

The European Commission's science and knowledge service

Joint Research Centre



Résultats des analyses sur l'authenticité du miel par chromatographie en phase liquide- spectrométrie de masse à ratio isotopique

JRC-Directoire F:

Santé, Consommateurs et Matériaux de Références

Eric Aries, Julien Burton, Luis Carrasco,
Olivier De Rudder, Alain Maquet

Journée annuelle du programme européen d'apiculture, Namur, BE – 28/01/2018

Cas de fraudes

TOP STORY
INTELLECTUAL PROPERTY RIGHTS
06/30/2016
HSI Chicago seizes nearly 60 tons of honey imported from China



CHICAGO — Special agents with U.S. Immigration and Customs Enforcement (ICE) seized nearly 60 tons of honey that was destined for U.S. consumers.

The smuggled honey was contained in 195 55-gallon drums from Vietnam to evade anti-dumping duties applied to honey from China.

**FIRENZE**

HomeCronacaSportTempo LiberoFotoRistorantiAnnunci Locali

Le miel : un marché colossal... et la fraude n'arrive pas à Miele

Par [lefigaro.fr](#), [AFP agence](#) | Mis à jour le 02/02/2016 à 14h01



In Toscana aumentano le frodi sul miele

di Maurizio Melani

Lo leggo dopo 03 febbraio 2016

LE FIGARO PREMIUM
1 € le premier mois 101 commentaires

Pour pouvoir répondre à la demande, les producteurs français ont augmenté la production de miel. Mais les produits frauduleux : faux étiquetage, ou sucre... L'exportation de miel dans le monde a augmenté de 61%.

Il settore agroalimentare italiano, per l'importanza strategica che ricopre e l'appello sul mercato estero, è sottoposto a continui tentativi di frode. La palma d'oro va naturalmente al vitivinicolo e al settore oli e grassi che staccano tutti gli altri. Miele compreso. Qualche dato? Nel 2015 l'ICQRF, Ispettorato Centrale della tutela della Qualità e Repressione Frodi, organismo con attività ispettiva, analitica e sanzionatoria, ha effettuato quasi 34.000 controlli analizzando circa 9.000 campioni. Il tasso di irregolarità si attesta sul 9,5%. Leggermente più bassa la media nel comparto miele col 9,2%. Dato rispecchiato anche in Toscana.



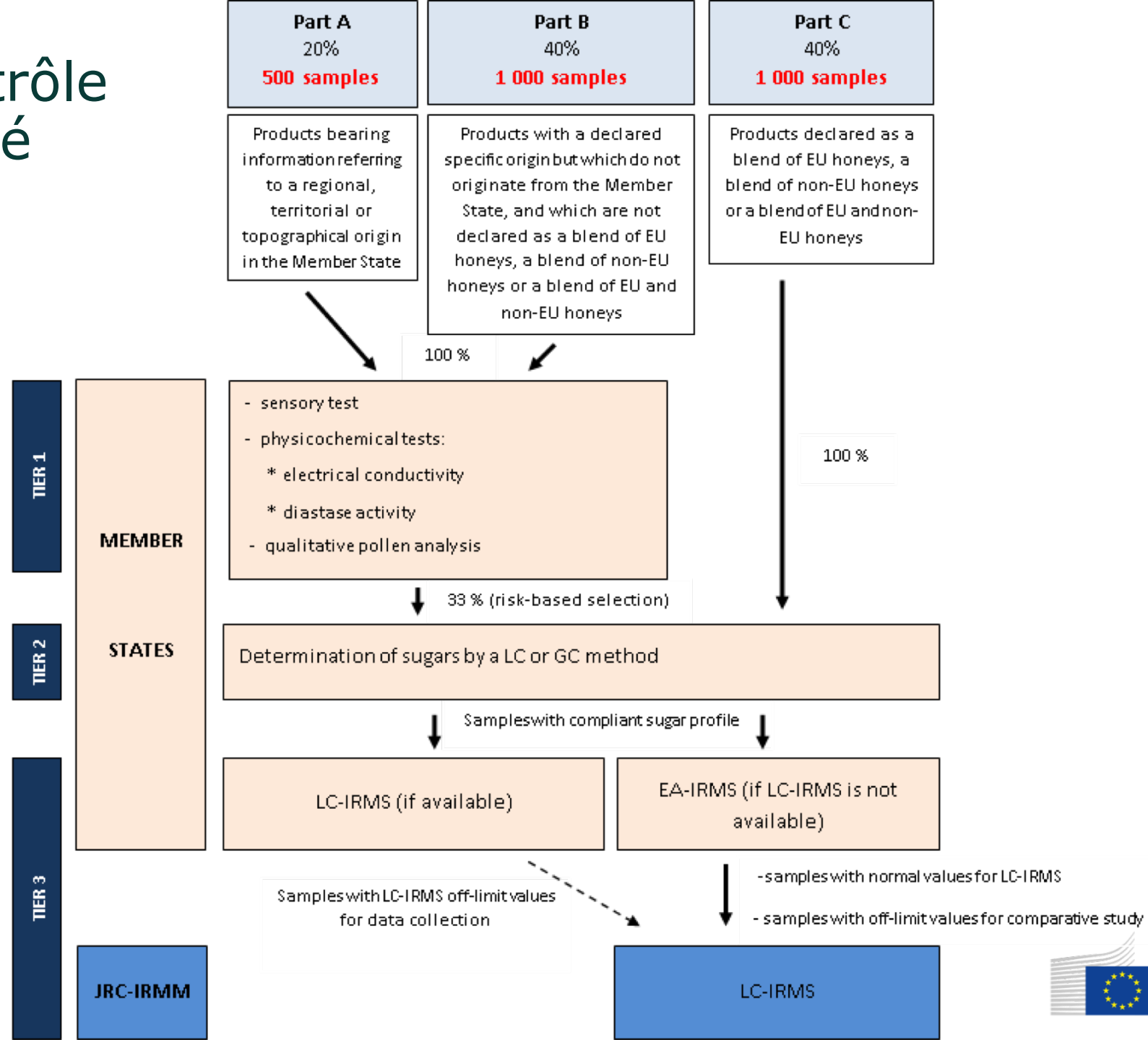
European Commission

Plan de contrôle coordonné sur l'authenticité du miel pour détecter des pratiques frauduleuses

- Origine géographique et/ou botanique du miel mal étiquetée ;
- Produits déclarés ou présentés comme miel bien que contenant des sucres exogènes ou dérivés.

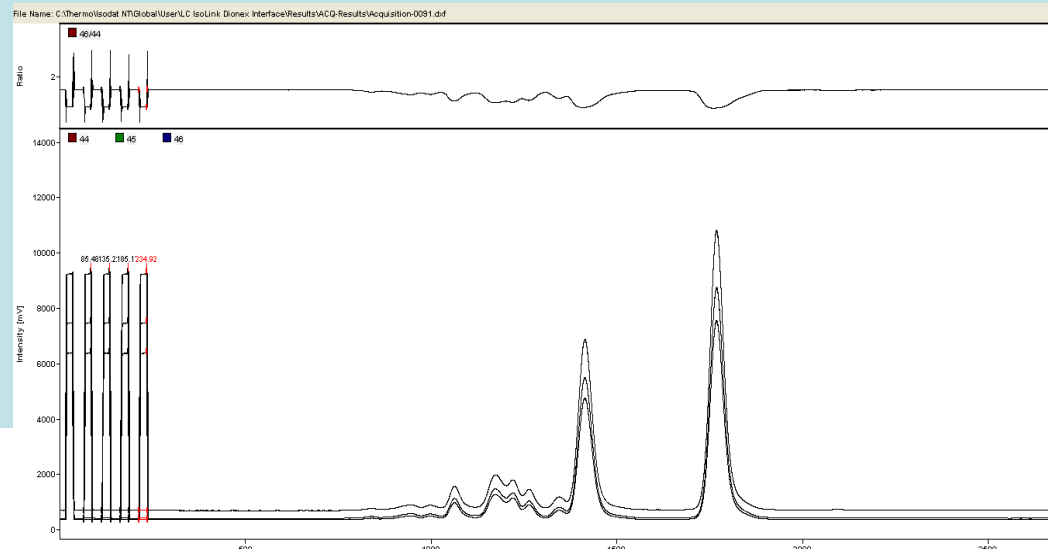


Plan de contrôle coordonné



Contribution du JRC

- Analyse des échantillons reçus des États-Membres par chromatographie en phase liquide-spectrométrie de masse à ratio isotopique (LC-IRMS) validée en interne et interprétation des résultats sur base de critères d'authenticité publiques



Échantillonnage par les États-Membres

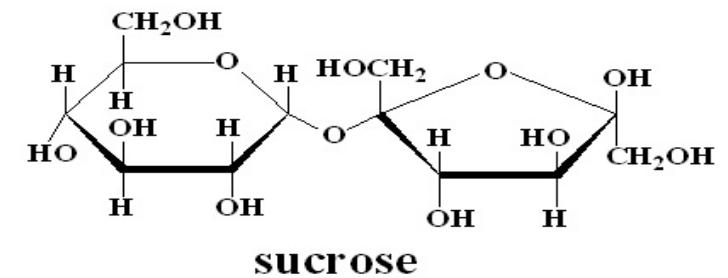
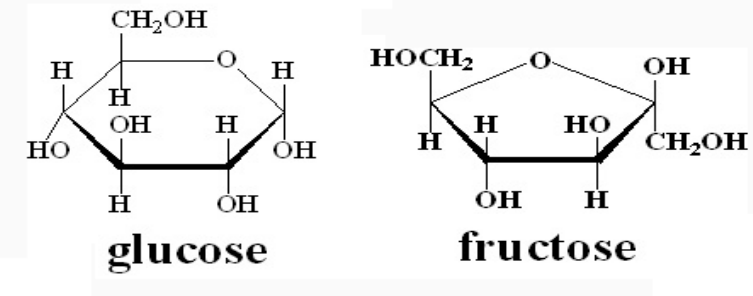
| Sources | Échantillons collectés | |
|-------------------|------------------------|--------|
| Inspection douane | 35 | 1.5% |
| Distributeur | 157 | 6.9% |
| Importateur | 63 | 2.8% |
| Emballeur | 134 | 5.9% |
| Transformateur | 81 | 3.6% |
| Producteur | 152 | 6.7% |
| Revendeur | 1010 | 44.6% |
| Entreposeur | 60 | 2.7% |
| Grossiste | 81 | 3.6% |
| Inconnu | 491 | 21.7% |
| Total | 2264 | 100.0% |

Échantillonnage par les États-Membres

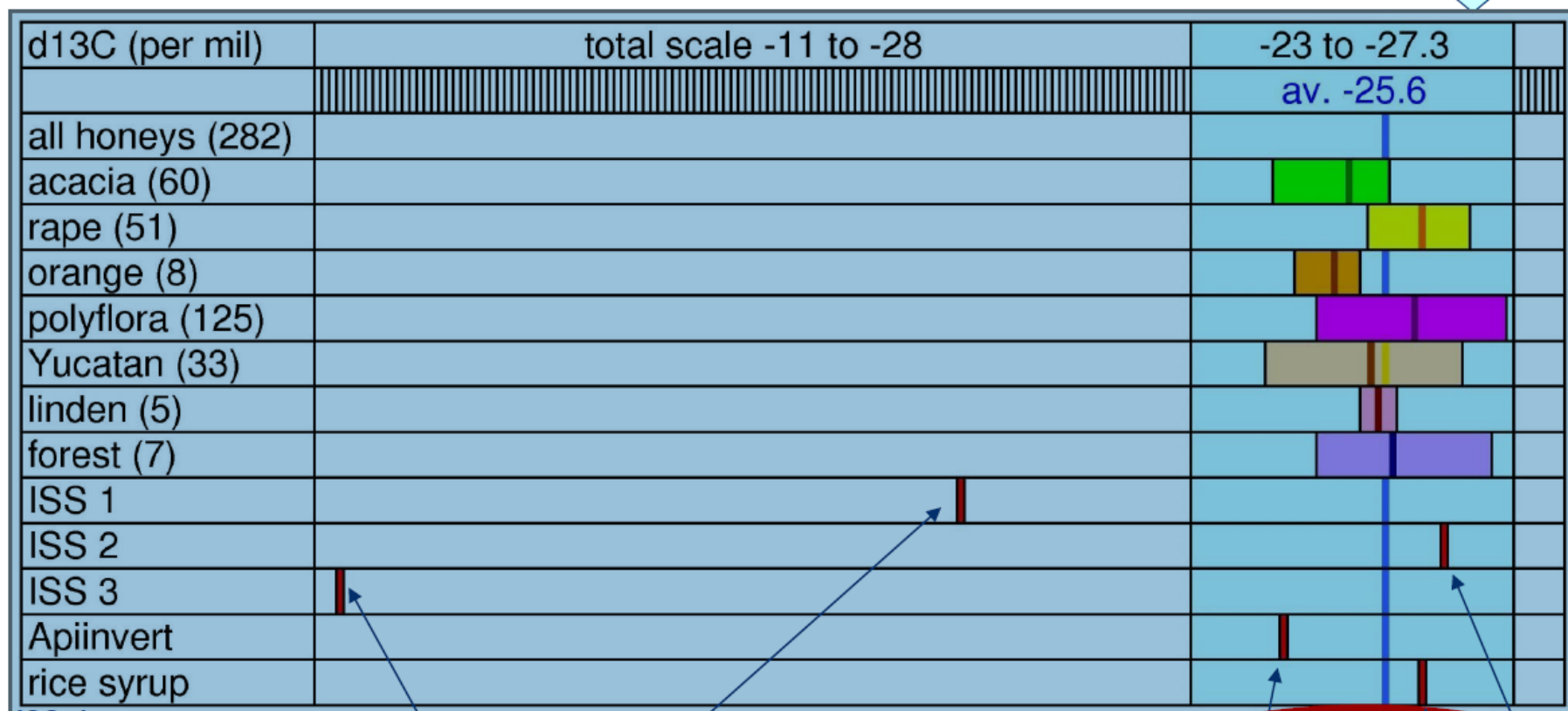
| Échantillons | Nombre |
|---|--------|
| Collectés par les États-Membres (plus Norvège & Suisse) | 2264 |
| | |
| Transmis au JRC et analysés par LC-IRMS | 1069 |
| -) sans métadonnées | 38 |
| -) non conforme suite aux phases 1 et 2 et EA-IRMS dans les États-Membres | 138 |
| -) Conforme suite aux phases 1 et 2 et EA-IRMS dans les États-Membres | 893 |

Composition du miel

- Eau ~ 18%
- Fructose ~ 31 - 49%
- Glucose ~ 23 - 41%
- Disaccharides (i.e. sucrose) ~ 0.2 - 10%
- Oligosaccharides 3-5% incluant:
 - ❖ trisaccharides (melezitose, raffinose, erlose, etc.)
 - ❖ traces de tetra-saccharides et penta-saccharides
- Autres ingrédients: $\leq 6\%$ incluant anti-oxidants (flavonoïdes), acides organiques, minéraux, protéines et acides aminés



not all sugar syrups are outside the naturally occurring range of honey



ISS: invert sugar syrup

EA-IRMS ☺

-11.3

C4 sugar

-19.8

C4/C3 sugar mix

EA-IRMS ☹

LC-IRMS ☺

-24.2

-26.1

-26.4

C3 sugars

Source: Intertek, 2015

Critères de pureté de référence– EA/LC-IRMS

Méthodes Raezke (Intertek, 2015) & Elflein (eFood Lab, 3/2015)

N > 20.000 miels
(Base de données
d'Intertek)

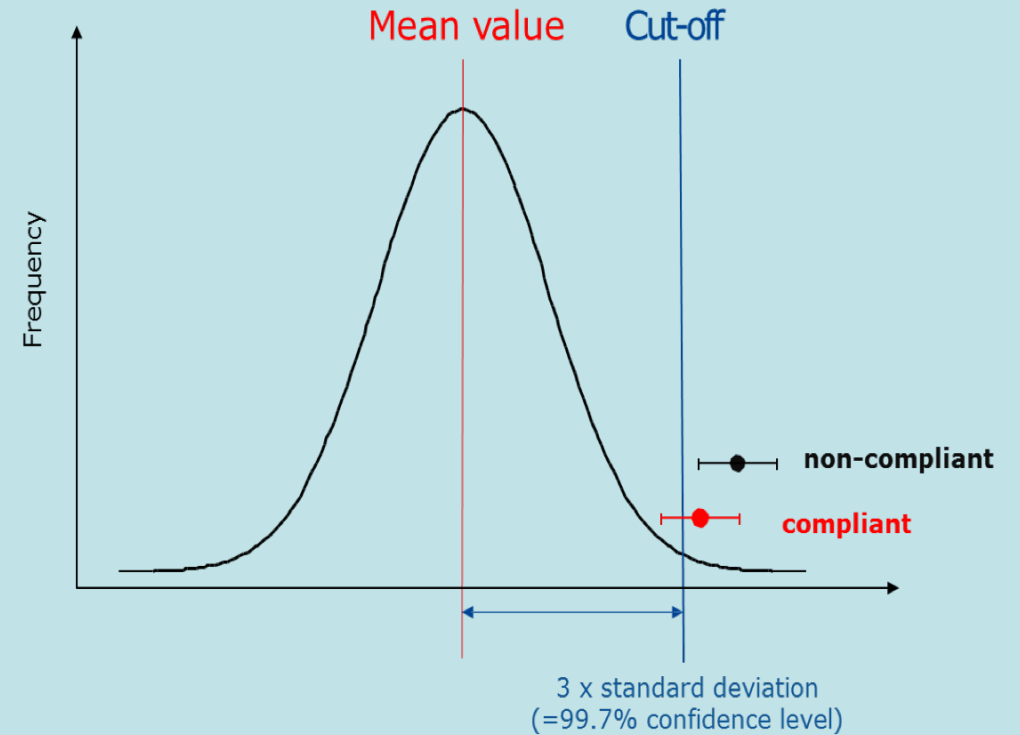
| parameter | average | range | purity limit |
|---|-----------------|----------------|--------------------------------|
| $\delta^{13}\text{C}$ (‰) protein (p) | -25.2 ± 1.0 | -22.3 to -28.9 | none (depending on honey type) |
| $\delta^{13}\text{C}$ (‰) honey (h) | -25.3 ± 1.0 | -22.4 to -29.3 | none (depending on honey type) |
| Δ p-h (‰) | 0.2 ± 0.6 | -1.2 to 2.1 | none (refer to C4 sugar limit) |
| C4 sugar (%) * | 1.0 ± 1.7 | 0 to 6.9 | value < 7% (AOAC) |
| $\delta^{13}\text{C}$ (‰) fructose (fru) | -25.2 ± 1.0 | -22.2 to -29.1 | none (depending on honey type) |
| $\delta^{13}\text{C}$ (‰) glucose (glu) | -25.4 ± 1.0 | -22.4 to -29.7 | none (depending on honey type) |
| $\delta^{13}\text{C}$ (‰) disaccharides (ds) | -25.8 ± 1.2 | -21.7 to -29.9 | none (depending on honey type) |
| $\delta^{13}\text{C}$ (‰) trisaccharides (ts) | -24.8 ± 1.3 | -21.2 to -29.4 | none (depending on honey type) |
| Delta $\delta^{13}\text{C}$ (‰) (fru – glu) | 0.2 ± 0.3 | -0.99 to +0.99 | $-1.0 < \text{value} < +1.0$ |
| Delta $\delta^{13}\text{C}$ (‰) (max.) | 0.3 ± 1.3 | -2.10 to +2.10 | $-2.1 < \text{value} < +2.1$ |
| fru/glu ratio | 1.21 ± 0.17 | 0.80 to 1.84 | none (depending on honey type) |
| ds (area %) | 5.3 ± 2.4 | 0.7 to 18.3 | none (depending on honey type) |
| ts (area %) | 1.1 ± 1.9 | 0.7 to 30.2 | none (depending on honey type) |
| oligosaccharides (area %) | < 0.7 | - | value < 0.7 % |



Incertitude des mesures

in dubio pro reo

| Paramètre | Dév. Std |
|---|----------|
| $\delta^{13}\text{C}_{\text{protéine}}$ | 0.16‰ |
| $\delta^{13}\text{C}_{\text{fructose}}$ | 0.11‰ |
| $\delta^{13}\text{C}_{\text{glucose}}$ | 0.12‰ |
| $\delta^{13}\text{C}_{\text{disaccharides}}$ | 0.18‰ |
| $\delta^{13}\text{C}_{\text{trisaccharides}}$ | 0.23‰ |
| % superficie du pic oligosaccharides | 0.66% |

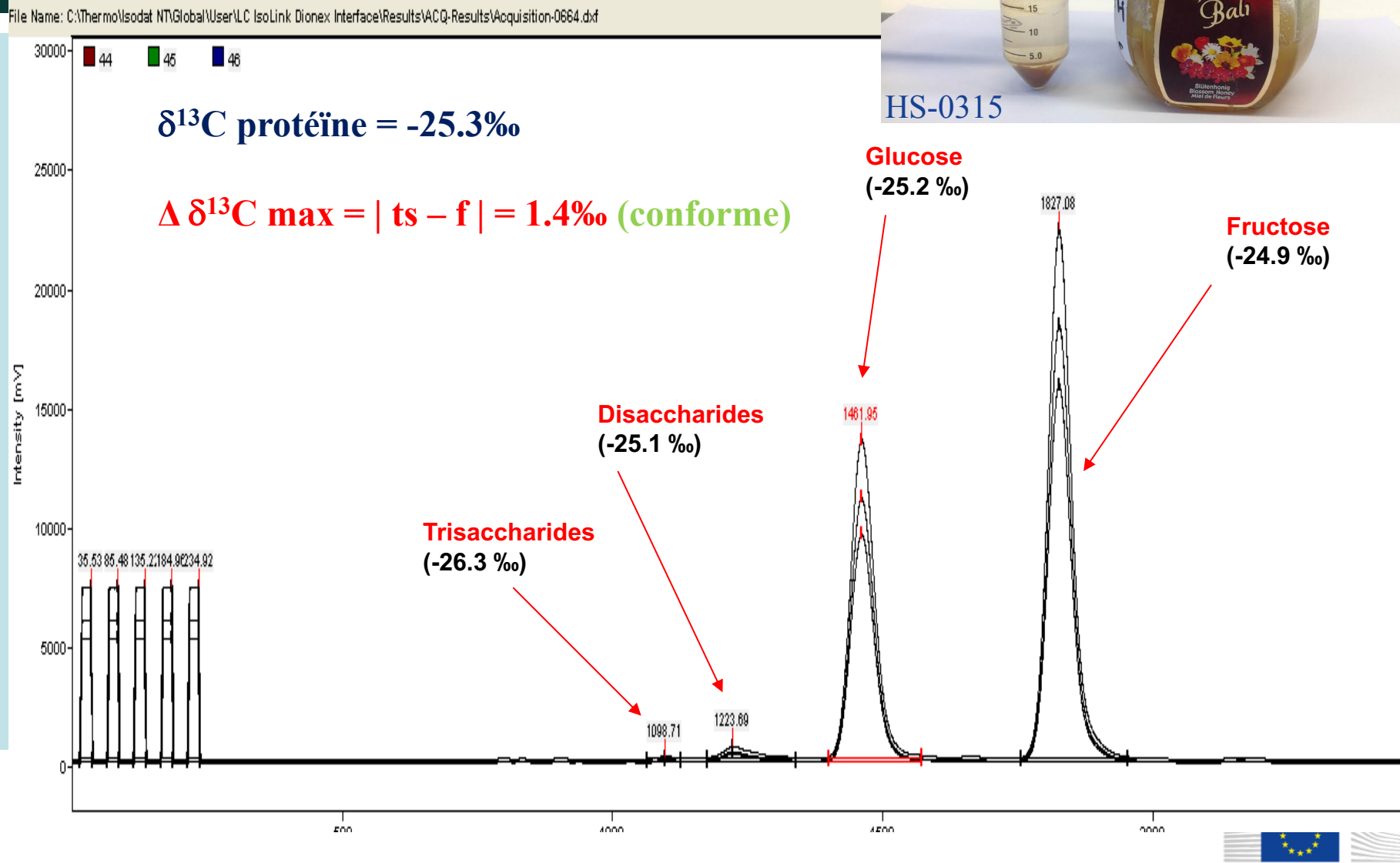


$$U = 2 * \sqrt{SD^2(a) + SD^2(b)}$$

Miel polyfloral conforme



HS-0315

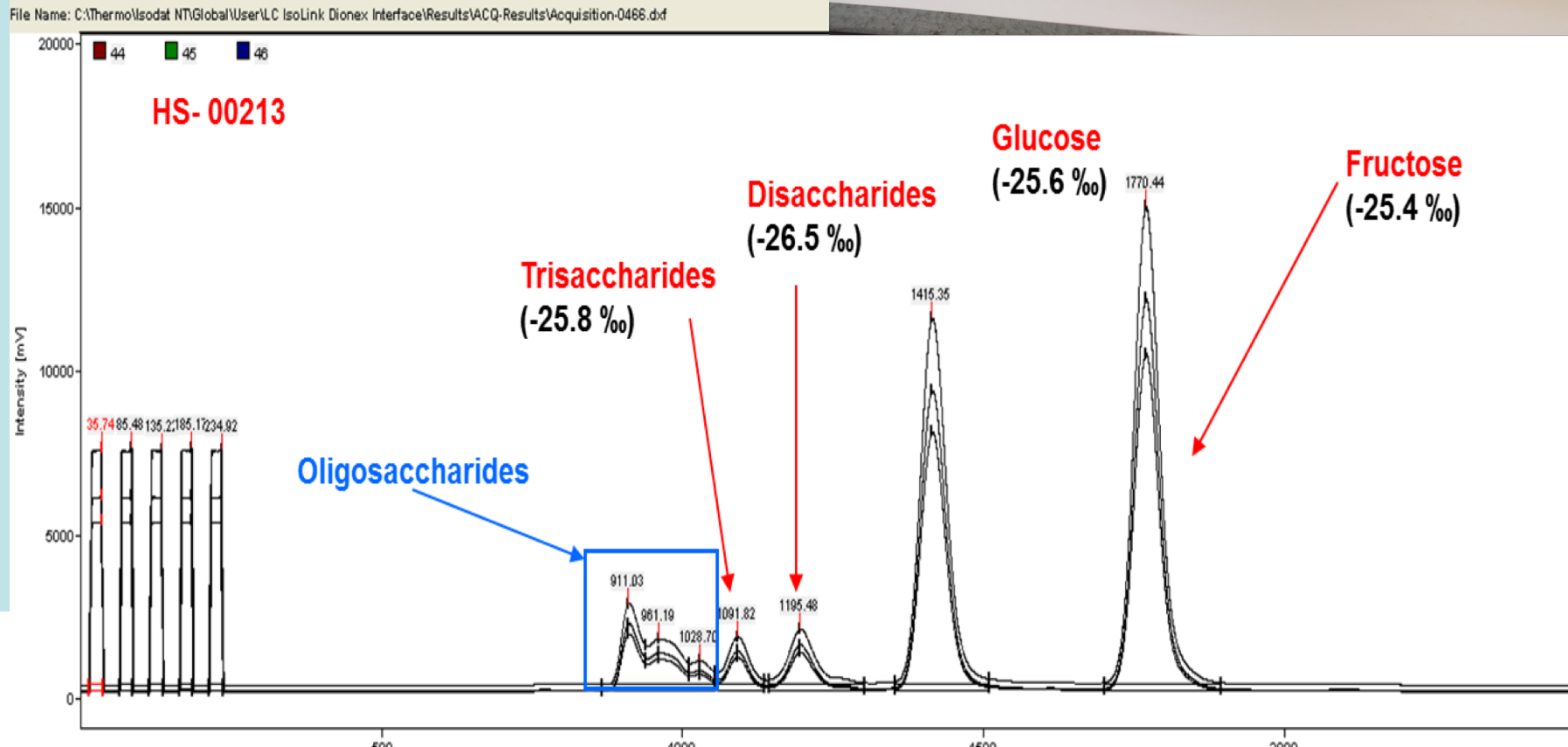
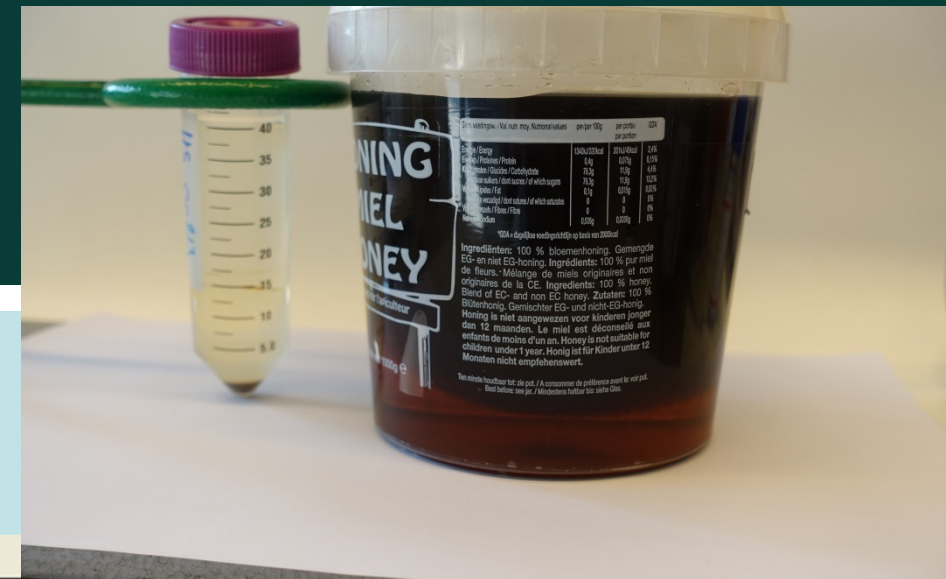


Miel suspect

$\delta^{13}\text{C}$ protéine = -29.3‰

$\Delta \delta^{13}\text{C}$ max = | f - p | = 3.9‰

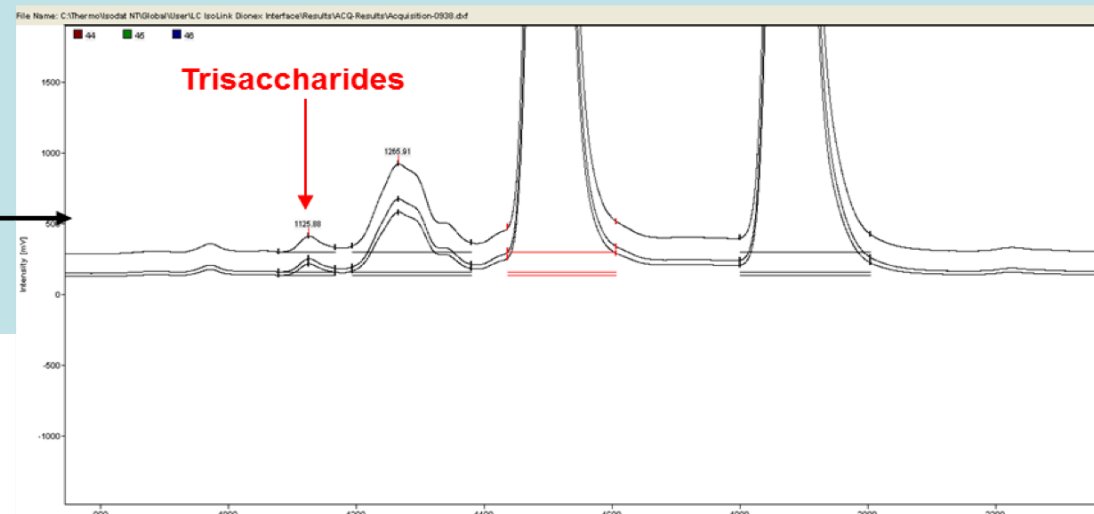
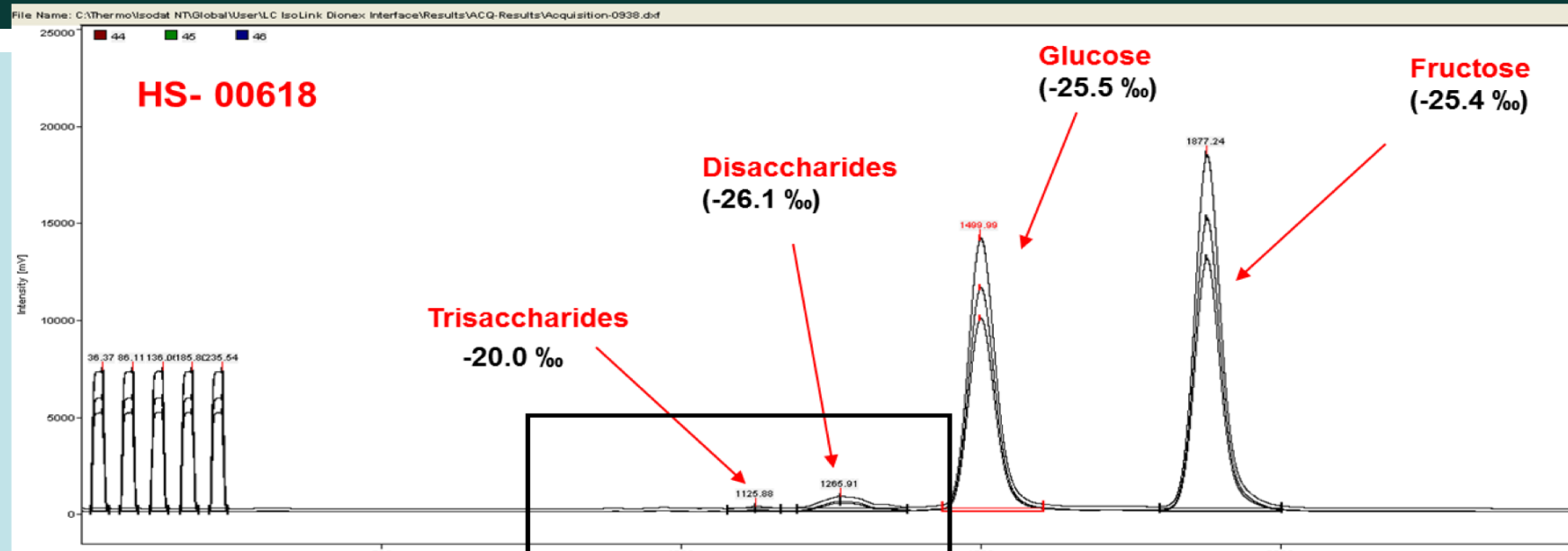
Superficie du pic d'oligosaccharides = 12%
(suspect)



Conclusions préliminaires des expériences d'adultération par LC-IRMS

| Source de l'adultérant | Potentiel de détection | Pré-condition |
|------------------------|------------------------|---------------------------|
| C4 sucre | > 1% | |
| C3 sucre | > 10% | Oligosaccharides présents |

Problème avec les trisaccharides: pics de faible intensité



Résultats

| Origine | Échantillons (n) | Suspicion de non conformité | |
|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|-------------|
| | | (n) | (%) |
| Mélange de miels EU | 96 | 19 | 19.8 |
| Mélange de miels EU et non-EU | 426 | 40 | 9.4 |
| Mélange de miels non-EU | 30 | 3 | 10.0 |
| Miel d'un pays EU | 275 | 53 | 19.3 |
| Miel d'un pays non-EU | 55 | 11 | 20.0 |
| Inconnu | 11 | 1 | 9.1 |
| TOTAL | 893 | 127 | 14.2 |

Résultats

| Catégorie | Échantillons (n) | Suspicion de non conformité | |
|-------------------|---------------------|-----------------------------|-------------|
| | | (n) | (%) |
| Inspection douane | 4 | 0 | 0 |
| Distributeur | 106 | 8 | 7.6 |
| Importateur | 21 | 2 | 9.5 |
| Emballeur | 29 | 4 | 13.8 |
| Transformateur | 36 | 3 | 8.3 |
| Producteur | 51 | 5 | 9.8 |
| Revendeur | 563 | 92 | 16.3 |
| Entreposeur | 22 | 3 | 13.6 |
| Grossiste | 56 | 10 | 17.9 |
| Inconnu | 5 | 0 | 0 |
| TOTAL | 893 | 127 | 14.2 |

Recommandations

- Harmonisation des méthodes analytiques
- Bio-banque de miels, sirops et produits de nourrissage pour abeilles
- Base de données européenne de référence du miel
- Validation de méthodes analytiques émergentes (p.ex. RMN, HRMS, ADN metabarcoding)



Merci

Questions?

Restons en contact



EU Science Hub:
ec.europa.eu/jrc



Facebook:
[EU Science Hub – Joint Research Centre](https://www.facebook.com/EU_Science_Hub)



Twitter:
[@EU_ScienceHub](https://twitter.com/EU_ScienceHub)



LinkedIn:
[Joint Research Centre](https://www.linkedin.com/company/joint-research-centre)



YouTube:
[EU Science Hub](https://www.youtube.com/EU_Science_Hub)