



UNIVERSITE BLIDA 1

Faculté des Sciences - Pav. 8 - BP 270 - Blida 9000 - Algerie

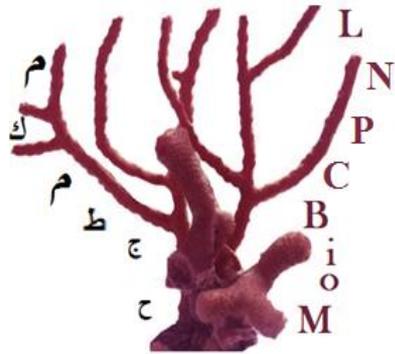
مخبر كيمياء المواد الطبيعية و الجزيئات الحيوية

Laboratoire de Chimie des Substances naturelles et des BioMolécules

Tel/Fax: 0021325433642 - Mob.: 0550 95 83 96

lnpcbiom@univ-blida.dz

Blida, le / /



Contrôle de Qualité du Miel par l'Exploitation des Outils de la Chimie Analytique

Prof. Daghbouche Yasmina

Forum sur l'apiculture nationale du 27 au 28 Juin

Préoccupation Croissante de l'Apiculteur

Caractéristiques réglementaires
de composition des miels

Maladies apicoles

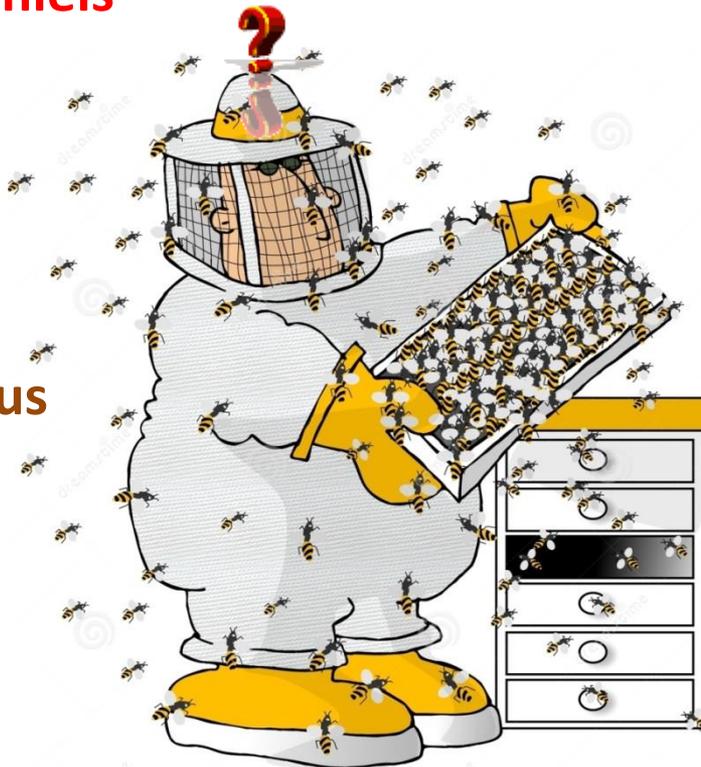
Qualité du miel

Contaminants et résidus
de trace dans le miel

Infection par Varroa

Pertes de colonies et
mortalités hivernales

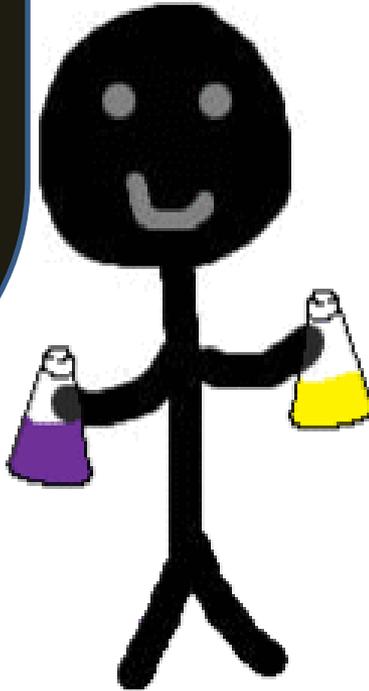
Composition chimique



Interaction apiculture-chimie Analytique



La chimie est
amie de
l'apiculture qui
soutient
l'abeille et
apporte des
solution...!!!

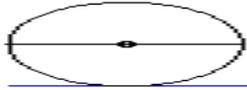


Les agents les plus importants
Provoquant l'affaiblissement
des colonies d'abeilles :

CAUSES CHIMIQUES

- 1- Les varroacide
indispensables aux
traitements annuels de la
Varroa destructor
- 2- Les niveaux de résidus de
pesticides
- 3- Les niveaux
d'hydrocarbures
aromatiques polycycliques
HAP

La chimie Analytique est amie de l'apiculture



Méthodes classiques d'analyse	Méthodes d'analyse spectrales	Méthodes d'analyse Chromatographiques
<p>Propriétés physico-chim:</p> <ul style="list-style-type: none">*Densité* Viscosité* Hygroscopicité* Cristallisation* Conductibilité thermique* Conductibilité électrique* Chaleur spécifique* Indice de réfraction* Coloration* pH	<p>Contrôle de qualité qualitative et quantitative élémentaire et moléculaire:</p> <ul style="list-style-type: none">*AA*UV-Vis*Fluorimétrie*IRTF*RMN*SM	<p>Séparation et analyse des mélanges complexes:</p> <ul style="list-style-type: none">*Chromatographie planaire (CCM)*CPG*HPLC*CPS

*Méthodes de Couplage:
CG-SM; LC-SM; LC-IRTF*

PROBLEME & EXIGENCES

NATURE DE L'ECHANTILLON

METHODES D'ANALYSE

PREPARATION

Pesée
Broyage
Mise en solution

Si nécessaire

SEPARATION

Si nécessaire

CONCENTRATION

Si nécessaire

ELIMINATION
DES SUBSTANCES
GENANTES

PRISE ALIQUOTE

ANALYSE

non

oui

CALCULS &
VERIFICATIONS

Reproductibilité
Suffisante

RAPPORT

L'analyse
proprement dite se
compose des six
étapes décrites
comme suit

Validation

Généralisation des calibrations PLS- FTIR –ATR pour la prédiction de 16 valeurs de mesure physico-chimiques du miel

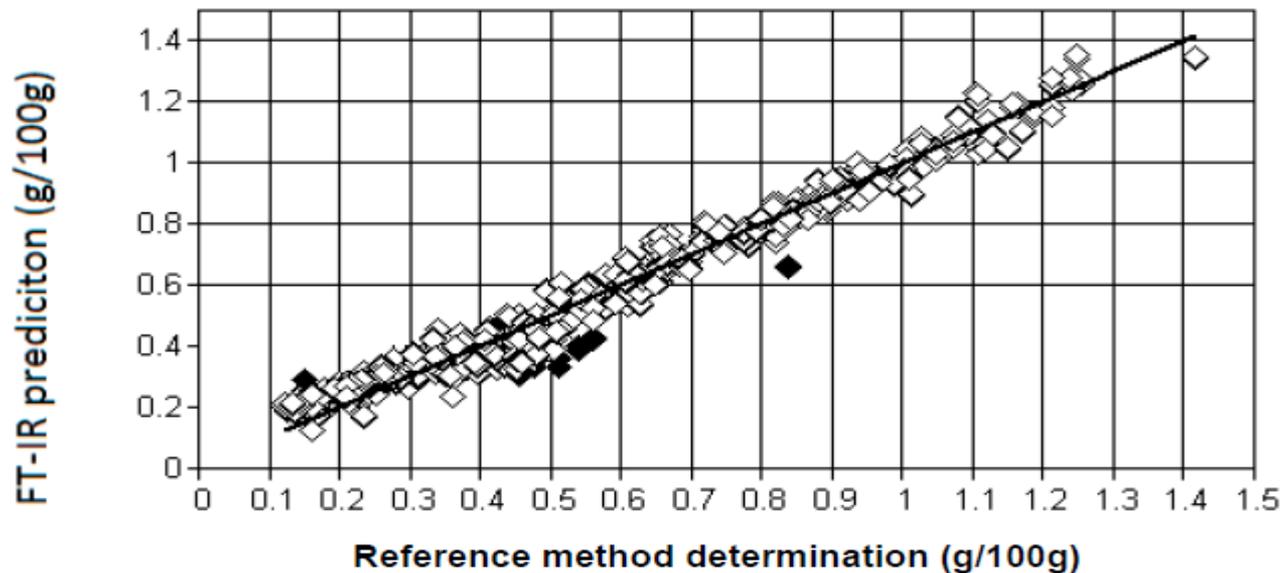
(ALP science No. 541 | March 2012)

Plus de 400 différents échantillons de miel ont été analysés par deux méthodes comparatives:

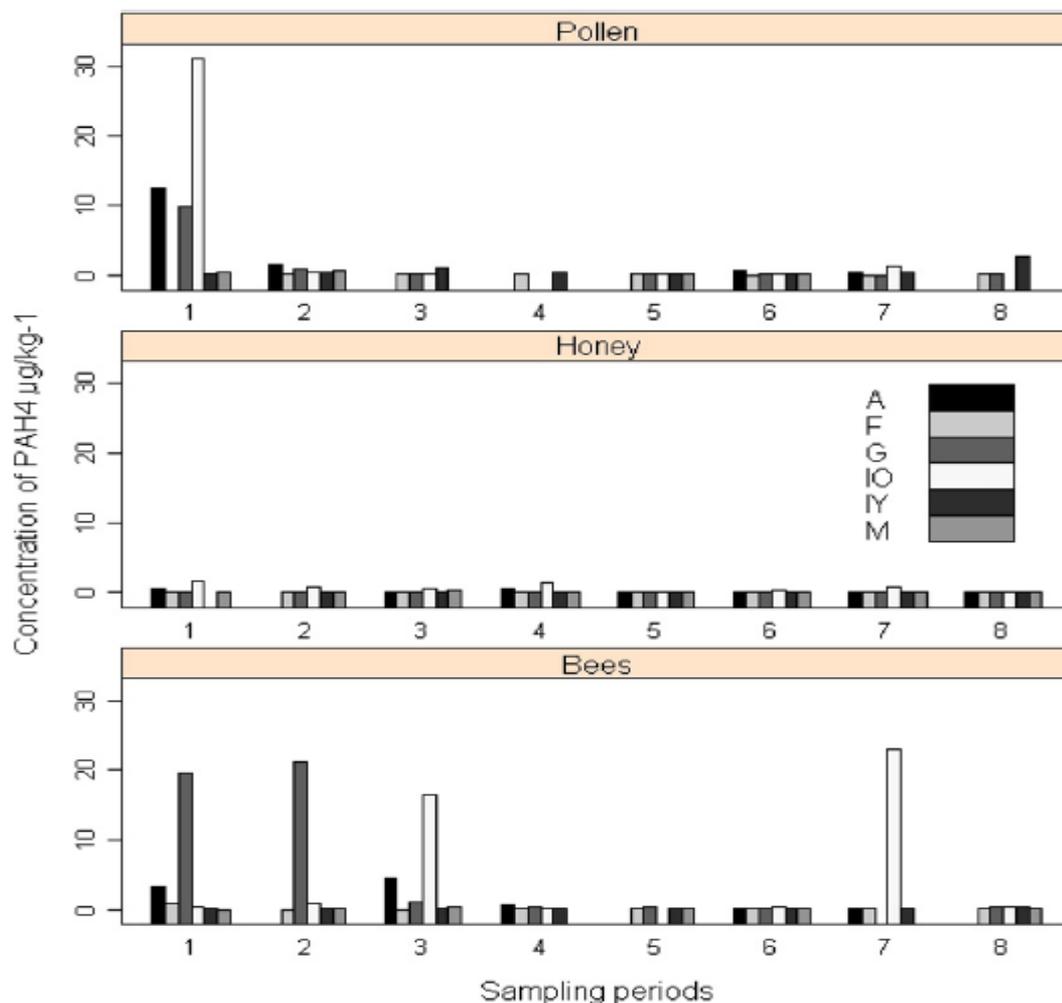
*les méthodes de références *La méthode PLS-FTIR-ATR.

Humidité ([AOAC, 1990](#)); Hydroxymethylfurfural (HMF)([AOAC,1990, à 284 et 336 nm](#)); Conductivité électrique; Acidité libre ([AOAC, 1990 jusqu'à pH 8,3](#)); Sucres ([HPLC](#)); l'azote total ([par pyro chimioluminescence](#)); le pH.

(k) total nitrogen



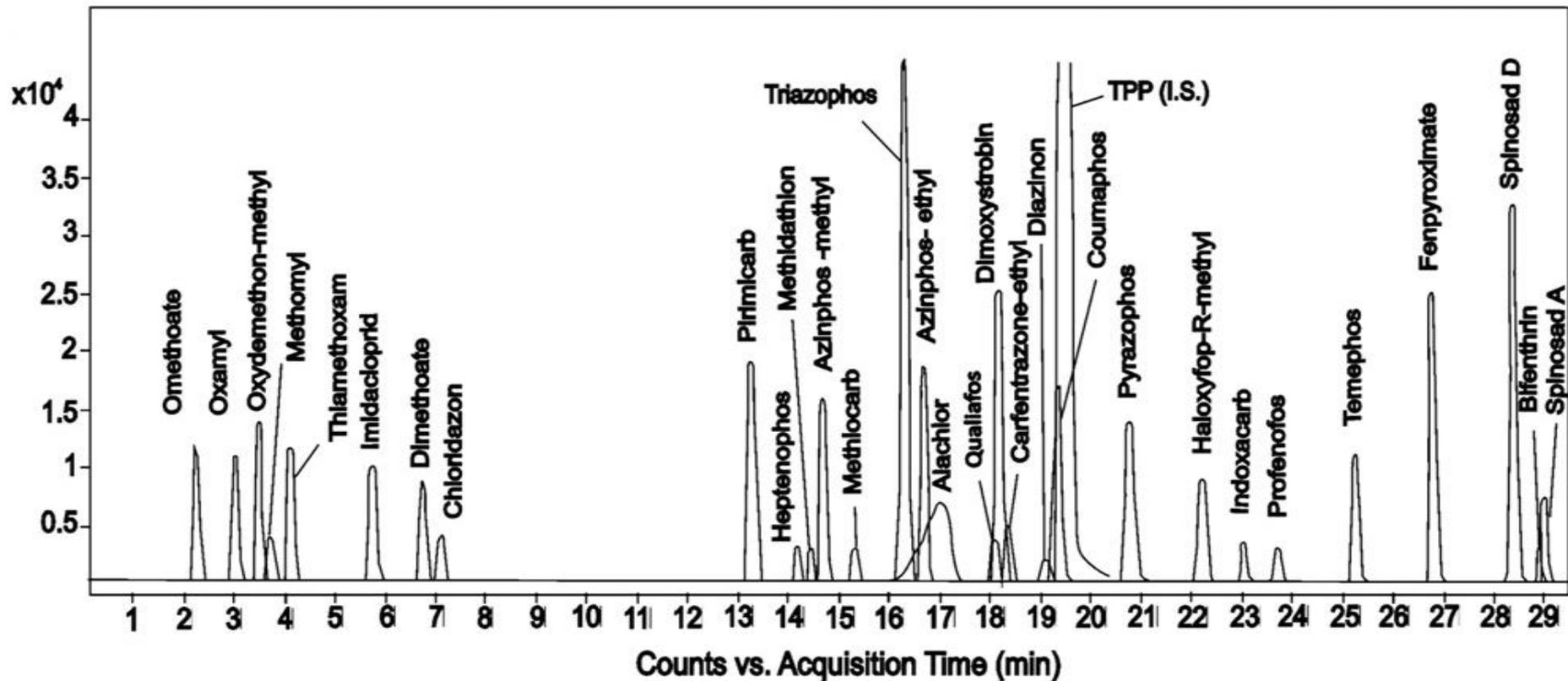
Analyse de quatre hydrocarbures aromatiques polycycliques HAP (benzo-pyrène, benzo-anthracène, benzo-fluoranthène et chrysène) dans le miel et le pollen suite à la contamination chimiques de l'environnement
(Chemosphere 86 (2012) 98–104).



Analyse par
CG-SM/SM

Les niveaux de résidus de pesticides dans le miel de ruchers situés du nord de la Pologne (**Food Control 31 (2013) 196e201**)

30 pesticides ont été contrôlés dans des échantillons de miel prélevés de ruchers en utilisant la méthode de couplage **LC MS / MS**. La détection des pesticides a été notée positive dans 29% des échantillons. Les valeurs de ces pesticides variaient entre 14,5 et 20,3 ng / g.



**Etude de l'extraction en phase solide semi-automatique pour la
détermination des résidus d'acaricides dans le miel par la
Chromatographie liquide (HPLC-UV-Vis)
(**Journal of Chromatography A, 930 (2001) 21-29**)**

Acaricide residue	LOD in honey ($\mu\text{g/g}$)	LOQ in honey ($\mu\text{g/g}$)	Amount added ($\mu\text{g/g}$)	Recovery (%)	Precision (RSD, %)
DMF	0.2	0.5	0.5	85 \pm 2	3.0
Chlordimeform	0.03	0.08	0.1	100 \pm 4	3.9
Cymiazole	0.02	0.05	0.04-0.1	83 \pm 3	3.2
Chlorfenvinphos	0.01	0.03	0.04-0.1	84 \pm 1	1.2
Coumaphos	0.001	0.003	0.015-0.1	76 \pm 6	7.6
BBP	0.003	0.008	0.015-0.1	63 \pm 3	5.5
Bromopropylate	0.002	0.005	0.015-0.1	69 \pm 5	7.9
Tau-fluvalinate	0.004	0.01	0.015-0.1	68 \pm 3	3.9
Flumethrin	0.002	0.005	0.015-0.1	71 \pm 3	5.0

Détermination des acaricides dans le miel par Chromatographie liquide à haute performance avec détection à réseau de photodiodes (HPLC–UV–Vis) (Journal of Chromatography A, 954 (2002) 173–180)

LODs and LOQs of the different acaricides used in apiculture

Acaricide	LOD (mg kg ⁻¹)	LOQ (mg kg ⁻¹)
Amitraz	0.0015	0.005
Coumaphos	0.005	0.015
Bromopropylate	0.0015	0.005
Fluvalinate	0.003	0.01
Thymol	0.06	0.2
Rotenone	0.01	0.05

**Résidus dans la cire et le miel après traitement avec l'Apilife VAR
(Apidologie, Springer Verlag (Germany), 1998, 29 (6), pp.513-524)**

Analyse par CPG

Table III. Diffusion of thymol from beeswax into honey in Petri dishes, coated with wax containing different amounts of thymol.

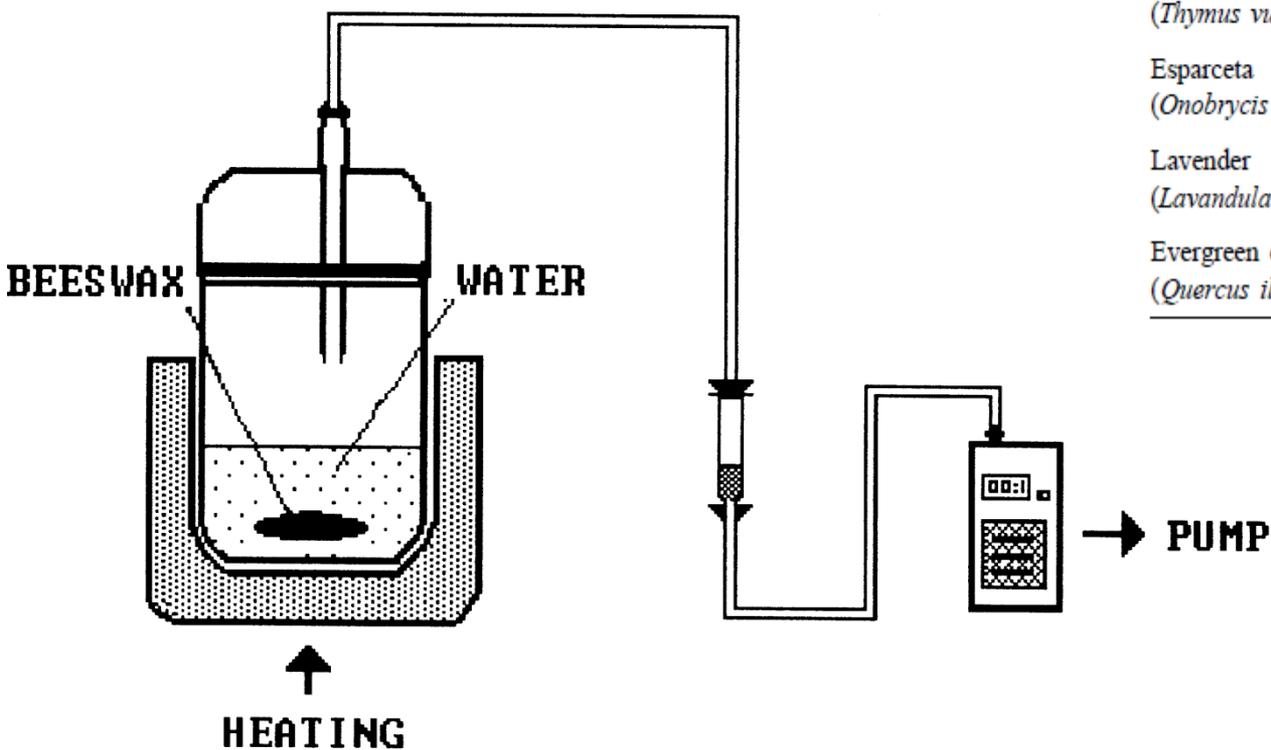
Thymol mg·kg ⁻¹ in wax	20	50	100	200	500	1 000	2 000
Thymol mg·kg ⁻¹ in honey	± 0.02	0.06 ± 0.04	0.06 ± 0.04	0.22 ± 0.04	0.44 ± 0.08	1.09 ± 0.07	1.90 ± 0.06

30 g acacia honey was stored in the dish for 2 months at 30 °C. The values are averages of a triplicate ± standard deviation.

Le thymol diffuse de la cire dans le miel selon un mode linéaire lié à la concentration. La limite maximale de résidu est de 0,8 mg de thymol/kg de miel, valeur qui peut être atteinte lorsque la concentration du thymol dans la cire avoisine 800 mg/kg

Extraction des résidus varroacide
 (thymol, eucalyptol, menthol et
 camphre) dans le miel et la cire et
 Détermination par chromatographie en
 phase gazeuse (CPG)
 (J. of Chromato. A, 954 (2002) 207–215)

Botanical origin	Concentration ($\mu\text{g/g}$)		
	Eucalyptol	Menthol	Thymol
Multifloral			0.17
Biercol (<i>Calluna vulgaris</i>)			0.36
Heather (<i>Erica</i> spp.)		0.18	0.12
Cantueso (<i>Lavandula stoechas</i>)		0.18	
Rosemary (<i>Rosmarinus officinalis</i>)		0.23	
Thyme (<i>Thymus vulgaris</i>)	0.05	0.20	0.27
Esparceta (<i>Onobrycis sativa lam</i>)		0.27	
Lavender (<i>Lavandula latifolia</i>)		0.13	
Evergreen oak (<i>Quercus ilex</i>)			0.17



AUTRES CONTAMINANTS

Phenols
Bisphénols
Chlorophénols
biphényles

Tracyclines
hydrocarbures
Aminoglycosides
polyaromatiques
Plychlorinates

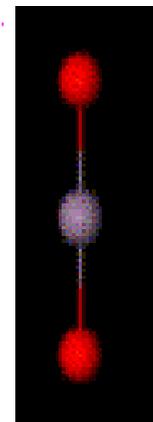
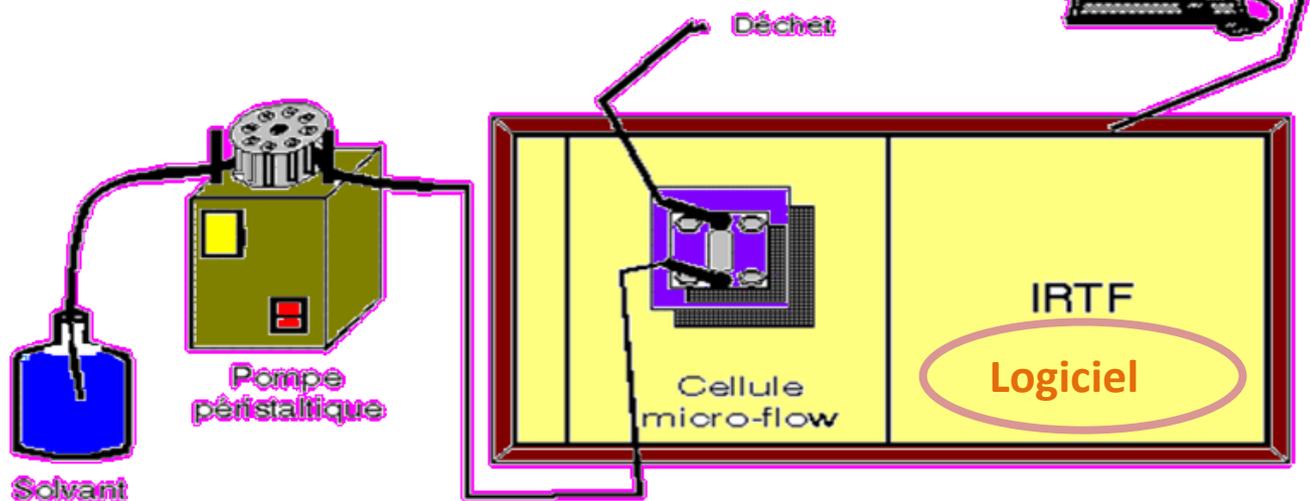
métaux
Nitrates
Oxalates
sulfates
acide oxalique
acide formique
Sulfonamides

Détermination Simultanée du Thymol, Eucalyptol, Camphre et Menthol dans le Miel par PLS-IRTF

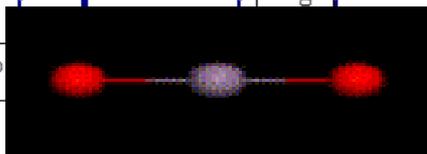
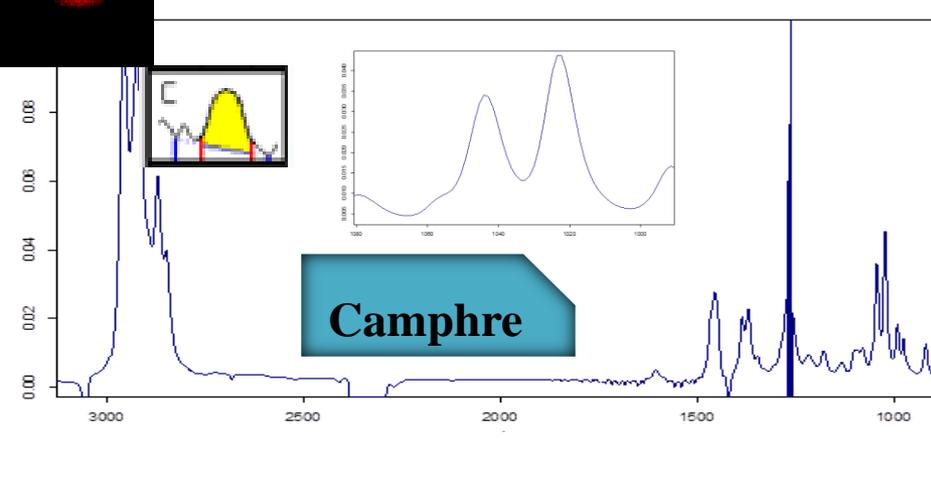
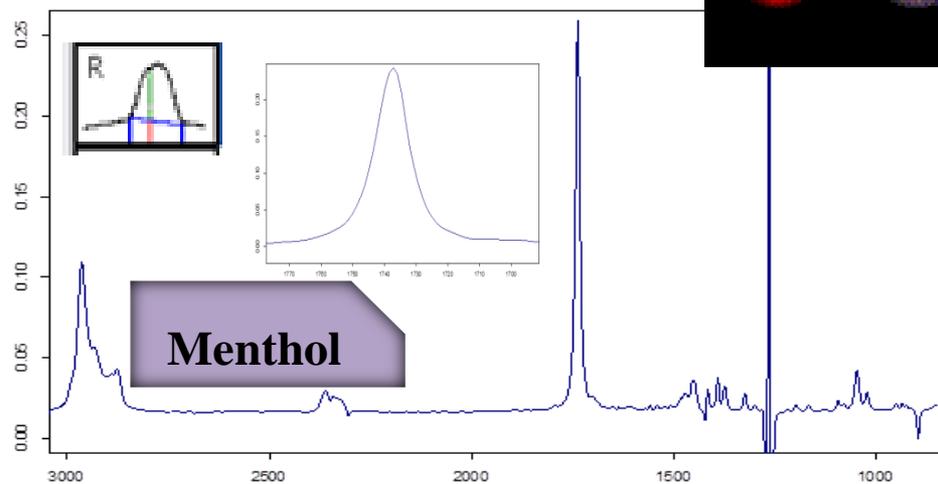
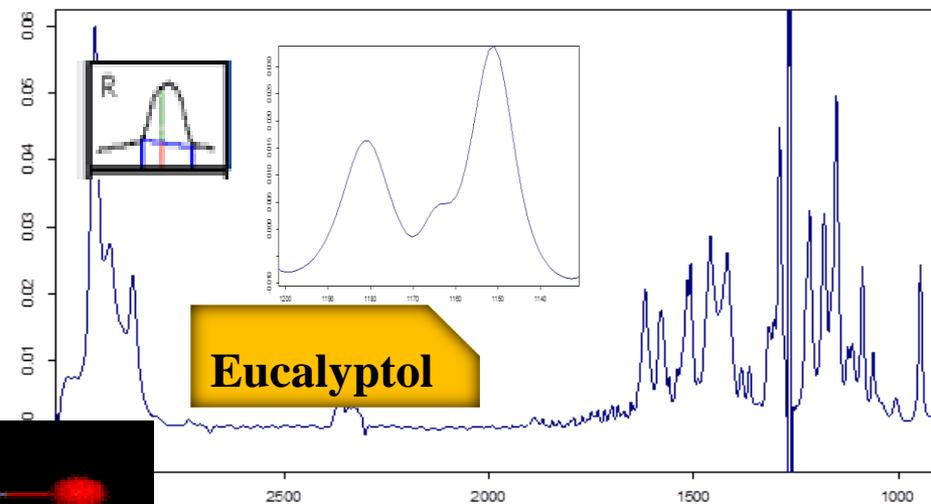
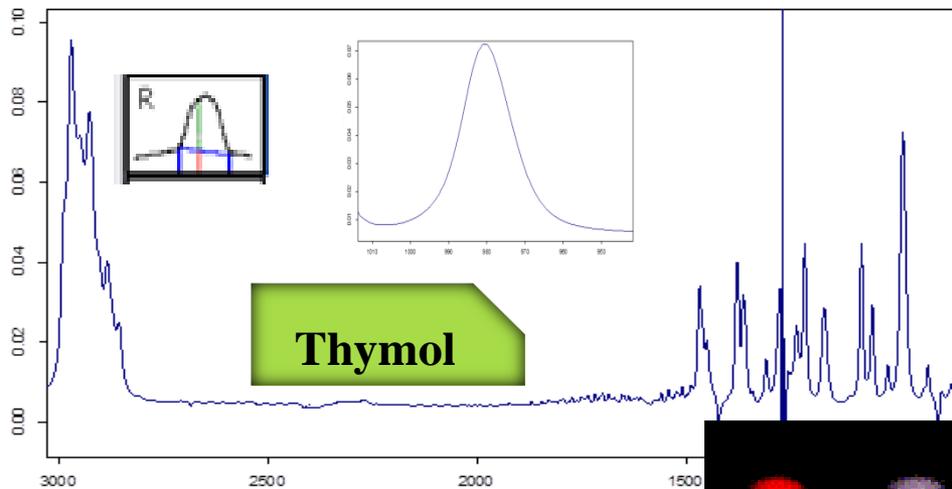
L' Apilife VAR



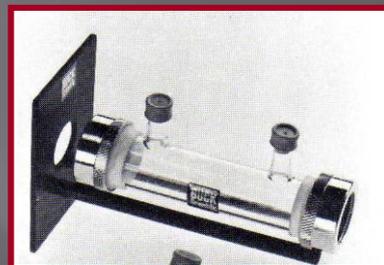
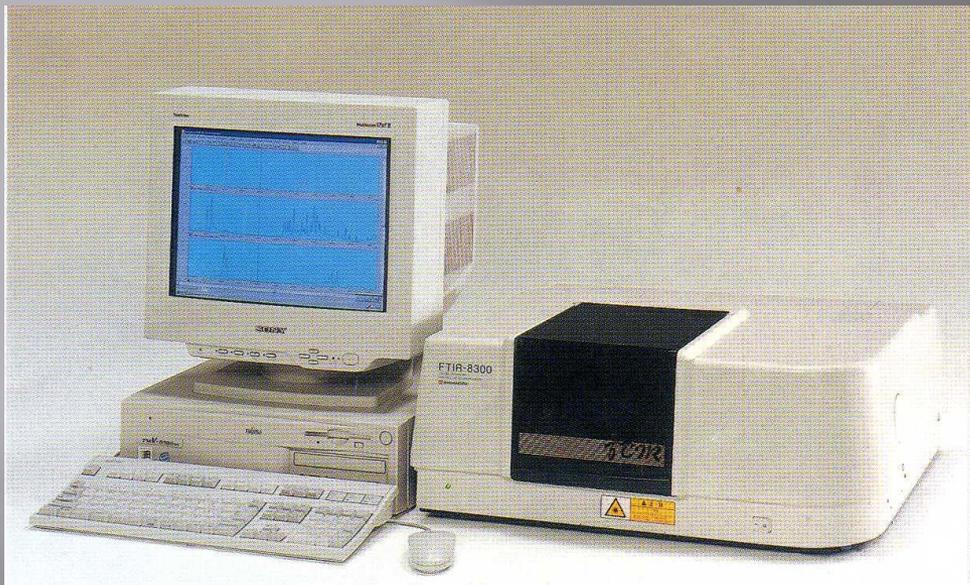
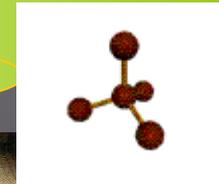
Thymol (74.08 %)
Eucalyptol (16%)
Camphre (3.7%)
Menthol (3.7%)



Détermination Simultanée du Thymol, Eucalyptol, Camphre et Menthol dans le Miel par PLS-IRTF



Techniques d'Echantillonnage pour Analyse IRTF (FTIR)



LES DÉFIS LES PLUS IMPORTANTS DANS L'ANALYSE DE MIEL

-  Concentrations d'analyte de plus en plus faibles au niveau du pico (10^{-12}), du femto (10^{-15}) ou attogramme (10^{-18})
-  Présence d'un large spectre de polluants et contaminants
-  Absence de normes appropriées et des matériaux de référence
-  Interférences des constituants typiques de la matrice

 L'intérêt pour les chercheurs est le développement de méthodes rapide, très sensible, hautement sélective, multi-sélection pour la détermination d'une large liste de composés en une seule analyse et dans une matrice complexe

Actions à Mettre en Œuvre

LE CHERCHEUR DOIT TROUVER DES SOLUTIONS SPÉCIFIQUES



L'APICULTEUR DOIT EXPRIMER SES BESOINS ET SES PROBLÈMES

Développer la recherche et l'enseignement supérieur en apidologie

UNIVERSITE BLIDA 1

Faculté des Sciences - Pav. 8 - BP 270 - Blida 9000 - Algerie

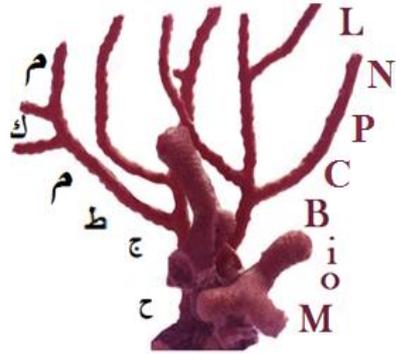
مخبر كيمياء المواد الطبيعية و الجزيئات الحيوية

Laboratoire de Chimie des Substances naturelles et des BioMolécules

Tel/Fax: 0021325433642 - Mob.: 0550 95 83 96

lnpcbion@univ-blida.dz

Blida, le / /



Merci de votre
attention



Prof. Daghbouche Yasmina

Forum sur l'apiculture nationale du 27 au 28 Juin