



*Famille Michaud*

APICULTEURS DEPUIS 1920

**Assemblée Générale SPMF  
29-01-2016**

Patricia BEAUNE

# CONTAMINATIONS EN ANTIBIOTIQUES POINT A DATE 2011-2015



# **CADRE REGLEMENTAIRE PUBLICATION DGAL 18-12-2015**



Cette note **retire toute référence** aux antibiotiques  
pour le traitement des ruchers atteints de loque  
américaine et de loque européenne



# LES RAISONS INVOQUEES

- ✓ les médicaments utilisés (tétracyclines) **ne sont pas efficaces** contre les formes sporulées
- ✓ le traitement antibiotique **permet une rémission temporaire et masque** l'expression clinique **sans éliminer l'infection**
- ✓ **des résistances** de P. larvae aux antibiotiques ont été mises en évidence



# LES RAISONS INVOQUEES

- ✓ les résidus d'antibiotiques **pouvaient se retrouver dans les produits de la ruche** et constituer un danger de sécurité sanitaire
- ✓ **aucun médicament vétérinaire** contenant un antibiotique **ne dispose d'une autorisation** de mise sur le marché pour le traitement des colonies d'abeilles



# LES RAISONS INVOQUEES

- ✓ **absence** de limite maximale de résidus (**LMR**) pour la **denrée miel**, l'utilisation de tout médicament contenant un antibiotique dans le cadre de la cascade est prohibée
- ✓ **émergence** avérée d'antibiorésistance



**CONTAMINATIONS EN ANTIBIOTIQUES**  
**POINT A DATE**  
**TETRACYCLINES**  
**STREPTOMYCINES**  
**SULFONAMIDES**  
**2011-2015**



# CONTAMINATIONS SUR 4 ANNEES EN TETRACYCLINES

## 5500 ECHANTILLONS TENDANCE EN BAISSSE SUR 2015

Appellation	2011	2012	2014	2015
Acacia	1.96	1.41 ↓	21.27 ↑	3.04 ↓
Colza	4.89	4.98 ↑	20.50 ↑	2.42 ↓
Chataignier	3.16	6.77 ↑	7.69 ↑	4.83 ↓
Pyrénées	17.94	29.6 ↑	31.03 ↑	0 ↓
Miellat	0	35.2 ↑	12.5 ↓	6.06 ↓
TF	1.06	2.8 ↑	1.79 ↓	1.03 ↓
Tournesol	0.25	0.09 ↓	3.41 ↑	5.48 ↑
Bruyère	10.11	0.96 ↓	2 ↑	4.91 ↑



# CONTAMINATIONS SUR 2 ANNEES EN STREPTOMYCINE ET SULFONAMIDES

## 3000 ECHANTILLONS



## STREPTOMYCINE

❖ 2014: 6.15%

❖ 2015: 0.25%

## SULFONAMIDES

❖ 2014: 0.27%

❖ 2015: 1.56%



# LES METHODES DE DETECTION D'ADULTERATION DANS LE MIEL POINT A DATE



# QUELLES SONT LES EXIGENCES AU NIVEAU DE LA REGLEMENTATION ?



# DEFINITIONS DIRECTIVE MIEL 2001-110-CE

Le miel, lorsqu'il est commercialisé comme tel ou quand il est utilisé dans un produit quelconque destiné à la consommation humaine, ne doit avoir fait l'objet d'aucune addition de produits alimentaires, y compris les additifs alimentaires, ni d'aucune addition autre que du miel. Le miel doit, dans toute la mesure du possible, être exempt de matières organiques et inorganiques étrangères à sa composition. Il ne doit pas (...) présenter de goût étranger ou d'odeur étrangère, ni avoir commencé à fermenter, ni présenter une acidité modifiée artificiellement, ni avoir été chauffé de manière que les enzymes naturels soient détruits ou considérablement inactivés.



# QUELLES DEDUCTIONS ?



## Au sens strict de la Directive Européenne

La présence de sucres provenant de sources non mellifères qu'elle ait ou non une origine intentionnelle est répréhensible par la loi



# QUELLES SONT LES METHODES QUI PERMETTENT DE DETECTER LES SUCRES PROVENANT D'UNE SOURCE NON MELLIFERE ?



# LES METHODES DE DETECTION ISOTOPIQUE



# QU' EST-CE QU' UN ISOTOPE ?



# LES ISOTOPES

- ❖ Tous les atomes possèdent des **neutrons** et des **protons**
- ❖ Un atome a toujours **le même nombre de protons**
- ❖ Le nombre **de neutrons, lui, peut varier**
- ❖ Ces mêmes atomes possédant un nombre de neutrons différents **sont des isotopes**
- ❖ Pour contrôler le miel, on s'intéresse aux **isotopes du carbone**



# LES DIFFERENTES PLANTES PRESENTES DANS LA NATURE ET SUCRES INDUITS



- ❖ **Les plantes en C4**  
**(Sirops Canne et de Maïs)**
- ❖ **Les plantes en C3**  
**(Sirops Betterave, Blé, Chicorée, Riz, Manioc)**
- ❖ **Les plantes mellifères sont des plantes en C3**



# METHODE DE DETECTION DES SUCRES ISSUS DE PLANTES EN C4

## ❖ Mesure du ratio d'isotopes C13/C12

- sur les Protéines
- sur le Miel



# METHODE DE DETECTION DES SUCRES ISSUS DE PLANTES NON MELLIFERES EN C3

## ❖ Mesure du ratio d' isotopes C13/C12

- sur les tous les sucres présents dans le miel
- glucose, fructose, disaccharides, tri saccharides, oligosaccharides



# UN EXEMPLE DE BULLETIN



**ANALYSIS REQUESTED: 13C Isotope Analysis by EA/LC (C4/C3-Sugars) (101158)**

Parameter	Result	Unit	Method
Protein *	-25.30	d13C(‰)	PM DE01_026 (a) <sup>1</sup>
Honey	-25.80	d13C(‰)	PM DE01_026 (a) <sup>1</sup>
Fructose (F)	-25.87	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Glucose (G)	-26.30	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Disaccharides	-24.42	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Trisaccharides	-25.10	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Oligosaccharides	n.a.	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Delta d13C (F-G)	0.43	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Delta d13C (max.)	-1.88	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
C4 Sugar Content	0.00	%	PM DE01_026 (a) <sup>1</sup>
F/G Ratio	1.12		PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Portion of Disaccharides	14.69	%	PM DE01_094 (a) <sup>3</sup>
Portion of Trisaccharides	2.50	%	PM DE01_094 (a) <sup>3</sup>
Portion of Oligosaccharides	n.d.	%	PM DE01_094 (a) <sup>3</sup>

LC-IRMS is not an official method for F/G ratio; n.a.: not analyzed; n.d.: not detected < 0.7 %; d13C value in permil. vs. V-PDB standard

\* not considered for Delta d13C (max.) calculation if affected by high yeast content (Yeast determination from Delta d13C (max.) >= 2.1 ‰ on)

**SPECIFICATIONS OF PURE HONEY:**  
 Delta d13C (F - G): not more than +/- 1 ‰  
 Delta d13C (max.) of individual d13C values: not more than +/- 2.1 ‰  
 C4 sugar content: < 7 %; portion of oligosaccharides: n.d.

(a): accredited under terms of DIN EN ISO/IEC 17025. (na) : not accredited method. (1) AOAC 998.12  
 (2) Apidologie 39/5 (2008) 574-587 (3) Apidologie 39/5 (2008) 574-587; % related to total sugars.  
 This document may only be reproduced in full. The results given herein apply to the submitted sample only.

-22.7 à -  
27.9‰

-22.6 à -  
28.0‰

-23 à  
-28‰



**ANALYSIS REQUESTED: 13C Isotope Analysis by EA/LC (C4/C3-Sugars) (101158)**

Parameter	Result	Unit	Method
Protein *	-25.30	d13C(‰)	PM DE01_026 (a) <sup>1</sup>
Honey	-25.80	d13C(‰)	PM DE01_026 (a) <sup>1</sup>
Fructose (F)	-25.87	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Glucose (G)	-26.30	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Disaccharides	-24.42	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Trisaccharides	-25.10	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Oligosaccharides	n.a.	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Delta d13C (F-G)	0.43	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Delta d13C (max.)	-1.88	d13C(‰)	PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
C4 Sugar Content	0.00	%	PM DE01_026 (a) <sup>1</sup>
F/G Ratio	1.12		PM DE01_094 (a) <sup>2</sup>
Portion of Disaccharides	14.69	%	PM DE01_094 (a) <sup>3</sup>
Portion of Trisaccharides	2.50	%	PM DE01_094 (a) <sup>3</sup>
Portion of Oligosaccharides	n.d.	%	PM DE01_094 (a) <sup>3</sup>



LC-IRMS is not an official method for F/G ratio; n.a.: not analyzed; n.d.: not detected < 0.7 %; d13C value in permil. vs. V-PDB standard

\* not considered for Delta d13C (max.) calculation if affected by high yeast content (Yeast determination from Delta d13C (max.) >= 2.1 ‰ on)

**SPECIFICATIONS OF PURE HONEY:**

Delta d13C (F - G): not more than +/- 1 ‰

Delta d13C (max.) of individual d13C values: not more than +/- 2.1 ‰

C4 sugar content: < 7 %; portion of oligosaccharides: n.d.

(a) : accredited under terms of DIN EN ISO/IEC 17025. (na) : not accredited method. (1) AOAC 998.12

(2) Apidologie 39/5 (2008) 574-587 (3) Apidologie 39/5 (2008) 574-587; % related to total sugars.

This document may only be reproduced in full. The results given herein apply to the submitted sample only.

-22.5 à -  
29.1‰

-21.9 à -  
28.2‰

+/-1‰  
Incertitude  
0.3‰

+/-2.1‰  
Incertitude  
0.3‰



# LES METHODES DE DETECTION DES OLIGOSACCHARIDES



# METHODE DE DETECTION DES OLIGOSACCHARIDES ISSUS DE PLANTES NON MELLIFERES

- ❖ Détection en HPLC ELSD
- ❖ Capacité des molécules à disperser la lumière
- ❖ Seuil de détection de 0.01 %



# QUELS SONT LES SEUILS DE DETECTION CES METHODES EN SITUATION?



# TESTS REALISES

❖ **Dopage de miel toutes fleurs avec différents sirops par ajout de 3 à 15%:**

- ✓ **Sirop de canne**
- ✓ **Sirop de riz**
- ✓ **Sirop de blé**
- ✓ **Sirop de manioc**
- ✓ **Sirop de nourrissage**



# TESTS REALISES

## Composition des sirops

Sirop	Glucose	Fructose	Sucrose	Maltotriose	Maltose	Oligosacharides
Canne	abs	abs	59.5	abs	abs	abs
Riz	22.7	abs	abs	1.8	25.7	12.64
Blé	23.7	abs	abs	1.3	31.5	11.26
Manioc	24.9	abs	abs	abs	30.6	10.29
Nourrissement	12.9	13.6	12.1	9.6	20.6	abs



# RESULTATS OBTENUS

- ❖ Les méthodes **actuelles en EA LC IRMS** couplées à la détection des **oligosaccharides en HPLC ELSD** ont permis de détecter l'adultération de **100 %** des échantillons dopés



**Une nouvelle technologie existe et permet de détecter les additions de sucres issus de plantes non mellifères**

**La Résonnance Magnétique et Nucléaire (RMN)**



**Famille Michaud Apiculteurs équipe son  
laboratoire de la technologie de Résonnance  
Magnétique et Nucléaire (RMN) en mars 2016**



# LA TECHNOLOGIE RMN

La technologie de **Résonance Magnétique et Nucléaire** est depuis de nombreuses années utilisée afin :

- d'identifier les différents types de Jus de Fruits et de Cépages viticoles
- de caractériser les origines géographiques

Cette technologie est une bonne alternative dans une démarche de caractérisation des appellations florales et géographiques ainsi que dans la volonté de **détecter les sucres issus de plantes non mellifères**



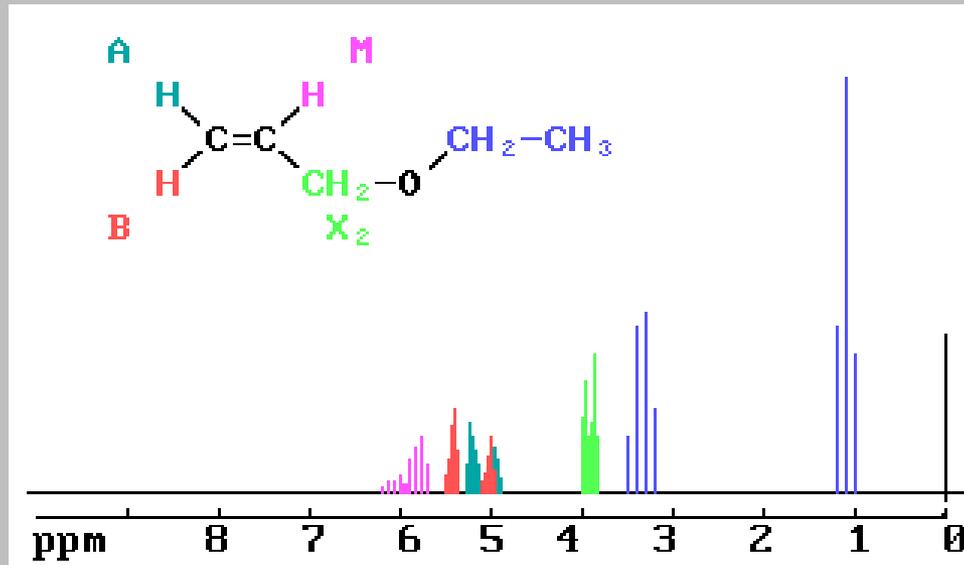
# LA RESONNANCE MAGNETIQUE ET NUCLEAIRE

**La Société Bruker est le seul fabricant mondial à détenir le savoir faire dans la conception d' instruments en Résonance Magnétique et Nucléaire adaptés au contrôle des produits alimentaires.**



# LA TECHNOLOGIE RMN DU PROTON

Cette technologie permet **d'identifier les structures des espèces organiques et inorganiques, en médecine humaine**  
**cette technologie correspond à l'IRM**



# LA TECHNOLOGIE RMN DU PROTON POUR LE MIEL



Compound	Value	Unit	LOQ	Official Reference			Honey-Profiling™ NMR Distribution
				min	max	Flag	
glucose + fructose	74.3	g/100g	20.0	60.0	-	●	64.0  89.2
fructose / glucose	1.40	-	-	-	-	○	0.88  1.60
fructose	43.4	g/100g	10.0	-	-	○	34.2  46.0
glucose	30.9	g/100g	10.0	-	-	○	25.4  44.6
sucrose	<LOQ	g/100g	0.5	-	5.0	●	<0.5  3.1
turanose	2.4	g/100g	0.2	-	-	○	0.5  3.1
maltose	1.4	g/100g	0.5	-	-	○	0.7  3.7
melezitose	<LOQ	g/100g	1.0	-	-	○	<1.0 g/100g in reference dataset
maltotriose	<LOQ	g/100g	1.0	-	-	○	<1.0 g/100g in reference dataset
gentiobiose	0.4	g/100g	0.3	-	-	○	<0.3  0.5
raffinose	0.3	g/100g	0.1	-	-	○	<0.1  0.3
mannose	<LOQ	g/100g	0.05	-	-	○	<0.05 g/100g in reference dataset

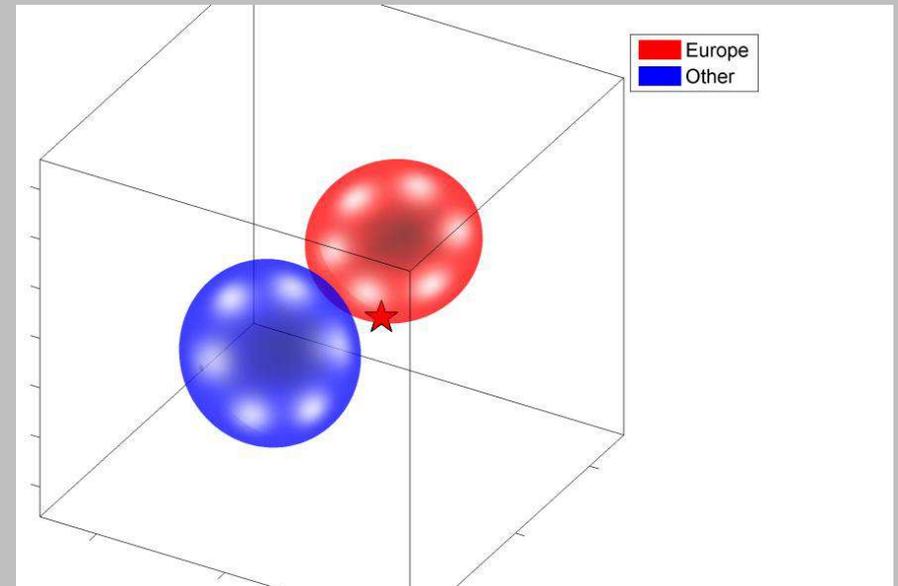
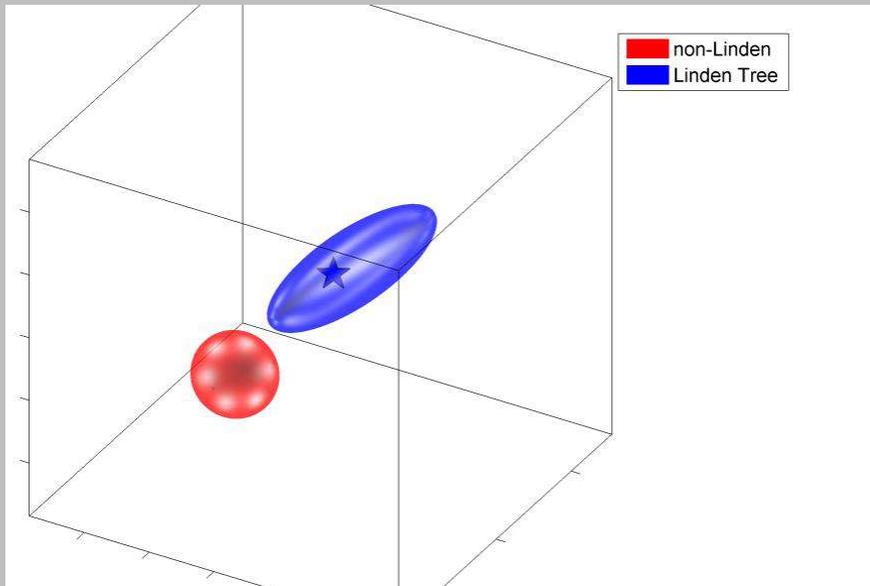
Les premiers travaux permettent de **doser 38 composés** parmi :

- les sucres
- les acides
- les aminoacides
- les marqueurs de fermentation
- les marqueurs d'adultération



# LA TECHNOLOGIE RMN DU PROTON POUR LE MIEL

## Détecter les fraudes d'appellations florales et géographiques et les adultérations



# INTERETS DE CETTE METHODE

## Les exigences et les points forts

- La création d'un **modèle de miel conforme par appellation florale**, effets de faux positifs liés au type de miel éliminés
- l'adhésion à un **consortium** aux côtés de Bruker, et la construction d'une base de données communes, l'assurance du développement à terme d'une méthode fiable et consensuelle
- Une acquisition de **nouvelles compétences pour le laboratoire Famille Michaud Apiculteurs** sur une méthode **multi critères** qui sera utilisée à terme par l'ensemble de la filière
- Une méthode développée selon les exigences **COFRAC** donc accréditable



# LES OBJECTIFS EN MATIERE DE CONTRÔLE DES MIELS

- **Famille Michaud Apiculteurs** a toujours réinvesti ses résultats dans la qualité des miels qu'elle commercialise
- Des **travaux d'agrandissement du laboratoire** ont été engagés début décembre 2015, nous triplons la surface actuelle
- C'est un **choix stratégique** que d'investir dans les **nouvelles technologies** afin de garantir aux consommateurs et à tous les acteurs de la filière **des produits sains et loyaux, issus du fruit du travail des abeilles**
- Chaque jour, nos actions sont menées **pour ne plus laisser de place à la fraude**





Merci pour votre attention !

