

La relation entre les caractéristiques physiques et chimiques des miels et leurs paramètres de cristallisation

I. MANIKIS¹ et A. THRASYVOULOU²

¹Beekeeping Union of North Greece, Grèce

²Aristotelian University of Thessaloniki, Thessalonique, Grèce

Apiacta, 2001, 36 (2), 106 - 112

Introduction

Le miel est une solution extrêmement concentrée de sucres simples, contenant plus de matériel dissous que ce qui peut rester en solution. Le rythme et le taux de précipitation et de cristallisation ne sont pas les mêmes sur tous les miels. Leur tendance à cristalliser est liée directement à quelques paramètres sensibles (indicateurs de cristallisation) tels que la teneur en glucose, les rapports glucose/eau (D/W), glucose-eau/fructose (D-W/L) et fructose/glucose (L/D) et la teneur en mélézitose.

En règle générale, un miel tend à cristalliser rapidement lorsqu'il contient plus de 28 à 30% de glucose (PHILLIPS, 1929; KODOUNIS, 1962; BOGDANOV, 1993), que le rapport D/W est de 2,1 ou plus (AUSTIN, 1953; JAMIESON, 1954; WHITE, 1962, 1975; KODOUNIS, 1962), le rapport D-W/L a une valeur haute (JACKSON et SILSBEE, 1924), le rapport L/D est inférieur à 1,14 (JAMIESON, 1954; KODOUNIS, 1962; WHITE, 1975), et la teneur en mélézitose supérieure à 10% (BOGDANOV, 1993).

Dans cette étude, nous avons comparé les indicateurs de cristallisation généralement acceptés à ce jour sur le plan international et pour les miels grecs, en vue d'établir la mesure dans laquelle le phénomène est prévisible et de trouver les moyens pratiques de contrôler la cristallisation

Matériel et méthodes

Les données de littérature concernant les miels monofloraux proviennent pour l'essentiel de CRANE et coll. (1984). Les données concernant les miels grecs monofloraux ont été obtenues par chromatographie gazeuse sur des échantillons (20 par type de miel) de miels de pin, de sapin, de thym et de tournesol.

Les sucres convertis en esters de triméthylesilyle volatiles ont été déterminés à l'aide d'un chromatographe à gaz équipé d'un système d'injection split/splitless et d'un détecteur à FID. Nous avons utilisé une colonne capillaire SE-52 équivalente (soit DB-5, 30 m de long, diamètre intérieur de 0,32 mm, épaisseur de la pellicule 0,25 μ).

* Ce projet a été financé par la Commission des Communautés Européennes dans le cadre du programme Brite-Euram.

Résultats et discussion

Sur le tableau I nous donnons les indicateurs de cristallisation des miels monofloraux étrangers et sur les tableaux II à V, les données concernant les miels grecs. Les cases ombrées contiennent les valeurs correctement anticipées.

Tableau I

Indicateurs de la tendance à cristalliser des miels monofloraux

Type de miel	D*	D/W	D-W/L	L/D	Cristallisation**
016 <i>Actinodaphne angustifolia</i>	35,5	1,89	0,44	1,07	moyenne
023 <i>Aloe davyana</i>	39,1	2,30	0,61	0,92	rapide
031 <i>Anchusa officinalis</i>	37,5	2,2	0,43	1,26	lente
034 <i>Antigonon leptopus</i>	28,6	1,75	0,31	1,35	rare
035 <i>Asclepias syriaca</i>	33,4	1,96	0,34	1,44	rare
054 <i>Brassica campestris</i>	26,4	1,45	0,22	1,40	rapide
060 <i>Brassica napus</i>	35,2	2,10	0,47	1,05	rapide
072 <i>Calluna vulgaris</i>	33,7	1,70	0,36	1,12	lente
077 <i>Calvia callosa</i>	28,2	1,50	0,25	1,35	rare
080 <i>Castanea sativa</i>	32,4	1,80	0,34	1,31	lente
081 <i>Catunaregam spinosa</i>	35,6	2,06	0,44	1,77	moyenne
097 <i>Citrus sinensis</i>	28,2	1,83	0,36	1,17	lente
140 <i>Echium vulgare</i>	31,2	1,90	0,93	1,19	lente
144 <i>Epilobium angustifolium</i>	28,8	1,73	0,30	1,38	moyenne
152 <i>Eucalyptus albens</i>	29,6	1,66	0,32	1,22	rapide
156 <i>Eucalyptus camaldulensis</i>	32,7	1,92	0,41	1,16	rapide
158 <i>Eucalyptus cladocalyx</i>	25,2	1,72	0,25	1,66	absente
172 <i>Eucalyptus leucoxylon</i>	29,1	1,81	0,28	1,57	rapide
176 <i>Eucalyptus melliodora</i>	30,4	2,17	0,38	1,41	lente
198 <i>Euphoria longa</i>	29,9	1,66	0,35	1,29	rare
199 <i>Fagopyrum esculentum</i>	33,4	1,61	0,38	0,99	lente
210 <i>Gossypium hirsutum</i>	33,4	2,14	0,44	1,18	moyenne
220 <i>Hedysarum coronarium</i>	44,5	2,90	0,62	1,04	rapide
221 <i>Helianthus annuus</i>	34,7	2,30	0,57	1,00	rapide
223 <i>Hevea brasiliensis</i>	40,7	1,60	0,57	0,66	rapide
230 <i>Ilex glabra</i>	27,4	1,77	0,30	1,44	lente
265 <i>Lippia nodiflora</i>	31,6	1,41	0,25	1,14	rapide
272 <i>Lotus corniculatus</i>	42,9	2,52	0,49	1,21	rapide
286 <i>Marrubium vulgare</i>	26,6	1,56	0,18	1,98	rare
290 <i>Medicago sativa</i>	32,6	1,90	0,43	1,11	rapide
296 <i>Melilotus alba</i>	33,7	1,79	0,40	1,08	rapide
311 <i>Nyssa ogeche</i>	23,8	1,36	0,15	1,77	absente
314 <i>Onobrychis viciaefolia</i>	41,8	2,45	0,49	1,20	rapide
316 <i>Oxydendron arboreum</i>	25,5	1,53	0,21	1,59	lente
324 <i>Phacelia tanacetifolia</i>	35,0	2,15	0,36	1,42	rapide
342 <i>Prunus yetoensis</i>	40,4	2,12	0,40	1,25	rapide
347 <i>Rabdosia rugosa</i>	38,4	2,19	0,52	1,4	rapide
354 <i>Robinia pseudacacia</i>	29,0	1,90	0,33	1,42	lente
358 <i>Rubus idaeus</i>	32,9	2,15	0,50	1,06	moyenne
370 <i>Salvia officinalis</i>	34,4	2,02	0,49	1,17	lente
382 <i>Serenoa repens</i>	30,8	2,13	0,42	1,21	rapide
395 <i>Sysygium cuminii</i>	32,6	1,77	0,32	1,32	lente
401 <i>Terminalia chebula</i>	35,6	2,06	0,45	1,12	moyenne
403 <i>Thelepaepale ixiocephala</i>	38,3	2,09	0,50	1,02	rapide
407 <i>Thymus vulgaris</i>	24,3	1,42	0,19	1,50	lente
428 <i>Trifolium hybridum</i>	31,0	1,86	0,37	1,23	rapide
430 <i>Trifolium pratense</i>	49,0	2,8	0,63	1,02	rapide
431 <i>Trifolium repens</i>	30,1	1,50	0,23	1,33	rapide
440 <i>Vicia villosa</i>	29,5	1,71	0,26	1,43	rapide (+mel)
448 <i>Ziziphus mauritania</i>	31,5	1,36	0,24	1,12	lente

*D = glucose, W = eau, L = fructose.

**rapide = complète au bout d'un mois, moyenne = entre 1 et 12 mois, lente = plus d'un an, rare = plus de 4 ou 5 ans. Les données sont issues de CRANE et coll. (1984).

Tableau II

Indicateurs de cristallisation sur les miellats grecs de pin (ne cristallisant pas)

Échantillon N°	Glucose (D)	DW	D-W/L	L/D
1	26,5	1,6	0,32	1,16
2	27,0	1,6	0,32	1,19
3	25,2	1,5	0,29	1,24
4	26,6	1,5	0,31	1,16
5	27,0	1,5	0,30	1,16
6	29,3	1,7	0,35	1,16
7	27,1	1,7	0,37	1,80
8	27,3	1,6	0,34	1,13
9	28,4	1,5	0,27	1,26
10	28,8	1,7	0,39	1,08
11	27,5	1,6	0,35	1,11
12	25,2	1,4	0,25	1,30
13	27,0	1,5	0,28	1,29
14	27,5	1,6	0,28	1,36
15	28,4	1,5	0,28	1,29
16	25,2	1,5	0,31	1,10
17	25,2	1,6	0,32	1,19
18	25,2	1,4	0,20	1,42
19	28,8	1,8	0,36	1,11
20	25,7	1,4	0,19	1,40

Le glucose

Les données de littérature concordent avec l'opinion générale que plus la teneur en glucose d'un miel est forte, plus sa tendance à cristalliser est marquée. Tous les miels qui contiennent moins de 30% de glucose cristallisent lentement ou pas du tout. Le miel de *Brassica campestris* (colza) fait toutefois exception à cette règle, car bien que contenant peu de glucose (26,4%) il cristallise très rapidement. La faible teneur en glucose donnée pour ce miel est par ailleurs surprenante car le miel de colza est connu pour la haute valeur de ce paramètre (MAURIZIO, 1964; POURTALLIER et TALIERICIO, 1970).

Sur les seize miels contenant plus de 34% de glucose, deux ont cristallisé lentement, mais les autres étaient des miels à cristallisation rapide ou moyenne, comme anticipé.

La teneur en glucose du miellat recueilli sur les pins en Grèce (miel non cristallisable) et du miel de tournesol (miel à cristallisation rapide) est un bon indicateur de la tendance à cristalliser. La teneur en glucose maximum du miellat de pin est de 29,3% (tableau II) et celle minimum du miel de tournesol de 35,2% (tableau III).

Il reste que la teneur en glucose n'est pas un indicateur très fiable en ce qui concerne la tendance à cristalliser, du moins pour les miels à tendance moyenne, ce qui a été d'ailleurs confirmé aussi sur les miels grecs de thym.

Tableau III

Indicateurs de cristallisation sur le miel grec de tournesol (miel à cristallisation rapide)

Échantillon N°	Glucose (D)	D/W	D-W/L	L/D
1	36,8	1,99	0,45	1,09
2	37,8	2,22	0,50	1,11
3	36,3	2,26	0,49	1,13
4	38,2	2,00	0,48	1,04
5	35,2	2,07	0,45	1,14
6	36,9	2,10	0,48	1,08
7	37,4	1,92	0,44	1,07
8	37,2	1,95	0,43	1,12
9	38,3	2,19	0,51	1,05
10	36,9	2,17	0,49	1,08
11	38,9	2,22	0,53	1,02
12	39,4	2,18	0,53	1,03
13	39,3	2,38	0,55	1,05
14	39,2	2,45	0,56	1,05
15	41,3	2,23	0,54	1,02
16	38,3	2,01	0,49	1,02
17	39,2	2,24	0,52	1,06
18	37,8	2,16	0,53	1,01
19	36,8	2,23	0,50	1,09
20	37,2	2,25	0,52	1,06

Le rapport glucose/eau (D/W)

Pour les miels étrangers, ce rapport s'est avéré le meilleur indicateur de la tendance à cristalliser car il a permis d'anticiper correctement le phénomène sur 34 des 50 (68%) échantillons. Onze des 16 échantillons dont les valeurs du D/W ont fourni des prédictions fausses avaient le D/W bas (1,41 à 1,92) et une forte tendance à cristalliser. Peut-être que l'imprécision relative des différentes méthodes d'analyse est à l'origine de ces erreurs.

Pour les miels grecs, à cristallisation rapide ou absente, le rapport D/W a permis des évaluations correctes. Même dans le cas du miel de thym, à tendance moyenne à cristalliser, l'évaluation anticipée a été correcte.

Le rapport D-W/L

Les estimations anticipées basées sur le rapport D-W/L ont été correctes pour 14 des 50 échantillons (28%). Les miels qui se maintiennent à l'état liquide pendant des années sont caractérisés par la faible valeur de ce rapport, soit moins de 0,20, alors que chez ceux qui cristallisent rapidement elle est supérieure à 0,50. Les chiffres intermédiaires sont répartis de manière régulière entre les miels à vitesse de cristallisation différente.

Sur les miels grecs, le rapport D-W/L a donné des prévisions très peu fiables en ce qui concerne la tendance à cristalliser. Les résultats ont été particulièrement décourageants dans le cas des miellats de pin et des miels de thym (tableaux II et IV).

Tableau IV

Indicateurs de cristallisation sur le miel grec de thym (miel à tendance moyenne à cristalliser)

Échantillon N°	Glucose (D)	D/W	D-WL	L/D	Mélézitose
1	31,0	1,97	0,36	1,37	11
2	29,7	1,98	0,36	1,36	12
3	30,1	1,66	0,27	1,49	,>17
4	31,2	1,93	0,35	1,36	14
5	30,1	2,01	0,34	1,48	12
6	28,8	1,62	0,28	1,37	>17
7	31,2	1,83	0,32	1,41	15
8	31,1	1,98	0,35	1,41	13
9	27,6	1,55	0,25	1,43	>17
10	29,2	1,94	0,34	1,40	11
11	30,6	1,98	0,39	1,26	12
12	28,6	1,58	0,26	1,36	>17
13	30,8	1,91	0,35	1,35	16
14	31,5	1,95	0,35	1,37	14
15	32,6	1,91	0,39	1,27	14
16	30,2	1,66	0,27	1,47	>17
17	26,3	1,45	0,18	1,41	>17
18	31,1	2,00	0,83	1,31	>17

Le rapport fructose/glucose (L/D)

Le rapport L/D est l'indicateur le moins exact de la tendance à cristalliser (sept cas sur les 50 échantillons). Il ne saurait donc être utilisé comme indicateur de prévision de la cristallisation, étant donné que seules les valeurs extrêmes ont une bonne corrélation avec cette tendance (plus de 1,66 ou moins de 0,90).

Les résultats obtenus sur les miels grecs s'inscrivent sur cette même ligne (tableaux II à IV). Sur les miellats de pin, la prédiction a été exacte dans un seul cas, sur aucun des échantillons de miel de tournesol et sur cinq des vingt échantillons de miel de thym.

La teneur en mélézitose

En règle générale, les miellats ont une haute teneur en mélézitose. Le miellat d'*Abies alba* contient 8,1% de mélézitose et 36,9% de glucose, contre 44,5% de mélézitose et 15,9% de glucose pour celui de *Larix decidua*. Les deux miellats cristallisent très rapidement.

Le miellat grec de sapin a été très soigneusement analysé parce qu'il ne cristallise jamais, alors qu'il est pourtant riche en mélézitose. Comme on peut le voir sur le tableau V, la moitié des échantillons de miellat de sapin contenaient plus de 10% de mélézitose, tandis que le glucose étaient sur tous à moins de 21% et les valeurs du D/W et du D-W/L très faibles. Il semble évident que la teneur en mélézitose et les valeurs du L/D sont sans rapport avec la tendance à la cristallisation.

Tableau V

Indicateurs de cristallisation sur les miellats grecs de sapin (ne cristallisant pas)

Échantillon N°	Glucose (D)	D/W	D-WL	L/D	Mélézitose
1	19,4	1,21	0,11	1,54	10,9
2	20,6	1,30	0,18	1,41	5,3
3	17,3	1,14	0,01	1,59	10,3
4	15,4	1,10	0,05	1,61	12,9
5	16,4	1,13	0,07	1,59	12,4
6	17,2	1,17	0,09	1,53	12,3
7	15,6	1,08	0,05	1,52	21,1
8	14,1	0,95	-0,03	1,65	12,3
9	16,2	1,05	0,07	1,55	13,0
10	15,0	0,92	-0,04	1,65	11,2
11	16,1	0,99	-0,04	1,37	9,5
12	17,1	1,14	0,09	1,29	5,5
13	18,7	1,28	0,14	1,37	5,3
14	21,3	1,41	0,21	1,41	11,2
15	15,6	1,06	0,04	1,46	7,7
16	17,1	1,17	0,11	1,56	6,1
17	17,1	0,99	-0,01	1,44	9,0
18	17,6	1,15	0,09	1,40	8,3
19	17,2	1,13	0,07	1,50	8,0
20	17,0	1,06	0,04	1,61	6,0

Tableau VI

Les valeurs du D/W de miels à teneur différente en glucose et en eau

D%	14%	15%	16%	17%	18%	19%	20%	21%
26	1,85	1,75	1,62	1,53	1,44	1,36	1,30	1,23
27	1,92	1,80	1,68	1,58	1,50	1,42	1,35	1,28
28	2,00	1,86	1,75	1,64	1,55	1,47	1,40	1,33
29	2,07	1,93	1,81	1,70	1,61	1,52	1,45	1,38
30	2,14	2,00	1,87	1,76	1,66	1,57	1,50	1,42
31	2,21	2,06	1,94	1,82	1,72	1,63	1,55	1,47
32	2,28	2,13	2,00	1,88	1,77	1,68	1,60	1,52
33	2,35	2,20	2,06	1,94	1,83	1,73	1,65	1,56
34	2,42	2,26	2,12	2,00	1,89	1,78	1,70	1,61
35	2,50	2,30	2,18	2,06	1,94	1,84	1,75	1,66
36	2,57	2,40	2,25	2,11	2,00	1,89	1,80	1,71
37	2,60	2,47	2,31	2,17	2,06	1,94	1,85	1,75
38	2,71	2,53	2,37	2,23	2,11	1,99	1,90	1,80
39	2,78	2,60	2,44	2,29	2,17	2,05	1,95	1,85
40	2,85	2,66	2,50	2,35	2,22	2,10	2,00	1,90
41	2,92	2,73	2,56	2,41	2,27	2,15	2,05	1,95
42	3,00	2,80	2,62	2,47	2,33	2,21	2,10	1,99
43	3,07	2,86	2,68	2,52	2,38	2,26	2,15	2,04
44	3,14	2,93	2,75	2,58	2,44	2,31	2,20	2,09
45	3,21	3,00	2,81	2,64	2,50	2,36	2,25	2,14

Conclusions

L'analyse de la relation entre les indicateurs de cristallisation et la tendance des miels à cristalliser permet de tirer les conclusions suivantes :

- le glucose est un indicateur fiable de la cristallisation uniquement dans le cas des valeurs extrêmes (moins de 28% et plus de 38%). Pour les valeurs intermédiaires l'évaluation anticipée n'est guère possible car il n'y a pas de corrélation entre les deux variables;
- le rapport D/W est l'un des indicateurs les plus utiles de la tendance à la cristallisation. Les estimations ont été exactes pour 68% des échantillons de miels étrangers et pour 93% des miels grecs;
- le rapport D-W/L est un indicateur peu exact et seules les valeurs extrêmes (plus de 0,50 pour la cristallisation rapide et moins de 0,20 pour la lente) peuvent être utilisées;
- le rapport L/D n'a permis aucune évaluation anticipée ni sur les miels étrangers (taux de réussite 14%) ni sur les miels grecs (taux de réussite 10%);
- la teneur en mélézitose n'est pas un bon indicateur puisque la plupart des miels grecs contiennent plus de 10% de mélézitose et cependant ne cristallisent jamais;

Les résultats de cette étude montrent que le rapport D/W peut être utilisé pour prédire comme pour contrôler la tendance des miels à cristalliser. Il réclame un minimum d'opérations analytiques pour déterminer la concentration du glucose et ajuster ensuite l'humidité au niveau qui assure une cristallisation tardive. Cet ajustement de l'humidité ne représente point un problème.

Pour faciliter de futurs travaux, nous avons élaboré le tableau VI où la première colonne contient les teneurs en glucose depuis 26% jusqu'à 45% et la première ligne les niveaux de l'humidité depuis 14% jusqu'à 21%. Les valeurs du rapport D/W sont distribuées entre ces deux variables, comme on peut le voir. La zone fortement ombrée correspond aux conditions favorables à la cristallisation rapide (D/W égal ou supérieur à 2,10). La zone faiblement ombrée correspond aux miels ne cristallisant pas (D/W égal ou inférieur à 1,70). Il reste donc à confirmer les données de ce tableau par des analyses ultérieures sur des miels à même teneur en glucose mais à humidité variable.

BIBLIOGRAPHIE

- Austin G.H., Maintaining a high quality in liquid and recrystallized honey. *Can. Bee J.* 61 (1), (1953)
- Bogdanov S., Liquefaction of honey. *Apiacta XXVIII* (1993), 4-10
- Crane Eva, Walker Penelope, Day Rosemary, Directory of Important World Honey Sources. International Bee Research Association, 1984
- Jackson R.S., Silsbee C.G., Saturation relations in mixtures of sucrose, dextrose and levulose. U.S. Commerce Dept. Standards Bureau Technol., 1924, 259-304
- Jamieson C.A., Some factors influencing the crystallization of honey. Rep. La St. Apiar. For 1954: 64-37 *Apic. Abstracts* 64/58, (1954)
- Koudounis M.I., The crystallization of honey. Ph. D. Thesis. Athens, University of Athens, Ministry of Agriculture, (1962), 88 pp
- Maurizio A., Das Zuckerbild Blütenreiner Sortenhonige. *Ann Abeille* 7 (1964): 289-299
- Phillips E.F., Some physical peculiarities of honey. *Gleanings in Bee Culture* 57 (9) (1929): 570-572
- Pourtallier J., Taliercio Y., Les caractéristiques physicochimiques des miels en fonction de leur origine florale. 1. Application à un projet pour les grandes variétés de miels. *Bull. Aic. Doc. Sci. Techn. Inf.* 13 (1970): 58-68
- White J.W., Jr. Riethot M.L., Subers M.H., Kushir I., Composition of American honeys. *Tech. Bull. U.S. Dept. Agric.* No. 1261 (1962), 124 pp
- White W. Jonathan Jr., Physical characteristics of honey. In: Honey A Comprehensive Survey. Ed. E. Crane. Heinemann: London, 1975, 608 pp