



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



FIRENZE

Le miel : un colosale... et n'arrive p

Miele »

Home

Cronaca

Sport

Tempo Libero

Foto

Ristoranti

Annunci Loc



Caccia al miele degli dei: l'ultima corsa all'oro della Nuova Zelanda



Via la stanchezza di fine inverno, con i "fantastici 4" che danno



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's Homeland Security Investigations (HSI) 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 app



LE FIGARO PREMIUM

> 1€ le premier mois

101 commentai

Pour pouvoir répondre à la demande, les produits frauduleux : faux étiquetage, ou sucre... L'exportation de miel dans le monde connaît une croissance importante. « Le miel adulteré (modifié ou falsifié), c'est quelque chose qui existe depuis longtemps, mais l'apicole, plus que les pesticides ou les polluants, est devenu un véritable problème dans le monde entier. »

professeur argentin Norberto Garcia, invité au 21e Congrès de l'Union nationale de l'apiculture française (Unaf), à Clermont-Ferrand. M. Garcia, qui est également le président de l'Organisation internationale des exportateurs de miels, a constaté que les exportations de miel ne cessent de croître: alors que le nombre de ruches a augmenté dans le monde de 8% de 2007 à 2013, l'exportation de miel dans le monde a augmenté de 61%.

In Toscana aumentano le frodi sul miele

di Maurizio Melani

Lo leggo dopo

03 febbraio 2016

Il settore agroalimentare italiano, per l'importanza strategica che ricopre e l'appeal 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.



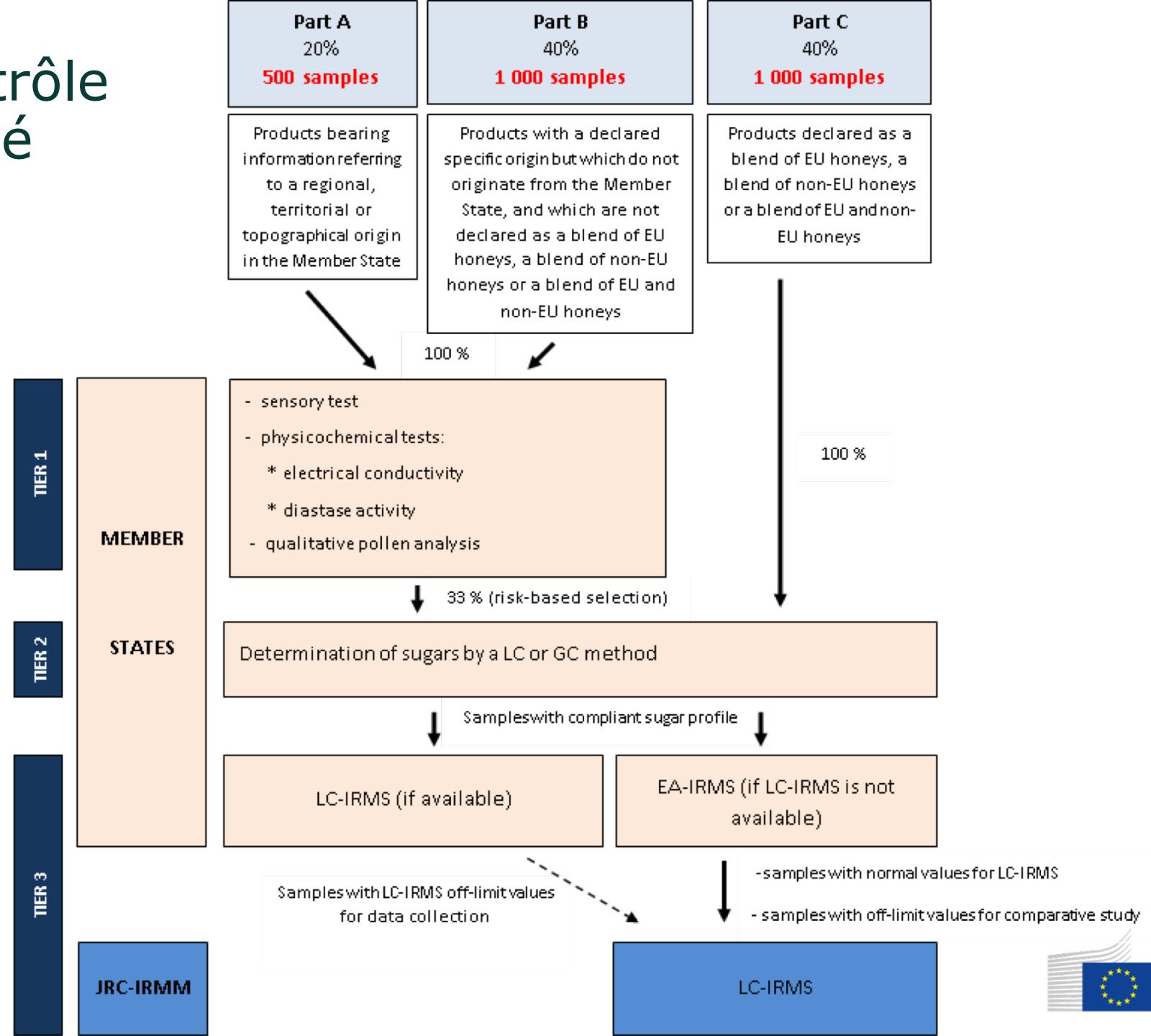
European
Commission

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.

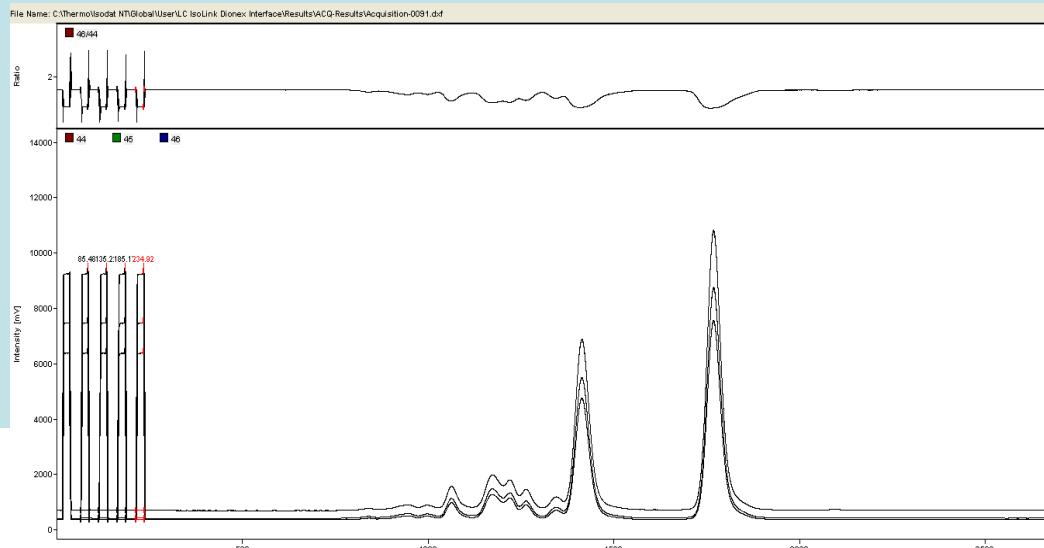


Plan de contrôle coordonné



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%
Entrepouseur	60	2.7%
Grossiste	81	3.6%
Inconnu	491	21.7%
Total	2264	100.0%

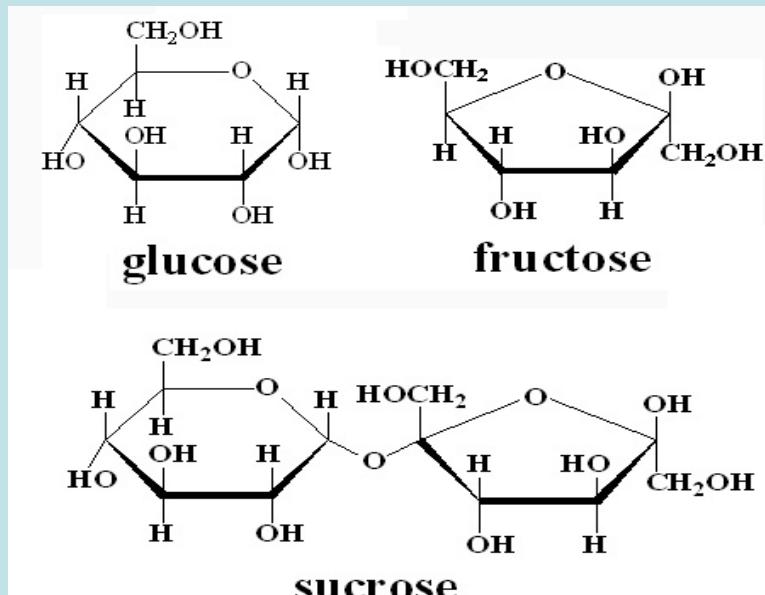


Échantillonnage par les États-Membres

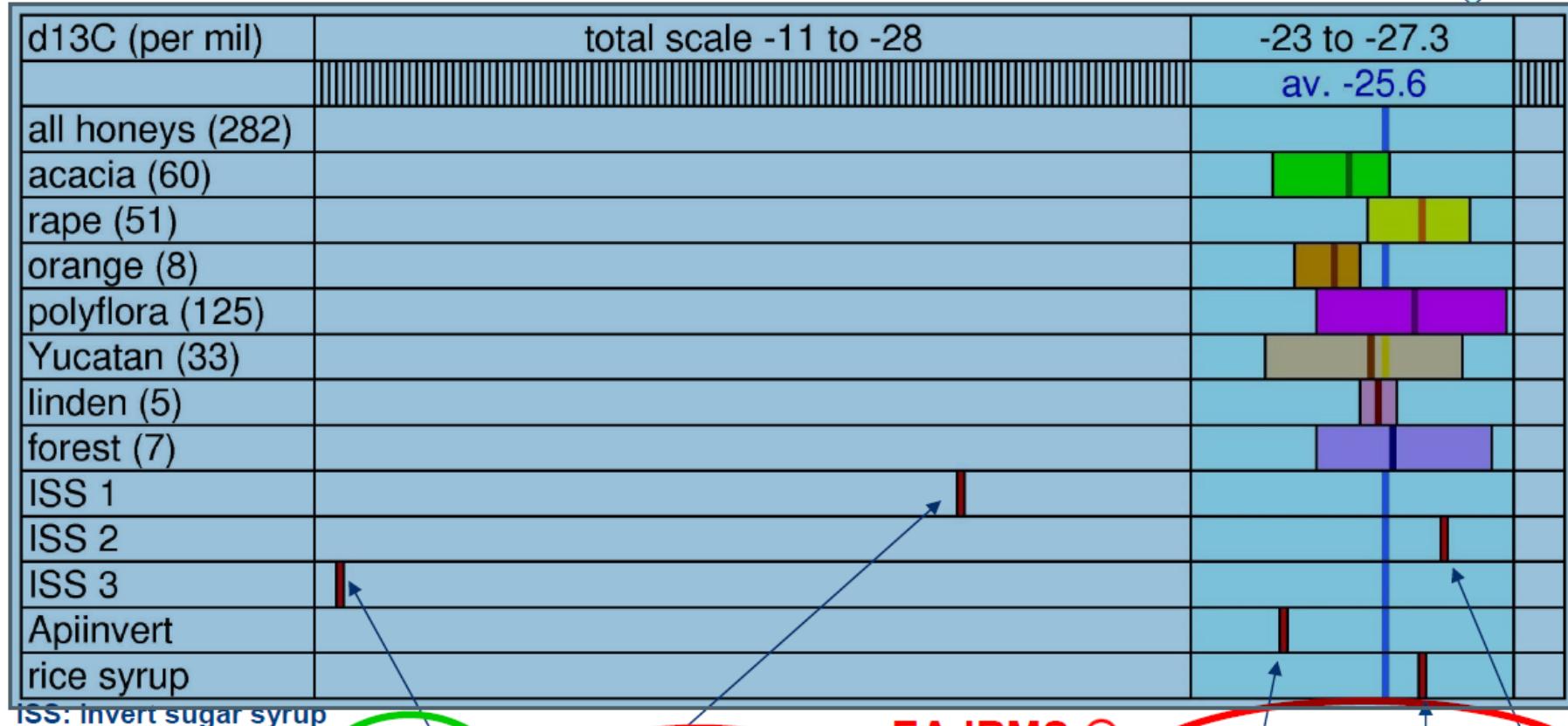
Échantillons	Nombre
Collectés par les États-Membres (plus Norvège & Suisse)	2264
Transmis au JRC et analysés par LC-IRMS	1069
-) sans métadonnées	38
-) non conforme suite aux phases 1 et 2 et EA-IRMS dans les États-Membres	138
-) Conforme suite aux phases 1 et 2 et EA-IRMS dans les États-Membres	893

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: ≤ 6% incluant anti-oxidants (flavonoïdes), acides organiques, minéraux, protéïnes et acides aminés



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



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)

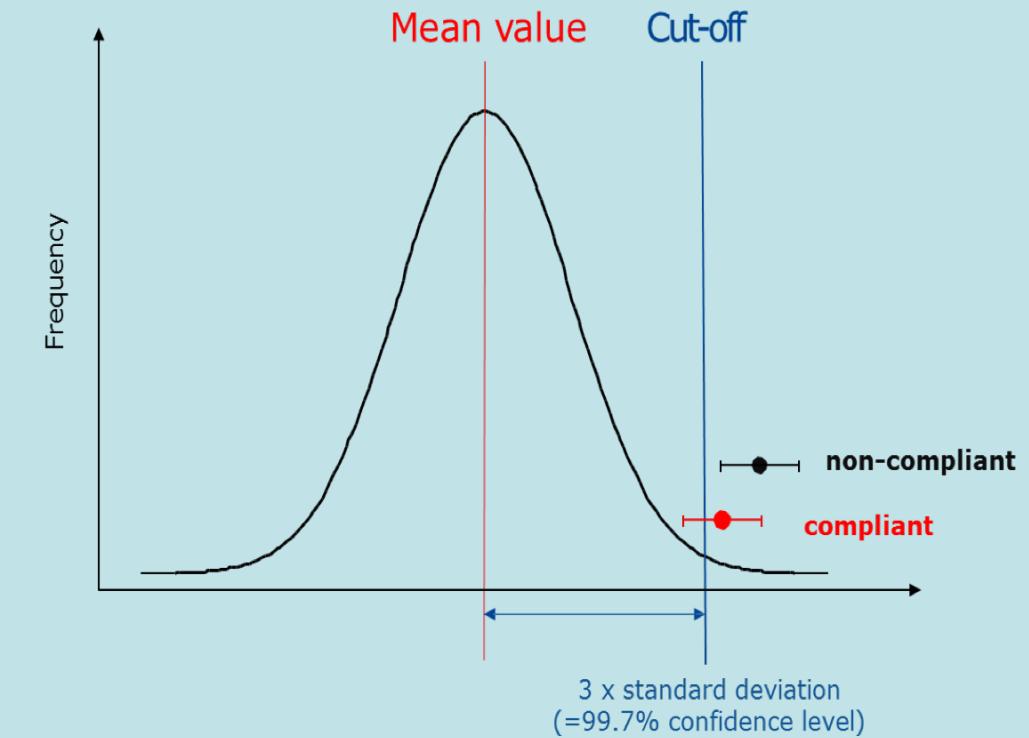
parameter	average	range	purity limit
$\delta^{13}\text{C}$ (‰) protein (p)	-25.2 ± 1.0	-22.3 to -28.9	none (depending on honey type)
$\delta^{13}\text{C}$ (‰) honey (h)	-25.3 ± 1.0	-22.4 to -29.3	none (depending on honey type)
$\Delta p-h$ (‰)	0.2 ± 0.6	-1.2 to 2.1	none (refer to C4 sugar limit)
C4 sugar (%) *	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 < value < +1.0
Delta $\delta^{13}\text{C}$ (‰) (max.)	0.3 ± 1.3	-2.10 to +2.10	-2.1 < 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 %

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

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

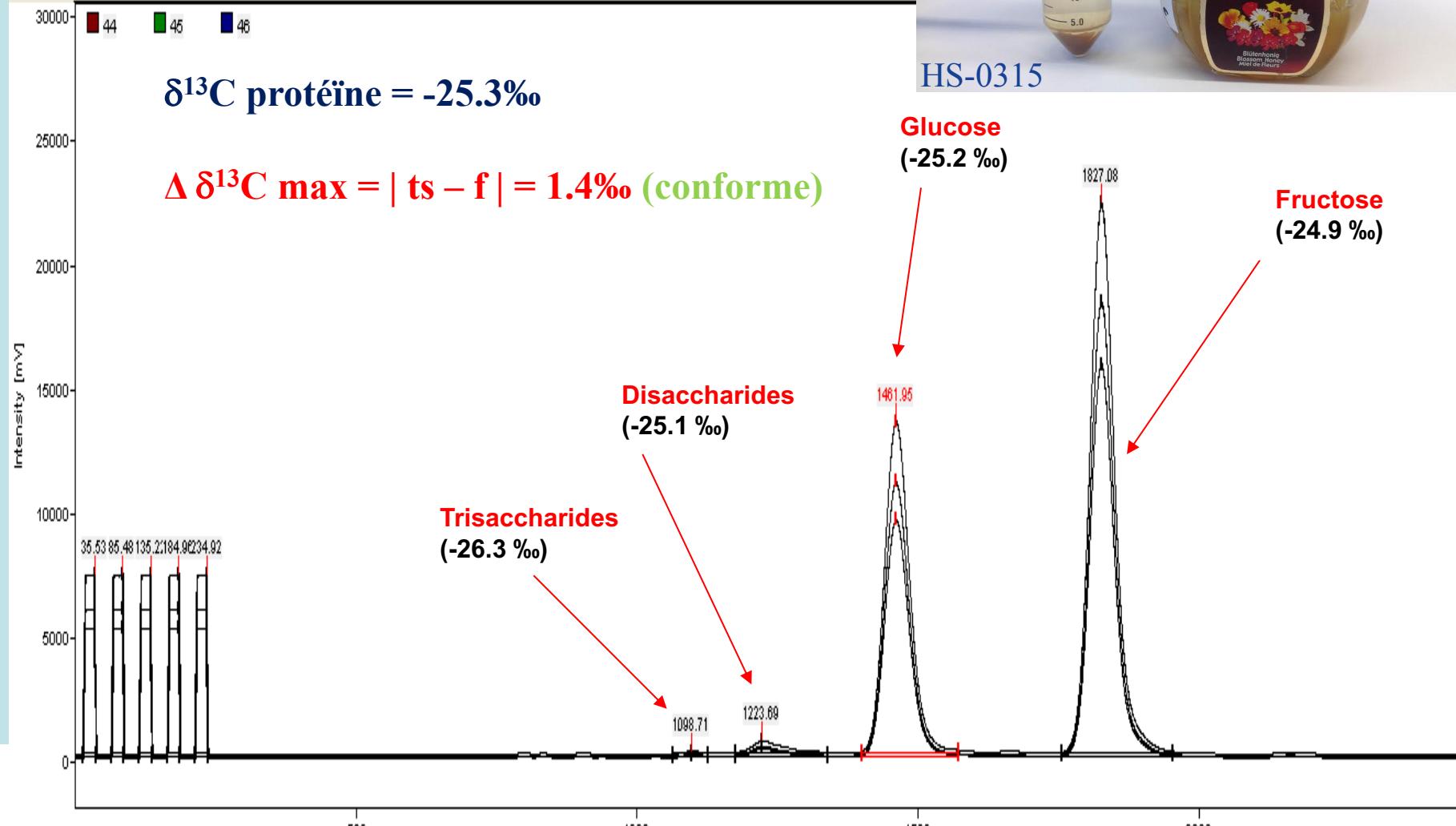
File Name: C:\Thermo\isodat NT\Global\User\LC IsoLink Dionex Interface\Results\ACQ-Results\Acquisition-0664.dxf

■ 44 ■ 45 ■ 46

$\delta^{13}\text{C}$ protéine = -25.3‰

$\Delta \delta^{13}\text{C}$ max = | ts - f | = 1.4‰ (conforme)

Intensity [mV]

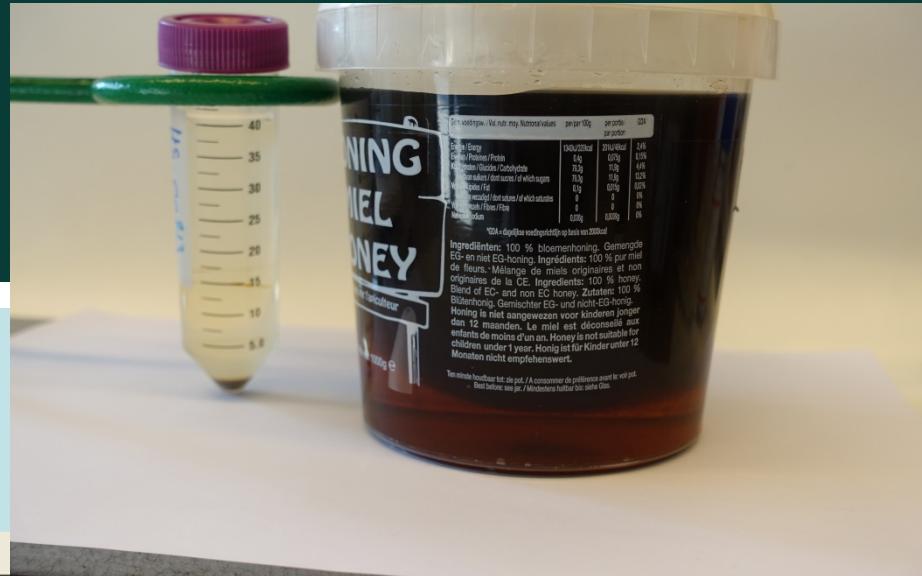
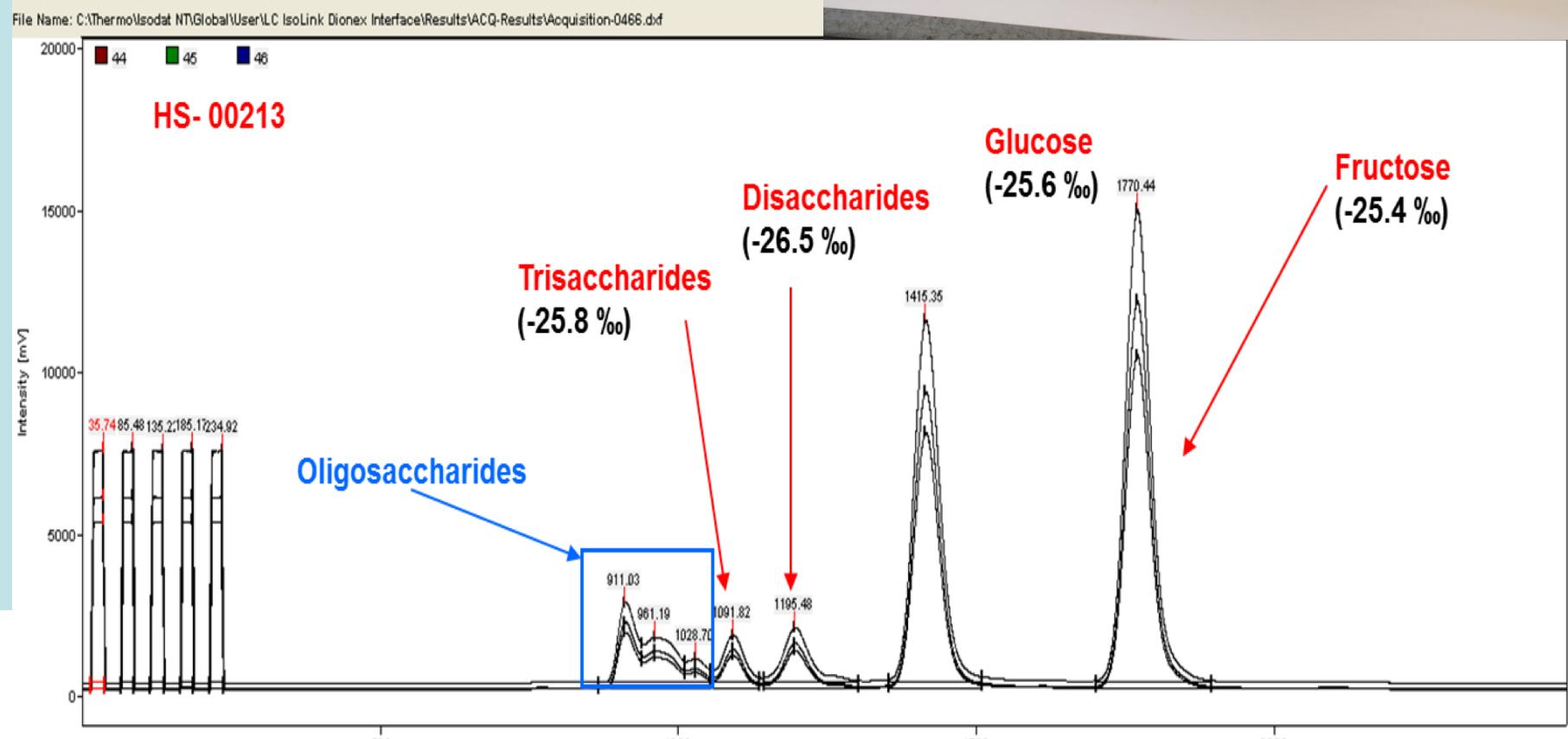


Miel suspect

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

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

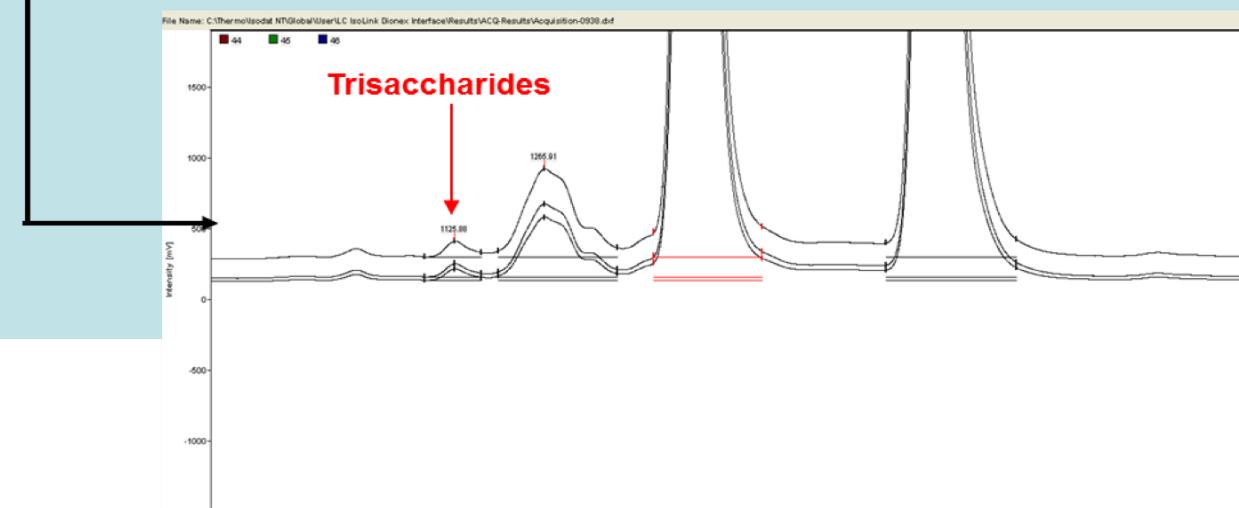
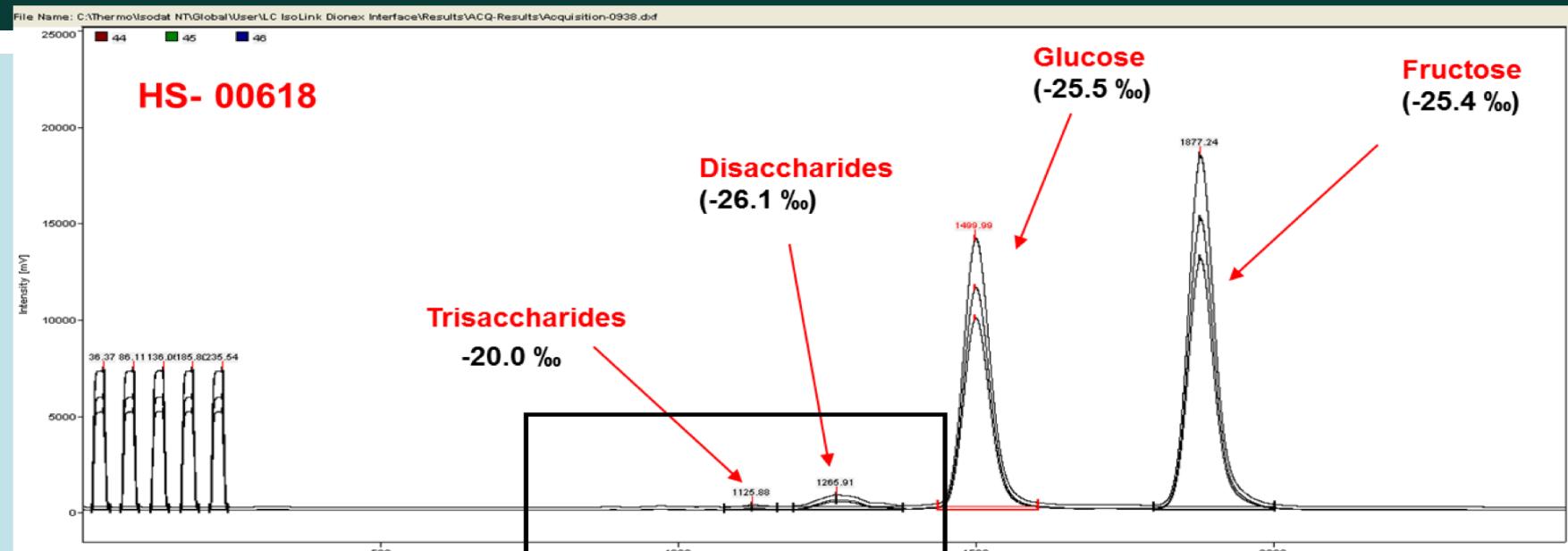
Superficie du pic d'oligosaccharides = 12%
(suspect)



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
Entrepouseur	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



Twitter:
@EU_ScienceHub



YouTube:
EU Science Hub



Facebook:
EU Science Hub – Joint Research Centre



LinkedIn:
Joint Research Centre