

Ajouter ce qui suit :

▲ Le miel

DESCRIPTION

Introduction

Le miel est la substance sucrée produite naturellement par les espèces du genre *Apis* à partir de nectar de plantes ou de sécrétions des parties vivantes des plantes ou des excréments d'insectes piqueurs-suceurs sur les parties vivantes des plantes, collectées ensuite par les abeilles, transformées par la combinaison avec des substances qui leur sont propres, déposée, déshydratée, entreposée, et portée à maturation dans les alvéoles de la ruche.

Le miel est principalement composé de sucres simples, principalement du fructose et du glucose, ainsi que d'autres substances telles que les acides organiques, enzymes, et particules solides dérivées de la collecte de nectar par les abeilles, ce qui inclue le pollen. La couleur du miel varie de quasi-incolore à brun foncé. Sa texture peut être fluide, visqueuse, ou partiellement à entièrement cristallisée. Ces paramètres dépendent de l'origine botanique du miel, de son traitement, de sa composition spécifique, de sa température de stockage, et d'autres facteurs liés. La plupart du miel finit par cristalliser naturellement. La saveur et l'arôme du miel sont variables, et dépendent surtout de son origine botanique.

Cette norme s'applique à tous les miels produits par les espèces du genre *Apis* et couvre tous les types ou présentations destinés à la consommation directe, en incluant le miel utilisé comme ingrédient dans d'autres produits d'alimentation. Il est important de noter que le produit issu partiellement ou totalement du butinage des abeilles à partir de sources externes autres que le nectar ou le miellat (par exemple les jus, les sirops, etc.) ou dérivés de produits employés pour l'alimentation artificielle des abeilles n'est pas considéré comme du miel selon cette norme. En plus de répondre aux exigences de cette norme d'identité, le miel vendu en tant que tel doit répondre à d'autres normes globales, nationales, ou locales, le cas échéant. [NOTE—Le terme « miel vendu en tant que tel » s'applique au miel vendu sans additifs ou modifications et ne s'applique pas à d'autres produits finis qui utilisent du miel dans leurs ingrédients ou au miel combiné à d'autres ingrédients. Ces produits finaux ne sont pas considérés comme du miel en accord avec cette norme d'identité, bien qu'ils puissent être sujets à des réglementations locales ou nationales.]

Production du miel

Le nectar ou le miellat collecté par les abeilles doit subir une série de procédés complexes afin d'être transformé en miel. Cette transformation a lieu dans la ruche, et implique la production d'une source stable de nourriture pour les abeilles qui est adaptée au stockage à long terme dans la ruche. La transformation du nectar/miellat en miel requiert un certain temps, et le procédé est nommé « maturation ». La maturation du miel commence avec l'absorption du nectar et/ou du miellat dans l'estomac de l'abeille à miel, tandis que les abeilles butineuses achèvent de collecter leur charge de nectar au champ et lors de leur vol retour.¹ La maturation du miel est inséparable du procédé de séchage, et implique l'addition d'enzymes et d'autres substances issues des abeilles, l'abaissement du pH par la production d'acides dans l'estomac de l'abeille, et la transformation des substances du nectar/miellat.²

Il existe dans les étapes initiales du procédé de maturation une population microbienne considérable qui pourrait être impliquée dans certaines de ces transformations, comme la biosynthèse de glucides.³ La transformation du nectar en miel est le résultat de milliers d'années d'évolution de la part des abeilles afin d'obtenir des provisions de nourriture sur le long terme, lorsqu'il n'y a pas de nectar disponible dans les environs de la colonie. La teneur en eau réduite, la concentration élevée en sucres, le pH bas, et la présence de différentes substances antimicrobiennes font du miel une substance non fermentescible et de longue durée pour les abeilles. La fermentation des réserves de nourriture est un procédé indésirable pour les abeilles car elle produit de l'éthanol, qui leur est toxique, et influence leur comportement d'une manière similaire à celle observée chez certains vertébrés.⁴ Durant le procédé de maturation, les abeilles ajoutent également des enzymes incluant l'invertase, qui aide à convertir le saccharose en sucres simples plus stables, le glucose, et le fructose ; ainsi que le glucose oxydase, essentiel à la production d'acide gluconique et de peroxyde d'hydrogène, ce qui empêche ainsi la fermentation. Alors que le nectar passe d'abeille en abeille, plus d'enzymes y sont ajoutés et plus d'eau s'évapore.⁵ L'affectation et le transfert du contenu de plusieurs alvéoles avant le stockage final sont une partie importante du procédé de maturation, et nécessitent un espace suffisant dans la ruche afin de se dérouler normalement.⁶ Les abeilles finissent par fermer les alvéoles lorsque celles-ci sont pleines de miel mature. Des données⁷ sont connues pour l'occurrence des mécanismes à la fois passifs et actifs de la déshydratation du nectar au sein de la ruche. La déshydratation active a lieu lors du comportement dit de « coups de langue », lorsque les abeilles travailleuses concentrent des gouttes de nectar régurgité par des mouvements de leurs pièces buccales. Les abeilles battant leurs ailes à l'entrée de la ruche aident également à réduire l'humidité du nectar. Par contraste, la concentration passive du nectar a lieu du fait de l'évaporation directe du nectar emmagasiné dans les alvéoles ; la concentration à l'intérieur de la ruche est plus rapide pour des volumes de solution sucrée plus réduits sur une surface plus large.⁸ Tandis que le nectar est déshydraté, la concentration absolue en sucre augmente, rendant le produit porté à maturation de plus en plus hygroscopique. Les abeilles protègent le produit mature en fermant les alvéoles remplies de miel avec un opercule de cire.

Le processus de maturation se conclut alors que l'operculation de l'alvéole a déjà commencé, suggérant la possibilité d'une course contre la dilution du miel et la fermentation non-désirée due à la nature hautement hygroscopique du miel mûr⁷. Le processus de séchage continue normalement jusqu'à ce que le miel contienne moins de 18 % d'eau. Les miels issus de zones très humides ou produits pendant les saisons humides

³Ruiz-Argueso, T. et Rodriguez-Navarro, A., 1975. « Microbiology of Ripening Honey. » *Appl. Microbiol.* 30:893-896.

⁴Abramson, C., Stone S., Ortez R., Luccardi A., Vann K., Hanig K., et Rice J., 2000. 'The Development of an Ethanol Model Using Social Insects I: Behavior Studies of the Honey Bee (*Apis mellifera* L.)'. *Clinical & Experimental Research.* 24:1153-1166.

⁵Traynor, K., 2015. « Honey. » Graham, J.M. (ed.) *The Hive and The Honey Bee* (pp.673-703). Dadant & Sons. Hamilton, U.S.A.

⁶Gary, N., 2015. « Activities and Behavior of Honey Bees. » Graham, J.M. (ed.) *The Hive and The Honey Bee* Hamilton, U.S.A. Dadant & Sons. pp. 271-308.

⁷Eyer, M, Neumann P., et Diemann V., 2016. « A Look into the Cell: Honey Storage in Honey Bees, *Apis mellifera*. » *PLOS ONE* | DOI:10.1371/journal.pone.0161059. pp. 1-20.

⁸Park, O., 1928. « Further studies on the evaporation of nectar. » *J. Econ. Entomol.* 21: 882-887.

⁹Delaplane, K., 2015. « Management for Honey Production » Graham, J.M. (ed.) *The Hive and The Honey Bee* (pp.487-529). Dadant & Sons. Hamilton, U.S.A.

¹ Nicolson, S. et Human, A., 2008. « Bees get a head start on honey production » *Biol. Lett.* 4:299-301.

² Crane, E., 1980. *A Book of Honey*. Oxford: Oxford University Press. 193 pp.

peuvent être operculés lorsqu'ils contiennent plus de 18 % d'eau.⁵

Le séchage du miel requiert un vaste espace dans la ruche et est considéré comme terminé par les abeilles une fois le miel operculé. Au cours d'une saison abondante en miel, l'instinct de « collection de miel » des abeilles augmente si l'espace disponible dans la ruche est suffisant.⁹ Le temps nécessaire pour les abeilles pour faire murer puis operculer le miel dépend grandement des conditions climatiques et de la force du débit de miel. Dans tous les cas, un temps suffisant passé dans la ruche et de multiples manipulations par les abeilles sont considérés nécessaires pour la transformation du nectar en miel.^{5, 8, 10} [NOTE—les rayons/cadres avec du nectar frais qui peut être évacué des alvéoles comme de l'eau ne doivent pas être récoltés par l'apiculteur.¹¹ Dans les zones de très faible humidité, il est normal que les rayons/cadres contiennent des alvéoles non operculées avec du miel mature à 18%-20% d'humidité qui peut être récolté par l'apiculteur. Cependant, dans les zones tropicales où l'humidité est élevée, seuls les rayons/cadres totalement operculés devraient être récoltés.^{12, 13}]

Compositions et facteurs de qualité

Ingrédients ajoutés : Le miel ne peut avoir d'autres ingrédients alimentaires ajoutés autres que du miel. Ceci inclut les additifs alimentaires, les arômes alimentaires, et toute substance trouvée naturellement dans le miel. Les miels composites (par exemple les miels infusés ou parfumés) doivent être clairement étiquetés de sorte à éviter la confusion avec des variétés de miel. Le miel infusé de poivre, par exemple, doit être étiqueté « miel infusé de poivre » et non « miel de poivre », qui serait le nom approprié pour du miel d'abeille fait à partir de poivriers. Les miels contenant des pollens ajoutés doivent être étiquetés comme tels, puisque l'ajout externe de pollen peut tromper sur l'origine botanique et/ou géographique du miel.

Matières étrangères : Le miel doit être essentiellement exempt de toute matière étrangère, avec un contenu total de NMT (pas plus que, PPQ) 0,1g / 100g de miel (matière insoluble). Les matières étrangères dans le miel sont des éléments non inclus dans la *Description* de cette norme d'identité. Les matières étrangères peuvent inclure, mais ne sont pas limitées à, des particules solides issues du procédé d'extraction du miel (cire, abeilles, ou parties d'abeilles) ou incorporées dans le miel du fait de mauvaises pratiques de fabrication (cheveux ; minéraux ; particules de bois, plastique,

métal, ou de verre ; ou tout autre corps étranger visible).

La suppression desdites matières peut être opérée par la filtration appropriée avec un tamis d'une taille variant entre 80-200 µm, qui retient les particules étrangères mais pas le pollen.^{14, 15} La limite actuelle de 0,1 g de matières étrangères par 100 g de miel est haute dans le cas de miels extraits par centrifuge.¹⁶ Cependant, une telle amplitude dans la limite évite l'exclusion involontaire de certains types de miels peu traités comme ceux fréquemment vendus par les apiculteurs directement au consommateur sur les marchés locaux. La présence éventuelle d'une teneur minimale en cire dans le miel ne présente aucun risque pour le consommateur. [NOTE—En ce qui concerne le miel produit ou importé, ou produit et emballé aux États-Unis, le produit ainsi que les aménagements produisant, emballant, stockant, ou entrant en contact avec le produit doivent respecter les exigences légales applicables. Ceci inclut l'enregistrement de l'infrastructure auprès de l'Agence Fédérale Américaine des Produits Alimentaires et Médicamenteux (FDA, Food and Drug Administration), le cas échéant. Plus particulièrement, le miel doit être traité et manipulé en accord avec toutes les exigences de la FDA applicables, telles que les « Bonnes pratiques de fabrication actuelles, analyse des risques, et contrôles préventifs basés sur les risques pour l'alimentation humaine » ; « Stratégies de mitigation pour protéger les aliments contre le frelatage intentionnel » ; et « Programme de vérification des fournisseurs étrangers », sauf dans le cas où une exemption s'applique, telle que l'exemption pour les fermes (se référer à 21 CFR 1.227, 2018 pour la définition de « ferme »). De plus, le produit doit être étiqueté de manière appropriée.]

Limitations de traitement : Le miel ne peut être traité avec des agents physiques, chimiques, ou biochimiques en excès des limites des paramètres de qualité décrits ci-dessous. L'usage de résines échangeuses d'ions afin d'enlever les résidus indésirables, l'hydroxyméthylfurfural (HMF), d'éclaircir la couleur du miel, ou toute autre manipulation n'est pas autorisé car de telles pratiques retirent au miel certains de ses composants naturels de manière significative. Le produit qui en résulte est d'une valeur biologique moindre et ne répond ni à la définition ni à la composition essentielle et aux facteurs de qualité du miel décrits dans cette norme. La production de miel doit en conserver tous les composants spécifiques (par exemple tous les composants entièrement naturels du miel pur), sauf quand cela est inévitable en retirant des matières étrangères organiques ou inorganiques (voir *Types de Miel*, selon son traitement). Le miel ne peut avoir de saveur, arôme, ou teinte du fait de son traitement et/ou son stockage. Le miel ne peut être réchauffé de sorte que ses paramètres essentiels de qualité excèdent les limites décrites dans cette norme d'identité. Le miel utilisé comme ingrédient dans la nourriture peut être chauffé dans le cadre d'un processus de fabrication de nourriture.

Types de miel

Miel défini par la source

Miel de nectar ou miel de fleurs : Miel issu du nectar de plantes produit dans des nectaires floraux ou extrafloraux.

Miel de miellat : Miel issu des excréments d'insectes piqueurs suceurs (*Hemiptera*) sur les parties vivantes des plantes ou de sécrétions de parties vivantes de plantes.

¹⁰ Wen Y., Wang L., Jin Y., Zhang J., Su L., Zhang X., Zhou J., Li Y., 2017. « The Microbial Community Dynamics during the Vitex Honey Ripening Process in the Honeycomb. » *Frontiers in Microbiology*. 8:1-12.

¹¹ Matheson, A., 1993. *Practical Beekeeping in New Zealand*. GP Publications Ltd., Wellington, New Zealand. 144 pp.

¹² Apimondia Statement on Honey Fraud, 2020. Accessible à l'adresse : www.apimondia.com.

¹³ Warhurst P., et Goebel R., 2005. *The Bee Book. Beekeeping in Australia*. DPI & F Publications. Brisbane, Australie. 295 pp.

¹⁴ Ricciardelli D'Albore, G., 1997. *Textbook of Melissopalynology*. Apimondia Publishing House. 308 pp.

¹⁵ Petersen S., et Bryant V., 2011. « The study of Pollen and its role in the honey market. » *American Bee Journal*, Juin 2011:591-594.

¹⁶ Bogdanov, S., C. Lüllmann, P. Martin, W. von der Ohe, H. Russman, G. Vorwohl, L. Persano Oddo, A. Sabatini, G. Marazzan, R. Piro, C. Flamini, M. Morlot, J. Lhéritier, R. Borneck, P. Marioleas, A. Tsigouri, J. Kerkvliet, A. Ortiz, T. Ivanov, B. D'Arcy, B. Mossel, and P. Vit, 1999. Honey quality and international regulatory standards: review by the International Honey Commission. *Bee World*. 80:6169

Miel selon son traitement

Miel cru : Miel extrait des rayons, reposé, et ensuite éventuellement tamisé. *Le miel cru n'a pas été réchauffé au point que ses paramètres de qualité d'origine tombent hors des critères définis dans la partie Identification.*

Miel tamisé : Tous les types de miel définis dans cette norme d'identité ont été tamisés à hauteur de NLT (pas moins de, PMD) 80Pµm, de sorte que leur composition d'origine et leur teneur en pollen demeurent inchangées. *Le miel tamisé l'est seulement dans la mesure où la plupart des particules, ce qui inclue les rayons, la propolis, ou tout autre défaut présent normalement dans le miel, ont été retirées. Les grains de pollen, les petites bulles d'air, et particules très fines ne sont normalement pas retirés. Les miels crus et tamisés peuvent être de plus définis par des informations référant à (i) leur origine florale, si le produit vient entièrement ou principalement des sources indiquées et possède les caractéristiques organoleptiques, physico-chimiques, et microscopiques de la source ou (ii) leur origine régionale, territoriale, ou topographique, si le produit provient entièrement du lieu indiqué.*

Miel filtré : Miel qui a été filtré en utilisant un pore d'une taille entre 1-80µm dans la mesure où de très fines particules, incluant le pollen, ont été totalement ou partiellement retirées. Les mélanges de *miels filtrés* et de *miels non filtrés* doivent être étiquetés sous la mention « miel filtré ». Le filtrage peut faire usage de terre de diatomées si les réglementations locales le permettent. [NOTE–Le miel filtré à l'aide d'un pore d'une taille de moins de 1 µm, avec ou sans ajout d'eau, n'est plus considéré comme du miel.

En particulier, le « miel ultra-filtré » n'est plus considéré comme du miel pur.]

Miel crémeux : Miel à l'état solide qui a cristallisé du fait d'un processus contrôlé, tel que la méthode Dyce, dans le but de créer un produit finement granuleux à la texture lisse et crémeuse. *Le miel crémeux, ou miel à tartiner, est constitué de miel finement cristallisé et a une consistance lisse. Il est préparé en réchauffant le miel de sorte à le liquéfier totalement, puis à le tamiser, puis à « semer » le miel en y ajoutant des quantités variables de miel cristallisé selon la saison, le type de miel, et le pourcentage d'humidité. Le miel est ensuite versé dans des récipients destinés à la vente et gardés au frais pendant plusieurs jours afin de se « faire » ou de cristalliser.*

Miel en rayon : Miel dans le rayon de cire tel que stocké naturellement par les abeilles dans la ruche, ensuite retiré et découpé pour la vente tout en préservant la structure du rayon de miel.

Miel avec rayon : Miel en rayon dans un pot avec du miel liquide versé autour du rayon.

IDENTIFICATION**Préparations d'échantillons de miel homogènes**

[NOTE–Pour assurer qu'un échantillon de miel analysé soit représentatif du lot étudié, il est recommandé de suivre DIN 10742:2011-06¹⁷.

Pendant l'échantillonnage, les poids d'échantillons suivants doivent être obtenus : NLT 300 g pour un échantillon seul ; NLT 50 g pour un sous-échantillon ;

et NLT 1000 g pour un échantillon mixte. Les techniques d'homogénéisation des échantillons ci-dessous doivent être appliquées à tous les échantillons de miel avant analyse utilisant l'une des méthodes décrites dans *Identification*.]

Miel liquide ou cristallisé sans matière étrangère :

Remuer pour une durée minimum de 3 minutes afin d'homogénéiser l'échantillon. Prendre garde à ne pas incorporer trop d'air dans l'échantillon. Le miel cristallisé doit être ramolli en le réchauffant au four ou au bain thermostatique à 40,0°C. [NOTE–La température utilisée est importante si l'échantillon doit être analysé pour le HMF, qui est sensible à l'oxydation.]

Miel liquide ou cristallisé contenant des matières étrangères :

Retirer le matériau grossier. Remuer le miel à température ambiante. Le tamiser à l'aide d'une passoire en acier inoxydable dont le tamis a un diamètre de 0,5 mm. Presser doucement le miel cristallisé à l'aide d'une spatule à travers une passoire en acier inoxydable dont le tamis a un diamètre de 0,5 mm.

Miel en rayon : Ouvrir l'opercule et vider le rayon dans une passoire en acier inoxydable dont le tamis a un diamètre de 0,5mm sans le réchauffer.

A. MATIÈRE INSOLUBLE¹⁸

Solution échantillon : Mesurer précisément 20 g de miel et le dissoudre dans 200 mL d'eau à 80°. Bien mélanger.

Solution A : 1 % de phloroglucinol (1, 3, 5-trihydroxybenzene) dans de l'éthanol

Analyse : Sécher un creuset en verre fritté d'une porosité de 15-40 µm dans un four à air à 135°C ± 10°C. Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur contenant un dessiccant efficace tel que du gel de silice. Peser le creuset. Tamiser la *solution échantillon* dans le creuset. Nettoyer soigneusement et abondamment avec de l'eau chaude jusqu'à suppression des sucres. [NOTE–Suivre la procédure suivante comme vérification de l'absence des sucres : transférer approximativement une aliquote de 3 mL de filtrat dans un tube à essai et ajouter 1mL de *Solution A* ; mélanger et ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique concentré sur les parois du tube. La réaction avec le sucre produit une couleur.] Sécher le creuset à 135°C pendant 1 heure, refroidir dans le dessiccateur, et peser. Sécher par intervalles de 30 minutes jusqu'à observation d'un poids constant.

Calculer le pourcentage de matière insoluble :

$$\text{Résultat} = (m/m_1) \times 100$$

m = poids du creuset après séchage de la *solution échantillon* moins le poids du creuset vide (g)

m_1 = poids du miel dans la *solution standard* (g)

Critère d'acceptation : NMT (PPQ) 0,1 g/100 g de miel

B. HUMIDITÉ, REFRACTOMETRIQUE¹⁸

Solution échantillon : Homogénéiser un échantillon de 10g de miel et le transférer dans une fiole. Sceller fermement la fiole et la placer dans un bain d'eau à 50°C ± 2°C jusqu'à dissolution des cristaux. Refroidir à température ambiante puis remuer.

Analyse : Utiliser un réfractomètre propre et sec (Abbé ou équivalent), qui peut être thermostaté ou dont la température peut être compensée à 20°C. Directement après l'homogénéisation, couvrir uniformément la surface d'un prisme de la *solution échantillon*.

Après 2 minutes, lire et noter l'indice de réfraction.

Dupliquer l'expérience et prendre la moyenne des indices de réfraction enregistrés, puis reporter le taux d'humidité correspondant dans le *Tableau 1*.

¹⁷ Voir <https://www.beuth.de/en/standard/din-10742/139747420>.

¹⁸ Selon les Méthodes Harmonisées de la Commission Internationale du Miel (2009).

Tableau I. Relation entre l'indice de réfraction et la teneur en eau des miels

Teneur en eau (g/100g)	Indice de réfraction (20°)	Teneur en eau (g/100g)	Indice de réfraction (20°)
13,0	1,5044	19,0	1,4890
13,2	1,5038	19,2	1,4885
13,4	1,5033	19,4	1,4880
13,6	1,5028	19,6	1,4875
13,8	1,5023	19,8	1,4870
14,0	1,5018	20,0	1,4865
14,2	1,5012	20,2	1,4860
14,4	1,5007	20,4	1,4855
14,6	1,5002	20,6	1,4850
14,8	1,4997	20,8	1,4845
15,0	1,4992	21,0	1,4840
15,2	1,4987	21,2	1,4835
15,4	1,4982	21,4	1,4830
15,6	1,4976	21,6	1,4825
15,8	1,4971	21,8	1,4820
16,0	1,4966	22,0	1,4815
16,2	1,4961	22,2	1,4810
16,4	1,4956	22,4	1,4805
16,6	1,4951	22,6	1,4800
16,8	1,4946	22,8	1,4795
17,0	1,4940	23,0	1,4790
17,2	1,4935	23,2	1,4785
17,4	1,4930	23,4	1,4780
17,6	1,4925	23,6	1,4775
17,8	1,4920	23,8	1,4770
18,0	1,4915	24,0	1,4765
18,2	1,4910	24,2	1,4760
18,4	1,4905	24,4	1,4755
18,6	1,4900	24,6	1,4750
18,8	1,4895	24,8	1,4745
		25,0	1,4740

Critère d'acceptation : NMT (PPQ) 20,0 %

Discussion des résultats : Des taux d'humidités de moins de 20,0% peuvent être requis pour certains types/catégories de miel ou selon les standards nationaux ou locaux des utilisateurs. Si les rayons de miel sont stockés pour quelques jours dans une chambre d'extraction du miel, l'apiculteur doit s'assurer que le miel ne se détériore pas en absorbant l'humidité de son environnement. Dans de telles situations, un équilibre d'humidité dans l'air de PPQ 50 % est recommandé. Le miel avec un taux d'humidité supérieur à 17 % présente un risque de fermentation en fonction de la quantité de levure présente dans le miel⁵. Il peut être nécessaire de réduire l'humidité dans le miel mature (par exemple de 20 % à 18%) avant de mettre en bouteille pour prévenir le risque de fermentation. L'intention de ce procédé est absolument différente de l'usage de sécheurs sous vide

pour retirer d'importantes quantités d'humidité de miel immature. L'extraction d'humidité de miel extrait immature est considérée comme une intervention humaine qui interfère avec le procédé naturel de maturation.¹² Cela résulte également en une perte significative des arômes du miel et des flavonoïdes qui restent stables sous une pression atmosphérique normale.¹⁹

• **C. TENEUR EN HMF¹⁸**

Solution A : 150 mg/mL d'hexacyanoferrate de potassium(II) dans de l'eau

Solution B : 300 mg/mL d'acétate de zinc dans de l'eau

Phase mobile : Eau et méthanol (90:10)

Solutions standard : Préparer une série de solutions de

5-(hydroxyméthyl)furan-2-carbaldéhyde (HMF; ≥97,0 % de pureté) contenant 1, 2, 5, et 10 mg/L in d'eau Préparer quotidiennement et faire l'analyse immédiatement.

Solution échantillon : Peser un échantillon de 10 g de miel homogénéisé dans un bêcher de 50 mL. Dissoudre l'échantillon dans 25 mL d'eau et transférer quantitativement dans une fiole volumétrique de 50 mL. Ajouter 1 mL de solution A et bien secouer. Ajouter 1mL de solution B, secouer une fois, et diluer dans de l'eau au volume. Filtrer dans une membrane de 0,45-µ et procéder immédiatement à l'analyse.

Système chromatographique, Appendice IIA

Mode : HPLC (chromatographie liquide sous haute pression)

Détecteur : UV 285 nm

Colonne : 125-mm × 4-mm or 250-mm × 4-mm; octadécylsilane lié chimiquement à de la silice poreuse ou à des microparticules de céramique de 5-µm de diamètre²⁰

Débit : 1.0 mL/min

Volume d'injection : 20 µL

Analyse : Injecter séparément chacune des solutions standards dans le chromatographe et noter les chromatogrammes. Préparer une courbe standard des pics comparée à la concentration des solutions standards en mg/L. Injecter la solution échantillon dans le chromatographe et enregistrer le chromatogramme en résultant. En utilisant l'inclination et l'ordonnée à l'origine de la courbe standard, déterminer la concentration de HMF, en mg/kg, dans l'échantillon de miel.

$$\text{Résultat} = (A - B)/(m \times C)$$

A = pic de la solution échantillon

B = ordonnée de la courbe standard

m = inclinaison de la courbe standard

C = concentration de la solution échantillon (kg/L)

Critère d'acceptation : NMT (PPQ) 80 mg/kg

[NOTE—Ceci est un paramètre de qualité et non une indication de l'authenticité du miel. Cette limite prend en compte les miels de toutes régions ; la plupart des miels issus de régions tempérées auront un NMT (PPQ) de 40 mg/kg.]

¹⁹Cui Z., L. Sun, C. Wei, and D. Sun, 2008. « Preparation of dry honey by microwave-vacuum drying. » *J Food Eng.* 84: 582-590.

²⁰Hypersil ODS, ou équivalent.

• D. CONDUCTIVITE ELECTRIQUE¹⁸

Solution échantillon : 200 mg/mL. Diluer une quantité de miel homogénéisé, équivalente à 20 g sur base sans humidité, avec de l'eau jusqu'à 100 mL.

Solution de référence de conductivité 0,1M de chlorure de potassium. [NOTE—Sécher le chlorure de potassium à 130° avant de préparer la *solution de référence de conductivité*.] Préparer quotidiennement.

Analyse : La constante de cellule pour la conductivité employée est requise pour cette méthode. Si la constante de cellule est inconnue, elle doit préliminairement être déterminée comme suit. Transférer 40 mL de *solution de référence de conductivité* dans un bécher et placer le bécher dans un bain d'eau maintenu à 20°C. Connecter la cellule de conductivité au compteur de conductivité. Rincer minutieusement la cellule avec la *solution de référence de conductivité* puis l'immerger, ainsi qu'un thermomètre, dans la *solution de référence de conductivité*. Lire la conductance électrique de la solution de référence de conductivité, en mS, une fois que la température s'est stabilisée à 20°C. Calculer la constante de cellule, K :

$$K = 11,691 \times (1/G)$$

K = constante de cellule (cm⁻¹)

11.691 = somme de la valeur moyenne de la conductivité électrique d'eau fraîchement distillée, en mS/cm⁻¹, et la conductivité électrique de la *solution de référence de conductivité* à 20°C.

G = conductance électrique de la *solution de référence de conductivité* (mS)

Transférer 40mL de la *solution échantillon* dans un bécher et placer le bécher dans un bain d'eau maintenu à 20°C. Rincer la cellule de conductivité minutieusement avec le reste de *solution échantillon* et immerger la cellule de conductivité, ainsi qu'un thermomètre, dans la *solution échantillon*. Lire la conductance électrique de la *solution échantillon*, en mS, une fois la température stabilisée à 20°C.

Calculer la conductivité de la *solution échantillon* :

$$S_H = K/G$$

S_H = conductivité électrique de la *solution échantillon* (mS/cm)

K = constante de cellule (cm⁻¹)

G = conductance électrique de la *solution échantillon* (mS)

[NOTE—Utiliser une cellule de conductivité en platine, à double électrode, ou à électrode de carbone. Dans la plupart des cas la constante de cellule doit être déterminée pour l'électrode même si cela a été fourni par le fabricant.]

Critère d'acceptation

Miels en général : NMT (PPQ) 0,8 mS/cm

Miellat et miel de châtaigne et mélanges de ceux-ci, avec les exceptions suivantes (voir la *note* ci-dessous) NLT 0,8 mS/cm

[NOTE—Les exceptions suivantes sont du fait de variations naturelles considérables : arbusier (*arbutus unedo*), bruyère cendrée (*erica cinerea*), eucalyptus, tilleul (*tilia spp.*), bruyère (*calluna vulgaris*), manuka (*leptospermum spp.*), et arbre à thé (*melaleuca spp.*.)]

• E. ACIDITE LIBRE¹⁸

Solution A : 0,1 M d'hydroxyde de sodium

Solution échantillon : Transférer un échantillon de 10g de miel homogénéisé dans un bécher de 250 mL et dissoudre dans 75 mL d'eau sans dioxyde de carbone.

Analyse : En remuant avec un agitateur magnétique, immerger les électrodes du pH-mètre dans la *solution échantillon*, et enregistrer le pH. Titrer avec la *solution A* jusqu'à ce que le pH atteigne 8,30. Compléter le titrage en PPQ 2 minutes. Enregistrer le volume de réactif titrant utilisé au 0,2 mL près si vous utilisez une éprouvette graduée de 10 mL ou au 0,1 mL près si vous utilisez un titreux automatique. Calculer l'acidité libre dans le miel, exprimé en molalité et enregistré en mmol/kg :

$$\text{Résultat} = (100 \times a)/m$$

a = volume de *solution A* ajouté à la *solution échantillon* (mL)

m = poids du miel utilisé pour préparer la *solution échantillon* (g)

Critère d'acceptation : NMT (PPQ) 50 mmol/kg

• F. ACTIVITE DIASTASE¹⁸

Solution A : 29 mg/mL de chlorure de sodium

Solution B : Dissoudre 43,5 g d'acétate de sodium dans de l'eau. Ajuster le pH de la solution à 5,3 en ajoutant environ 5 mL d'acide acétique glaciale, puis diluer dans de l'eau jusqu'à 250 mL.

Solution C : Dissoudre 11,0 g d'iode et 22,0 g d'iodure de potassium dans 30-40 mL d'eau puis diluer jusqu'à 500 mL. Conserver dans un flacon sombre et fermé.

Solution D : Dissoudre 20,0 g d'iodure de potassium dans 200 mL d'eau. Ajouter 2 mL de *solution C* puis diluer avec de l'eau jusqu'à 500 mL. Préparer quotidiennement.

Solution échantillon : Peser 10 g de miel homogénéisé dans un bécher et dissoudre totalement dans 15 mL d'eau et 5 mL de *solution B* sans réchauffer la solution. Transférer la solution dans une fiole volumétrique de 50 mL contenant 3 mL de *solution A* et diluer avec de l'eau au volume.

Solution de substrat : Peser 2,000 g d'amidon soluble, préalablement séché à 130°C pendant 90 minutes, dans une fiole conique de 250 mL. Ajouter 90 mL d'eau et mélanger en tournant. Porter rapidement la suspension à ébullition tout en remuant, puis faire bouillir doucement pendant 3 minutes. Transférer immédiatement la solution chaude dans une fiole volumétrique de 100 mL. Refroidir à température ambiante en faisant couler de l'eau sur la fiole. Remplir la fiole volumétrique d'eau au volume et mélanger complètement. Préparer quotidiennement.

Solution de substrat diluée : 10 mL d'eau mélangés à 5 mL de *solution de substrat*.

Calibration du substrat : Transférer 20, 21, 22, 23, 24, et 25 mL d'eau dans six tubes à essais de 25mm x 200mm (ou plus large) Ensuite, ajouter 5 mL de *solution de substrat diluée* à chaque tube. Ajouter 0,5 mL de *solution D* au tube à essai contenant 20mL d'eau, bien mélanger, et lire immédiatement l'absorbance à 660 nm en utilisant un spectrophotomètre UV-Vis convenable contre de l'eau dans une cellule de 1cm. Procéder de la même manière avec les autres tubes à essai jusqu'à obtenir une absorbance de 0,760. La quantité d'eau initialement ajoutée au tube avec l'absorbance de 0,760 est celle requise à l'analyse.

Analyse : Transférer 10 mL de *solution échantillon* dans une fiole de 50 mL et la placer dans un bain d'eau à 40°C avec une seconde fiole contenant 10 mL de la *solution de substrat*. Équilibrer les deux solutions pendant 15 minutes. À l'aide

d'une pipette, transférer 5,0 mL de la *solution de substrat* équilibrée dans la fiole contenant la *solution échantillon* équilibrée, et mélanger. Lancer un minuteur en ajoutant la *solution de substrat* à la *solution échantillon*. Par intervalles périodiques après 5 minutes, retirer une aliquote de 0,5 mL de la fiole réactive et l'ajouter rapidement à 5 mL de *solution D*. Ajouter la quantité d'eau déterminée dans la *calibration du substrat*, bien mélanger, et lire immédiatement l'absorbance à 660nm contre de l'eau dans une cellule de 1cm. Enregistrer le temps de réaction et l'absorbance obtenue pour chaque aliquote. Continuer à extraire des aliquotes jusqu'à obtenir une absorbance de moins de 0,325.

Préparer un blanc réactif en ajoutant 10 mL de *solution échantillon* à 5 mL d'eau et bien mélanger. Retirer 0,5 mL de cette solution et ajouter 5 mL de *solution D* et le volume d'eau déterminé dans la *calibration du substrat*. Bien mélanger et lire l'absorbance à 660 nm contre de l'eau dans une cellule de 1 cm.

Si l'absorbance dans le premier aliquote est de moins de 0,350, diluer encore la *solution échantillon* et répéter l'analyse.

Soustraire l'absorbance du blanc réactif de chaque valeur d'absorbance de la *solution échantillon*.

Relever les valeurs d'absorbances corrigées contre les temps de réaction correspondants, en minutes.

Créer une ligne de régression entre 0,155 et 0,456 nm. Il devrait y avoir au moins trois points dans cette étendue de valeurs. En utilisant la courbe de régression, déterminer le temps de réaction pour une valeur d'absorbance de 0,235 nm.

Une unité d'activité diastase (unités de Gothe ou de Schade) est équivalente à la quantité d'enzymes requise pour convertir 0,01 g d'amidon au point final de l'absorbance prescrite en 60 minutes à 40 °C dans les conditions décrites.

Calculer l'activité diastase (en numéro de diastase, DN, ou unité de Schade) du miel :

$$\text{Résultat} = 300/t_x$$

300 = valeur représentant le facteur de dilution échantillon et la définition unitaire d'activité de diastase

t_x = temps de réaction pour atteindre la valeur d'absorbance de 0,235nm, tel que déterminé à partir de la courbe d'absorbance (min)

Critère d'acceptation : NLT (PMD) 8 unités de Schade

[NOTE—Les miels avec une teneur faible en enzymes connue (par exemple les miels d'agrumes²¹) et un contenu en HMF de PPQ 15 mg/kg doivent donner NLT 3 unités de Schade.]

• **G. TENEUR EN PROLINE**¹⁸

Solution A : Acide formique (NLT 98 %)

Solution B : Ninhydrine 3 % (w/v) dans de l'éther monométhylrique d'éthylène glycol

Solution C : Isopropanol 50 % (v/v) dans de l'eau

Solution standard : Préparer une solution de proline contenant 40 mg de proline diluée à 50 mL. Diluer 1 mL de la solution de proline dans de l'eau jusqu'à 25 mL (0,032 mg/mL).

Solution échantillon : Ajouter un échantillon de 5 g ± 0,001 mg de miel homogénéisé dans un bécher et dissoudre dans 50 mL d'eau. Transférer dans une fiole volumétrique de 100 mL et diluer au volume. Bien secouer.

Analyse : Transférer 0,5 mL de la *solution échantillon* dans un tube à essai, 0,5 mL d'eau dans un deuxième tube à essai (pour un blanc), et 0,5 mL de la *solution standard* dans trois autres tubes à essai. Ajouter 1mL de *solution A* et 1 mL de *solution B* à chaque tube. Bien fermer les tubes, secouer vigoureusement pendant 15 minutes, et les placer dans un bain d'eau bouillante pendant 15 minutes, en immergeant les tubes sous le niveau des solutions. Après 15 minutes, transférer les tubes dans un bain d'eau maintenu à 70 °C, et incubé pendant 10 minutes. Retirer les tubes du bain d'eau, retirer les bouchons, et ajouter 5 mL de *solution C* à chaque tube, les refermant immédiatement. Laisser les tubes refroidir à température ambiante pendant 45 minutes puis lire l'absorbance à 510 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis convenable contre de l'eau dans une cellule de 1cm. Soustraire l'absorbance du blanc des valeurs d'absorbance obtenues pour les autres tubes à essai. Calculer la teneur en proline dans le miel, en mg/kg :

$$\text{Résultat} = (A_U/A_S) \times (W_S/W_U) \times F$$

A_U = absorbance de la *solution échantillon*

A_S = absorbance de la *solution standard* (moyenne des trois résultats)

W_S = poids de la proline utilisée pour préparer la *solution standard* (mg)

W_U = poids de l'échantillon de miel homogénéisé (g)

F = facteur de dilution, 80

Critère d'acceptation : NLT (pas moins de) 180 mg/kg

• **H. TENEUR EN SUCRES (FRUCTOSE, GLUCOSE, SACCHAROSE)**¹⁸

Phase mobile : Acétonitrile et eau (80:20, v/v)

Solution standard : Transférer 25 mL de méthanol dans une fiole volumétrique de 100 mL. Dissoudre 2,000 g d'étalon de référence de fructose, 1,500 g d'étalon de référence de glucose, et 0,250 g d'étalon de référence de saccharose dans approximativement 40 mL d'eau puis transférer dans la fiole volumétrique. Diluer avec de l'eau au volume. Verser à travers un filtre de 0,45 µm et collecter dans des flacons d'échantillons.

Solution échantillon : Dissoudre un échantillon de 5 g de miel homogénéisé dans 40 mL d'eau. Ajouter 25 mL de méthanol dans une fiole volumétrique de 100 mL et transférer l'échantillon dissout dans la fiole. Diluer avec de l'eau au volume. Verser à travers un filtre de 0,45µm et collecter dans des flacons d'échantillons.

Système chromatographique, Appendice IIA

Mode : HPLC

Détecteur : Indice de réfraction

Colonne : 4,6Mm x 250mm ; rempli de substrat de gel de silice totalement poreux (taille de particule 5-7 µm) auquel une couche monomoléculaire d'aminopropylsilane a été lié chimiquement²²

Températures

Colonne : 30 °C

Détecteur : 30 °C

Débit : 1,3 mL/min

Volume d'injection : 10 µL

Analyse : Injecter séparément la *solution standard* et la *solution échantillon* dans le chromatographe et enregistrer les chromatogrammes. Déterminer le pic

²¹2001/110/EC Annexe II, point 6a.

²² Colonne HPLC Supelcosil LC-NH₂, ou équivalent

de chaque analyte, puis calculer séparément le taux de fructose, glucose, et saccharose présent dans le miel, en g/100 g :

$$\text{Résultat} = [(A_1 \times V_1 \times m_1) \times 100] / (A_2 \times V_2 \times m_0)$$

A_1 = pic de l'analyte étudié, tel que déterminé par le chromatogramme de la *solution échantillon*

V_1 = volume total de la *solution échantillon* (mL)

m_1 = poids de l'échantillon de miel homogénéisé (g)

A_2 = pic de l'analyte étudié, tel que déterminé par le chromatogramme de la *solution standard*

V_2 = volume total de la *solution standard* (mL)

m_0 = poids du sucre dans le volume total de la *solution standard* (g)

Critère d'acceptation

Fructose + glucose

Miel de fleurs NLT 60 g/100 g

Miel de miellat, pur ou mélangé à du miel de fleurs NLT 45 g/100 g

Saccharose

Miels de faux acacia (*robinia pseudoacacia*), luzerne (*medicago sativa*), banksia (*banksia menziesii*), chèvrefeuille (*hedysarum spp.*), gommier rouge (*eucalyptus camadulensis*), eucryphia (*eucryphia lucida*, *eucryphia milliganii*), citrus spp. : PPQ 10 g/100 g

Miels de lavande (*lavendula spp.*), bourrache (*borago officinalis*) : PPQ 15 g/100 g

Miel d'autres sources : PPQ 5 g/100 g

CONSIDERATIONS SUPPLEMENTAIRES

Pureté du miel et authenticité

Le miel pur et authentique n'est pas modifié, et son origine florale et géographique correspond à la déclaration présente sur l'étiquette. A cette date, il n'existe pas de méthode d'analyse unique et universelle pour détecter tous les types de modifications avec une sensibilité adéquate. Ainsi, une approche combinée à l'aide de méthodes analytiques de pointe, ciblées ou non, est considérée comme la meilleure méthode pour détecter les modifications du miel. Les laboratoires peuvent employer les méthodes de référence décrites ci-dessus ou employer des méthodes alternatives dont il a été prouvé qu'elles donnent des résultats similaires. Ces méthodes alternatives doivent être validées en référence à de la littérature scientifique publiée ou par participation fructueuse à des programmes de tests de compétences reconnus ou par tests de comparaisons inter-laboratoires tels que décrits dans la norme ISO 17025. Le choix de la combinaison pertinente de méthodes de test à utiliser doit être le résultat d'une évaluation des risques détaillée prenant en compte les informations disponibles quant à l'origine du produit, l'histoire des cas de modification du miel de cette provenance, les statistiques des mouvements commerciaux, et les modes de production et de modification utilisés dans les régions ou pays d'origine les plus communs. L'évaluation des risques et la pertinence des méthodes de test employées doivent être revues et vérifiées de manière périodique en accord avec les dernières avancées scientifiques. Les méthodes/laboratoires accrédités devraient toujours être employés. Les tests suivants présentent différentes manières de vérifier que les informations données sur l'étiquette sont correctes. Une expertise continue dans l'interprétation des résultats combinés dans le contexte de la fraude au miel est conseillée.

• ORIGINE BOTANIQUE ET/OU GEOGRAPHIQUE

Si une origine botanique est donnée sur l'étiquette, le produit issu des abeilles doit venir entièrement ou principalement de la source indiquée et posséder les caractéristiques organoleptiques, physique-chimiques, et microscopiques de la source. Si une origine régionale, territoriale, ou topographique du miel est donnée sur l'étiquette, le miel doit provenir entièrement du lieu indiqué.

[NOTE—Un mélange fait par l'homme de miel monofloral avec un ou d'autres miel(s) doit être indiqué sur l'étiquette. Un tel mélange de miel peut être étiqueté en indiquant les variétés individuelles majeures, mais ne peut être étiqueté en indiquant uniquement le composant majeur du mélange.]

- La méliissopalynologie,²³ combinée aux propriétés organoleptiques et aux marqueurs spécifiques, est recommandée pour vérifier l'origine ou les origines déclarées du miel non filtré.
- Le profilage de la résonance magnétique nucléaire (RMN)^{24, 25, 26, 27} peut être employé pour l'authentification d'une origine unique déclarée pour laquelle une statistique de RMN existe dans les bases de données employées par les laboratoires exécutifs.
- [NOTE—D'autres méthodes pourraient également être rendues disponibles pour des problèmes spécifiques ou en supplément des méthodes mentionnées ci-dessus.]

• SUCRES ETRANGERS

Les sucres étrangers (par exemple la dilution délibérée du miel avec des sirops sucrés, de mauvaises pratiques d'apiculture en termes d'alimentation artificielle, des abeilles butinant des sources de sucre autre que du nectar ou du miellat) ne devraient pas être présents dans le miel si ce n'est à un niveau qui ne peut être techniquement évité (par exemple, de petits résidus inévitables du fait de l'alimentation artificielle des abeilles pendant la saison hors production afin d'éviter l'inanition.)

Prises individuellement, ces méthodes ne sont pas capables de détecter l'entière des agents et modes de modification du miel actuellement en usage sur le marché. La meilleure pratique est d'appliquer plus d'une méthode, et potentiellement toutes, selon l'origine et l'analyse des risques pour la région. Selon le type et la sophistication des sirops modifiants, certaines des méthodes ci-dessous ne sont pas capables de détecter les modifications, ou ne peuvent les détecter qu'à hauteur de 30 %-40 %. Cette approche combinée peut inclure, mais n'est pas limitée à :

- 13test isotopique de carbone C stable, analyseur élémentaire-spectrométrie de masse à rapport isotopique (EA-IRMS), usage des méthodes analytiques suivantes selon la méthode AOAC 998.12²⁸ (AOAC, 2019) ou la spectrométrie de masse isotopique de chromatographie liquide (LC-IRMS)^{29, 30} pour déterminer les valeurs $\delta^{13}\text{C}$ de la protéine du miel, les échantillons de masse, et les composants sucrés individuels tel que le fructose, le glucose, les di-, tri-, et oligosaccharides.
- Le profilage ^1H RMN (détection des sucres étrangers et vérification de l'origine déclarée).^{24, 25, 26, 27}
- Le profilage LC-HRMS pour les marqueurs de sucre de sirop (multiméthode).^{31, 32}
- Des méthodes individuelles ciblées pour la détection de marqueurs de modifications spécifiques, incluant

mais non limité à : les marqueurs de molécules du sirop de riz et de betterave sucrée, les oligosaccharides de miel étranger issu de dégradation d'amidon incomplète, et les activités enzymatiques étrangères au miel.³³

▲ 35 (FCC 12)

²³ Ohe von der, K., L. Persano Oddo, M. Piana, M. Morlot, and P. Martin, 2004. « Harmonized methods of melissopalynology. » *Apidologie*, 35:518-525. 24 Bertelli, D., M. Lolli, G. Papotti, L. Bortolotti, G. Serra, and M. Plessi, 2010. « Detection of honey adulteration by sugar syrups using one-dimensional and two-dimensional high-resolution nuclear magnetic resonance. » *J. Agric. Food Chem.* 58:8495-501.

²⁵ Spiteri, M., E. Jamin, F. Thomas, A. Rebours, M. Lees, K. Rogers, D. Rutledge, 2015. « Fast and global authenticity screening of honey using 1H-NMR profiling. » *Food Chem.* 189:60-66.

²⁶ Schwarzingler, S., B. Kämpf, F. Brauer, and P. Rösch, 2015. « Food fraud: Testing honey with NMR-profiling. » *New Food*. Disponible à l'adresse : <https://www.newfoodmagazine.com/article/21381/food-fraud-testing-honey-with-nmr-profiling/>.

²⁷ Schwarzingler, S., 2017. « Large Scale Screening of Food Products for Quality and Authenticity. » Pour : *Modern Magnetic Resonance*. Springer, 2nd Ed., online (12/2017) doi: 10.1007/978-3-319-28275-6_91-1.

²⁸ AOAC, 2019. Official Methods of Analysis of AOAC International, 21st edition, dans : G. Latimer Jr. (Ed.). AOAC International. Rockville, MD, USA. 29 Cabañero, A., J. Recio, and M. Rupérez, 2006.

« Liquid Chromatography Coupled to Isotope Ratio Mass Spectrometry: A New Perspective on Honey Adulteration Detection. » *J. Agric. Food Chem.* 54:9719-9727.

³⁰ Elflein, L. and K-P. Raezke, 2008. « Improved detection of honey adulteration by measuring differences between ¹³C/¹²C stable carbon isotope ratios of protein and sugar compounds with a combination of elemental analyzer— isotope ratio mass spectrometry and liquid chromatography— isotope ratio mass spectrometry ($\delta^{13}\text{C}$ -EA/LC-IRMS). » *Apidologie*, 39:574-587.

³¹ Du B., L. Wu, X. Xue, L. Chen, Y. Li, J. Zhao, and W. Cao, 2015. « Rapid screening of multiclass syrup adulterants in honey by ultra-high performance liquid chromatography/quadrupole time-of-flight mass spectrometry. » *J. Agric. Food Chem.* 63:6614-23.

³² Senyuva, H., V. Gökmen, and E. Sarikaya, 2015. « Future perspectives in Orbitrap-high-resolution mass spectrometry in food analysis: a review, 2015. » *Food Addit. Contam. Partie A* 32:1568-606.

³³ Voir par exemple, Soares, S., J. Amaral, M. Oliveira, and I. Mafra, 2017. « A Comprehensive Review on the Main Honey Authentication Issues: Production and Origin. » *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 16:1072- 1100.

Effectif