5,92±1,39	3,14±0,69	3,20±0,26	2,65±2,32	2,87±2,00
Gluc+Fruc %	64,11±4,68	66,10±8,18	62,18±5,37	66,66±6,66	62,31±3,78	64,43±0,64	68,08±3,16	67,51±0,21	64,11±6,45
Fruc/Gluc	0,94±0,06	0,92±0,16	0,99±0,13	0,84±0,03	0,93±0,25	0,92±0,05	1,02±0,18	1,04±0,17	0,97±0,16
Gluc/H	1,95±0,27	1,77±0,34	1,86±0,25	1,72±0,24	1,76±0,11	1,69±0,07	1,97±0,22	2,05±0,01	1,90±0,29

H.C : *Hedysarum coronarium*, P.A : *Pimpinella anisum*, H% : humidité ; HMF : 5-hydroxyméthylfurfural, AL : acidité libre ; CE : conductivité électrique ; Gluc : glucose, Fruc : fructose, n : nombre d'échantillons ; SD : écart type.

La représentation en box plot des paramètres de caractérisation des miels représentés par origine florale est illustrée en annexe VI.

Les miels de Citrus ont présenté des valeurs comprises entre les limites maximales et minimales pour la teneur en eau, le HMF, le pH, l'acidité libre (AL), la couleur, le glucose et le fructose et des valeurs en CE (conjointement avec le groupe *Lotus sp*) et en saccharose les plus faibles avec $0,20 \pm 0,08$ mS/cm et $1,79 \pm 1,15\%$ respectivement. Ces résultats sont en accord avec les données de (Persano Oddo & Piro, 2004) qui ont indiqué que les miels de citrus ont des teneurs faibles dans les paramètres précités.

Les miels d'Eucalyptus ont montré des valeurs situées dans une plage intermédiaire concernant le pH, HMF, pH, AL, couleur, glucose et saccharose, par contre ils ont enregistré la valeur la plus élevée en CE (conjointement avec le groupe des miels d'*Hedysarum coronarium*) avec une valeur de $0,49 \pm 0,21$ mS/cm et la plus faible en fructose avec $31,38 \pm 3,14\%$. Selon Persano Oddo & Piro (2004), la directive Européenne a indiqué des valeurs qui peuvent être de plus que 0,8 mS/cm pour le miel d'eucalyptus. Talpay (1985) propose pour les miels d'eucalyptus des valeurs allant de 0,40 à 0,90 mS/cm. Ceci dit, nos valeurs en CE pour le miel d'eucalyptus sont comparables à celle rapportée par ces mêmes chercheurs.

Les miels de ziziphus ont enregistré des teneurs en eau et en glucose les plus faibles ($15,80 \pm 1,12$ % et $27,78 \pm 2,66$ % respectivement), une valeur en saccharose la plus élevée ($5,92 \pm 1,39$ %) et ont présenté des valeurs comprises entre les limites maximales et minimales pour la teneur en HMF, pH, AL, CE, couleur et en fructose. Les valeurs obtenues dans notre étude sont presque proches de celles rapportées par plusieurs auteurs dont (Haderbache et al., 2013; Mekious et al., 2015; Zerrouk et al., 2017) notamment pour la teneur en eau, le pH, la couleur et le glucose pour lesquelles ils ont rapportés des valeurs allant de 13,4 à 15,1%, de 4,52 à 5,5, de 61 à 100,88 mmPfund et de 28,57 à 30,7% respectivement. Par contre nos valeurs en fructose et saccharose sont différentes, surtout pour ce dernier, ces mêmes auteurs ont enregistré des valeurs allant de 1,03 à 2,1% en moyenne. Anklam (1998) a expliqué qu'en raison des variations climatiques, saisonnières ou de variations des origines géographiques, les miels d'une même source florale peuvent varier. La norme Codex Alimentarius (2001) recommande 5 % de saccharose pour toutes les variétés de miel. L'exception étant observée pour certains types de miels tels que les miels de Banskia, Citrus, Hedysarum, Medicago et les miels de Lavandula pour lesquels il a recommandé des teneurs de 10 % et 15%. Le miel de Ziziphus n'en fait pas partie, raison pour laquelle il faut penser à étudier le profil glucidique du miel de ziziphus et l'introduire dans la norme comme exception en sa teneur en saccharose.

Les miels de citrus, eucalyptus et ziziphus sont les miels dominants en Algérie et les plus retrouvés dans plusieurs études menées sur le territoire Algérien. Cependant certains miels à dominance pollinique de fabaceae, boraginaceae et apiaceae apparaissent aussi prouvant le potentiel mellifère de l'Algérie et la diversité des types de miel produits. Ces miels ne sont pas bien étudiés en raison du manque de répétition ou de la taille d'échantillon réduite. Nous retrouvons donc parmi ces miels ceux d'*Alkanna sp*, de *Pimpinella anisum*, d'*Hedysarum coronarium* et de *Lotus sp* qui ont présenté certaines caractéristiques que nous citons ci-dessous :

Les miels de Citrus, Eucalyptus et Ziziphus sont les miels dominants en Algérie et fréquemment mentionnés dans plusieurs études réalisées sur le territoire. Toutefois, certains miels à dominance pollinique de Fabaceae, Boraginaceae et Apiaceae émergent également,

témoignant ainsi du riche potentiel mellifère de l'Algérie et de la diversité des miels produits. Cependant, ces miels restent peu étudiés en raison d'un manque de répétitions ou de la taille réduite des échantillons. Parmi ces miels moins explorés, on retrouve ceux issus de *Alkanna sp*, *Pimpinella anisum*, *Hedysarum coronarium* et *Lotus sp*, qui présentent certaines caractéristiques que nous détaillons ci-dessous."

Les miels d'*Alkanna sp* ont présenté des teneurs en eau, CE, glucose et saccharose intermédiaires, par contre ils ont présenté des valeurs élevées en HMF (37,40±16,23 mg/kg), pH (4,57±0,54), couleur (180,51±89,57 mmpfund) et fructose (36,16±3,04 %), et une faible teneur en AL (19,51±13,88 meq/kg).

Les miels d'*Hedysarum coronarium* ont enregistré des teneurs élevées en eau (18,20±1,13%), AL (32,50±10,61 meq/kg), des valeurs intermédiaires en couleur (162,04±110,56 mmpfund) mais vont vers l'ambree foncée et en fructose (33,63±1,21%), par contre les paramètres : HMF (7,03±4,03 mg/kg), pH (4,25±0,53) et glucose (30,80±0,57%) étaient les plus faibles comparativement aux autres groupes.

Les miels de *Pimpinella anisum* ont enregistré des teneurs intermédiaires pour tous les paramètres (H%, HMF, pH, AL, CE, glucose, saccharose) sauf le fructose pour lequel ils ont présenté une valeur élevée (36,21±1,32%) presque similaire à celle des miels d'*Alkanna sp*.

Les miels de *Lotus sp* ont présenté des teneurs en eau, HMF, AL, fructose et couleur intermédiaires, des valeurs faibles en pH (3,64±0,12), CE (0,20±0,11 mS/cm), et élevées en glucose (34,23±2,82%).

Selon les valeurs obtenues il apparaît que ces miels ont des valeurs acceptables en teneur en eau, pH et acidité libre, leur couleur va de l'ambree claire à foncée, ils sont tous de nature à cristalliser, les miels de *Lotus sp* tendent même à cristalliser rapidement (rapport G/E 2,05±0,01).

Tableau 28 : Résultats des analyses physicochimiques par région

	Nord			Sud	
	Centre (n=35) Moy±SD	Est (n=17) Moy±SD	Ouest (n=9) Moy±SD	Steppe (n=12) Moy±SD	Sahara (n=13) Moy±SD
H%	16,78±1,61	17,11±1,44	16,67±0,84	15,83±1,12	15,30±0,94
HMF (mg/kg)	19,34±31,76	21,82±17,26	10,94±8,58	7,79±4,24	10,47±8,38
pH	3,94±0,44	4,10±0,47	4,05±0,65	4,25±0,50	4,19±0,67
AL(meq/kg)	26,81±9,39	27,38±11,05	27,73±6,57	20,58±6,04	20,75±3,80
CE(mS/cm)	0,30±0,18	0,47±0,21	0,35±0,14	0,26±0,07	0,23±0,07
Couleur (mm Pfund)	140,43±80,58 Ombre foncé	158,23±85,84 Ombre foncé	118,78±57,27 Ombre foncé	111,13±59,43 Ombre	91,69±78,71 Ombre
Gluc %	29,00±7,86	31,06±2,78	31,13±1,68	30,03±3,98	29,95±3,25
Fruc %	31,47±8,84	32,50±2,64	32,49±2,34	33,52±1,94	34,82±2,83
Sacch %	3,08±1,86	2,76±1,29	3,05±1,78	5,20±1,51	4,85±2,05
Gluc+Fruc %	60,46±16,33	63,56±4,80	63,62±2,98	63,55±5,47	64,77±3,47
Fruc/Gluc	0,88±0,26	0,96±0,08	0,96±0,08	0,89±0,09	0,99±0,24
Gluc/H	1,76±0,52	1,83±0,26	1,87±0,15	1,90±0,29	1,96±0,19

H : humidité ; HMF : 5-hydroxymethylfurfural, AL : acidité libre ; CE : conductivité électrique ; Gluc : glucose, Fruc : fructose, Sacch : saccharose, n : nombre d'échantillons ; Moy : moyenne, SD : écart type.

La représentation des échantillons par région a donné des groupes assez hétérogènes. En effet, la région Nord/Centre a représenté à elle seule 41% de la totalité de l'effectif. La région Nord/Est a représenté 20%. Les régions du Sud ; Steppe et Sahara ; ont représenté 14 et 15% respectivement, par contre la région Nord/Ouest a représenté seulement 10% de l'effectif total.

La région Nord/Centre a enregistré des valeurs minimales en pH, glucose, et en la somme des sucres réducteurs. Elle a par contre enregistré des valeurs se situant entre les valeurs extrêmes en humidité, HMF, AL, CE, couleur, saccharose.

La région Nord/Est a enregistré des teneurs en H% ($17,11 \pm 1,44\%$), HMF ($21,82 \pm 17,26$ mg/kg), CE ($0,47 \pm 0,21$ mS/cm) et couleur ($158,23 \pm 85,84$ mmPfund) les plus élevées. Les autres paramètres ont montré des teneurs intermédiaires. Ces valeurs reviennent vraisemblablement à la composition en échantillons de miel de cette région notamment les miels d'eucalyptus, et les miels de forêt et montagnes (Castanea et Erica) connus pour leurs teneurs en eau et en CE élevées et leur couleur foncée (Persano Oddo & Piro, 2004). L'analyse kruskal-Wallis a même révélé une différence hautement significative ($p < 0,01$) entre la région Est et les régions du Nord/Centre et celles du Sud pour la CE.

La région Nord/Ouest a enregistré des valeurs intermédiaires pour l'ensemble des paramètres à l'exception de AL pour laquelle, elle a enregistré la teneur la plus élevée ($27,73 \pm 6,57$ meq/kg) mais reste assez proche de celles des régions Nord et Est. Toutes fois cette valeur reste inférieure à la norme du Codex et la directive européenne.

Les miels de la région Sud (Steppe et Sahara) ont exhibé des valeurs les plus faibles en H% ($15,83 \pm 1,12$, $15,30 \pm 0,94$ %), en AL ($20,58 \pm 6,04$, $20,75 \pm 3,80$ meq/kg), en conductivité ($0,26 \pm 0,07$, $0,23 \pm 0,07$ mS/cm) et en couleur ($111,13 \pm 59,43$, $91,69 \pm 78,71$ mmPfund) et des teneurs en pH ($4,25 \pm 0,50$, $4,19 \pm 0,67$) et en fructose ($33,52 \pm 1,94$, $34,82 \pm 2,83\%$) élevées comparativement aux miels de la région Nord. Cela revient probablement au climat des régions du sud dont l'humidité relative est basse (Gonnet, 1982). Selon Mekious (2016), les faibles teneurs en eau empêchent la transformation du glucose en acide gluconique ce qui justifie les faibles valeurs en AL et les valeurs de pH élevées (comparativement aux autres miels de nectar) des miels des régions du Sud.

L'analyse ANOVA a révélé des différences hautement significatives ($p < 0,01$) en teneur en eau et en saccharose entre la région du Sahara et les régions du Nord à l'exception de la région de l'Ouest pour laquelle il y a eu une différence significative ($p < 0,05$). La Steppe aussi a différencié statistiquement de la région Est en teneur en eau. Quant au saccharose, le degré de différence va de significative ($p < 0,05$), hautement significative ($p < 0,01$) à très hautement significatif ($p < 0,001$) entre les régions Ouest, Centre et Est respectivement. Une différence hautement significative ($p < 0,01$) en AL a été aussi observée entre la Steppe et les régions Nord (Centre et Est) et entre et la région du Sahara et toutes les régions du Nord.

- **Evaluation globale de la qualité physicochimique de l'ensemble des échantillons**

Chapitre IV. Résultats et discussion

Pour mieux visualiser les résultats, les figures 10 et 11 présentent des histogrammes de répartition des résultats de l'analyse physico-chimique par fréquence et par classe.

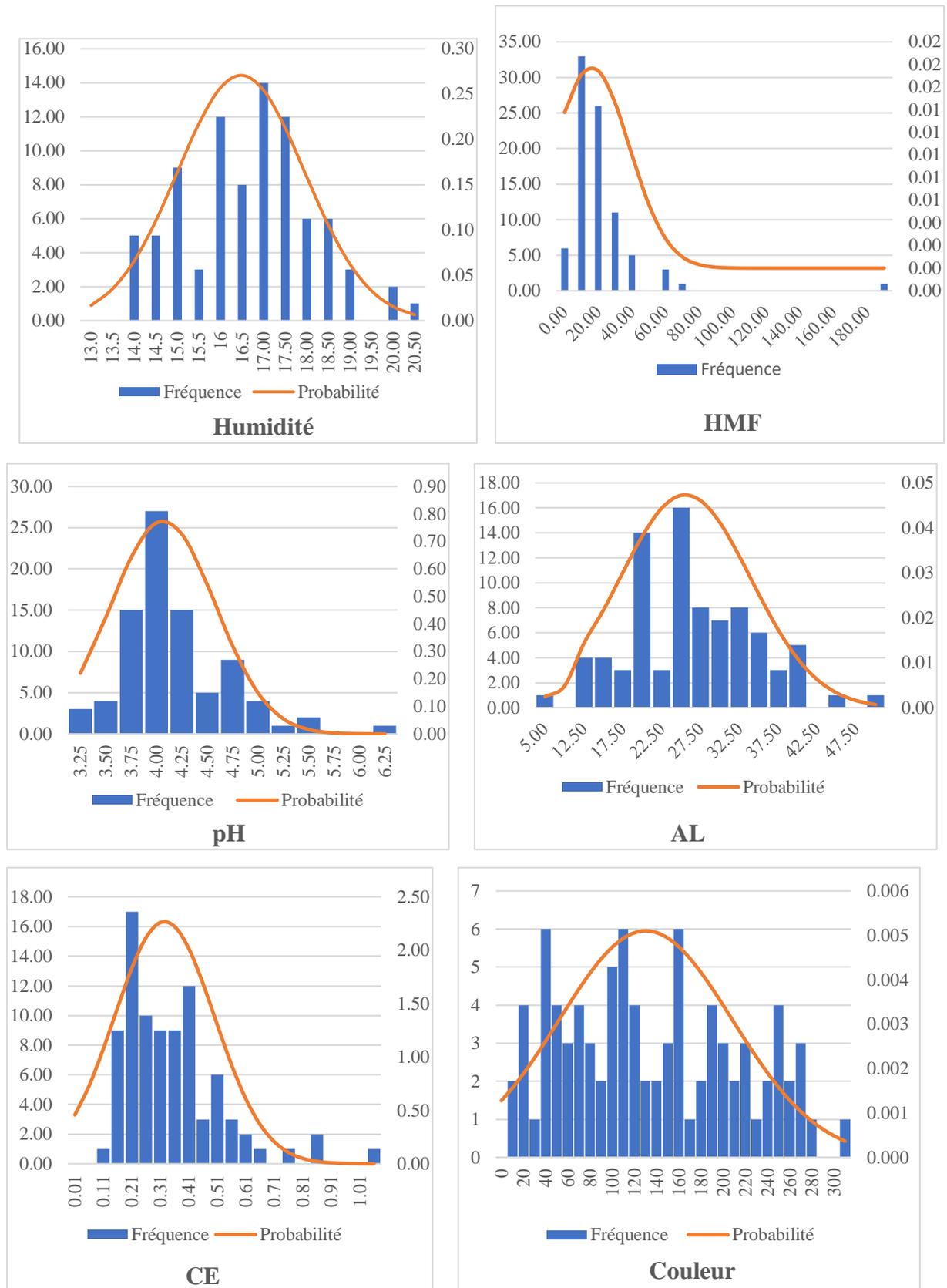


Figure 10 : Statistiques descriptives (H, pH, AL, CE, Couleur) des échantillons de miels étudiés (histogrammes des fréquences par classe).

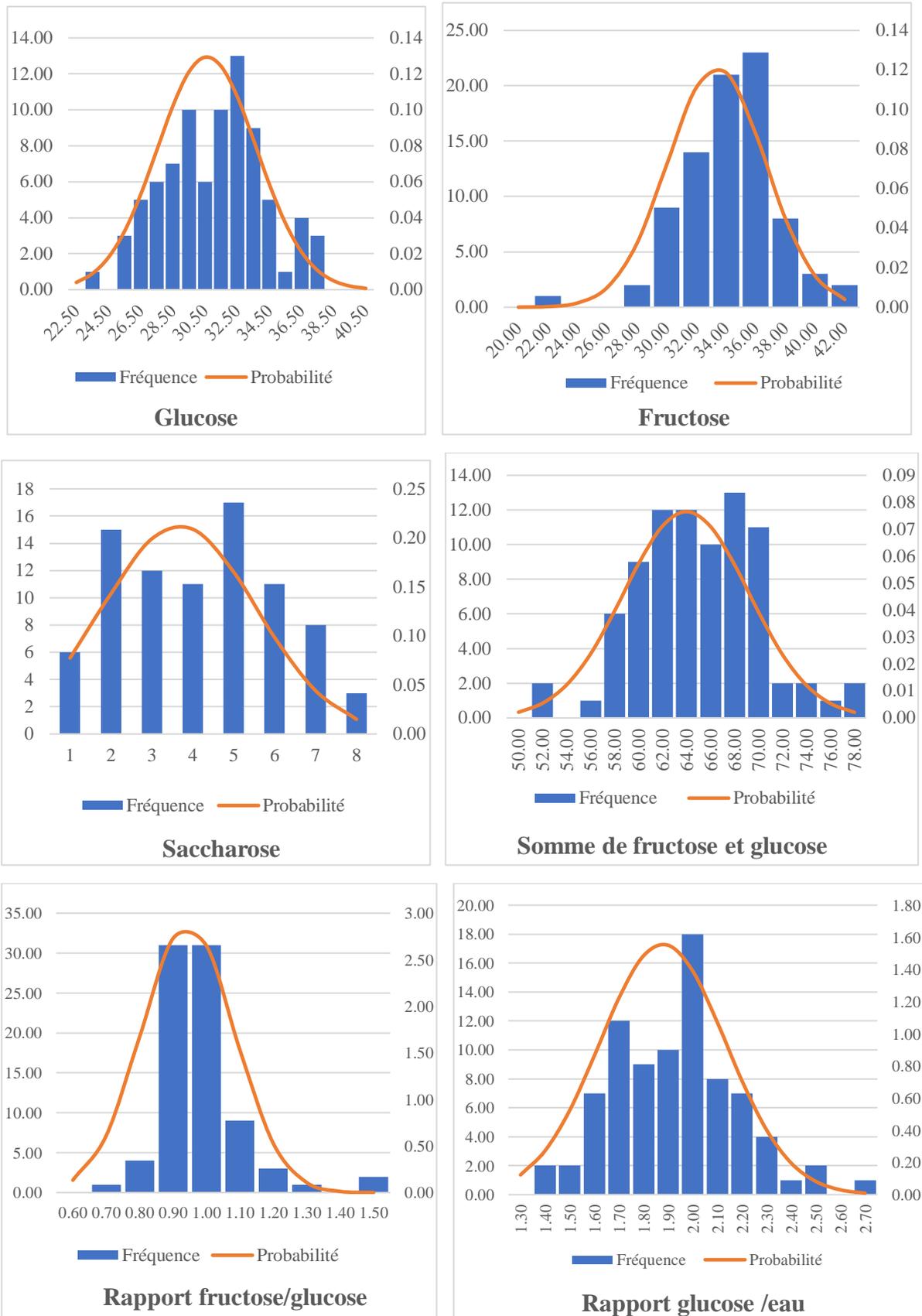


Figure 11: Statistiques descriptives (profil glucidique) des échantillons de miels étudiés (histogrammes des fréquences par classe).

De ces histogrammes il apparaît que :

- 53% des échantillons ont une teneur en eau comprise entre 16 et 17,5%, à rappeler qu'à de telles valeurs le risque de fermentation est éliminé quelle que soit la richesse du miel en levures.
- 94% de l'effectif ont une valeur en HMF de moins de 40mg/kg, le reste des échantillons a montré des valeurs allant même jusqu'à 184,70 mg/kg. Ces taux élevés supposent que ces miels ont été soit chauffés ou faussement déclarés au regard de leur date de production.
- 80% de l'effectif ont un pH compris entre 3,25 et 4,5 correspondants aux limites des miels de nectar.
- L'acidité libre par contre a montré une variabilité dans les résultats où nous distinguons trois groupes avec des pourcentages de 13, 39 et 44% pour des intervalles compris entre 12,50 à 17,50, de 20 à 25 et de 27,5 à 40 meq/kg respectivement.
- Concernant la conductivité électrique, 77% des échantillons ont présenté des valeurs entre 0,16 et 0,41 mS/cm et 14% ont présenté des valeurs entre 0,46 et 0,61 mS/cm. Toutes fois, l'ensemble de ces résultats montre que nous sommes en face de miels de nectar pour lesquels il est indiqué une valeur de 0,8 mS/cm au maximum.
- S'agissant de la couleur, 69% des échantillons ont présenté des couleurs allant de l'ambrée à ambrée foncée, les autres échantillons ont présenté une couleur correspondant à l'ambrée extra clair. Cependant, nous enregistrons quand même la présence de quelques miels très clairs correspondant à blanc d'eau et blanc.
- 89% de l'effectif ont une teneur en glucose comprise entre 25,50 et 34,50% et 90% des échantillons ont une teneur en fructose comprise entre 30 et 38%, Les valeurs obtenues pour les sucres glucose et fructose sont bien comprises dans les intervalles rapportées par Antinelli et al. (2001) qui ont présenté des intervalles allant de 25 à 37 % pour le glucose et de 25 à 45 % pour le fructose.
- Alors que pour le saccharose, les échantillons se divisent en deux groupes dont l'un est représenté par 53% de l'effectif total ayant une teneur comprise entre 1 et 4 % et l'autre représenté par 43% de l'effectif ayant une teneur comprise entre 5 et 7%. Les mêmes auteurs ont rapporté des intervalles pour le saccharose entre 0,5 à 3 %. Les teneurs en saccharose obtenues dans notre étude (entre 5 et 7%) reviennent principalement aux miels de jujubier (*Ziziphus lotus*) pour lesquels il serait intéressant d'étudier leur profil glucidique d'une façon approfondie afin d'en élucider sa composition en sucre notamment en saccharose. Toutes fois les valeurs obtenues dans notre étude corroborent celles rapportées par Benaziza-Bouchema & Schweitzer (2010) qui ont mentionné des valeurs entre 0 et 7.6 % et restent aussi inférieures à la limite de 10 % citée par Bocquet (1997) pour le saccharose.
- La somme des sucres fructose et glucose a montré que 89% du total des échantillons ont une teneur supérieure à 60%. Sachant que le Codex alimentarius (Codex Alimentarius, 2001) ainsi que la directive Européenne (EC., 2001) avaient indiqué une valeur de 60% comme limite minimale pour la somme des monosaccharides. Il est important de souligner que 11% de l'effectif total ont montré des valeurs inférieures à la limite précitée ce qui indique une non-conformité aux recommandations Européenne et internationale.
- Les ratios fructose/glucose (F/G) et glucose/eau (G/E) informent sur la tendance des miels à cristalliser. En effet plus le rapport F/G est faible (<1,3) plus le miel a tendance à cristalliser (Al et al., 2009), par contre plus le rapport G/E est faible (<1,7) plus le miel a tendance à rester liquide et plus le rapport est élevé (>2,1) plus le miel cristallise rapidement (Doner, 1977). Les résultats montrent que 95% et 87% de l'effectif total ont montré des valeurs de

moins de 1,3 et de plus de 1,7 pour les deux rapports respectivement, ce qui indique une tendance à la cristallisation de ces miels. Néanmoins, 13% de l'effectif total ont montré un rapport G/E de moins de 1,7 indiquant ainsi un état liquide de ces miels qui reviennent principalement aux miels de jujubier pour lesquels le rapport oscille entre 1,61 et 1,91.

Globalement, les résultats montrent clairement que l'ensemble des miels étudiés présentent, d'une façon générale, une bonne maturité ($H = 16,48 \pm 1,47$ %) et de bonnes aptitudes à la conservation ($pH = 4,07 \pm 0,52$, $HMF = 16,00 \pm 22,51$ mg/kg et $AL = 25,53 \pm 8,43$ meq/kg), avec une couleur correspondant à ambrée foncée ($130,23 \pm 78,21$ mm Pfund et une CE de $0,32 \pm 0,18$).

Pour le Codex Alimentarius et la norme Européenne, l'humidité, l'acidité libre et le taux de HMF sont les paramètres qui conditionnent la qualité commerciale et l'opportunité de commercialiser le miel dans le marché mondial, avec des valeurs de moins de 20% pour la teneur en eau, de moins de 50meq/kg pour l'acidité libre et de moins de 40mg/kg pour l'HMF pour les miels provenant des régions non tropicales. Ces paramètres garantissent la fraîcheur du miel et repoussent le risque de fermentation. 99% de l'effectif a présenté des teneurs en eau inférieures à celle recommandées par les réglementations Européenne et internationale avec une classe modale de 16,20%. Cependant un seul échantillon (E100) a enregistré une valeur maximale de 20,10% qui est un miel de châtaigner provenant d'El Taref. En ce qui concerne l'HMF, 94% des échantillons étaient conformes. Les échantillons non conformes ont présenté des valeurs entre 51,40 et 184,70 mg/kg. Pour l'acidité libre, la totalité des échantillons sont inférieures à la limite fixée par la réglementation (< 50 meq/kg) avec une classe modale de 25 meq/kg.

D'une vue globale, les échantillons de miel analysés sont, en conformité avec les recommandations, ce qui nous permet de dire qu'ils sont majoritairement de bonne qualité.

Sauf que dans une démarche qualité entreprise par les organisations professionnelles apicoles voulant se distinguer des producteurs de miels de qualité standard, les valeurs de ces paramètres sont encore inférieures. A l'exemple du laboratoire de CARI (Centre Apicole de Recherche et d'Information) en Belgique, qui recommande une teneur en eau inférieure à 18% (Anklam, 1998) et aussi la législation Slovénienne qui a instauré une valeur de moins de 18,6% en teneur en eau pour les miels de plus haute qualité (Golob et al., 2005). Il est aussi proposé dans de telles démarches, une valeur maximale de 15mg/kg pour l'HMF. Ces valeurs conditionnent la fraîcheur et la stabilité du miel dans le temps (Bogdanov & Martin, 2002).

Dans notre cas, 86% de l'effectif ont une teneur en eau inférieure ou égale à 18% et 69% ont une teneur inférieure à 15mg/kg en HMF. Il semblerait que le paramètre teneur en eau est plus maîtrisé par les apiculteurs que l'HMF. Cela revient probablement à plusieurs raisons notamment l'emplacement du rucher (particulièrement dans le sud où l'humidité relative est faible) et l'humidité relative de son air ambiant avec laquelle le miel réagit pour arriver à un équilibre hydrique donnant des teneurs de 18% ou moins pour une humidité relative de 60% (Schweitzer, 2012).

Pour l'HMF, il n'est en principe pas présent dans un miel nouvellement récolté, mais sa teneur augmente du fait du conditionnement et du stockage. Pour éviter la granulation du miel et aussi pour diminuer sa viscosité, les apiculteurs tendent généralement à le réchauffer pendant le processus de récolte. La qualité du miel n'est pas affectée à des températures de 32 à 40 °C, par contre l'application de températures plus élevées tend à augmenter les niveaux d'HMF dans le miel (Anklam, 1998). L'HMF est donc considéré comme un indicateur de fraîcheur et/ou de surchauffe du miel. Il est donc important d'attirer l'attention des apiculteurs sur ce paramètre

et l'importance de respecter les teneurs proposées à ceux qui souhaitent distinguer leur miel par une approche qualitative.

4.3 Détermination des éléments traces et métaux lourds

4.3.1 Détermination des éléments traces

4.3.1.1 Par Origine florale

Les résultats des analyses des éléments traces et métaux lourds représentés par origine florale sont présentés dans le tableau 27.

Tableau 29: Résultats des analyses des éléments traces et métaux lourds par origine florale

	MF (n=24) Moy±SD	Citrus (n=5) Moy±SD	Eucalyptus (n=7) Moy± SD	Alkanna sp (n=3) Moy±SD	Ziziphus (n=11) Moy±SD	H.C (n=2) Moy±SD	P.A (n=2) Moy±SD	Lotus sp (n=2) Moy±SD	Autres (n=10) Moy±SD
Cr (mg/kg)	0,06±0,07	0,05±0,07	0,03±0,03	0,03±0,00	0,04±0,04	0,03±0,03	0,03±0,00	0,08±0,01	0,06±0,06
Mn (mg/kg)	0,03±0,02	0,01±0,00	0,04±0,03	0,11±0,16	0,02±0,01	0,11±0,07	0,02±0,00	0,26±0,03	0,04±0,06
Fe (mg/kg)	0,57±0,85	0,40±0,47	0,46±0,37	0,20±0,06	1,19±2,68	0,26±0,18	0,47±0,12	21,97±0,60	0,53±0,43
Ni (mg/kg)	0,29±0,80	0,01±0,02	0,09±0,18	0,02±0,004	0,25±0,53	0,02±0,02	0,02±0,00	0,23±0,17	0,11±0,22
Cu (mg/kg)	0,01±0,01	0,04±0,06	0,02±0,02	0,01±0,01	0,01±0,01	0,02±0,01	0,01±0,00	0,01±0,00	0,32±0,92
Zn (mg/kg)	0,08±0,11	0,39±0,54	0,92±1,67	0,03±0,02	0,09±0,10	0,10±0,09	0,01±0,00	0,64±0,15	0,70±1,18
As (µg/kg)	44,01±155,60	0,67±0,92	18,24±50,07	0,58±0,49	4,40±13,21	0,76±0,30	0,09±0,05	28,29±2,43	3,20±5,95
Cd (µg/kg)	0,74±0,81	0,31±0,36	0,43±0,58	0,46±0,27	0,41±0,31	0,66±0,04	0,22±0,06	0,01±0,01	1,54±3,35
Pb (µg/kg)	7,67±12,19	14,17±15,99	47,98±124,97	0,94±0,58	14,59±22,94	3,35±2,25	0,94±0,28	27,39±2,39	53,62±77,27

H.C : *Hedysarum coronarium*, P.A : *Pimpinella anisum*, n : nombre d'échantillons, Moy : moyenne, SD : écart type.

L'analyse des différents groupes de miel représentés ; par origine florale ; a montré que les miels de *Lotus sp* sont les plus riches en Cr ($0,08\pm 0,01$ mg/kg), Mn ($0,26\pm 0,03$ mg/kg) et Fe ($21,97\pm 0,60$ mg/kg) et relativement riches en Ni après ceux de ziziphus ($0,23\pm 0,17$, $0,25\pm 0,53$ mg/kg respectivement). Par contre les miels de citrus sont plus riches en Cu ($0,04\pm 0,06$ mg/kg) et ceux d'eucalyptus sont plus riches en Zn ($0,92\pm 1,67$ mg/kg). Les autres types de miel ont montré des valeurs intermédiaires pour les différents éléments analysés.

A notre connaissance peu d'études ont été menées sur la détermination des éléments essentiels et lourds en Algérie. Nous citons les travaux de (Haderbache et al. in 2013, Yaiche Achour and Khali (2014) et Zerrouk et al. (2017).

Yaiche Achour & Khali (2014) et Zerrouk et al. (2017) ont rapporté des valeurs supérieures à nos résultats en Fe (6.37 et 6.3 mg/kg) respectivement pour les miels de ziziphus. Par contre, (Haderbache et al., 2013) ont mentionné des valeurs de (0.923 et 0.969 mg/kg) pour les miels de ziziphus et multifloraux. Nos résultats se retrouvent donc entre ceux des chercheurs précités.

Quant au Zn, Yaiche Achour & Khali (2014) et Zerrouk et al. (2017) ont enregistré des valeurs de 11.04 mg/kg pour tous types de miel et 1.8 mg/kg pour les miels de ziziphus respectivement. Ces valeurs demeurent toujours supérieures à nos résultats et ce même pour les différents types de miel analysés.

Les valeurs de Ni rapportées par Haderbache et al. (2013) et Yaiche Achour & Khali (2014) sont de l'ordre de (0.0234, 0.0307 mg/kg) pour les miels de ziziphus et multifloraux et (0.32 mg/kg) pour tous types de miel respectivement. Nos résultats se retrouvent toujours entre ceux des chercheurs précités (avec 0,18 mg/kg).

Yaiche Achour & Khali (2014) étaient les seuls à avoir déterminé le Cu, pour lequel ils ont mentionné un intervalle de valeurs allant de 2.72 à 3.22 mg/kg qui reste toujours supérieur à nos résultats.

La valeur du Cr obtenue dans notre étude est supérieure à celle obtenue par Yaiche Achour and Khali (2014) 0.023 mg/kg pour tous types miels. Par contre, pour le Mn, la valeur obtenue est inférieure à celles enregistrées par Haderbache et al. (2013) (0.077, 0.069 mg/kg) pour les miels de ziziphus et multifloraux respectivement et par Yaiche Achour & Khali (2014) (3.06 mg/kg) pour tous types de miel.

4.3.1.2 Par origine géographique

Les résultats des analyses des éléments traces et métaux lourds représentés par origine géographique sont présentés dans le tableau 30.

Tableau 30: Résultats des analyses des éléments traces et métaux lourds par région

	Nord			Sud	
	Centre (n=35)	Est (n=17)	Ouest (n=9)	Steppe (n=12)	Sahara (n=13)
Cr (mg/kg)	0,05±0,05	0,07±0,09	0,04±0,02	0,03±0,03	0,03±0,03
Mn (mg/kg)	0,04±0,07	0,04±0,04	0,02±0,02	0,02±0,02	0,05±0,08
Fe (mg/kg)	0,50±0,74	0,52±0,60	0,46±0,29	1,17±2,84	3,10±7,46
Ni (mg/kg)	0,07±0,15	0,35±0,95	0,16±0,24	0,14±0,28	0,25±0,61
Cu (mg/kg)	0,13±0,58	0,02±0,02	0,01±0,01	0,01±0,01	0,01±0,01
Zn (mg/kg)	0,60±1,21	0,09±0,11	0,09±0,14	0,09±0,08	0,27±0,37
As (µg/kg)	2,80±8,86	49,49±185,02	53,57±76,86	1,09±1,77	3,84±9,20
Cd (µg/kg)	0,78±2,15	0,83±0,95	0,49±0,60	0,66±0,44	0,44±0,33
Pb (µg/kg)	16,57±34,78	9,86±17,77	54,29±133,60	41,82±111,15	41,37±75,04

L'analyse des différents groupes représentés par région ; en éléments essentiels ; a montré que les miels de la région du centre sont plus riches en Cu (0,13±0,58 mg/kg) et Zn (0,60±1,21 mg/kg) et relativement riches en Mn après ceux du Sahara (0,04±0,07, 0,05±0,08 mg/kg respectivement). Par contre les miels de l'Est sont plus riches en Cr et Ni (0,07±0,09, 0,35±0,95 mg/kg respectivement) et ceux du Sahara sont aussi riches en Fe (3,10±7,46 mg/kg). Les miels des régions de l'Ouest et de la Steppe ont montré des valeurs intermédiaires pour les différents éléments analysés.

L'analyse des moyennes de l'ensemble des échantillons montre que l'élément le plus abondant est le Fe, suivi par le Zn, le Ni, le Cu, le Cr et le Mn avec des valeurs de 1,25, 0,31, 0,18, 0,06, 0,05, 0,04 mg/kg respectivement.

En général, les éléments minéraux proviennent du sol et atterrissent dans le miel à travers le nectar des plantes (Solayman et al., 2016). La variabilité dans la composition des miels en minéraux peut être attribuée à différents facteurs dont : environnement, origines botanique et géographique, voir même les pratiques apicoles (Bogdanov, 2006; Sixto et al., 2019). Dans des études menées sur l'effet de ces différents facteurs sur la teneur en minéraux du miel, il a été démontré que les facteurs botaniques ont la plus grande influence sur la teneur en oligo-éléments (Bogdanov et al., 2007).

La moyenne des sommes des concentrations de Cr, Mn, Fe, Ni, Cu et Zn pour l'ensemble des échantillons est de 1,89±4,14 mg/kg. Sachant que les éléments minéraux (macro et micro éléments) ne représentent que moins de 0,2% de la composition du miel (Czipa et al., 2015; De Andrade et al., 2014; Fernández-Torres et al., 2005). La moyenne retrouvée dans notre étude correspond à un pourcentage très infime de sorte qu'elle contribue à la richesse nutritive du miel sans pour autant apporter un risque de toxicité.

4.3.2 Détermination des métaux lourds

4.3.2.1 Par origine florale

Quant à l'analyse des métaux lourds (tableau 29), toujours est-il que les miels de *Lotus sp* ont affiché la valeur la plus élevée en As après les miels multif floraux (28,29±2,43, 44,01±155,60 µg/kg respectivement). Les miels d'*Hedysarum coronarium* ont enregistré la valeur la plus élevée en Cd et ceux d'eucalyptus la valeur la plus élevée en Pb (0,66±0,04, 47,98±124,97 µg/kg respectivement).

Quant aux métaux lourds par région (tableau 30), les miels de la région Nord/Est ont exhibé la valeur la plus élevée en Cd avec $0,83 \pm 0,95 \mu\text{g/kg}$ par contre la région Nord/Ouest a enregistré les valeurs les plus élevées en As et Pb avec $53,57 \pm 76,86$ et $54,29 \pm 133,60 \mu\text{g/kg}$ respectivement.

A l'instar des macrominéraux (Ca, K, Mg, Na), les microéléments (Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Se, Zn) ont un rôle à jouer dans pas mal de fonctions importantes dans les processus biochimiques en tant que constituants de divers composants bioactifs (Perna et al., 2014; Tuzen et al., 2007) mais peuvent aussi avoir un effet toxiques sur l'homme s'ils sont pris en doses excessives (Fraga, 2005).

Le Pb, Cd et As sont les métaux lourds considérés métaux dangereux de classe I (Bal-Prylypko et al., 2018). Le Pb étant le plus répandu dans l'environnement ayant un potentiel toxique. Il cause ; en effet ; un empoisonnement graduel et induit ainsi des complications sur la santé telles que la fatigue, l'irritabilité, l'anémie, l'insomnie, les maux de tête, et une perte de poids, etc ... (Davies et al., 2006).

Les concentrations du Pb dans notre étude sont les plus élevées comparativement à l'As et au Cd. La concentration du Pb pour l'ensemble des échantillons est de $21,23 \pm 0,21 \mu\text{g/kg}$ avec une fourchette allant de 0,21 à $357,19 \mu\text{g/kg}$. La valeur du Pb obtenue dans notre étude est inférieure à celles obtenues en Italie ($620 \mu\text{g/kg}$ pour miel multifloral) (Buldini et al., 2001), en Croatie (530 et $33,98 \mu\text{g/kg}$) (Bilandžić et al., 2014; Bilandzic et al., 2017) respectivement. Par contre Squadrone et al. (2020) ont rapporté des valeurs inférieures à nos résultats avec $12,71 \mu\text{g/kg}$ pour les miels d'Italie. La Moyenne obtenue dans notre étude est comprise dans l'intervalle de $5,03$ à $66,3 \mu\text{g/kg}$ rapporté par Ru et al. (2013) pour les miels produits en Chine.

La concentration du Cd pour l'ensemble des échantillons est de $0,68 \pm 0,00 \mu\text{g/kg}$ avec une fourchette allant de 0,00 à $11,00 \mu\text{g/kg}$. Nos valeurs sont inférieures à celles rapportées par plusieurs auteurs : Bilandžić et al. (2014); Buldini et al. (2001); Ru et al. (2013) avec $1,34$, 305 et $1,84 \mu\text{g/kg}$ pour des miels produits en Croatie, Italie et Chine respectivement.

La concentration de l'As pour l'ensemble des échantillons est de $19,07 \pm 92,09 \mu\text{g/kg}$ avec une fourchette allant de 0,00 à $718,09 \mu\text{g/kg}$. La moyenne obtenue dans notre étude est supérieure à celles rapportées pour les miels produits en Italie ($7.7-17 \mu\text{g kg}^{-1}$) (Squadrone et al., 2020), en Chine ($13.44 \mu\text{g kg}^{-1}$) (Ru et al., 2013) et en Croatie ($0.62-6.95 \mu\text{g kg}^{-1}$) (Bilandzic et al., 2017), elle est par contre inférieure à la valeur de $140,7 \mu\text{g/kg}$ mentionnée par Bilandžić et al. (2014) pour les miels produits en Croatie.

Le Pb et le Cd sont les métaux lourds les plus toxiques. Le Codex Alimentarius (2001) mentionne que le miel ne devrait en contenir qu'à des niveaux qui ne compromettent pas la santé humaine. L'union Européenne avait proposé des limites de $1,0$ and $0,1 \text{ mg/kg}$ pour le Pb et le Cd respectivement (Bogdanov et al., 2003).

Les valeurs élevées des métaux lourds ont plusieurs causes. Notamment l'emplacement du rucher à proximité des zones industrielles ou des autoroutes où la circulation est intense (Rosa et al., 2015). Les métaux lourds peuvent être véhiculés de l'atmosphère aux ruches via les poils de l'abeille, ou retrouvés dans le pollen, l'eau et le nectar que l'abeille butine et collecte et ramène avec elle à la ruche. A l'étude des résidus des métaux lourds dans le miel, il est important de prendre en considération plusieurs variables à l'exemple des conditions

climatiques (présence de pluie ou de vent), l'intensité de la circulation routière, la saison de production et l'origine botanique. (Altunay et al., 2019)

Le plomb, en tant que métal le plus répandu, est principalement rejeté dans l'air puis retrouvé dans de nombreux produits après avoir été mélangé au sol et pénétre ainsi dans les plantes, mais en général, le Pb n'est pas transporté par les plantes.

Le cadmium et en raison de son utilisation dans des processus industriels très différents ; notamment l'industrie métallurgique et les incinérateurs (Yao et al., 2019) ; est rejeté dans l'environnement et, grâce à son absorption par les plantes à partir des sols ou d'eau contaminés, atteint la chaîne alimentaire. Cela dit, plusieurs paramètres influencent la concentration de Cd à différents endroits, et par conséquent sa concentration dans le miel. Cependant, seule une faible proportion du cadmium peut atteindre le miel par voie aérienne, principalement à proximité des incinérateurs.

L'arsenic peut également provenir de la métallurgie des non-ferreux et des usines, mais il peut également être présent dans l'environnement via l'utilisation de produits agrochimiques tels que les engrais et les pesticides à base d'arsenic. En conséquence, l'arsenic se retrouve dans l'eau, le sol et l'air et, à mesure qu'il est absorbé par toutes les plantes, il se retrouve dans la chaîne alimentaire, y compris le miel. D'où l'importance de limiter l'utilisation de pesticides à base d'arsenic et de mettre en place des mesures de contrôle de la qualité du miel.

Les mauvaises pratiques apicoles appliquées à l'extraction et au stockage du miel peuvent également provoquer une source importante de contamination en éléments toxiques, le caractère acide du miel contribue également à libérer certains métaux comme le Pb des récipients métalliques.

Enfin, des contaminants métalliques peuvent être introduits par l'alimentation artificielle des abeilles. Les solutions de nourrissage peuvent présenter des concentrations élevées de Cd, Co, Fe, K, Mg, Mn, Pb et Na, donnant lieu à une contamination lors de l'élaboration du miel (Pohl, 2009).

Au regard des limites des métaux Pb et Cd proposés à la communauté européenne établies à 1 et 0,1 mg/kg respectivement (Bal-Prylypko et al., 2018; Bogdanov et al., 2003), les échantillons de miels étudiés ont montré qu'ils sont bien en dessous des LMR proposées pour les deux métaux lourds. Cependant une norme a été adoptée en 2015 (Commission Regulation (EU), 2015) concernant la consommation du miel par les enfants et les personnes en besoins particuliers pour lesquels une limite de 0,1 mg/kg de miel a été adopté pour le Pb. Ceci dit, seulement trois échantillons des 66 analysés soit 4,5% de la totalité de l'effectif ont montré une non-conformité à cette limite.

Ces résultats indiquent que le miel Algérien n'est pas loin des miels européens et chinois en termes de qualité et de sécurité des aliments. Même au regard de la réglementation européenne, les taux de Pb et Cd sont inférieurs à la limite maximale, ce qui suggère d'étudier la possibilité d'établir une norme nationale spécifique aux miels algériens et également d'inciter les apiculteurs à exporter leurs miels sans le risque du rejet pour non-respect de la réglementation européenne par rapport aux métaux lourds. Mais il convient d'attirer l'attention sur la limite spécifique de 0,1 mg/kg pour le Pb. Les apiculteurs pourraient penser à instaurer une démarche qualité et à introduire une variété de miel pour les enfants et les personnes ayant des besoins alimentaires particuliers.

4.4 Analyse multifactorielle (MFA)

La figure 12 illustre la relation entre les différentes variables quantitatives. Les deux premières composantes représentent 20,4 % de la variabilité.

Le positionnement des groupes étiquetés Hmetal (métaux lourds), Phi_chi (paramètres physico-chimiques) et Sugar (sucres) représente probablement différentes catégories, permettant un aperçu des relations multivariées entre les paramètres mesurés en fonction de la façon dont ils varient ensemble ou inversement au sein de l'analyse MFA. Sur la base du graphique de corrélation quantitative (figure 12), le glucose est corrélé négativement avec le saccharose, et les paramètres CE, AL, H et la couleur sont positivement corrélés entre eux. De plus, les paramètres physicochimiques (à l'exception du pH) sont négativement corrélés au fructose.

Le graphe des individus ou échantillons de miel (figure 13) provenant des régions du Centre, de l'Est et de l'Ouest sont caractérisés par des niveaux élevés de conductivité électrique (CE), d'intensité de couleur et de teneur en eau (H). En revanche, les échantillons provenant des régions sahariennes et steppiques présentent des niveaux plus élevés en saccharose et pH.

L'analyse factorielle multiple (AMF) a révélé des profils de composition distincts parmi les échantillons de miel. Les miels de *Citrus sp*, *Pimpinella anisum* et *Alkanna sp* présentent des niveaux élevés en conductivité électrique (CE), d'intensité de couleur et de teneur en eau (H). En revanche, les miels de *Ziziphus* présentent des niveaux élevés en saccharose et en pH. De plus, les miels d'eucalyptus, les miels multif floraux (MF) et autres ont montré des concentrations plus élevées en glucose (voir figure 14).

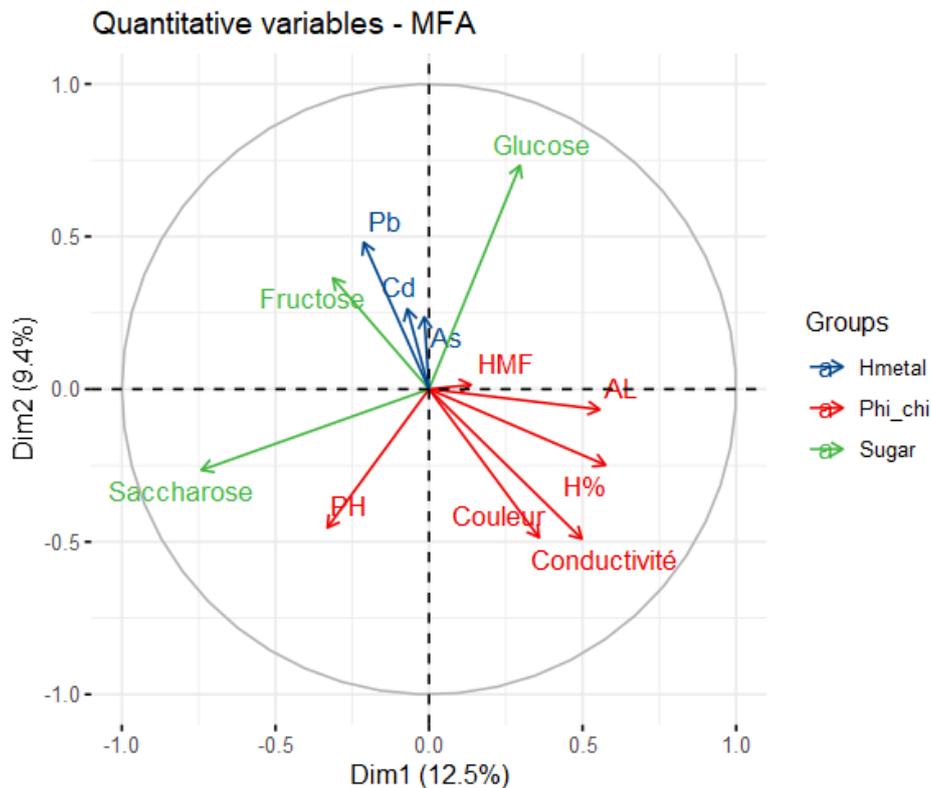


Figure 12 : Cercle de corrélation des différentes variables

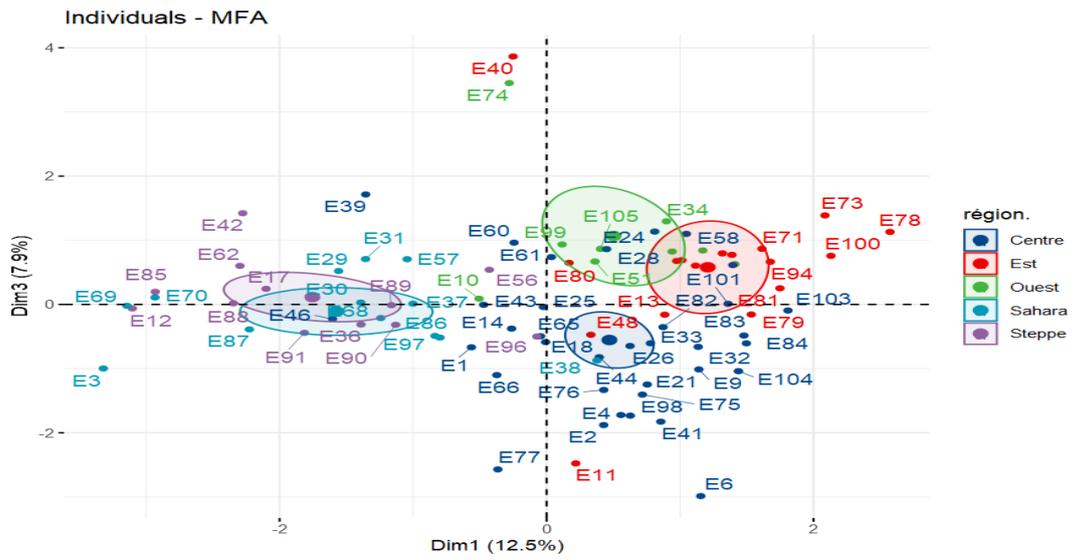


Figure 13 : Graphe des individus (échantillons de miel) représentés par région

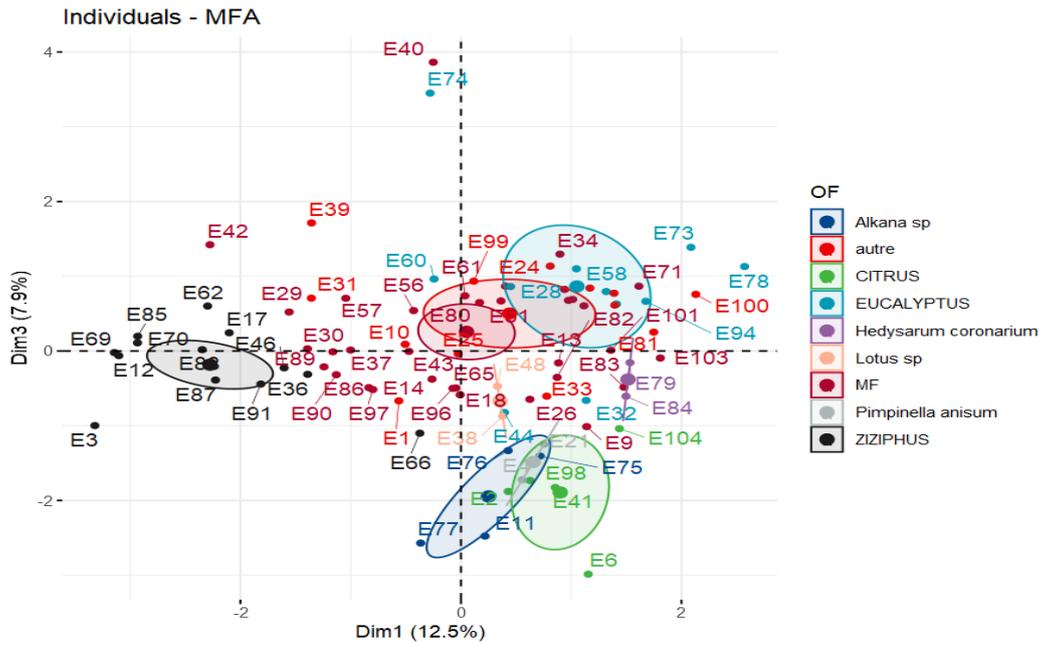


Figure 14: Graphe des individus (échantillons de miel) représentés par origine florale

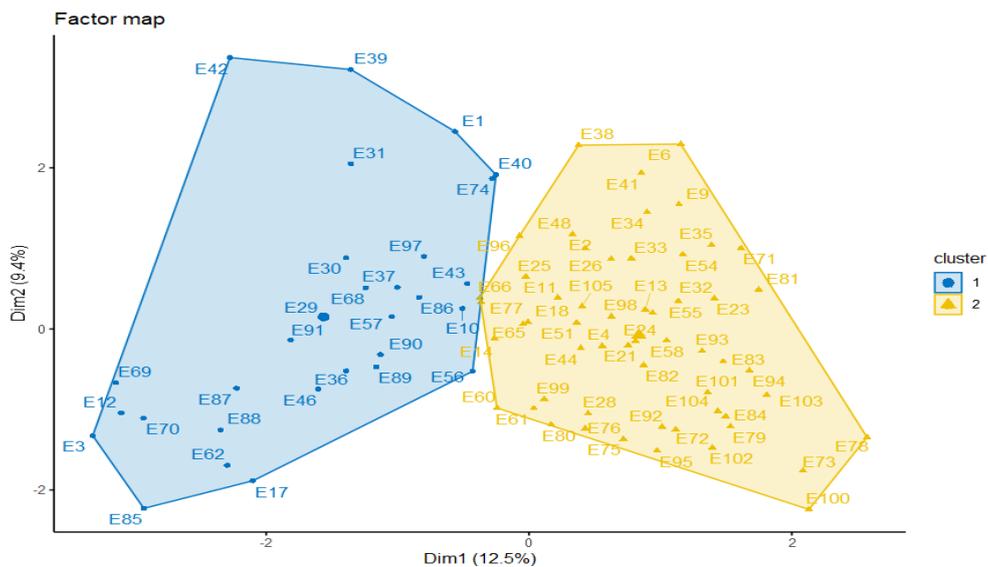


Figure 15: Cluster hiérarchique sur les composantes principales (HCPC)

Le cluster hiérarchique sur les composantes principales (HCPC) (figure 15) a identifié deux clusters distincts parmi le total des échantillons. Le cluster 1 regroupe des échantillons des régions du Sahara et de la steppe, tandis que le cluster 2 comprend des miels des régions de l'Est, de l'Ouest et du Centre.

L'analyse pollinique a clairement montré la dominance du miel de *Ziziphus lotus* dans les régions du Sahara et de la Steppe, ce fait a déjà été démontré dans les travaux de (Haderbache et al., 2013; Mekious et al., 2015) qui mentionnent des miels de ziziphus provenant des wilayas de Djelfa, Elbyadh, Laghouat ayant des caractéristiques en leur teneur en eau, en pH et en sucre différentes des miels de nectars, les rendant ainsi particuliers par rapport à ces miels. Les miels de *ziziphus lotus* offrent ainsi des possibilités de labellisation opportunes et de valorisation des miels Algériens locaux.

Conclusion

Cette étude visait à évaluer les caractéristiques polliniques, les propriétés physicochimiques et la composition en éléments traces et métaux lourds de 86 échantillons de miel collectés dans différentes régions de l'Algérie. Les échantillons provenaient des principales zones géographiques du pays, à savoir le Nord, l'Est, l'Ouest, la Steppe et le Sahara, offrant ainsi une vision globale de la diversité et de la qualité du miel produit en Algérie.

Les résultats ont mis en évidence la richesse floristique mellifères du pays en termes de miel, avec des miels provenant d'une grande variété d'espèces botaniques. Les résultats de la mellisopalynologie montrent l'existence de deux types de miel : des multifloraux au nombre de 34 et des monofloraux au nombre de 52. Les miels monofloraux identifiés sont les miels de : *Citrus sp* (oranger), *Eucalyptus sp*, *Ziziphus lotus* ou jujubier qui sont les plus représentés avec un nombre de 5, 11 et 13 respectivement, les miels à dominance pollinique de la famille des : boraginaceae représentée par les espèces *Alkanna sp* et *Echium sp*, des fabaceae représentée par *Hedysarum coronarium*, *Galega officinalis*, *Ceratonia siliqua*, *Lotus sp*, *Dorycnium sp* et *Genista sp*, des apiaceae représentée par *Pimpinella anisum* et *Bupleurum sp*, des Brassicaceae représentée par *Sinapis arvensis* et *Diplotaxis eruroides*, des ericaceae représentée par *Erica arborea*, des fagaceae représentée par *Castanea sativa*, des rhamnaceae représentée par *Rhamnus sp* et des zygophylaceae représentée par *Peganum harmala L.*. Soulignant de ce fait, la variété des ressources végétales utilisées par les abeilles dans la production de miel. Cette diversité est un atout majeur pour le développement de miels à caractéristiques distinctes et variées, capables de satisfaire une large gamme de préférences des consommateurs.

L'analyse physicochimique a montré que les miels algériens sont généralement de bonne qualité avec une bonne maturité et d'excellentes aptitudes à la conservation. En ce qui concerne les critères de couleur, la majorité des échantillons étaient de couleur ambre foncé. En termes de conformité aux normes internationales telles que celles définies par le Codex Alimentarius et la norme européenne, les résultats ont été globalement satisfaisants. 99 % des échantillons respectent les recommandations concernant le taux d'humidité (inférieur à 20 %, conforme aux normes), un critère essentiel pour la conservation et la stabilité du miel. De même, les taux d'acidité libre étaient tous inférieurs à la limite autorisée de 50 meq/kg, et 94 % des échantillons respectaient les limites relatives au HMF (Hydroxy Méthyl Furfural), un indicateur de la qualité du miel et de sa durée de stockage.

Cependant, bien que la majorité des miels soient conformes, l'étude a également révélé que certains échantillons avaient des teneurs en HMF supérieures aux valeurs idéales, ce qui peut être le signe de mauvais procédés de stockage ou de surchauffe du miel. En revanche, les teneurs en eau étaient mieux maîtrisées par les apiculteurs, en grande partie en raison des conditions climatiques relativement sèches des régions où les ruches sont installées. Cette maîtrise du taux d'humidité est un élément clé de la qualité du miel, contribuant à sa bonne conservation.

Un autre point important relevé par cette étude est la démarche qualité. L'étude a montré que 86 % des échantillons respectaient les critères de teneur en eau inférieure ou égale à 18 %, ce qui suggère une bonne maîtrise de ce paramètre par les apiculteurs. Cependant, la maîtrise de l'HMF reste un défi pour certains, ce qui pourrait être un axe d'amélioration pour les apiculteurs qui souhaitent se distinguer sur le marché. La mise en place d'une démarche qualité organisée au sein des organisations professionnelles apicoles permettrait non seulement d'améliorer la qualité du miel, mais aussi de renforcer la compétitivité des producteurs locaux, en particulier pour ceux qui souhaitent se positionner sur les marchés internationaux.

Concernant les éléments traces, l'étude a révélé que les concentrations en Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, et Zn étaient très faibles et contribuent ainsi à la richesse nutritive du miel sans présenter de risques de toxicité pour le consommateur. En revanche, l'analyse des métaux lourds a montré que les niveaux de Plomb (Pb) et Cadmium (Cd) dans les miels étaient globalement conformes aux limites maximales de résidus (LMR) fixées par la norme européenne. En effet, les concentrations en Pb étaient inférieures à la limite de 1 mg/kg, et celles en Cd étaient largement inférieures à la limite de 0,1 mg/kg, garantissant ainsi l'absence de risque pour la santé publique. Toutefois, l'étude a révélé que 4,5 % des échantillons dépassaient la limite de 0,1 mg/kg pour le plomb pour les miels destinés à la consommation par les enfants et les personnes vulnérables, une limite récemment établie par la réglementation européenne en 2015. Ce non-respect partiel de cette norme pourrait être lié à des facteurs environnementaux, comme la contamination par des sols pollués ou des pratiques agricoles non maîtrisées.

Perspectives et recommandations

En conclusion, cette étude met en lumière le potentiel du miel algérien en termes de diversité botanique, de qualité physicochimique et de sécurité sanitaire. Toutefois, pour renforcer la position du miel algérien tant au niveau national qu'international, il serait pertinent de :

Mettre en place des normes de qualité plus strictes et adaptées au contexte algérien, en intégrant les spécificités des différentes régions de production.

Former les apiculteurs à la gestion de la qualité, en particulier à la maîtrise des taux de HMF et d'humidité, afin d'assurer une qualité constante et conforme aux attentes des consommateurs.

Développer des démarches qualité pour valoriser les miels d'excellence, notamment ceux qui respectent des critères rigoureux en termes de contaminants chimiques.

Renforcer les programmes de surveillance et de contrôle des métaux lourds et autres contaminants afin d'assurer la conformité des produits destinés à l'exportation, en particulier vers l'Europe.

Enfin, une valorisation accrue du miel algérien, par la création de labels de qualité ou indication géographique (IG/AO), pourrait contribuer à l'amélioration de la reconnaissance de ce produit sur le marché international, tout en protégeant sa richesse et sa diversité naturelle.

Bibliographie

Bibliographie

- AFSSA. (2002). Saisine n°2002-SA-0126. Avis du 18 septembre 2002 relatif à l'évaluation du risque éventuel lié à la présence de résidus de tétracyclines et de streptomycine dans le miel. [en ligne]. Retrieved 05 september 2023 <http://www.afssa.fr/Documents/RCCP2002sa0126.pdf>
- AFSSA. (2016). "Subject: Residues of antibiotics and sulfonamides in honey". Retrieved 25/10/2023 http://www.favv.be/home/com-sci/avis01_fr.asp
- Al Mamary, M., Al Meeri, A.& Al habori, M. (2002). "Antioxidant activities and total phenolics of different types of honey". . *Nutrition research*, 22, 1041-1047.
- Al, M. L., Daniel, D., Moise, A., Bobis, O., Laslo, L.& Bogdanov, S. (2009). Physico-chemical and bioactive properties of different floral origin honeys from Romania. *Food Chem*, 112(4), 863-867. doi: 10.1016/j.foodchem.2008.06.055
- Alissandrakis, E. K., Daferera, D., Tarantilis, P. A., Polissiou, M. G.& Harizanis, P. C. (2003). "Ultrasound-assisted extraction of volatile compounds from citrus flowers and citrus honey". *Food Chem*, 82, 575-582.
- Aljadi, A. M.& Kamaruddin, M. Y. (2004). "Evaluation of the phenolic and antioxidant capacities of two Malaysian floral honeys". *Food Chem*, 85, 513–518.
- Aljohar, H. I., Maher, H. M., Albaqami, J., Al-Mehaizie, M., Orfali, R.& Alrubia, S. (2018). Physical and chemical screening of honey samples available in the Saudi market: An important aspect in the authentication process and quality assessment. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 26(7), 932-942. doi: 10.1016/j.jsps.2018.04.013
- Altunay, N., Elik, A.& Gürkan, R. (2019). Monitoring of some trace metals in honeys by flame atomic absorption spectrometry after ultrasound assisted-dispersive liquid liquid microextraction using natural deep eutectic solvent. *Microchemical Journal*, 147, 49-59. doi: 10.1016/j.microc.2019.03.003
- Alvarez-Suarez, Jose M., Tulipani, S., Romandini, S., Bertoli, E.& Battino, M. (2010). Contribution of honey in nutrition and human health: a review. *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*, , 3(1), 15-23.
- Amiard-Triquet, C., Rainbow, P. S.& al., e. (2011). "Tolerance to environmental contaminants" *CRC Press*.
- Amiot, M. J., Aubert, S., Gonnet, M.& Tacchini, M. (1989). "Les composés phénoliques des miels: étude préliminaire sur l'identification et la quantification par famille". . *Apidologie*, 20, 115-125.
- Amirouche, R.& Misset, M. T. (2009). Diversité biologique de l'Afrique du Nord. *Cahiers Agriculture* 18 (6), 447- 480.
- Andrés, I. M. (1994). "*Trabajos de palinología básica y aplicada*". Paper presented at the X Simposio de Palinología, Valence.
- Anklam, E. (1998). A review of the analytical methods to determine the geographical and botanical origine of honey. *Food Chem*, 63(4), 549-562.
- Antinelli, J. F., Clement, M. C., Moussa, I., Cordella, C.& Faucon, J. P. (2001). "Détection de canne à sucre dans les miels par analyses isotopique et microscopique : étude et comparaison". *Ann. Falsif. Expert. chim.*, 94(954), 13-22.
- APVMA. (2015). Standard 1.4.2 — Maximum Residue Limits Amendment Instrument No. APVMA 10. In A. N. Z. F. S. Code (Ed.).
- Attia, W. Y., Gabry, M. S., El-Shaikh, K. A.& Othman, G. A. (2008). "The Anti-Tumor Effect of Bee Honey in Ehrlich Ascite". . *The egyptian journal of immunology*, 15(2), 169-183.
- Aubert, S.& Gonnet, M. (1983). "Mesure de la couleur des miels". *Apidologie*, 14(2), 105-118.
- Badren, M. (2016). "*La situation de l'apiculture en Algérie et les perspectives de développement*". Master Académique Mémoire présenté pour l'obtention Du diplôme de Master Académique, Université de Tlemcen.
- Bakier, S. (2007). Influence of glucose changes on water activity in selected honeys. *Acta Agrophysoca.*, 9(1), 7-19.
- Bal-Prylypko, L. V., Lesnitska, O.& Paska, M. Z. (2018). Justification of the norms for the maximum permissible content of harmful substances in honey. *Scientific Bulletin of Lviv National*

- University of Veterinary Medicine and Biotechnology named after S.Z. Grzycki, 20(85), 162-165. doi: 10.15421/nvlvet8529
- Ball, D. W. (2007). "The Chemical Composition of Honey." *Journal of Chemical Education*, 84, 1643.
- Barbier, E. C. & Pangaud, C.-Y. (1961). "Origine botanique et caractéristiques physicochimiques des miels." *Les Annales de l'Abeille*, 4(1), 51–65.
- Barišić, D., Lazarić, K., Lulić, S., Vertacnik, A., Dražić, M. & Kezić, N. (1994). "40K, 134Cs and 137Cs in pollen, honey and soil surface layer in Croatia". *Apidologie*, 25(6), 585-595.
- Barišić, D., Lulić, S., Kezić, N. & Vertacnik, A. (1992). "137Cs in flowers, pollen and honey from the Republic of Croatia four years after the Chernobyl accident". *Apidologie*, 23(1), 71-78.
- Barišić, D., Vertacnik, A., Bromenshenk, J. J., Kezić, N., Lulić, S., Hus, M., . . . Seletković, Z. (1999). "Radionuclides and selected elements in soil and honey from Gorski Kotar, Croatia." *Apidologie*, 30(4), 277–287.
- Baroni, M. V., Arrua, C., Nores, M. L., Fayé, P., Díaz, M. d. P., Chiabrande, G. A. & Wunderlin, D. A. (2009). "Composition of honey from Córdoba (Argentina): Assessment of North/South provenance by chemometrics." *Food chemistry*, 114(2), 727–733.
- Battesti, M.-J. (1990). "Contribution à la méliissopalynologie méditerranéenne - Les miels de Corses." Doctorat, Université D'Aix-Marseille III, France.
- Becker, A. (2005). Botulisme et Miel. *L'Abeille de France*, 910, 18-20.
- Behidj, K. K., Benmebarek, A., Boufoul, N. & Yakoubi, Y. (2019). "La compétitivité de la filière apicole en Algérie cas de la région agricole de la Mitidja". *Revue agriculture*, 10(2), 103 – 112.
- Benaziza-Bouchema, D. & Schweitzer, P. (2010). Caractérisation des principaux miels des régions du Nord de l'Algérie. *Cahiers Agricultures*, 19(6), 432-438. doi: 10.1684/agr.2010.0432
- Beretta, G., Granata, P., Ferrero, M., Orioli, M. & Maffei Facino, R. (2005). Standardization of antioxidant properties of honey by a combination of spectrophotometric/fluorimetric assays and chemometrics. *Anal Chim Acta*, 533(2), 185-191. doi: 10.1016/j.aca.2004.11.010
- Bertoncelj, J., Dobersek, U., Jamnik, M. & Golob, T. (2007). Evaluation of the phenolic content, antioxidant activity and colour of Slovenian honey. *Food chemistry*, 105(2), 822-828. doi: 10.1016/j.foodchem.2007.01.060
- Bilandžić, N., Đokić, M., Sedak, M., Kolanović, B. S., Varenina, I., Končurat, A. & Rudan, N. (2011). Determination of trace elements in Croatian floral honey originating from different regions. *Food Chem*, 128(4), 1160-1164. doi: 10.1016/j.foodchem.2011.04.023
- Bilandžić, N., Gačić, M., Đokić, M., Sedak, M., Šipušić, Đ. I., Končurat, A. & Gajger, I. T. (2014). Major and trace elements levels in multifloral and unifloral honeys in Croatia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 33(2), 132-138. doi: 10.1016/j.jfca.2013.12.002
- Bilandžić, N., Tlak Gajger, I., Kosanović, M., Calopek, B., Sedak, M., Solomun Kolanović, B., . . . Dokic, M. (2017). Essential and toxic element concentrations in monofloral honeys from southern Croatia. *Food Chem*, 234, 245-253. doi: 10.1016/j.foodchem.2017.04.180
- Bocquet, M. (1997). Le miel d'Eucalyptus. Nature et composition, principales caractéristiques organoleptiques. *Bulletin technique apicole*, 24(3), 151-152.
- Bogdanov, S. (1989). "Determination of pinocembrin in honey using HPLC". . *Journal of Apicultural Research*, 28(1), 55-57.
- Bogdanov, S. (1995). "Miel - Documentation destinée aux contrôleurs de miel - Formation de base," Allemagne.: FAM Publikation, .
- Bogdanov, S. (1997). "Harmonized methods of the international honey commission". . *Apidologie* (special issue, 25.).
- Bogdanov, S. (2006). Contaminants of bee products. *Apidologie*, 37(1), 1-18. doi: 10.1051/apido:2005043
- Bogdanov, S. (2009a). Chapter 5: Composition of honey. In "Book of Honey". Retrieved from (www.bee-hexagon.net, ed.). 28/06/2022
- Bogdanov, S. (2009b). Harmonised methods of the international honey commission. *International Honey Commission*. Retrieved from <http://www.bee-hexagon.net/en/network.htm>, 28 september 2021
- Bogdanov, S. (2011). "Honey as Nutrient and Functional Food: A Review". . (*Bee Product Science*, ed.).

- Bogdanov, S. & al. (21 members of IHC). (1999). "Honey quality, methods of analysis and international regulatory Standards": review of the work of the international honey commission. . *Mitt. Lebensm. Hyg.*, 90(108-125).
- Bogdanov, S. & Blumer, P. (2001). Propriétés antibiotiques naturelles du miel. . *Centre Suisse de Recherches Apicoles*, 8.
- Bogdanov, S., Charrière, J.-D., Imdorf, A., Kilchenmann, V. & Fluri, P. (2002). Determination of residues in honey after treatments with formic and oxalic acid under field conditions. *Apidologie*, 33(4), 399-409. doi: 10.1051/apido:2002029
- Bogdanov, S., Haldimann, M., Luginbühl, W. & Gallmann, P. (2007). Minerals in honey: environmental, geographical and botanical aspects. *Journal of Apicultural Research*, 46(4), 269-275.
- Bogdanov, S., Imdorf, A., Charrière, J. D., Fluri, P. & Kilchenmann, V. (2003). The contaminants of the bee colony. *Swiss Bee Research Centre. Bern, Switzerland*.
- Bogdanov, S., Imdorf, A. & Kilchenmann, V. (1998a). "Residues in wax and honey after Apilife Var ® treatment". *Apidologie*, 29, 513-524.
- Bogdanov, S., Jurendic, T., Sieber, R. & Gallmann, P. (2008). Honey for nutrition and health: a review. . *J. Am. Coll. Nutr.*, (27), 677-689.
- Bogdanov, S., Kilchenmann, V. & al., e. (1998b). "Acaricide residues in some bee products". *Journal of Apicultural Research*, 37(2), 57-67.
- Bogdanov, S., Lüllman, C., Martin, P. & al., e. (1997a). "Honey quality and international regulatory standards": review by the international honey commission. . *Bee World*, 80(2), 61-69.
- Bogdanov, S. & Martin, P. (2002). Honey authenticity: a review. *Mitt. Lebensm. Hyg*, 93, 232-254.
- Bogdanov, S., Martin, P. & Lüllmann, C. (1997b). "Harmonised methods of the European Honey Commission". *Apidologie*, 28(extra issue), 1-59.
- Bogdanov, S., Martin, P. & Lüllmann, C. (1997c). Harmonised methods of the European honey commission. Determination of sugars by HPLC. *Apidologie*, 28, 42-44.
- Bogdanov, S., Martin, P. & Lüllmann, C. (1999). "Honey quality and international regulatory standard international honey commission", . *Bee World*, 80, 1-69.
- Bogdanov, S., Ruoff, K. & Persano Oddo, L. (2004). Physico-chemical methods for the characterisation of unifloral honeys: a review. *Apidologie*, 35(Suppl. 1), S4-S17. doi: 10.1051/apido:2004047
- Borawska, M. H., Kapala, J., Hukalowicz, K. & Markiewicz, R. (2000). "Radioactivity of honey bee honey". *Bull. Environ. Contam. Toxicol*, 64, 617-621.
- Bourg, S. (2006). *Abeille et insecticides phytosanitaires* Thèse Méd. Vét., , Université Paul-Sabatier, Toulouse.
- Bourkache, F. & Perret, C. (2014). "Lafilière apicole dans les Wilayate de Tizi-Ouzou et de Blida: une ressource territoriale en devenir". *Notes de Recherches*(14).
- Bratu, G. (2005). "Chemical contamination of bee honey - identifying sensor of the environment pollution". *Journal of Central European Agriculture*, 6(1), 95-98.
- Bromenshenk, J. J., Gudatis, J. L., Carlson, S. R., Thomas, J. M. & Simmons, M. A. (1991). "Population dynamics of honey bee nucleus colonies exposed to industrial pollutants". *Apidologie*, 22(4), 359-369.
- Bruneau, E. (2004). Les produits de la ruche Ed. Rustica (Ed.) (pp. 354-384.). acces date'
- Bruneau, E. (2016). "L'adultération des miels". *abeilles & cie*(171), 30-33.
- Buldini, P. L., Cavalli, S., Mevoli, A. & Sharma, J. L. (2001). Ion chromatographic and voltammetric determination of heavy and transition metals in honey. *Food Chem*, 73(4), 487-495.
- Cabras, P., Angioni, A., Tuberoso, C., Floris, I., Reniero, F., Guillou, C. & Ghelli, S. (1999). "Homogentisic Acid: A Phenolic Acid as a Marker of Strawberry-Tree (*Arbutus unedo*) Honey." *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(10), 4064-4067.
- Castro-vázquez, L., Diaz-Maroto, M. C. & Pérez-Coello, M. S. (2008). "Aroma composition and new chemical markers of spanish citrus honeys", . *Food chemistry*,(103), 601-606.
- Règlement (CE) n°510/2006 du conseil du 20 mars 2006, relatif à la protection des indications géographiques et des appellations d'origine des produits agricoles et des denrées alimentaires (2006a).
- Règlement (CE) No° 509/2006 du conseil du 20 mars 2006, relatif aux spécialité traditionnelles garanties des produits agricoles et des denrées alimentaires (2006b).

- Règlement (CE) N° 834 du conseil du 28 juin 2007, relatif à la production et à l'étiquetage des produits biologiques et abrogeant le règlement (CEE) n° 2092/91 (2007).
- Cécile, C.-D.& Guido, R. (2003). "Assessment of soil and grass Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAH) contamination levels in agricultural fields located near a motorway and an airport". *Agronomie*, 23(4), 345-348.
- Chepulis, L. M. (2007). "L'effet du miel comparé au saccharose, aux sucres mixtes et à un régime sans sucre sur le gain de poids chez les jeunes rats". *Journal of Food Science.*, 72(3), S224-S229.
- Cho, H., Yun, C. W., Park, Y., Lee, S.& Kim, B. K. (2004). "Modulation of the activity of pro-inflammatory enzymes, COX-2 and iNOS, by chrysin derivatives,". *Pharmacological Research*, 49(1), 37-43.
- Chouaki, A. (2006). Deuxième rapport national sur l'état des ressources phytogénétiques. (INRA, ed ed.). Algérie: FAO.
- Clément, H. (2011). Le traité Rustica de l'apiculture *Journal of Chemical Education*, (pp. 528 p). acces date'
- Clément, H.& Garand, R. (2006). "La filière Apicole : Le Marché en France et dans le monde". *Revue UNAF*, 6p.
- Codex Alimentarius. (1981). Codex standard for honey *CODEX STAN 12-1981* (pp. 1-8).
- Codex Alimentarius. (2001). *Appendix A : Codex alimentarius information on honey. Revised Codex Standard for Honey Codex Stan 12-1981, Rev.1 (1987), Rev.2 (2001)*.
- Codex Alimentarius. (2010). "Discussion paper on veterinary drugs in honey production". en ligne: Retrieved from <http://nicolas.blogs.com/files/faooms-1.pdf> 14/02/2024
- Codex Alimentarius. (2015). "Codex Alimentarius, international food standards". Retrieved from <http://www.codexalimentarius.org/> 13/12/2024
- Commission Européenne. (2002). "Opinion of the Scientific Committee on Veterinary Measures relating to Public Health On Honey and Microbiological Hazards (adopted on 19-20 June 2002)" Retrieved from http://ec.europa.eu/food/fs/sc/scv/out53_en.pdf 13/02/2024
- Commission Européenne. (2011). Residues of Veterinary Medicinal Products - Third Countries slide. Retrieved 10 november 2022 http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/residues/third_countries_fr.htm#5.5
- Commission Regulation (EU) 2015/1005 of 25 June 2015 amending Regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels of lead in certain foodstuffs. Official Journal of the European Union. 26.6.2015 (2015).
- Consonni, R., Cagliani, L. R.& Cogliati, C. (2013). "Geographical discrimination of honeys by saccharides analysis". *Food Control*, 32, 543-548.
- Conti, M. E.& Botrè, F. (2001). "Honeybees and their products as potential bioindicators of heavy metals contamination". *Environmental Monitoring and Assessment*, 69(3), 267-282.
- Cotte, J. F., Casabianca, H., Chardon, S., Lheritier, J.& Grenier-Loustalot, M. F. (2004). "Chromatographic analysis of sugars applied to the characterisation of monofloral honey", *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, (380), 698-705.
- Council directive 2001/110/EC of 20 december 2001 relating to honey. (OJ L 10, 12.1.2002, p. 47) (2002).
- Council Regulation (EU) No. 37/2010. (2009). "On pharmacologically active substances and their classification regarding maximum residue limits in foodstuffs of animal origin" Official J. of the European Union L15
- Council Regulation (EU) No. 485/2013. (2013). "Amending Implementing Regulation (EU) No. 540/2011, as regards the conditions of approval of the active substances clothianidin, thiamethoxam and imidacloprid, and prohibiting the use and sale of seeds treated with plant protection products containing those active substances". Official J. of the European Union L139:
- Crozier, A., Clifford, M. N.& Ashihara, H. (2008). *Plant Secondary Metabolites: Occurrence, Structure and Role in the Human Diet*, : John Wiley & Sons,.
- Czipa, N., Andrasi, D.& Kovacs, B. (2015). Determination of essential and toxic elements in Hungarian honeys. *Food Chem*, 175, 536-542.

- Da Silva, P. M., Gauche, C., Gonzaga, L. V., Costa, A. C. & Fett, R. (2016). "Honey: Chemical composition, stability and authenticity". *Food Chem*, 196, 309-323.
- Darmaun, D. (1998). "Que reste-t-il du concept d'acides aminés essentiels ?" Paper presented at the Article de colloque : Nutrition Clinique et Métabolisme
- Davies, O. A., Allison, M. E. & Uyi, H. S. (2006). Bioaccumulation of heavy metals in water, sediment and periwinkle (*Tympanotonus fuscatus* var *radula*) from the Elechi Creek, Niger Delta. *Afr. J. Biotechnol*, 5, 968-973.
- De Andrade, C. K., Dos Anjos, V. E., Felsner, M. L., Torres, Y. R. & Quinaia, S. P. (2014). Direct determination of Cd, Pb and Cr in honey by slurry sampling electrothermal atomic absorption spectrometry. [Evaluation Study
- Research Support, Non-U.S. Gov't]. *Food Chem*, 146, 166-173. doi: 10.1016/j.foodchem.2013.09.065
- Declerck, C. (1998). "Un lexique d'odeurs et d'arômes pour les miels", *Abeilles&Cie.*, (65), 1-10.
- Delepine, B., Hurtaud-Pessel, D. & Sanders, P. (2002). "Les méthodes récentes d'analyse physico-chimique des résidus d'antibiotiques dans le lait". *Bulletin des Groupements Techniques Vétérinaires*, 15, 191-196.
- Devillers, J., Doré, J. C., Marengo, M., Poirier-Duchene, F., Galand, N. & Viel, C. (2002a). "Chemometrical Analysis of 18 Metallic and Nonmetallic Elements Found in Honeys Sold in France". *J. Agric. Food Chem*, 50, 5998–6007.
- Devillers, J., Doré, J. C., Viel, C., Marengo M., Poirier-Duchêne, F., Galand, N. & Subirana, M. (2002b). *Typology of French acacia honeys based on their concentrations in metallic and nonmetallic elements*, in: Devillers J., Pham-Delègue M.H. (Eds.), *Honey bees: Estimating the environmental impact of chemicals*. London and New York.
- Devillers, J. & Pham-Delegue, M. H. (2002). *Honey bees: estimating the environmental impact of chemicals*. Londres et New-York: Editions Taylor & Francis.
- DFI. (2005). "Ordonance of DFI of 26 June 1995 on foreign substances and components in foodstuffs". Retrieved from <https://www.admin.ch/opc/fr/classified-compilation/19950193/200503010000/817.021.23.pdf> 30 novembre 2023
- DGAL. (2015). "Bilan des plans de surveillance et plans de contrôles mis en oeuvre par la DGAL en 2014". Retrieved from http://agriculture.gouv.fr/sites/minagri/files/bilan_pspc_2014.pdf 30 novembre 2030
- Dinkov, D. H. (2014). Quality Parameters of Bulgarian Kinds of Bee Honey. *Macedonian Veterinary Review*, 37, 35-41.
- Doner, L. W. (1977). The sugars of honey—a review. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(5), 443-456.
- Dong, T. T. T. & Lee, B.-K. (2009). "Characteristics, toxicity, and source apportionment of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in road dust of Ulsan, Korea". *Chemosphere* 74(9), 1245-1253.
- Donnadieu, Y. (1984). "Le miel, Thérapeutique naturelle", Paris.
- Dreyfuss, M. F., Lotfi, H., Marquet, P., Debord, J., Daguët, J. L. & Lachatre, G. (1994). "Analyse de résidus de pesticides dans des miels et des pommes par CLHP et CPG". *Analysis*, 22(5), 273-280.
- EC. (2023). "Honey market presentation". Retrieved from https://ec.europa.eu/info/food_farming_fisheries/animals-and-animal-products/animal_products/honey_en.pdf 14/02/2024
- EC. (2001). Council directive 2001/110/EC of 20 december 2001 relating to honey. *Official Journal of the European Communities*
- 12.1.2002 L10/47-52., 47.
- EIC. (2015). *According To Export Inspection Council of India's Residue Monitoring Plan (RMP) Honey*. Retrieved from <http://www.eicindia.gov.in/services/Pre-Compliance/PDF/RMP-2015-16-HONEYPRODUCTS.pdf> 03 décembre 2023
- Eremia, N., Dabija, T. & al., e. (2010). "Micro-and macroelements content in soil, plants nectaropollenifer leaves, pollen and bees body" *Scientific Papers Animal Science and Biotechnologies*, 43(2), 180-182.
- EU Pesticides database. (2024). "Site internet des LMR de pesticides dans l'Union Européenne" Retrieved 13/02/2024, from http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm

- FAO. (2020). "Données sur le miel".
- Faucon, J. P., Martel, A. C., Antenelli, J. F., Clement M.C., Zeggane, S., Cordella, C.& al., e. (2002). "Sondage sur la qualité des miels de lavande-lavandin". *Bull. Tech. Apic*, 29(2), 55-62.
- FDR. (2005). "Canada Health and Safety Requirements, division 15 of the Food and Drug Regulations (FDR) sets out the maximum residue limits (MRLs) permitted for veterinary drugs, and heavy metals". Retrieved from http://www.hc-sc.gc.ca/dhp-mps/vet/legislation/pol/cfia-acia_amr-ram_table-eng.php 12/02/2024
- Feller-Demalsy, M.& Parent, J. (1989). Analyse pollinique des miels de l'Ontario, Canada. *Apidologie*, 20(2), 127-138.
- Fernández-Torres, R., Perez-Bernal, J. L., Bello-Lopez, M. A., Callejon-Mochon, M., Jimenez-Sanchez, J. C.& Guiraúm-Pérez, A. (2005). Mineral content and botanical origin of Spanish honeys. *Talanta*, 65(3), 686-691.
- Ferreira, I. C. F. R., Aires, E., Barreira, J. C. M.& Estevinho, L. M. (2009). Antioxidant activity of Portuguese honey samples: Different contributions of the entire honey and phenolic extract. *Food Chem*, 114(4), 1438-1443. doi: 10.1016/j.foodchem.2008.11.028
- Ferreres, Federico, Andrade, P.& Tomás-Barberán, F. A. (1994a). "Flavonoids from Portuguese heather honey." *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und Forschung*,. 199(1), 32–37.
- Ferreres, F., Andrade, P., Gil, M. I.& Tomás-Barberán, F. A. (1996a). "Floral nectar phenolics as biochemical markers for the botanical origin of heather honey." *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und Forschung*,. 202(1), 40-44.
- Ferreres, F., García-Viguera, C., Tomás-Lorente, F.& Tomás-Barberán, F. A. (1993). "Hesperetin: A marker of the floral origin of Citrus honey." *Journal of the Science of Food and Agriculture*,. 61(1), 121–123.
- Ferreres, F., Tomás-Barberán, F. A., Soler, C., García-Viguera, C., Ortiz, A.& Tomás-Lorente, F. (1994b). "A simple extractive technique for honey flavonoid HPLC analysis." . *Apidologie*,. 25(1), 21-30.
- Fraga, C. G. (2005). Relevance, essentiality and toxicity of trace elements in human health. *Molecular Aspects of Medicine*, 26, 235–244.
- Frankel, S., Robinson, G. E.& Berenbaum, M. R., . . (1998). "Antioxidant capacity and correlation characteristics of 14 unifloral honeys". . *Journal of Apiculture Research*, 37, 27–31.
- Franty , A. (1984). *L'apiculture aujourd'hui*. . paris, france: Edition dunob.
- Frazier, M., Mullin, C.& al., e. (2008). "What have pesticides got to do with it?". *American Bee Journal*, 148(6), 521-524.
- Fredes, C.& Montenegro, G. (2006). Heavy metal and other trace elements contents in honey bee in Chile. *Cien. Inv. Agr.(in English)* 33 (1): 50-58. *International Journal of Agriculture and Natural Resources*, 33(1), 50-58.
- Gadbin, C. (1979). "L'intérêt de l'acétylolyse en méliissopalynologie",. *Apidologie*, , 10(1), 23-28.
- Genot, C., Eymard, S.& Viau, M. (2004). "Comment protéger les acides gras polyinsaturés à longues chaînes oméga 3 vis-à-vis de l'oxydation ?". *Oléagineux, corps gras, lipides*,. 11(2), 133-141.
- Gheldof, N.& Engeseth, N. J. (2002a). "Antioxidant capacity of honeys from various floral sources based on the determination of oxygen radical absorbance capacity and inhibition of in vitro lipoprotein oxidation in human serum samples". . *Journal of Agricultural and Food Chemistry*,. 50, 3050-3055.
- Golob, T., Doberšek, U., Kump, P.& Nečemer, M. (2005). Determination of trace and minor elements in Slovenian honey by total reflection X-ray fluorescence spectroscopy. *Food Chem*, 91(4), 593-600. doi: 10.1016/j.foodchem.2004.04.043
- Gonnet, M. (1963). L'hydroxyméthylfurfural dans les miels. Mise au point d'une méthode de dosage. *Ann . Abeilles*, 6(1), 53-67.
- Gonnet, M. (1973). "Deux méthodes colorimétriques simples permettant d'apprécier la teneur en glucose et en fructose des miels". *Apidologie*, 4(1), 45-55.
- Gonnet, M. (1979). "Application au miel d'une méthode de dosage par voie enzymatique des monosaccharides réducteurs". *Apidologie*, 10(4), 395-401.
- Gonnet, M. (1982). *"Le miel : composition, propriété et conservation"*. Echauffour ,France,: Ed. OPIDA.
- Gonnet, M. (1986). "L'analyse des miels. Description de quelques méthodes de contrôle de la qualité". *Bulletin technique apicole*, 13(1), 17-36.

- Gonnet, M. (1991). "Vieillessement des miels, que faut-il contrôler ?", . *Revue française d'apiculture*(505), 111-112.
- Gonnet, M. (1992). "Le problème de l'HMF dans le miel". *Revue française d'apiculture*(301), 54-56.
- Gonnet, M. (1993). "Les principaux critères de qualité du miel". *Revue française d'apiculture*, 30, 269-271.
- Gonnet, M. (1995). " La technologie appliquée à la préparation des miels de qualité",. *Abeille de France*,(805), 260-262.
- Gonnet, M., Aubert, S.& Ferry, P. (1986). "Évolution de la couleur du miel lors de la cristallisation" *Apidologie*, 17(1), 49–62.
- Gonnet, M.& Vache, G. (1984). "Le goût du miel: analyse sensorielle et les applications diverses d'une méthode d'évaluation de la qualité des miels" E. UNAF (Ed.) (pp. 146). acces date'
- Gonnet, M.& Vache, G. (1985). "*L'analyse sensorielle et les applications diverses d'une méthode d'évaluation de la qualité des miels*," Paris.
- González, R., Ballester, I., López-Posadas, R., Suárez, M., Zarzuelo, A., Martínez-Augustin, O.& Sánchez de Medina, F. (2011). "Effects of flavonoids and other polyphenols on inflammation". *Crit Rev Food Sci Nutr*, 51, 331–362.
- Gout, J.& Jardel, C. (1998). "Le monde du miel et des abeilles ". . *Delachaux et Niestlé*, 160.
- Gribel, R., Gibbs, P. E.& Queiróz, A. L. (1999). "Flowering phenology and pollination biology of *Ceiba pentandra* (Bombacaceae) in Central Amazonia." *Journal of Tropical Ecology*, 15(3), 247–263.
- Guerrini, A., Bruni, R., Maietti, S., Poli, F., Rossi, D., Paganetto, G., . . . Sacchetti, G. (2009). "Ecuadorian stingless bee (Meliponinae) honey: A chemical and functional profile of an ancient health product" *Food Chem*, 114(4), 1413–1420.
- Guillemot, D. (2006). "*Usages vétérinaires des antibiotiques, résistance bactérienne et conséquences pour la santé humaine*" Retrieved from http://www.cndwebzine.hcp.ma/cnd_si/MG/pdf/35821/35822pdf. 30 novembre 2023
- Haderbache, L., Bousdira, M.& Mohammadi, A. (2013). Ziziphus Lotus and Euphorbia bupleuroides Algerian Honeys. *World Applied Sciences Journal*, 24(11), 1536-1543. doi: 10.5829/idosi.wasj.2013.24.11.7525
- Haouam, L., Tahar, A., Dailly, H., Lahrichi, A., Chaqroune, A.& Abdennour, C. (2016). Physicochemical properties and major elements contents of Algerian honeys from semi-arid regions. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 28(2), 107-115.
- Haouar, M., De Cormis, L.& Rey, J. (1990). "Le fluvalinate appliqué sur pommiers en pleine floraison : contamination des abeilles butineuses et des produits de la ruche". *Agronomie*, 10(2), 133-137.
- Heim, K. E., Tagliaferro, A. R.& Bobilya, D. J. (2002). "Flavonoids antioxidants: chemistry, metabolism and structure-activity relationships". . *Journal of Nutritional Biochemistry*, 13, 572-584.
- Hermosín, I., Chicón, R. M.& Dolores Cabezudo, M. (2003). "Free amino acid composition and botanical origin of honey." *Food chemistry*, 83(2), 263-268.
- Huchet Julie, C.& Laurent, G. (1996). " Les constituants chimiques du miel" *Ecole nationale supérieure des industries agricoles et alimentaires. Cedex France : 01-09.*
- INAO. "Les signes officiels de la qualité" Retrieved 22/01/2024, from <https://www.inao.gouv.fr/Les-signes-officiels-de-la-qualite-et-de-l-origine-SIQO/>
- INAO. (2008). "*Directive 2008 -02 Relative à la commission de l'examen organoleptique*". Paris,
- :
- Isla, M. I., Craig, A., Ordoñez, R., Zampini, C., Sayago, J., Bedascarrasbure, E., . . . Maldonado, L. (2011). "Physico chemical and bioactive properties of honeys from Northwestern Argentina." *LWT Food Science and Technology*, 44(9), 1922–1930.
- Jean Prost, P.& Le Conte, Y. (2005). "Apiculture: connaître l'abeille- conduire le rucher," *Tec et doc, Lavoisier*.
- Jeanne, F. (1983). Elaboration du miel par les abeilles. *Bulletin des Techniques Apicoles*, 10, 41-44.
- Jeffrey, A. E.& Echazarreta, C. M. (1996). "Medical uses of honey". *Rev. Biomed.*, 7, 43 – 49.
- Jerković, I., Marijanović, Z., Kezić, J.& Gugić, M. (2009a). "Headspace, Volatile and Semi-Volatile Organic Compounds Diversity and Radical Scavenging Activity of Ultrasonic Solvent Extracts from *Amorpha fruticosa* Honey Samples". *Molecules*, 14(8), 2717–2728.

- Jerković, I., Marijanović, Z., Kezić, J. & Gugić, M. (2009c). "Headspace, Volatile and Semi-Volatile Organic Compounds Diversity and Radical Scavenging Activity of Ultrasonic Solvent Extracts from *Amorpha fruticosa* Honey Samples.". *Molecules*, 14(8), 2717–2728.
- Jerković, I., Tuberoso, C. I. G., Marijanović, Z., Jelić, M. & Kasum, A. (2009b). "Headspace, volatile and semi-volatile patterns of *Paliurus spina-christi* unifloral honey as markers of botanical origin" *Food Chem*, 112(1), 239–245. .
- Jerković, I., Tuberoso, C. I. G., Marijanović, Z., Jelić, M. & Kasum, A. (2009d). "Headspace, volatile and semi-volatile patterns of *Paliurus spina-christi* unifloral honey as markers of botanical origin." *Food chemistry*, 112(1), 239–245.
- Jerković, I. e. M., Z. . (2009). "Screening of Volatile Composition of *Lavandula hybrida* Reverchon II Honey Using Headspace Solid-Phase Microextraction and Ultrasonic Solvent Extraction". *Chemistry & Biodiversity*, 6(3), 421–430.
- Jerković, I. e. M., Z. . (2009b). "Screening of Volatile Composition of *Lavandula hybrida* Reverchon II Honey Using Headspace Solid-Phase Microextraction and Ultrasonic Solvent Extraction.". *Chemistry & Biodiversity*, 6(3), 421–430.
- Johnson, R. M., Dahlgren, L., Siegfried, B. D. & Ellis, M. D. (2013). Acaricide, fungicide and drug interactions in honey bees (*Apis mellifera*). . *PLoS One*, 8, e54092.
- JORA. (2008). "Loi n° 08-16 du 03 Aout 2008 portant orientation agricole. Chapitre I/ article 32.
- Décret exécutif n°13-260 du 7 juillet 2013 fixant le système de qualité des produits agricoles et d'origine agricole (2013).
- Kaškonienė, V. & Venskutonis, P. R. (2010). "Floral Markers in Honey of Various Botanical and Geographic Origins: A Review." *Compr Rev Food Sci Food Saf*, 9(6), 620–634.
- Keck, G. (1998). "Intoxication par les insecticides organochlorés". *Encycl. Vét*(1900), 3.
- Kečkeš, J., Trifković, J., Andrić, F., Jovetić, M., Tešić, Ž. & Milojković-Opsenica, D. (2013). "Amino acids profile of Serbian unifloral honeys." *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(13), 3368–3376.
- Kenjeric, D., Mandic, M. L., Primorac, L., Bubalo, D. & Perl, A. (2007). "Flavonoid profile of *Robinia* honeys produced in Croatia". *Food Chemistry*. *Food Chem*, 102, 683-690.
- Kerkvliet, J. D. & Meijer, H. A. J. (2000). "Adulteration of honey: relation between microscopic analysis and ¹³C measurements". *Apidologie*, 31(6), 717-726.
- Kerkvliet, J. D., Shrestha, M., Tuladhar, K. & Manandhar, H. (1995). "Microscopic detection of adulteration of honey with cane sugar and cane sugar products". *Apidologie*, 26(2), 131-139.
- Kubik, M., Nowacki, J., Pidek, A., Warakomska, Z., Michalczyk, L. & Goszczynski, W. (1999). "Pesticide residues in bee products collected from cherry trees protected during blooming period with contact and systemic fungicides". *Apidologie*, 30(6), 521-532.
- Kubik, M., Nowacki, J., Pidek, A., Warakomska, Z., Michalczyk, L. & Goszczynski, W. (2000). "Residues of captan (contact) and difenoconazole (systemic) fungicides in bee products from an apple orchard". *Apidologie*, 31(4), 531-541.
- Küçük, M., Kolaylı, S., Karaoğlu, Ş., Ulusoy, E., Baltacı, C. & Candan, F. (2007). Biological activities and chemical composition of three honeys of different types from Anatolia. *Food Chem*, 100(2), 526-534.
- Kwakman, P. H. S. & Zaat, S. A. J. (2012). "Antibacterial components of honey". *IUBMB Life*, 64(1), 48-55.
- Lacerda, J., Santos, J.S., Santos, S.A., Rodrigues, G.B., Santos, M.L.P. (2010). INFLUÊNCIA DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E COMPOSIÇÃO ELEMENTAR NAS CORES DE MÊIS PRODUZIDOS POR *Apis mellifera* NO SUDOESTE DA BAHIA UTILIZANDO ANÁLISE MULTIVARIADA. *Quim. Nova*, 33(5), 1022-1026.
- Lacerda, J. J. d. J., dos Santos, J. S., dos Santos, S. A., Rodrigues, G. B. & dos Santos, M. L. P. (2010). Influencia das características fisico-químicas e composição elementar nas cores de meis produzidos por *Apis mellifera* no sudoeste da bahia utilizando análise multivariada. *Quimica Nova*, 33(5), 1022-1026.
- Lachman, J., Koliňová, D., Mihalová, D., Kořata, J., Titěra, D. & Kult, K. (2007). Analysis of minority honey components: Possible use for the evaluation of honey quality. *Food Chem*, 101(3), 973-979. doi: 10.1016/j.foodchem.2006.02.049

- Lambert, O., Veyrand, B. & al., e. (2012). "Polycyclic aromatic hydrocarbons: Bees, honey and pollen as sentinels for environmental chemical contaminants". *Chemosphere*, 86(1), 98-104.
- Li, S., Shan, Y., Zhu, X., Zhang, X. & Ling, G. (2012). "Detection of honey adulteration by high fructose corn syrup and maltose syrup using Raman spectroscopy". *Journal of Food Composition and Analysis*, 28, 69-74.
- Lobreau-Callen, D., Clément, M.-C. & Marmion, V. (1999). "Les miels", In *Techniques de l'ingénieur*, . 1-20.
- Louveaux, J. (1958). "Recherches sur l'origine dans le miel du pollen de plantes entomophiles dépourvues de nectaires." *Annales de l'Abeille*,, 1(2), 89-92.
- Louveaux, J. (1980). Les abeilles et leur élevage, H. France (Ed.) "*Nouvelles encyclopédie des connaissances agricoles*", (pp. 235). acces date'
- Louveaux, J. (1990). "L'oeuvre d'Anna Maurizio." *Apidologie*, 21(5), 397-416.
- Louveaux, J. & Abed, L. (1984). Les miels d'Afrique du Nord et leur spectre pollinique. *Apidologie*, 15(2), 145-170.
- Louveaux, J., Maurizio, A. & Vorwohl, G. (1978). Methods of melissopalynology. *International Bee Research Association, Bee World*, 59(4), 139-153.
- Louveaux, J., Maurizio, A. & Vorwohl, G. (1970). "Commission internationale de botanique apicole de l'UISB. Les méthodes de la méliissopalynologie". *Apidologie*, 1(2), 211-227.
- Louveaux, J., Maurizio, A. & Vorwohl, G. (1977). Methods of melissopalynology. *International Commission for Bee Botany of IUBS*, 139-153.
- Lusby, P. E., Coombes, A. & Wilkinson, J. M. (2002). "Honey: a potent agent for wound healing? . *J Wound Ostomy Con-tinence Nurs.*, 29(6), 295-300.
- Machado De-Melo, A. A., Almeida-Muradian, L. B. d., Sancho, M. T. & Pascual-Maté, A. (2017). "Composition and properties of *Apis mellifera* honey: A review" *Journal of Apicultural Research*, 57, 5-37.
- MADR. (2016). "*Statistiques agricoles série B*" Alger. Algérie:
- MADR. (2019). "*Situation de la filière apicole*" Alger, Algérie:
- Maggid, A. D., Kimanya, M. E. & al., e. (2015). "The contamination and exposure of mercury in honey from Singida, Central Tanzania" *American Journal of Research Communication*, 2(10), 127-139.
- Makhloufi, C., Kerkvliet, J. D., D'albore, G. R., Choukri, A. & Samar, R. (2010). Characterization of Algerian honeys by palynological and physico-chemical methods. *Apidologie*, 41(5), 509-521. doi: 10.1051/apido/2010002
- Manyi-Loh, C. E., Ndip, R. N. & Clarke, A. M. (2011). "Volatile compounds in honey: a review on their involvement in aroma, botanical origin determination and potential biomedical activities." *International Journal of Molecular Sciences*, 12(12), 9514-9532.
- Marcheney, P. & Berard, L. (2007). L'homme, l'abeille et le miel. . *Paris, de borée*, 223.
- Marshall, T. & Williams, K. M. (1987). Electrophoresis of honey: characterization of trace proteins from a complex biological matrix by silver staining. . *Analytical Biochemistry*, (167), 301-303.
- Martel, A.-C., Zeggane, S., Aurières, C., Drajnudel, P., Faucon, J.-P. & Aubert, M. (2007). Acaricide residues in honey and wax after treatment of honey bee colonies with Apivar® or Asuntol® 50. *Apidologie*, 38(6), 534-544. doi: 10.1051/apido:2007038
- Martel, A. C., Schweitzer, P., Cailteau, C. & Faucon, J. P. (2009). "Les antibiotiques et l'apiculture : Conséquences sur la qualité sanitaire des miels". *Ann. Falsif. Expert. chim.*, 970, 19-25.
- Maurizio, A. & Hodges, F. E. D. (1951). "Pollen Analysis of Honey." *Bee World*, 32(1), 1-5.
- Mbiri, A., Onditi, A. & al., e. (2011). "Determination of essential and heavy metals in Kenyan honey by atomic absorption and emission spectroscopy" *Journal of Agriculture Science and Technology*, 13(1).
- Meda, A., Lamien, C. E., Romito, M., Millogo, J. & Nacoulma, O. G. (2005). "Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity." *Food chemistry*, 91(3), 571-577.
- Mekious, S. (2016). *Etude de la végétation mellifère et caractérisatio physicochimique et melisso-palynologique des miels de la région de Djelfa*. Doctorat, Université de Blida 1.

- Mekious, S., Houmani, Z., Bruneau, E., Masseaux, C., Guillet, A. & Hance, T. (2015). Caractérisation des miels produits dans la région steppique de Djelfa en Algérie. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 19(3).
- Mescle, J. F. & Zucca, J. (1996). "Les facteurs de développement, in: *Microbiologie alimentaire; Tome 1*". Londres Paris New York.
- Mihaly Cozmuta, A., Bretan, L. & al., e. (2012). "Lead traceability along soil-melliferous flora-bee family-apiary products chain" *Journal of Environmental Monitoring*, 14(6), 1622-1630.
- Molan, P. C. (1992). "The antibacterial nature of honey: 1. The nature of the antibacterial activity". *Bee World*, 73(1), 5-28.
- Molan, P. C. (1998). "The limitations of the methods of identifying the floral source of honeys." *Bee World*, 79(2), 59-68.
- Molan, P. C. (2001). "Potential of honey in the treatment of wounds and burn". *Am J Clin Dermatol.*; 2(1), 13-19.
- Nagai, T., Inoue, R., Kanamori N & al., e. (2006). "Characterization of honey from different floral sources. Its functional properties and effects of honey species on storage of meat". *Food Chem.*, 97, 256-262.
- Nair, S. (2014). *Identification des plantes mellifères et analyses physicochimiques des miels Algériens* Thèse de Doctorat, Université d'Oran.
- Olaitan, P. B., Adeleke, O. E. & Ola, I. O. (2007). "Honey: a reservoir for microorganisms and an inhibitory agent for microbes". *Afr Health Sci* 7, 7, 159-165.
- Olawode, E. O., Tandlich, R. & Cambray, G. (2018). (1)H-NMR Profiling and Chemometric Analysis of Selected Honeys from South Africa, Zambia, and Slovakia. *Molecules*, 23(3). doi: 10.3390/molecules23030578
- Osborne, J. L. (2012). "Ecology: Bumblebees and pesticides" *Nature*, 491(7422), 43-45.
- Oudjet, k. (2012). "Le miel : une denrée à promouvoir". *Infos-CACQE* (00), 3.
- Özcan, M. M. & Al Juhaimi, F. Y. (2012). "Determination of heavy metals in bee honey with connected and not connected metal wires using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP - AES)" *Environmental Monitoring and Assessment*, 184(4), 2373-2375.
- Panche, A. N., Diwan, A. D. & Chandra, S. R. (2016). "Flavonoids: an overview." *Journal of Nutritional Science*, 5(c47), 1-15.
- Panseri, S., Catalano, A., Giorgi, A., Arioli, F., Procopio, A., Britti, D. & Chiesa, L. M. (2014). Occurrence of pesticide residues in Italian honey from different areas in relation to its potential contamination sources. *Food Control*, 38, 150-156. doi: 10.1016/j.foodcont.2013.10.024
- Paradkar, M. M. & Irudayaraj, J. (2001). "Discrimination and classification of beet and cane inverts in honey by FT-Raman spectroscopy" *Food Chem*, 76, 231-239.
- Pérez, R. A., Iglesias, M. T., Pueyo, E., González, M. & De Lorenzo, C. (2007). "Amino Acid Composition and Antioxidant Capacity of Spanish Honeys." *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(2), 360-365.
- Perna, A., Intaglietta, I., Simonetti, A. & Gambacorta, E. (2014). Metals in honeys from different areas of southern Italy. *Bull Environ Contam Toxicol*, 92, 253-258.
- Persano Oddo, L., Bladi, E. & Accorti, M. (1990). "Diastatic activity in some unifloral honeys". *Apidologie*, 21, 17-24.
- Persano Oddo, L., Bladi, E. & Piazza, M. G. (1986). "Acidità e pH nei principali mieli uniflorali Italiani". *Apicoltura* 2, 145-154.
- Persano Oddo, L., Piazza, M. G. & Pulcini, P. (1999). "Invertase activity in honey". *Apidologie*, 30, 57-65.
- Persano Oddo, L., Piazza, M. G., Sabatini, A. G. & Accorti, M. (1995). "Characterization of unifloral honeys", *Apidologie*, (26), 453-465.
- Persano Oddo, L. & Piro, R. (2004). Main European unifloral honeys: descriptive sheets. *Apidologie*, 35(Suppl. 1), S38-S81. doi: 10.1051/apido:2004049
- Perugini, M., Di Serafino, G. & al., e. (2009). "Monitoring of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Bees (Apis mellifera) and Honey in Urban Areas and Wildlife Reserves". *J Agric Food Chem*, 57(16), 7440-7444.
- Piana, M. L., Persano Oddo, L., Bentabol, A., Bruneau, E., Bogdanov, S. & Guyot Declerck, C. (2004). "Sensory analysis applied to honey: state of the art". *Apidologie* 35, 35, S26-S37.

- Pohl, P. (2009). Determination of metal content in honey by atomic absorption and emission spectrometries". *Trends Analyt. Chem*, 28, 117–128.
- Pohl, P., Bielawska-Pohl, A., Dzimitrowicz, A., Jamroz, P., Welna, M., Lesniewicz, A. & Szymczycha-Madeja, A. (2017). Recent achievements in element analysis of bee honeys by atomic and mass spectrometry methods. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 93, 67-77. doi: 10.1016/j.trac.2017.05.009
- Pons, A. (1970). Le pollen. . Paris, France, Presses universitaires de France, "Que sais-je ?", 136.
- Porrini C., Ghini S., Girotti S., Sabatini A.G., Gattavecchia E. & G., C. (2002). "Use of honey bees as bioindicators of environmental pollution in Italy" in: Devillers J., Pham-Delègue M.H. (Eds.), *Honey bees: Estimating the environmental impact of chemicals*". London and New York
- Ramos, I. E. L.-S. & Ferreras, C. G. (2006). "Pollen and sensorial characterization of different honeys from El Hierro (Canary Islands)." *Grana*, 45(2), 146–159.
- Rashed, M. N., El-Haty, M. T. A. & al., e. (2009). "Bee honey as environmental indicator for pollution with heavy metals" *Toxicological & Environmental Chemistry*, 91(3), 389-403.
- Raven, P., Evert, R., Eichhorn, S. & Bouharmont, J. (2007). *Biologie végétale*, . Bruxelles, : De Boeck, .
- Reybroeck, W., Daeseleire, E., De Brabander, H. & Herman, L. (2012). "Antimicrobials in beekeeping" *Vet. Microbiol*, 158, 1-11.
- Reyes, E. S., & Sánchez, J. S. (2017). Botanical classification. *Bee Products- Chemical and biological Properties*, 3-19. doi: 10.1007/978-3-319-59689-1_1
- Ricciardelli d'Albore, G. "text book of mellissopalynology", . Paper presented at the Apimondia, Bucharest, Romania.
- Ricciardelli d'Albore, G. (1998). *Mediterranean melissopalynology*. Perugia, Italy: Istituto di Entomologia Agraria, Università degli Studi.
- Rosa, F. C., Duarte, F. A., Paniz, J. N., Heidrich, G. M., Nunes, M. A., Flores, E. M. & Dressler, V. L. (2015). Dispersive liquid–liquid microextraction: an efficient approach for the extraction of Cd and Pb from honey and determination by flame atomic absorption spectrometry. *Microchem. J.*, 123, 211–217.
- Rossant, A. (2011). "Le miel, un composé complexe aux propriétés surprenantes" Thèse de doctorat, Univer Lmoges, .
- Ru, Q. M., Feng, Q. & He, J. Z. (2013). Risk assessment of heavy metals in honey consumed in Zhejiang province, southeastern China. *Food and Chemical Toxicology*, 53, 256-262. doi: 10.1016/j.fct.2012.12.015
- Sabatini, A. G., Persano Oddo, L., Piazza, M. G., accorti, M. & Manetti, A. (1989). "Glucide spectrum in the main Italian unifloral honeys. I- Fructose and Glucose". *Apicoltura*, 5, 35-46.
- Sahinler, N. & Gul, A. (2005). "Effect of heating and storage on honey hydroxymethylfurfural and diastase activity." *Journal of Food Technology*, 3(2), 152–157.
- Schweitzer, P. (2001). La couleur des miels. "Abeille de France", 1-7.
- Schweitzer, P. (2005a). "Encore des miels hors normes". *Revue l'abeille de France*(917).
- Schweitzer, P. (2005b). "L'analyse pollinique des miels", . *Revue Abeille de France.*, 13.
- Schweitzer, P. (2007). "La cristallisation de miel", . *Abeille de France*,(903), 15-17.
- Schweitzer, P. (2012). "Technologie et qualité des miels".
- Seraglio, S. K. T., Schulz, M., Brugnerotto, P., Silva, B., Gonzaga, L. V., Fett, R. & Costa, A. C. O. (2021). Quality, composition and health-protective properties of citrus honey: A review. *Food Research International*, 143, 110268. doi: 10.1016/j.foodres.2021.110268
- Silva, L. R., Videira, R., Monteiro, A. P., Valentão, P. & Andrade, P. B. (2009). "Honey from Luso region (Portugal): Physicochemical characteristics and mineral contents". *Microchemical Journal.*, 93(1), 73-77.
- Sixto, A., Mollo, A. & Knochen, M. (2019). Fast and simple method using DLLME and FAAS for the determination of trace cadmium in honey. *Journal of Food Composition and Analysis*, 82, 103229. doi: 10.1016/j.jfca.2019.06.001
- Solayman, M., Islam, M. A., Paul, S., Ali, Y., Khalil, M. I., Alam, N. & Gan, S. H. (2016). Physicochemical Properties, Minerals, Trace Elements, and Heavy Metals in Honey of Different Origins: A Comprehensive Review. *Comprehensive Reviews In Food Science Food Safety*, 15(1), 219-233. doi: 10.1111/1541-4337.12182

- Squadrone, S., Brizio, P., Stella, C., Pederiva, S., Brusa, F., Mogliotti, P., . . . Abete, M. C. (2020). Trace and rare earth elements in monofloral and multifloral honeys from Northwestern Italy; A first attempt of characterization by a multi-elemental profile. *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*, 61, 126556. doi: 10.1016/j.jtemb.2020.126556
- Stephens, J. M., Schlothauer, R. C., Morris, B. D., Yang, D., , Fearnley, L., Greenwood, D. R.& Loomes, K. M. (2010). "Phenolic compounds and methylglyoxal in some New Zealand manuka and kanuka honeys." *Food chemistry*, 120(1), 78–86.
- Talpay, B. (1985). Spezifikationen für Trachthonige. *Deutsche Lebensmittel-Rundschau*.
- Tao, S., Cui, Y. H.& al., e. (2004). "Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in agricultural soil and vegetables from Tianjin" *Science of The Total Environment*, 320(1), 11-24.
- Taormina, P. J., Niemira, B. A.& Beuchat, L. R. (2001). "Inhibitory activity of honey against foodborne pathogens as influenced by the presence of hydrogen peroxide and level of antioxidant power". *Int. J. Food Microbiol.*, 69, 217–225.
- Techniques de l'ingénieur. (2000). "Les miels". In "Traité agroalimentaire". (*Techniques de l'ingénieur, ed.*), Vol. F 7000.
- The National Honey Board. (2004). Honey-Health and Therapeutic Qualities. . . Longmont, CO 80501-6045., 1-28.
- Timmroth, R., Speer, K., BECKH, G.& LÜLLMANN, C. (2005). "Comparison of European honeys to tropical honeys - effects of yeast cell numbers on the concentration of especially selected components". In "*Apimondia International Apicultural Congress*", pp. 110. *Apimondia abstracts, Dublin- Ireland*.
- Tomas-barberan, F. A., Martos, I., Ferreres, F., Radovic, B. S.& Anklam, E. (2001). "HPLC flavonoid profiles as markers for the botanical origin of European unifloral honeys". . *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(485-496).
- Toporèk J., Legath J.& J., K. k. (1992). "Levels of mercury in samples of bees and honey from areas with and without industrial contamination" *Vet.Med. (Praha)*, 37, 405–412
- Truchado, P., Ferreres, F.& Tomas-Barberan, F. A. (2009). "Liquid chromatography-tandem mass spectrometry reveals the widespread occurrence of flavonoid glycosides in honey, and their potential as floral origin markers." *Journal of chromatography. A*, 1216(43), 7241–7248.
- Tsao, R. (2010). "Chemistry and biochemistry of dietary polyphenols." *Nutrients*, 2(12), 1231–1246.
- Tuberoso, C. I., Jerkovic, I., Sarais, G., Congiu, F., Marijanovic, Z.& Kus, P. M. (2014). "Color evaluation of seventeen European unifloral honey types by means of spectrophotometrically determined CIE L**a***b* degrees chromaticity coordinates". *Food Chem Toxicol*, 145, 284-291.
- Tuzen, M., Silici, S., Mendil, D.& Soylak, M. (2007). Trace element levels in honeys from different regions of Turkey. *Food Chem*, 103(2), 325-330.
- Tyssier, P. (2005). "Le miel, objectif qualité". *Fruits&abeille*, 275-277.
- Vallianou, N. G., Gounari, P., Skourtis, A., Panagos, P.& Kazazis, C. (2014). "Honey and its anti-inflammatory, anti-bacterial and anti-oxidant properties". . *General Med* 2:132, 2(132).
- Vanhanen, L. P., Emmertz, A.& Savage, G. P. (2011). "Mineral analysis of mono-floral New Zealand honey." *Food chemistry*, 128(1), 236–240.
- Vela, L., De Lorenzo, C.& Pérez, R. A. (2007). Antioxidant capacity of Spanish honeys and its correlation with polyphenol content and other physicochemical properties. . *J. Sci. Food Agric.*, 87, 1069-1075.
- Viuda-Martos, M., Ruiz-Navajas, Y., Fernandez-lopez J.& Perez-Alvarez, J. (2008). "Functional properties of honey, propolis, and royal jelly". *J Food Sci. .*; 73(9), 117-124.
- Von Der Ohe, W., Persano Oddo, L., Piana, M. L., Morlot, M.& Martin, P. (2004). Harmonized methods of melissopalynology. *Apidologie*, 35(Suppl. 1), S18-S25. doi: 10.1051/apido:2004050
- Von der Ohe, W., Von der Ohe, K., Raude-Roberg, L.& Dustman, J. H. (1999). "Vergleich der Methoden zur Bestimmung der Saccharase-Aktivität im Honig". *Apidologie* 30, 412-413.
- Vorwohl, G. (1964). "Die beziehungen zwischen der elektrischen leitfähigkeit der honige und ihrer trachtmässigen herkunft." *Les Annales de l'Abeille*, 7(4), 301–309.
- Vorwohl, G. (1967). "The microscopic analysis of honey, a comparaison of its methods with those of the other branches of palynology". *Rev.paleobot.*, 3(14), 287-290.
- Wallner, K. (1999). "Varroacides and their residues in bee products" *Apidologie* 30(2-3), 235-248.

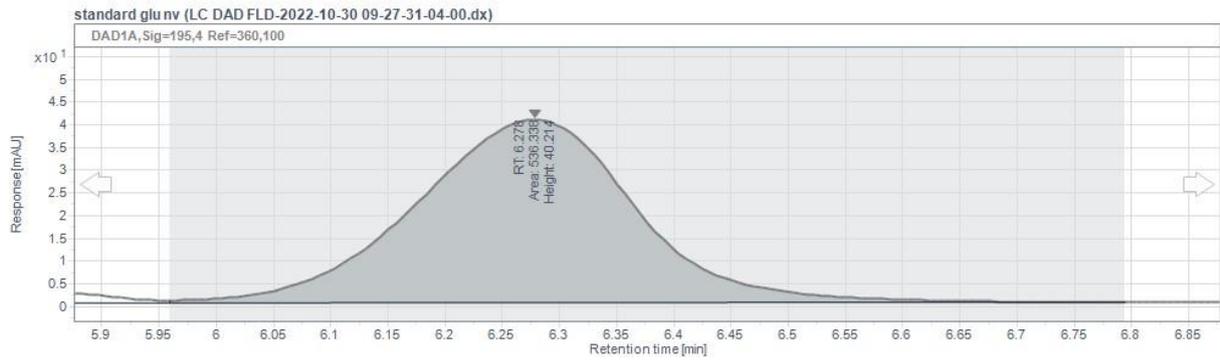
- Wang, J. & Li, Q. X. (2011). Chemical composition, characterization, and differentiation of honey botanical and geographical origins *Adv Food Nutr Res* (2011/04/21 ed., Vol. 62, pp. 89-137). Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21504822>. 03 mars 2021
- White, J. & Jonathan, W. (1979). Spectrophotometric method for hydroxymethylfurfural in honey. *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, 62(3), 509-514.
- White, J. W., Riethof, M. L. & Kushnir, I. (1961). "Composition of Honey. VI. The Effect of Storage on Carbohydrates, Acidity and Diastase Content." *Journal of Food Science*, 26(1), 63-71.
- Whitehorn, P. R., O'Connor, S. & al., e. (2012). "Neonicotinoid pesticide reduces bumble bee colony growth and queen production" *Science*, 336(6079), 351-352.
- Yaiche Achour, H. & Khali, M. (2014). Composition physicochimique des miels algériens. Détermination des éléments traces et éléments toxiques. *Afrique SCIENCE*, 10(2), 127-136.
- Yao, Y., Wu, H. & Ping, J. (2019). Simultaneous determination of Cd(II) and Pb(II) ions in honey and milk samples using a single-walled carbon nanohorns modified screen-printed electrochemical sensor. *Food Chem*, 274, 8-15. doi: 10.1016/j.foodchem.2018.08.110
- Zerrouk, S., Seijo, M. C., Boughediri, L., Escuredo, O. & Rodríguez-Flores, M. S. (2014). Palynological characterization of Algerian honeys according to their geographical and botanical origin. *Grana*, 53(2), 147-158.
- Zerrouk, S., Seijo, M. C., Escuredo, O. & Rodríguez-Flores, M. S. (2017). Characterization of *Ziziphus lotus* (jujube) honey produced in Algeria. *Journal of Apicultural Research*, 57(1), 166-174. doi: 10.1080/00218839.2017.1399663

Annexe

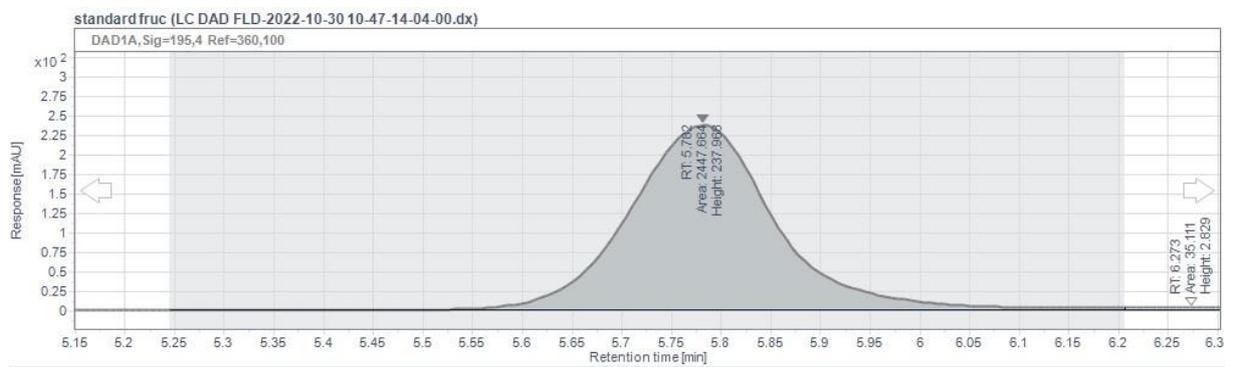
Annexe I: Table de Chataway (Table de correspondance IR – teneur en eau)

Pourcentage d'eau (g/100g)	Indice de réfraction à 20°C	Pourcentage d'eau (g/100g)	Indice de réfraction à 20°C	Pourcentage d'eau (g/100g)	Indice de réfraction à 20°C
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
				25,0	1,4740

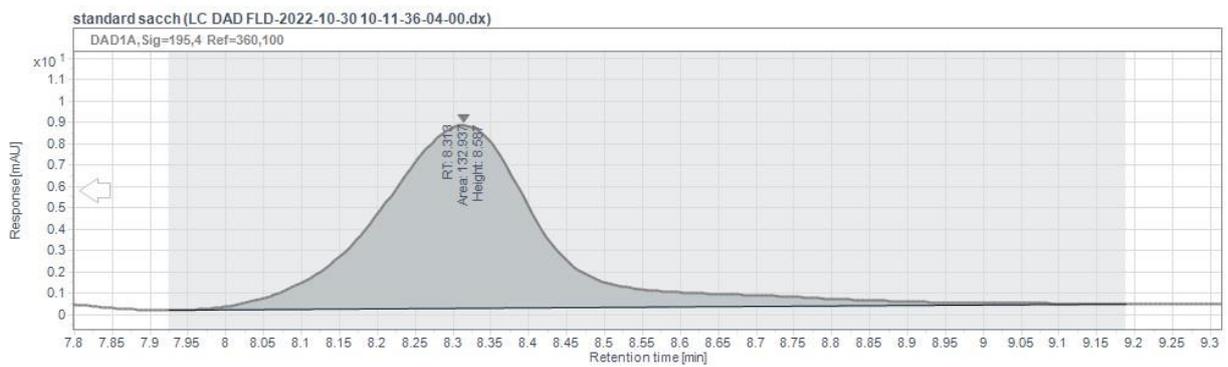
Annexe II : Chromatogrammes des sucres standards



Chromatogramme du standard glucose



Chromatogramme du standard fructose



Chromatogramme du standard saccharose

Annexe III: Données des temps de rétention, Aire de pic et concentration des sucres standards (tableau) et formule de calcul des pourcentages des sucres

Glucose			Saccharose			Fructose		
Temps de rétention (Tr)	Aire de pic (A)	Concentration	Temps de rétention (Tr)	Aire de pic (A)	Concentration	Temps de rétention (Tr)	Aire de pic (A)	Concentration
6.278	536.338	2 g %	8.314	147.263	0.5 g %	5.782	2447.664	2 g %

$$\text{La formule : } S\% = \frac{A1*V1*m1*100}{A2*V2*p}$$

S % : Le pourcentage massique du sucre i

A 1 : l'aire du pic du sucre i contenu dans l'échantillon, exprimé en unité d'intégrateur

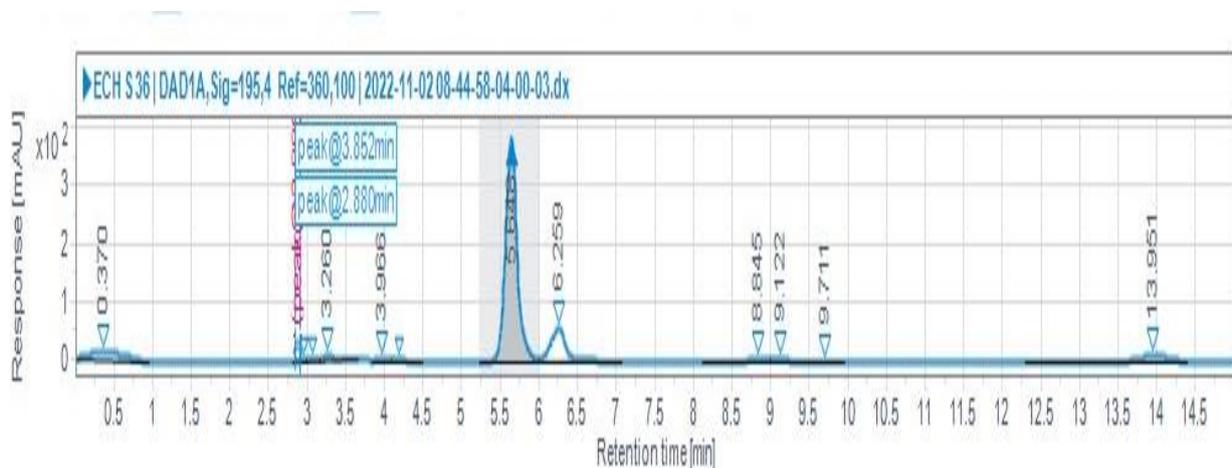
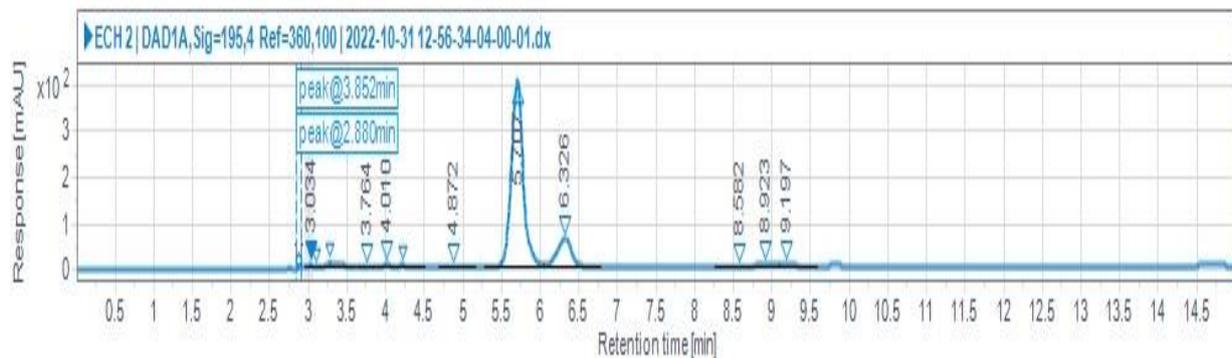
A 2 : l'aire du pic du sucre i contenu dans la solution standard, exprimé en unité d'intégrateur

V1 : volume total de la solution échantillon (V1 = 20 ml)

V2 : volume total de la solution standard (V2 = 100 ml)

m1 : masse du sucre i en g dans le volume total de la solution standard V2

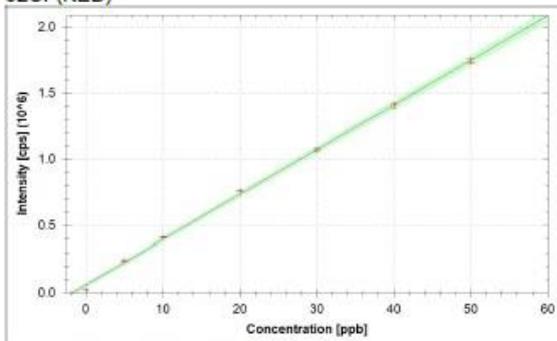
p : poids de l'échantillon de miel en g (p = 2 g)



Exemples de chromatogrammes pour les échantillons E2 (en haut) et E36 (en bas)

Annexe IV : : Courbes d'étalonnage des éléments minéraux et métaux lourds

52Cr (KED)



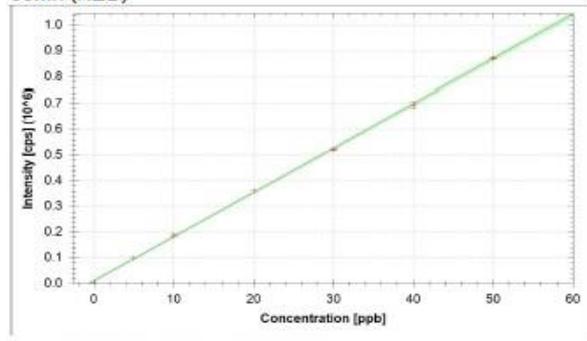
$$f(x) = 33793.2644 \cdot x + 62088.8528$$

$$R^2 = 0.9991$$

$$\text{BEC} = 1.837 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.0829 \text{ ppb}$$

55Mn (KED)



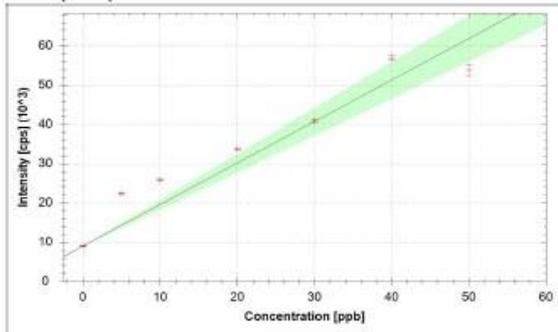
$$f(x) = 17189.2771 \cdot x + 10832.0517$$

$$R^2 = 0.9997$$

$$\text{BEC} = 0.630 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.0274 \text{ ppb}$$

57Fe (KED)



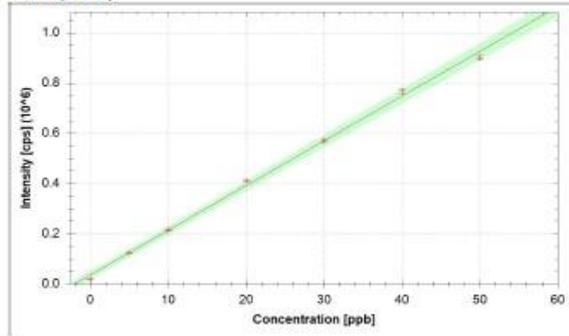
$$f(x) = 1057.0451 \cdot x + 9053.3510$$

$$R^2 = 0.8805$$

$$\text{BEC} = 8.565 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.3692 \text{ ppb}$$

60Ni (KED)



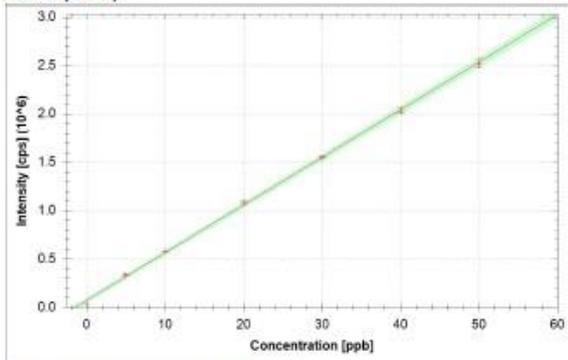
$$f(x) = 17801.6536 \cdot x + 35924.7283$$

$$R^2 = 0.9976$$

$$\text{BEC} = 2.018 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.0898 \text{ ppb}$$

63Cu (KED)



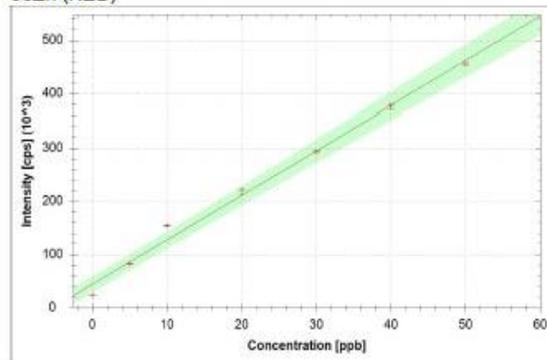
$$f(x) = 49223.8382 \cdot x + 74686.1827$$

$$R^2 = 0.9992$$

$$\text{BEC} = 1.517 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.0433 \text{ ppb}$$

66Zn (KED)



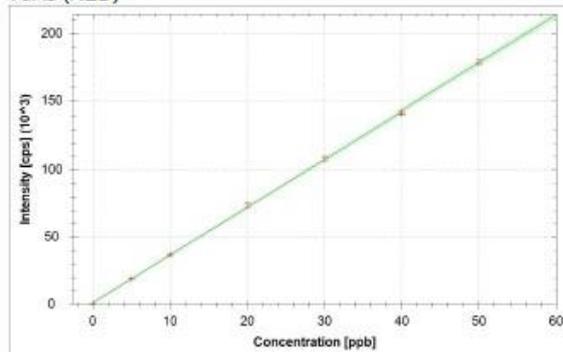
$$f(x) = 8358.9031 \cdot x + 44022.9058$$

$$R^2 = 0.9913$$

$$\text{BEC} = 5.267 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.1698 \text{ ppb}$$

75As (KED)



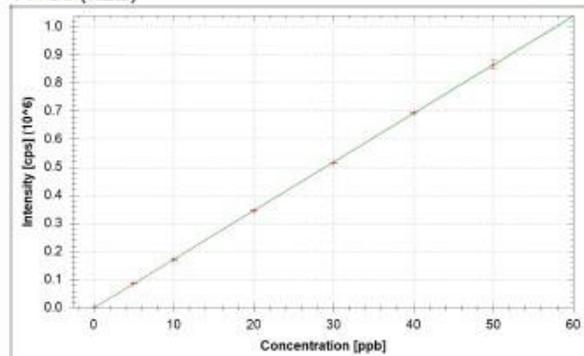
$$f(x) = 3544.7959 \cdot x + 1430.0995$$

$$R^2 = 0.9997$$

$$\text{BEC} = 0.403 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.0440 \text{ ppb}$$

111Cd (KED)

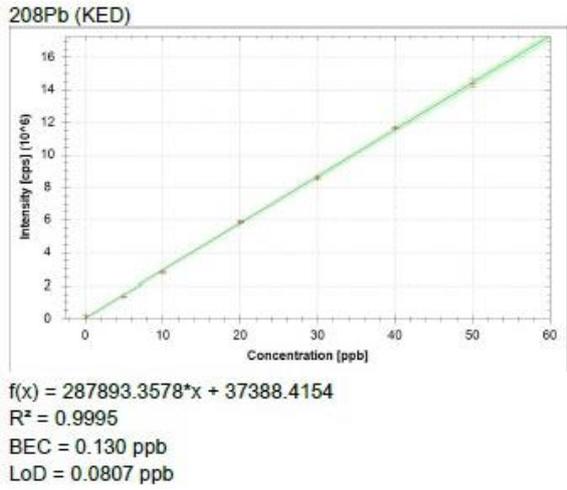


$$f(x) = 17312.8372 \cdot x + -602.8340$$

$$R^2 = 1.0000$$

$$\text{BEC} = -0.035 \text{ ppb}$$

$$\text{LoD} = 0.0106 \text{ ppb}$$



Annexe V: Pollens non identifiés classés en inconnus



Inconnu 1 de l'échantillon E9



Inconnu 2 de l'échantillon E6

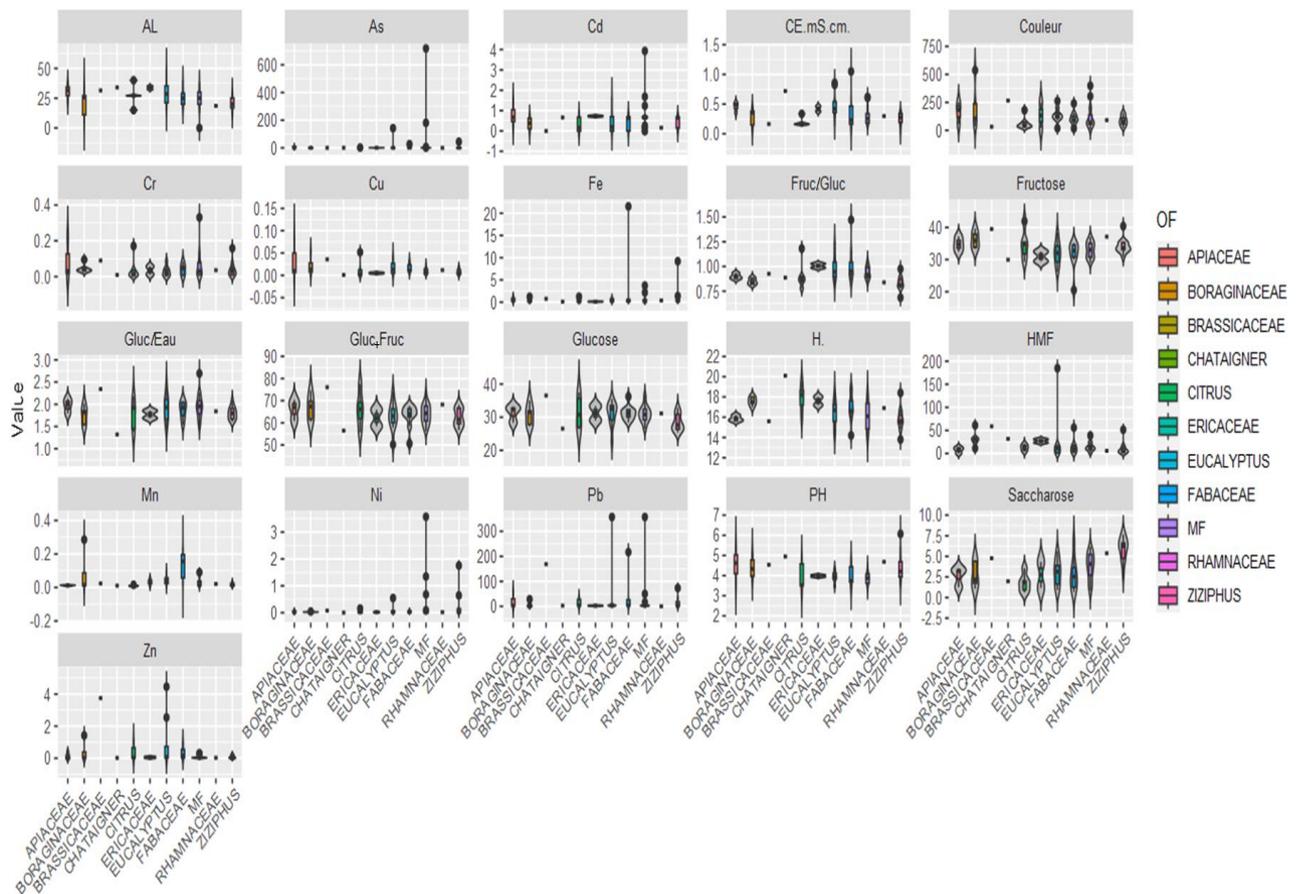


Inconnu 3 de l'échantillon E96



Inconnu 4 de l'échantillon E29

Annexe VI : Représentation en box plots des paramètres de caractérisation des miels étudiés représentés par origine florale



Annexe VII: Résultat analyse ANOVA pour region

- Résultat ANOVA pour H%

	Df	F value	Pr (>F)
Région	4	4,448	0,00267**
Résiduels	81		

- Post hoc test Duncan comparaison deux par deux

	Différence	lower	uper	Valeur p ajustée
Est-Centre	0.3258824	-0.4781079	1. 12987262	0.4223
Ouest-Centre	-0.1133333	-1.1297661	0.90309945	0.8250
Sahara-Centre	-1.4800000	-2.4400260	-0.51997399	0.0023 **
Steppe-Centre	-0.9466667	-1.9039519	0.01061852	0.0526
Ouest-Est	-0.4392157	-1.6188788	0.74044746	0.4677
Sahara-Est	-1.8058824	-2.9202308	-0.69153387	0.0013 **
Steppe-Est	-1.2725490	-2.3869770	-0.15812108	0.0248 *
Sahara-Ouest	-1.3666667	-2.6075629	-0.12577044	0.0308 *
Steppe-Ouest	-0.8333333	-2.0325713	0.36590464	0.1706
Steppe-Sahara	0.5333333	-0.5553844	1.62205110	0.3326

- Résultat ANOVA pour saccharose

	Df	F value	Pr (>F)
Région	4	6,046	0,000273**
Résiduels	78		

- Post hoc test Duncan comparaison deux par deux

	Différence	lwr	upr	Valeur p ajustée
Est-Centre	-0.5121711	-1.5656738	0.5413315	0.34240
Ouest-Centre	-0.2245682	-1.5462407	1.0971044	0.73607
Sahara-Centre	1.5793357	0.4811288	2.6775426	0.00539 **
Steppe-Centre	1.9275985	0.7380265	3.1171705	0.00154 **
Ouest-Est	0.2876029	-1.1503162	1.7255220	0.69157
Sahara-Est	2.0915068	0.7486355	3.4343781	0.00211 **
Steppe-Est	2.4397696	1.0336304	3.8459089	0.00056 ***
Sahara-Ouest	1.8039038	0.2181892	3.3896185	0.02571 *
Steppe-Ouest	2.1521667	0.4885652	3.8157681	0.01081 *
Steppe-Sahara	0.3482628	-0.9943216	1.6908473	0.60702

Annexe VIII: Résultat analyse Kruskal-Wallis pour région

- Résultat Kruskal-Wallis pour AL

	Df	Kruskal-Wallis chi-squared	Pr (>F)
Région	4	15.528	0,003723**

Test Pairwies wilcoxon

	Centre	Est	Ouest	Sahara
Est	0.470	-	-	-
Ouest	0.932	0.598		
Steppe	0.042	0.030	0.044	
Sahara	0.046	0.030	0.058	1.000

- Résultat Kruskal-Wallis pour CE

	Df	Kruskal-Wallis chi-squared	Pr (>F)
Région	4	15.686	0,003471**

- Test Pairwies wilcoxon

	Centre	Est	Ouest	Sahara
Est	0.012	-	-	-
Ouest	0.282	0.281	-	-
Steppe	0.281	0.012	0.076	
Sahara	0.523	0,012	0.281	0.418

Article

Global assessment of Algerian honey quality by palynological, physico-chemical analyses, trace elements and potentially toxic elements screening

Ouardia KESSI^{1,2}, Scherazad MEKIOUS^{3,4}, Abdallah AOUADI^{5,6}, Jinane HOUDEIB⁷, Smain MEGATLI⁸

Received January 16, 2024; accepted April 04, 2024.
Delo je prispelo 16. januarja 2024, sprejeto 4. aprila 2024.

Global assessment of Algerian honeys quality by palynological, physicochemical analyses, trace elements and potentially toxic elements screening

Abstract: The quality of twenty Algerian honeys was assessed based on their palynological and physicochemical properties, and their trace and toxic elements composition. A qualitative pollen analysis was conducted to estimate the botanical origin. The physicochemical analyses included moisture content, pH, electrical conductivity, 5-hydroxymethylfurfural (HMF), colour, and the content of 3 sugars (fructose, glucose, and sucrose). The analysis of mineral and heavy metals included Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, Ni, Pb, Cd, and As. The pollen spectrum showed a great diversity with 60 taxa identified. The palynological analyses revealed the presence of 15 honeys with pollen dominance (unifloral): *Citrus* sp., *Eucalyptus* sp., *Ziziphus lotus* (L.) Lam., *Sinapis arvensis* L., *Dorycnium* sp., *Bupleurum* sp., *Echium* sp., *Lotus* sp., and 5 honeys without pollen dominance (polyfloral). The physicochemical results showed that the samples conform to international quality standards, with few exceptions related to HMF, mainly due to beekeeping practices. The colour was from water white to dark amber. Pb and Cd concentrations were found to be below the maximum residue limits set by the European Directive with which the toxic elements were compared. These results would contribute to the assessment of Algerian honey and provide a database for the regulation of honey trade and consumer protection.

Key words: honey, Algeria, mellisopalynology, quality, toxic elements

Celokupna ocena kakovosti alžirskih medov s palinološkimi in fizikalno-kemijskimi analizami ter pregledom vsebnosti elementov v sledeh in potencialno strupenih elementov

Izvleček: Sestava in kakovost dvajsetih vzorcev alžirskega medu sta bili ocenjeni na osnovi palinoloških in kemijsko-fizikalnih analiz ter vsebnosti elementov sledeh in potencialno strupenih elementov. Kvalitativna analiza peloda v medu je bila narejena z namenom ugotoviti njegovo botanično poreklo. Fizikalno kemijske analize so obsegale določanje vsebnosti vode, pH, električno prevodnost, vsebnost HMF (hidroksimetilfurfural), barve in vsebnost treh sladkorjev (fruktoze, glukoze in saharoze). Analiza elementov in težkih kovin je obsegala analizo vsebnosti Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, Ni, Pb, Cd in As. Pelodni spekter je pokazal veliko raznolikost s šestdesetimi ugotovljenimi taksoni. Pri petnajstih vzorcih medu je bila ugotovljena dominanca posameznih rastlinskih vrst oziroma rodov (unifloralni med) kot so: *Citrus* sp., *Eucalyptus* sp., *Ziziphus lotus* (L.) Lam., *Sinapis arvensis* L., *Dorycnium* sp., *Bupleurum* sp., *Echium* sp. in *Lotus* sp., pri petih vzorcih dominacije posameznih vrst ni bilo (polifloralni med). Fizikalno-kemijske analize so pokazale, da vzorci medu ustrezajo mednarodnim standardom kakovosti, z nekaj izjemami, ki se nanašajo na HMF, v glavnem zaradi razlik v čebelarjenju. Barva medu je bila od prozorne do jantrne. Vsebnosti Pb in Cd so bile znatno pod maksimalnimi vrednostmi, ki jih predpisuje Evropska direktiva o vsebnosti strupenih elementov v medu. Rezultati te raziskave prispevajo k oceni alžirskega medu in dajejo osnovne podatke za trgovanje z medom in zaščito potrošnikov.

Ključne besede: med, Alžirija, melisopalnologija, kakovost, strupeni elementi

1 Laboratory of Biotechnology, Environment and Health, Faculty of Nature Sciences and Life, Blida 1 University, Blida, Algeria

2 Corresponding author, e-mail: ouardiakessi@yahoo.fr

3 Faculty of Nature Sciences and Life, University of Djelfa, Djelfa, Algeria

4 Laboratory for Research on Medicinal and Aromatic Plants, Faculty of Nature Sciences and Life, Blida 1 University, Blida, Algeria

5 University May 8, 1945 Guelma, Wetlands Conservation Laboratory, Algeria

6 Chadli Benjedid University, El Tarf, Faculty of Natural and Life Sciences, Algeria

7 Livestock Breeding Institute (ITELV), Algiers, Algeria

8 Laboratory of Sciences, Food technology and Sustainable development, Faculty of Nature Sciences and Life, Blida 1 University, Blida, Algeria

1 INTRODUCTION

Honey is a natural sweet substance mainly composed of carbohydrates at around 80–85 % (w/w). Its moisture content is about 15–20 % (w/w), and to a minor extent of about 1 % other components are represented such as organic compounds, inorganic ions, enzymes, vitamins, hormones, flavonoids, proteins, and amino acids. Several nutritional and therapeutic properties like antioxidant, antibacterial and anti-inflammatory activities are recognized for honey due to this composition (Aljohar et al., 2018).

In general, honey quality and its composition are related to several factors such as geographical and botanical origins with their characteristics, and the climatic and seasonal conditions. The Codex Alimentarius (Codex Alimentarius, 2001) as well as the European Community (Council Directive, 2002) have both adopted standards to assess honey quality. These standards established a maximum moisture content of 20 %, and hydroxymethylfurfural (HMF/ a result of fructose degradation) at 40 mg kg⁻¹. These two parameters are considered among the most widely used quality parameters to determine honey stability and freshness.

Certain metals are recognized to be essentials for the different metabolism needs. The following trace elements: iron (Fe), zinc (Zn), copper (Cu), manganese (Mn), chromium (Cr) and nickel (Ni) have several physiological and biochemical activities making them indispensable for good cellular metabolism (APVMA, 2015). However, the presence of these elements in high amounts can have an opposite effect and be harmful instead of.

Nonessential elements, such as lead (Pb), cadmium (Cd) and arsenic (As) are of no use or interest for biological functioning. Moreover, they can be very toxic even at low rates. The contamination of honey by these elements may be due to mining and industrial pollution, or due to the use of Cd- or As-based fertilizers that can be spread into the soil and water and consequently can contaminate plants harvested by bees.

Metal contamination of food is a problem of major concern. In order to protect public health, a limit of 1 and 0.1 mg kg⁻¹ for Pb and Cd respectively in honey has been proposed to the European Community (Bal-Prylypko et al., 2018; Bogdanov et al., 2003). On 2015, the European Community, set a limit of 0.1 mg kg⁻¹ for Pb for honey consumption by children and persons with specific dietary needs (Commission Regulation (EU), 2015), while there is no specification about the maximum acceptable limit for Arsenic (Bal-Prylypko et al., 2018).

The determination of heavy metals in honey is

therefore of great interest, mainly for quality control and nutritional purposes. It is important to note that there are no specific limits established by the Algerian regulation concerning the heavy metals in honey. Consequently, we are required to adhere to the standards of the codex alimentarius or those of the countries where our products are being received.

Honey in Algeria has an excellent reputation and a notable place among Algerian consumers, as it is consumed for both nutritional and therapeutic purposes. The main feature of Algerian honey is its organoleptic quality which is also related to the botanical and geographical origins. Algerian honey possesses comparable and competing advantages, such as a diverse array of flora (cultivated crops, wild plants, forests, and mountains), a range of climates (Mediterranean and Saharan climates) for production, and expansive unpolluted fields. Lots of research have been carried out to evaluate the physicochemical characteristics but a little has been conducted on minerals and toxic elements aspect of Algerian honey. It is therefore crucial to define its quality parameters to establish standards for specific Algerian honey and to protect the consumer from frauds and health risk. The present study aims to assess the quality of Algerian honey according to its botanical origin and to verify its compliance with the standards set by the Codex and the European Community.

Twenty samples of different botanical and geographical origins were analysed. We first carried out a melissopalynological analysis to determine the pollen spectrum and botanical origin, a physicochemical analysis to determine the corresponding quality: colour, moisture, acidity, pH, electrical conductivity, and HMF. Sugars (fructose, glucose, and sucrose) were also determined. Finally, certain trace elements and heavy metals (Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, Ni, Pb, Cd, and As) were analysed to certify the safety of these honeys according to the European Directive.

2 MATERIALS AND METHODS

2.1 HONEY SAMPLES

Twenty honey samples (250 g each); produced in Algeria; were collected from beekeepers over two campaigns in 2020 and 2021. Collected samples were stored at a temperature of +4 °C in the refrigerator throughout the analysis process. The location of samples according to their geographical origin is shown in Figure 1.



Samples Nbr	Locality	Samples Nbr	Locality
E1/E32	Tessala El Mardja/ Beni Messous/ Alger	E39	Chahbounia/Médéa
E2/E41	Boufarik/ Blida	E40	Tébessa
E31	El Bayadh	E42	Naama
E33	Kolea/ Tipaza	E44/E46	Chlef
E34/E38/E51/E69	Aflou /Laghouat	E71	El Taref
E35	Guelma	E74	Mostaganem
E36	Djelfa	E78	Jijel

Figure 1: Location of honey samples (presented in map and list)

2.2 METHODS OF ANALYSIS

2.2.1 Qualitative pollen analysis

Pollen grains were identified and counted according to the harmonized methods of melissopalynology described by Louveaux et al. (1977) and Von Der Ohe et al. (2004). This method establishes all the pollen types present by determining their pollen frequencies expressed as a percentage relative to the total number of pollen grains counted (500 grains in our case). The pollens are then divided into four pollen frequency classes: predominant pollens (+ 45 %); secondary pollens (16-45 %); important minor pollens (3-15 %); and minor pollens (< 3 %). The pollen grains were observed using an optical microscope, and pollen types were identified by comparing them with the pollen reference established by (Ricciardelli d'Albore, 1998). We have also used our reference collection of pollen from plants with recognized scientific and local names. The pollen grains were classified as pollen type, as a genus, or as a single species whenever it was possible (Louveaux et al., 1977).

Taxa distribution frequencies have been calculated according to the number of honey samples in which they are found. As explained by Feller-Demalsy et al. (1989), they are classified as very frequent taxa (+ 50 %); fre-

quent taxa (20-50 %); rare taxa (10-20 %); sporadic taxa (-10 %).

2.2.2 Physicochemical analysis

Except for colour, all physicochemical parameters (water content, HMF, pH, free acidity, and electrical conductivity) were analysed following the analysis techniques recommended by the International Honey Commission (IHC) published by Bogdanov et al. (2004) and updated by Bogdanov (2009).

Water content was measured by refractive index using an ATAGO NAR-3T refractometer. Electrical conductivity was determined by using a conductivity meter (CORNING). pH and free acidity were measured by using a HANNA pH meter. HMF was measured by a spectral method using a CECIL CS-3041 UV-Vis spectrophotometer. Colour measurement was performed according to Bianchi method as described by Lacerda et al. (2010) and Ferreira et al. (2009), a 50 % (w/v) honey solution was prepared with warm water between 45 ° and 50 °C, then filtered to remove any coarse particles and measured by absorbance reading at 635 nm. Colour intensity was determined using the Pfund scale according to the equation (1):

$$Pfund = - 38.70 + 371.39 \times Abs \quad (1)$$

The carbohydrate profile was determined using an Agilent 1260 Infinity II HPLC equipped with a DAD detector and Open Lab CDS data processing software, sugars were separated using an Ammonia (NH₃) USP L8 analytical column (25 cm × 4.6 mm, 5 mm i. d.). Standard solutions of fructose (2 g %), glucose (2 g %), and sucrose (0.5 g %) were prepared in ultrapure water, and sample preparation was carried out by dissolving 2 g of honey in 20 ml distilled water. The analysis procedure was conducted following Aljohar et al. (2018). Identification of sugars, their peaks and their concentrations was made possible by comparing their chromatograms, retention times, and the surfaces of their peaks to those obtained from standard sugar solutions.

2.2.3 Trace and toxic elements analysis

Six minerals and three heavy metals were the subject of our study. 200 mg of previously homogenized sample to which 7 ml HNO₃ (65 %) and 1 ml H₂O₂ (30 %) were added, the mixture was placed in the digestion microwave (Ethos Easy - Milestone Connect microwave). The concentration of each analyte was determined in the sample and blank solutions using an ICP-MS inductively coupled plasma mass spectrometer (ICAP-RQ Thermo Scientific). The results were expressed as mg kg⁻¹ of honey for Zn, Mn, Fe, Cu, Cr, and Ni and per µg kg⁻¹ of honey for Cd, Pb, and As.

2.2.4 Statistical analysis

The results were reported as a mean ± standard de-

viation. To investigate correlations among several variables, including physicochemical parameters, mineral concentrations, and toxic metal levels, a Spearman correlation analysis was performed and a graphic was generated using a corrplot package. Multiple factor analysis (MFA) was performed using the FactoMineR on a data frame containing several sets of qualitative and quantitative variables structured into three groups; physical, mineral (trace elements), and heavy metal (toxic elements). This analysis aims to describe the characteristics of the honey samples spread over two groups: honey with pollen dominance (unifloral) and honey without pollen dominance (polyfloral). All statistical analyses were carried out using R software (version 4.2.2).

3 RESULTS AND DISCUSSION

3.1 QUALITATIVE POLLEN ANALYSIS

Sixty taxa were identified for the twenty honey samples analysed, of which 55 were nectariferous, five were nectarless, and of which 20 were sporadic, 22 were rare, 13 were frequent, and 5 were very frequent (Table 1).

From the distribution of identified taxa, the presence of 18 pollen types; corresponding to the classes frequent and very frequent; are represented in the four pollen frequency classes (Figure 2).

The pollen analysis (Tab. 2 and 3) highlighted the presence of 15 unifloral honeys: *Sinapis arvensis* L., *Citrus* sp., *Eucalyptus* sp., *Ziziphus lotus* (L.) Lam., *Echium* sp., *Bupleurum* sp., Fabaceae honey with the genera of *Dorycnium* sp. and *Lotus* sp. and one unifloral honey of *Peganum harmala* L.. The 05 remaining samples were polyfloral honey composed of secondary pollens from 1 to 3 taxa maximum.

Table 1: Distribution frequencies of taxa in the 20 samples of honey

Relative frequency classes (%)	Taxa
Sporadic < 10%	<i>Anthylis</i> (5 %), <i>Araceae</i> (5 %), <i>Bubplerum</i> sp. (5 %), <i>Buxaceae</i> (5 %), <i>Castanea</i> sp. (5 %), <i>Chenopodiaceae</i> (5 %), <i>Cucurbitaceae</i> (5 %), <i>Daucus carota</i> L. (5 %), <i>Dipsacaceae</i> (5 %), <i>Dorycnium</i> sp. (5 %), <i>Ephedraceae</i> (5 %), <i>Geraniaceae</i> (5 %), <i>Melilotus</i> sp. (5 %), <i>Orobanchaceae</i> (5 %), <i>Palmeae</i> (5 %), <i>Ranunculaceae</i> (5 %), <i>Raffeciaceae</i> (5 %), <i>Rubiaceae</i> (5 %), <i>Salix</i> sp. (5 %), <i>Sophora</i> sp. (5 %)
Rare 10-20 %	<i>Anacardiaceae</i> (10 %), <i>Annonaceae</i> (10 %), <i>Betulaceae</i> (10 %), <i>Borago officinalis</i> L. (10 %), <i>Cupressaceae</i> (10 %), <i>Echium</i> sp. (10 %), <i>Erica</i> sp. (10 %) <i>Liliaceae</i> (10 %), <i>Lotus</i> sp. (10 %), <i>Malvaceae</i> (10 %), <i>Muscari</i> sp. (10 %), <i>Ononis</i> sp. (10 %), <i>Sinapis arvensis</i> L. (10 %), <i>Smilacaceae</i> (10 %), <i>Taraxacum</i> sp. (10 %), <i>Fagaceae</i> (15 %), <i>Hedysarum coronarium</i> L. (15 %), <i>Peganum harmala</i> L. (15 %), <i>Senecio vulgaris</i> L. (15 %), <i>Verbenaceae</i> (15 %), <i>Citrus</i> sp. (20 %), <i>Salicaceae</i> (20 %)
Frequent 20-50 %	<i>Diplotaxis erucoides</i> (L.) DC. (25 %), <i>Ziziphus lotus</i> (L.) Lam. (25 %), <i>Boraginaceae</i> (30 %), <i>Mimosaceae</i> (30 %), <i>Myrtaceae</i> (30 %), <i>Oxalis</i> sp. (30 %), <i>Brassicaceae</i> (35 %), <i>Ericaceae</i> (35 %), <i>Oleaceae</i> (35 %), <i>Polygonaceae</i> (35 %), <i>Poaceae</i> (40 %), <i>Eucalyptus</i> sp. (50 %), <i>Euphorbia</i> sp. (50 %)
Very frequent > 50 %	<i>Fabaceae</i> (60 %), <i>Lamiaceae</i> (60 %), <i>Asteraceae</i> (70 %), <i>Rosaceae</i> (75 %), <i>Apiaceae</i> (90 %)

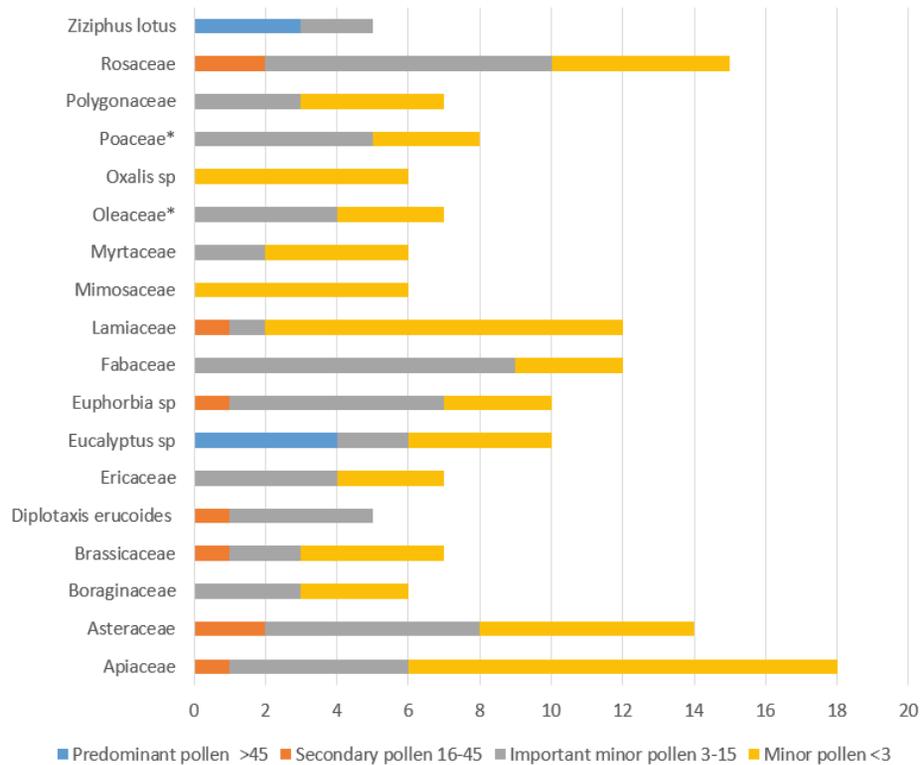


Figure 2: Presence of 18 pollen types; corresponding to frequent and very frequent classes; represented in four classes of pollen frequency: predominant pollen > 45 %, secondary pollen (16–45 %), important minor pollen (3–15 %) and minor pollen < 3 %. *Nectarless species

Samples E2 and E41 showed *Citrus* sp. frequencies of 30 % and 21 % respectively, Persano Oddo et al. (2004) reported that citrus pollen (*Citrus* sp.) is under-represented to a degree more or less important according to the different species or cultivars. A minimum frequency of citrus pollen varying from 10 to 20 % is accepted to be considered as citrus honey (Louveaux et al., 1977; Reyes, 2017; Seraglio et al., 2021). In addition to that, the physicochemical and sensory properties of these samples are in agreement with those described by Persano Oddo & Piro (2004) for citrus honey. In a study covering Mitidja zone, Benaziza-Bouchema et al. (2010) presented values ranging from 21 to 69 % for citrus honey, these values corroborate very well with our aforementioned values.

The eucalyptus pollen content ranged between 70 to 73 %. According to Persano Oddo & Piro (2004) eucalyptus pollen is overrepresented in honeys. Our results corroborate very well with those of (Benaziza-Bouchema & Schweitzer, 2010) and (Makhloufi et al., 2010) reporting both values of eucalyptus pollen more than 70 %.

The *Ziziphus lotus* pollen content ranged between 52 and 89 % of the pollen spectra. These values are consistent with those reported by Mekious et al. (2015); Zer-

rouk et al. (2017) for 45.75 to 97.12 % and 45.3 to 93.7% respectively.

3.2 PHYSICOCHEMICAL ANALYSES

The results of the physicochemical analyses are summarized in Table 4. They are presented according to the results of the pollen analysis. Hence, we distinguish two groups, the unifloral honey group (whose pollen spectrum includes dominant pollen) and the polyfloral honey group (whose pollen spectrum does not include any dominant pollen).

Electrical conductivity values; for all samples; were between 0.12-0.68 mS cm⁻¹. A maximum of 0.8 mS cm⁻¹ is established by the Codex Alimentarius for nectar honey, which is the case for all our samples.

The highest pH mean value was registered for unifloral honey group with 4.09. According to Gonnet (1986), nectar honeys, or a mixture of nectar and honeydew honeys have a pH between 3.5 and 4.5, honeydew honeys have a pH of 4.5 and 5.5. Our samples were therefore nectar honey. The range of pH values for all samples was 3.41-5.07. The high pH values obtained were due to

Table 2: Predominant and secondary pollen types in 20 honey samples

Sample Number	Predominant pollen (>45 %)	Secondary pollen (16-45 %)
E2	-----	<i>Citrus</i> sp. (30 %), <i>Sinapis arvensis</i> L. (18 %)
E41	-----	<i>Citrus</i> sp. (21 %), <i>Diploptaxis eruroides</i> (L.) DC. (20 %), <i>Lotus</i> sp. (17 %)
E32	<i>Eucalyptus</i> sp. (71 %)	-----
E44	<i>Eucalyptus</i> sp. (70 %)	-----
E74	<i>Eucalyptus</i> sp. (73 %)	-----
E78	<i>Eucalyptus</i> sp. (71 %)	-----
E36	<i>Ziziphus lotus</i> (L) Lam. (52 %)	-----
E46	<i>Zyziphus Lotus</i> (L) Lam. (81 %)	-----
E69	<i>Zyziphus Lotus</i> (L.) Lam (89 %)	-----
E1	<i>Sinapis arvensis</i> L. (83%)	-----
E31	<i>Dorycnium</i> sp. (72 %)	-----
E33	<i>Echium</i> sp. (85 %)	-----
E35	<i>Bupleurum</i> sp. (62 %)	-----
E38	<i>Lotus</i> sp. (46 %)	-----
E39	<i>Peganum harmala</i> L. (81 %)	-----
E34	-----	<i>Peganum harmala</i> L. (33 %), Rosaceae (21 %), <i>Euphorbia</i> sp. (19 %)
E40	-----	<i>Melilotus</i> sp. (28 %)
E42	-----	<i>Anthyllis</i> sp. (38 %), <i>Senecio vulgaris</i> L. (27 %)
E51	-----	Apiaceae (23 %), Rosaceae (21 %), Brassicaceae (20 %)
E71	-----	Lamiaceae (38 %), <i>Erica</i> sp. (33 %)

the presence of jujube honey which is characterized by a high pH value (5.1 for E69) such a value is also reported by Mekious et al. (2015) and Zerrouk et al. (2017) with 5.17 ± 0.48 and 5.5 ± 0.6 for jujube honey respectively.

The highest free acidity mean value was registered for the polyfloral honey group with 25.03 meq kg⁻¹. Whereas, free acidity values for all samples ranged from 10.25-34 meq kg⁻¹. The (Codex Alimentarius, 2001; Council Directive, 2002) set a maximum limit of 50 meq kg⁻¹ of honey. Our samples, therefore, complied with in-

ternational standards showing an absence of undesirable fermentations.

Moisture content for all samples was in the range of 13.6 to 18.25 %. A high value was registered for unifloral honey group with 16.25 %. The water content provides information on the maturity of the honey and also determines its conservation (Terrab et al., 2003). A low water content preserves the honey against microbial development (Bogdanov, 2009). Whereas, with a high water content, honey tends to ferment easily (El Sohaimy et al., 2015).

The HMF values for all honey samples ranged between 0-184.7 mg kg⁻¹. Unifloral honey showed the highest mean value with 27.67 mg kg⁻¹. Indeed, three samples from this group showed values above the limit set by the European and international standards (40 mg kg⁻¹ of honey), namely E1 and E46 for 59.0 and 50.5 mg kg⁻¹ respectively, and even more than the recommended limit set for honeys from tropical climate and blends of these honeys (80 mg kg⁻¹ of honey) (Council Directive, 2002) for E44 with 184.7 mg kg⁻¹. The HMF does not occur in newly harvested honey but its content rises through conditioning and storage. To prevent the granulation of honey and also to decrease its viscosity, beekeepers usually, tend to warm it during the harvesting process. The quality of honey is not affected at temperatures of 32–40 °C. However, the application of higher temperatures tends to increase the HMF levels in honey (Anklam, 1998). HMF is therefore considered an indicator of freshness and/or overheating of honey.

In general, and for high-quality honey, it is recommended a maximum moisture content of 18 % and an HMF rate of no more than 15 mg kg⁻¹ of honey. At these rates, the risk of fermentation is avoided and the honey remains fresh until its final consumption (Schweitzer, 1998). The results of these two parameters for our samples showed a maximum water content of 18.3 % which indicates respect for the honey maturity process before harvesting and compliance with international standards. Whereas, the HMF values were above the level for three samples reaching a maximum value of 184.7 mg kg⁻¹ of honey. Knowing that consumption of HMF may create certain health problems such as irritation of the mucous membranes of the upper respiratory tract, eyes, skin, etc... if it is consumed beyond the recommended limits (Pastoriza de la Cueva et al., 2017; Shapla et al., 2018). HMF can also be metabolized to 5-sulfooxymethylfurfural (SMF) by sulfotransferases (Pastoriza de la Cueva et al., 2017), the SMF is an intermediate molecule that can bind to DNA and induce mutagenic effects. Svendsen et

Table 3: Important minor and minor pollen types in 20 honey samples

Sample Number	Important minor pollen (3-15 %)	Minor pollen (< 3 %)
E2	Oleaceae (13 %), Polygonaceae (11 %), Dipsacaceae and Rosaceae (7 %), Fabaceae (4 %), Apiaceae and Asteraceae (3 %)	<i>Salix</i> sp., Poaceae, Boraginaceae, Ericaceae, Lamiaceae, Liliaceae, Malvaceae, Myrtaceae, Orobanchaceae, <i>Oxalis</i> sp.,
E41	Boraginaceae (7 %), Oleaceae (6 %), <i>Senecio vulgaris</i> L. and Fabaceae (5 %), Rosaceae (4 %), <i>Eucalyptus</i> sp. and Polygonaceae (3 %)	<i>Oxalis</i> sp., Rubiaceae, Smilacaceae, Annonaceae, Apiaceae, Malvaceae, Geraniaceae,
E32	<i>Hedysarum coronarium</i> L. (10 %), Ericaceae (7 %), <i>Euphorbia</i> sp. (5 %), Asteraceae (4 %)	Brassicaceae, Apiaceae, Lamiaceae, Mimosaceae
E44	Oleaceae (10 %) Salicaceae and Poaceae (5%), <i>Hedysarum coronarium</i> L. (4 %), Brassicaceae (3 %)	Apiaceae, Mimosaceae, Asteraceae, Betulaceae, Ephe-draceae, Fagaceae, Lamiaceae, <i>Oxalis</i> sp., Rosaceae, Verbenaceae,
E74	Oleaceae (13 %), <i>Erica</i> sp. (8 %), Fabaceae (5 %)	Apiaceae, Asteraceae
E78	Fabaceae (13 %), Apiaceae (6 %), Rosaceae (5 %), Ericaceae (3 %)	<i>Taraxacum</i> sp., <i>Castanea</i> sp., Lamiaceae
E36	Rosaceae (14 %), Poaceae (13 %), Fabaceae (6 %), Asteraceae and Myrtaceae (3 %)	Apiaceae, Araceae, Brassicaceae, <i>Euphorbia</i> sp., Boraginaceae, Lamiaceae, Mimosaceae
E46	Apiaceae (8 %), <i>Hedysarum coronarium</i> L. (6 %), Asteraceae (5 %)	-----
E69	<i>Ononis</i> sp. (5 %), <i>Euphorbia</i> sp. (3 %)	Apiaceae, Fagaceae, Rosaceae, Asteraceae, <i>Borago officinalis</i> L.
E1	<i>Citrus</i> sp. (11 %), Fabaceae (4 %)	Apiaceae, Oleaceae, Rosaceae, Myrtaceae, Poaceae, <i>Taraxacum</i> sp.
E31	<i>Echium</i> sp. and Polygonaceae (8 %), Palmeae and Rhamnaceae (3 %)	<i>Euphorbia</i> sp., Poaceae, Apiaceae, Asteraceae, Brassicaceae, Lamiaceae
E33	Fabaceae, Salicaceae (4 %), Asteraceae (3 %)	Ericaceae, <i>Eucalyptus</i> sp., Lamiaceae, <i>Oxalis</i> sp., Apiaceae, Brassicaceae
E35	Rosaceae (13 %), <i>Eucalyptus</i> sp. (11 %), Asteraceae (5 %), Brassicaceae, Ericaceae (3 %)	Lamiaceae, <i>Oxalis</i> sp., Boraginaceae, Buxaceae, Mimosaceae
E38	Poaceae (13 %), <i>Diplotaxis eruroides</i> (L) DC. (9 %), <i>Sophora</i> sp. (8%), <i>Muscari</i> sp., Rosaceae (5 %), Apiaceae, Asteraceae and Boraginaceae (4 %)	Annonaceae, Fabaceae, <i>Euphorbia</i> sp., Betulaceae, Lamiaceae, Myrtaceae
E39	<i>Diplotaxis eruroides</i> (L) DC. (6 %), Anacardiaceae (5 %), <i>Euphorbia</i> sp. (4 %)	Oleaceae, Smilacaceae, Asteraceae, Fabaceae, Apiaceae, Rosaceae
E34	<i>Ziziphus lotus</i> (L) Lam. (6 %), <i>Diplotaxis eruroides</i> (L) DC. (5 %), Poaceae (4%), Ericaceae (3 %)	Asteraceae, Fabaceae, Apiaceae, Cucurbitaceae, Polygonaceae, Cupressaceae, Liliaceae, Salicaceae, Verbinaceae
E40	Fabaceae, Myrtaceae (13 %), Apiaceae, Boraginaceae (9 %), Anacardiaceae (7 %), Lamiaceae (5 %), <i>Diplotaxis eruroides</i> (L) DC., Rosaceae (4 %), <i>Euphorbia</i> sp., Ranunculaceae (3 %)	Asteraceae, Polygonaceae, Ericaceae, Fagaceae, Mimosaceae
E42	<i>Euphorbia</i> sp., Rosaceae (8 %), Brassicaceae (5 %), Chenopodiaceae, Poaceae (4 %)	<i>Borago officinalis</i> , Apiaceae, Cupressaceae, <i>Oxalis</i> sp., Polygonaceae
E51	Salicaceae (10 %), <i>Euphorbia</i> sp., <i>Peganum harmala</i> (L). (6 %), <i>Senecio vulgaris</i> L.(5%), <i>Muscari</i> sp. (3 %)	Lamiaceae, Myrtaceae, Oleaceae, Rafflesiaceae, <i>Citrus</i> sp., <i>Ononis</i> sp., Polygonaceae, Verbenaceae
E71	<i>Eucalyptus</i> sp. (12 %), Asteraceae, Fabaceae (5 %), <i>Daucus carota</i> L. (3 %)	Rosaceae, Mimosaceae

Table 4: Results of physicochemical parameters and sugar profile

Physicochemical Parameters	Unifloral honey (n = 15)	Polyfloral honey (n = 5)	Min-Max
EC (mS cm ⁻¹)	0.30 ± 0.16	0.26 ± 0.14	0.12 - 0.68
pH	4.09 ± 0.44	3.81 ± 0.31	3.41 - 5.07
Free acidity (meq kg ⁻¹)	22.88 ± 7.16	25.03 ± 8.45	10.25 - 34.40
Moisture (%)	16.25 ± 1.36	15.42 ± 1.41	13.60 - 18.25
HMF (mg kg ⁻¹)	27.67 ± 46.42	7.37 ± 4.5	0.00 - 184.70
Color (PFund)	86.78 ± 67.34	95.07 ± 86.1	5.68 - 210.13
	(Amber)	(Amber)	(Water white - dark amber)
Fructose (%)	34.21 ± 2.49	33.28 ± 1.34	28.90 - 39.51
Glucose (%)	32.24 ± 2.99	33.40 ± 2.21	27.63 - 37.49
F+G (%)	66.45 ± 3.87	66.69 ± 4.58	61.38 - 76.06
Sucrose (%)	3.15 ± 2.26	2.44 ± 2.2	0.68 - 6.39

al. (2009) reported in their study on rats that HMF and SMF could be initiators of colon cancer.

Hence the interest in drawing beekeepers' attention to this parameter and the importance of respecting the levels proposed for those who want to distinguish their honey by a qualitative approach.

Color values are presented in Pfund values (mm) and classified in a scale going from water white to dark amber. The unifloral and polyfloral honey groups showed mean values of 86.78 and 95.07 mm, corresponding both of them to amber. The extreme values of color ranged from 5.68–210.13 mm corresponding to water white to dark amber. The variation in color for the different honey samples is due to several factors including among others: the variation in the sources of nectar (Kuś et al., 2014), the electrical conductivity, the richness of the honey in minerals, and the storage conditions (González-Miret et al., 2005; Naab et al., 2008), as well as the composition of honey in phenolic compounds and their antioxidant power (Bertoncelj et al., 2007).

The study of the carbohydrate profile provides several information, such as possible fraud attempts through adulteration, which results in an increase in HMF, the classification of monofloral honeys (Persano Oddo & Piro, 2004), or the tendency of honey to crystallize; in fact, the ratios F/G (Fructose/Glucose) and G/E (Glucose / Water) are considered criteria for predicting the tendency of honeys to crystallize. High F/G levels suggest that honeys are more likely to remain liquid. For the G/E ratio, results equal to or less than 1.7 indicate liquid

honey, while values equal to or greater than 2.1 predict rapid granulation (Doner, 1977).

The extreme values of fructose were 28.90–39.51 % with a high value registered for unifloral honey group (34.21 %), whereas glucose extreme values obtained ranged from 27.63–37.49 % with a high value registered for polyfloral honey group (33.4 %). In general, our data for glucose corroborate with those quoted by Makhloufi et al. (2010), Haderbache et al. (2013); Ouchemoukh et al. (2010), Mekious et al. (2015) and Zerrouk et al. (2017) who mentioned values ranging from 25.47–33.89 %. Contrariwise, the mean values of fructose are lower compared to those of the aforementioned authors who provided values ranging from 35.50–42.10 %, regardless of the type of honey studied. Nevertheless, fructose and glucose values obtained in our study corroborate with those of Gonnet (1971) who specifies that the sugar content of honey varies from 32–46 % for fructose and from 26–41 % for glucose. Molan (1996) reported that the nectar composition of plants influences the proportions of these two major sugars. Also, Mateo et al. (1998) reported that the sugar profile of honey depends greatly on the types of flora foraged by the bees, by regional and climatic conditions. In general and according to White et al. (1979), fructose predominates over glucose. This finding is confirmed in our study.

The total sugar content ranged from 61.38 %–76.06 %, with similar mean values to both groups (66.45 and 66.69 %). These values are in agreement with the standards of Codex Alimentarius (2001); Council Directive (2002) requiring a rate of more than 60 % for nectar honey.

Sucrose content oscillated between 0.68 %–6.39 %. The highest value was recorded for unifloral honey group with 3.15 %. (Anklam, 1998) explained that honeys of the same floral source can vary due to seasonal climatic variations or to a different geographical origin. The Codex alimentarius standard specifies 5 % of sucrose for all varieties of honey, with the exception of 10 % for *Banksia*, *Citrus*, *Hedysarum*, *Medicago*, and honeys, and of 15% for *Lavandula* honey. However, the high sucrose content (6.39 %) found in our study corresponds to *Ziziphus* honey. This latter is not among the honeys mentioned as exempted. Indeed, its high value could be due to different reasons such as overfeeding bees with sucrose syrup, adulteration, or harvesting honey early, where the sucrose has not been fully transformed into glucose and fructose (Anklam, 1998; Azeredo et al., 2003; Guler et al., 2007). However, all samples showed values corroborating to those of (Benaziza-Bouchema & Schweitzer, 2010) (between 0–7.6 %) and also remain below 10 %, a limit mentioned by Bocquet (1997) for sucrose.

3.3 TRACE AND TOXIC ELEMENTS ANALYSIS

All the minerals and heavy metals identified in honey samples are listed in Table 5. The mean mineral concentrations in the different honey groups were expressed by mg kg^{-1} for Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, and Zn and by $\mu\text{g kg}^{-1}$ for As, Pb, and Cd, the concentrations of the two later were compared to the maximum allowable contaminant levels established by the Commission Regulation (EU) (2015) and proposed by Bogdanov et al. (2003).

Considering the average value of all samples, the most abundant trace elements were Fe followed by Zn, Ni, Cu, Cr, and Mn. To the best of our knowledge, few studies were conducted on minerals and toxic elements in honeys in Algeria. (Haderbache et al. in 2013, Yaiche Achour and Khali (2014) and Zerrouk et al. (2017).

Yaiche Achour et al. (2014) and Zerrouk et al. (2017) reported higher values than ours for Fe (6.37 and 6.3 mg kg^{-1}) respectively for jujube honey. Whereas, (Haderbache et al., 2013) reported values of (0.923 and 0.969 mg kg^{-1}) for jujube and multifloral honeys. These results are quite lower than our results.

Regarding Zn, Yaiche Achour & Khali (2014) and Zerrouk et al. (2017) reported values of 11.04 mg kg^{-1} for all types of honey and 1.8 mg kg^{-1} for jujube honey respectively. Although, unifloral honey group; in our study; showed a mean value quite similar to that of jujube honey.

The values of Ni reported by Haderbache et al. (2013) and Yaiche Achour & Khali (2014) are (0.0234 , $0.0307 \text{ mg kg}^{-1}$) and (0.32 mg kg^{-1}) for jujube and multifloral honeys and for all types of honeys respectively. The Ni concentration value obtained in our study for unifloral honey group was quite similar to that reported by Yaiche Achour & Khali (2014). Whereas, polyfloral honey group exhibited a higher value than the previous studies.

Cu was studied only by Yaiche Achour & Khali (2014), their obtained values were in the range of 2.72 -

3.22 mg kg^{-1} , these values are higher than our results for both honey groups.

The obtained concentration values of Cr were higher than the reported one by Yaiche Achour and Khali (2014) 0.023 mg kg^{-1} for all types of honey. Whereas, for the Mn, the observed values were lower than the values of Haderbache et al. (2013) and Yaiche Achour & Khali (2014) (0.077 , 0.069 mg kg^{-1}) for jujube and multifloral honeys and (3.06 mg kg^{-1}) for all types of honey respectively.

Regarding the toxic elements Haderbache et al. (2013) reported for Pb values lower than ours. While, Yaiche Achour and Khali (2014) reported higher values. (9.2 , 16.3 mg kg^{-1}) for jujube and multifloral honeys and (0.22 mg kg^{-1}) for all types of honey respectively.

The Cd concentration values were much lower than those observed for Haderbache et al. (2013) and Yaiche Achour and Khali (2014) with (10.7 , 13.9 mg kg^{-1}) for jujube and multifloral honeys and (0.018 - 0.019 mg kg^{-1}) for all types of honey respectively.

As concentration mean values; obtained in our study; were different from the values reported by Yaiche Achour and Khali (2014), (0.020 - 0.024 mg kg^{-1}) as a mean range for all type of honeys.

Considering previous investigations on honeys conducted in different country in Europe and China, the average value of Fe was 1.89 mg kg^{-1} (ranging from 0.25 - 21.54 mg kg^{-1}). Quite similar values were observed in Italy with 1.265 and 1.75 mg kg^{-1} for polyfloral and sweet chestnut honey (Buldini et al., 2001). Bilandžić et al. (2014); Hernández et al. (2005) reported higher values of Fe (4.85 and 3.61 mg kg^{-1}) comparatively to our results for honey produced in Spain and Croatia respectively.

Zn was the second most abundant trace element, with an average of 0.90 mg kg^{-1} (ranging from 0 - 4.46 mg kg^{-1}). The mean value of Zn was lower than those found in previous investigations in Croatia (1.69 and 1.17 mg kg^{-1}) (Bilandžić et al., 2014; Lachman et al., 2007), Italy (2.64 and 3.205 mg kg^{-1}) (Buldini et al., 2001), Spain (1.57 and 1.441 - 4.496 mg kg^{-1}) (Fernandez-Torres et al., 2005; Hernández et al., 2005) respectively and China ($1329.5 \mu\text{g kg}^{-1}$) (Ru et al., 2013).

The Ni mean concentration for all honeys was 0.54 mg kg^{-1} (ranging from 0 - 3.57 mg kg^{-1}). The observed value was higher than the reported values in Italy (0.10 - 03.22 mg kg^{-1}) (Squadrone et al., 2020).

The Cu mean concentration for all honeys was 0.17 mg kg^{-1} (ranging from 0 - 2.92 mg kg^{-1}). This mean level was much lower than those observed in Italy ($890 \mu\text{g kg}^{-1}$ and 0.30 - 0.95 mg kg^{-1}) (Buldini et al., 2001; Squadrone et al., 2020) respectively, Spain (0.37 , < 0.531 - 0.693 mg kg^{-1}) (Fernandez-Torres et al., 2005; Hernández et al., 2005) respectively, Croatia (0.42 and 14.4 mg kg^{-1}) (Bilandžić et al., 2014; Lachman et al., 2007) respectively. The mean

Table 5: Results of minerals and heavy metals analyses

	Unifloral honey (n = 15)	Polyfloral honey (n = 5)	Min-Max
Cr (mg kg^{-1})	0.07 ± 0.06	0.13 ± 0.11	0.00 - 0.33
Mn (mg kg^{-1})	0.04 ± 0.06	0.02 ± 0.01	0.01 - 0.24
Fe (mg kg^{-1})	2.15 ± 5.38	1.09 ± 0.65	0.25 - 21.54
Ni (mg kg^{-1})	0.31 ± 0.47	1.22 ± 1.39	0.00 - 3.57
Cu (mg kg^{-1})	0.22 ± 0.75	0.03 ± 0.01	0.00 - 2.92
Zn (mg kg^{-1})	1.14 ± 1.38	0.19 ± 0.16	0.00 - 4.46
As ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	16.48 ± 37.05	191.16 ± 303.45	0.00 - 718.09
Cd ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	0.99 ± 2.82	3.48 ± 3.64	0.00 - 11.00
Pb ($\mu\text{g kg}^{-1}$)	75.11 ± 98.46	42.69 ± 22.33	3.17 - 357.19

Cu content obtained was within the range of that found in honey from Croatia (0.14-1.39 mg kg⁻¹) (Bilandžić et al., 2017).

The Cr mean concentration for all honeys was 0.09 mg kg⁻¹ (ranging from 0-0.33 mg kg⁻¹). This mean level fell within the range reported from Italy (0.068-0.093 mg kg⁻¹) (Squadrone et al., 2020) but was higher than the range reported for honey from Croatia (4.97-27.6 µg kg⁻¹) (Bilandžić et al., 2017).

The Mn mean concentration for all honeys was 0.04 mg kg⁻¹ (ranging from 0.01-0.24 mg kg⁻¹). This mean level was much lower than the ranges reported from Croatia and Italy (0.19-1.98 and 0.61-3.2 mg kg⁻¹) (Bilandžić et al., 2017; Squadrone et al., 2020) respectively.

In general, mineral elements come from the soil and end up in honey through plant nectar (Solayman et al., 2016). The variability in mineral content can be attributed to environmental, botanical, and geographical factors, or even beekeeping practices (Bogdanov, 2006; Sixto et al., 2019). The mean values of the total Cr, Mn, Fe, Ni, Cu and Zn concentrations were in the range of 2.7 mg kg⁻¹ (polyfloral)-3.93 mg kg⁻¹ (unifloral). These results were also in the range reported by (Squadrone et al., 2020) who mentioned values of 3.4 mg kg⁻¹ (acacia)-7.0 mg kg⁻¹ (multifloral). Such values indicate the contribution of these essential elements in the nutritional aspects of honey.

It is well known that lead is the most widespread heavy metal in the environment with potential toxicity. It has the potential to induce gradual poisoning and health complications like exhaustion, insomnia and body mass loss. Based on our study, the lead concentrations were high compared to As and Cd. The Pb mean concentration for all honey was 77.54 µg kg⁻¹ (ranging from 3.17-357 µg kg⁻¹). The obtained Pb value in our study was lower than those found in honey from Italy (620 µg kg⁻¹ for polyfloral honey) (Buldini et al., 2001), Croatia (530 µg kg⁻¹). While Bilandžić et al. (2017); Ru et al. (2013); Squadrone et al. (2020) reported values lower than ours with 33.98, 5.03-66.3, and 12.71 µg kg⁻¹ for honeys from China, Croatia and Italy respectively.

The Cd mean concentration for all honeys was 1.02 µg kg⁻¹ (ranging from 0.0-11 µg kg⁻¹). This obtained Cd value was almost similar to those obtained from China and Croatia (1.34 and 1.84 µg kg⁻¹) (Bilandžić et al., 2014; Ru et al., 2013) respectively. The Cd content found in this study was lower than those found in honey from Italy, (305 µg kg⁻¹) (Buldini et al., 2001).

The As mean concentration for all honeys was 60.15 µg kg⁻¹ (ranging from 0.0-718.09 µg kg⁻¹). The obtained As concentration was much higher than those reported

for honeys from Italy (7.7-17 µg kg⁻¹) (Squadrone et al., 2020), China (13.44 µg kg⁻¹) (Ru et al., 2013) and Croatia (0.62-6.95 µg kg⁻¹) (Bilandžić et al., 2017) and lower than those reported from Croatia (140.7 µg kg⁻¹) (Bilandžić et al., 2014).

Pb and Cd are considered the most toxic heavy metals. The Codex Alimentarius (2001) stipulates that "honey should only contain heavy metals at levels that do not pose a risk to human health". The European Union proposed limits of 1.0 and 0.1 mg kg⁻¹ for Pb and Cd respectively (Bogdanov et al., 2003).

High heavy metal values have several causes. Lead, as the most widespread metal, is mainly released into the air and then found in many products after being mixed with soil and thus penetrates plants, but in general, Pb is not transported by plants.

Cadmium and due to its use in a wide different industrial processes; notably the metallurgical industry and incinerators (Yao et al., 2019); is released into the environment, and through its absorption by plants from contaminated soil or water reaches the food chain. That said, several parameters influence the concentration of Cd in different locations, and consequently its concentration in honey. However, only a small proportion of Cd can reach honey by air, mainly in the proximity of incinerators.

Arsenic can also come from non-ferrous metallurgy and factories, but it can also be present in the environment through the use of agrochemicals such as arsenic-based fertilizers and pesticides. As a result, arsenic is found in water, soil, and air, and as it is absorbed by all plants, it finds its way into the food chain, including honey. Hence the importance of limiting the use of arsenic-based pesticides and introducing quality control measures for honey.

Poor beekeeping practices applied in the extraction and storage of honey can also cause a significant source of contamination in toxic elements, the acidic characteristic of honey also helps to release certain metals such as Pb from metal containers.

These results indicate that Algerian honey is not far from European and Chinese honeys in terms of quality and food safety. Even with regard to the European regulations, the levels of Pb and Cd are below the maximum limit, which suggests studying the possibility of establishing a national standard specific to Algerian honeys and also encouraging beekeepers to export their honeys without the risk of rejection due to non-compliance with heavy metals. But attention should be drawn to the specific limit of 0.1 mg kg⁻¹, beekeepers may think of introducing a variety of honey for children and persons with particular dietary needs.

3.4 STATISTICAL ANALYSIS

Several physicochemical parameters exhibited notable correlations. Specifically, Pb demonstrated strong positive associations with Cd ($r = 0.708, p < 0.01$), Cu ($r = 0.62, p < 0.05$), and Fructose ($r = 0.52, p < 0.05$). Similarly, Fe and Cr displayed a significant positive correlation ($r = 0.7, p < 0.001$). Cd and Ni also, showed a significant positive correlation ($r = 0.6, p < 0.01$). On the other hand, negative correlations were identified between Cr and pH ($r = -0.52, p < 0.05$), as well as between Cd and Zn ($r = -0.52, p < 0.05$).

Figure 3 shows a representation of the samples on the first two components which represent 36.4 % of the variability, with 19.8 % explained by the first axis and 16.6 % explained by the second axis.

The multiple factor analysis (Axes 1 and 2) distinct patterns within the two groups of honey samples. The polyfloral honey samples were characterized by a high concentration of Cr, As, and Ni. On the other hand, the

unifloral group showed a high concentration of pH, Zn, and HMF.

The multiple factor analysis showed that the sample (E39) of *P. harmala* L. was characterized by a particularly high concentration of Cu and Cd. A study on the germination characteristics of *P. harmala* seeds exposed to heavy metals and their impact on rehabilitating polluted arid lands showed that *P. harmala* had a high germination ability even in highly contaminated soils (Schweitzer, 2001). Another study also showed the effectiveness of *P. harmala* seeds to remove Pb^{2+} , Zn^{2+} and Cd^{2+} ions from aqueous solutions (EIC, 2015). These findings suggest that *P. harmala* is well-suited to growing in polluted environments and may be an effective adsorbent for removing heavy metals (Schweitzer, 2001) and thus may explain the high levels of Cu and Cd in *P. harmala* honey.

The multiple-factor analysis also showed that eucalyptus samples (E32, E44, E78) had a high moisture content and high levels of free acidity. Eucalyptus honey is known for its high electrical conductivity. This latter re-

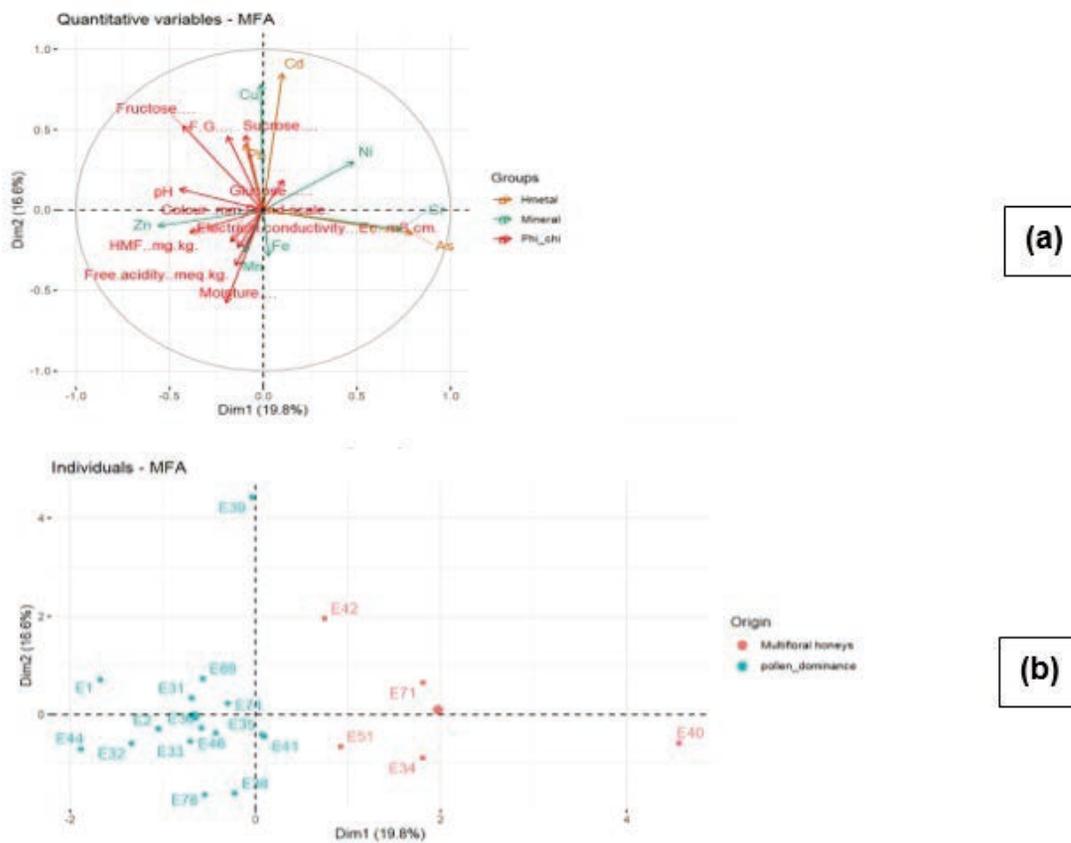


Figure 3: Multiple factor analysis (a) Loading biplot of the variables included in the analysis, (b) Score biplot of the samples regarding component 1 and 2

flects the richness of the honey in mineral elements and organic acids. Hence, a high content of organic acid and salts increases the free acidity present in honey (Ghorab et al., 2021). Moreover, Bogdanov et al. (2004) reported that honey's acidity is the result of the transformation of glucose into gluconic acid, and this transformation is more favored by high water content.

4 CONCLUSIONS

This study was carried out to analyze the pollen characteristics, physicochemical properties, and mineral and heavy metal composition of 20 types of honey from 13 different locations throughout Algeria. The study revealed the presence of several honey types, with the predominant pollen of *Citrus* sp., *Eucalyptus* sp., *Ziziphus lotus* (L.) Lam., *Sinapis arvensis* L., *Dorycnium* sp., *Echium* sp., *Bupleurum* sp., *Lotus* sp. and *Peganum harmala* L., and polyfloral honey. All types of honey meet the quality standards required by the Codex Alimentarius, the European Directive. Except HMF, for which we have noted non-conformity for three samples. Thus, it is noteworthy to mention that improving beekeepers' knowledge of honey harvesting techniques, processing, and storage is essential to produce high-quality honey that meets both national and international market standards.

The analyzed honey also complied with the standards of the European Directive for heavy metals. The concentrations of Pb and Cd in the honey samples were found to be below the maximum residue levels.

The obtained results are highly relevant to programs aimed at enhancing the value of honey and protecting it with a sign of quality or a geographical indication. This approach provides a real opportunity to maintain and improve the quality of local honey. The identified characteristics contribute to the creation of a reference database in order to establish regulations in Algeria regarding the physicochemical and heavy metals composition of honey.

5 REFERENCES

- Aljohar, H. I., Maher, H. M., Albaqami, J., Al-Mehaizie, M., Orfali, R. & Alrubia, S. (2018). Physical and chemical screening of honey samples available in the Saudi market: An important aspect in the authentication process and quality assessment. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 26(7), 932-942. <https://doi.org/10.1016/j.jsps.2018.04.013>
- Anklam, E. (1998). A review of the analytical methods to determine the geographical and botanical origine of honey. *Food Chemistry*, 63(4), 549-562. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00057-0](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00057-0)
- APVMA. (2015). Standard 1.4.2 — Maximum Residue Limits Amendment Instrument No. APVMA 10. In A. N. Z. F. S. Code (Ed.).
- Azeredo, L. D. C., Azeredo, M. A. A., De Souza, S. R. & Dutra, V. M. L. (2003). Protein content and physicochemical properties in honey samples of *Apis Mellifera* of different floral origins. *Food Chemistry*, 80(2), 249-254. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00261-3](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00261-3)
- Bal-Prylypko, L. V., Lesnitska, O. & Paska, M. Z. (2018). Justification of the norms for the maximum permissible content of harmful substances in honey. *Scientific Bulletin of Lviv National University of Veterinary Medicine and Biotechnology named after S.Z. Grzycki*, 20(85), 162-165. <https://doi.org/10.15421/nvlvet8529>
- Benaziza-Bouchema, D. & Schweitzer, P. (2010). Caractérisation des principaux miels des régions du Nord de l'Algérie. *Cahiers Agricultures*, 19(6), 432-438. <https://doi.org/10.1684/agr.2010.0432>
- Bertoncelj, J., Dobersek, U., Jamnik, M. & Golob, T. (2007). Evaluation of the phenolic content, antioxidant activity and colour of Slovenian honey. *Food chemistry*, 105(2), 822-828. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.01.060>
- Bilandžić, N., Gačić, M., Đokić, M., Sedak, M., Šipušić, Đ. I., Končurat, A. & Gajger, I. T. (2014). Major and trace elements levels in multifloral and unifloral honeys in Croatia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 33(2), 132-138. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2013.12.002>
- Bilandžić, N., Tlak Gajger, I., Kosanović, M., Čalopek, B., Sedak, M., Solomun Kolanović, B., . . . Dokić, M. (2017). Essential and toxic element concentrations in monofloral honeys from southern Croatia. *Food Chemistry*, 234, 245-253. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.04.180>
- Bocquet, M. (1997). Le miel d'Eucalyptus. Nature et composition, principales caractéristiques organoleptiques. *Bulletin Technique Apicole*, 24(3), 151-152.
- Bogdanov, S. (2006). Contaminants of bee products. *Apidologie*, 37(1), 1-18. <https://doi.org/10.1051/apido:2005043>
- Bogdanov, S. (2009). Harmonised methods of the international honey commission. *International Honey Commission*. Retrieved from <http://www.bee-hexagon.net/en/network.htm>
- Bogdanov, S., Imdorf, A., Charrière, J. D., Fluri, P. & Kilchenmann, V. (2003). *The contaminants of the bee colony*. Swiss Bee Research Centre. Bern, Switzerland.
- Bogdanov, S., Ruoff, K. & Persano Oddo, L. (2004). Physicochemical methods for the characterisation of unifloral honeys: a review. *Apidologie*, 35(Suppl. 1), S4-S17. <https://doi.org/10.1051/apido:2004047>
- Buldini, P. L., Cavalli, S., Mevoli, A. & Sharma, J. L. (2001). Ion chromatographic and voltammetric determination of heavy and transition metals in honey. *Food Chemistry*, 73(4), 487-495. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00132-7](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00132-7)
- Codex Alimentarius. (2001). *Appendix A : Codex alimentarius information on honey. Revised Codex Standard for Honey Codex Stan 12-1981, Rev.1 (1987), Rev.2 (2001)*.
- Commission Regulation (EU) 2015/1005 of 25 June 2015 amending regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels of lead in certain foodstuffs. *Official Journal of the European Union*. 26.6.2015 (2015).
- Council directive 2001/110/EC of 20 december 2001 relating to honey. (OJ L 10, 12.1.2002, p. 47) (2002).

- Doner, L. W. (1977). The sugars of honey—a review. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 28(5), 443-456. <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740280508>
- EIC. (2015). *According To Export Inspection Council of India's Residue Monitoring Plan (RMP) Honey*. Retrieved from <http://www.eicindia.gov.in/services/Pre-Compliance/PDF/RMP-2015-16-HONEYPRODUCTS.pdf>
- El Sohaimy, S. A., Masry, S. H. D. & Shehata, M. G. (2015). Physicochemical characteristics of honey from different origins. *Annals of Agricultural Science*, 60(2), 279-287. <https://doi.org/10.1016/j.aoas.2015.10.0155>
- Feller-Demalsy, M. & Parent, J. (1989). Analyse pollinique des miels de l'Ontario, Canada. *Apidologie*, 20(2), 127-138. <https://doi.org/10.1051/apido:19890203>
- Fernandez-Torres, R., Perez-Bernal, J. L., Bello-Lopez, M. A., Callejon-Mochon, M., Jimenez-Sanchez, J. C. & Guiraum-Perez, A. (2005). Mineral content and botanical origin of Spanish honeys. *Talanta*, 65(3), 686-691. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2004.07.030>
- Ferreira, I. C. F. R., Aires, E., Barreira, J. C. M. & Estevinho, L. M. (2009). Antioxidant activity of Portuguese honey samples: Different contributions of the entire honey and phenolic extract. *Food Chemistry*, 114(4), 1438-1443. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.11.028>
- Ghorab, A., Rodriguez-Flores, M. S., Nakib, R., Escuredo, O., Haderbache, L., Bekdouche, F. & Seijo, M. C. (2021). Sensorial, melissopalynological and physico-chemical characteristics of honey from Babors Kabylia's Region (Algeria). *Foods*, 10(2). <https://doi.org/10.3390/foods10020225>
- Gonnet, M. (1971). Quelques observations sur la production du nectar chez les lavandes et les lavandins en provence. *Apidologie*, 2(4), 303-308.
- Gonnet, M. (1986). *L'analyse des miels. Description de quelques methodes de controle de la qualite*.
- González-Miret, M. L., Terrab, A., Hernanz, D., Fernández-Recamales, M. Á. & Heredia, F. J. (2005). Multivariate correlation between color and mineral composition of honeys and by their botanical origin. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 53(7), 2574-2580. <https://doi.org/10.1021/jf048207p>
- Guler, A., Bakan, A., Nisbet, C. & Yavuz, O. (2007). Determination of important biochemical properties of honey to discriminate pure and adulterated honey with sucrose (*Saccharum officinarum* L.) syrup. *Food Chem*, 105 (3), 1119-1125. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.02.024>
- Haderbache, L., Bousdira, M. & Mohammedi, A. (2013). *Ziziphus Lotus* and *Euphorbia bupleuroides* Algerian honeys. *World Applied Sciences Journal*, 24(11), 1536-1543.
- Hernández, O. M., Fraga, J. M. G., Jiménez, A. I., Jiménez, F. & Arias, J. J. (2005). Characterization of honey from the Canary Islands: determination of the mineral content by atomic absorption spectrophotometry. *Food Chemistry*, 93(3), 449-458. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.10.036>
- Kuś, P. M., Congiu, F., Teper, D., Sroka, Z., Jerković, I. & Tuberoso, C. I. G. (2014). Antioxidant activity, color characteristics, total phenol content and general HPLC fingerprints of six Polish unifloral honey types. *LWT - Food Science and Technology*, 55(1), 124-130. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2013.09.016>
- Lacerda, J. J. d. J., dos Santos, J. S., dos Santos, S. A., Rodrigues, G. B. & dos Santos, M. L. P. (2010). Influencia das características físico-químicas e composição elementar nas corse de meis produzidos por *Apis mellifera* no sudoeste da bahia utilizando analise multivariada. *Quimica Nova*, 33(5), 1022-1026. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000500003>
- Lachman, J., Koliňová, D., Miholová, D., Kořata, J., Titěra, D. & Kult, K. (2007). Analysis of minority honey components: Possible use for the evaluation of honey quality. *Food Chemistry*, 101(3), 973-979. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.02.049>
- Louveaux, J., Maurizio, A. & Vorwohl, G. (1977). Methods of melissopalynology. *International Commission for Bee Botany of IUBS*, 139-153. <https://doi.org/10.1080/0005772X.1978.11097714>
- Makhloufi, C., Kerkvliet, J. D., D'albore, G. R., Choukri, A. & Samar, R. (2010). Characterization of Algerian honeys by palynological and physico-chemical methods. *Apidologie*, 41(5), 509-521. <https://doi.org/10.1051/apido/2010002>
- Mateo, R. & Bosch-Reig, F. (1998). Classification of Spanish unifloral honeys by discriminant analysis of electrical conductivity, color, water content, sugars, and pH. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 46(2), 393-400. <https://doi.org/10.1021/jf970574w>
- Mekious, S., Houmani, Z., Bruneau, E., Masseaux, C., Guillet, A. & Hance, T. (2015). Caractérisation des miels produits dans la région steppique de Djelfa en Algérie. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 19(3).
- Molan, P. (1996). Authenticity of honey. *Food authentication*, 259-303. https://doi.org/10.1007/978-1-4613-1119-5_8
- Naab, O., Tamame, M. A. & Caccavari, M. A. (2008). Palynological and physicochemical characteristics of three unifloral honey types from central Argentina. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 6(4), 566-575. <https://doi.org/10.5424/sjar/2008064-351>
- Ouchemoukh, S., Schweitzer, P., Bachir Bey, M., Djoudad-Kadji, H. & Louaileche, H. (2010). HPLC sugar profiles of Algerian honeys. *Food Chemistry*, 121, 561-568. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.12.047>
- Pastoriza de la Cueva, S., Álvarez, J., Végvári, Á., Montilla-Gómez, J., Cruz-López, O., Delgado-Andrade, C. & Rufián-Henares, J. (2017). Relationship between HMF intake and SMF formation in vivo: An animal and human study. *Molecular Nutrition & Food Research*, 61 (3), 1600773. <https://doi.org/10.1002/mnfr.201600773>
- Persano Oddo, L. & Piro, R. (2004). Main European unifloral honeys: descriptive sheets. *Apidologie*, 35(Suppl. 1), S38-S81. <https://doi.org/10.1051/apido:2004049>
- Reyes, E. S., & Sánchez, J. S. (2017). Botanical classification. *Bee Products- Chemical and biological Properties*, 3-19. https://doi.org/10.1007/978-3-319-59689-1_1
- Ricciardelli d'Albore, G. (1998). *Mediterranean melissopalynology*. Perugia, Italy: Istituto di Entomologia Agraria, Università degli Studi.
- Ru, Q. M., Feng, Q. & He, J. Z. (2013). Risk assessment of heavy

- metals in honey consumed in Zhejiang province, south-eastern China. *Food and Chemical Toxicology*, 53, 256-262. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2012.12.0155>
- Schweitzer, P. (1998). Sur les sentiers des miels de France. *Histoire d'eau, 2e partie, L'Abeille de France*, 844.
- Schweitzer, P. (2001). Journée de l'abeille à Somberton" *Revue l'abeille de France*(866), 04 p.
- Seraglio, S. K. T., Schulz, M., Brugnerotto, P., Silva, B., Gonzaga, L. V., Fett, R. & Costa, A. C. O. (2021). Quality, composition and health-protective properties of citrus honey: A review. *Food Research International*, 143, 110268. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110268>
- Shapla, U. M., Soleyman, M., Alam, N., Khalil, M. I. & Gan, S. H. (2018). 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) levels in honey and other food products: effects on bees and human health. . *Chemistry Central Journal*, 12 (1), 35. <https://doi.org/10.1186/s13065-018-0408-3>
- Sixto, A., Mollo, A. & Knochen, M. (2019). Fast and simple method using DLLME and FAAS for the determination of trace cadmium in honey. *Journal of Food Composition and Analysis*, 82, 103229. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2019.06.001>
- Soleyman, M., Islam, M. A., Paul, S., Ali, Y., Khalil, M. I., Alam, N. & Gan, S. H. (2016). Physicochemical properties, minerals, trace elements, and heavy metals in honey of different origins: A comprehensive review. *Comprehensive Reviews In Food Science Food Safety*, 15(1), 219-233. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12182>
- Squadrone, S., Brizio, P., Stella, C., Pederiva, S., Brusa, F., Mogliotti, P., . . . Abete, M. C. (2020). Trace and rare earth elements in monofloral and multifloral honeys from Northwestern Italy; A first attempt of characterization by a multi-elemental profile. *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*, 61, 126556. <https://doi.org/10.1016/j.jtemb.2020.126556>
- Svendensen, C., Husoy, T., Glatt, H., Paulsen, J. E. & Alexander, J. (2009). 5-Hydroxymethylfurfural and 5-sulfoxymethylfurfural increase adenoma and flat ACF number in the intestine of Min/p mice. . *Anticancer research*, 29(6), 1921-1926.
- Terrab, A., Diez, M. J. & Heredia, F. J. (2003). Palynological, physico-chemical and colour characterization of Moroccan honeys. II. Orange (*Citrus* sp.) honey. *International Journal of Food Science & Technology*, 38(4), 387-394. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2621.2003.00714.x>
- Von Der Ohe, W., Persano Oddo, L., Piana, M. L., Morlot, M. & Martin, P. (2004). Harmonized methods of melisso-palynology. *Apidologie*, 35(Suppl. 1), S18-S25. <https://doi.org/10.1051/apido:2004050>
- White, J. & Jonathan, W. (1979). Spectrophotometric method for hydroxymethylfurfural in honey. *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, 62(3), 509-514. <https://doi.org/10.1093/jaoac/62.3.509>
- Yaiche Achour, H. & Khali, M. (2014). Composition physico-chimique des miels algériens. Détermination des éléments traces et éléments toxiques. *Afrique SCIENCE*, 10(2), 127-136.
- Yao, Y., Wu, H. & Ping, J. (2019). Simultaneous determination of Cd(II) and Pb(II) ions in honey and milk samples using a single-walled carbon nanohorns modified screen-printed electrochemical sensor. *Food Chemistry*, 274, 8-15. doi: 10.1016/j.foodchem.2018.08.110. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.08.110>
- Zerrouk, S., Seijo, M. C., Escuredo, O. & Rodríguez-Flores, M. S. (2017). Characterization of *Ziziphus lotus* (jujube) honey produced in Algeria. *Journal of Apicultural Research*, 57(1), 166-174. <https://doi.org/10.1080/00218839.2017.1399663>