

Echantillonnage

Une opération de routine

On accorde souvent plus d'importance à l'analyse qu'au prélèvement et à la préparation de l'échantillon. Or, l'analyse des caractéristiques d'un lot et l'interprétation des résultats s'avèrent inutiles, voire dangereuses, si l'échantillon n'est pas représentatif du lot dont il est issu.

Gilbert Niquet
g.niquet@arvalisinstitutduvegetal.fr

André Le Bras
a.lebras@arvalisinstitutduvegetal.fr

Jacqueline Le Brun
j.lebrun@arvalisinstitutduvegetal.fr

Catherine Renaud
c.renaud@arvalisinstitutduvegetal.fr

ARVALIS – Institut du végétal

 est indispensable de connaître la qualité des lots produits, puis stockés pour leur mise en vente, mais il est impossible de la juger sur l'ensemble d'un lot. Seule une fraction de celui-ci peut faire l'objet d'une analyse. On accorde souvent beaucoup plus d'importance à l'analyse

elle-même qu'au prélèvement et à la préparation de l'échantillon. Or, l'analyse des caractéristiques d'un lot et l'interprétation des résultats s'avèrent inutiles, voire dangereuses, si l'échantillon n'est pas représentatif du lot dont il est issu.

Inutiles car les résultats des analyses, parfois très coûteu-

ses, ne reflèteront pas les caractéristiques du lot, d'où litige possible entre vendeur et acheteur. Dangereuses car sur la base de déclarations erronées, les transactions commerciales peuvent exposer les opérateurs à des actions judiciaires.

Selon le règlement (CE)

indispensable à la qualité

n°401/2006 du 23 février 2006 portant sur les modes de prélèvement d'échantillons lors d'un **contrôle officiel** des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires, il faudrait prélever sur grain en statique 60 échantillons par remorque de 15 tonnes (*tableau 1b*) ce qui est très contraignant et fastidieux à réaliser (*encadré 3*). C'est pourquoi ARVALIS - Institut du végétal a collaboré au projet de norme expérimentale XP V03-777 – méthode d'échantillonnage simplifiée

 L'échantillonnage est une opération délicate qui exige une méthode, du matériel adapté et du personnel formé.

de routine. Cette nouvelle norme française permettrait de faire la distinction entre grain en mouvement (*tableau 2*) et en statique (*tableau 3*), mais également entre prélèvement mécanique et manuel. Ainsi, il ne faudrait plus prélever que trois échantillons par remorque de 15 tonnes de

grains en statique, ce qui est tout à fait envisageable.

Soigner le prélèvement

En opérant avec rigueur et méthode, quelques règles simples permettent de réaliser un bon échantillonnage.

À la ferme, à la réception, lors de la vidange des remorques, prélever sur la totalité des remorques constituant un lot (*tableau 2*), avec un minimum de trois prélèvements (au début, au milieu et à la fin de la vidange) par remorque. Opérer à intervalles réguliers,

sur toute la largeur du flux de grain, avec un récipient suffisamment grand pour qu'il ne déborde pas avant la traversée complète.

Au cours du stockage, l'échantillonnage ne peut être réalisé en statique que sur des cases à plat. Il est nécessaire pour cela de s'équiper d'une sonde de prélèvements par carottage (limité à 2 m) ou par aspiration, car il est impératif de prélever sur toute la hauteur de grain. Le nombre de prélèvements est précisé dans le *tableau 3*.

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever et poids de l'échantillon global à constituer – pour des lots statiques- règlement (CE) n° 401/2006 du 23 février 2006 (tab. 1)

a : de plus de 50 tonnes...

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≥ 1500	500 tonnes	100	10
> 300 et < 1500	3 sous-lots	100	10
≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	10
< 50	-	3 - 100 (*)	1-10

(*) voir le tableau 1b

b : de moins de 50 tonnes

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05 et ≤ 0,5	5	1
> 0,5 et ≤ 1	10	1
> 1 et ≤ 3	20	2
> 3 et ≤ 10	40	4
> 10 et ≤ 20	60	6
> 20 et ≤ 50	100	10

Source : règlement (CE) n° 401/2006 du 23 février 2006

Le règlement européen impose de prélever 60 échantillons par remorque de 15 t !



© N. Comec

En organisme stockeur, à la réception, si l'échantillonnage est réalisé dans les remorques, prélever par carottage au moins trois échantillons élémentaires (à l'avant, au centre et à l'arrière). Les échantillons élémentaires prélevés lors de l'ensilage dans une même cellule sont regroupés afin de constituer un échantillon global.

À la constitution du lot, lors du transilage du grain, au cours du remplissage d'une cellule ou d'une case, l'échantillonnage doit se faire sur le grain en mouvement tout au long de l'opération (tableau 3). Il s'effectue de préférence après un passage au nettoyeur. Les prélèvements sont effectués à intervalles réguliers, en coupant entièrement le flux de grain au niveau d'une chute libre. Le réceptacle doit avoir une taille suffisante pour ne pas déborder avant la traversée complète du flux. Un échantillonneur automatique permet de faire varier la taille et la fréquence des prélèvements.

Au cours du stockage, l'échantillonnage d'une cellule ne peut être réalisé que lors d'un transilage d'une cellule vers une autre. En effet, si on transile une cellule sur elle-même, seule la cheminée centrale en mouvement est échantillonnée.

Les prélèvements sont réalisés de façon manuelle sur une bande transporteuse caoutchouc ou de préférence au niveau d'une chute de grain, par exemple dans une goulotte de descente de pied d'élevateur ou au remplissage de la cellule. Là encore, il est recommandé d'utiliser un échantillonneur automatique, plus adapté à la sécurité et à la régularité de prélèvement.

▶ **Prélèvement par carottage en trois points car les impuretés ne se répartissent pas de façon homogène.**

Toutes ces opérations permettent de récupérer un échantillon représentatif à un instant donné. Toute opération ultérieure (traitement insecticide, nettoyage...) modifie les caractéristiques du lot et oblige à refaire un échantillonnage.

Un peu de vocabulaire...

(enc. 1)

- **Un lot** est une quantité déterminée, présumée avoir des caractéristiques distribuées de manière uniforme ou non, qui constitue une unité de livraison, par exemple une parcelle, une cellule, une case, une variété...

- **L'échantillonnage** est l'opération qui consiste à prélever une certaine fraction d'un lot de grains ayant les mêmes propriétés chimiques, physiques et technologiques que le lot dont elle est issue. De ce fait, l'échantillonnage ne modifie pas la composition et les propriétés du lot initial. Plus le lot de grain est hétérogène, plus il est nécessaire de prélever un nombre élevé d'échantillons élémentaires pour approcher la composition vraie du lot. Si la teneur en protéines offre une variabilité limitée, pour des contaminants tels que les mycotoxines, cette variabilité peut être très importante.

- **Les échantillons élémentaires ou primaires** sont les prélèvements en divers points répartis sur l'ensemble du lot.

- **L'échantillon global** est l'ensemble des prélèvements élémentaires provenant d'un même lot, réunis et mélangés. Chaque échantillon élémentaire doit contribuer dans les mêmes proportions à l'obtention de l'échantillon global représentatif du lot entier.

- **L'échantillon de laboratoire** est l'échantillon obtenu par division de l'échantillon global et destiné au laboratoire pour analyses. Les méthodes d'analyses ne requièrent généralement que 1 à 3 kg de grains.



© D.R.

▲ La sonde de prélèvement par carottage permet de prélever sur toute la hauteur de grain jusqu'à 2 mètres.

▶ Un bon échantillonnage se définit par un nombre suffisant d'échantillons élémentaires prélevés régulièrement, en privilégiant le prélèvement sur du grain en mouvement.

Étiquette d'échantillon (fig. 1)

Identifiant du producteur : Nom : Adresse : Tel : Fax :		Référence de l'échantillon :	
		Date de prélèvement :	
Espèce :		Cellule :	Quantité :
Variété :		Destinataire :	
Caractéristique :		Parcelle :	
<small>Les éléments de cette étiquette doivent renvoyer aux enregistrements de stockage et ainsi permettre d'identifier le lot afin d'assurer la traçabilité jusqu'à la parcelle.</small>			

Chaque récipient doit porter une étiquette permettant d'assurer la traçabilité du lot et d'identifier la date et le lieu du prélèvement. Il faut être capable de remonter jusqu'aux parcelles constituant le lot et à leur parcours en culture.



Nombre d'échantillons élémentaires à prélever et poids de l'échantillon pour laboratoire à constituer pour des lots de 500 tonnes de grains et plus, en mouvement (selon projet de norme) (tab. 2)

Echantillonnage de grains en mouvement par des moyens mécaniques ou manuels

	Masse des prélèvements élémentaires	Nombre minimal de prélèvements élémentaires ^a	Masse minimale de l'échantillon pour laboratoire pour analyse des contaminants	Masse minimale de l'échantillon pour laboratoire pour d'autres analyses
Echantillonnage mécanique	300 g à 1900 g	10 échantillons par sous-lot de 500 t 15 par sous-lot de 1500 t pour les silos		
Echantillonnage manuel	300 g à 1900 g	Pour les contaminants : 10 échantillons par sous-lot de 500 t 15 par sous-lot de 1500 t pour les silos Pour les autres analyses : 3 échantillons par sous-lot de 500 t 4 par sous-lot de 1500 t pour les silos	- pour les ochratoxine A et aflatoxines : 10 kg - pour pesticides, métaux lourds, dioxines : 1 kg - pour autres contaminants ^b : 3 kg	1 kg à 3 kg selon les exigences analytiques

Source : projet de norme expérimentale XPV03-777 – méthode d'échantillonnage simplifiée de routine.

Note : le nombre d'échantillons indiqué correspond à des lots constituant une seule et même livraison.

a : fréquence en fonction du débit des grains - b : autres contaminants comme déoxynivalénol, fumonisines, zéaralénone...

Le projet de norme expérimentale XPV03-777 limite le nombre de prélèvements et distingue lots statiques et en mouvement.

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever et poids de l'échantillon pour laboratoire à constituer pour des lots de plus de 15 tonnes de grains, en statique (selon projet de norme) (tab. 3)

Echantillonnage de grains en vrac statiques (systèmes d'échantillonnage mécaniques préconisés) dans des semi-remorques ou camions, navires ou réservoirs de stockage, silos ou entrepôts

Taille du lot ou du sous-lot	Masse des prélèvements élémentaires ^a	Nombre minimal de prélèvements élémentaires ^b	Masse minimale de l'échantillon pour laboratoire pour analyse des contaminants	Masse minimale de l'échantillon pour laboratoire pour d'autres analyses
≤ 15 tonnes	400 g à 3000 g	3 points d'échantillonnage	- pour les ochratoxine A et aflatoxines : 10 kg - pour pesticides, métaux lourds, dioxines : 1 kg - pour autres contaminants ^c : 3 kg	1 kg à 3 kg selon les exigences analytiques
< 15 à ≤ 30 t		3 points d'échantillonnage		
< 30 à ≤ 45 t		4 points d'échantillonnage		
< 45 à ≤ 100 t		6 points d'échantillonnage		
< 100 à ≤ 300 t		7 points d'échantillonnage		
< 300 à ≤ 500 t		8 points d'échantillonnage		
< 500 à ≤ 1500 t		10 points d'échantillonnage par 500 t		
Par lot de 1500 t	10 points d'échantillonnage par 500 t			

Source : projet de norme expérimentale XPV03-777 – méthode d'échantillonnage simplifiée de routine.

Note : le nombre d'échantillons indiqué correspond à des lots constituant une seule et même livraison.

a : en cas de prélèvement par des moyens mécaniques, la masse de l'échantillon doit être adaptée à l'équipement - b : pour les grains en vrac sur une grande profondeur, un échantillon prélevé tous les 2 mètres sur une même hauteur d'échantillonnage correspond à 1 prélèvement élémentaire. Répéter le monde opératoire autant de fois que nécessaire. - c : autres contaminants comme déoxynivalénol, fumonisines, zéaralénone...

Teneur en eau maximum des grains pour une bonne conservation (enc. 2)

Pour une conservation de moins de six mois, les échantillons globaux peuvent être conservés à leur humidité initiale si celle-ci ne dépasse pas de plus d'un point la norme commerciale (tableau 4). Pour une conservation de longue durée, ils devront être conservés à une teneur en eau la plus proche possible du seuil de stabilité. Pour ce faire, il suffit de les laisser sécher à plat à l'air ambiant. Ils ne seront plus alors représentatifs du lot en ce qui concerne la teneur en eau, mais ils garderont les autres caractéristiques.

Espèces	Seuil de stabilité (%)	Norme commerciale (%)
Blé	14,0	14,5
Orge		14,5
Maïs	12,5	14,5
Sorgho	12,0	14,5
Colza	8,0	9,0
Tournesol	8,0	
Pois	12,0	14,0

▲ Chaque récipient doit porter une étiquette assurant la traçabilité du lot et identifiant la date et le lieu du prélèvement. Il faut être capable de remonter jusqu'aux parcelles constituant le lot et à leur parcours en culture.

Préparer l'échantillon pour analyse

Au fur et à mesure des prélèvements, les échantillons sont placés dans un récipient référencé (figure 1) propre, étanche, en matériau inerte tel des bidons en plastique, qui doit assurer une protection contre le développement de moisissures ou la dégradation par les insectes et/ou les rongeurs.

Après homogénéisation, la conservation des échantillons globaux doit se faire dans un endroit sec, à l'abri de la lumière et dans l'idéal à une température inférieure à 10°C (impérativement inférieure à 20°C).

La durée du stockage des échantillons dépend de la durée de vie des lots (encadré 2).

À partir de l'échantillon global, procéder à sa réduction...

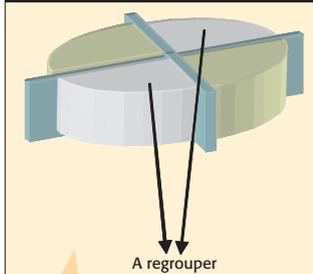


Les normes et règlements (enc. 3)

Les nouvelles dispositions réglementaires européennes en matière de qualité sanitaire imposent, pour les opérateurs économiques et les autorités officielles, la mise en place de plans d'échantillonnage et d'analyses rigoureux visant à vérifier, avant la mise sur le marché, la conformité d'un lot de céréales par rapport aux limites réglementaires. L'opération d'échantillonnage est la principale source d'erreur dans l'évaluation de la qualité sanitaire. Or aujourd'hui, d'une part, aucune norme européenne ou internationale ne propose de protocole d'échantillonnage adapté aux contaminants répartis de manière hétérogène et en particulier les mycotoxines de champ. D'autre part, les dispositions réglementaires sont difficiles, voire impossibles, à mettre en œuvre au quotidien. C'est pourquoi les filières céréalières françaises se sont mobilisées pour soumettre à la normalisation française, européenne et internationale un protocole d'échantillonnage visant à démontrer que la réduction du nombre de prélèvements à effectuer dans un lot ne conduit pas à une sous-estimation de la teneur moyenne en mycotoxines. Ainsi, deux normes, l'une en projet EN ISO 24333 et l'autre expérimentale NFV03-777, ont été validées techniquement et statistiquement par une étude comparative de protocoles en situation de prélèvements statiques (camions, cases à plat...) et dynamiques sur blé tendre et maïs et devraient répondre aux besoins des opérateurs des filières céréalières. Les *tableaux 2 et 3* sont extraits de cette norme expérimentale.

tion à l'aide, dans l'idéal, d'un diviseur conique pour obtenir la quantité nécessaire pour le laboratoire, généralement de 1 à 3 kg, voire 10 kg dans certains cas. En l'absence de ce matériel, utiliser la méthode des quartiers pour diviser l'échantillon global. Pour ce faire, mettre en galette l'échantillon sur une surface propre et non absorbante. À l'aide d'une planche, la partager en quatre, puis regrouper deux quarts opposés pour obtenir la moitié de l'échantillon initial (*figure 2*). ■

Division d'un échantillon global pour analyse (*fig. 2*)



L'opération sera répétée
autant de fois que nécessaire
pour obtenir la quantité visée.