



HAL
open science

Utilisation d'une batteuse pour la préparation d'échantillon de grains de blé en vue de l'analyse des métaux

Patrice Soulé, Karine Hakim, Guillaume Daugey, Thierry Dalix, Mireille
Barbaste

► To cite this version:

Patrice Soulé, Karine Hakim, Guillaume Daugey, Thierry Dalix, Mireille Barbaste. Utilisation d'une batteuse pour la préparation d'échantillon de grains de blé en vue de l'analyse des métaux. Cahier des Techniques de l'INRA, 2015, 85, pp. 10. hal-04631886

HAL Id: hal-04631886

<https://hal.inrae.fr/hal-04631886>

Submitted on 2 Jul 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution - ShareAlike 4.0 International License

Utilisation d'une batteuse pour la préparation d'échantillon de grains de blé en vue de l'analyse des métaux

Patrice Soulé, Karine Hakim, Guillaume Daugey, Thierry Dalix, Mireille Barbaste¹

Résumé. Le blé participe de façon significative à l'apport des métaux dans notre ration alimentaire. Le transfert de ces métaux du sol vers les plantes et leur devenir au cours de la transformation sont des questions essentielles. L'analyse de ces métaux dans le blé est indispensable. Avant l'analyse proprement dite de nombreuses étapes de préparation sont nécessaires. Parmi elles, l'égrenage. L'égrenage manuel est long et fastidieux. Des solutions mécanisées sont existantes (batteurs) mais généralement contaminantes pour l'échantillon car les parties en contact avec l'échantillon sont en inox. Le batteur WHT A010002 de l'entreprise Precision Machine est un bon candidat car il est composé de nombreux éléments non métalliques. Dans cet article, nous décrivons les étapes critiques de l'acquisition de ce matériel et nous établissons l'impact de l'utilisation de ce batteur sur la contamination en métaux des grains de blé.

Mots clés : batteuse, blé, éléments en traces métalliques, préparation, analyse

Introduction

Le blé est une des trois céréales les plus cultivées et les plus consommées par l'homme. Les produits à base de blé dur ou tendre : pains, produits de panification, pâtes alimentaires sont les principaux contributeurs pour les apports des adultes ou des enfants en aluminium, cadmium, cuivre, fer, magnésium, plomb et sodium (Leblanc et al., 2011). Ces éléments ingérés en excès ou en défaut ont un impact sur notre santé. La teneur du blé en ces éléments est un paramètre essentiel qu'il faut connaître voire maîtriser. Le besoin en analyses est important pour suivre la contamination du blé au champ et pendant sa transformation.

La plupart des instruments pour l'analyse des éléments minéraux travaillent sur des liquides voire pour quelques-uns sur des solides réduits en poudres. Cela implique de réaliser une préparation des échantillons comprenant, dans le cas des plantes et en particulier du blé, un séchage, un égrenage, un broyage et une mise en solution. Les contaminations au cours des étapes de séchage et de broyage peuvent généralement être maîtrisées (Desalme et al., 2011). Elles sont strictement contrôlées pendant les étapes de mise en solution et d'analyse par l'utilisation de blancs de préparation et l'utilisation de matériaux de référence. L'égrenage se fait habituellement à la main. Si des gants sont utilisés, le choix d'un gant adapté permet de limiter les contaminations (Orignac et al., 2011). Cependant cette opération d'égrenage est particulièrement longue et fastidieuse et des solutions pour automatiser cette étape de la préparation ont été recherchées dans le cadre des projets de recherche « Multicontamination » financés par le Compte d'Affectation Spéciale « Développement Agricole et Rural » (CASDAR) du ministère de l'Agriculture, de l'Agroalimentaire et de la Forêt et la région Aquitaine. L'objectif était de trouver une batteuse à la fois capable de prendre en charge de petits échantillons (quelques épis) et diminuant le risque de contamination des échantillons.

¹ INRA, US 1118 USRAVE, F-33882 Villenave d'Ornon Cedex, France
mireille.barbaste@bordeaux.inra.fr

Au cours d'une visite sur le Centre INRA de Clermont Theix, nous avons identifié dans l'Unité GDEC un candidat potentiel : le WHTA010002 220V de l'entreprise « Precision Machine » basée au Nebraska USA. Cette batteuse a la particularité d'avoir de nombreuses parties en contact avec l'échantillon non métalliques (néoprène et acrylique) réduisant les risques de contamination. De plus les parties métalliques sont composées d'un seul alliage d'aluminium réduisant la diversité des contaminants. Le constructeur et fournisseur de cet appareil fonctionne dans un environnement administratif différent du nôtre avec des règles de gestions différentes. Cet achat a nécessité la mise en place de documents et d'outils administratifs qui sont décrits dans cet article. Nous avons finalement fait l'acquisition de ce matériel, puis nous avons réalisé des tests pour identifier d'éventuelles contaminations. Dans cet article, nous décrivons les étapes critiques de l'achat (rédaction d'une convention) et l'essai de non contamination.

Achat du matériel

La procédure INRA d'achat a été respectée : création du fournisseur, édition d'un bon de commande pour le montant de l'achat augmenté des frais de port. Le fournisseur a demandé le paiement de la facture avant « service fait » afin de garantir les frais de production. Cela n'était pas possible et l'antériorité de « bon paiement » de la part des collègues de Clermont a été déterminante. Le fournisseur a alors demandé l'avance des frais de port pour se garantir une perte minimisée en cas de non-paiement de notre part. Il n'est pas possible de faire ce type d'avance en l'absence d'une convention signée par les deux parties. Un document a été élaboré dans l'Unité, validé par le service financier et comptable et transmis au fournisseur. Ce document est donné dans cet article afin de faciliter de futurs achats de nos collègues auprès de ce fournisseur. Il est disponible au format.doc sur simple demande auprès des auteurs.

Le document « Convention » est présenté page suivante.

CONVENTION

ENTRE :

L'INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE
AGRONOMIQUE

Etablissement public à caractère scientifique et
technologique

Ci-après dénommé : **INRA**

71, avenue Edouard Bourlaux
33140 VILLENAVE D'ORNON, FRANCE

Ici représenté par **Monsieur XXXXXXXX**
En sa qualité de **Président de Centre**

ET :

La société : **PRECISION MACHINE CO INC**
2933 N 36TH ST
LINCOLN, NE 685042498, NEBRASKA, USA

Ici représenté par
Monsieur / Madame
En sa qualité de :

IL EST CONVENU DE CE QUI SUIT :

L'INRA s'engage à acheter un égraineur modèle
WHTA010002 220V pour un prix total de 1 000 \$
(Commande n°XXXXXXXXXXXXXXXXXX)

Les frais d'acheminement s'élèvent en plus à 500 \$.

Il est convenu que l'agent comptable secondaire de
l'INRA s'engage à payer d'avance les frais
d'acheminement. Le matériel sera réglé dès réception
et après vérification de son bon fonctionnement sur le
compte numéro : .

Le délai de paiement est fixé à 30 jours.

Fait en 2 exemplaires
A Villenave d'Ornon, le

Pour l'INRA (for INRA)

BETWEEN

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE
AGRONOMIQUE

Etablissement public à caractère scientifique et
technologique

Called in the rest of the document: **INRA**

71, avenue Edouard Bourlaux
33140 VILLENAVE D'ORNON, FRANCE

Represented by **Mister XXXXXXXX**
As **Président de Centre**

AND :

The company: **PRECISION MACHINE CO INC**
2933 N 36TH ST
LINCOLN, NE 685042498, NEBRASKA, USA

Represented by
Mister/ Madam
As :

INRA and Precicion Machine Co InC Agree

INRA agrees to buy a wheat thresher WHTA010002
220V Model at a price of 1,000\$
(Order number: XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX)

Transport costs are 500\$ more

The accountant of ministry of finance agrees to pay
transports costs in advance. Upon receipt, INRA will
verify that the thresher is in working order and then
INRA will pay it (account number).

The term of payment is fixed at 30 days.

Done in 2 originals
Lincoln, on

For (pour) PRECISION MACHINE CO INC,

Figure 1 . Convention d'achat du batteur.

Description du matériel ou de la méthode

Matériel

La batteuse est le modèle WHTA010002 220V de la société Precision Machine Co Inc (Lincoln, Nebraska, USA). Les parties en contact avec l'échantillon sont en néoprène, acrylique et fonte d'aluminium de type 319 (comportant 6% Si, 3,5% Cu, 1% Fe, 0,5% Mn, 1,1 % Zn et 0,35 % Ni).

Un ICP-AES 725ES (Varian, Mulgrave, Victoria Australie) équipé d'un nébuliseur V-Groove a été utilisé pour l'analyse d'Al, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, P, K, Na, Zn. Les conditions expérimentales sont données dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Un ICP-MS 7700X (Agilent, Santa Clara, USA) équipé d'un nébuliseur Mira Mist en téflon et d'une torche en quartz de diamètre intérieur de 2,5 mm a été employé pour l'analyse de As, Cd, Cr, Co, Mo, Ni, Pb. Les conditions expérimentales sont données dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Tableau 1 . Conditions opératoires de l'ICP-AES 725ES

Conditions opératoires ICP-AES 725ES

Paramètres	Valeurs
Puissance (kW)	1200
Débit gaz plasmagène (L/min)	15
Débit gaz auxiliaire (L/min)	1,5
Correction du bruit de fond	
Pression de nébulisation (PSI)	0,55

Raies	Longueurs d'onde	Nature de la raie
Aluminium	396,152	I
Calcium	422,673	II
Cuivre	327,395	I
Fer	259,94	II
Magnésium	285,213	I
Manganèse	259,372	II
Phosphore	213,618	I
Potassium	766,491	I
Zinc	213,857	I

Tableau 2 . Conditions opératoire de l'ICP-MS 7700X

Conditions opératoires ICP-MS 7700X

Paramètres	Valeurs
Puissance (W)	1550
Débit gaz de nébulisation (L/min)	1,03
Température de la chambre (°C)	2
Débit He (mL/min)	5 (sauf As : 10)

	Isotopes
Arsenic	75*
Cadmium	114
Chrome	52*
Cobalt	59*
Molybdène	98
Nickel	60*
Plomb	208
Etalon interne : Rhodium	103*

*Utilisation de la cellule de collision avec He

Les pesées et corrections d'humidité ont été faites grâce à une balance OHAUS Explorer Pro EP613C sous contrôle métrologique (OHAUS, Parsippany, USA) et une étuve Memmert UN500 (Memmert, Schwabach, Allemagne) sous contrôle métrologique à $103 \pm 5^\circ\text{C}$. Les minéralisations ont été réalisées grâce à un four à moufle Termolyne 30400 (Memmert, Schwabach, Allemagne), une plaque chauffante Ceran 500 (Schott, Mainz, Allemagne), des filtres sans cendre n°40 Whatmann (Whatman International Ltd, Maidstone Kent, RU). Les fioles de 100 mL utilisées sont de classe A. Les minéralisations et mise en solution ont été faites avec de l'acide nitrique concentré à 65 % (Baker Analyzed, Deventer, Hollande) et de l'acide fluorhydrique à 48 % (Baker Analyzed, Deventer, Hollande). Les solutions d'étalonnage des appareils ont été réalisées par pesée à partir de Titrisols (Merck S.A., Fontenay sous-bois, France). L'eau utilisée pour l'ensemble des préparations de solution étalon et d'échantillon est de l'eau ultrapure de résistivité contrôlée et supérieure à $18,6 \text{ M}\Omega$ produite à l'aide d'un système Genpure (TKA, Niederelbert, Allemagne).

Echantillons

Dix épis de blé tendre récoltés en 2013 sur la parcelle P24 de l'Unité expérimentale Grandes Cultures Innovation Environnement - Picardie (UE GCIE) à Estrées-Mons ont été séchés dans une étuve sous contrôle métrologique à $50 \pm 5^\circ\text{C}$. Sur chaque épi deux zones ont été identifiées suivant la **Figure 2**. La première zone a été égrenée à la main, la deuxième en utilisant la batteuse. Vingt échantillons ont ainsi été générés.

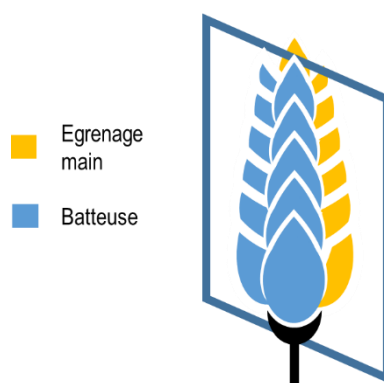


Figure 2 . Définition des zones à échantillonner à la main et au batteur.

Le **Tableau 3** présente les caractéristiques de chacun des épis de blé avec la masse totale de l'épi ainsi que le nombre et la masse des grains recueillis après égrenage à la main et à la batteuse.

Tableau 3 . Descriptif des échantillons, nom, masse

Echantillon	Masse totale de l'épi (g)	Egrenage manuel			Batteuse		
		nombre de grain	Masse (g)	masse moyenne d'un grain (g)	nombre de grain	Masse (g)	masse moyenne d'un grain (g)
Epi1	3,34	25	1,28	0,051	26	1,34	0,052
Epi2	3,49	25	1,42	0,057	26	1,51	0,058
Epi3	3,21	27	1,30	0,048	26	1,29	0,050
Epi4	3,17	25	1,34	0,053	26	1,36	0,052
Epi5	4,03	27	1,68	0,062	24	1,50	0,063
Epi6	2,31	17	0,95	0,056	16	0,88	0,055
Epi7	2,75	20	1,13	0,057	21	1,13	0,054
Epi8	4,12	27	1,60	0,059	29	1,72	0,059
Epi9	2,69	21	1,11	0,053	20	1,13	0,057
Epi10	3,28	21	1,30	0,062	22	1,32	0,060

Description des échantillons de blé

Le mode opératoire recommandé pour l'utilisation de la batteuse est le suivant. La batteuse est mise sous tension. Le potentiomètre qui commande la vitesse de rotation des pales est positionné à 1/5 de la longueur environ et le clapet est ouvert. L'épi est introduit dans la batteuse en le tenant par la tige. Le temps de battage est de quelques secondes. Une fois que tous les grains de blé ont été entraînés dans la colonne, augmenter graduellement la vitesse de rotation des pales grâce au potentiomètre de façon à entraîner les débris dans le sac à déchets. Les grains sont recueillis à l'aide de la trappe. La batteuse est nettoyée en faisant tourner les pales au maximum de leur vitesse tous les débris résiduels de la chambre et de la colonne sont ainsi entraînés vers le sac à déchets. L'opération totale prend environ 1 minute.

Mise en solution

Afin d'éviter de potentielles contaminations au cours de la préparation de l'échantillon et de l'analyse, chaque échantillon a subi un minimum de manipulations. Ainsi, l'échantillon n'a pas été broyé et la totalité de chaque échantillon composé de grains a été mise en solution en utilisant le protocole suivant. Dans une capsule en porcelaine, la totalité de l'échantillon de blé sec est pesé et mis à calciner dans un four à moufle à 480°C pendant 5 h. On ajoute 5 mL d'acide nitrique concentré aux cendres recueillies et évaporés à sec. On ajoute 5 mL d'eau ultrapure dans les capsules et on évapore à sec. Le minéralisât est mis en solution dans 5 mL d'acide nitrique 7,22 N. La solution obtenue est filtrée sur filtre sans cendre et recueillie dans une fiole jaugée de 100 mL. Le filtre est recueilli dans une capsule en céramique et est calciné dans un four à moufle à 550°C pendant 2 h. Les cendres sont transférées dans une capsule téflon. Cinq mL d'acide fluorhydrique concentré sont ajoutés aux cendres recueillies et évaporés à sec. Cinq mL d'acide nitrique concentré sont ajoutés dans les capsules et évaporés à sec. Cinq mL d'eau ultrapure sont ajoutés dans les capsules et évaporées à sec. Le minéralisât est mis en solution dans 5 mL d'acide nitrique 7,22 N. La solution obtenue est filtrée sur filtre sans cendre et recueillie dans la fiole jaugée contenant déjà la solution issue de la 1ère étape de la minéralisation. La fiole jaugée est complétée à 100 mL avec de l'eau ultrapure.

Echantillons de contrôle

La qualité de l'analyse a été contrôlée par l'utilisation de l'échantillon de référence de laboratoire V463 (maïs) créé par l'Unité de service et de recherche en analyses végétales et environnementales (USRAVE) avec l'aide du Bureau interprofessionnel d'études analytiques (BIPEA) pour Al, Cd, Ca, Cr, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, P, K, Zn, par l'utilisation du matériau de référence certifié 1547 (NIST, feuilles de pêcher) pour As, et Pb ; et enfin par l'utilisation de blancs de préparation. Les valeurs de concentration mesurées pour les blancs sont retirées des valeurs de concentration des échantillons inconnus.

Les 20 échantillons de grains de blé ont été analysés en un seul lot. Pour ce lot, 3 échantillons de V463, 3 échantillons de NIST 1547 et 3 blancs ont été ajoutés afin de former une unique série d'analyse. Dans cette série, tous les échantillons ont subi, de la même façon et en même temps les étapes de mise en solution et d'analyse.

Validation de la méthode d'analyse et estimation des incertitudes

Les méthodes d'analyse sont validées en utilisant la norme NF T90-210. Son utilisation à l'USRAVE est décrite dans l'instruction IN13C4E. De même, l'estimation des incertitudes de mesure est réalisée en utilisant la norme ISO 11352. Son utilisation à l'USRAVE est décrite dans l'instruction IN12C4F. L'estimation de l'incertitude concerne la méthode d'analyse de la prise d'essai à l'analyse instrumentale finale. L'ensemble des paramètres de validation est donné pour chaque élément dans les dossiers de validation SE74IN13_F16 et SE74IN13_F19. Les valeurs des limites de quantification, limites de détection et valeur d'incertitude pour chaque élément sont données dans l'enregistrement SE80C4A.

Résultats et discussion

Au regard de la composition des parties en contact avec l'échantillon du batteur (Al (90%), Cu (3-4%), Mg (0,1%), Fe (1%), Mn (0,5%), Zn (0,1%), Ni (0,35%)), les contaminations principales sont attendues pour ces éléments. N'ayant pas connaissance de la composition des matières plastiques et en particulier du néoprène et par précaution, la non contamination pour l'ensemble des éléments habituellement analysés à l'USRAVE a été vérifiée. Les valeurs de concentrations en éléments (Al, As, Cd, Ca, Cr, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, P, Pb, K,

Zn) pour respectivement les 10 épis de blé égrenés à la main (à la batteuse) et noté Epi1m à Epi10m (Epi1b à Epi10b) sont données dans le **Tableau 4**.

Tableau 4. Valeurs de concentration des échantillons de grains de blé après égrenage à la main (m) et égrenage à la batteuse (b) en Al, Cu, Fe, Mn, Zn en $\mu\text{g/g}$; As, Cd, Cr, Co, Mo, Ni, Pb en mg/kg ; Ca, Mg, P, K en mg/kg . Valeur de l'incertitude de la méthode d'analyse (U%) pour chacun des éléments analysés

	Al	As	Cd	Ca	Cr	Co	Cu	Fe	Mg	Mn	Mo	Ni	P	Pb	K	Zn
	$\mu\text{g/g}$	mg/kg	mg/kg	mg/g	mg/kg	mg/kg	$\mu\text{g/g}$	$\mu\text{g/g}$	mg/g	$\mu\text{g/g}$	mg/kg	mg/kg	mg/g	mg/kg	mg/g	$\mu\text{g/g}$
Epi1m	< 4	< 0,02	0,0975	0,448	< 0,02	< 0,02	5,75	27	0,986	28	0,597	0,114	3,22	< 0,07	4,8	29,1
Epi2m	< 4	< 0,02	0,0944	0,433	< 0,02	< 0,02	5,85	26,8	1,06	29,1	0,916	0,105	3,81	< 0,06	5,34	32,9
Epi3m	< 4	< 0,02	0,157	0,526	< 0,02	< 0,02	6,6	32,6	1,09	27	0,688	0,0975	3,53	< 0,07	4,76	31,3
Epi4m	< 4	< 0,02	0,0505	0,447	< 0,02	< 0,02	5,31	25,7	1,04	28,3	0,632	0,0675	3,59	< 0,07	4,63	38,7
Epi5m	< 3	< 0,02	0,0619	0,449	< 0,02	< 0,02	5,84	26,3	0,983	34,6	0,738	0,142	3,67	< 0,05	5,45	31,9
Epi6m	< 6	< 0,03	0,0674	0,442	< 0,03	< 0,03	5,6	25	1,09	36,4	0,792	0,14	3,91	< 0,09	5,34	34,9
Epi7m	< 5	< 0,02	0,0847	0,46	< 0,02	< 0,02	5,23	24,7	1,06	31,3	0,687	0,101	3,86	< 0,08	5,06	35
Epi8m	< 3	< 0,02	0,0731	0,434	< 0,02	< 0,02	5,38	26,6	1,03	34,6	0,831	0,111	3,79	< 0,06	5,33	32,6
Epi9m	< 5	< 0,03	0,0977	0,43	< 0,03	< 0,03	5,84	26,4	1,03	26,9	0,646	0,0986	3,48	< 0,08	4,86	30,7
Epi10m	< 4	< 0,02	0,147	0,469	< 0,02	< 0,02	6,16	29,7	1,11	31,8	0,753	0,0946	3,51	< 0,07	4,71	32,8
Epi1b	< 4	< 0,02	0,108	0,449	< 0,03	< 0,02	6,51	29,1	1,02	29,1	0,658	0,176	3,41	< 0,07	4,93	30,4
Epi2b	< 4	< 0,02	0,081	0,431	< 0,02	< 0,02	5,52	26,2	1,05	28,3	0,852	0,124	3,74	< 0,06	5,2	32,6
Epi3b	< 4	< 0,02	0,148	0,531	< 0,02	< 0,02	6,46	31,8	1,07	26,5	0,683	0,0891	3,47	< 0,07	4,73	31,5
Epi4b	< 4	< 0,02	0,0527	0,443	< 0,02	< 0,02	6,05	27,3	1,06	27,6	0,646	0,0932	3,72	< 0,07	4,85	39,4
Epi5b	< 4	< 0,02	0,0611	0,437	< 0,02	< 0,02	5,53	24,9	0,973	34,2	0,704	0,0916	3,65	< 0,06	5,42	32,4
Epi6b	< 6	< 0,03	0,06	0,42	< 0,03	< 0,03	5,34	24,8	1,08	34,2	0,729	0,119	3,86	< 0,1	5,14	34,5
Epi7b	< 5	< 0,02	0,079	0,454	< 0,02	< 0,02	4,81	26,1	1,04	30,1	0,65	0,11	3,76	< 0,08	5,1	34
Epi8b	< 3	< 0,02	0,0713	0,416	< 0,02	< 0,02	4,98	27,1	1,01	34,1	0,837	0,1	3,69	< 0,05	5,16	32,9
Epi9b	< 5	< 0,02	0,096	0,442	< 0,02	< 0,02	6,09	28,9	1,06	27,2	0,633	0,0988	3,57	< 0,08	4,98	32,5
Epi10b	< 4	< 0,02	0,145	0,463	< 0,02	< 0,02	5,65	29,9	1,1	32,7	0,775	0,0581	3,53	< 0,07	4,66	33
U %	15	20	20	10	20	20	20	15	10	10	20	25	5	20	10	10

Les concentrations en Al, As, Co, Cr et Pb de tous les échantillons sont en dessous des limites de quantification de la méthode d'analyse. As, Co, Cr et Pb ne font pas partie des éléments a priori présents dans les parties en contact avec les échantillons, nous pouvons confirmer qu'aucune contamination en ces éléments n'est apportée par l'égrenage à la batteuse. En ce qui concerne l'aluminium, qui est le composant métallique principal des parties de la batteuse en contact avec l'échantillon, nous pouvons conclure que, s'il y a enrichissement par l'utilisation de la batteuse, celui-ci est inférieur à 6 $\mu\text{g/g}$.

Chaque épi de blé, bien que récolté sur la même parcelle peut avoir des teneurs en élément distinctes (Faucher, 2013). Aussi, dans notre cas, il n'a pas été possible de considérer les 10 épis de blé comme une population homogène. Il en est de même pour chacune des deux sous populations de grains : d'une part celle issue de l'égrenage manuel et d'autre part celle issue de l'égrenage avec la batteuse. Chaque épi est considéré comme un échantillon unique. De la même façon, le format même de la manipulation ne nous a pas permis de faire plusieurs répétitions sur un même épi (le passage à la batteuse détruisant le restant de l'épi). Ainsi, dans cette étude, il n'a pas été possible d'avoir des valeurs de répétition au sens strict ce qui rend difficile l'utilisation des outils statistiques classiques. Aussi, afin de pouvoir comparer les valeurs de concentration obtenues pour un épi avec la batteuse (C_b) et obtenu pour ce même épi avec l'égrenage manuel (C_m), nous avons choisis d'utiliser l'incertitude de la méthode d'analyse (U) et de contrôler que si $C_b > C_m$ (respectivement $C_m > C_b$) alors $C_b - U > C_m + U$ ($C_m - U > C_b + U$). Si l'équation est vérifiée alors les deux échantillons provenant du même épi sont considérés comme différents, sinon ils sont considérées comme identiques.

Pour les éléments pour lesquels il a été possible de mesurer une valeur de concentration (Cd, Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, P, K et Zn), les valeurs de concentration mesurées dans la partie de l'épi égrenée à la main et celle

Le Cahier des Techniques de l'INRA 2015 (85)

mesurée dans la partie de l'épi égrenée à la batteuse sont identiques pour chacun des 10 épis. Nous en concluons qu'aucune contamination n'est constatée en particulier pour Cu, Fe, Mg, Mn, Ni et Zn qui sont des éléments contenus dans l'alliage d'Al en contact avec l'échantillon.

Conclusion

La batteuse WHTA010002 220V de la société Precision Machine Co Inc est adaptée à l'égrenage des épis de blé en vue de l'analyse des éléments minéraux et en particulier : As, Cd, Ca, Cr, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, P, Pb, K, Zn. En ce qui concerne Al, la non contamination n'a pas été mise en évidence dans le cadre de ce travail. Nous pouvons cependant affirmer que, si elle est présente, cette contamination est inférieure à 6 µg/g.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier tout particulièrement l'ensemble des collègues du Centre INRA de Clermont Ferrand Theix qui nous ont accueillis avec le sourire un vendredi après-midi, alors que nous n'étions pas attendus et qui ont pris le temps de nous montrer l'ensemble de leurs batteuses en nous décrivant chacune d'entre elles. Ce travail n'aurait pas été possible sans eux.

Les auteurs remercient également l'Unité expérimentale Grandes Cultures Innovation Environnement - Picardie (UE GCIE), Stéphane Thunot de l'Unité Interaction Sol Plante Atmosphère (UMR ISPA) qui a participé au prélèvement des épis de blé, ainsi que le service financier et comptable des SDAR du centre INRA Bordeaux Aquitaine.

Ce travail a été réalisé dans le cadre du programme CASDAR AAP10 n°10054.

Références bibliographiques

Dalix T, Hewitt A, Prunet T (2013) SE74IN13_F19 Formulaire de validation et d'étude thématique – Validation de la méthode de dosage par ICP-MS Agilent 7700x, Villenave d'Ornon, USRAVE.104 p.

Daugey G, Prunet T (2011) SE74IN13_F16 Formulaire de validation et d'étude thématique - Validation de la méthode de dosage par ICP-AES Varian 725ES selon la norme NF T90-210, Villenave d'Ornon, USRAVE.112 p.

Desalme S, Dalix T, Soulé P, Orignac D, Barbaste M (2011) Choix du broyeur en vue de l'analyse d'éléments en traces dans les plantes. *Cahier des Techniques de l'INRA* **72** : 19-30.

Faucher S (2013) Développement de méthodes d'évaluation de la teneur en éléments trace pour la qualité sanitaire des récoltes. *Thèse de doctorat Université de Pau et des Pays de l'Adour*. 177p.

ISO 11352:2012 (février 2013), Water quality -- Estimation of measurement uncertainty based on validation and quality control data.

Leblanc JC, Sirot V, et al. (2011) *EAT 2 Tome 1 – Contaminants inorganiques, minéraux, polluants organiques persistants, mycotoxines et phyto-estrogènes*. Edition ANSES, Paris. ISBN : 978-2-11-128112-7 [<https://www.anses.fr/sites/default/files/documents/PASER2006sa0361Ra1.pdf>]

NF T90-210 May 2009, Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire.

Patrice Soulé, Karine Hakim, Guillaume Daugey, Thierry Dalix, Mireille Barbaste

Orignac D, Masson P, Barbaste M (2011) Prélèvements de terrain et préparations d'échantillons végétaux en vue de l'analyse d'éléments minéraux : quels gants choisir ? *Cahier des Techniques de l'INRA* **72** : 07-12.

Prunet T, de Raemaeker F (2013) IN13C4E v2013 Validation d'une méthode, Villenave d'Ornon, USRAVE. 2 p.

Prunet T, de Raemaeker, Soulé P, Barbaste M F (2013) IN12C4F v2013 Estimation de l'incertitude, Villenave d'Ornon, USRAVE. 2 p.