

Optimisation de la préparation d'échantillons végétaux en vue d'analyses chimiques et par spectrométrie infrarouge : découpe, broyage et tamisage à haut débit

Patrick LEGER¹
Frédéric LAGANE¹

Correspondance
frederic.lagane@inrae.fr

Résumé

Le broyage des échantillons végétaux est une étape essentielle avant la mise en œuvre de nombreuses analyses au sein de la Plateforme Phénobois. Dans cet article, nous présentons nos dernières avancées quant à l'optimisation de notre chaîne de broyage de matériel végétal basée sur l'utilisation d'un agitateur à peinture SK550. Des développements ont ainsi été réalisés pour prédécouper des branchettes de bois, améliorer l'ergonomie du vissage-dévissage des bouchons des bols de broyage et pour automatiser le tamisage en série des poudres végétales.

Mots-clés

Phénobois, échantillons végétaux, prédécoupe, broyage, serrage-desserrage, tamisage.

1. INRAE, BIOGECO, UMR 1202, F-33612 Cestas, France.

Optimization of plant sample preparation for chemical analysis and infrared spectrometry: cutting, grinding and high-throughput sieving

Patrick LEGER¹
Frédéric LAGANE¹

Correspondence
frederic.lagane@inrae.fr

Abstract

Grinding plant samples is an essential step prior to conducting many analyses within the Phenobois Platform. In this article, we present our latest advances in optimizing our plant material grinding line, which is based on the use of an SK550 paint stirrer. Improvements have been made to pre-cut wood twigs, enhance the ergonomics of screwing and unscrewing the grinding bowl caps, and automate the mass sieving of plant powders.

Keywords

Phenobois, plant samples, pre-cutting, grinding, tightening-untightening, sieving.

1. INRAE, BIOGECO, UMR 1202, F-33612 Cestas, France.

Introduction

Pôle de compétences techniques au service de la communauté des sciences forestières, la plateforme Phénobois est spécialisée dans le phénotypage des propriétés physico-chimiques du bois et des propriétés hydrauliques des arbres. La gamme de techniques et les méthodes développées par Phénobois permettent à la plateforme de proposer une approche multi-échelle allant de la cellule jusqu'à la caractérisation de tissus végétaux issus de populations naturelles ou de programmes d'amélioration génétique. Selon les demandes, nous pouvons réaliser des analyses qui varient de quelques dizaines à plusieurs centaines, voire milliers, d'échantillons, comme dans le cadre d'études génétiques, par exemple.

Avant de mettre en œuvre nos méthodes d'analyses chimiques et par spectrométrie infrarouge, il est essentiel que l'échantillon à analyser soit broyé de façon reproductible et à un degré de finesse spécifique. Les sites de Cestas et d'Orléans de Phénobois ont développé pour cela un savoir-faire unique en matière de préparation d'échantillons, incluant la découpe des échantillons de bois, le broyage et le tamisage.

Grâce à ces compétences, ce sont plus de 5 000 échantillons qui sont traités par site chaque année pour répondre aux besoins des utilisateurs de la plateforme.

Cet article fait le point sur les améliorations apportées, depuis 2021, à notre chaîne de broyage de végétaux au sein de la plateforme Phénobois², concernant :



Figure 1: Pince à ongles (Source P. Léger)

1. La découpe de branchettes en copeaux fins, grâce à l'adaptation d'un coupe-stratifié manuel
2. L'optimisation du serrage et du desserrage des bols de broyage, grâce à l'adaptation d'une visseuse d'assemblage
3. Le tamisage des poudres en série

Ces améliorations font suite au transfert de nos broyages sur un agitateur de peinture SK550 en 2019, après l'abandon d'un automate de broyage (Léger, 2019). Elles visent à gagner en rapidité durant l'opération de broyage, à améliorer le confort de l'opérateur en évitant les gestes répétitifs durant le processus et, enfin, à garantir la qualité de la poudre obtenue en termes de granulométrie.

Adaptation d'un coupe-stratifié manuel pour découper des branchettes en copeaux fins

Le fractionnement des échantillons de bois est une étape indispensable avant tout broyage pour obtenir des poudres fines. La finesse du fractionnement conditionne la réduction du temps de broyage et la diminution de l'échauffement de l'échantillon.

Il consiste en la découpe de branchettes de bois sec en fins copeaux d'environ 1 mm d'épaisseur, à l'aide d'une pince à ongles (Figure 1) ou d'une scie à chantourner (Figure 2).

Pour optimiser cette étape fastidieuse, nous avons acquis un coupe-stratifié manuel Motor Technics, modèle MSW-LF-C13HD (Figure 3), un outil habituellement utilisé pour cou-



Figure 2: Scie à chantourner (Source F. Lagane)

2. Plateforme de phénotypage à haut débit, Phénobois est labellisée ISC INRAE et ses activités de préparation d'échantillons sont certifiées selon la norme ISO 9001 : 2015

per les parquets stratifiés. Sa capacité maximale de coupe est de 16 mm d'épaisseur.



Figure 3: Coupe stratifié Motor Technics, modèle : MSW-LFC13HD

Nous l'avons ensuite équipé d'une protection pour réduire les risques de coupures et faciliter la récupération des copeaux. La protection anti-coupure consiste en une réglette de bois perforée, fabriquée sur mesure, avec des orifices de 8, 12 et 18 mm de diamètre, placée devant la lame de coupe (Figure 4).



Figure 4: Réglette en bois perforée (Source P. Léger)

Le maniement de cet outil est aisé : l'abaissement manuel du levier qui actionne la lame ne nécessite aucun effort, même pour des sections de 16 mm. L'épaisseur des copeaux ou rondelles dépend de l'avancée manuelle de l'échantillon sous la lame (Figure 5).

Les découpes sont récupérées dans une coupelle de pesée grâce à un avaloir maison en carton (Figure 6). Cet avaloir est équipé d'un couvercle pour canaliser les coupes et les éclats de bois qui ont tendance à voler en fin de coupe.



Figure 5: Coupe de différentes sections de branchettes jusqu'à 15 mm (Source P. Léger)

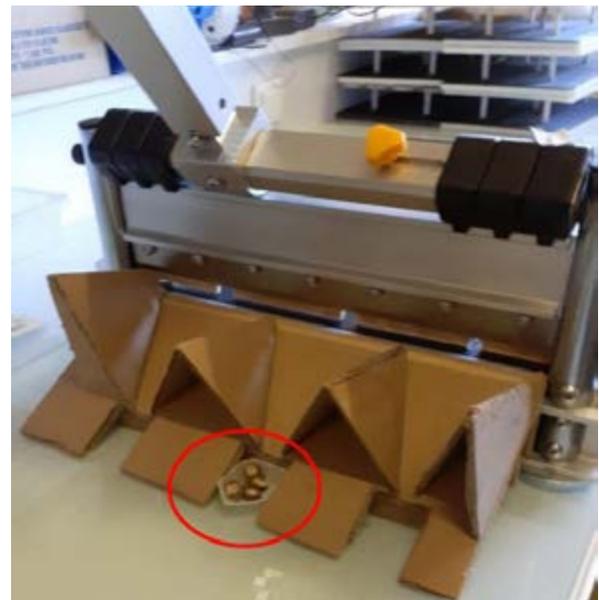


Figure 6: Récupération des copeaux en coupelle (Source P. Léger)

En conclusion

L'achat de ce coupe-stratifié est peu onéreux et qualitatif. La lame, très tranchante, est démontable pour être affûtée si nécessaire. L'ergonomie est excellente : il n'y a aucun effort à fournir pour actionner le levier de coupe, et notre adaptation prend en compte les risques de coupure. L'appareil a été testé en routine sur des branchettes de chêne et donne entière satisfaction.

À l'avenir, le développement d'une motorisation du déplacement de l'échantillon via un chariot sur rail ou glissière permettrait d'homogénéiser les découpes.

Optimisation du serrage et du desserrage des bols de broyage : adaptation d'une visseuse d'assemblage

Le broyage s'effectue par séries de 24 bols placés sur un portoir en polyacétal. La fermeture et l'ouverture de nos bols de broyage se faisaient un par un, hors du portoir, par serrage et desserrage manuels à l'aide d'une clé (Figure 7).

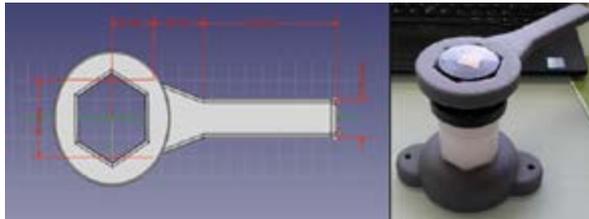


Figure 7 : Clé de serrage et socle (Sources : F. Lagane, P. Léger)

L'étape de serrage permet d'assurer l'étanchéité totale des bols, évitant ainsi la perte de matière et la contamination entre échantillons. Cette étape manuelle, très chronophage et source de troubles musculosquelettiques, rendait pénibles les grandes séries de broyages de plusieurs centaines d'échantillons.

Nous avons résolu ce problème en utilisant une visseuse à renvoi d'angle QX Ingersoll Rand (Figure 8). L'outil peut exécuter 32 programmes personnalisables.



Figure 8 : Visseuse d'assemblage VB.QXFD2AT010PS06

Choix de l'outil

Nous avons rencontré la société *Quali-Torc*, spécialisée dans l'outillage de serrage contrôlé et disposant d'une large gamme d'outils de serrage au couple, lors du Salon SEPEM Industries (Salon des Services, Équipements, Process et Maintenance) à Toulouse en 2021.

Ce fournisseur est venu sur notre site pour tester son matériel dans nos conditions réelles d'expérimentation. Le choix s'est porté sur un appareil de la marque Ingersoll Rand, série QX, qui permet un contrôle précis du processus de serrage et améliore le confort de l'opérateur.

Pour notre application, l'outil permet le vissage des bouchons des bols de broyage jusqu'à un couple défini de 8 Nm. Il offre la possibilité d'un contrôle angulaire pour détecter la présence ou l'absence du joint d'étanchéité en caoutchouc nitrile situé au niveau du col de nos bols de broyage (l'angle de rotation varie en fonction de la présence ou non du joint pour l'application d'un même couple).

Principe du serrage au couple et à angle

Un couple de serrage correspond à la force que l'on doit appliquer pour assembler deux pièces ensemble. Il permet d'assurer une liaison entre elles pour un résultat 100 % étanche selon un principe d'adhérence. La force appliquée s'exprime en Newton mètre (N.m).

Le serrage d'un assemblage peut être réalisée de plusieurs manières : serrage au couple (utilisation d'une clé dynamométrique), à l'angle ou par allongement (pour ce dernier nous parlons de tension). Selon le montage, le fabricant préconise la méthode de serrage la plus adéquate à utiliser.

La programmation de la visseuse peut se faire directement sur l'outil ou via une interface sur téléphone. Un embout de vissage de 41 mm, dont l'empreinte correspond à celle de nos bouchons, a été spécifiquement réalisé par Quali-Torc pour compléter cet outil.

Tenu à hauteur de hanche, cet outil évite désormais les troubles musculo-squelettiques au niveau des épaules. Le réglage de la vitesse limite la contre-réaction en fin de serrage, protégeant ainsi le poignet des à-coups (Figure 9).



Figure 9 : Opération de vissage et dévissage (Source : N. Belmokhtar, P. Léger)

Adaptation des portoirs recevant les bols de broyage

Afin de pouvoir serrer ou desserrer les bouchons des bols de broyage directement sur leur portoir (Figure 9), nous avons réalisé des plaques de fond de portoirs en plexiglas de 6 mm d'épaisseur, avec le concours du FabLab Coh@bit de l'IUT de Talence (espace collaboratif de fabrication numérique). Nous y avons dessiné les plans avec le logiciel FreeCAD 0.20, un logiciel de CAO 3D paramétrique, et avons utilisé leur découpeuse laser Trotec Speedy 300 Type CO2, puissance 60 W.

Il est également possible de réaliser ces plaques de fond en polyacétal, un matériau plus résistant que le plexiglas. La société Delta Labo, qui fabrique déjà nos bols de broyage et nos portoirs en utilisant ce polymère, peut assurer cette réalisation.

En conclusion

Cette visseuse est bien adaptée à notre problématique. Elle assure un blocage automatique du bouchon et détecte l'absence de joint d'étanchéité, ce qui nous permet d'effectuer un broyage optimal sans perte de poudre. Son couple de serrage optimisé permettra de maintenir dans le temps l'intégrité des pas de vis des bols de broyage et des bouchons. Combinée au design des nouveaux fonds de portoirs, nous avons réduit par 10 le temps passé à cette étape de vissage/dévisage, tout en préservant l'opérateur des troubles musculo-squelettiques grâce à son ergonomie.

Le financement de cette visseuse a été rendu possible grâce au département ECODIV (Projet Transitions Techniques, Technologiques, Méthodologiques 2023) et a permis d'équiper les sites de Cestas et d'Orléans de la plateforme Phénobois.

Tamissage des poudres

L'obtention de poudres plus ou moins fines dépend de la quantité de matériel de départ, de sa nature (feuille, racine, sol...), du traitement préalable (séchage, fractionnement...) et de la granulométrie attendue. Le temps de broyage découlera de ces différents paramètres.

Le tamissage permet de vérifier que la granulométrie demandée est atteinte, validant ainsi les paramètres de broyage à appliquer pour une demande donnée.

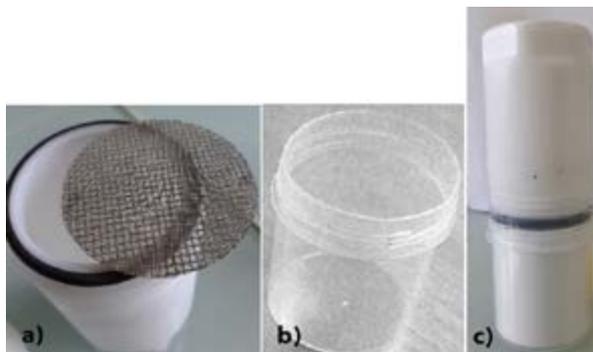


Figure 10: a) Bol de broyage et tamis ; b) Flaçon de récupération et de stockage de poudre ; c) Assemblage

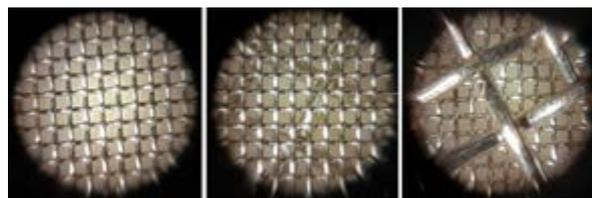


Figure 12: Maille carrée de 0,2 mm doublée d'une maille de 1 mm (Source : P. Léger)

Figure 13: Schéma d'assemblage (Source : P. Conchon). a) Bol de broyage ; b) Joint ; c) Tamis ; d) Cale ; e) Pot de stockage

Nous utilisons classiquement des tamis en acier inoxydable de 20 cm de diamètre. Ces tamis sont surdimensionnés pour les broyats de quelques grammes et entraînent des manipulations supplémentaires de transfert et de récupération des poudres, ainsi que des risques de contamination. De plus, un lavage et un séchage des tamis sont nécessaires entre deux échantillons.

L'idée était donc d'effectuer le tamisage directement à partir de nos bols de broyage, en utilisant un micro-tamis de 40 mm de diamètre placé entre le bol et le flacon de stockage final (Figure 10).

Cela nous permettrait ainsi d'utiliser nos portoirs de 24 emplacements pour flacons de stockage et de tamiser 24 échantillons simultanément (Figure 11).

Création du tamis de 40 mm de diamètre

Le tamis a été fabriqué par la société Négofiltres. Son diamètre (40 mm) correspond au diamètre du col du bol de broyage. Il se compose d'une toile filtrante en acier inoxydable (inox 304L) avec une maille carrée de qualité industrielle, offrant une précision de +/- 0,1 %. Nous avons choisi une toile filtrante de 0,2 mm (qui retient des fibres visibles à l'œil nu). Négofiltres nous a suggéré de doubler cette maille avec un tamis de maille carrée de 1 mm, soudé par 3 points, pour rigidifier l'ensemble (Figure 12).



Figure 11: Portoir de 24 flacons de stockage (Source : P. Léger)



Création d'une cale de profondeur pour maintenir le tamis

Par impression 3D, nous avons réalisé une cale de 47 mm de profondeur et de 42 mm de diamètre interne, correspondant à la dimension du pot de stockage (cale réalisée par Pierre Conchon - Phénobois Clermont-Ferrand). Cette cale se positionne au fond du flacon de stockage en polypropylène de 70 mL, dont le diamètre interne est de 42,5 mm.

L'assemblage est réalisé selon la figure 13.

Le tamis est placé sur le haut du bol de broyage (Figure 14), la cale est posée sur le tamis, puis le flacon de 70 mL est emboîté sur la partie supérieure du bol de broyage pour bloquer l'ensemble bol de broyage-tamis-cale-flacon (Figure 15). L'étanchéité et la stabilité de l'ensemble sont assurées par le joint torique du bol. Ensuite, en retournant l'ensemble, la poudre passe au travers du tamis et tombe dans le flacon de stockage (Figure 16).



Figure 14: a) Tamis de 40 mm ; b) Bol, tamis, cale, flacon de stockage ; c) Assemblage (Source : P. Léger)



Figure 15: a) Poudre retenue par le tamis ; b) Répartition après tamisage ; c) Poudre passée au travers du tamis (Source : P. Léger)

La figure 15 montre un exemple de séparation d'une poudre après passage du broyat au travers du tamis de 0,2 mm.

L'étanchéité du système est efficace. L'assemblage de l'ensemble par simple emboîtement est stable. En revanche, le passage des poudres au travers du tamis de 0,2 mm ne s'effectue pas par simple gravité ni par agitation mécanique avec le broyeur SK550 ou sur table vibrante. Il est nécessaire de faciliter le passage en tapotant l'ensemble bol-tamis-flacon sur une surface dure (paillasse). Un tamis avec une maille supérieure ou égale à 1 mm ne présente pas cet inconvénient : un tamisage

par agitation simultanée de 24 bols de broyage est alors possible dans ce cas.

La cale et le tamis sont réutilisables après un lavage en machine (lessive avec détergent, rinçage à l'eau déminéralisée) et séchage en étuve à 40 °C. Après lavage, un contrôle à la loupe binoculaire de l'état des tamis permet de vérifier l'absence de détériorations (trous, déformations du maillage) et de dépôts de saletés susceptibles d'obturer le tamis.

Exemple de test de validation sur les conditions d'utilisation de la chaîne de broyage

Pour toute demande, nous réalisons un test par tamisage pour valider les paramètres de broyage. L'exemple présenté ici concerne 1 g de feuilles sèches, pour lequel le temps de broyage est de 10 minutes (agitateur SK550). Le résultat attendu est une poudre sans fibre, destinée à des analyses chimiques (Figure 16).



Figure 16: La flèche montre l'absence de fibre après tamisage (Source : P. Léger)

Après broyage et passage sur un tamis à maille carrée de 0,2 mm avec agitation manuelle par percussion sur la paillasse, on note l'absence de fibres visibles à l'œil nu. Cela valide le temps de broyage de 10 minutes pour 1 g de feuilles de chêne sèches. Ces paramètres pourront être appliqués en production et garantissent la conformité du produit en sortie, en précisant à l'utilisateur une granulométrie obtenue inférieure à 0,32 mm selon nos calculs métrologiques.

Caractéristiques des poudres obtenues

Selon les calculs d'incertitude de mesure, nous obtenons une poudre qui ne contient pas, à 97,5 %, de particules présentant dans leur plan de section minimale une dimension supérieure aux seuils estimés (Tableau 1), à partir d'une maille carrée de 0,2 mm de côté. Ces seuils ont été estimés à partir de l'incertitude-type, de valeur 0,01 mm, fournie par le constructeur et de l'approche proposée par le « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure » (GUM 2008), selon la loi de propagation de l'erreur.

Tableau 1. Valeurs des seuils des dimensions estimées à partir d'une maille carrée de côté 0.2 mm et d'incertitude 0.01 mm. (Source S. Andanson du réseau INRAE M3)

Dimension	Valeur	Incertitude de mesure	Incertitude élargie k=2	Seuil au-dessus duquel les particules ne passent pas à 97,5 %
Côté	0,2 mm	0,01 mm	0,02 mm	0,220 mm
Diagonale	0,283 mm	0,014 mm	0,028 mm	0,311 mm
Surface	0,04 mm ²	0,0028 mm ²	0,0056 mm ²	0,0456 mm ²

En Conclusion, ce premier prototype permet des mesures ponctuelles pour valider les paramètres de broyage à utiliser en série et effectuer des mesures de contrôles en production.

Vers l'automatisation du tamisage : bague prototype développée avec la société Delta Labo

Pour permettre l'automatisation du tamisage en série à partir de nos bols de broyage, nous avons entrepris de faire fabriquer une bague de tamisage plus stable.

Nous avons contacté la société Delta Labo (https://delta-labo.com/fr/ab_news.php) pour l'usinage d'une bague de jonction se vissant sur le bol de broyage et le flacon de stockage, avec un tamis amovible venant se loger à l'interface.

Un premier prototype nous a été fourni fin 2022 (Figure 17). Les essais ont été satisfaisants : l'ensemble est stable, il n'y a pas de fuite de matière, et le tamis reste bien en place. Conçue en polyacétal, comme les bols de broyage, cette bague est facile d'entretien et réutilisable à l'infini.

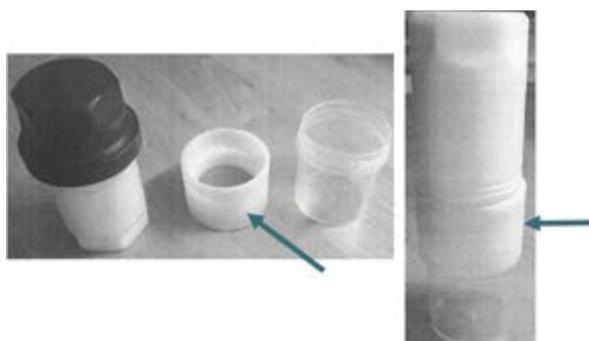


Figure 17: Prototype Delta Labo – Bol de broyage, bague, flacon de stockage et ensemble des pièces assemblées (Source : A. Bronner)

En conclusion, ce prototype évite l'utilisation de la cale de profondeur et peut être utilisé en série avec des tamis d'une maille de 1 mm minimum. L'ensemble bol de broyage / bague / flacon de stockage est adapté à nos portoirs, et le tamisage peut se faire soit avec l'agitateur SK550 (capacité : un portoir de 24 flacons), soit en utilisant une table vibrante pouvant accueillir deux portoirs de 24 flacons (Figure 18).



Figure 18: a) Fibres retenues par un tamis de 1 mm ; b) Agitateur SK550 ; c) Table vibrante (Source : F. Lagane & P. Léger)

Conclusion

L'objectif de départ était le développement et l'adaptation d'outils pour faciliter et optimiser le travail de broyage dans le traitement de grandes séries d'échantillons. Il portait sur la préparation de l'échantillon (prédécoupe), la rapidité de broyage (optimisation du serrage et desserrage), le contrôle qualité des poudres (par tamisage) et la prévention des risques de coupures et de troubles musculo-squelettiques pour les utilisateurs.

Le fractionnement des échantillons durs avant broyage a été grandement facilité ; il est aussi plus rapide et permet à l'opérateur d'éviter les risques de coupures.

L'étape de serrage et de desserrage des bols de broyage a gagné en rapidité (le temps passé à l'étape de vissage et de dévissage a été réduit par dix) et en ergonomie (suppression des troubles musculo-squelettiques).

La miniaturisation du tamisage directement à partir des bols de broyage permet un contrôle qualitatif direct et une automatisation des poudres à partir de 1 mm.

Perspectives

Entièrement satisfaits du système de serrage et de desserrage, un développement du coupe-stratifié serait un plus (par entraînement mécanique de l'échantillon), et trouver à terme un agitateur pour faciliter le passage des poudres inférieures à 1 mm au travers des tamis pour le tamisage en série offrirait davantage de possibilités.

Remerciements :

Je remercie les collègues de la plateforme Phénobois qui ont participé à la relecture : Stéphane Andanson, Nassim Belmokhtar, Vanina Benoit, Nathalie Boizot, Pierre Conchon, Armelle Delile, Camille Lepoittevin.

Merci également aux fournisseurs Angélique Bronner (Delta Labo) et Laurent Oleffe (Quali-Troc) pour leur soutien technologique et à l'équipe éditoriale de Novae. ■

Contacts utiles pour plus d'informations

Delta Labo, agence sud, Bât LE VENANGO - Site Agroparc
392, rue Jean Dausset - BP 11575 - 4916 AVIGNON Cedex 9.

Contact : angelique.bronner@deltalabo.fr

Fablab Coh@bit, IUT de Bordeaux, 15 rue de Naudet, Bâtiment 10A, 33175 Gradignan Cedex. Tél : 05 56 84 79 61.

M3 - Mesure, Métrologie et validation de Méthodes, stephane.andanson@inrae.fr

<https://intranet.INRAEe.fr/qualite/Outils/M3-Mesure-Metrologie-et-validation-de-Methodes>

Quali-Torc Contrôle et outillage de serrage, 35150 Janze. lolleffe@quali-torc.com

Négofiltres, 1 rue des Clubs, Ecuelles, lotissement Les Clubs
77250 Moret-loing-et_Orvanne

Tél : 01 79 19 00 30

Plateforme Phénobois, <https://phenobois.hub.inrae.fr/>,

contact-phenobois@inrae.fr



Références

P. Léger, 2019, Broyage en série de matériel végétal (0.5-5 gr) pour analyses chimiques, physiologiques et génétiques à l'aide d'un agitateur de peinture, Cahier des Techniques de l'Inra 97.



Cet article est publié sous la licence Creative Commons (CC BY-SA). <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>.

Pour la citation et la reproduction de cet article, mentionner obligatoirement le titre de l'article, le nom de tous les auteurs, la mention de sa publication dans la revue « NOV'AE », la date de sa publication et son URL.