

Projet de recherche: Rapport final

Étude des résidus de produit de lavage sur les caractéristiques physico-chimiques du sirop d'érable.

Première partie : effets de l'iodophore

Par : **Johanne Dumont, chimiste**

Collaborateurs : **Élaine Colpron, technicienne**
René Desruisseaux, technicien
Réjean Gaudy, technicien
Dale-Ann Portelance, stagiaire



Lors du lavage de la tubulure avec des solutions à base d'iodophore, compte tenu de la difficulté de pouvoir bien drainer et ressuyer le réseau de tubulure, un volume non négligeable de ces solutions de lavage peut se retrouver mélangé à l'eau d'érable amenant ainsi la teneur en iodure des sirops des premières coulées à dépasser la limite acceptable de 1 mg/kg. De plus, la tendance de l'iode (I_2) à être adsorbé sur certaines surfaces peut augmenter le volume de rinçage nécessaire. Le volume minimum d'eau d'érable nécessaire pour rincer la tubulure et assurer la production d'un sirop ayant une teneur en iodure inférieure à la limite acceptable, doit être déterminé. Un dispositif expérimental composé de 2 systèmes de 450 m de tube collecteur munis de contrôleur de débit permettant de simuler une faible coulée (0,39 litre/min) dans l'un des systèmes et un débit normal (1,39 litre/min) dans l'autre système, a été lavé avec une solution ayant une concentration en iodophore conforme à la recommandation du fabricant (15 mg/kg) et une seconde fois avec une solution ayant une forte concentration en iodophore (45 mg/kg). Après chacun des lavages, l'eau d'érable ayant circulé dans le système de tubulure est recueillie et est transformée en sirop. Quelque soit le débit de coulée, faible ou normal, après un lavage à l'iodophore à 15 mg/kg, il faudra éliminer un volume de 1000 litres d'eau d'érable pour 250 entailles, pour obtenir un sirop ayant une teneur acceptable en iodure de moins de 1 mg/kg, ce qui peut représenter 2 jours de coulée normale. Après un lavage à 45 mg/kg d'iodophore, le volume d'eau d'érable à éliminer peut atteindre 5000 litres pour 250 entailles. Étant donné les grands volumes d'eau d'érable qu'il faudra jeter pour s'assurer que le sirop produit ait une teneur en iodure acceptable, inférieure à 1 mg/kg, l'iodophore ne peut être utilisé pour le lavage de la tubulure.



Table des matières

Problématique	1
Revue de littérature	1
Objectif du projet	2
Hypothèses	2
Protocole expérimental	2
Résultats et discussion.....	3
Conclusion.....	5
Bibliographie.....	6



Problématique

Avec la modernisation des techniques de production en acériculture, on a pu observer un accroissement de l'utilisation de produit de lavage de même qu'une diversification des types de produits offerts aux acériculteurs. L'utilisation d'iodophore pour le lavage de la tubulure peut poser quelques problèmes d'intégrité du sirop produit. En effet, la tubulure peut rarement être installée de façon à assurer un drainage parfait et un ressuyage efficace. Une quantité non négligeable de ce type de produit de lavage demeurera alors dans la tubulure et se mélangera aux premières coulées qui suivront le lavage, amenant la possibilité de produire un sirop qui dépasse les seuils de tolérances fixés pour l'iode. De plus, l'iode (I_2) ayant tendance à être adsorbé sur certaines surfaces son rinçage peut être difficile.



Revue de littérature

Les iodophores sont une famille de produits d'assainissement composés d'un surfactant non-ionique qui permet la solubilisation de l'iode (I_2) et qui en réduit la pression de vapeur (Merk Index, 1976). Pour être efficace comme assainisseur de surface, ce type de produit doit être utilisé en milieu acide d'où la présence d'acide phosphorique dans la formulation (Kammerer, 1976, Diversey Lever, 1994, Ultrateck, 1997).

Tout comme l'hypochlorite de sodium, l'iode est un oxydant. Le mécanisme d'action des iodophores n'est cependant pas aussi bien connu que celui de l'hypochlorite de sodium. Bien que souvent, le mécanisme soit le même que celui de l'hypochlorite, c'est-à-dire une oxydation des ponts soufrés des enzymes, il est aussi possible que l'iode se lie aux protéines pour former un complexe ionique (Branen et Davidson, 1983). Dans le secteur laitier, l'usage d'iodophore a fait l'objet de nombreuses études. Généralement, on associe l'usage d'iodophore à une augmentation d'iodure (I^-) dans le lait (Dunsmore, 1983, Hemken et al, 1981, International Dairy Federation, 1990). L'usage d'iodophore présente une problématique particulière puisqu'un rinçage à l'eau n'est pas toujours efficace pour l'éliminer des surfaces de l'équipement. En effet, l'iode a tendance à être adsorbé à la surface de l'équipement et est ensuite enlevé par le lait plus efficacement qu'avec l'eau (International Dairy Federation, 1991). Des phénomènes d'adsorption sur des tubes de PVC ont aussi été observés (Dolan et al, 1991).

Selon la recommandation du fabricant, la concentration en iode titrable (I_2) dans l'eau de lavage doit être d'environ 10 à 15 mg/kg (Diversey Lever, 1994, Ultrateck, 1997). Dans le sirop, la concentration d'iodure tolérée a été fixée à 1 mg/kg. Avec un facteur de concentration de 40, il faudrait que l'eau d'érable contienne 0,0250 mg/kg d'iodure pour obtenir un sirop atteignant la limite acceptable. Dans les conditions de petites coulées se produisant dans une installation de tubulure où le ressuyage est inefficace, il est possible de retrouver des teneurs en iode de plus de 1 mg/kg dans l'eau d'érable. Il est donc théoriquement possible en suivant les recommandations du fabricant de dépasser la teneur acceptable. Les phénomènes d'adsorption de l'iode à la surface de la tubulure peuvent aussi influencer aussi les variations de la teneur en iode dans l'eau d'érable.



Objectif du projet

Vérifier si les recommandations faites aux producteurs par les fabricants, quant à la concentration d'utilisation des produits de lavage à base d'iodophore, permettent de produire un sirop conforme aux tolérances fixées pour l'iode, compte tenu des conditions difficiles de rinçage (petite coulée, drainage et ressuyage inefficaces de la tubulure, phénomènes d'adsorption).



Hypothèses

Lors du lavage de la tubulure avec des solutions à base d'iodophore, compte tenu de la difficulté de pouvoir bien drainer et ressuyer le réseau de tubulure, un volume non négligeable de ces solutions de lavage se retrouvera mélangé à l'eau d'érable amenant ainsi la teneur en iode des sirops des premières coulées à dépasser la limite acceptable de 1 mg/kg.

Les faibles coulées et l'utilisation de solution de lavage à une concentration dépassant largement les recommandations du fabricant, sont des facteurs aggravant ces cas de fortes teneurs en iodes des sirops.



Protocole expérimental

Systèmes de tubulure

Six longueurs de 150 m de tube collecteur de qualité alimentaire de marque IPL sont installées avec 1% de pente. Cette tubulure avait été utilisée une seule saison et avait alors été lavée avec une solution d'hypochlorite de sodium. Les tubes sont reliés trois par trois par des chutes afin d'obtenir 2 systèmes de 450 m de tube collecteur. Un contrôleur de débit permet de simuler une faible coulée (0,39 litre/min) dans l'un des systèmes et un débit normal (1,39 litre/min) dans l'autre système, que fourniraient environ 250 entailles. Un compteur d'eau à la fin de chaque système permet de mesurer la quantité exacte d'eau d'érable ayant circulé dans le collecteur, au cours de la saison.

Lavage de la tubulure

Mille litres de solution de lavage à base d'iodophore ont été préparés pour obtenir une solution à la teneur recommandée de 15 mg/kg d'iode titrable. Les 450 m de tube collecteur des deux systèmes sont lavés avec cette solution à l'aide d'une pompe de lavage réglée à 60 lb/po². La durée de lavage est de 15 minutes, incluant 10 minutes pour le remplissage des tubes. Une fois le lavage terminé, 400 litres de la solution de lavage préparée ont été utilisés. Les tubes ont été fermés et le temps de contact avec la solution de lavage a été d'une heure. Après ce temps de contact, la solution est drainée et les tubes sont ressuyés en appliquant le vide au système. À mi-saison, un second lavage est effectué en suivant les mêmes procédures mais en utilisant une solution à teneur élevée en iodophore, titrant 45 mg/kg d'iode.

Traitements, prélèvement et analyses

Au cours de la saison, à chaque jour de coulée de l'eau d'érable est récoltée à partir de 250 entailles à l'érablière expérimentale de Norbertville. L'eau d'érable de ces 250 entailles est accumulée dans un réservoir, préalablement lavé à l'hypochlorite de sodium et rigoureusement rincé. Un échantillon de 20 litres d'eau d'érable est prélevé du réservoir avant son passage dans le système lavé à l'iodophore, pour servir de témoin. L'eau d'érable circulait ensuite dans les systèmes ayant été lavés à l'iodophore en simulant en parallèle, des coulées à débit faible (0,39 litre/min) et à débit normal (1,39 litre/min). Après son passage dans ces systèmes en parallèle, un échantillon de 20 litres d'eau d'érable est prélevé de chacun des systèmes. Les prélèvements sont tous congelés, la journée même. Après la saison de coulée, le sirop est préparé en laboratoire en utilisant le dispositif décrit ci-après. Les analyses suivantes sont effectuées sur les sirops produits :

- la teneur en solides solubles (°Brix) à l'aide d'un réfractomètre de table Reichert Abbe Mark II
- la teneur en iode par ICP-MS avec une limite de quantification de 0,001 mg/kg, les sirops étant dilués dans l'eau déionisée et filtrés sur membrane 0,45 µ avant analyse.

Préparation du sirop en laboratoire

Le dispositif a été choisi parce qu'il permet un bon contrôle du traitement thermique. L'évaporation de l'eau d'érable en sirop se fait en deux étapes. D'abord, chaque prélèvement de 20 litres d'eau d'érable est évaporé sous pression réduite dans un cuiseur minute jusqu'à une concentration de 15° Brix. Ce concentré est récupéré et évaporé à la pression atmosphérique dans un bain d'huile pour atteindre 66° Brix.



Résultats et discussion

Le tableau 1 présente les résultats de teneur en iode des sirops obtenus à partir de l'eau d'érable témoin de notre dispositif expérimental, c'est-à-dire l'eau d'érable qui n'a pas été en contact avec la tubulure lavée à l'iodophore, à chaque prélèvement, au cours de la saison de coulée.

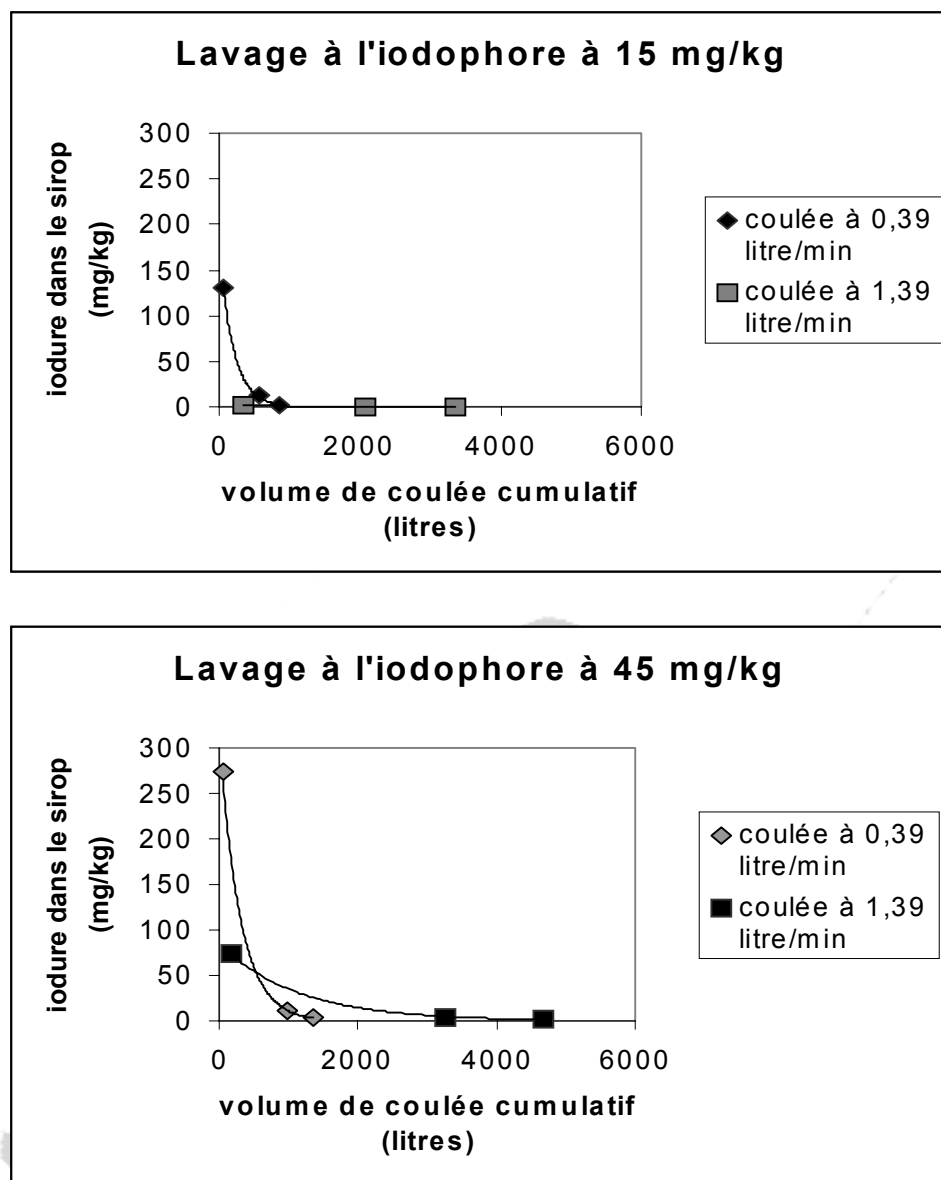
Tableau 1 Variation de la teneur en iode du sirop d'érable témoin au cours de la saison de coulée.

Date de prélèvement	98-03-08	98-03-27	98-03-30	98-04-03	98-04-06	98-04-09
Teneur en iode du sirop à 66°Brix (mg/kg)	<0,10	0,27	<0,10	0,40	0,19	0,13

Bien qu'on observe une certaine fluctuation de la teneur en iode des sirops témoin au cours de la saison de coulée, leur teneur est toujours inférieure à la norme acceptée, variant de moins de 0,10 mg/kg à 0,40 mg/kg.

La figure 1 illustre comment varie la teneur en iode du sirop au fil de la coulée, à débit lent (0,39 litre/min) et à débit normal (1,39 litre/min) après un lavage de la tubulure à l'iodophore à une concentration normale (15 mg/kg) et à une concentration excessive (45 mg/kg).

Figure 1. Teneur en iodure des sirops obtenus à partir de l'eau d'érable ayant circulé à faible débit et à débit normal dans la tubulure lavée à l'iodophore à concentration normale et à concentration élevée.



On remarque d'abord que les teneurs en iode des sirops obtenus avec les premier 50 litres de coulée à faible débit sont excessives, soit 131mg/kg pour un lavage à l'iodophore à 15 mg/kg et 274 mg/kg pour un lavage à l'iodophore à 45 mg/kg. Cette teneur chute rapidement au fur et à mesure de la coulée, de façon exponentielle. Le tableau 2 donne les équations exponentielles ($y = ce^{bx}$) tirées de la figure 1, qui nous permet d'évaluer le volume d'eau d'érable fourni par 250 entailles qui doit circuler dans la tubulure pour obtenir des sirops dont la teneur en iode est acceptable, soit inférieure à 1 mg/kg.

Tableau 2 Volume de coulée évalué d'après l'équation $y = ce^{bx}$, fourni par 250 entailles à débit lent et à débit normal, après un lavage à l'iodophore à 15 ou 45 mg/kg, pour obtenir un sirop ayant une teneur en iode inférieure à 1 mg/kg.

Conditions de lavage et de coulée	«b»	«c»	«r ² »	Volume de coulée évalué (litres)
Lavage à 15 mg/kg d'iodophore, débit de coulée à 0,39 l/min	-0,0049	173,74	0,997	1058
Lavage à 15 mg/kg d'iodophore, débit de coulée à 1,39 l/min	-0,0009	2,2059	0,999	879
Lavage à 45 mg/kg d'iodophore, débit de coulée à 0,39 l/min	-0,0034	315,85	0,998	1693
Lavage à 45 mg/kg d'iodophore, débit de coulée à 1,39 l/min	0,0009	84,462	0,999	4928

Ainsi, après un lavage de la tubulure à l'iodophore à 15 mg/kg, un volume d'au moins 1000 litres d'eau d'érable pour chaque 250 entailles devrait être jeté avant de récolter l'eau d'érable pour la fabrication de sirop d'érable pour s'assurer que sa teneur ne dépasse pas la limite acceptable de 1 mg/kg. Si de plus fortes teneurs en iode sont utilisés, tel que 3 fois les concentrations recommandées (45 mg/kg), le volume de rinçage nécessaire peut atteindre 5000 litres pour chaque 250 entailles.

Ces volumes d'eau d'érable qu'on doit jeter sont importants : 1000 litres provenant de 250 entailles, à raison de 2 litres par entailles pour une coulée normale, représentent 2 jours de coulée. Les 5000 litres qu'on devra jeter si le lavage de la tubulure a été fait avec une solution d'iodophore à 45 mg/kg représentent alors 10 jours de coulée à débit normal.



Conclusion

Les recommandations faites aux producteurs par les fabricants, quant à la concentration d'utilisation de l'iodophore pour le lavage de la tubulure, soit une solution à 15 mg/kg, nécessitent l'élimination des premiers 1000 litres d'eau d'érable circulant dans la tubulure pour 250 entailles, pour assurer au sirop d'érable produit une teneur inférieure à 1 mg/kg. Par exemple, dans les conditions de coulées normales à 2 litres à l'entaille par jour, ce volume représente 2 jours de coulée.

De plus, si la concentration de la solution d'iodophore est triplée (45 mg/kg), le volume d'eau d'érable à éliminer peut atteindre 5000 litres pour 250 entailles, soit 10 jours de coulée normale.

Étant donné les grands volumes d'eau d'érable qu'il faudra jeter pour s'assurer que le sirop produit ait une teneur en iode acceptable, inférieure à 1 mg/kg, l'iodophore ne peut être utilisé pour le lavage de la tubulure.



Bibliographie

- Branen A.L., Davidson P.M., 1983. IN : Antimicrobials in Foods. Marcel Dekker Inc., New York, pp.270-272.
- Diversey Lever Canada, 1994. Adage II. Assainisseur désinfectant iodophore.
- Dolan S.P., Sinex S.A., Capar S.G., 1991. On-line preconcentration and volatilization of iodine for inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Anal.Chem. vol.63, no.21, pp.25-39-2542.
- Dunsmore D.G., 1983. The incidence and implications of residues of detergents and sanitizers in dairy products. Residues review. vol.86. , p.1-63.
- Hemken R.W., J.D. Fox, C.L. Hicks, 1981. Milk iodine content as influenced by feed sources and sanitizer residues. Journal of food protection, vol.44, no.6, pp. 476-479.
- International Dairy Federation, 1990. IN: Monograph on Residues and contaminants in milk and milk products. IDF, Brussels, pp.184.
- Kammerer F.X. 1976. Iodophors for beet disinfection. Zeitschrift fuer die Zucker Industrie, vol.26, no.6, pp.409-411.
- Ultrateck 199?. Ultra-1-etap.