

Note

Transformation d'un broyeur M20 (IKA) pour limiter les contaminations des échantillons végétaux en Cr et Ni

Patrice Soulé, Sarah Desalme, Thierry Dalix, Mireille Barbaste¹

Résumé. L'étape de préparation des échantillons est une étape cruciale de l'analyse. Toutes les manipulations réalisées doivent permettre de conserver l'intégrité de l'échantillon et ne pas induire de perte ou de contamination en éléments d'intérêt. Une précédente étude a mis en évidence les contaminations pouvant être apportées par l'utilisation des broyeurs. Il est apparu que le broyeur M20 pouvait être contaminant en Cr et Ni pour les végétaux abrasifs (type molinie ou grains). Or le M20 a l'avantage d'être refroidi (diminuant le risque de perte d'éléments volatils) et d'être facilement manipulable et lavable (diminuant le risque de contaminations croisées). Le fournisseur ne propose pas de revêtements adaptés à nos besoins. Nous avons identifié une entreprise pouvant réaliser la transformation de nos M20 en remplaçant les parties en contact avec l'échantillon en inox (cuve, couteaux, visserie) par un alliage de titane. Dans cet article nous donnons les références complètes afin que cette expérience puisse bénéficier à d'autres laboratoires.

Mots clés : broyeur M20, contamination, inox, titane

Introduction

L'analyse, dans les plantes, des éléments métalliques tels que le cadmium, le chrome, le nickel, le cuivre est essentielle pour d'une part identifier des teneurs anormales pouvant avoir un effet sur la santé de la plante elle-même ou sur celle de l'homme ou de l'animal et pour comprendre les mécanismes qui gouvernent le transfert de ces éléments du sol vers la plante et leur localisation dans la plante. Entre le prélèvement, et le résultat d'analyse chiffré, l'échantillon va subir de nombreuses transformations : séchage, broyage, mise en solution puis analyse instrumentale (Barbaste et al., 2011). Ces transformations ne doivent pas modifier la teneur des échantillons en ces métaux. Il est particulièrement important d'identifier et d'éliminer les sources de contamination de l'échantillon.

L'Unité de Service et de Recherche en Analyses Végétales et Environnementales (USRAVE) s'est engagé depuis plusieurs années dans une démarche qualité impliquant une maîtrise de la chaîne d'analyse et des facteurs pouvant influencer la qualité des résultats. Ainsi une étude réalisée sur plusieurs années et publiée dans le Cahier des Techniques de l'INRA en 2011, a permis d'identifier parmi les broyeurs couramment utilisés à l'USRAVE et représentant un parc de broyeur type pour les Unités de recherche réalisant la préparation d'échantillons végétaux, ceux qui étaient susceptibles de contaminer les échantillons (Desalme et al., 2011). Cette étude nous a permis de vérifier que les pollutions étaient bien dues aux matériaux mis en contact avec l'échantillon ; un tableau de risque a été élaboré (Daugey et al., 2012). Il permet de faire un choix objectif du broyeur à utiliser en fonction de la taille et du type d'échantillon, de l'analyse à effectuer et des contaminations possibles.

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

Les broyeurs M20 de la société IKA (IKA, Staufen, Allemagne) sont des broyeurs de type « moulin à café ». Ils sont robustes, d'un coût modeste (de l'ordre de 3800 €HT). Ils sont largement représentés dans les laboratoires réalisant la préparation d'échantillons végétaux. Ils sont facilement manipulables ce qui est un plus incontestable pour l'utilisateur. Ils sont refroidis par un circuit d'eau limitant ainsi les risques de perte d'éléments par vaporisation. Cela peut être critique lorsqu' un échantillon doit être préparé afin de réaliser différents types d'analyse éléments en traces tels que Co, Cr, Mo, Ni, Pb, Cd, As et Hg par exemple. Ainsi, une température élevée n'aura pas d'impact sur l'analyse du Cr mais sera déterminante pour l'analyse du Hg du fait de la faible température de vaporisation de cet élément. Enfin, les broyeurs M20 se nettoient facilement (cuve lisse, peu de renforcements, démontage facile du couteau) ce qui limite fortement les risques de contamination d'un échantillon à l'autre.

Or ce broyeur a été identifié comme potentiellement fortement contaminants en Co, Cr et Ni pour les végétaux abrasifs de type molinie (*molinia caerulea*) et en Cr pour les grains ; les risques de contaminations augmentant avec l'âge du broyeur. Des solutions ont été recherchées, sans résultat, pour remplacer le broyeur M20 par un autre broyeur de même type mais dont les matériaux en contact avec l'échantillon seraient non contaminants. Un travail exploratoire a également été réalisé pour étudier la faisabilité de réalisation d'un traitement de surface des parties en contact avec l'échantillon avec une substance inerte. Aucune des solutions proposées ne nous a paru convaincante. De nouveaux matériaux pour ces pièces en contact avec l'échantillon ont été recherchés. Ce sont les recherches que nous avons réalisées, les choix que nous avons faits et les résultats obtenus que nous présentons dans cet article.

Choix et caractéristique des matériaux



Photo 1. Broyeur M20 (Photo : Patrice Soulé, USRAVE, INRA).

Recherche d'un matériau de substitution à l'inox

Nous nous sommes rapprochés de la société IKA fabricant du broyeur M20 pour savoir si des pièces détachées dans une autre matière que l'inox étaient disponibles. Des pièces en carbure de tungstène nous ont été proposées. Or les alliages de carbures de tungstène contiennent du Co en quantité importante pouvant induire des pollutions en cet élément.

Recherche d'une entreprise

Une entreprise de la région bordelaise : LUBAT, nous a été conseillée par un fournisseur (LUBAT ETS 27 chemin de Lou Tribail, ZI Toctoucau 33610 Cestas, 0556680019, SIRET : 37824051900025, Code APE : 2562B). Cette société a l'avantage d'être certifiée selon la norme ISO 9001 : 2008. Au-delà du système de management de la qualité, l'entreprise a étendu la portée de sa certification à la production. En effet, ses clients habituels appartiennent aux domaines de l'aéronautique (pièces d'avion) et du médical (prothèses) pour lesquels la traçabilité de la qualité des métaux employés et de la production des pièces doivent être garanties. Cela nous a donné confiance dans les capacités de cette entreprise à réaliser nos pièces.

Réalisation et coût



Photo 2. Broyeur M20 entièrement équipé en titane (photo : Patrice Soulé, USRAVE, INRA)

L'ensemble des pièces en contact avec l'échantillon : cuve, couvercle, vis, rondelles, écrous a été réalisé en titane (**Photo 2**). Les qualités de titane employées sont le Ti T40 1,2 mm grade 2 pour la cuve et le couvercle et Ti TA6V grade 4 pour toutes les autres pièces. Le titane a été fourni par la société Aubert et Duval (Paris, France). Les caractéristiques de ces alliages sont données dans le **Tableau 1** (voir page suivante).

Les alliages de titane ne comportent pas (Ti T40) ou très peu (Ti TA6V) d'éléments d'intérêt pour l'USRAVE. Les éléments composant le Ti TA6V qui pourraient avoir un impact sur la contamination de l'échantillon sont Al, V et Fe. V sont très peu analysés à l'USRAVE et ne font pas partie des éléments habituellement demandés par les chercheurs. Nous avons vu dans l'étude sur les broyeurs que même lorsqu'Al et Fe sont majoritaires dans la composition des pièces en contact avec l'échantillon, l'impact en terme de contamination est faible voire non quantifiable (Desalme et al., 2011).

Tableau 1. Composition chimique et caractéristiques mécaniques des alliages de titane utilisés

	Composition chimique							Caractéristiques mécaniques		
	Ti	C	V	Al	N	Fe	O ₂	Rm	Rp 0,2%	A
	%	%	%	%	%	%	%	N/mm ²	N/mm ²	%
T40	100							460	350	20
TA6V	Base	<0,08	4	6	<0,07	<0,3	<0,2	1100	1040	10

L'ensemble des pièces réalisées a été monté par LUBAT sur chacun des trois broyeurs. Des ajustements ont été nécessaires. A la livraison et à l'usage, aucun dysfonctionnement n'a été constaté (désaxage ou fuite du circuit de refroidissement). Les pièces en inox nous ont été restituées. Les références des pièces sont données dans le **Tableau 2**. Le coût total du projet s'est élevé à 8780,6 €HT.

Tableau 2. Référence des pièces fabriquées par la société Lubat

Pièce	Référence	Matériaux
Bol inférieur (cuve)	INR_001_01_01	Ti T40
Bol supérieur (couvercle)	INR_001_01_02	Ti T40
Lame broyeur	INR_001_01_03	Ti TA6V
Rondelle Ø46x8	INR_001_01_04	Ti TA6V
Rondelle Ø26x3,5	INR_001_01_05	Ti TA6V
Ecrou bombé M6	INR_001_01_06	Ti TA6V
Vis FHC M5	INR_001_01_07	Ti TA6V

La réalisation de la cuve et du couvercle a nécessité la création par l'entreprise d'une pièce spécifique, une matrice, permettant de repousser une feuille de titane. Ces pièces ont été achetées par l'USRAVE et conservées par l'entreprise. Elles ne seront pas facturées aux Unités INRA qui souhaiteraient faire aménager leur M20 ce qui amène le coût pour l'aménagement d'un unique broyeur à un montant de l'ordre de 2200 €HT (le prix de l'envoi peut être estimé à 20 €).

Conclusion

La démarche qualité a conduit l'Unité à faire une recherche systématique des facteurs pouvant influencer la qualité des résultats. Elle l'a conduite à un réflexe d'amélioration continue. Le travail décrit dans cet article est le fruit d'une réflexion arrivée à maturité sur une partie spécifique de la chaîne d'analyse : le broyage. L'aménagement des broyeurs M20 permet de s'affranchir des risques de contamination en éléments en traces en particulier Cr et Ni. Les références données dans cet article permettront aux Unités INRA qui le souhaitent de pouvoir s'équiper de broyeurs M20 non contaminants pour l'analyse des éléments en traces à un coût raisonnable.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Hervé Faucher de la société Avantec – Thermo-Fisher (Avantec, Illkirch, France) pour les avoir orientés vers la société Lubat.

Références bibliographiques

Barbaste M, Bon F, Dalix T, Desalme S, Masson P, Orignac D, Prunet T, Soulé P (2011) From fresh plant from field to ICP-OES and ICP-MS analysis : How to master results quality in an accredited laboratory ? European winter conference on plasma spectrochemistry, Zaragoza, Espagne.

Daugey S, Desalme S, Barbaste M, Soulé P (2012) Instruction IN26C5A_V1 – Choix du broyeur. Unité de Service et de Recherche en Analyses Végétales et Environnementales, Centre INRA Bordeaux-Aquitaine, Villenave d'Ornon, France.

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.