

ESSAI DE CARACTÉRISATION DES MIELS DE CALLUNE (*CALLUNA VULGARIS* SALISB.)

J. LOUVEAUX

avec la collaboration technique de M.-D. ASKRI

*Station de Recherches sur l'Abeille et les Insectes sociaux,
91 - Bures-sur-Yvette*

SOMMAIRE

La combinaison de l'analyse pollinique avec la mesure de la thixotropie, de la teneur en protéines et de la coloration permet de caractériser de façon satisfaisante les miels de Callune. L'examen organoleptique reste important. L'application des méthodes décrites à des miellats de Sapin et à des miels de Châtaignier ne peut pas conduire à des confusions.

INTRODUCTION

Parmi tous les miels produits en Europe, le miel de Callune (*Calluna vulgaris* SALISB.) est probablement l'un des plus caractéristiques. Sa saveur particulière et ses propriétés physiques très différentes de celles des autres miels en font un produit vraiment spécial qui mérite d'être étudié, non seulement au titre de curiosité scientifique, mais aussi parce qu'il présente une valeur commerciale supérieure à celle des miels courants et qu'il fait prime sur les marchés de l'Europe du Nord. Nous avons abordé son étude depuis quelques années dans le cadre des recherches susceptibles de venir en aide à l'apiculture landaise qui en produit plusieurs centaines de tonnes par an.

Voici, très brièvement, dans quelles circonstances nous avons été amené à entreprendre le présent travail que nous ne voulons considérer que comme préliminaire. Au temps des « bournacs » ⁽¹⁾ landais, c'est-à-dire jusque vers la fin des années 40, on connaissait surtout le miel des Landes sous le nom de « miel de Bruyère ».

(1) Ruches fixes du type « panier ».

Il s'agissait alors d'un miel de presse de qualité assez médiocre et qui provenait, non seulement de la Callune, mais aussi d'autres Éricacées, du Châtaignier, de la Bourdaine, etc. Ce miel ne s'écoulait guère que sur les marchés étrangers et sa valeur marchande à la production était très basse. Il ne jouait pratiquement aucun rôle dans la consommation française des miels de bouche en raison de son goût peu agréable et de sa tendance à fermenter.

Depuis un certain nombre d'années la situation a très sensiblement évolué. La généralisation de la ruche à cadres mobiles, l'introduction des émulsionneuses à pointes qui permettent l'extraction centrifuge, la création d'une importante Coopérative, ont transformé les données du problème. Grâce aux progrès réalisés les producteurs ont pu offrir un produit de qualité très améliorée par rapport au miel de presse d'autrefois et ils ont découvert que ce produit avait une valeur marchande supérieure à celle des miels courants. Désireux d'améliorer leurs débouchés, ils ont prospecté les marchés du Nord de l'Europe, établi des rapports commerciaux fructueux mais, il faut le dire, non dépourvus de surprises. Des difficultés surgirent, provoquées par les exigences des importateurs qui n'hésitèrent pas à refuser les produits leur paraissant trop peu caractéristiques, notamment en ce qui concerne le spectre pollinique. Il semble, en conséquence, qu'une certaine confusion se soit installée dans les rapports commerciaux et il est apparu rapidement indispensable de définir ce qu'on doit entendre par miel de Callune car chacun appliquait des critères personnels assez subjectifs.

Parallèlement au travail des laboratoires consistant à mettre au point des méthodes de caractérisation du miel de Callune, les producteurs ont amélioré leurs techniques d'extraction. Pour obtenir un miel de Callune « commercialement pur » ils ont adopté la méthode de la double extraction qui consiste à éliminer le miel non thixotrope par une première centrifugation puis à extraire le miel thixotrope, après passage dans l'émulsionneuse à pointes, au moyen d'une seconde centrifugation.

A l'heure actuelle, on dispose donc de méthodes de production qui permettent de livrer un miel de Callune d'excellente pureté commerciale. Nous souhaitons que le travail que nous avons réalisé de notre côté permette aux exportateurs, grâce à un contrôle méthodique simple, de ne mettre sur le marché que des produits normalisés, non susceptibles de donner lieu à contestations.

Signalons enfin que les études poursuivies à la Station expérimentale d'Apiculture de Montfavet viennent d'aboutir à la mise au point d'une technique de pasteurisation qui permettra désormais d'offrir au consommateur français un miel de Callune susceptible de lui plaire. L'apparition de débouchés sur le marché français pour le miel de Callune sera de nature à influencer favorablement la production. Nous aurons ultérieurement l'occasion de revenir sur cette question dans cette revue.

CARACTÉRISATION DU MIEL DE CALLUNE

La caractérisation d'un miel exige la prise en considération de plusieurs facteurs. Pour qu'un miel puisse être considéré comme appartenant à une catégorie déterminée il doit répondre à un ensemble de critères, lesquels doivent fournir des résultats concordants. Ces critères sont indépendants de ceux qui sont relatifs à

la qualité intrinsèque du miel : propreté, teneur en eau, intégrité des constituants, etc. En ce qui concerne le miel de Callune, nous avons retenu comme critères susceptibles d'aboutir à une bonne caractérisation, la coloration, la thixotropie, la teneur en protéine spécifique, les caractères organoleptiques et le spectre pollinique.

I. Coloration

La méthode de mesure de la coloration que nous avons utilisée repose sur l'emploi du *Pfund grader* (1). Dans l'échelle de Pfund les miels de Callune obtiennent généralement une note voisine de 6,5 c'est-à-dire qu'ils sont moyennement colorés. Il est indispensable pour lire la coloration d'un miel de Callune de le réchauffer à 65°C environ pendant une dizaine de minutes pour obtenir la disparition de tous les cristaux puis, sans attendre le refroidissement, de le centrifuger à 3 000 t/mn pendant 10 minutes pour réaliser un débullage aussi complet que possible. Ce n'est qu'à cette condition qu'une lecture de la coloration peut être faite.

Dans la mesure où la coloration doit être prise en considération pour la caractérisation des miels de Callune il semble qu'on puisse raisonnablement proposer pour celle-ci une valeur dans l'échelle de Pfund de $6,5 \pm 1,5$.

2. Thixotropie

Les travaux de PRYCE-JONES (1936, 1944, 1952) ont montré que les miels de Callune ont une viscosité anormale qui se traduit par une thixotropie très caractéristique. Cette thixotropie provient de la présence d'une protéine en quantité plus ou moins importante ; elle est fortement accrue par un chauffage prolongé qui amène la coagulation de la protéine.

Nous basant sur les travaux de PRYCE-JONES nous avons été amenés à mettre au point deux méthodes différentes permettant, l'une de mesurer sommairement la thixotropie, l'autre de séparer par précipitation la protéine responsable de l'anomalie de viscosité.

Le miel qui a été utilisé pour tous les essais dont il sera fait mention maintenant présentait les caractéristiques suivantes :

Teneur en eau : 20,3 p. 100

Réaction de Fieche : négative

Amylase : 40 ml d'amidon hydrolysé

Saveur franche et caractéristique du miel de Callune

Spectre pollinique : pollen de Callune à plus de 50 p. 100

Origine : Landes, 1965

Mode d'extraction : double centrifugation

Conservation : + 4°C environ jusqu'au début du présent travail

Mesure de la thixotropie. Pour effectuer une mesure sommaire de la thixotropie, sans appareillage compliqué, on verse le miel dans des tubes à centrifugation de 15 mm de diamètre intérieur et de 100 mm de longueur. On remplit à mi-hauteur et on chauffe à 65°C pendant 10 mn afin de diminuer la viscosité. On centrifuge à 3 000 t/mn pendant 10 minutes pour éliminer le plus de bulles

(1) Colorimètre américain spécialement étudié pour le miel.

possible. On bouche au moyen d'un bouchon de caoutchouc. On porte à l'étuve à 65°C pendant 12 heures. On laisse refroidir à l'abri de toute agitation pendant 24 heures. On repère la position du ménisque au moyen d'un trait de crayon gras. On couche les tubes sur la paille en position parfaitement horizontale. On mesure le déplacement du ménisque toutes les cinq minutes. Pour éviter toute erreur on utilise pour chaque essai 3 tubes et on fait la moyenne des lectures. Le résultat est donc obtenu en millimètres par minute pour le déplacement du ménisque à la partie supérieure du tube couché. La lecture doit porter sur la distance entre le trait de crayon et l'extrémité du ménisque.

Les nombreux essais qui ont été effectués ont montré qu'un miel de viscosité normale et de même teneur en eau que le miel de Callune s'écoule totalement en moins de 5 minutes, à la température ordinaire, même lorsqu'il a été chauffé à 65°C pendant 12 heures. Un miel de Callune non chauffé s'écoule beaucoup moins bien. Les essais de chauffage progressif ont montré que l'écoulement est d'autant plus lent que le chauffage est plus long (fig. 1). La coagulation de la protéine sous l'action de la chaleur a donc pour effet de donner au miel une thixotropie de plus en plus forte.

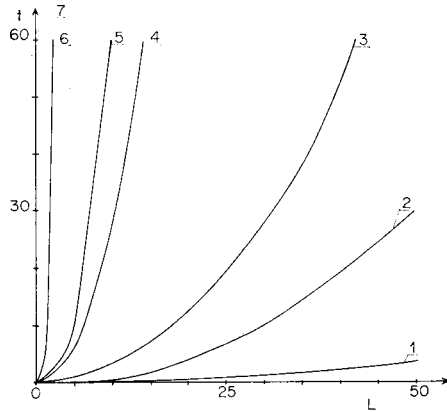


FIG. 1. — Longueur de l'écoulement du miel en fonction du temps d'écoulement. Action de différentes durées du chauffage à 65°.

L = longueur de l'écoulement en mm.
t = temps en minutes.

1. Miel témoin non thixotrope. Chauffage de 12 heures à 65°.
2. Miel de Callune. Témoin non chauffé.
3. Miel de Callune. Chauffage 1 heure à 65°.
4. Miel de Callune. Chauffage 2 heures à 65°.
5. Miel de Callune. Chauffage 4 heures à 65°.
6. Miel de Callune. Chauffage 8 heures à 65°.
7. Miel de Callune. Chauffage 12, 24 et 48 heures à 65°. (La courbe se confond avec l'axe des temps)

Un miel chauffé pendant plusieurs jours à 65°C devient comparable à une gelée très consistante. Ce phénomène n'existe jamais avec les miels courants. On notera encore qu'à la température ordinaire (20-22°C) la thixotropie augmente sensiblement avec le temps. Sur un échantillon qui ne fut pas conservé en chambre froide on a constaté que les essais effectués à la réception ont donné des résultats un peu différents de ceux qui furent refaits un mois après. Cependant, lorsqu'on réalise le test qui vient d'être décrit sur des mélanges de miel de Callune avec un miel non thixotrope, on constate que la méthode permet de caractériser un mélange comportant moins de 60 p. 100 de miel de Callune. En effet, un chauffage de 12 heures à 65°C qui entraîne une coagulation pratiquement totale de la protéine a toujours pour effet d'amener à 0 l'écoulement des miels très purs ; dès que la proportion de miel de Callune tombe à moins de 60 p. 100, le chauffage maximum ne suffit plus à entraîner la stabilité du produit et on constate un léger écoulement (fig. 2).

Nous avons, par ailleurs, pu montrer que la teneur en eau est sans influence sur la manifestation de la thixotropie, dans la limite d'une humidité maximum de 25 p. 100. On n'a donc pas à tenir compte de la teneur en eau dans la mesure où celle-ci est comprise entre 20 et 25 p. 100, valeurs normales pour un miel de Callune.

3. Précipitation de la protéine

La protéine responsable de la thixotropie du miel de Callune est précipitable par l'alcool éthylique absolu. Nous avons vérifié que les miels courants, y compris les miels de Châtaignier et les miellats de Sapin, ne donnent pas de précipité comparable à celui qu'on obtient avec les miels de Callune.

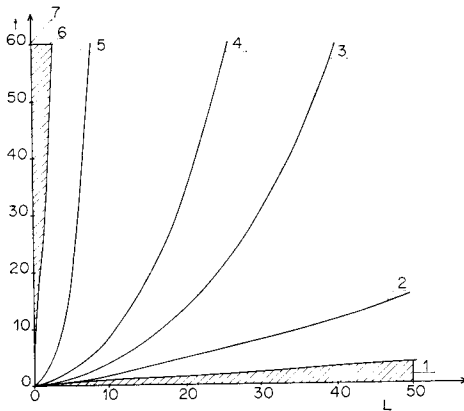


FIG. 2. — Longueur de l'écoulement du miel de Callune en mélange avec un miel courant non thixotrope, en fonction du temps d'écoulement.

L = longueur de l'écoulement en mm.
t = temps en minutes.

1. Zone dans laquelle se trouvent les courbes obtenues pour des mélanges comprenant moins de 20 p. 100 de miel de Callune. Chauffage d'une durée inférieure ou égale à 4 heures (65°).
2. Mélange à 20 p. 100 de miel de Callune. Chauffage 12 heures (65°).
3. Mélange à 40 p. 100 de miel de Callune. Chauffage 1 heure (65°).
4. Mélange à 40 p. 100 de miel de Callune. Chauffage 4 heures (65°).
5. Mélange à 40 p. 100 de miel de Callune. Chauffage 12 heures (65°).
6. Zone dans laquelle se trouvent les courbes obtenues pour des mélanges comprenant plus de 60 p. 100 de miel de Callune. Chauffage d'une durée maximum de 4 heures (65°).
7. Zone dans laquelle se trouvent les courbes obtenues pour des mélanges comprenant plus de 60 p. 100 de miel de Callune. Chauffage d'une durée de 12 heures (65°). Cette zone se confond avec l'axe des temps.

N. B.—Les essais correspondant à la figure 1 ont été effectués au début de mars 1966. Ceux qui correspondent à la figure 2 ont été réalisés un mois plus tard. La différence de pente de certaines courbes correspondant à des essais identiques met en évidence l'influence du vieillissement à la température ordinaire, vieillissement qui se traduit par une augmentation sensible de la thixotropie.

Pour mettre en évidence la présence de la protéine du miel de Callune on opère de la façon suivante : 50 g de miel sont dissous à froid dans 100 ml d'eau distillée. On ajoute à la solution 400 ml d'éthanol à 95° et on laisse reposer. Après décantation du précipité, au bout de 24 heures, on reprend à l'éthanol absolu et on rince jusqu'à l'obtention d'un surnageant limpide et incolore. Le précipité peut facilement être isolé par filtration ou centrifugation et séché sous vide à la température ordinaire. Il se présente, après broyage au mortier, comme une poudre légèrement beige qui présente les réactions protéiniques classiques : réaction xanthoprotéique positive, réaction du biuret positive, réaction à l'acide chlorhydrique concentré positive, réaction à l'acide picrique positive.

Dans un miel de Callune très pur on peut isoler environ 2 à 2,5 p. 100 du poids de miel en protéine spécifique. Dans un miel de Châtaignier très pur on n'a pu isoler par le même procédé que 0,2 p. 100 de précipité. Un miel d'Acacia n'a donné que 0,1 p. 100 de précipité.

Dosage simplifié de la protéine. — Pour rendre plus aisé le dosage de la protéine des miels de Callune, nous avons procédé à la mise au point d'une méthode simplifiée.

Dix grammes de miel de Callune sont dissous dans de l'eau distillée ; on ajuste à 20 ml de solution. On verse dans un tube à leucocytes (gradué en 1/100 de ml) de l'éthanol à 95° jusqu'à 1 cm du bord, puis on verse avec précaution 1 ml de la solution de miel. On agite avec une baguette de verre très fine afin de bien homogénéiser le mélange. On observe un trouble caractéristique. On centrifuge à 2 000 t/mn pendant 5 minutes. Au cas où tout le précipité ne se retrouverait pas dans la partie capillaire du tube, on peut le remettre en suspension et le centrifuger à nouveau dans les mêmes conditions. Lorsqu'on a constaté que tout le précipité se trouve bien dans la partie capillaire on opère une nouvelle centrifugation à 3 000 t/mn pendant 5 minutes. On jette le liquide surnageant jusqu'à l'étranglement du tube. On ajoute de l'éthanol à 95° et on remet le culot en suspension de façon à le rincer convenablement. On centrifuge une dernière fois à 3 000 t/mn pendant 10 mn.

La méthode qui vient d'être décrite a été testée sur 16 miels de Callune différents provenant de notre collection. Nous avons, à dessein, choisi des miels dont le spectre pollinique était connu. Les résultats obtenus ont été les suivants :

— Miels présentant un spectre pollinique à plus de 50 p. 100 de pollen de Callune :

ml : 7, 9, 9, 8, 11, 8,5 8,5. Moyenne 8,7 ml.

— Miels présentant environ 50 p. 100 de pollen de Callune dans leur spectre pollinique :

ml : 7,5 8,5 8,5. Moyenne : 8,1 ml.

— Miels présentant un spectre pollinique à moins de 50 p. 100 de pollen de Callune :

ml : 5, 6, 2, 6,5 11, 7. Moyenne : 6,2 ml.

Ces résultats montrent qu'on peut considérer qu'un miel de Callune de très bonne pureté commerciale contient au maximum 11/100 ml de précipité. Les valeurs inférieures à 7/100 ml dénotent des produits de pureté moyenne ou insuffisante. On notera que l'un des miels de la seconde catégorie, dont le spectre pollinique révèle moins de 50 p. 100 de pollen de Callune est cependant l'un des plus riches en protéine (11/100 ml). Cet exemple montre bien que, dans le cas particulier des miels de Callune, l'analyse pollinique ne peut pas être utilisée seule pour servir à la caractérisation ; nous reviendrons ultérieurement sur cette question.

Pour montrer la proportionnalité de l'importance du précipité et de la teneur en miel de Callune, nous avons opéré des dilutions successives de miel de Callune dans un miel courant de Châtaignier. Nous avons obtenu les résultats suivants :

P. 100 miel de Callune	Volume du précipité (ml)
0	0
20	0,75
40	3,50
60	5,00
80	6,25
100	8,50

On notera que pour les faibles concentrations en miel de Callune les pertes de précipité semblent être importantes. À partir de 40 p. 100, la proportionnalité est satisfaisante.

Comparaison du précipité des miellats de Sapin et du précipité des miels de Callune. — Nous nous sommes posé la question de savoir si un miellat de Sapin ne pourrait pas donner avec l'alcool éthylique un précipité semblable à celui que l'on obtient avec les miels de Callune, auquel cas des confusions fâcheuses pourraient se produire. Bien que le test de la thixotropie permette de résoudre le problème, il nous a paru utile d'effectuer quelques essais en utilisant un miellat de Sapin très pur en provenance du Jura.

Dans les conditions opératoires précédemment décrites, on n'observe, avec les miellats de Sapin aucun précipité centrifugeable. On observe seulement un léger dépôt adhérent fortement aux parois du tube à centrifugation. De toute façon, le précipité des miellats de Sapin est parfaitement soluble dans l'eau alors que le précipité du miel de Callune l'est moins et donne toujours un louche. Les réactions chimiques appliquées aux deux précipités montrent la nature protéique de l'un (Callune) et la nature glucidique de l'autre (miellat de Sapin). Ce résultat peut en particulier, être acquis avec le réactif phospho-tungstique ; pour un gramme de chacun des deux types de miel on obtient, en agissant sur le précipité débarrassé rigoureusement de toute la partie soluble à l'éthanol, une réaction positive dans le cas du miel de Callune et négative dans le cas du miellat de Sapin.

4. *Examen organoleptique*

Les nombreuses dégustations auxquelles nous avons procédé nous ont montré que le miel de Callune possède une saveur particulière facilement reconnaissable. Il semble que les miels de Callune soient d'autant plus agréables au goût qu'ils sont plus riches en eau dans la limite de 24 à 25 p. 100 et à condition qu'aucune fermentation n'intervienne. Les miels de Callune ramenés artificiellement à 18 p. 100 d'eau nous ont paru très mauvais. Pour les mêmes raisons il ne semble pas que les miels de Callune les plus purs soient les meilleurs ; une légère dilution avec un miel neutre les améliore nettement. Signalons enfin que les mélanges que nous avons faits avec du miel de Châtaignier dans des proportions variables ne nous ont pas conduit à des conclusions bien nettes. Il est certain qu'un mélange 50/50, Callune-Châtaignier est très perceptible au goût ; les proportions plus faibles de miel de Châtaignier paraissent difficiles à déceler à la dégustation. De nouveaux essais sont à faire dans ce domaine mais ils demandent une longue préparation et l'application de méthodes de dégustation rationnelles.

5. *Spectre pollinique*

Lorsqu'on étudie le spectre pollinique des miels de Callune on ne peut manquer d'être frappé par les très grandes variations qu'il est susceptible de montrer pour des produits, en apparence, comparables. Les échantillons prélevés directement dans le rayon en évitant les pollutions par du pollen provenant des cellules voisines sont généralement normaux et présentent le pollen de Callune comme pollen dominant. Par contre, les miels courants et notamment ceux qui ont été extraits au moyen de l'émulsionneuse à pointes peuvent présenter des spectres polliniques anormaux. Ces anomalies et, en particulier, l'abondance parfois très grande du pollen de *Castanea*, ont été à l'origine de certaines des difficultés de commercialisation rencontrées par les apiculteurs du Sud-Ouest sur les marchés du Nord de l'Europe. Il faut donc savoir que les méthodes particulières d'extraction du miel de Callune sont à l'origine des anomalies fréquentes du spectre pollinique de ce miel ; elles ont pour cause l'introduction artificielle en grosses quantités de pollens entreposés dans les rayons par les abeilles ; les pointes des émulsionneuses sont responsables de cette pollution.

Si le spectre pollinique des miels de Callune est peu utilisable pour juger de la pureté du miel, il est cependant fort intéressant pour déterminer l'origine géographique du produit. Il permet en outre de détecter les fraudes éventuelles qui pourraient être commises en présentant comme miel de Callune les miels exotiques doués de thixotropie.

CONCLUSION

L'ensemble des tests de caractérisation que nous avons mis au point permet de reconnaître si un miel peut être commercialisé sous le nom de « miel de Callune ». Une telle appellation ne devrait à notre avis être utilisée que pour les produits répondants aux normes minima suivantes :

- Coloration comprise entre 5 et 8 ($6,5 \pm 1,5$) dans l'échelle de Pfund.
- Gélification totale par chauffage de 12 heures à 65°C suivi d'un repos de 24 heures (le miel étant placé dans un tube de 15 mm de diamètre et centrifugé au préalable).
- Présence d'au moins 7/100 ml de précipité protéique par fraction de 0,5 g (1 ml de solution = 0,5 g de miel).
- Saveur caractéristique des miels de Callune.
- Spectre pollinique renfermant le pollen de Callune, au moins en partie.

Ces normes sont en accord avec celles qui furent proposées par A. S. C. DEANS en 1959 sauf en ce qui concerne le spectre pollinique. Le désaccord sur ce point s'explique par le fait que l'étude de A. S. C. DEANS a porté sur les miels de Grande-Bretagne qui sont assez différents des miels français et qui sont, de façon constante, très riches en pollen de Callune.

Reçu pour publication en décembre 1966.

SUMMARY

AN EXPERIMENT ON DISTINGUISHING LING HONEYS « CALLUNA VULGARIS » SALISB.

On the basis of the complete range of differentiation tests carried out by the author, which are based on the physicochemical, organoleptic, and pollen characteristics of ling honey (*Calluna vulgaris* SALISB.), it is possible to say whether a honey can be validly marketed under that name. The proposed standards are as follows :

- Coloration between 5 and 8 (6.5 ± 1.5) on the Pfund scale.
- Total gelification by heating for 12 hours at 65°C followed by a settling period of 24 hours (the honey first of all being placed in a 15 mm diameter tube and centrifuged).
- The presence of at least 7/100 ml of protein precipitate per 0.5 g fraction (1 ml of solution = 0.5 g of honey).
- The characteristic flavour of ling honeys.
- The pollen spectrum including ling pollen, at least in part.

These standards are little different from those proposed in 1959 by A. S. C. DEANS, but they take into account the peculiarities of French ling honeys with regard to the pollen spectrum.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- DEANS A. S. C., 1959. *Memorandum on « Standards » for pressed ling Heather Honey.* (Document photocopié).
- PRYCE-JONES J., 1936. Thixotropy and elastic recoil in heather honey. *Bee World*, **17**, 89.
- PRYCE-JONES J., 1944. Thixotropy in ling honey. *Scot. Beekeep.*, **20**, 118 et 131.
- PRYCE-JONES J., 1952. Studies in thixotropy. *Kolloid Z.*, **129**, 96-122.