LA PASTEURISATION DES MIELS

M. GONNET, P. LAVIE et J. LOUVEAUX

*Station expérimentale d'Apiculture,
Centre de Recherches agronomiques du Sud-Est, Montfavet (Vaucluse)
Station de Recherches sur l'Abeille et les Insectes sociaux,
Bures-sur-Yvette (Seine-et-Oise)*

SOMMAIRE

La pasteurisation des miels est une opération courante dans plusieurs pays et notamment au Canada et aux États-Unis. Les auteurs ont utilisé les installations de la miellerie expérimentale de l'I. N. R. A. en vue de déterminer l'intérêt de cette technique pour l'apiculture française. De nombreuses mesures et analyses ont permis d'évaluer avec précision les modifications physico-chimiques et biologiques qu'elle fait subir aux miels en fonction de leur origine et de leur composition.

INTRODUCTION

Selon les estimations les plus dignes de foi, la consommation du miel atteint en France environ 20 millions de kg, soit, en gros, 500 g par personne et par an. Ce n'est donc pas un produit de première nécessité mais il est recherché pour sa supériorité sur le sucre ordinaire tant du point de vue gustatif que du point de vue diététique. Son arôme, son parfum et le fait qu'il renferme surtout des sucres simples d'assimilation facile font que, malgré son prix, un vaste public en fait une consommation régulière.

Une augmentation progressive de la consommation est souhaitée par l'ensemble des producteurs et il semble qu'elle soit assez facilement réalisable moyennant un effort publicitaire, mais on ne peut espérer la maintenir ensuite de façon durable que si, parallèlement à cet effort, on procède à une amélioration de la qualité des produits offerts au public. Or, une enquête effectuée il y a quelques années à Paris (BORNECK, LOUIS et LOUVEAUX, 1959) a montré qu'il restait beaucoup à faire dans

ce domaine et que beaucoup de miels commercialisés dans la capitale étaient de qualité très médiocre. C'est pourquoi, vers la même époque, nous avons entrepris d'étudier de façon systématique les méthodes permettant d'améliorer la qualité et la présentation des miels. La miellerie expérimentale que l'I. N. R. A. installait à la Station d'Apiculture du C. R. A. du Sud-Est nous apportait les moyens matériels nécessaires à cette étude. Ce sont les résultats essentiels obtenus depuis quatre ans que nous présentons dans ce mémoire qui fait suite à celui que nous avons publié dans cette même revue (LAVIE et LOUVEAUX, 1961) pour exposer notre programme de recherches et décrire nos moyens de travail.

Pour discuter valablement de l'amélioration de la qualité des miels, il convient tout d'abord de définir les principes en fonction desquels nous entendons travailler, ce qui nous amène à préciser les critères utilisés pour juger de la qualité du miel.

Indiquons tout d'abord que nous ne prenons en considération que les facteurs de la qualité qui sont sous la dépendance du travail du producteur ou du transformateur. Ceci revient à dire que nous mettons sur un pied d'égalité tous les miels naturels bien que, selon leur origine florale, ils présentent des caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques variables qui font qu'ils sont plus ou moins appréciés du consommateur.

On peut, à notre avis, définir comme un miel de bonne qualité un miel dont la teneur en eau n'excède pas 18,5 p. 100. qui ne contient pas de particules solides étrangères d'une taille supérieure à $0,2 \times 0,2 \times 0,2$ mm, dont le culot de centrifugation n'excède pas 0,35 ml par kg mais qui contient cependant du pollen en quantité normale (au moins 2 000 grains par gramme pour les miels les plus pauvres), qui ne présente aucun signe de fermentation ni aucun goût ou odeur parasite. Il doit se présenter sous un aspect physique défini, soit liquide, soit finement cristallisé. Il ne doit pas présenter les signes d'un chauffage excessif (en valeur absolue et en durée) c'est-à-dire que sa teneur en hydroxyméthylfurfural (H.M.F.) doit rester inférieure à 40 $\mu\text{g/g}$ et que l'amylase ne doit pas être détruite.

Les critères que nous venons d'énumérer nous semblent, dans l'état actuel de nos connaissances, parfaitement suffisants pour définir un produit sain, propre, stable et d'aspect agréable. Sous réserve qu'il provienne de plantes fournissant un bon nectar, il doit satisfaire les consommateurs les plus exigeants. Il peut être produit dans toute exploitation apicole travaillant avec un outillage rationnel. En effet, la teneur en eau peut être ajustée par passage des hausses en chambre chaude avant l'extraction et une propreté rigoureuse peut être obtenue par passage du miel sur des filtres très ordinaires.

Si tout apiculteur soigneux et bien outillé peut, en principe et sans difficulté technique importante préparer un miel de bonne qualité, il n'en est pas de même pour la coopérative ou pour l'industriel qui doivent travailler sur des produits de qualité variable et souvent médiocre. La préparation de gros tonnages d'un miel de qualité homogène pose des problèmes difficiles à résoudre et il est certain qu'ils ne peuvent être abordés qu'avec des méthodes appropriées. Ce sont ces méthodes, applicables essentiellement au stade du conditionnement par grosses quantités, que nous avons étudiées car ce sont elles qui, en fin de compte, conditionnent une amélioration substantielle de la qualité moyenne des miels du commerce.

Toutes ces considérations nous ont amenés à concevoir l'unité expérimentale de conditionnement du miel que nous avons installée à Montfavet comme l'outil

répondant aux besoins de l'entreprise moyenne traitant quelques centaines de tonnes par an. L'emploi du pasteurisateur à plaques à fonctionnement continu, courant en Amérique du Nord, nous est apparu de prime abord comme la solution idéale pour l'obtention de miels répondant aux normes de qualité que nous nous sommes fixées, notamment en ce qui concerne la stabilité de l'état physique et l'absence de fermentation. L'examen des résultats obtenus jusqu'ici nous montrera si nos vues étaient justes et si l'industrie du miel peut s'orienter vers son emploi systématique sans inconvénient grave.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Après avoir rappelé brièvement les caractéristiques du pasteurisateur utilisé à Montfavet sans insister sur les conditions d'emploi précédemment décrites, nous indiquerons quelles sont les modifications que nous lui avons apportées depuis la rédaction de notre mémoire de 1961 (LAVIE et LOUVEAUX). Nous examinerons ensuite les caractéristiques des miels utilisés, puis les méthodes de prélèvement et d'analyse.

A. — MATÉRIEL

1^o) *Le pasteurisateur*

Le pasteurisateur de la miellerie expérimentale de Montfavet est un appareil à plaques de marque A. P. V. utilisé ordinairement en laiterie et ne comportant aucune modification de principe. Etant conçu comme un appareil expérimental, il comporte des dispositifs permettant de faire varier à volonté la température du circuit d'eau chaude et du circuit d'eau froide, le débit de la pompe à miel et le volume du circuit de chambreur. En agissant sur ces deux derniers facteurs, il est possible de réaliser un grand nombre de combinaisons et de faire varier très largement le débit horaire. Les contrôles de température peuvent être effectués sur tous les points importants de l'installation. La température de pasteurisation fait l'objet d'un enregistrement continu (fig. 1). La pression du miel en aval de la pompe principale est constamment connue ; un pressostat limite sa valeur maximum compatible avec la résistance et l'étanchéité des canalisations, lesquelles sont en pyrex, ce qui permet de suivre sans difficulté la marche des opérations. Les prélèvements d'échantillons avant et après pasteurisation sont rendus possibles par des robinets convenablement placés.

Depuis 1961, nous avons procédé à un certain nombre d'aménagements. C'est ainsi que la température de l'eau de refroidissement est désormais réglée automatiquement par thermostat et vanne électromagnétique. On a donc supprimé la commande manuelle insuffisamment précise et susceptible de dérèglements inopinés. Le dispositif d'admission de la vapeur dans le circuit d'eau chaude a été complété par un manomètre mieux adapté et une commande directe. Un filtre à maille de 3/10 mm a été installé en amont du pasteurisateur et un manchon métallique à maille de 2/10 mm a été placé dans le chambreur ; un manchon supplémentaire élimine à la sortie de l'appareil les dernières impuretés avant la mise en pot. Enfin, un débitmètre a été installé sur la canalisation d'amenée du miel, ce qui permet de connaître par lecture directe, et non plus par le calcul, le débit de l'appareil. Il en résulte une grande simplification du réglage de la pompe d'alimentation.

Toutes ces modifications sont intervenues progressivement et ce n'est qu'en 1963 que nous en avons bénéficié en totalité. Avant cette date, nous avons travaillé dans des conditions sensiblement moins favorables mais qui ne modifient en rien la valeur de l'expérimentation, sauf en ce qui concerne la filtration. Mais nous en tiendrons compte au moment de la discussion des résultats.

2^o) *Les miels utilisés*

L'expérimentation dont nous apportons ici les résultats porte sur 15 000 kg de miel environ. Aucun essai n'a porté sur moins de 500 kg. Au total, 22 opérations de pasteurisation ont été effectuées. Le tableau 1 donne les principales caractéristiques de chaque lot. Signalons cependant que cinq

FIG. 1.

*Diagramme d'enregistrement de la température du miel au cours de la pasteurisation.
On notera la très grande régularité du tracé.*

essais de 1961 ont été réalisés avec des miels qui n'ont pas été récoltés par la Station de Montfavet mais qui provenaient d'une coopérative des Landes.

Du point de vue des origines florales, on peut distinguer trois groupes :

- groupe A : miel à dominance de Lavande ;
- groupe B : miel à dominance de Bruyère ;
- groupe C : miel à dominance de Robinier faux-acacia.

B. — MÉTHODES

1^o) Pasteurisation

Tous les essais ont été effectués dans les conditions normales d'utilisation industrielle de l'appareillage. On a fait varier d'un essai à l'autre la température (65° — 70° — 78°) et le temps de chambrage (2 à 15 minutes).

TABLEAU I

	Références des échantillons	Année de récolte	Origine florale	Aire de production	Traitements subis avant pasteurisation	Observations
Groupe A	40/61	1961	Lavande Châtaignier	Plateau de Vaucluse-Crau		Mélange de la récolte 1961
	59/62	1962			Décantation de 15 jours à 35°C	Le lot 61/62 a été extrait de cadres de corps de ruche et non de cadres de hausses
	60/62					
	61/62					
	62/62					
	101/63	1963	Lavande Lavandin	Plateaux de Basse Drôme et de Vaucluse	Décantation de 8 jours à 35°C	
	102/63					
	103/63					
	104/63					
	105/63					
	106/63					
	107/63					
	108/63					
	109/63					
Groupe B	43/61	1960	Bruyère cendrée (<i>Erica cinerea</i>)	Région Lanaise	Conservés à 4°C de 1960 à 1961, tous ces miels ont été refondus en fûts de 300 kg	Nombreuses impuretés (miel mal décanté)
	44/61					
	45/61					
	51/61					
	52/61					
Groupe C	92/63	1963	Acacia	Isère	Décantation de 8 jours à 35°C	
	93/63					
	94/63					

2°) *Prélèvement et conservation des échantillons*

Les prélèvements sont faits avant pasteurisation au moyen d'un robinet situé à l'entrée de l'échangeur de température et après pasteurisation à l'extrémité libre du circuit. Le temps qui s'écoule entre les deux prélèvements est égal au temps de chambrage. On a ainsi la certitude que les deux échantillons sont très sensiblement comparables. On prélève 18 échantillons de 500 g au cours de chaque essai. Ces échantillons sont répartis comme suit :

- 4 échantillons pasteurisés conservés à 14°,
- 4 échantillons non pasteurisés conservés à 14°,
- 4 échantillons pasteurisés conservés à la température ordinaire du laboratoire,
- 4 échantillons non pasteurisés conservés à la température ordinaire du laboratoire,
- 1 échantillon pasteurisé et

1 échantillon non pasteurisé sont réservés aux contrôles immédiats. Tous les prélèvements sont faits en pots de verre soigneusement lavés, rincés à l'eau distillée et séchés à l'étuve. Les pots sont ensuite bouchés hermétiquement.

3°) *Analyses et contrôles divers*a) *Cristallisation.*

Pour apprécier la recristallisation, nous utilisons la méthode de WHITE *et al.*, (1962) à peine modifiée, c'est-à-dire que nous nous servons de l'échelle suivante comportant des notes de 0 à 10 :

- 0 — liquide limpide,
- 1 — quelques cristaux épars,
- 2 — trouble léger homogène,
- 3 — trouble prononcé homogène,
- 4 — couche de cristaux de 2 à 5 mm d'épaisseur au fond du récipient et formation de cristaux dans la masse,
- 5 — couche de cristaux de 6 à 12 mm d'épaisseur au fond du récipient et formation de cristaux dans la masse,
- 6 — cristallisation de 25 p. 100 de la masse du miel,
- 7 — cristallisation de 50 p. 100 de la masse du miel,
- 8 — cristallisation de 75 p. 100 de la masse du miel,
- 9 — cristallisation complète souple et fine,
- 10 — cristallisation complète dure et grossière.

b) *Coloration.*

Nous utilisons pour la mesure de la coloration un spectrophotomètre Jouan « Spectral-Junior » travaillant dans une bande spectrale allant de 350 à 750 m μ avec une largeur de bande de 7 m μ . Les cuves sont des cuves parallélépipédiques de 10 mm d'épaisseur. Dix grammes de miel introduits dans des tubes à centrifugation sont portés à l'étuve à 70° pendant 30 minutes. Ce réchauffage est indispensable pour obtenir la refonte totale des cristaux de glucose. Une centrifugation de 5 minutes à 2 500 t/mn élimine toutes les bulles d'air. Le miel liquide et limpide est transvasé dans la cuve du photomètre. La lecture de la densité optique est faite sous 450 m μ pour les miels clairs ⁽¹⁾ et sous 550 m μ pour les miels foncés. Bien entendu, le même traitement s'applique à tous les échantillons même s'ils ne présentent aucune trace de cristallisation.

c) *Indice de réfraction.*

Les mesures sont faites au réfractomètre Abbé (marque Zeiss). La teneur en eau est obtenue en utilisant les tables de CHATAWAY (1954). Les corrections de température nécessaires sont effectuées.

d) *pH.*

La mesure du pH est faite au moyen d'un pH-mètre « Methrom » E 196 S à électrode de verre. On utilise une solution de miel à 10 p. 100 dans l'eau distillée bouillie et refroidie.

(1) De 0 à 0,60 D° sous 450 m μ , un miel est considéré comme clair.

e) *Teneur en sucres.*

Le dosage iodométrique du glucose est effectué selon la méthode de BOUGAULT (1917). Nous travaillons sur une solution de miel à 1 p. 100 et avec une prise d'essai de 10 ml. Les résultats sont exprimés en g de glucose pour 100 grammes de miel.

On détermine le rapport glucose/eau (G/E) défini par AUSTIN (1956) qui permet de prévoir assez bien la rapidité de recristallisation d'un miel. Les rapports inférieurs ou égaux à 1,70 correspondent à des miels à recristallisation très lente. Les rapports égaux ou supérieurs à 2 correspondent à des miels à recristallisation rapide.

La chromatographie de partage sur papier nous a permis d'effectuer un contrôle qualitatif des sucres. Nous avons utilisé la méthode de MAURIZIO (1959) et nous avons employé une cuve pour chromatographie descendante Shandon et du papier Wathman n° 1.

f) *Teneur en acides.*

Nous dosons l'acidité libre, les lactones et l'acidité totale par la méthode de WHITE *et al.*, (1958). Les résultats sont exprimés en méq/kg de miel.

g) *Hydroxyméthylfurfural (H.M.F.).*

L'H.M.F. est dosé par la méthode colorimétrique qualitative et quantitative mise au point par l'un d'entre nous (GONNET, 1963). Les résultats sont exprimés en μg par g de miel.

h) *Invertase.*

GONTARSKI (1957) a adapté la microméthode de dosage du glucose de HAGEDORN et JENSEN (1923) pour évaluer la teneur en gluco-invertase des miels. C'est cette méthode que nous avons retenue pour nos analyses. Les résultats sont exprimés en mg de saccharose interverti en 2 heures par la diastase contenue dans 50 mg de miel.

i) *Amylase.*

La méthode que nous avons choisie est celle de SHADE, MARSCH et ECKERT (1958). Les résultats sont exprimés en ml d'amidon (solution à 1 p. 100) hydrolysé en une heure par la diastase contenue dans 1 g de miel.

j) *Inhibine.*

Le dosage de l'inhibine, mis au point par DOLD et WITZENHAUSEN (1955) et repris par GONNET et LAVIE (1960) a été appliqué sans modification. La souche bactérienne de référence est *Bacillus subtilis* CARON. Les lectures sont effectuées 24 heures après l'ensemencement et les résultats sont exprimés par une note de 0 à 5 avec une approximation de 0,25.

k) *Fermentation.*

Nous avons mis au point et utilisé pour quelques échantillons un test qui permet de reconnaître si un miel contient ou non des microorganismes vivants susceptibles de le faire fermenter. On introduit de petites quantités de miel dans des flacons stériles et on les dilue avec de l'eau stérile jusqu'à des teneurs en eau allant de 20 à 40 p. 100. Les flacons bouchés avec un tampon d'ouate stérile sont portés à l'étuve à 25°. On observe le développement des levures qui se traduit par un trouble de la solution et un dégagement gazeux.

PRINCIPAUX RÉSULTATS

La présentation des principaux résultats obtenus a nécessité de notre part l'établissement d'un certain nombre de tableaux qui feront l'objet d'un bref commentaire. Tous les dosages et toutes les notations ont été faits selon les principes exposés au chapitre matériel et méthodes. Il conviendra donc de se reporter à ce chapitre pour la compréhension des résultats. On consultera également le tableau 1 qui regroupe toutes les données relatives aux différents miels utilisés.

1) *Cristallisation* (tabl. 2).

Miels du groupe A. — Il s'agit de miels de Lavande et Lavandin à cristallisation rapide (voir le rapport G/E au tableau 4) ainsi qu'en témoigne le comportement des échantillons témoins. Malgré cette facilité de cristallisation, une pasteurisation à 78° pendant 6 à 8 minutes est suffisante pour le maintien de l'état liquide pendant 6 mois lorsque la température de conservation est de 14°, et pendant

TABLEAU 2

Références des échantillons	Température de pasteurisation (°C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)	Température de conservation des miels (°C)	Temps de conservation											
				État initial	1 mois	2 mois	3 mois	4 mois	5 mois	6 mois	8 mois	10 mois	12 mois	15 mois	
Groupe A															
103/63	78	5.24.	14	Témoins Pasteurisés	0 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 1		
			env. 20	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 0		
61/62	78	6.28.	14	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	3 0	8 0	8 0	8 1	8 1	8 1	8 2
			env. 20	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	3 0	8 0	8 0	8 0	8 0	8 1	8 1
60/62	78	6.33.	14	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 1	10 1	10 1	10 2
			env. 20	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 1	10 1
40/61	78	8.00.	14	Témoins Pasteurisés	0 0	3 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 1	9 4	9 4	9 6
			env. 20	Témoins Pasteurisés	0 0	3 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 0	9 1
62/62	78	8.40.	14	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 1	10 1	10 1	10 2
			env. 20	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 1
102/63	78	9.48.	14	Témoins Pasteurisés	0 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 1	10 2	10 3		
			env. 20	Témoins Pasteurisés	0 0	2 0	3 0	3 0	10 0	10 0	10 0	10 0	10 0		

TABLEAU 2 (suite)

[illegible]

10 à 12 mois lorsqu'elle est de 20° environ. Les miels ayant gardé l'état liquide pendant un an à la température de 20° sont ceux qui ont été chauffés 8 minutes ou plus. Au bout de 15 mois de conservation, on ne note encore que quelques cristaux épars. Les essais effectués à 65° montrent que cette température ne permet guère, même avec un temps de chauffage assez long, d'obtenir de bons résultats. Un début de recristallisation se manifeste généralement vers le 3^e mois.

Miels du groupe B. — Il s'agit de miels de Bruyère (*Erica cinerea*) récoltés dans les Landes et qu'il n'a pas été possible d'épurer convenablement avant la pasteurisation. Dans le cas le plus favorable, on ne dépasse pas 5 mois de conservation à l'état liquide, ce qui peut être considéré comme un échec. Cet échec est nettement imputable aux impuretés trop nombreuses qui ont pu jouer le rôle de noyaux de recristallisation.

Miels du groupe C. — Ces miels sont, par opposition à ceux du groupe A des miels à cristallisation lente. On ne pourra juger des résultats qu'après plus d'un an de conservation.

2) Coloration (tabl. 3).

On ne note aucune modification de la coloration des miels, quels qu'ils soient, sous l'influence de la pasteurisation tout au moins dans la limite de sensibilité de notre appareillage. C'est dire qu'il est impossible de noter une prise de coloration décelable à l'œil.

3) Teneur en eau (tabl. 3).

Il ressort nettement de la lecture des résultats obtenus qu'on ne peut noter aucune modification systématique de la teneur en eau sous l'influence de la pasteurisation.

4) *pH* (tableau 3).

Le pH des miels n'est pas affecté par la pasteurisation. Les quelques variations observables, d'ailleurs très faibles, sont de toute évidence dues au hasard.

5) Acidité (tabl. 3).

Les quelques variations dans l'acidité totale, l'acidité libre et les lactones que l'on constate à la suite de la pasteurisation se font aussi bien dans le sens d'une augmentation que d'une diminution. Elles sont vraisemblablement en rapport avec la méthode de dosage utilisée ou avec l'hétérogénéité résiduelle des échantillons.

6) *H. M. F.* (tabl. 3).

Lorsqu'il y a modification de la teneur en H.M.F., elle se fait toujours dans le sens d'une augmentation. Celle-ci atteint au maximum 5,5 µg/g pour les échantillons 61/62 et 43/61. On peut donc la considérer comme pratiquement négligeable.

7) Sucres (tabl. 4).

Les dosages de glucose avant et après pasteurisation montrent qu'il peut y avoir une très légère modification de la teneur en glucose de certains miels. Outre que cette modification est très faible, on notera qu'il est impossible de dégager un rapport net entre l'évolution et une caractéristique donnée du miel. Par ailleurs,

TABLEAU 3

Références des échantillons	Température de pasteurisation (°C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)		Couleur en D° sous 450 m μ	Indice de Réfraction	Teneur en eau (%)	pH	Acidités méq/kg			HMF (μ g/g)
								Acidité libre	Lactones	Acidité totale	
(Groupe A)											
103/63	78	5 · 02 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 925 1,4 925	17,60 17,60	3,55 3,55	26,25 26	17,50 17	43,75 43	15 16
61/62	78	6 · 28 ·	Témoins Pasteurisés	0,60 0,60	1,4 964 1,4 964	16,05 16,05	3,90 3,85	21,75 21,75	9,75 9	31,50 30,75	27,8 33
60/62	78	6 · 33 ·	Témoins Pasteurisés	0,37 0,37	1,4 965 1,4 965	16 16	3,70 3,70	18,75 17,75	10 10,75	28,75 28,50	20,5 20,5
40/61	78	8 · 00 ·	Témoins Pasteurisés		1,4 957 1,4 957	16,35 16,35	4,05 4,05	30,50 30,50	12 12	42,50 42,50	14,5 15,6
62/62	78	8 · 40 ·	Témoins Pasteurisés	0,46 0,46	1,4 967 1,4 967	15,90 15,90	3,75 3,70	19 20	10 9	29 29	19 19
102/63	78	9 · 48 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 925 1,4 923	17,60 17,70	3,55 3,55	26,25 26,50	17,50 17,50	43,75 44	15 16
101/63	78	14 · 10 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 925 1,4 922	17,60 17,70	3,55 3,55	26,25 27,50	17,50 18,50	43,75 46	15 16
106/63	70	5 · 24 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 921 1,4 922	17,75 17,70	3,55 3,55	26,25 27,25	17,50 17	43,75 44,25	15 15
105/63	70	10 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 921 1,4 922	17,75 17,70	3,55 3,55	26,25 25,50	17,50 18,50	43,75 44	15 15
104/63	70	15 · 18 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 921 1,4 923	17,75 17,70	3,55 3,55	26,25 26,25	17,50 17,25	43,75 43,50	15 16
109/63	65	5 · 23 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 922 1,4 922	17,70 17,70	3,55 3,55	26,25 26,25	17,50 17	43,75 43,25	15 15
108/63	65	9 · 30 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 922 1,4 922	17,70 17,70	3,55 3,55	26,25 27	17,50 18	43,75 45	15 15
59/62	65	13 · 47 ·	Témoins Pasteurisés	0,37 0,39	1,4 967 1,4 966	15,90 15,95	3,65 3,60	18,50 18,25	10,50 10,75	29 29	22,7 22,7
107/63	65	14 · 10 ·	Témoins Pasteurisés	0,36 0,36	1,4 922 1,4 921	17,70 17,75	3,55 3,55	26,25 26,50	17,50 17,75	43,75 44,25	15 15

TABLEAU 3 (*suite*)

Références des échantillons	Température de pasteurisation (°C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)		Couleur en D° sous 450 mμ	Indice de Réfraction	Teneur en eau (%)	pH	Acidités méq/kg			HMF (μg/g)
								Acidité libre	Lactones	Acidité totale	
(Groupe B)											
52/61	78	2 · 19 ·	Témoins	0,41	1,4 925	17,60	3,90	37	25	62	22,7
			Pasteurisés	0,39	1,4 925	17,60	3,90	36,75	24,50	61,25	22,7
51/61	78	3 · 18 ·	Témoins	0,42	1,4 922	17,70	3,90	36,50	26	62,50	18,2
			Pasteurisés	0,40	1,4 922	17,70	3,90	35,75	26,50	62,25	20,4
43/61	78	5 · 20 ·	Témoins	0,43	1,4 905	18,40	3,80	38,25	24,50	62,75	25
			Pasteurisés	0,42	1,4 910	18,20	3,80	38	26,50	64,50	30,5
44/61	78	7 · 20 ·	Témoins	0,41	1,4 920	17,80	3,90	37	25,25	62,25	20,5
			Pasteurisés	0,41	1,4 920	17,80	3,90	37,50	25,50	63	22,7
45/61	78	14 · 00 ·	Témoins	0,42	1,4 922	17,70	3,90	37	25,50	62,50	25
			Pasteurisés	0,41	1,4 922	17,70	3,90	37,25	24,50	61,75	25
(Groupe C)											
94/63	78° C	6 · 50 ·	Témoins	0,24	1,4 941	16,95	4,10	15,75	11	26,75	17
			Pasteurisés	0,24	1,4 941	16,95	4,10	16,25	11	27,25	19,5
93/63	70° C	9 · 50 ·	Témoins	0,24	1,4 941	16,95	4,10	15,75	11	26,75	17
			Pasteurisés	0,24	1,4 940	17	4,10	16	10,50	26,50	19,5
92/63	65° C	10 · 20 ·	Témoins	0,24	1,4 941	16,95	4,10	15,75	11	26,75	17
			Pasteurisés	0,24	1,4 942	16,90	4,10	16	10,50	26,50	19,5

les contrôles opérés par chromatographie sur papier n'ont pas permis de déceler de changement dans la composition en sucres des miels sous l'influence de la pasteurisation.

8) *Invertase* (tabl. 5).

La pasteurisation du miel provoque toujours une chute importante de l'activité de l'invertase. Cette chute est en rapport direct avec la température de pasteurisation et, d'une manière moindre, avec le temps de pasteurisation (fig. 2). On note en effet que la perte d'activité est toujours plus forte à 78° qu'à 70° ou 65°, ce qui est logique. Par contre, on constate que tous les miels ne réagissent pas de la même façon ; il semble que la perte d'invertase soit d'autant plus importante que l'acidité totale est plus forte. La teneur en eau et le pH peuvent également jouer un rôle.

TABLEAU 4

Références des échantillons	Température de pasteurisation (°C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)		Teneur en glucose	Rapport G/E
<i>(Groupe A)</i>					
103/63	78	5 · 24 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,30	1,91 1,89
61/62	78	6 · 28 ·	Témoins Pasteurisés	34,95 34,95	2,18 2,18
60/62	78	6 · 33 ·	Témoins Pasteurisés	36,35 36,35	2,27 2,27
40/61	78	8 · 00 ·	Témoins Pasteurisés		
62/62	78	8 · 40 ·	Témoins Pasteurisés	36,35 36,35	2,28 2,28
102/63	78	9 · 48 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,50	1,91 1,89
101/63	78	14 · 10 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,30	1,91 1,88
106/63	70	5 · 24 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,20	1,91 1,88
105/63	70	10 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,30	1,91 1,89
104/63	70	15 · 18 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,40	1,91 1,89
109/63	65	5 · 23 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,50	1,91 1,89
108/63	65	9 · 33 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,30	1,91 1,89
59/62	65	13 · 47 ·	Témoins Pasteurisés	35,45 35,90	2,22 2,25
107/63	65	14 · 10 ·	Témoins Pasteurisés	33,95 33,50	1,91 1,89
<i>(Groupe C)</i>					
94/63	78	6 · 50 ·	Témoins Pasteurisés	29,95 29,80	1,77 1,76
93/63	70	9 · 50 ·	Témoins Pasteurisés	29,95 29,90	1,77 1,76
92/63	65	10 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	29,95 29,60	1,77 1,75

9) *Amylase* (tabl. 5).

On constate que l'amylase est beaucoup moins sensible à l'élévation de température que l'invertase. Pour atteindre une perte d'activité de l'ordre de 50 p. 100, il faut chauffer à 78°. Pour un même miel, l'inactivation partielle de l'amylase est en rapport avec la température et le temps de pasteurisation (fig. 3). Pour des miels

TABLEAU 5

Réf. des échant.	Temp. de past. (°C)	Temps de past. (en min.) et sec.)		Invertase		Amylase		Inhibine
				mg sacch. invertisés	Perte (%)	ml amidon hydrolysés	Perte (%)	Note
(Groupe A)								
103/63	78	5 · 24 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 0,99	85,4	28,5 21	26,3	4 3,50
61/62	78	6 · 28 ·	Témoins Pasteurisés	8,31 2,35	71,7	28,9 26,7	7,6	4 3,25
60/62	78	6 · 33 ·	Témoins Pasteurisés	4,68 0,92	80,3	34,9 32,5	7	4 3,50
40/61	78	8 · 00 ·	Témoins Pasteurisés	13,78 0,57	95,8	36,4 32	12,1	4 3,25
62/62	78	8 · 40 ·	Témoins Pasteurisés	4,99 1,85	63	29,9 26,8	10,3	4 3,50
102/63	78	9 · 48 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 0,47	93,1	28,5 18,2	36,1	4 3,50
103/63	78	14 · 10 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 0,14	98	28,5 15	47,4	4 3,50
106/63	70	5 · 24 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 4,30	36,8	28,5 26,5	7	4 3,75
105/63	70	10 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 4,00	41,2	28,5 25,9	9,1	4 3,75
104/63	70	15 · 18 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 3,65	46,3	28,5 24,1	15,4	4 3,75
109/63	65	5 · 23 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 5,70	16,2	28,5 27	5,3	4 4
108/63	65	9 · 33 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 5,40	20,6	28,5 26,7	6,3	4 4
59/62	65	13 · 47 ·	Témoins Pasteurisés	5,27 3,51	33,4	35,7 35,5	2	4 4
107/63	65	14 · 10 ·	Témoins Pasteurisés	6,80 5,00	26,5	28,5 26,5	7	4 3,75

TABLEAU 5 (*suite*)

Réf. des échant.	Temp. de past. (°C)	Temps de past. (en min. et sec.)		Invertase		Amylase		Inhibine
				mg sacch. invertisés	Perte (%)	ml amidon hydrolysés	Perte (%)	Note
(Groupe B)								
52/61	78	2 · 19 ·	Témoins Pasteurisés	18,85 2,18	88,4	26,5 23,7	10,5	4,5 4
51/61	78	3 · 18 ·	Témoins Pasteurisés	18,28 1,10	94	26,1 23,8	8,6	4,75 4
43/61	78	5 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	13,30 0,95	92,8	21,1 20	5	4,5 4
44/61	78	7 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	12,68 0,38	97	21,2 18,5	12,5	4,75 4
45/61	78	14 · 00 ·	Témoins Pasteurisés	11,73 0,09	99,2	21,3 14	34,3	4,75 4
(Groupe C)								
94/63	78	6 · 50 ·	Témoins Pasteurisés	6,00 2,30	63	29,6 27,2	8,1	4 3,25
93/63	70	9 · 50 ·	Témoins Pasteurisés	6,00 4,30	28,3	29,6 29	2	4 3,50
92/63	65	10 · 20 ·	Témoins Pasteurisés	6,00 5,05	15,1	29,6 29,6	0	4 3,50

différents, on note une relation étroite entre la composition et le taux d'inactivation. Par exemple, l'échantillon 60/62 chauffé 6 minutes 33 s à 78° n'a perdu que 7 p. 100 de son amylase, perte identique à celle du miel 106/63 chauffé 5 mn 25 s à 70° ; le miel 103/63 chauffé 5 mn 25 s à 78° a perdu par contre 26 p. 100 de son amylase.

Il semble que les pertes les plus fortes se rencontrent chez les miels qui ont le pH le plus bas. Cependant, aucune relation évidente n'apparaît entre l'affaiblissement du pouvoir diastasique et la teneur en eau ou l'acidité totale (tabl. 6).

10) *Inhibine* (tabl. 5).

L'affaiblissement du facteur antibiotique est proportionnel à l'intensité du chauffage. La note baisse de 0,50 à 0,75 point pour une pasteurisation à 78°, de 0,25 à 0,50 point à 70° et de 0 à 0,50 point à 65°. Le temps de pasteurisation ne semble guère avoir d'influence sur le résultat final. Les miels dont le pH est le plus élevé présentent les pertes d'inhibine les plus importantes, donnée déjà acquise par GONNET et LAVIE (1960).

FIG. 2. — Destruction de l'invertase par chauffage des miels de la série A/63.

FIG. 3. -- Destruction de l'amylase par chauffage des miels de la série A/63

TABLEAU 6

Références des échantillons	Température de pasteurisation (°C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)	Teneur en eau (%)	pH	Acidité totale mEq/kg	Destruction invertase (%)	Destruction amylase (%)	Inhibine (chute de la note par rapport aux témoins)
52/61	78	2 · 19 ·	17,60	3,90	61,25	88,4	10,5	— 0,50
51/61	78	3 · 18 ·	17,70	3,90	62,25	94	8,6	— 0,75
43/61	78	5 · 20 ·	18,20	3,80	64,50	92,8	5	— 0,50
103/63	78	5 · 24 ·	17,60	3,55	43	85,4	26,3	— 0,50
61/62	78	6 · 28 ·	16,05	3,85	30	71,7	7,6	— 0,75
60/62	78	6 · 33 ·	16	3,70	28,50	80,3	7	— 0,50
94/63	78	6 · 50 ·	16,90	4,10	27,25	63	8,1	— 0,75
44/61	78	7 · 20 ·	17,80	3,90	63	97	12,5	— 0,75
40/61	78	8 · 00 ·	16,30	4,05	42,50	95,8	12,1	— 0,75
62/62	78	8 · 40 ·	15,90	3,75	29	63	10,3	— 0,50
102/63	78	9 · 48 ·	17,70	3,55	44	93,1	36,1	— 0,50
45/61	78	14 · 00 ·	17,70	3,90	61,75	99,2	34,3	— 0,75
101/63	78	14 · 10 ·	17,70	3,55	46	98	47,4	— 0,50
106/63	70	5 · 24 ·	17,70	3,55	44,25	36,8	7	— 0,25
93/63	70	9 · 50 ·	17	4,10	26,50	28,3	2	— 0,50
105/63	70	10 · 20 ·	17,70	3,55	44	41,2	9,1	— 0,25
104/63	70	15 · 18 ·	17,70	3,55	43,50	46,3	15,4	— 0,25
109/63	65	5 · 23 ·	17,70	3,55	43,25	16,2	5,3	0
108/63	65	9 · 33 ·	17,70	3,55	45	20,6	6,3	0
92/63	65	10 · 20 ·	16,90	4,10	26,50	15,1	0	— 0,50
59/62	65	13 · 47 ·	15,95	3,60	29	33,4	2	0
107/63	65	14 · 10 ·	17,70	3,55	44,25	26,5	7	— 0,25

11) *Fermentation* (tabl. 7).

Les levures du miel sont aisément détruites par chauffage. Nous n'avons pas noté de fermentation (même pour une dilution maximum à 40 p. 100 d'eau) avec des miels pasteurisés de 2 mn 19 s à 14 mn 10 s à 78° C et de 5 mn 24 s à 14 mn 10 s

TABLEAU 7

Références des échantillons	Température de pasteurisation (°C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)	% d'eau dans la dilution	Temps d'incubation à 25°C (en jour)					
				5	10	15	20	30	40
Groupe A									
(²) 103/63	} 78	5 · 24 ·	20	—	—	—	—	—	—
102/63			25	—	—	—	—	—	
101/63			9 · 40 ·	30	—	—	—	—	—
			14 · 10 ·	35	—	—	—	—	—
				40	—	—	—	—	—
(²) 106/63	} 70	5 · 24 ·	20	—	—	—	—	—	
105/63			25	—	—	—	—	—	
104/63			10 · 20 ·	30	—	—	—	—	—
			15 · 18 ·	35	—	—	—	—	—
				40	—	—	—	—	—
109/63	65	5 · 23 ·	20	—	—	—	—	—	
			25	—	—	—	—	—	
			30	—	—	—	—	—	
			35	—	—	—	+	+	
			40	—	—	—	+	+	
108/63	65	9 · 33 ·	20	—	—	—	—	—	
			25	—	—	—	—	—	
			30	—	—	—	—	—	
			35	—	—	—	—	+	
			40	—	—	—	+	+	
107/63	65	14 · 10 ·	20	—	—	—	—	—	
			25	—	—	—	—	—	
			30	—	—	—	—	—	
			35	—	—	—	—	—	
			40	—	—	—	+	+	
Témoins du groupe A (¹)			20	—	—	—	—	—	
			25	—	—	—	—	+	+
			30	—	—	+	+	+	+
			35	—	—	+	+	+	+
			40	+	+	+	+	+	+

(¹) Tous les témoins (non pasteurisés) nous ont donné dans un même groupe des résultats identiques. Chaque groupe n'occupe donc qu'une seule case.

(²) Lorsqu'aucun développement ne s'est manifesté après 40 jours, tous les miels pasteurisés d'un même groupe ou d'une même série sont rassemblés dans une case unique.

— pas de fermentation + fermentation

TABLEAU 7 (suite)

Références des échantillons	Température de pasteurisation (° C)	Temps de pasteurisation (en minutes et secondes)	% d'eau dans la dilution	Temps d'incubation à 25°C (en jour)					
				5	10	15	20	30	40
(²)		(Groupe B)							
52/61	78	2 · 19 ·	20	—	—	—	—	—	—
51/61		3 · 18 ·	25	—	—	—	—	—	—
43/61		5 · 20 ·	30	—	—	—	—	—	—
44/61		7 · 20 ·	35	—	—	—	—	—	—
45/61		14 ·	40	—	—	—	—	—	—
Témoins du groupe B (¹)			20	—	—	—	—	—	—
			25	—	—	—	—	—	—
			30	—	—	—	—	—	—
			35	—	—	—	—	+	+
			40	—	—	—	+	+	+
		(Groupe C)							
(²)			20	—	—	—	—	—	—
94/63	78	6 · 50 ·	25	—	—	—	—	—	—
93/63	70	9 · 50 ·	30	—	—	—	—	—	—
92/63	65	10 · 20 ·	35	—	—	—	—	—	—
			40	—	—	—	—	—	—
Témoins du groupe C (¹)			20	—	—	—	—	—	—
			25	—	—	—	—	—	—
			30	—	—	—	—	—	—
			35	—	—	—	—	+	+
			40	—	—	—	+	+	+

(¹) Tous les témoins (non pasteurisés) nous ont donné dans un même groupe des résultats identiques. Chaque groupe n'occupe donc qu'une seule case.

(²) Lorsqu'aucun développement ne s'est manifesté après 40 jours, tous les miels pasteurisés d'un même groupe ou d'une même série sont rassemblés dans une case unique.
— pas de fermentation + fermentation

à 70° C. Par contre, une pasteurisation à 65° C est insuffisante pour écarter tous risques de fermentation. Le tableau 7 donne l'ensemble des résultats obtenus.

DISCUSSION

L'ensemble des résultats obtenus jusqu'ici par la pasteurisation des miels nous fournit somme toute un tableau encourageant. Les contrôles effectués à l'heure actuelle permettent de tirer les conclusions suivantes :

1^o) Le miel pasteurisé n'est pas altéré dans l'essentiel de sa composition. Il n'y a pas formation importante d'H.M.F. comme on aurait pu le craindre. Il y a certes un affaiblissement des diastases, plus fort pour l'invertase que pour l'amylase, mais l'amylase n'est pas détruite dans des proportions telles qu'on puisse redouter une dépréciation du miel aux yeux de certains utilisateurs étrangers particulièrement pointilleux sur cette question. Le pouvoir antibactérien est à peine réduit. Sous réserve de rester dans les limites d'un temps de pasteurisation de l'ordre de 6 minutes et de ne pas dépasser 78°, il n'y a pas dégradation du miel. Des études sont encore nécessaires pour rechercher si une pasteurisation à moins de 78° resterait suffisamment efficace. Dans l'affirmative, il serait possible de réduire encore le taux d'affaiblissement des diastases.

2^o) La pasteurisation stabilise le miel à l'état liquide pour une période de 6 à 8 mois sous réserve qu'on ne traite qu'un miel bien épuré et qu'on n'utilise que des récipients lavés. Nous insistons sur ce point car l'expérience nous a montré qu'il y a de grandes différences de stabilisation selon que l'on introduit ou non des poussières dans le miel au moment de la mise en pots.

3^o) Le miel pasteurisé est garanti contre toute fermentation ultérieure. Sa conservation peut donc se faire dans les meilleures conditions. Nous sommes donc en mesure de confirmer dans leur ensemble les résultats obtenus sur le plan technique par nos collègues nord-américains et qui ont été exposés de façon synthétique par TOWNSEND (1961) ainsi que par MORSE (1961). Par ailleurs, nous avons pu montrer qu'une pasteurisation conduite de façon rationnelle ne peut que valoriser les miels. Contrairement à ce qu'on pouvait craindre, elle se révèle parfaitement compatible avec les exigences de la loi française. Quelques réserves sont à faire en ce qui concerne les miels destinés à l'exportation ; un affaiblissement important de l'invertase, seule conséquence notable de l'opération, risque d'être considéré actuellement dans certains pays voisins de la France comme préjudiciable à la qualité du miel. Il est d'ailleurs possible qu'à l'avenir l'attitude de ces pays se modifie sensiblement car elle repose plus sur des données subjectives que sur des faits scientifiquement établis.

L'apiculture française devrait donc pouvoir faire un usage de plus en plus important des méthodes de conditionnement du miel faisant appel à la pasteurisation, tout au moins pour le traitement de quantités importantes de produit.

Reçu pour publication en février 1964.

SUMMARY

PASTEURIZATION OF HONEY

The observations were conducted at Montfavet where the pasteurizer of the experimental honey processing plant has undergone certain improvements since 1961. The series of experiments was carried out on a approximately 15,000 kg of honey and during its course 22 pasteurizations were effected. Analysis and inspection were carried out in accordance with the methods described. They showed that the basic composition of pasteurised honey is not altered : there is no significant H.M.F. formation, and the amylase is not sufficiently destroyed to fear degradation of the honey. Such degradation can be prevented by keeping the time of pasteurization down to about 6 minutes and the temperature below 78°C. Pasteurization stabilizes honey in the liquid state for 6 to 8 months, provided that only suitably purified honey is treated and that the vessels are thoroughly cleaned.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AUSTIN G. H., 1956. Maltose content of canadian honeys and its probable effects on crystallisation. *Tenth Intern. Congr. Entomol.*, **4**, 1001-1006.
- BORNECK R., LOUIS J., LOUVEAUX J., 1958. Enquête sur le marché du miel à Paris pendant l'hiver 1957-1958. *Ann. Abeille*, **4**, 223-245.
- BOUGAULT, 1917. *C. R. Acad. Sci. Fr.*, **164**, 1008.
- CHATAWAY H. D., 1954. In *ABC and XYZ of bee culture*, **438**, Root Co, Medina, (Ohio), U. S. A.
- DOLD H., WITZENHAUSEN R., 1955. Ein Verfahren zur Beurteilung der örtlichen inhibitorischen (Keimvermehrungshemmenden) Wirkung von Honigsorten verschiedener Herkunft. *Z. Hyg.*, **141**, 333-337.
- GONNET M., 1963. L'hydroxyméthylfurfural dans les miels. Mise au point d'une méthode de dosage. *Ann. Abeille*, **6**, (1), 53-67.
- GONNET M., LAVIE P., 1960. Influence du chauffage sur le facteur antibiotique des miels. *Ann. Abeille*, **3**, (4), 349-364.
- GONTARSKI H., 1957. Eine Halbmikromethode zur quantitativen Bestimmung der Invertase im Bienenhonig. *Z. Bienenforschung*, **4**, (2), 41-45.
- HAGEDORN et JEASEN, 1923. *Biochem. Z. Dtsch.*, **135**, 46.
- LAVIE P., LOUVEAUX J., 1961. La Station expérimentale d'Apiculture de l'I. N. R. A. *Ann. Abeille*, **4**, (4), 297-360.
- MAURIZIO A., 1959. Papierchromatographische Untersuchungen an Blütenhonigen und Nektar. *Ann. Abeille*, **4**, 291-341.
- MORSE R. A., 1961. Honey handling in the U. S. A. Pré-congrès scientifique. *XVIII^e Congr. intern. Apiculture*, Madrid.
- SHADE J., MARSCI G., ECKERT J., 1958. Diastase activity and hydroxyméthylfurfural in honey and their usefulness in detecting heat alteration. *Food Research*, **23**, 446-463.
- TOWNSEND G. F., 1961. La préparation du miel pour la vente. *Minist. agric. Ontario*, **544**, 1-25.
- WHITE J. W., PETTY J., HAGER R. B., 1958. The composition of honey : II lactone content. *Journ. A. O. A. C.*, **41**, (1), 194-197.
- WHITE J. W., RIETHOF M. L., SUBERS M. H., KUSHNIR I., 1962. Composition of american honeys *U. S. Depart. Agric. Techn. bull.*, **1261**, 1-24.