

UFR Sciences & Techniques Côte Basque
Université de Pau et des Pays de l'Adour

Licence Biologie des Organismes

Mise au point d'un protocole expérimental permettant de quantifier les émissions de poussières végétales lors des chargements de céréales

Emmanuel DODIER

Stage effectué du 24 mars au 16 mai 2014 au laboratoire d'analyse GERM-services /
FNPSMS sous la direction de M. Denis HOFFMANN, directeur technique du laboratoire

*« Le présent rapport constitue un exercice pédagogique qui ne peut en aucun cas engager la
responsabilité de l'Entreprise ou du Laboratoire d'accueil »*

UFR Sciences & Techniques Côte Basque
Université de Pau et des Pays de l'Adour

Licence Biologie des Organismes

Mise au point d'un protocole expérimental permettant de quantifier les émissions de poussières végétales lors des chargements de céréales

Emmanuel DODIER

Stage effectué du 24 mars au 16 mai 2014 au laboratoire d'analyse GERM-services /
FNPSMS sous la direction de M. Denis HOFFMANN, directeur technique du laboratoire

*« Le présent rapport constitue un exercice pédagogique qui ne peut en aucun cas engager la
responsabilité de l'Entreprise ou du Laboratoire d'accueil »*

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier l'UES MAIZ'EUROP' ainsi que son directeur, M. ESPRIT.

Je remercie l'entreprise Germ-Services, et son directeur M. PEDEUTOUR pour m'avoir accueilli et grâce à laquelle j'ai effectué mon stage de 8 semaines.

Je remercie particulièrement la filiale FNPSMS, spécialisée dans les semences agricoles, et son directeur, M. ESPRIT.

Je remercie mon maître de stage, M. HOFFMANN, directeur technique du laboratoire (FNPSMS et GERM-services), pour son soutien tout au long du travail effectué.

Je remercie Mme ADOUR, stagiaire chez Arvalis pour la validation de son Master 2 en bioprotection et microbiologie de l'environnement (UPPA), avec qui j'ai travaillé tout au long de mon stage et qui m'a apporté de nombreuses compétences.

Je remercie aussi toute l'équipe du laboratoire.

Je remercie également L'UFR Sciences et Techniques de la Côte Basque dans lequel je suis inscrit et effectue actuellement mes études.

Enfin, je remercie l'Université de Pau et des Pays de l'Adour.

Avant propos

Les entreprises GERM-Services et FNPSMS (Fédération Nationale des Producteurs de Semences de Maïs et de Sorgho) appartiennent à un même groupe : MAIZ'EUROP'. Ce dernier, composé de professionnels et d'experts au service des maïs et des agriculteurs, a pour but de représenter et défendre les intérêts des filières maïsicoles auprès des autorités françaises et communautaires. Il englobe, en plus, des structures comme l'AGPM (Association générale des producteurs de maïs), la CEPM (Confédération européenne de la production de maïs), UNIGRAINS ou encore ARVALIS-Institut du Végétal. Les missions qui incombent à l'ensemble du groupe sont variées :

- Expertise et veille économique, politique et environnementale
- Missions ciblées au sein des sections spécialisées de l'AGPM
- Information et promotion des semences françaises
- Communication, promotion, formation et événementiel

Le laboratoire de référence maïs a été créé en 1951 et tient ses origines de la nécessité de certifier la production française de semences de maïs et de sorgho. Il dépend de deux structures : la FNPSMS et GERM-Services. La première a vocation à la certification des semences ou aux contrôles de ces certifications pour le compte . La deuxième, quant à elle est dédiée à la réalisation d'analyses à caractère commercial pour le compte d'agriculteurs, de coopératives, de négociants et d'industriels (amidonnerie/semoulerie, bioéthanol, alimentation animale)

Le volume d'analyses traité par le laboratoire est de l'ordre de 70 000 échantillons par an, à raison de 2 à 8 analyses par échantillon. Ce travail est réalisé grâce à la présence de 14 membres permanents (auxquels on ajoute des CDD, intérimaires et stagiaires) et d'unités performantes pour traiter les demandes d'analyses.

Concernant les moyens, le laboratoire dispose de 6 unités d'analyses (qualité des semences, valeur alimentaire des fourrages, constituants chimiques, physiques, qualité sanitaire, biochimiques), une unité d'expertise (qualité de la collecte), et une unité pour l'approbation de modèles des humidimètres. L'activité laboratoire est gérée grâce à « LIMS Laboratory », un logiciel qui permet de suivre l'activité depuis l'enregistrement des échantillons jusqu'à l'émission du rapport d'analyses aux clients.

En termes de qualité et d'objectifs, le laboratoire développe une politique d'accréditation spécifique à ses différents segments de marché. Cette orientation permet de garantir la fiabilité technique des résultats dérivés et positionne la satisfaction du client en tant qu'objectif numéro un. Cette politique se concrétise par des reconnaissances dans les domaines stratégiques.

Table des matières

Sommaire

Remerciements	4
Avant propos	5
Table des matières	6
I) Introduction	7
II) Matériel et méthodes	9
1) Méthode CERES	9
2) Méthode HEUBACH	9
3) Méthode COULTER	10
4) Ajout dosé.....	10
5) Analyses statistiques.....	11
III) Résultats et discussion.....	12
1) Choix des méthodes.....	12
2) Validation de la méthode par ajouts dosés	12
2.1. Caractérisation	12
2.2. Ajout dosé.....	12
3) Analyses statistiques.....	14
IV) Conclusion	20
1) Utilisation pratique en laboratoire et validité des résultats	20
2) Applications pratiques sur le terrain	20
Bibliographie	23
Annexes.....	25
Résumé	32

I) Introduction

Le terme « pollution » peut se définir par « l'introduction par l'Homme, directe ou indirecte, dans l'atmosphère et les espaces clos, de substances ayant des conséquences préjudiciables de nature à mettre en danger la santé humaine, à nuire aux ressources biologiques et aux écosystèmes, à influencer sur les changements climatiques, à détériorer les biens matériels et à provoquer des nuisances olfactives excessives » [1]. Selon cette loi, toute particule émise dans l'atmosphère entraîne une pollution de l'air. Cette pollution a des effets aussi bien à l'échelle locale (impact sur les écosystèmes, sur la santé) qu'à l'échelle régionale (transport de particules sur de longues distances, modification du régime des précipitations), voire à l'échelle mondiale (modification du climat) (Sammut, 2007).

La France est le premier pays agricole de l'Union Européenne et le second exportateur mondial de produits agricoles et alimentaires. Or, l'agriculture contribue fortement à l'émission de particules fines dans l'air. En effet, le Centre interprofessionnel d'étude de la pollution atmosphérique (CITEPA) estime qu'elle serait responsable de 50% des émissions de particules totales en 2010 [2]. Or, ce problème de pollution atmosphérique est au cœur de l'actualité et fait l'objet de nombreuses expérimentations afin de pouvoir quantifier et limiter ces émissions de poussières dans l'air. On peut citer un exemple récent qui concerne la circulation alternée sur la capitale dans le but de réduire ces émissions de particules [3].

L'objet du stage que j'ai effectué concerne ces émissions de poussières, au travers d'un programme appelé EMICER. Ce programme de recherche, financé par l'ADEME, est géré par Coop de France et regroupe les partenaires Arvalis-Institut du végétal, GERM-Services et INERIS (institut National de l'environnement industriel et des risques). Prévu pour une durée de deux ans, ce programme comportera donc un volet de développement expérimental afin de mettre au point des méthodes de caractérisation des émissions de poussières ainsi qu'un volet en recherche industrielle, destiné à déterminer les bonnes pratiques de contrôle des émissions de poussières. Cette problématique de pollution atmosphérique reste d'actualité dans le monde entier.

Les émissions de particules dans l'air, notamment lors de la manutention et du séchage, sont susceptibles de conduire à des nuisances sanitaires, environnementales et visuelles. Ces rejets sont encadrés par différentes réglementations, mais du fait des spécificités des installations et du manque de méthodes expérimentales adaptées, ces émissions restent largement méconnues, aussi bien en termes de répartition granulométrique et de composition physico-chimique que de quantités émises. Les plans régionaux pour la qualité de l'air élaborés par les conseils régionaux comportent des objectifs de qualité de l'air spécifiques à certaines zones.

Il revient au laboratoire de caractériser les poussières et de mettre au point une ou des méthodes de quantification permettant d'évaluer le pouvoir émissif des lots de céréales. Les premiers travaux conduits durant l'été 2013 sont particulièrement intéressants.

Concernant la législation existante, une poussière est une particule solide d'un diamètre aérodynamique d'au plus de 100 μm ou dont la vitesse limite de chute, dans des conditions

normales de température, est au plus égale à 0,25 mètre par seconde [4]**Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Au niveau des limites d'exposition professionnelle, il existe des seuils de concentration moyenne sur une période de 8 heures : 10 mg/m³ d'air pour les poussières totales et 5 mg/m³ d'air pour les poussières alvéolaires. Les valeurs limites d'exposition professionnelle valent pour toute forme de poussières (marbre, farine...) mais les effets particuliers de certaines d'entre elles justifient l'existence des valeurs limites inférieures (bois, amiante, silice...) [5].

La détermination de la taille et de la dangerosité de ces poussières se fait selon les schémas situés en Annexe 1. [6]

Le protocole présenté ici va donc viser à déterminer le pourcentage des PM 10 et PM 2,5, qui présentent un risque majeur pour la santé humaine (AIRPARIF, 2008), dans un échantillon de blé lambda au travers de trois méthodes d'analyses mises en place par la FNPSMS et GERM-Services, dont sont déjà issus quelques écrits scientifiques. Ces méthodes utilisent des matériels spécifiques qui sont le Cérès, le Heubach et le Coulter.

La mise au point d'un tel protocole va permettre par la suite de confronter les résultats obtenus en laboratoire à ce qui se passe réellement sur un lieu de chargement. En effet, pour valider cette méthode, il faut s'assurer qu'elle soit représentative de la réalité. De plus, le laboratoire met un point d'honneur à respecter certaines normes, notamment la norme NF ISO 5725 (Annexe 2), qui impose justesse, répétabilité et reproductibilité intra-laboratoire et inter-laboratoire [7], ainsi que la V03-110 (Annexe 3) qui est un complément de la première.

La justesse mesure l'écart d'une valeur par rapport à une donnée de référence. La répétabilité mesure la variabilité de mesures déterminées dans un même lieu, avec un même matériel et de mêmes conditions ; elle permet de valider deux répétitions analytiques pour établir un résultat final moyen. La reproductibilité mesure la variabilité de données moyennes, établies dans le temps soit par un même laboratoire (reproductibilité intra-laboratoire) soit entre différents laboratoires (reproductibilité inter-laboratoire) ; ces données étant utilisées dans le cadre de contre-analyses ou de litiges [8].

II) Matériel et méthodes

La détermination de la composition et de la quantité de poussières fines émises lors des chargements de céréales va s'effectuer grâce au matériel dont dispose le laboratoire.

Dans un premier temps, 13 échantillons issus d'un même lot sont utilisés ainsi que quatre échantillons supplémentaires qui permettent d'extrapoler les résultats obtenus.

Dans un second temps, un essai d'ajout dosé est effectué afin de vérifier et confirmer l'efficacité des méthodes mises en place, notamment leur répétabilité et leur reproductibilité.

Pour chaque méthode, deux procédures différentes peuvent être appliquées. En effet, les appareils Cérès et Heubach sont munis de filtres qui permettent de récupérer les poussières émises, soit par chute des grains (Cérès) soit par attrition dans un tambour (Heubach). Une fois le protocole terminé, les filtres sont récupérés et lavés pour être passés au matériel Coulter, qui permet de dénombrer le nombre de particules ainsi que leur taille dans 1 ml de solution. Les grains utilisés sont également récupérés puis lavés et mis en solution afin de pouvoir les passer au matériel Coulter.

1) Méthode CERES

La méthode Cérès consiste à capter les poussières libres grâce à un système d'aspiration, sans appliquer d'effet abrasif à la surface des grains. Pour cela, une colonne de 70 cm est utilisée, dans laquelle les grains tombent en générant des poussières. Ces poussières sont aspirées par une pompe à vide et retenues sur un filtre. Cette méthode est dite gravimétrique (Gill et *al.* 2006 ; Ansart, 2007), elle est basée sur des travaux antérieurs (Jacquelin, 2007) et elle est considérée comme une méthode de référence (Hamelmann et Schmidt, 2003 ; Bach et Schmidt, 2008)

Une fois le montage assemblé, il faut allumer la pompe à vide en réglant le débitmètre à 13 L/mn. La pompe doit alors tourner pendant 10 minutes. Une fois ce temps écoulé, l'ensemble filtre + porte-filtre est récupéré puis pesé à 0,1 mg près. Ensuite, 250g de semences sont pesés, tout en remettant le montage en place, ces 250g sont versés de façon homogène en 10 secondes avec la pompe allumée. Après 5 minutes, l'ensemble filtre + porte-filtre est pesé à nouveau pour voir le poids de poussières captées par le dispositif. On procède alors à deux essais par échantillon.

2) Méthode HEUBACH

La méthode Heubach s'effectue à l'aide d'un appareil du même nom qui permet de récupérer les poussières les plus fines sur un filtre. Elle consiste à extraire ces poussières par attrition des grains. Les éléments les plus lourds et les débris végétaux de type glumelles sont récupérés dans la bouteille tandis que les poussières les plus fines sont récupérées sur le filtre et sont composées surtout de protéines et d'amidon (Annexe 4). Cette méthode est basée sur l'utilisation d'un tambour rotatif qui permet la mise en suspension des poussières (Hamelmann et Schmidt, 2003).

Deux prises d'essai de 100 grammes chacune sont prélevées dans un échantillon afin de déterminer la teneur de celui-ci en poussières fines. Cette prise est introduite dans le tambour du Heubach, qui tourne à 30 rpm, pendant 13 minutes [9] avec une aspiration de 25 L/mn.

Une fois le temps écoulé, le filtre et la bouteille sont pesés afin de quantifier les poussières récupérées. Le temps de 13 minutes a été déterminé par le laboratoire dans des études antérieures.

3) Méthode COULTER

Il s'agit d'un appareil couramment utilisé dans les laboratoires d'analyses médicales car il permet de quantifier des particules très fines comme les hématies par exemple. Dans ce domaine, il permet de quantifier et de caractériser la granulométrie des éléments extraits. Sur la base de son utilisation, il sera traité soit des grains faisant l'objet d'un lavage, soit des éléments issus des lavages des filtres. Une solution saline d'Isoton II est utilisée comme réactif pour préparer les solutions. Deux sondes sont utilisées : une de 280 μm et une autre de 100 μm . La sonde de 280 μm permet de quantifier les éléments compris entre 5,6 μm et 220 μm tandis que celle de 100 μm capte les poussières plus fines de 2 à 80 μm . Les résultats sont traités par le logiciel Multisizer III. (Annexe 5)

a) Lavage des grains

100 grammes de grains sont disposés en monocouche sur un tamis de 1mm positionné sur un fond de tamis. L'ensemble est lavé avec 100 ml de solution d'Isoton à l'aide d'une pissette. La solution issue du lavage est alors mesurée, diluée (1/11^{ème}) puis filtrée pour être passée au matériel Coulter.

b) Lavage des filtres

Les filtres issus des deux précédentes méthodes sont lavés à travers un tamis à l'aide d'une pissette contenant 100 ml d'Isoton II. La solution ainsi récupérée est diluée (1/100^{ème}) puis passée au matériel Coulter.

4) Ajout dosé

Cette technique d'ajout dosé est essentielle car il n'existe pas, à ce jour, de données étalons sur lesquelles s'appuyer. De ce fait, le laboratoire veut développer une méthode fiable qui pourra par la suite servir à évaluer l'intérêt de telle ou telle technique permettant de fixer ou éliminer les particules PM 2,5 et PM 10.

Cette technique se déroule en différentes étapes :

- Caractérisation de l'échantillon :
 - Séparation granulométrique des fractions par tamisage
 - Traitement de chaque fraction inférieure à 1 mm en Heubach afin d'estimer le taux d'extraction et donc l'efficacité.
 - Traitement par le Coulter des fractions (bouteille et filtre) obtenues par le traitement Heubach afin de préciser la taille et le nombre de particules.
- Traitement Heubach :

Dans le but d'évaluer l'efficacité de l'extraction Heubach chaque fraction obtenue par tamisage, inférieure à 1 mm est pesée, introduite intégralement dans l'extracteur Heubach et analysée. Les fractions dites « lourdes » se retrouvant dans la partie bouteille, ainsi que les plus légères se fixant sur le filtre, sont pesées individuellement, les résultats sont ensuite

exprimés en % de la masse. Pour vérifier en parallèle la non-saturation du filtre, c'est-à-dire l'absence d'agglomération des particules, 2 passages consécutifs sont réalisés.

Une série d'ajout dosé a donc été réalisée pour évaluer l'efficacité des méthodes utilisées. A partir d'un échantillon de blé de 5 kg, présentant des granulométries différentes et considéré comme représentatif. Des poussières, inférieures à 50 μm , ont été récupérées par tamisage puis pesées et ajoutées à des quantités connues de grains (100g). Sept échantillons (norme NF ISO 5725) ont ainsi été analysés, à raison de deux répétitions par échantillon et par jour, et ce pendant 6 jours. Pour chaque analyse, des quantités de poussières ont été ajoutées à la prise d'essai afin de déterminer l'efficacité du matériel Heubach. Les quantités de poussières ajoutées sont déterminées grâce aux résultats précédents et sont de l'ordre de 0g ; 0,2g ; 0,5g ; 0,7g ; 1g ; 1,5g et 2g.

5) Analyses statistiques

Tout au long des expérimentations, des analyses statistiques ont été effectuées, principalement à l'aide du logiciel Microsoft Excel. Ces analyses représentent la partie la plus importante du travail effectué au cours de mon stage et représentent un outil de validation de l'ensemble des résultats obtenus. La validation se fait selon deux normes internationales : NF V03-110 et NF ISO 5725.

Les tests utilisés sont ceux de Grubbs et de Cochran pour les valeurs aberrantes. Les limites d'acceptabilité peuvent être calculées selon 4 possibilités :

- Définies par un texte réglementaire
- Définies par la profession (Ecart Maximum Acceptable) (consensus)
- Définies par des modèles empiriques (Horwitz)
- Définies à partir de la limite de quantification dans les cas où elle est définie

Il existe des modèles mathématiques qui relient des performances analytiques à la concentration. Le plus connu est celui développé par Horwitz vers 1980 ; il est repris dans de nombreux textes et permet de prédire la valeur attendue de l'écart-type de reproductibilité S_R en fonction d'un niveau de concentration X . Pour une concentration inférieure à $10^{-7} \text{ kg.kg}^{-1}$, il s'exprime sous la forme :

$$S_R = 0,02 \times X^{0,85} \quad (1)$$

Par ailleurs, si on considère que la limite de reproductibilité représente un écart maximum acceptable (EMA) entre deux mesures faites en condition de reproductibilité, pour un niveau de confiance de 95 %, celui-ci vaut $|EMA| \leq 2,83 S_R$ et il vaudra $|EMA| \leq 4,24 S_R$ pour un niveau de 99 %. En combinant cette définition à l'équation (1), on peut définir une limite d'acceptabilité à partir de l'EMA et du modèle Horwitz.

Dans le cas où on dispose d'une estimation expérimentale de l'écart-type de reproductibilité — par exemple si la méthode a été soumise à une étude inter-laboratoires — on peut affiner les limites d'acceptabilité en utilisant la valeur observée de S_R

Aucun travail de la sorte n'ayant été réalisé, la limite d'acceptabilité sera définie ici par le modèle empirique d'Horwitz. Il faut noter que tout au long de la présentation des résultats, r correspond à la répétabilité tandis que R correspond à la reproductibilité.

III) Résultats et discussion

1) Choix des méthodes

L'analyse Cérès effectuée ici vient confirmer les précédents résultats obtenus par le laboratoire. En effet, le taux de récupération des poussières est de l'ordre de 1 % de la masse totale de l'échantillon étudié, ce qui représente un résultat très faible en comparaison de ce que l'on obtient avec le Heubach (10%). De plus, cette méthode ne respecte pas les conditions de répétabilité (pourcentage d'écart-type trop élevé) et les résultats obtenus ne sont pas corrélables à ceux sortis par l'appareil Coulter. Enfin, cette technique ne permet pas de discriminer les échantillons.

La figure ci-contre (Figure 1) illustre ces résultats et permet de mettre de côté cette technique au profit du matériel Heubach (combiné au Coulter).

2) Validation de la méthode par ajouts dosés

2.1. Caractérisation

L'échantillon présenté se caractérise par une forte hétérogénéité en termes de taille d'élément et de nature (Annexe 6). Le nombre d'éléments comptés par le Coulter est très voisin entre total poussières et PM 10, qu'il s'agisse de la récupération dans la bouteille comme sur le filtre (Annexe 7). Ceci traduit que ces éléments se trouvent être quasiment tous de taille inférieure ou égale à 10 microns. Seule la fraction passant à travers le tamis de 50 microns présente une fraction comprise entre 10 et 50 microns relativement importante (Annexe 8). Ceci nous donne un premier aperçu de la composition des poussières en termes de taille.

Les premiers résultats Heubach montrent que le taux de récupération dépend de la taille des poussières (Figure 2). En effet, les poussières les plus fines sont retrouvées sur le filtre tandis que les éléments plus gros restent dans la bouteille. Ceci est intéressant pour l'ajout dosé car l'utilisation de poussières trop grosses pourrait fausser les résultats obtenus. Il a donc été décidé d'utiliser uniquement des poussières dont la taille n'excède pas 50 microns. Ceci n'est pas représentatif de la réalité car un lot de blé quelconque contient des poussières de toutes tailles, cependant le cadre du programme est respecté car nous nous intéressons aux poussières comprises entre 0 et 10 microns.

2.2. Ajout dosé

Après analyse au Coulter, la figure ci-contre (Figure 3) montre une linéarité entre la quantification des poussières et les concentrations d'ajouts dosés. Ceci est un élément important pour la suite car il vient confirmer l'efficacité de la combinaison des deux appareils.

La série d'ajouts dosés réalisée permettra au laboratoire d'avoir des valeurs moyennes qui serviront d'étalonnage pour la suite du programme EMICER. Ces dernières sont importantes car elles permettront de calculer les différents biais que l'on peut avoir entre deux analyses. La validation des résultats se fait en respect des conditions de justesse et de fidélité (répétabilité), ainsi que de reproductibilité inter et intra-laboratoire.

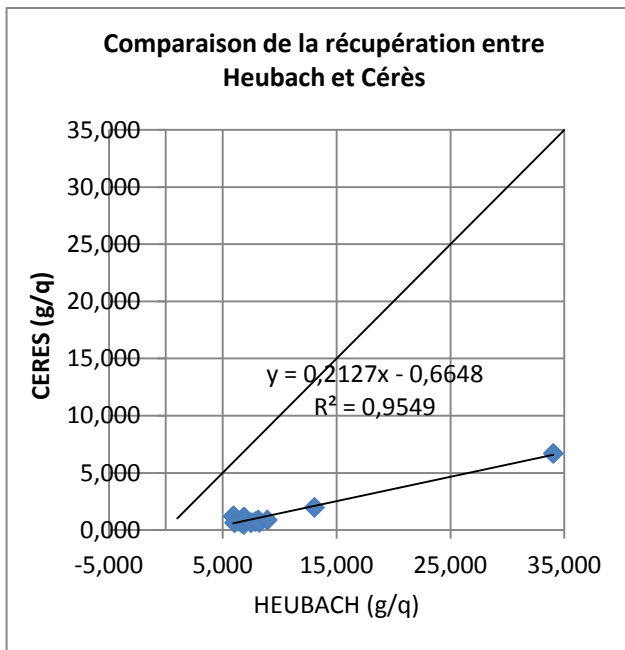


Figure 1 : Comparaison de la récupération des poussières des matériels Cérés et Heubach

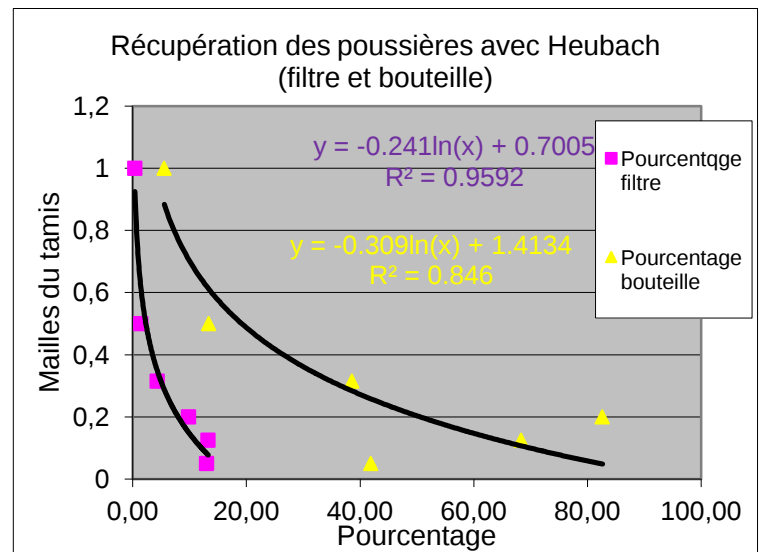
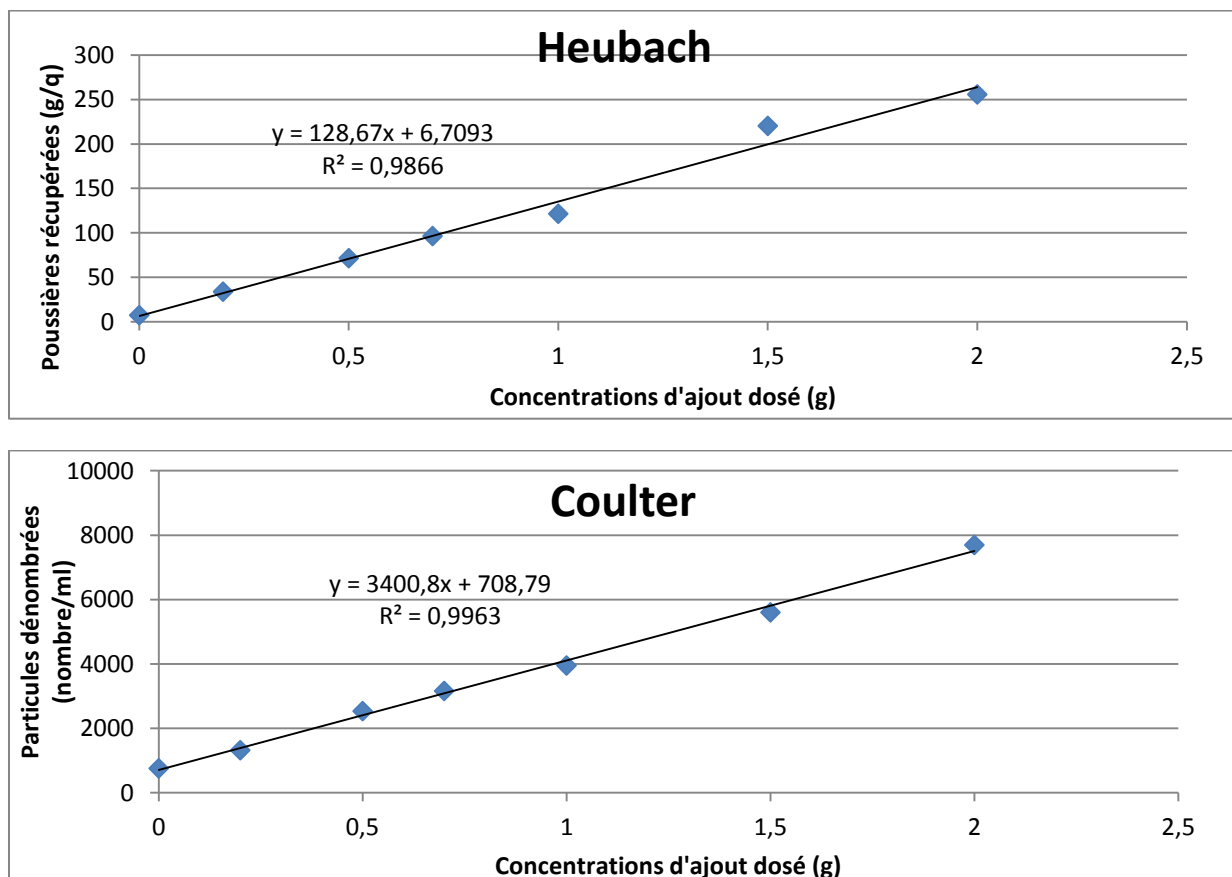


Figure 2 : Pourcentage de récupération des poussières avec Heubach sur le filtre et dans la bouteille

Figure 3 : Comparaison de la linéarité entre la quantification et les concentrations d'ajouts dosés pour Heubach et Coulter



3) Analyses statistiques

Heubach

Les résultats des ajouts dosés effectués avec le matériel Heubach sont présentés dans le tableau 1 ci-contre. Ces résultats sont obtenus grâce à un fichier Excel qui respecte scrupuleusement les normes en vigueur (V03-110 et 5725).

Les différents niveaux présentés correspondent aux concentrations de poussières utilisées et sont calculés en fonction des résultats obtenus pour chaque jour. Par exemple, le niveau 1 correspond à la compilation des 12 ajouts dosés réalisés pendant les six jours, pour la concentration de 0g, et ainsi de suite (il y a deux répétitions). Les valeurs cibles sont naturellement égales aux moyennes de chaque niveau car il n'existe pas de travaux antérieurs de ce type donc les valeurs trouvées servent de références. Les valeurs de tolérance sont des pourcentages qui sont fixés en interne d'après les précédentes études. Ainsi, on considère un pourcentage de tolérance de 10% pour la répétabilité et de 20% pour la reproductibilité. Les écart-types de répétabilité et de reproductibilité sont calculés selon le tableau 3 qui est détaillé un peu plus loin.

Comme indiqué dans le tableau, les tests utilisés permettent de valider les résultats (voir les deux lignes « conclusion ») en admettant qu'il n'y a aucune valeur aberrante ou hors norme. Les résultats obtenus pour l'analyse Heubach sont donc satisfaisants, tant du point de vue de la répétabilité que de la reproductibilité.

Le graphique qui suit (Figure 4) montre le profil d'exactitude obtenu. On remarque toujours qu'il n'y a pas de biais en raison de l'absence de valeurs de références. Cependant, Les valeurs de tolérance relative sont toutes deux comprises dans la limite d'acceptabilité, déterminée grâce au modèle empirique d'Horwitz, ce qui traduit à nouveau des résultats fiables et possibles à retrouver.

Finalement, on remarque que la courbe s'ouvre pour les niveaux de concentrations les plus élevées. Ce phénomène reste logique car plus les concentrations de poussières ajoutées sont élevées, moins les résultats sont précis en raison de la saturation du matériel. Malgré cela, les résultats sont satisfaisants car de telles concentrations de poussières (2g pour 100g de grains) n'ont jamais été observées dans la réalité, qui se rapproche davantage de 6g de poussières pour 100 kg de grains. Ces concentrations très élevées ont été choisies de façon volontaire afin de tester les limites de la méthode étudiée. En effet, le but de cette expérimentation est de pouvoir la transposer à d'autres analyses plus globales, notamment sur de vrais chargements céréaliers.

HEUBACH

Référence	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4	Level 5	Level 6	Level 7
Niveaux	1	2	3	4	5	6	7
Nb de mesures	12	10	12	12	12	12	12
Valeur cible	7,322	33,809	71,453	96,341	121,402	220,188	255,584
Moyenne niveau	7,322	33,809	71,453	96,341	121,402	220,188	255,584
Ecart type de répétabilité Sr	0,519	1,163	2,532	0,947	6,843	11,844	23,772
Coefficient de variation C.V.r	7,09%	3,44%	3,54%	0,98%	5,64%	5,38%	9,30%
Tolérance (%)	10%	10%	10%	10%	10%	10%	10%
Coclusion	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok
Ecart type de reproductibilité SR	0,444	1,411	4,148	3,587	10,758	37,211	49,046
Coefficient de variation C.V.R	6,06%	4,17%	5,80%	3,72%	8,86%	16,90%	19,19%
Tolérance (%)	20%	20%	20%	20%	20%	20%	20%
Conclusion	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok

Tableau 1 : récapitulatif de l'ajout dosé avec Heubach

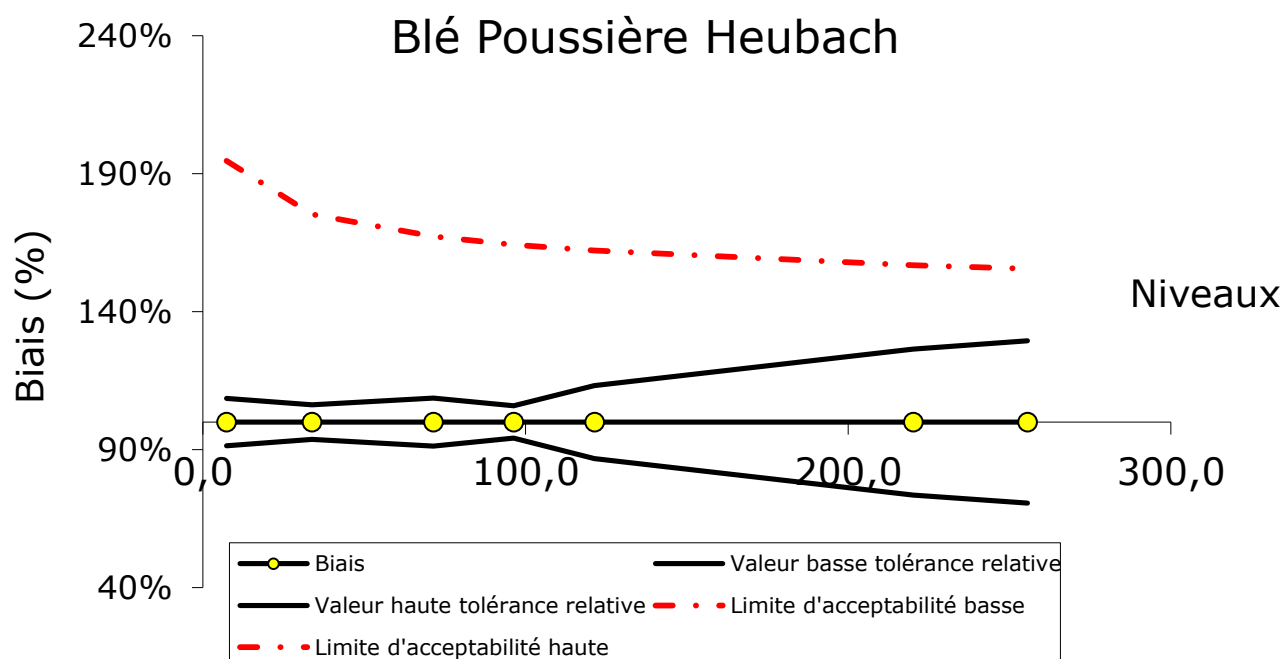


Figure 4 : Profil d'exactitude obtenu pour Heubach

Coulter

Concernant les résultats fournis par le passage au matériel Coulter (Tableau 2), les mêmes conclusions sont dégagées, ce qui vient à nouveau confirmer l'efficacité et la complémentarité des deux méthodes. Les seuils de tolérance sont toujours les mêmes et sont respectés. Les valeurs cibles sont toujours égales aux moyennes des niveaux pour les mêmes raisons que précédemment. Les écart-types de répétabilité et de reproductibilité sont détaillés plus loin et permettent de vérifier la justesse et la fidélité des résultats.

Il est important de noter que j'ai rencontré des difficultés avec l'appareil Coulter en utilisant la sonde de 100 μ m. En effet, l'utilisation de blé comme matrice de base a eu pour effet d'obtenir de nombreuses fibres allongées au lieu d'avoir des particules rondes (Annexe 9). De ce fait, cette sonde, beaucoup plus fine que l'autre, a eu tendance à se boucher régulièrement ou à donner de faux résultats. Cependant, la comparaison des résultats obtenus précédemment avec les deux sondes donne une très bonne corrélation ce qui m'a permis de n'utiliser que la sonde de 280 μ (Annexe 10).

Le profil d'exactitude (Figure 5), quant à lui, est un peu différent du précédent car on note une certaine limite à environ 8000 particules. En effet, on peut imaginer que les valeurs de tolérance relative sortent des limites d'acceptabilité au-delà de ce niveau. Ceci traduit une limite de la méthode, mais rappelons que de telles concentrations restent très rares, voire inexistantes. A part cela, ce profil est intéressant car les valeurs de tolérance se situent toutes dans les limites d'acceptabilité.

COULTER

Référence	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4	Level 5	Level 6	Level 7
Niveaux	1	2	3	4	5	6	7
Nb de mesures	24	20	24	24	24	24	16
Valeur cible	758,396	1321,500	2535,958	3161,750	3951,792	5601,792	7695,313
Moyenne niveau	758,396	1321,500	2535,958	3161,750	3951,792	5601,792	7695,313
Ecart type de répétabilité Sr	45,705	92,344	199,085	145,022	218,907	329,167	187,627
Coefficient de variation C.V.r	6,03%	6,99%	7,85%	4,59%	5,54%	5,88%	2,44%
Tolérance (%)	10%	10%	10%	10%	10%	10%	10%
Conclusion	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok
Ecart type de reproductibilité SR	69,029	193,069	393,839	386,676	386,858	561,875	1326,635
Coefficient de variation C.V.R	9,10%	14,61%	15,53%	12,23%	9,79%	10,03%	17,24%
Tolérance (%)	20%	20%	20%	20%	20%	20%	20%
Conclusion	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok	Ok

Tableau 2 : récapitulatif de l'ajout dosé avec Coulter

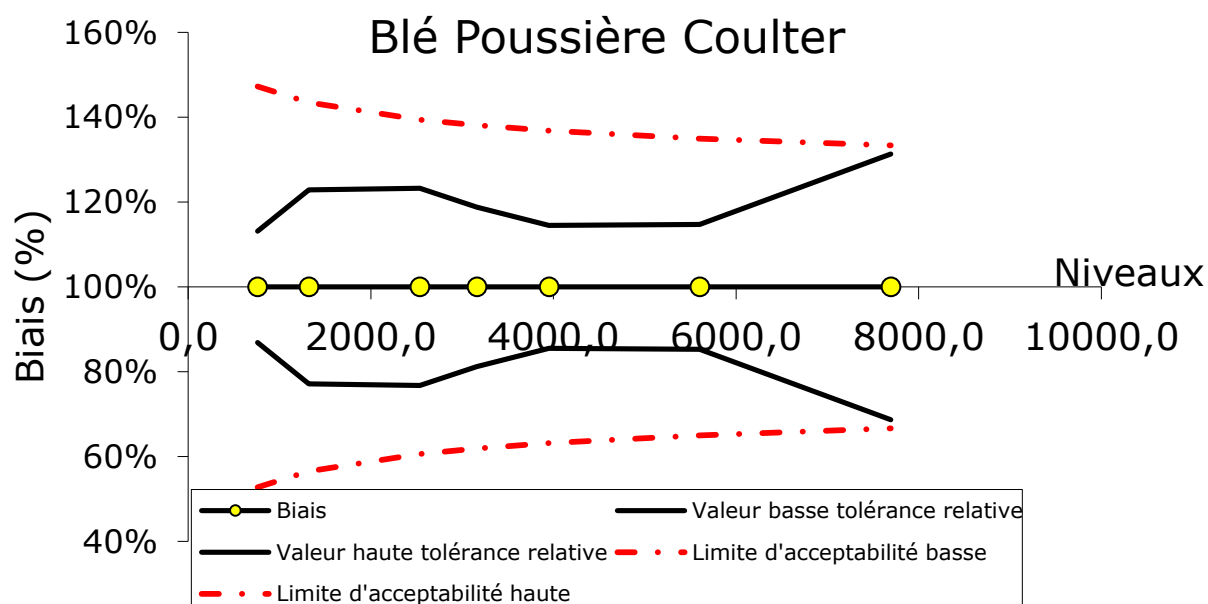


Figure 5 : Profil d'exactitude obtenu pour Coulter

Pour finaliser l'analyse, la feuille de calcul montre les relations entre les écart-types (répétabilité et reproductibilité) en fonction des niveaux de poussières (Figure 6). Ces figures sont basées sur le tableau ci-contre (Tableau 3). La plage de validité est calculée selon la norme V03-110. Le calcul de l'écart-type de répétabilité est effectué grâce à l'analyse de la variance (ANOVA) d'un modèle à effet aléatoire selon la décomposition de la somme des carrés des écarts totale en deux sommes des carrés d'écart, tel que :

$$\underbrace{\sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J (z_{ij} - \bar{\bar{z}})^2}_{SCE_t} = \underbrace{\sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J (z_{ij} - \bar{z}_i)^2}_{SCE_r} + \underbrace{\sum_{i=1}^I J \times (\bar{z}_i - \bar{\bar{z}})^2}_{SCE_B}$$

Avec :

- SCE_t : la somme totale des écarts à la moyenne générale du niveau
- SCE_B : la somme des écarts inter-séries
- SCE_r : la somme des écarts intra-séries

Cet écart-type de répétabilité est ici de $Sr = 0,08x-2,1$ pour Heubach ; il renseigne toujours sur la justesse et la fidélité des résultats, c'est-à-dire la capacité du laboratoire à obtenir les mêmes résultats durant le même jour d'analyse, avec les mêmes opérateurs. Comme le montre la figure 6, la relation entre cet écart-type et les différents niveaux de poussières présente une linéarité. La limite de quantification (LQ) est un seuil au dessus duquel l'analyste est capable de garantir que la méthode produit des résultats valables. En dessous de ce seuil, la validation des résultats devient impossible. Ici, on remarque qu'elle se situe légèrement au dessus de la plage de validité et donc que les valeurs situées entre 7 et 7,32 ne peuvent pas faire l'objet d'une validation. Cependant, cet écart reste très faible, il est donc considéré satisfaisant, mais il faut faire attention aux valeurs qui sortent de la plage de validité.

L'écart-type de reproductibilité est calculé selon la même norme et indique la différence maximale que l'on peut obtenir entre deux reproductions d'analyse, c'est-à-dire la capacité du laboratoire à obtenir les mêmes résultats sur des jours d'analyse différents. Pour Heubach, il est d'environ 20% ce qui peut paraître élevé mais reste acceptable.

Au niveau de l'analyse Coulter, on obtient une LQ très satisfaisante car elle correspond à la borne la plus basse de la plage de validité. Par voie de conséquence, tous les résultats entrant dans cette plage pourront être validés et assortis d'un niveau d'incertitude (Valeur $\pm$ Ecart-type). Concernant les écart-types, la pente de celui de répétabilité est proche de 0% ce qui représente un résultat idéal. En effet, cela signifie que ces écart-types ne sont pas différents d'un échantillon à l'autre et donc que la répétabilité est assurée.

L'écart-type de reproductibilité, quant à lui, a une pente aux alentours de 14% ce qui est un peu mieux que le précédent et traduit une bonne reproductibilité intra-laboratoire d'un jour sur l'autre. A noter que sans le dernier point, cette pente se rapprocherait également de zéro. Il serait intéressant de voir l'écart-type de reproductibilité inter-laboratoires mais ce résultat sera acquis plus tard.

HEUBACH

	Poussière Heubach
Plage de validité	[7 - 256]
Ecart-Type de répétabilité Sr	$Sr = 0,08x - 2,1$
Limite de répétabilité r	$r = 2,77 * Sr$
Différence critique DCr	$DCr = 1,98 * Sr$
Ecart-Type de reproductibilité SR	$SR = 0,19x - 6,2$
Limite de reproductibilité R	$R = 2,77 * SR$
Différence critique DCR	$DCR = 2,8 * \sqrt{(SR^2 - 0,5 * Sr^2)}$
Incertitude élargie UE	$UE = 2 * SR$
LQ =	7,32

Tableau 3 : Mesure des écarts-types (Heubach)

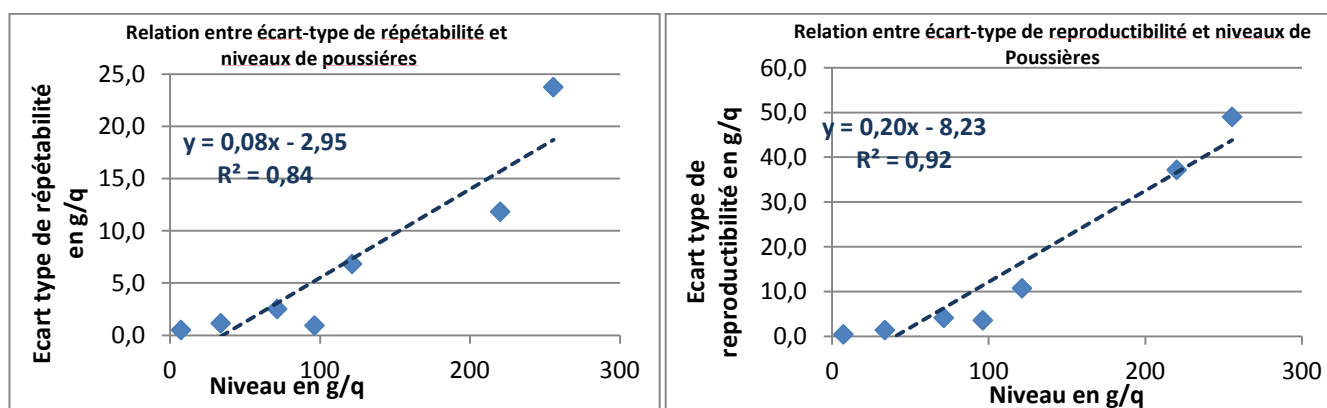


Figure 6 : Relations entre les écarts-types (répétabilité et reproductibilité) et les niveaux de poussières

COULTER

	Poussière Coulter
Plage de validité	[758 - 7695]
Ecart-Type de répétabilité Sr	$Sr = 0,03x + 81,41$
Limite de répétabilité r	$r = 2,77 * Sr$
Différence critique DCr	$DCr = 1,98 * Sr$
Ecart-Type de reproductibilité SR	$SR = 0,16x - 85,25$
Limite de reproductibilité R	$R = 2,77 * SR$
Différence critique DCR	$DCR = 2,8 * \sqrt{(SR^2 - 0,5 * Sr^2)}$
Incertitude élargie UE	$UE = 2 * SR$
LQ	758

Tableau 4 : Mesure des écarts-types (Coulter)

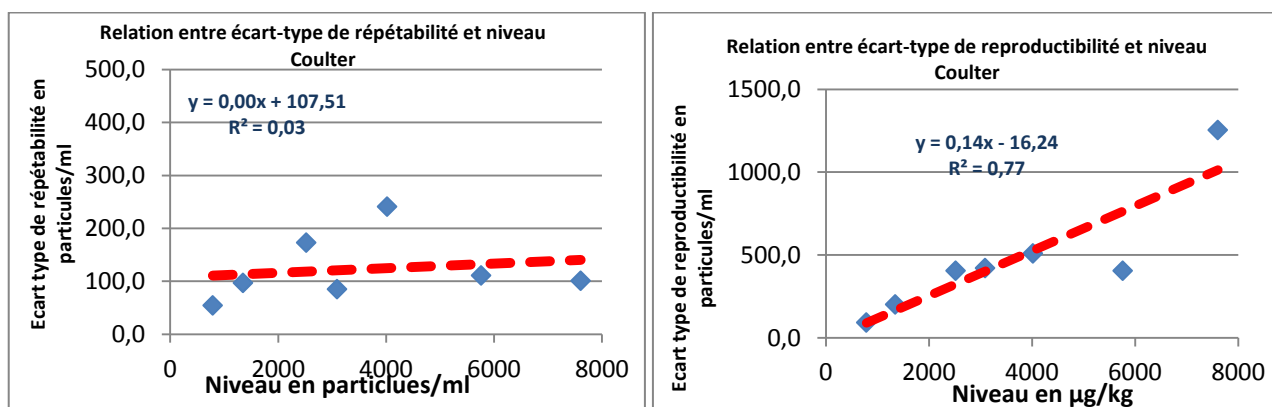


Figure 7 : Relations entre les écarts-types (répétabilité et reproductibilité) et les niveaux quantifiés par le Coulter

IV) Conclusion

1) Utilisation pratique en laboratoire et validité des résultats

Finalement, les méthodes sont choisies en fonction de nombreux paramètres différents parmi lesquels on trouve :

- les limites de détection et de quantification,
- la justesse et la fidélité (répétabilité) ainsi que l'exactitude et la reproductibilité,
- la robustesse,
- la spécificité,
- la rapidité et l'aptitude à l'automatisation,
- le coût et la durée du test.

2) Applications pratiques sur le terrain

Ces méthodes, développées par le laboratoire, vont permettre de mettre en place des applications pratiques, qui se rapprochent de la réalité. L'une d'elles, par exemple, consiste à piéger des poussières sur un site de chargement de céréales. Une telle étude a déjà été menée en juillet 2013, à titre prospectif, et a donné les résultats ci-après. 6 pièges ont été disposés sur différentes zones du port de Bayonne afin d'étudier le pouvoir volatile des poussières.

Les objectifs de cette étude prospective sont divers :

- Déterminer la taille des éléments passant dans l'air pour caler la lecture Coulter.
- Avoir une idée de la distribution des éléments dans le volume environnant le site de chargement (exploratoire).

Plusieurs moyens ont été développés pour cette expérimentation :

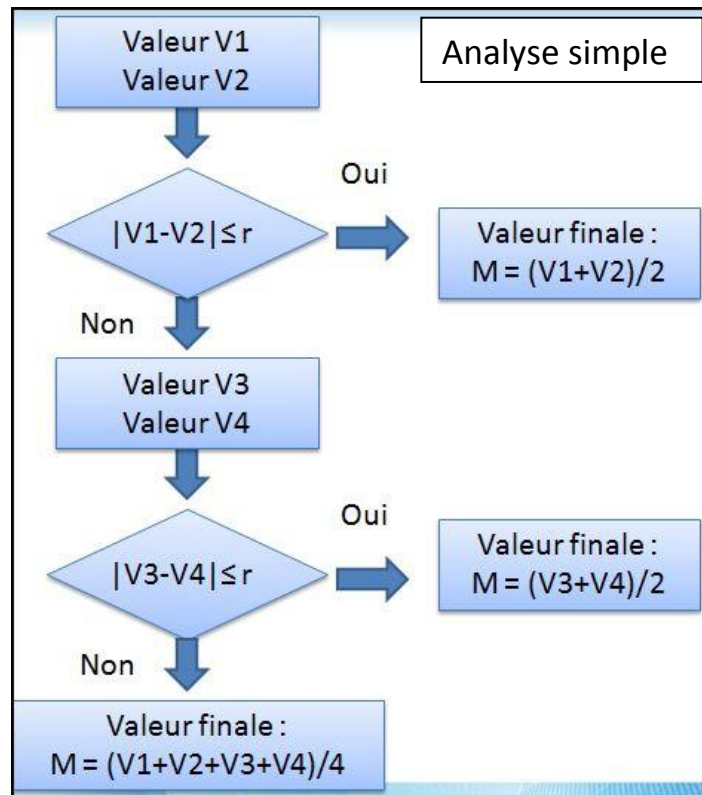
- Etude portant sur deux chargements différents de maïs (Waxy et classe A)
- Positionnement de pièges à poussières sur 6 zones distinctes sur le port de Bayonne
- Les pièges à poussières sont présentés en deux formats différents pour évaluer l'incidence du mode de captage (pots et boîtes)
- Une base 0 est mise en œuvre dans chaque zone pour évaluer le bruit de fond non imputable au chargement de matière (temps 0 sur le graphique).

Les résultats ainsi obtenus sont sous l'influence de l'hygrométrie, de la présence de vent, de la distribution spatiale des boîtes et de l'humidité de l'échantillon. Il faut noter que les point B et D correspondent aux tapis de chargement.

Le choix de ces méthodes est une problématique importante en termes de pollution atmosphérique. Dans une perspective d'avenir, la mise au point de tels protocoles permettraient de quantifier les émissions de poussières, non seulement dans le monde agricole, mais également aux niveaux urbains (notamment les véhicules) et industriels qui sont devant en termes d'émission de particules. En effet, le fait de connaître la quantité et les compositions chimique et physique des poussières émises permettrait de mieux appréhender cette problématique et de réduire ces émissions. Les connaissances théoriques acquises pourraient également apporter des réponses quant aux traitements appliqués sur les grains de céréales afin de réduire leur pouvoir émissif. Enfin, il ne faut pas oublier qu'il s'agit là d'un problème de santé publique qui touche énormément les pays en voie de développement et qui peut, à plus long terme, devenir un fléau pour nos sociétés.

Utilisation en laboratoire : gestion et validité des résultats

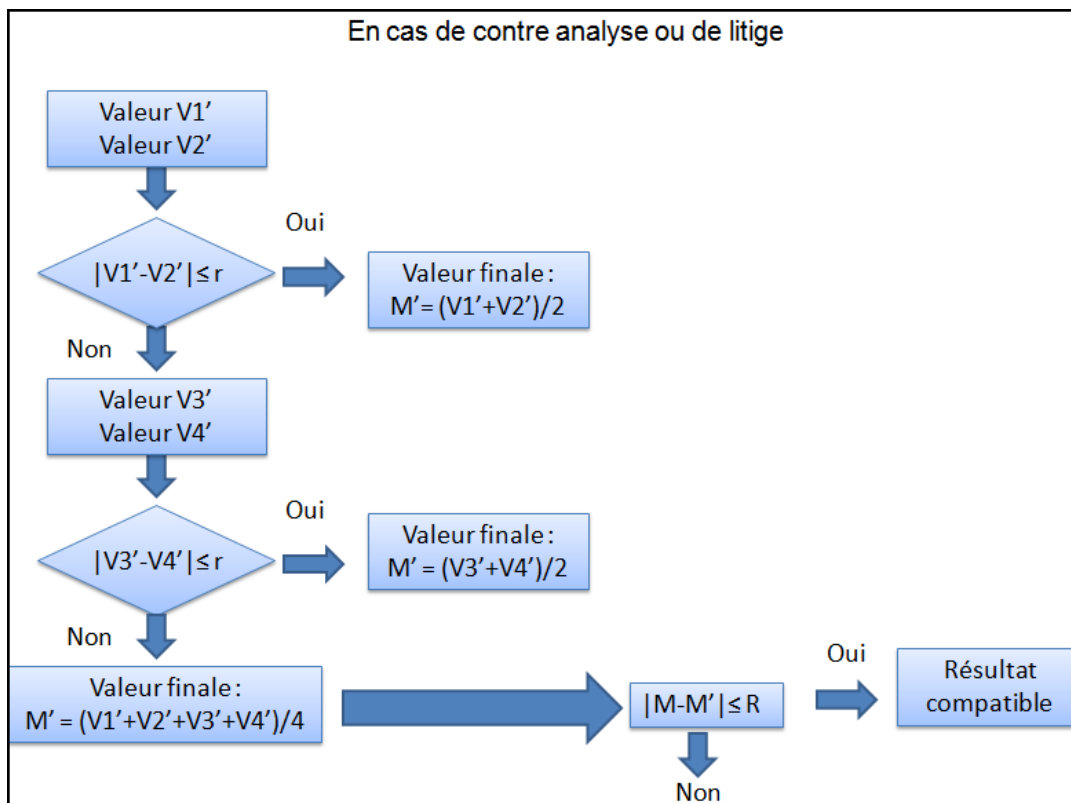
2 répétitions :



r = répétabilité de l'analyse

On choisit un couple, parmi les quatre valeurs, qui entre dans le domaine de validation

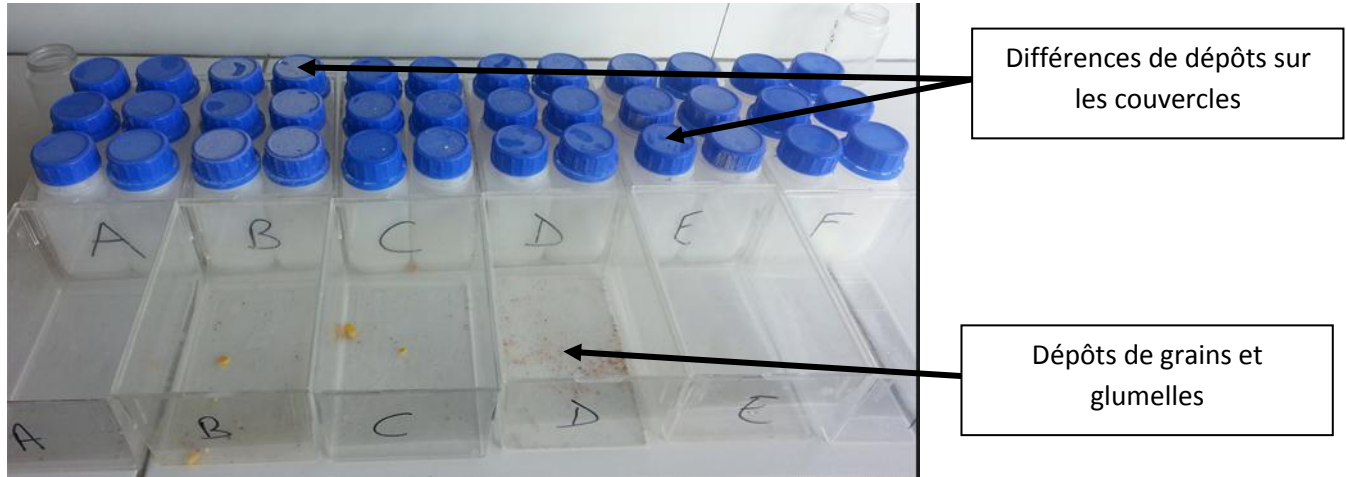
En cas de contre analyse ou de litige



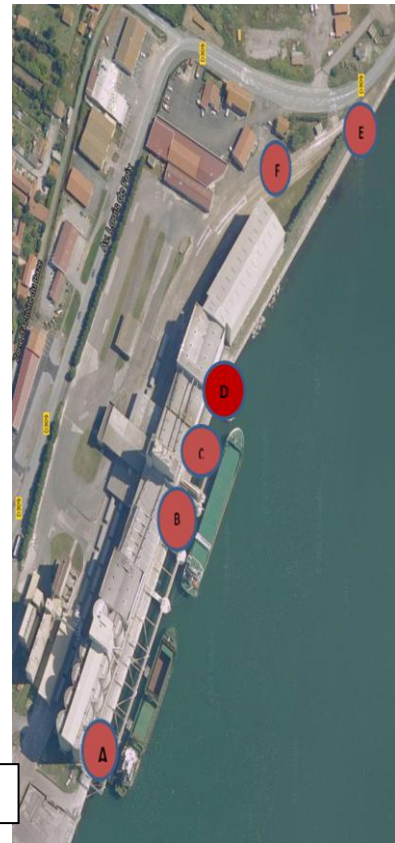
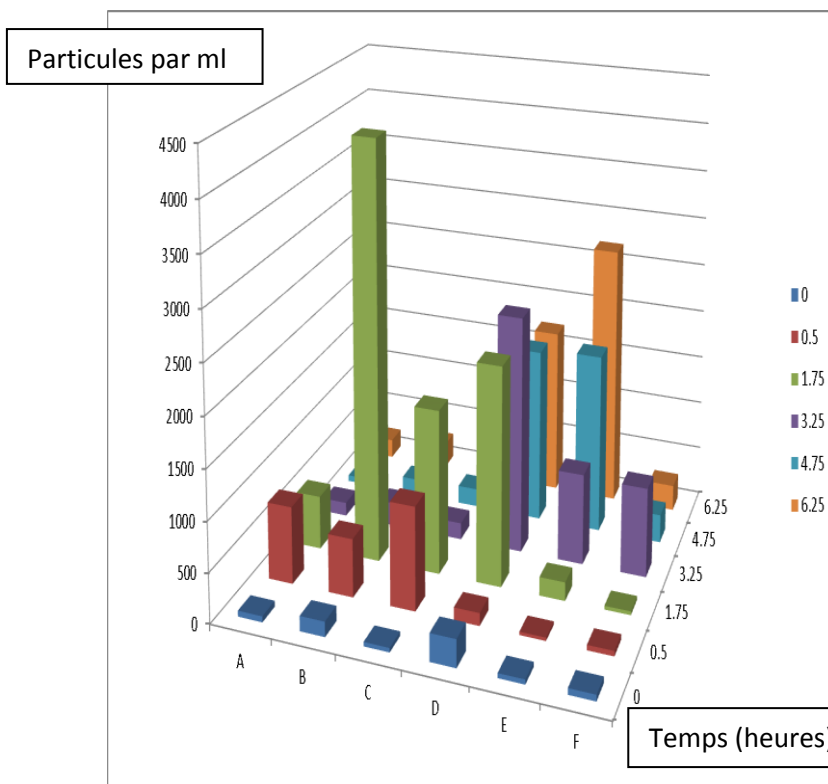
Utilisation dans le cadre de l'expérimentation terrain

Outils : deux modes de prélèvement mis en jeu :

- Pots de 9,62 cm² (séquences de prélèvement)
- Boîtes de 231,2 cm² (prélèvement sur toute la durée du chargement)



Résultats de l'expérimentation prospective (2013) :



Bibliographie

- Références

- [1] Loi sur l'air et l'utilisation rationnelle de l'énergie (LAURE) – Loi n°96-1236, 30 décembre 1996
- [2] *Inventaire des émissions de polluants atmosphériques et de gaz à effet de serre en France*. Rapport SECTEN. Corrigendum. CITEPA. Juillet 2012.
- [3] http://www.lemonde.fr/planete/article/2014/05/14/pollution-a-paris-la-circulation-alternee-a-eu-un-impact-visible_4416301_3244.html
- [4] Article R. 4222-3 du Code du Travail
- [5] Article R. 4222-10 du Code du Travail
- [6] Article R. 4422-3 du Code du Travail
- [7] Article 7 de la norme NF ISO 5725-2
- [8] Annexe A de la norme NF V03-110
- [9] Etude préalable réalisée par le laboratoire GERM-Services

- Bibliographie

- Ansart, R. (2007) *Émission de poussières lors de la manipulation de poudre : interaction entre les particules en mouvement et l'air ambiant*. Thèse de doctorat, Institut polytechnique de Toulouse.
- Bach, S., and Schmidt, E. (2008) Determining the Dustiness of Powders—A Comparison of three Measuring Devices. *Ann. Occup. Hyg.* 52(8) : 717–725
- Boac, J.M. (2010) *Quality changes, dust generation, and commingling during grain elevator handling*. Thèse de doctorat de l'université Los Baños au Philipine.
- Converse, H.H., and Eckhoff, S.R. (1989) Corn dust emissions with repeated elevator transfers after selected drying treatment. *Transactions of the ASAE.* 32(6) : 2103-2107
- Gill, T.E., Zobeck T.M., Stout, J.E. (2006) Technologies for laboratory generation of dust from geological materials. *J. of Hazardous Materials.* 132 : 1–13
- Greenaway, W.T. (1972) A fundamental and a rapid empirical test for dust in corn. *Cereal Chem.* 49 : 150
- Hamelmann, F. and Schmidt, E. (2003) Methods of Estimating the Dustiness of Industrial Powders – A Review. *KONA.* 27: 1-12

- Hosokawa, L. (2007) The hosokawa powder tester. Technical report, www.hosokawa.com.
- Jaquelin, M. (2007) *Etude de la mise en suspension de particules par chute de poudre*. Thèse, Institut de la radioprotection et de la sûreté nucléaire.
- Lundgren, D. (1986) A measurement technique to quantitate fugitive dust emission from handling granular products. *J. of Aerosol Science*. 17(3) : 632-634
- Lundgren, D. and Rangaraj, C. (1986) A method for the estimation of fugitive dust emission potentials. *Powder Technology*. 47 : 61-69
- Lyons, C. and Mark, D. (1992) An evaluation of the roaches dust particle apparatus dustiness testing equipment. Technical report, HSE contract Research Report. 40
- Martin, C.R. and Lai, F.S. (1978) Measurement of grain dustiness. *Cereal Chem*. 55(5) : 779-792
- OMS (2006) WHO Air quality guidelines for particulate matter, ozone, nitrogen dioxide and sulfur dioxide - Global update 2005. World Health Organization
- Parnell, Jr. C. B., Jones, D. D., Rutherford, R. D., Goforth, K. J. (1986) Physical properties of five grain dust types. *Env. Health Perspectives*. 66 : 183-188
- Plinke, M.A.E., Maus, R., Leith, D. (1992) Experimental examination of factors that affect dust generation by using Heubach and MRI testers. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J*. 53 : 325–30.
- Sammut, M. (2007) *Spéciation du cadmium, du plomb, et du zinc dans les poussières d'émissions atmosphériques d'origine sidérurgique*. Thèse de doctorat, université Paul Cézanne Aix-Marseille III

Annexes

Annexe 1 : dangerosité des poussières

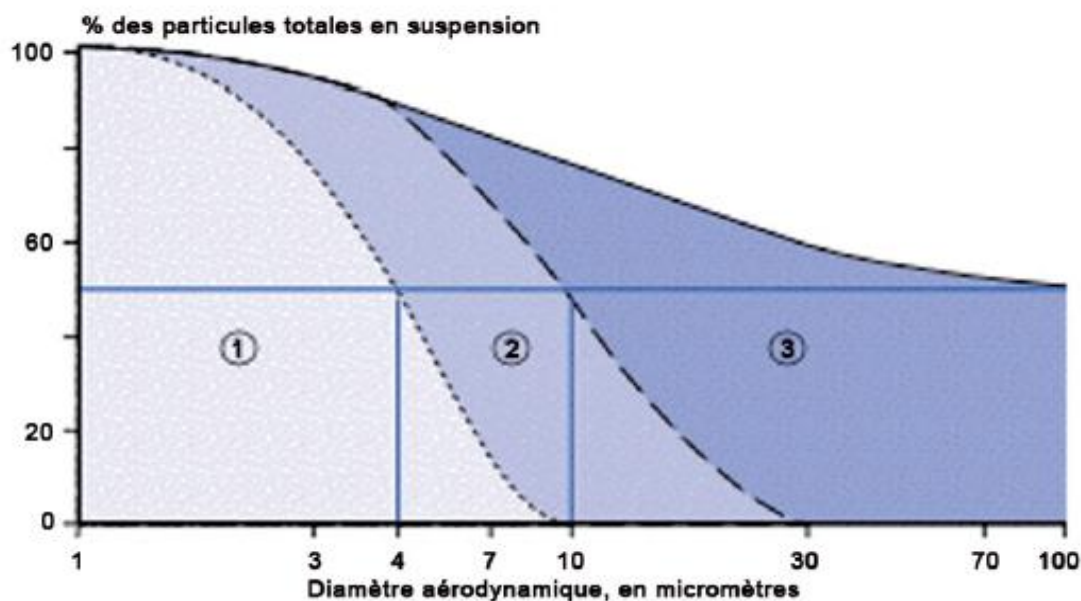


FIG. 2 – Les fractions conventionnelles sont représentées par les zones que délimitent les courbes. ① : alvéolaire ; ② : trachéo-bronchite ; ①+② : thoracique ; ③ : extrathoracique ; ①+②+③ : inhalable. INRS ND 2098.

Taille (µm)	Nomenclature
0 à 0,1	Particules ultrafines
0,1 à 2,5 (PM _{2,5})	Particules fines
2,5 à 10 (PM ₁₀)	Particules grossières ou grosses particules

Tableau 1 : classification des poussières en fonction de leurs taille (Sammut , 2007)

Taille (µm)	Nomenclature	Définition
>PM ₁₀	Particules totales en suspension	- L'ensemble des poussières dans l'air - Inhalable à travers le nez et la bouche
PM ₁₀	Poussières inhalable	Poussières qui pénètrent le larynx
PM _{2,5}	Poussières respirables	Poussières qui pénètrent les voies respiratoires

Tableau 2 : classification des poussières en fonction de leurs taille (Chin Shan Li, 1994)

FA023315		ISSN 0335-3931	
norme française		NF ISO 5725-1	
		Décembre 1994	
		Indice de classement : X 06-041-1	
Application de la statistique			
Exactitude (justesse et fidélité)			
des résultats et méthodes de mesure			
Partie 1 : Principes généraux et définitions			
E : Application of statistics — Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1 : General principles and definitions			
D : Anwendung der Statistik — Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) der Messverfahren und Ergebnisse — Teil 1 : Grundsätze und Begriffe			
Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'AFNOR le 20 novembre 1994 pour prendre effet le 20 décembre 1994.			
Remplace en partie la norme homologuée NF ISO 5725, de décembre 1987.			
correspondance	Le présent document reproduit intégralement la norme internationale ISO 5725-1:1994 et son rectificatif technique 1:1998.		
analyse	Le présent document établit les principes de base pour l'agencement, l'organisation et l'analyse des essais prévus pour la détermination de l'exactitude des résultats et méthodes de mesure. Elle présente des définitions pratiques de la fidélité et de la justesse qui se prêtent à une détermination numérique par expérience.		
descripteurs	Thésaurus International Technique : statistique, analyse statistique, mesurage, résultats d'essai, essai de laboratoire, caractéristique de mesurage, estimation, exactitude, fidélité, principe, définition.		
modifications	Par rapport à la précédente édition, la révision restructure en six parties le texte de la norme. De nouveaux concepts sont abordés : — la partie 3 fournit des mesures intermédiaires de la fidélité, — la partie 4 introduit la notion de justesse (exprimée en terme de biais), — la partie 5 présente des méthodes alternatives aux méthodes de base pour la détermination de la justesse et de la fidélité.		
corrections	Par rapport au 1 ^{er} tirage, ajout du rectificatif 1 qui modifie le tableau 2 de la page 10.		
Édité et diffusé par l'Association Française de Normalisation (AFNOR), Tour Europe 92049 Paris La Défense Cedex Tél. : 01 42 91 55 55 — Tél. international : + 33 1 42 91 55 55			
© AFNOR 1994	AFNOR 1994	2 ^e tirage 2000-06	
257			

norme française

NF V 03-110

Mai 2010

Indice de classement : **V 03-110**

ICS : 67.050

Analyse des produits agricoles et alimentaires Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude

E : Analysis of agri-foodstuffs — Protocol of characterization for the validation of a quantitative method of analysis by construction of an accuracy profile

D : Analyse von landwirtschaftlichen Produkten und Nahrungsmitteln — Kennzeichnungsprotokoll zur Anerkennung eines quantitativen Analyseverfahrens durch Aufbau des Genauigkeitsprofils

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 28 avril 2010 pour prendre effet le 28 mai 2010.
Remplace la norme homologuée NF V 03-110, de décembre 1998.

Correspondance

À la date de publication du présent document, il n'existe pas de travaux internationaux ou européens traitant du même sujet.

Analyse

Ce document définit une procédure de caractérisation d'une méthode d'analyse quantitative, en vue de sa validation, basée sur la construction puis l'interprétation d'un profil d'exactitude. Cette procédure est applicable pour la validation interne dans un laboratoire d'essais agroalimentaire mais peut être étendue à l'interprétation de données collectées dans le cadre d'une étude inter laboratoires conçue selon les recommandations de la norme NF ISO 5725. Elle ne s'applique pas aux essais microbiologiques qui font l'objet de la norme NF EN ISO 16140. L'approche permet une validation interne de méthodes non normalisées, de méthodes conçues/développées par le laboratoire, de méthodes normalisées employées en dehors de leur domaine d'application prévu, d'amplifications ou de modifications de méthodes normalisées ainsi que de méthode alternative par rapport à une méthode de référence.

Ce document ne s'applique qu'aux méthodes complètement développées et mises au point. En particulier, la sélectivité/spécificité doit avoir été étudiée ainsi que le domaine d'application de la méthode à valider, en termes de types de matrice et de niveaux de concentrations.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : produit alimentaire, laboratoire d'analyses, méthode d'analyse, analyse quantitative, évaluation, protocole, statistique, exactitude, calcul, écart-type, définition.

Modifications

produit alimentaire, laboratoire d'analyses, méthode d'analyse, analyse quantitative, évaluation, protocole, statistique, exactitude, calcul, écart-type, définition.

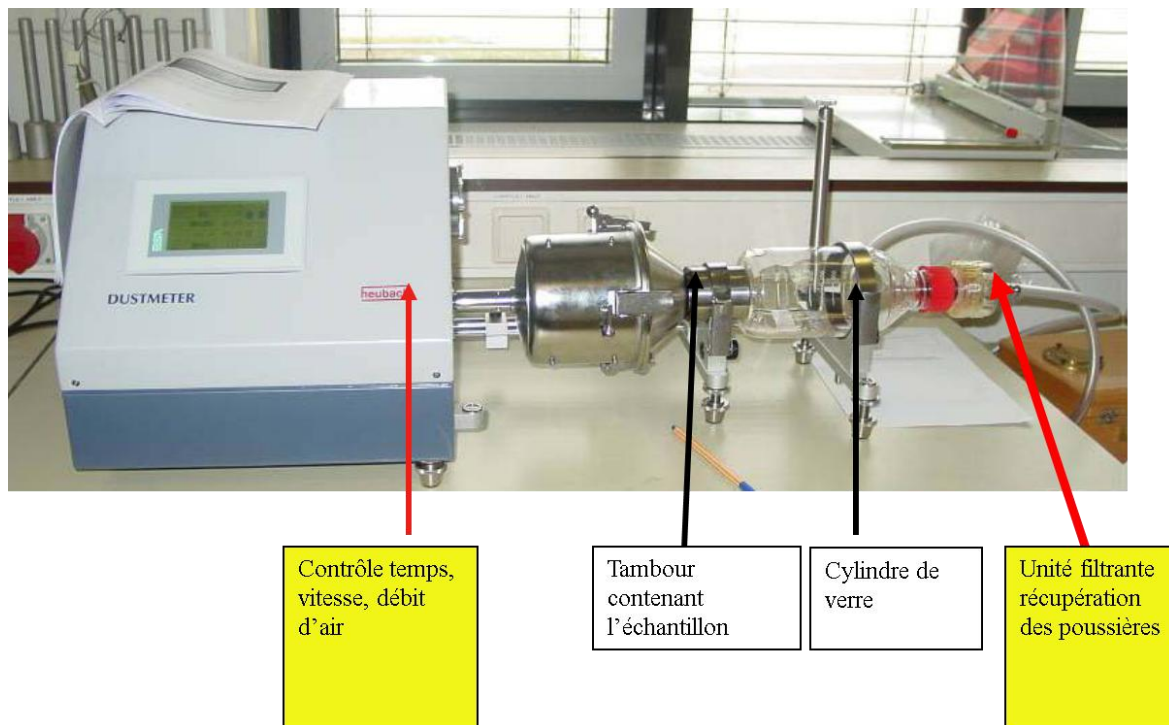
Corrections

Par rapport au 1^{er} tirage, modification de la liste de commission.

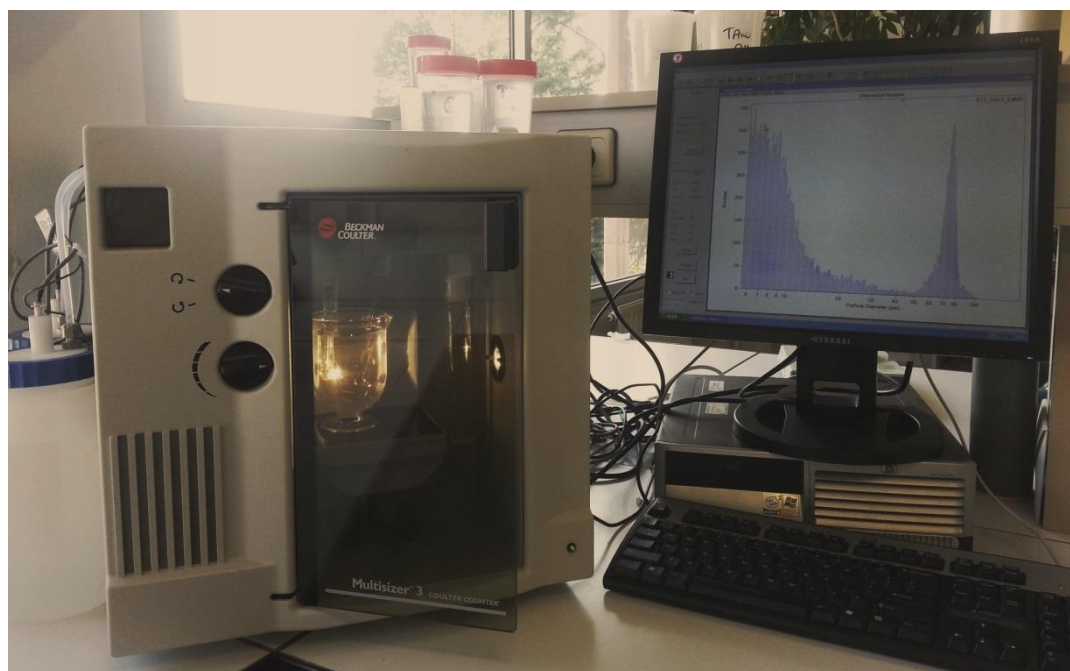
Éditée et diffusée par l'Association Française de Normalisation (AFNOR) — 11, rue Francis de Pressensé — 93571 La Plaine Saint-Denis Cedex
Tél. : + 33 (0)1 41 62 80 00 — Fax : + 33 (0)1 49 17 90 00 — www.afnor.org



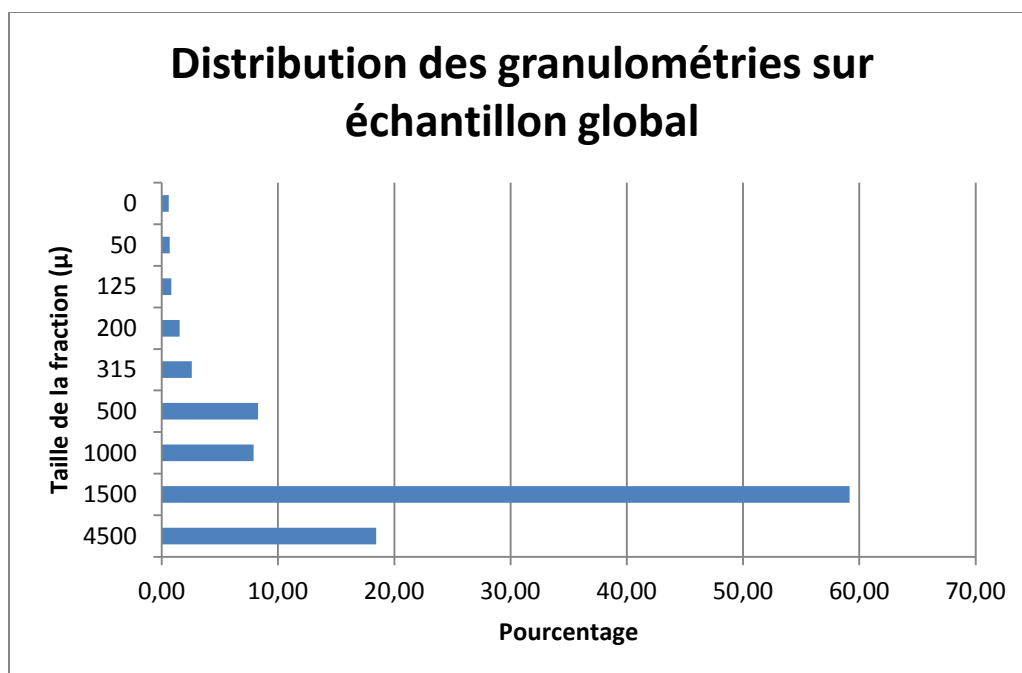
Annexe 4 : matériel Heubach



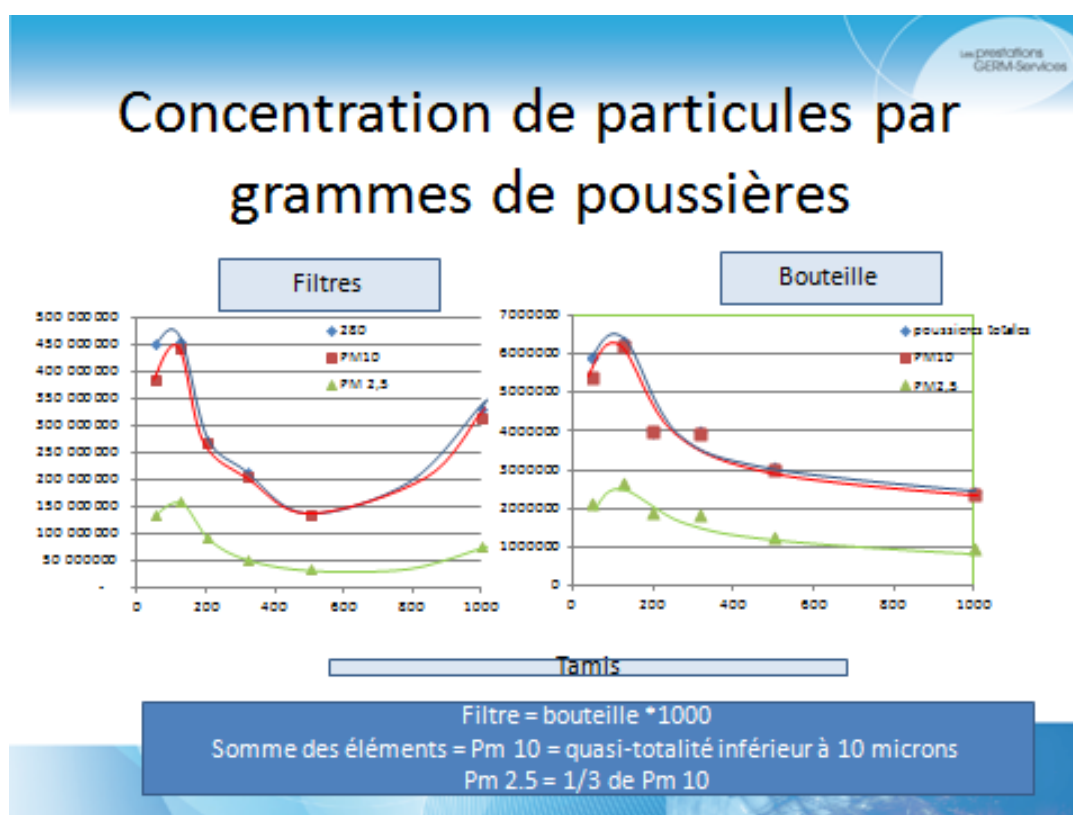
Annexe 5 : matériel Coulter



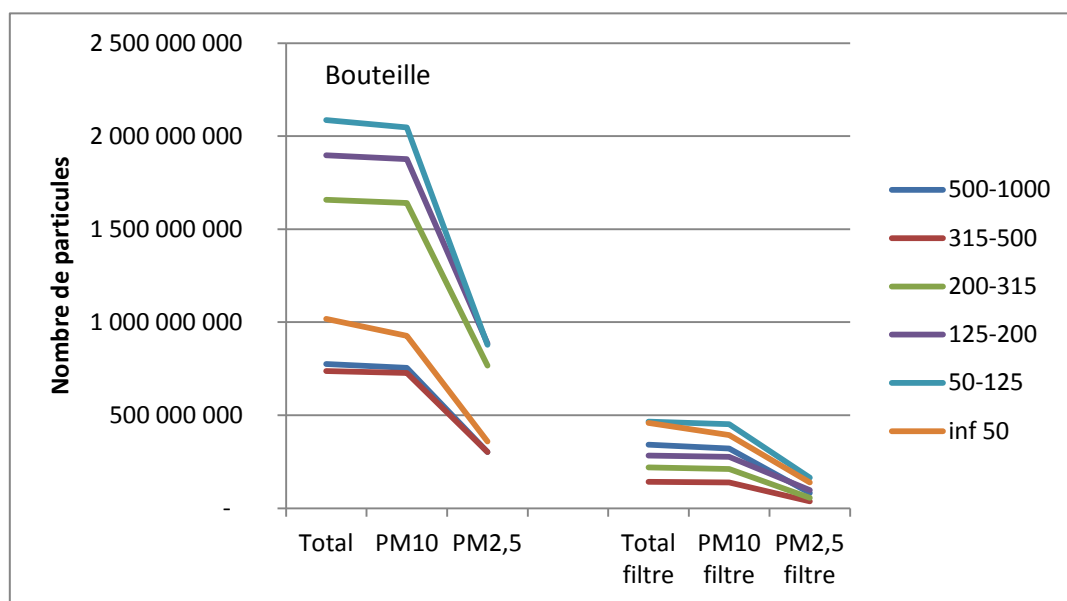
Annexe 6 : granulométrie de l'échantillon



Annexe 7 : composition granulométrique des poussières récupérées



Annexe 8 : Analyse Coulter (nombre de particules par classes de granulométrie)

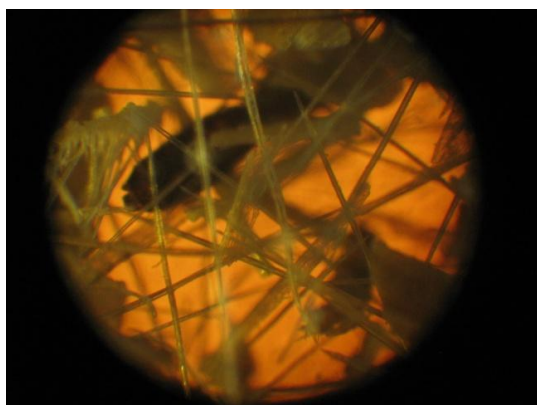


Annexe 9 : Observation au microscope des poussières récupérées



Grossissement : x 100

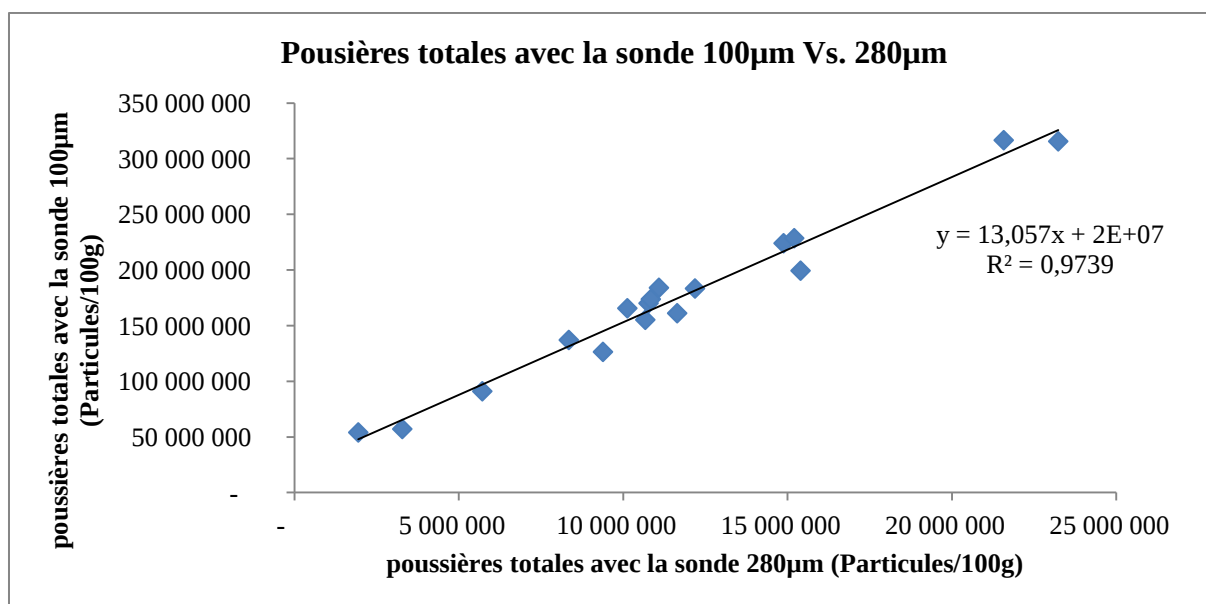
Taille des poussières : entre 1mm et 0,5 mm



Grossissement : x 500

Taille des poussières : inférieures à 0,5 mm

Annexe 10 : Comparaison de la linéarité des résultats obtenus avec les deux sondes du matériel Coulter (100µ et 280µ)



Résumé

Les activités humaines sont responsables, en grande partie, de la pollution atmosphérique générale. L'émission de fines particules par l'industrie, les transports, mais aussi l'agriculture, est devenue un problème majeur, notamment en termes de santé publique et de nuisances pour les écosystèmes. La difficulté de gestion de ce problème réside surtout dans le fait qu'il n'existe pas, à ce jour, de méthode précise permettant la quantification et l'analyse de composition de ces poussières. Les laboratoires GERM-Services et FNPSMS, spécialisés dans l'étude des semences agricoles, ont donc mis au point un programme (EMICER) permettant de mettre au point une méthode d'analyse. Deux méthodes ont été mises au point par ces laboratoires : Heubach et Coulter. La première permet de récupérer les poussières végétales qui se retrouvent à la surface des grains et qui sont expulsés dans l'air sur les zones de chargement céréalier. La deuxième, dérivée de la recherche médicale, permet de quantifier ces particules. Des seuils ont déjà été fixés concernant la taille des particules nuisibles en fonction de leur dangerosité : on s'intéresse donc aux poussières inférieures à 10 μm (PM 10 et PM 2,5 plus précisément). Des échantillons de blés ont été analysés à l'aide de ces deux appareils afin de vérifier leur efficacité. Les résultats obtenus ne représentent que la première partie du travail mais restent encourageants pour la suite. En effet, il ressort que la méthode mise en place respecte les normes imposées, à savoir la répétabilité (justesse et fidélité) des analyses, et leur reproductibilité. La mise au point de ces méthodes est un enjeu global car il peut permettre, à plus long terme, de limiter ces émissions de particules, et donc tenter de faire face à ces problèmes de pollution de plus en plus répandus sur l'ensemble de la planète.

Mots clés : Pollution atmosphérique, poussières végétales, céréales, quantification de particules, établissement de protocole, normes sanitaires