
**Céréales et produits céréaliers —
Études sur l'échantillonnage**

Cereals and cereal products — Sampling studies

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO/TR 29263:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 29263:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Contexte	1
5 Étude n°1: extrait de «Grain sampling and assessment: sampling grain in lorries – Project report n° 339 »	1
5.1 Généralités.....	1
5.2 Contexte.....	2
5.3 Études réalisées et objectifs.....	3
5.4 Méthodologie.....	3
5.4.1 Conduite des essais.....	3
5.4.2 Résultats et conclusions.....	6
6 Étude n° 2: extrait de «Sampling grain in static and flowing condition – alternatives to the regulatory protocol »	21
6.1 Généralités.....	21
6.2 Contexte.....	21
6.2.1 Aspects réglementaires.....	21
6.2.2 Aspects normatifs.....	21
6.3 Études réalisées et objectifs.....	22
6.3.1 Étude A.....	22
6.3.2 Étude B.....	22
6.4 Étude A: silos et camions de blé et de maïs – évaluation des fusariotoxines et de la qualité.....	23
6.4.1 Organisation des essais de terrain.....	23
6.4.2 Résultats et conclusions.....	37
6.5 Étude B: silos de maïs – Fusariotoxines; céréales en mouvement.....	54
6.5.1 Organisation des essais de terrain.....	54
6.5.2 Résultats et conclusions.....	57
7 Étude n° 3: extrait de l'« Investigation of the distribution of deoxynivalenol and ochratoxin a contamination within a 26-T truckload of wheat kernels – Project report »	99
7.1 Contexte.....	99
7.2 Méthodologie.....	99
7.2.1 Instruments d'échantillonnage et procédé d'homogénéisation des échantillons.....	99
7.2.2 Réactifs et matériaux.....	100
7.2.3 Mode opératoire de prélèvement.....	100
7.2.4 Préparation des échantillons.....	101
7.3 Résultats et discussion.....	102
7.3.1 Distribution des grains contaminés par le DON et l'OTA au sein du lot.....	102
7.3.2 Étude de préparation des échantillons pour le procédé de mouture sèche.....	103
7.4 Comparaison des incertitudes en fonction du nombre d'échantillons élémentaires.....	104
7.5 Conclusions.....	106
Bibliographie	107

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le Comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*, en collaboration avec le Comité européen de normalisation (CEN), Comité technique CEN/TC 338, *Céréales et produits céréaliers*, conformément à l'accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document expose les résultats des trois groupes d'études dont les résultats ont été utilisés pour élaborer l'ISO 24333.

Ces études ont été pilotées par le Royaume-Uni en mai 2003, par la France en 2004-2005 pour la première étude et en 2006-2007 pour la seconde étude, et enfin par l'Allemagne en 2008.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 29263:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 29263:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021>

Céréales et produits céréaliers — Études sur l'échantillonnage

1 Domaine d'application

Le présent document détaille et expose les résultats des trois études sur l'échantillonnage des céréales menées par le Royaume-Uni, la France et l'Allemagne, dans le but de définir un protocole d'échantillonnage harmonisé pour les contrôles officiels.

Ces résultats ont été utilisés pour élaborer l'ISO 24333.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.

4 Contexte

Les directives européennes relatives aux contrôles officiels de certains contaminants, tels que les mycotoxines, prescrivait des méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Des études visant à harmoniser les modes opératoires d'échantillonnage requis par ces analyses et à déterminer la meilleure façon de préparer un échantillon de laboratoire homogène et représentatif ont été réalisées par le Royaume-Uni, la France et l'Allemagne.

Les résultats de ces trois études sont présentés dans le présent rapport.

5 Étude n°1: extrait de «Grain sampling and assessment: sampling grain in lorries – Project report n° 339 »

5.1 Généralités

De J. KNIGHT, R. WILKIN et J. RIVETT

Department of Environmental Science and Technology, Renewable Resources Assessment Group,

Imperial College of Science and Technology, Prince Consort Road, London SW7 2BB

Ce document constitue le rapport final d'un projet de 13 mois initié en mai 2003. Les travaux ont été financés par la Home Grown Cereals Authority (HGCA), projet 2955.

5.2 Contexte

Ce programme de deux ans a été élaboré à la demande de la HGCA, dans le but d'améliorer et de normaliser l'échantillonnage et l'analyse des céréales dans l'ensemble du secteur céréalier britannique.

La première phase du programme a consisté à développer et à valider des protocoles adaptés au prélèvement d'échantillons de céréales dans les exploitations agricoles britanniques au moment des moissons, et à former les exploitants à ces protocoles. La seconde phase a consisté à examiner les techniques de recueil d'échantillons pendant le stockage, et à comparer les résultats obtenus, si possible, aux données recueillies pendant le remplissage de l'entrepôt. Les premières opérations d'échantillonnage se sont focalisées sur l'aspect mécanique et l'efficacité de l'échantillonnage des chargements de céréales dans les camions. Une partie du travail réalisé pendant le stockage a également comporté un échantillonnage des céréales à leur départ de l'entrepôt dans des camions. Ce travail a permis d'exposer les limites de certaines techniques d'échantillonnage en camion et de souligner la nécessité de disposer d'informations supplémentaires. Une évaluation de l'échantillonnage en camion a donc été menée et ses résultats intégrés au présent rapport.

La quasi-totalité des céréales est échantillonnée au moment de la livraison à l'utilisateur final, afin de vérifier la qualité des grains et de garantir le respect des obligations contractuelles. Cet échantillonnage consiste à prélever au moins un échantillon dans chaque chargement de camion, à son arrivée sur le site. Le matériel utilisé et la méthode d'échantillonnage varient d'un utilisateur final à l'autre et aucune donnée ne permet de montrer si ces variations peuvent entraîner un biais de représentativité de l'échantillon et, par conséquent, un biais dans l'analyse de la qualité.

Le principal objectif de l'échantillonnage chez l'utilisateur final est de s'assurer que les céréales présentent la qualité adéquate pour l'usage prévu. Par conséquent, l'échantillonnage est effectué avant le déchargement des camions, ce qui limite l'accès à la surface du chargement. L'accès est encore restreint par la législation relative à la sécurité alimentaire, ainsi qu'à l'hygiène et la sécurité au travail, qui interdit à l'opérateur responsable de l'échantillonnage de marcher sur le chargement.

Une évaluation limitée des modalités pratiques de l'échantillonnage des camions conduite en 1992 (Rapport de projet 79 de la HGCA) a examiné les effets de la méthode d'échantillonnage, du nombre et de l'emplacement des points de prélèvement et des méthodes de chargement des camions. Le blé échantillonné, un produit fourrager de basse qualité, présentait une faible masse à l'hectolitre et un taux élevé de matière fine, ce qui en faisait un produit non représentatif des autres qualités. Les résultats indiquent que le chargement des camions au moyen d'un chargeur frontal ou d'une trémie n'a aucun effet sur la distribution des caractéristiques de qualité au sein du chargement. De légères différences des masses à l'hectolitre moyennes ont été constatées entre un échantillonnage automatique par Samplex CS90 et un échantillonnage manuel par sonde, mais rapportées à la variabilité globale des céréales, ces différences ne sont pas significatives. Une variabilité significative des résultats obtenus par l'une ou l'autre méthode a été constatée entre points d'échantillonnage individuels, bien que cette variabilité présente un caractère aléatoire et ne soit pas associée à une partie spécifique du chargement. La matière fine a posé des difficultés de mesurage très importantes. À l'époque à laquelle a été entreprise l'étude, il n'existait pas de restrictions d'accès à la surface des céréales, ce qui a permis de pratiquer l'échantillonnage manuel suivant un réseau de points d'échantillonnage fortement dispersés. L'étude a conclu qu'il était extrêmement risqué de fonder l'évaluation d'un chargement de camion céréalier sur un seul échantillon, et que des travaux complémentaires s'imposaient pour confirmer les résultats et évaluer d'autres qualités de céréales. L'objet du projet était d'identifier d'éventuels problèmes inhérents à l'échantillonnage des céréales dans les camions en vue de déterminer les caractéristiques de qualité à réception, et de formuler des recommandations sous la forme d'un protocole d'échantillonnage des céréales dans les conditions décrites.

Les céréales ont été échantillonnées au moyen de systèmes automatisés (Samplex CS90) et par sondage manuel, afin de déterminer l'influence éventuelle de la méthode d'échantillonnage sur les mesurages de qualité des céréales. Une étape clé du processus a consisté à évaluer l'effet du nombre d'échantillons prélevés dans chaque chargement sur la précision probable des résultats. Les échantillons ont été prélevés en 4 lieux différents; 10 camions ont été échantillonnés en deux occasions, et 8 camions en deux autres. Dans trois de ces lieux, des échantillonneurs CS90 ont été employés pour prélever 8 échantillons dans chaque chargement, tandis qu'au quatrième endroit, 5 échantillons ont été prélevés manuellement

dans chaque camion au moyen d'une sonde compartimentée. Une comparaison des différentes méthodes de manipulation des échantillons a été réalisée en comparant les résultats individuels des 8 échantillons aux analyses d'échantillons prélevés dans un échantillon composite formé en combinant 8 échantillons. Cette dernière méthode reflète plus exactement le mode opératoire suivi dans la plupart des entrepôts céréaliers.

Les résultats ont indiqué une absence de différences significatives sur le plan statistique entre les résultats des échantillons individuels et ceux des échantillons composites. Une simulation de Monte Carlo de l'impact de l'utilisation de 2, 3, 5 ou 8 échantillons par chargement a révélé que plus le nombre d'échantillons par chargement est élevé, plus les résultats sont fiables et plus ils sont susceptibles de représenter la moyenne réelle pour le chargement. L'étude indique que l'équipement d'échantillonnage automatique ne permet plus d'échantillonner la longueur entière d'une remorque, ce qui peut poser problème pour obtenir l'échantillon idéal. L'échantillonnage manuel a également présenté des limites importantes en raison de l'absence d'un accès sécurisé pour effectuer les prélèvements dans les remorques.

Un protocole d'échantillonnage des camions est proposé, lequel met l'accent sur la nécessité de prélever 8 échantillons par chargement, pour une représentation satisfaisante de la qualité de l'ensemble du chargement.

5.3 Études réalisées et objectifs

L'étude a été menée dans le but d'évaluer l'efficacité de différentes stratégies d'échantillonnage de chargements de céréales dans des camions.

Les objectifs spécifiques étaient:

- d'évaluer si la méthode de prélèvement des échantillons a un effet sur le mesurage de la qualité des grains;
- d'évaluer si le nombre et l'emplacement des points d'échantillonnage ont un effet sur le mesurage de la qualité des grains;
- d'établir des lignes directrices pour l'échantillonnage dans les camions, en vue d'obtenir des informations fiables sur la qualité des grains.

5.4 Méthodologie

5.4.1 Conduite des essais

5.4.1.1 Recueil de données relatives aux pratiques d'échantillonnage existantes

En novembre 2002, la HGCA a diffusé un questionnaire auprès d'entrepôts céréaliers commerciaux et des utilisateurs finaux des céréales, afin de recueillir des informations sur leurs méthodes d'analyse et de prélèvement d'échantillons. Les données recueillies ont contribué à la conception de la présente étude d'évaluation de l'échantillonnage des camions.

5.4.1.2 Collecte des échantillons

5.4.1.2.1 Entrepôt 1

Le travail a été mené dans un entrepôt spécialisé dans le stockage de l'orge de brasserie. Des camions ont été chargés d'orge de brasserie de la variété Pearl, d'une qualité représentative de celle livrée par les exploitations agricoles aux entrepôts centraux. Les camions, des semi-remorques articulés de 28 t, ont été chargés au moyen d'un chargeur frontal équipé d'un godet de 2 t.

Dix chargements ont été échantillonnés sur une période de deux jours. L'échantillonnage a été réalisé au moyen d'un échantillonneur automatique à aspiration Samplex CS90. Il était prévu à l'origine de

reprogrammer le CS90 pour qu'il prélève 10 échantillons par chargement, suivant un schéma prédéfini. L'observation du mode opératoire et du schéma d'échantillonnage du CS90 a toutefois indiqué qu'il n'était pas spécialement avantageux de choisir un nombre de points d'échantillonnage supérieur aux 8 points de l'un des programmes standard de l'échantillonneur.

Lors de la configuration et des essais initiaux du CS90, le volet de fermeture de la sonde d'échantillonnage a été ouvert au maximum afin d'augmenter la taille des échantillons. Le système a été paramétré de façon à prélever le grain uniquement lors de la remontée, suivant les recommandations du fabricant pour les matériaux en granulés.

Trois échantillons ont été prélevés pour chacun des huit points d'échantillonnage. Lors du premier prélèvement, les échantillons individuels ont été conservés séparément. Lors des deux prélèvements suivants, tous les échantillons ont été rassemblés pour former un lot unique à chaque fois. L'un de ces échantillons en vrac a été retenu en tant qu'échantillon composite, l'autre étant utilisé pour former des échantillons de 1, 2 et 3 litres (petit, moyen, grand) prélevés aléatoirement au moyen d'un pichet d'un litre.

Un petit sous-échantillon de chacun des échantillons individuels a été soumis à essai sur place par le personnel de l'entrepôt à des fins de tamisage et de détermination de la faculté germinative. L'analyse de tamisage a été réalisée en tamisant un sous-échantillon de 100 g pendant 2 minutes sur un tamis secoueur motorisé équipé d'un tamis de 2,25 mm. La faculté germinative a été mesurée via l'essai normalisé au tétrazolium.

5.4.1.2.2 Entrepôt 2

Les expériences ont été menées dans un entrepôt commercial au cours d'une opération normale de chargement de blé fourrager. Les camions étaient chargés à partir de blé en vrac au sol, au moyen d'un chargeur frontal à godet, et ils ont fait l'objet de prélèvements à leur départ de l'entrepôt. L'échantillonnage normal consistait à prélever un seul échantillon par chargement au moyen d'une sonde manuelle à compartiments d'environ 1,7 m de longueur. L'accès au chargement s'effectuait via une petite plateforme d'échantillonnage qui limitait la prise d'échantillons à moins de la moitié de la longueur de la remorque chargée, et sur un seul côté du chargement.

Aux fins de l'étude, 5 points d'échantillonnage ont été utilisés pour chaque chargement, les camions avançant pendant le processus d'échantillonnage afin de permettre l'accès à la totalité de la longueur du chargement. Pour des raisons pratiques, il n'a toutefois pas été possible de faire pivoter les camions de façon à accéder aux deux côtés du chargement. Le recours à l'échantillonnage manuel a impliqué des variations inévitables sur l'emplacement des points d'échantillonnage d'un chargement à un autre. Trois volumes de sonde ont été prélevés en chaque point. Le premier a été conservé en tant qu'échantillon individuel, le second a été combiné pour former un échantillon composite et le troisième a été combiné pour former un échantillon dans lequel trois échantillons aléatoires (petit, moyen, grand) ont été prélevés sans mélange.

Dix chargements de camion ont été échantillonnés sur deux jours.

5.4.1.2.3 Entrepôt 3

Les expériences ont été menées dans un entrepôt commercial au cours d'une opération normale de chargement de blé meunier. Les échantillons ont été prélevés au moyen d'un échantillonneur Samplex CS90, mais sans l'option automatique. La sonde a donc dû être pilotée manuellement par l'opérateur, ce qui a induit des variations considérables de positionnement des points d'échantillonnage d'un chargement à un autre. Une contrainte supplémentaire était l'emplacement du CS90, positionné à une extrémité du pont-basculé, ce qui limitait l'accès à la moitié seulement du chargement. Le volet de fermeture de l'échantillonneur était ouvert au maximum et le grain a été prélevé uniquement lors de la remontée de la sonde.

Les camions ont été chargés au moyen d'un chargeur à godets puisant dans un tas de blé en vrac de 2 000 t stocké au sol. Un nombre limité de chargements était expédié quotidiennement et en raison des contraintes de temps, seuls 8 chargements ont pu être échantillonnés pendant cette évaluation.

Trois échantillons ont été prélevés en 8 points d'échantillonnage, dans chaque chargement. Le premier a été conservé en tant qu'échantillon individuel, le second a été combiné pour former un échantillon composite et le troisième a été combiné pour former un échantillon dans lequel trois échantillons aléatoires (petit, moyen, grand) ont été prélevés sans mélange. Les 8 points étaient disposés suivant un schéma 3-2-3, les deux échantillons étant prélevés au niveau de la ligne centrale et chaque ligne de 3 étant positionnée sur les côtés du chargement (voir la [Figure 1](#)). Compte tenu de l'emplacement de l'échantillonneur et de la position du camion sur le pont-basculé, les échantillons ont tous été prélevés dans la moitié avant du chargement.

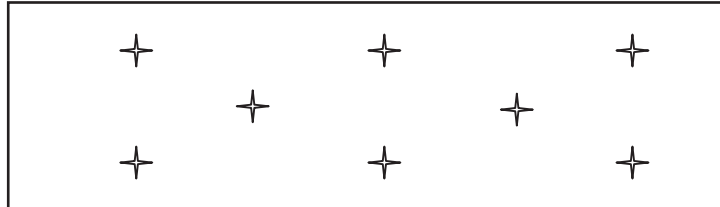


Figure 1 — Disposition des points d'échantillonnage utilisés par l'échantillonneur CS90

L'exploitant de l'entrepôt a communiqué l'évaluation de la qualité du lot de céréales, réalisée par le personnel de l'entrepôt à la réception.

5.4.1.2.4 Entrepôt 4

Des chargements de blé méunier destinés à une grosse minoterie ont été échantillonnés au moyen d'un Simplex CS90 automatique. L'expérience a été réalisée plusieurs mois après les évaluations précédentes et il a été décidé que le prélèvement d'échantillons supplémentaires destinés à former des lots composites ne se justifiait pas. Huit échantillons ont été prélevés dans huit chargements de blé, sur une période de 10 jours. La collecte des échantillons ayant dû être réalisée par le personnel de la minoterie pour des raisons techniques, les détails exacts des points échantillonnés ne sont pas connus.

5.4.1.3 Évaluation des échantillons

Les échantillons ont dû être transportés vers le laboratoire d'essai, ce qui a occasionné des délais supplémentaires entre le prélèvement et l'évaluation des échantillons. Toutefois, les échantillons n'ayant pu être analysés sous un délai de 48 h ont été conservés dans un congélateur à -16 °C , afin de réduire le plus possible les modifications de propriétés des grains. Ces échantillons ont été laissés au repos jusqu'à la température ambiante avant les essais. Les échantillons provenant de l'entrepôt 4 font exception à ce protocole.

Ces échantillons ont été collectés sur une période de 10 jours, et 4 jours supplémentaires se sont écoulés avant l'arrivée des échantillons au laboratoire d'essai. Durant cette période, les échantillons n'ont pas été maintenus dans des conditions de température contrôlées.

Les échantillons individuels ont été soumis à essai séparément, de même que les échantillons aléatoires des trois tailles différentes. Les échantillons de tailles moyenne et grande ont toutefois été divisés par la méthode des cônes et des quartiers afin d'obtenir un volume de grains adapté à l'analyse. Les échantillons composites ont également été mélangés, puis divisés par la méthode des cônes et des quartiers. Cinq sous-échantillons issus des échantillons composites ont été soumis à essai pour l'entrepôt 1, tandis que seuls trois sous-échantillons ont été soumis à essais pour les entrepôts 2 et 3.

La première étape du processus d'évaluation a consisté à déterminer le tamisage de chaque échantillon par tamisage manuel. Chaque échantillon a été pesé, puis tamisé pendant 30 s au moyen d'un tamis à fentes de 2,5 mm pour le blé, ou 2,25 mm pour l'orge. Les extractions de tamisage ont été pesées et les pourcentages correspondants calculés. Les masses des échantillons individuels ont fourni des indications sur la variation de taille des échantillons prélevés à chaque occasion.

Après le tamisage, les propriétés de chaque échantillon ont été évaluées avec un analyseur de grains Foss Infratec 1241 GA-TWM¹⁾. La machine utilisait des étalonnages officiels tels que fournis par le réseau NIR et elle mesurait la teneur en eau, la masse spécifique, la teneur en protéines dans le cas du blé, ou d'azote dans le cas de l'orge. Elle a également été employée pour évaluer la dureté du blé.

Certains échantillons de blé des entrepôts 2 et 3 ont en outre été expédiés au NIAB pour évaluer leur indice de chute Hagberg. Des jeux complets d'échantillons individuels de 5 chargements, et un unique échantillon composite, ont été soumis à essai pour l'entrepôt 3. Des jeux complets d'échantillons individuels et un unique échantillon composite de quatre chargements ont été soumis à essai pour l'entrepôt 2. Les essais ont été réalisés en appliquant la méthodologie normalisée, et chaque résultat a été calculé en effectuant la moyenne de deux déterminations.

5.4.1.4 Estimation de la fiabilité de l'échantillonnage

L'impact du nombre d'échantillons prélevés sur la fiabilité du résultat obtenu à partir de ces échantillons a été évalué en calculant la moyenne et l'écart-type des résultats des 8 échantillons prélevés dans chaque camion. Ces informations ont été utilisées pour définir une courbe de probabilité suivant une distribution normale, pour chaque camion. Une simulation de Monte Carlo a ensuite été appliquée aux échantillons à partir de 2, 3, 5 ou 8 de ces distributions, en fonction du régime d'échantillonnage à simuler. La simulation a été appliquée à 100 000 essais au total. Les résultats ont permis d'obtenir des courbes de distribution de probabilité, qui ont servi à estimer les limites de confiance pour différents nombres d'échantillons pour une marge d'erreur donnée. L'intervalle de confiance pour 2, 3, 5 ou 8 échantillonnages pour un écart connu vis-à-vis de la moyenne a ainsi pu être produit pour les différents paramètres de qualité. Le nombre final indique la probabilité de l'intervalle de confiance encadrant de fait la valeur moyenne.

5.4.2 Résultats et conclusions (standards.iteh.ai)

5.4.2.1 Résultats de l'analyse des échantillons

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27e07ea9-16d4-4be6-96d6-56674bb9150e/iso-tr-29263-2021)

5.4.2.1.1 Recueil de données relatives aux pratiques d'échantillonnage existantes

Dans le cadre de l'initiative visant à normaliser les essais sur les céréales, une étude des pratiques de laboratoire a été entreprise. Cette étude, qui comportait des questions sur le prélèvement d'échantillons de céréales à partir de camions, a permis de recueillir des informations sur les pratiques d'échantillonnage actuellement en vigueur à partir de sites commerciaux variés, chargés de réceptionner, de manipuler ou de transformer les céréales. Les réponses ont montré l'absence de stratégie commune dans l'ensemble du secteur. L'équipement le plus souvent utilisé était le Samplex CS90 ou d'autres machines Samplex non spécifiées (49 %), suivi de l'échantillonnage manuel (37 %). Le nombre d'échantillons prélevés par chargement variait de 1 à 10 et la masse de céréales prélevée de 0,4 kg à 11 kg.

5.4.2.1.2 Remarques sur l'échantillonnage

5.4.2.1.2.1 Entrepôt 1

Pendant l'évaluation, il est apparu qu'en raison de la portée du bras de prélèvement du CS90 et des dimensions des remorques employées, certaines parties du chargement étaient inaccessibles à moins de déplacer le camion. Sur la longueur totale de 11 m de la remorque, jusqu'à 2,5 m à l'avant et 2,5 m à l'arrière de la remorque demeuraient hors de portée du bras de l'échantillonneur. Jusqu'à 40 % des céréales n'ont pas pu être échantillonnées (voir la [Figure 2](#)).

La masse des échantillons individuels prélevés présentait des variations élevées. La taille de l'échantillon était liée à la profondeur des céréales au moment de l'échantillonnage, cette taille augmentant avec la profondeur. La méthode de chargement par godet, conduisant à des pics et des creux des grains chargés, entraînait en retour des variations de taille des échantillons (voir la [Figure 2](#) et le [Tableau 1](#)).

Chaque échantillon individuel était aspiré par la sonde de prélèvement jusqu'au laboratoire et recueilli dans un cyclone. Ce procédé entraînait une nette séparation de la matière fine et des grains pendant le prélèvement (voir la [Figure 3](#)).



Figure 2 — Prélèvement d'échantillons dans des chargements d'orge avec un échantillonneur Samplex CS90



Figure 3 — Recueil d'échantillons individuels dans le cyclone, montrant la séparation de la matière fine

5.4.2.1.2.2 Entrepôt 2

Le recueil des échantillons était limité à un côté du chargement, la position des points de prélèvement variant d'un chargement à l'autre en raison des variations de position des camions par rapport à la plateforme d'échantillonnage. La profondeur des céréales dans les remorques présentait une variation similaire à l'entrepôt 1. Cependant, la profondeur des céréales était toujours suffisante pour permettre l'insertion complète de la sonde manuelle, ce qui a conduit à une variation nettement inférieure de la masse des échantillons (voir le [Tableau 1](#)). À l'inverse, la sonde était souvent de longueur insuffisante pour atteindre le fond du camion. Le processus de collecte de 5 échantillons/chargement était fastidieux et demandait des efforts physiques importants. Le déplacement du camion en vue d'échantillonner la longueur totale du chargement s'avérait impossible en pratique dans la plupart des situations.

5.4.2.1.2.3 Entrepôt 3

Le contrôle manuel de l'insertion de la sonde d'échantillonnage était imprécis, la sonde ayant tendance à osciller d'avant en arrière lors de son déplacement d'un point de prélèvement à un autre. L'oscillation était accentuée par le vent. En raison de la position du CS90, seule la moitié avant des chargements a pu être échantillonnée.

La taille des échantillons individuels dépendait de la profondeur des céréales dans la remorque, qui n'était pas constante d'un chargement à l'autre.

5.4.2.1.2.4 Entrepôt 4

L'échantillonneur Simplex CS90 étant placé à une certaine distance du laboratoire, les échantillons recueillis lors d'un échantillonnage normal conduisant à prélever 8 échantillons par chargement étaient accumulés au niveau du CS90 puis transportés par aspiration jusqu'au laboratoire. Les échantillons combinés étaient introduits dans un mélangeur/diviseur afin d'obtenir un échantillon de travail destiné à l'analyse. Il était donc impossible, dans le cadre des modes opératoires d'échantillonnage habituels, de recueillir des échantillons provenant d'emplacements individuels dans les chargements. Aux fins de la présente étude, 8 chargements ont été échantillonnés en s'assurant que chacun des huit échantillons individuels prélevés par chargement soit transféré et réceptionné au laboratoire avant de passer à l'échantillon suivant. En raison du caractère fastidieux de ce procédé et des interruptions d'activité qu'il impliquait, un seul chargement a pu être échantillonné par jour.

5.4.2.1.3 Masse des échantillons prélevés

Les masses des échantillons individuels prélevés dans les camions dans chaque entrepôt sont présentées dans le [Tableau 1](#).

La variation importante des masses des échantillons entre chargements et au sein d'un même chargement constatée dans deux entrepôts où les céréales ont été échantillonnées au moyen d'un Simplex CS90 s'explique par les variations de profondeur du grain en différents endroits du chargement. Cette variation n'apparaît pas dans le cas de l'échantillonnage manuel, car la sonde d'échantillonnage a toujours pu être insérée en totalité dans les céréales, quelle que soit leur profondeur.

5.4.2.2 Analyse des paramètres de la qualité des céréales

Les résultats des analyses qualité effectuées à l'aide d'un analyseur de grains Foss Infratec sont détaillés dans les [Tableaux 2, 3, 4](#) et [5](#). Les résultats des tamisages visant à évaluer la quantité de matière fine sont également présentés. Pour les entrepôts 2 et 3, la quantité de matière fine a été déterminée par des membres de l'équipe projet au moyen d'un tamis manuel, mais les données des essais supplémentaires obtenus par le personnel de l'entrepôt 1 sur un tamiseur mécanique sont également présentées.

Le responsable de l'entrepôt 3 a communiqué à l'équipe projet les résultats de l'échantillonnage pratiqué à réception dans la cellule de stockage utilisée pour charger les camions échantillonnés dans le cadre du projet. Les céréales échantillonnées pendant le projet (250 t environ) représentaient de toute évidence une très petite partie des 4 500 t contenues dans la cellule. Toutefois ces valeurs, présentées dans le [Tableau 5](#), permettent d'établir certaines comparaisons avec les résultats issus de l'échantillonnage des chargements quittant l'entrepôt après 10 mois de stockage environ (voir le [Tableau 4](#)). Le mode opératoire d'échantillonnage à réception suivi dans l'entrepôt 3 consistait à prélever des échantillons en trois points de chaque chargement, puis à mélanger ces échantillons pour obtenir un échantillon composite destiné à l'analyse. Les analyses étaient effectuées au moyen d'un analyseur Foss Infratec étalonné avec les mêmes étalons que l'instrument employé lors du projet. Les résultats de l'analyse menée par le laboratoire de l'entrepôt sont détaillés dans le [Tableau 6](#).

Tableau 1 — Masse maximale, minimale et moyenne des lots d'échantillons individuels prélevés dans chaque entrepôt. Les échantillons individuels étaient au nombre de 8 pour les entrepôts 1, 3 et 4, et de 5 pour l'entrepôt 2

Entrepôt	Chargement	Masse		
		Max.	Min.	Moyenne
Orge Échantillonnage avec CS90 automatique	1	738,7	476,8	604,2
	2	725,4	615,2	670,6
	3	808,5	469,1	654,5
	4	826,4	425,0	649,4
	5	761,9	437,4	604,9
	6	721,6	487,3	610,5
	7	816,1	510,3	677,0
	8	732,6	464,4	625,2
	9	737,3	471,1	623,1
	10	787,9	424,9	638,7
Blé échantillonné manuelle- ment	1	480,7	378,2	452,3
	2	541,3	418,0	471,2
	3	485,5	468,8	478,1
	4	479,3	368,6	443,4
	5	474,4	406,7	455,1
	6	481,4	464,2	476,3
	7	457,4	389,0	432,3
	8	467,4	410,0	445,4
	9	462,6	445,8	451,9
	10	463,8	436,3	450,6
Blé Échantillonnage avec CS90 non automatique	1	1062,5	470,1	824,6
	2	790,8	458,9	560,5
	3	760,2	760,2	760,2
	4	730,9	427,6	538,2
	5	846,5	390,8	599,1
	6	799,6	466,0	605,3
	7	765,5	117,6	487,3
	8	736,5	490,2	612,3
Blé Échantillonnage avec CS90 automatique	1	633,9	449,2	525,2
	2	673,0	552,3	597,0
	3	627,6	483,7	571,0
	4	922,8	566,6	642,7
	5	611,4	483,3	546,1
	6	641,5	571,6	604,0
	7	663,0	552,9	606,0
	8	616,1	59,60	470,1