

Siège social

3600, boul Casavant Ouest
Saint-Hyacinthe, Qc, J2S 8E3
Tel : (450) 773-1105
Fax : (450) 773-8461

Bureau de Québec

1665, boul Hamel edifice 2
Local 1.06 Québec, Qc, G1N 3Y7
Tel : (418) 643-8903
Fax : (418) 643-8350

Projet de recherche: Rapport final

**Évaluation de quatre membranes d'osmose inversée utilisées
pour la concentration partielle de l'eau d'érable.**
(Essais réalisés à l'érablière expérimentale de Norbertville)

Par: Gaston B. Allard, ing. & agr.



Les caractéristiques fonctionnelles des appareils utilisés pour la concentration partielle de l'eau d'érable demeurent liées à celles des membranes qui équipent ces mêmes appareils. Dans ces essais réalisés à l'érablière expérimentale de Norbertville, quatre membranes normalement utilisées en acériculture ont été comparées dans des conditions rigoureusement identiques en ce qui a trait à la qualité de l'eau d'érable, sa température, sa teneur en sucre, etc... On a ainsi démontré qu'après une saison d'opération, la membrane NF de Filmtec, parmi toutes les membranes haute performance utilisées, présente le meilleur compromis en ce qui a trait à la capacité de traitement, la qualité du filtrat ainsi que la capacité de la membrane à retrouver la perméation initiale après un lavage.

Note au document :

Le présent document est une réimpression d'un document publié il y a maintenant plusieurs années. Le lecteur devra donc porter une attention particulière aux conclusions et aux recommandations qui pourraient accompagner ce texte et les replacer dans leur contexte. Il est évident que les recommandations faites aujourd'hui (répondants acéricoles du MAPAQ, guide de pratique, etc...) gardent toutes leurs pertinences et, en cas de divergence, ce sont ces dernières qui doivent prévaloir. Nous croyons cependant que certains éléments de ce document demeurent pertinents et justifient sa publication.



Table des matières

Introduction	1
Description du projet	2
Buts du projet	2
Description du projet	2
Résultats et discussion	3
Débit de filtrat	5
Effet des procédures de “lavage” des membranes	7
Perte des principaux éléments minéraux à travers les membranes	8
Conclusion	9

Évaluation de quatre membranes d'osmose inversée utilisées pour la concentration partielle de l'eau d'érable.



Introduction

Vers le milieu des années 70, le monde acéricole vivait sa première révolution technologique; on assistait alors à la multiplication rapide des systèmes de cueillette sous vide de l'eau d'érable et cette première percée technologique allait profondément modifier l'art du sucrier qui avait résisté jusqu'alors aux changements qui s'opéraient dans les autres secteurs de l'activité agricole.

Une des conséquences de l'utilisation d'un mode mécanisé et automatisé de la récolte de l'eau a été de permettre la mise en exploitation d'érablières de taille plus considérable que le modèle traditionnel. L'accroissement du nombre d'entailles et, on s'en souviendra, la hausse rapide des coûts liés à l'énergie, ont permis de mettre en évidence le caractère archaïque et peu efficace des modes conventionnels d'évaporation de l'eau d'érable.

La présente décennie a donc vu s'opérer une deuxième révolution sur le plan des techniques acéricoles marquée par l'introduction d'appareils permettant la concentration partielle de l'eau d'érable par le principe de l'osmose inversée. Le principe de fonctionnement et le mode d'opération de ces appareils vous ont déjà été présentés lors de communications antérieures.

Bien qu'il soit difficile d'en faire le décompte précis, on dénombrait déjà plus de mille unités d'osmose inversée en opération dans nos érablières, ce qui ferait du secteur acéricole le plus important utilisateur au Québec de cette technologie de pointe. Parmi ses principaux avantages, mentionnons :

- économie d'énergie; l'osmose inversée, si on la compare à l'évaporation conventionnelle à simple effet, est un procédé qui est près de mille fois plus efficace. Dans la plupart des cas, l'utilisation d'un appareil d'osmose inversée bien adapté à la taille des autres équipements acéricoles permet de réduire des deux tiers (66%) le besoin total d'énergie requis pour produire un volume unitaire de sirop d'érable;
- automatisation et mécanisation du procédé de concentration de l'eau d'érable; tous ces appareils sont munis de dispositifs de contrôle (approvisionnement en eau d'érable, températures, pressions...) assurant un bon fonctionnement sans la surveillance constante de l'opérateur. Ces caractéristiques permettent une meilleure utilisation du temps du sucrier et peuvent se traduire par une économie appréciable au chapitre de la main-d'œuvre affectée à l'évaporation;
- réduction des espaces de travail; dans le cas des érablières de grande taille (plus de 10 000 entailles), la surface de plancher requise comme salle d'évaporation peut être réduite de plus de cinquante pour-cent (50%) ;
- amélioration des conditions générales de travail; le fait que la plus grande partie de l'eau soit éliminée sans production de vapeur permet de réduire la condensation sur le plafond et les murs du bâtiment, diminue l'obligation de fournir un tirage naturel pour l'évacuation de la vapeur et les courants d'air froid qui y sont associés.

Toutes nouvelles technologies comportent cependant un certain nombre d'inconvénients qui, à la limite, peuvent annuler complètement les avantages qu'elles peuvent présenter. Dans le cas de l'osmose inversée, les principaux désavantages pour l'acériculteur sont:

- coût relativement élevé des appareils; aux coûts directs des appareils d'osmose inversée, il faut généralement ajouter des coûts d'infrastructures électriques ainsi que des modifications à la salle d'évaporation pour les branchements électriques et l'aménagement d'une pièce isolée et chauffée;
- technologie complexe utilisée dans un domaine traditionnel de production; bien que les appareils soient simples d'utilisation, ils reposent néanmoins sur une technologie (séparation par membrane) relativement complexe et pour laquelle l'acériculteur ne possède généralement aucune préparation. D'autre part, plusieurs des compagnies qui font la vente de ces appareils ne sont pas vraiment spécialisées dans le service à donner sur ce type d'équipement;
- incertitude quant à la vie utile des membranes; les expériences de certains producteurs ont permis de mettre en évidence la fragilité relative des membranes, surtout en regard de leur aptitude à maintenir une capacité minimale de traitement (taux de séparation). Cette importante caractéristique de la membrane peut facilement être altérée par un entretien inadéquat;
- défauts d'intégration de la technique de l'osmose dans l'ensemble des équipements acéricoles; il n'existe pas encore de véritable expertise assurant l'optimisation des possibilités de cette technique en regard des contraintes imposées par les systèmes d'évaporation traditionnels;
- modifications possibles des propriétés des sirops produits en raison des caractéristiques des membranes utilisées; étant donné qu'il n'existe aucune norme prescrivant les caractéristiques minimales des membranes, il est possible que certaines des propriétés qui définissent le sirop d'érable soient modifiées;



Description du projet

Buts du projet

Les travaux réalisés à l'érablière expérimentale de Norbertville du Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec pendant le printemps de 1989 avaient pour objectifs :

1. évaluer les performances relatives de quatre membranes différentes dont deux membranes dites "à haut taux de perméation";
2. évaluer l'efficacité des procédures de lavage et d'assainissement utilisées;
3. mesurer la perte d'éléments minéraux attribuable à chacune des membranes;
4. définir et proposer un test standard capable de caractériser une membrane utilisée pour la concentration partielle de l'eau d'érable.

Description du projet

L'appareil d'osmose inversée utilisé lors des essais, est un prototype fabriqué par la compagnie LES EQUIPEMENTS LAPIERRE INC. de Saint-Ludger , cté Beauce. Sa principale caractéristique est de permettre l'alimentation en parallèle de quatre caissons contenant chacun une membrane de 10 cm de

diamètre (4 po.). Cette configuration particulière permet de s'assurer que les membranes mises à l'essai sont toutes soumises à des conditions rigoureusement identiques quant aux principales variables qui sont susceptibles d'avoir un effet sur leur performance relative. Parmi ces variables, les plus importantes sont: la qualité de l'eau d'érable à traiter (contamination bactérienne, pH, teneur en sucre), la durée des essais, la température de la solution à l'entrée des membranes ainsi que les pressions d'opération. Une description plus complète du prototype ainsi que de l'instrumentation utilisée pour évaluer les performances des membranes est disponible sur demande.

Au début des essais, les membranes sont neuves et n'ont reçu aucun pré-traitement autres que ceux réalisés en usine par les manufacturiers.

Les principaux éléments du protocole expérimental appliqués pendant la saison peuvent être sommairement résumés de la façon suivante:

1. au début de la saison, les membranes sont "lavées avec de l'eau déminéralisée (conductivité < 50 mho/cm l et à une température de 15 °C pendant six heures à 400 psi;
2. on procède ensuite au conditionnement des membranes en concentrant de l'eau d'érable pendant une période continue d'environ 24 heures (fonction de la disponibilité d'eau d'érable); (voir ESSAI 01)
3. après avoir drainé l'appareil et rincé les membranes avec du filtrat pendant une heure, on concentre de l'eau déminéralisée (conductivité < 50 mho/cm) à 500 psi pendant 30 minutes et on note ensuite la PERMEATION A L'EAU PURE ou PWP (Pure Water Permeation). Les résultats sont corrigés mathématiquement pour une température de référence de 25 °C;
4. avant chaque essai avec de l'eau d'érable, on concentre sous une pression de 500 psi une solution de référence faite d'environ 2 % de sucre dissous dans de l'eau déminéralisée. La conductivité de la solution est ensuite ajustée à environ 500 mho/cm en ajoutant du NaCl (sel de table). Lors de ces essais, on note uniquement la conductivité des filtrats pour un taux de séparation identique;
5. on procède ensuite à la concentration de l'eau d'érable (la durée de chaque essai est fonction de l'eau d'érable disponible) en notant, par intervalle de 20 minutes, les conditions d'opération pour chaque membrane soit : le taux de concentration, le débit de filtrat, le pH, les températures à l'entrée et à la sortie des membranes, la pression d'alimentation... ;
6. à la fin de chaque essai avec l'eau d'érable, on reprend l'étape no 3 pour calculer le rapport $PWP(n)/PWP(l)$ pour déterminer la "propreté" relative de chaque membrane. Si ce rapport est supérieur à 90%. On procède uniquement à un rinçage avec du filtrat à température ambiante pendant 30 minutes avant de procéder à l'essai suivant. Dans le cas contraire, on effectue un rinçage à haute température de 30 ou 60 minutes (filtrat à 40 °C), suivi d'un lavage avec une solution basique (NaOH, pH=10,5) et si nécessaire, d'un lavage avec une solution. acide (HCl, pH=3,0).



Résultats et discussion

La figure 1 montre le volume d'eau d'érable traitée au cours des douze essais (no 01 à 05 et 07 & 13) qui ont pu être réalisés pendant la saison de coulée du printemps 1989.

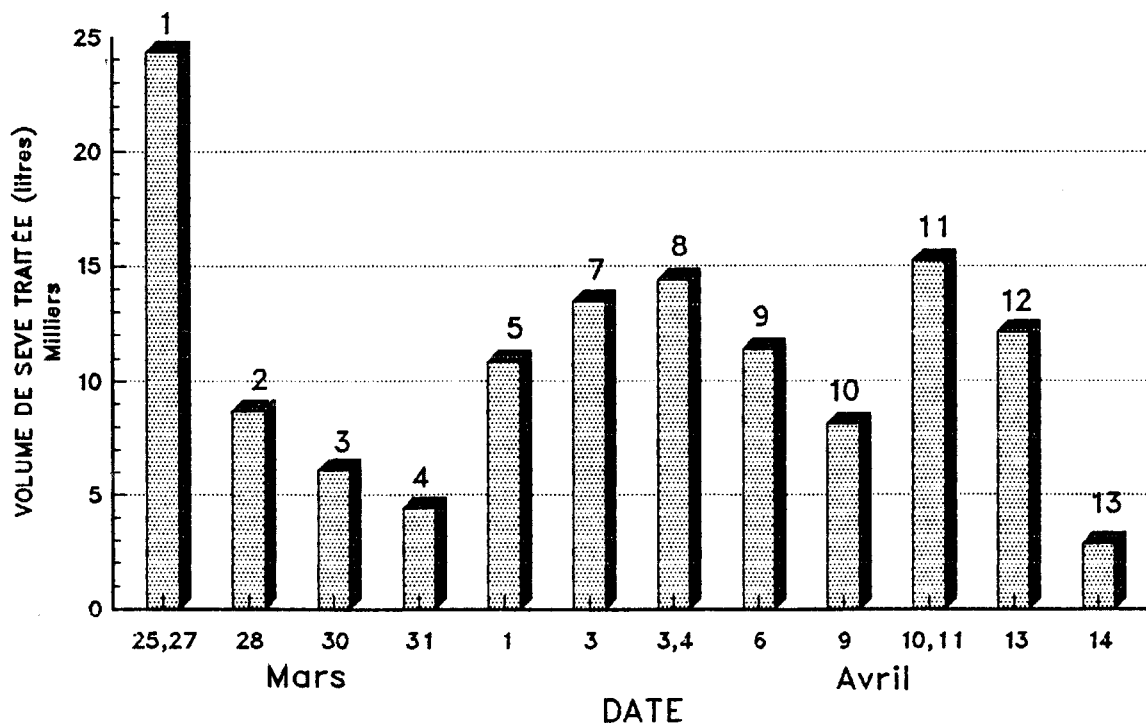


Figure 1 Volume d'eau d'érable traitée au cours au printemps 1989.

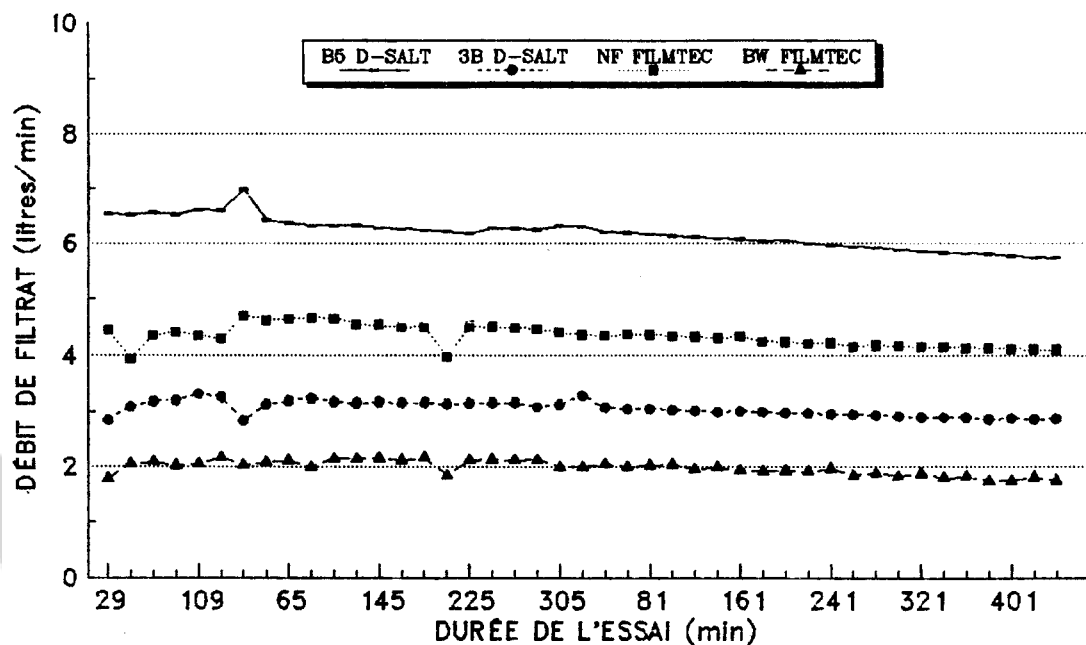


Figure 2 Débits de filtrat, essai no 5, 01-04-89. Les débits sont corrigés pour une concentration à 8 °Brix et une température de 25 °C.

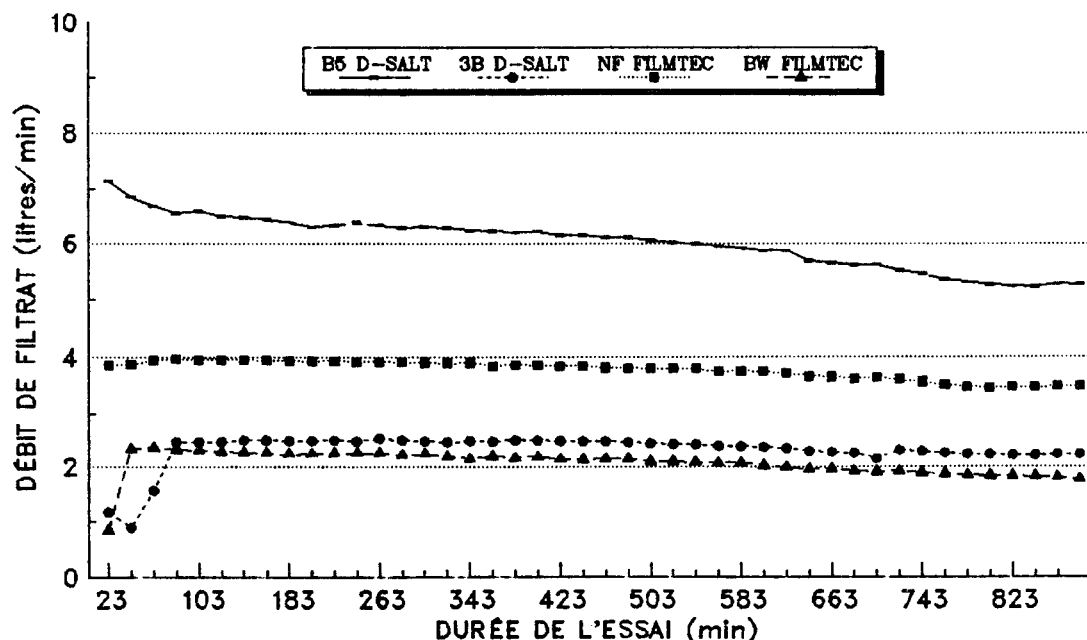


Figure 3 Débits de filtrat, essai no 8, 04 et 05-04-89. Les débits sont corrigés pour une concentration à 8 °Brix et une température de 25 °C.

Au total, 132 000 litres d'eau d'érable ont été concentrés à environ 60%, ce qui nous semble représentatif d'une érablière de taille moyenne (4000 entailles). Si la qualité de l'eau d'érable est excellente pour les essais 01 à 04, elle est moyenne pour les essais 05,07,08 et 09, médiocre pour les essais 10 et 11 et même "filante" lors des essais 12 et 13.

Débit de filtrat

Les figure 2 et 3 illustrent de façon typique le débit de filtrat pour chacune des membranes. Il s'agit des résultats obtenus pendant les essais no 05 et 08, soit vers le milieu de la saison, alors que la qualité de l'eau à traiter varie de bonne à passable. On peut noter que le débit de filtrat de la membrane B5-DSalt est nettement supérieur, les deux membranes destinées au traitement des eaux saumâtres soit 3B-DSalt et BW-Filmtec démontrent des performances plus faibles et relativement semblables, la membrane dite de "NANOFILTRATION" de Filmtec (NF-Filmtec) occupant toujours une position intermédiaire. Étant donné que les débits sont relativement constants au cours d'un même essai, la moyenne calculée pour chacune des membranes et pour chacun des essais peut être utilisée pour visualiser la tendance des débits au cours de la saison. Cette relation est illustrée à la figure 4. Même si l'ordre observé est le même que lors des essais individuels, on peut noter une diminution relativement rapide des performances des membranes B5-DSalt et NF-Filmtec alors que les membranes traditionnellement utilisées pour la concentration de l'eau d'érable maintiennent essentiellement leur performance.

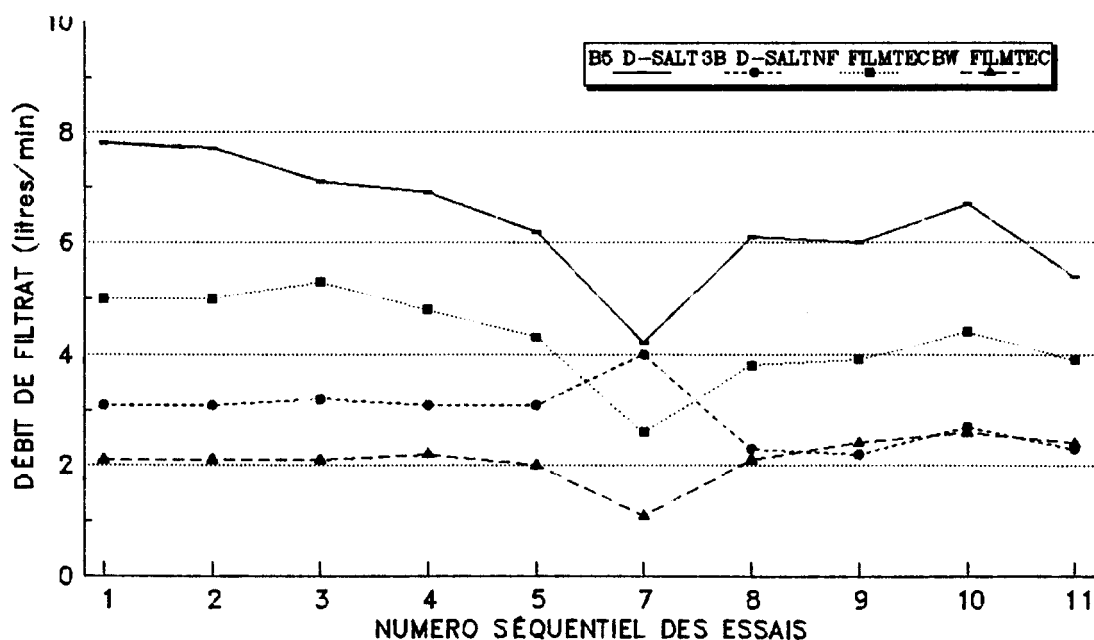


Figure 4. Débits moyens de filtrat pour l'ensemble des essais réalisés au printemps 1989

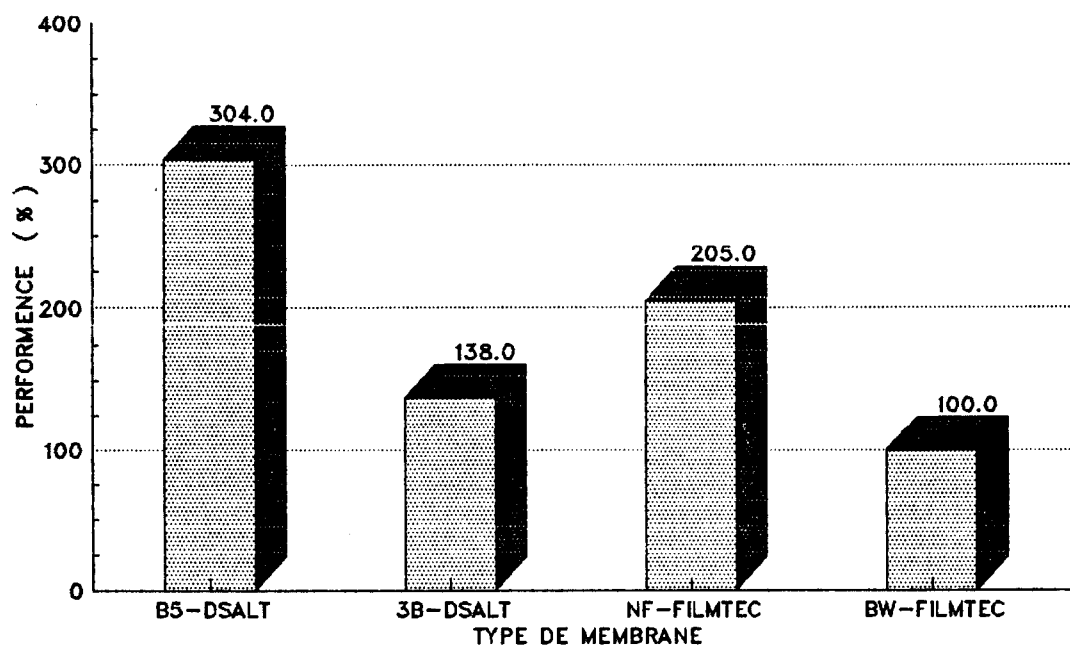


Figure 5. Performance relative des membranes sur la base du débit moyen de filtrat pendant la saison. La membrane BW-Filmtec est utilisée comme terme de comparaison.

Si on utilise le débit moyen de la membrane BW-Filmtec comme terme de comparaison et qu'on exprime en pourcentage les débits moyens obtenus pour chaque membrane (moyenne de chaque essai pondéré par la durée de l'essai), on obtient le classement illustré à la figure 5. Sur cette base, les membranes dites

" à haut rendement" qui sont représentées par la B5- DSalt et la NF-Filmtec, permettent de tripler et de doubler respectivement les performances en terme de débit de filtrat des membranes utilisées jusqu'à présent dans le secteur acéricole.

Effet des procédures de "lavage" des membranes

Un des principaux problèmes associés à l'utilisation de l'osmose inversée dans les érablières réside d'une part dans la difficulté pour l'opérateur à maintenir le taux de perméation pendant les cycles de concentration et d'autre part, à restaurer le débit initial des membranes suite à un cycle de concentration relativement long ou encore lorsqu'on doit traiter une eau d'érable de piètre qualité (contamination bactérienne élevée).

Si une réduction importante du taux de séparation et par conséquent, du débit de filtrat par membrane, survient rapidement après le début du cycle de concentration, on se doit de suspecter un défaut dans le régime d'écoulement sur la surface des membranes. Ce problème résulte généralement soit d'une mauvaise conception de l'appareil, soit d'un mauvais fonctionnement de la pompe d'alimentation ou du circuit de pré-filtration. L'addition d'une ou de plusieurs pompes de recirculation dans le circuit haute-pression a permis de solutionner en bonne partie ce type de problème qui était très fréquent pour les premières générations d'appareils mis en service dans les érablières au début des années 80.

Par ailleurs, si la perte de perméation survient progressivement au cours d'une première saison et qu'il soit impossible de restaurer à plus de 80% le taux de perméation initial, il s'agit sans doute de mauvaises conditions d'utilisation en regard des caractéristiques des membranes ou encore de l'utilisation de techniques de lavage et d'assainissement déficientes.

Une discussion détaillée des techniques de lavage pour chaque type de membranes et pour chaque type d'appareil actuellement en opération dépasse évidemment le cadre de cet exposé. Les données compilées au tableau 1 montrent néanmoins qu'il est généralement possible de maintenir des taux de perméation en fin de saison qui soient voisins des performances initiales en appliquant, après chaque cycle de concentration, un test permettant d'évaluer la propreté relative de la membrane et d'appliquer une procédure de lavage appropriée. D'autre part, il paraît évident que toutes les membranes n'ont pas le même comportement à cet égard. Ainsi, les deux membranes D-Salt se "salissent" plus rapidement pendant les cycles de concentration et les mêmes procédures de lavage que celles réalisées sur les membranes Filmtec pour restaurer leur taux de perméation ont un effet moindre, ce qui pourrait indiquer une altération permanente de leur performance.

Tableau 1. Effets relatifs des traitements de rinçage et de lavage des membranes

No séqu.	B5-DSalt		3B-Dsalt M		NF-Filmtec		Bw-Filmtec	
	Conc.	Lav.	Conc.	Lav.	Conc.	Lav.	Conc.	Lav
1	100	100	100	100	100	100	100	100
2	88	90	91	92	99	100	91	95
3	82	84	90	90	105	105	93	95
4	70	86	90	98	98	105	92	99
5	68	92	92	92	94	95	90	92
7	77	85	69	73	69	80	77	86
8	65	89	68	59	71	82	74	98
9	66	75	55	87	72	83	89	89
10	66	75	66	81	76	96	78	99
11	53	77	61	77	70	94	79	90
12	62	72	62	74	73	80	90	88
13	63	75	61	72	69	89	88	98

Perte des principaux éléments minéraux à travers les membranes

De façon théorique, une membrane d'osmose inversée parfaite devrait retenir dans le concentré tous les éléments dissous dans l'eau d'érable. Le filtrat ne devrait donc contenir aucun élément minéral ni aucun composé organique tels que des sucres, des protéines ou des composés aromatiques.

Dans les faits cependant, aucune membrane n'est absolument parfaite et on retrouve généralement dans le filtrat une certaine proportion des éléments minéraux qui parviennent à passer à travers les pores de la membrane. Celle-ci devrait cependant retenir toutes les molécules ayant un poids moléculaire ou un encombrement plus grand que celui de la molécule d'eau.

La capacité pour une membrane de retenir plus ou moins les éléments dissous constitue l'une de ses caractéristiques importantes et se définit comme étant son coefficient de rétention (Salt Rejection). Ce coefficient varie d'une membrane à l'autre en fonction de sa composition, de la dimension et de la distribution des pores qui permettent le passage de l'eau. Pour une même membrane, ce coefficient varie en fonction de la nature électrochimique des éléments qui viennent en contact avec la membrane, de la température de la concentration de la solution.

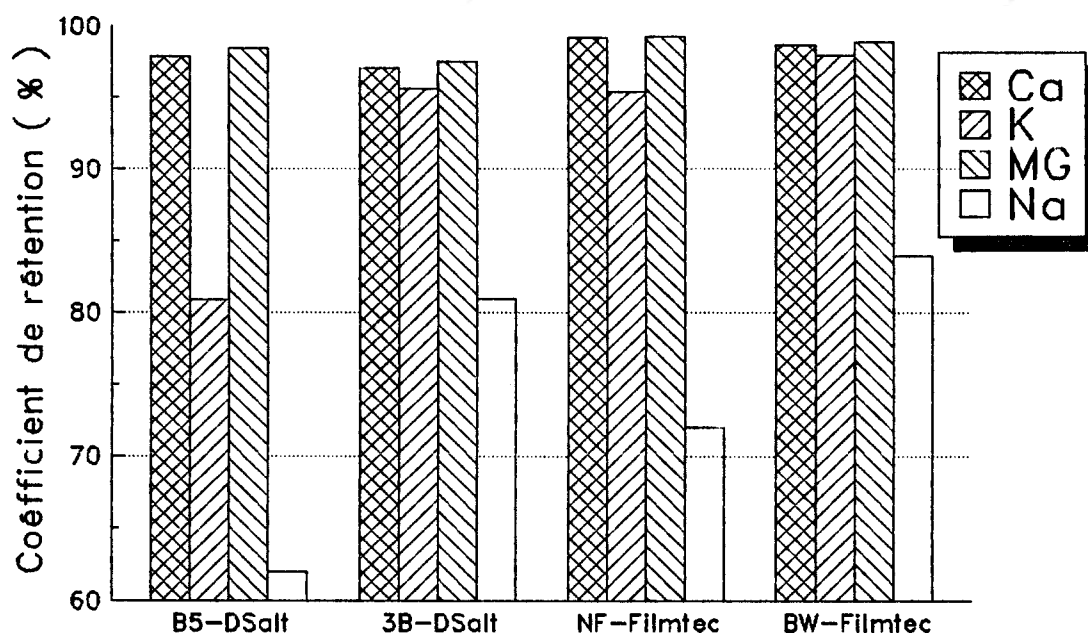


Figure 6. Coefficient de rétention moyen pour quatre des principaux éléments minéraux présents dans l'eau d'érable.

Des échantillons d'eau d'érable, de concentré et de filtrat ont donc été prélevés pour quantifier le coefficient de rétention des quatre membranes mises à l'essai pour quatre des éléments minéraux les plus susceptibles d'être retrouvés dans l'eau d'érable soit le calcium (Ca), le potassium (K), le magnésium (Mg) et le sodium (Na), ce dernier étant plus un contaminant provenant des opérations de lavage et d'assainissement de l'équipement acéricole. Rappelons ici que ces résultats sont strictement comparables puisqu'ils proviennent d'une même eau d'érable concentrée dans un même rapport pour chacune des membranes et ce, sous des conditions identiques de pression et de température.

La figure 6 illustre le coefficient de rétention moyen pour les 13 cycles de concentration réalisés au cours de la saison. Si le Ca et le Mg sont retenus presque parfaitement par toutes les membranes, on peut noter

une différence importante pour le K. En effet, si la membrane BW-Filmtec retient presque parfaitement cet élément (98%), la membrane B5-DSalt n'en retient que 81% alors que les deux autres membranes présentent des coefficients moyens de rétention presque identiques soit 96% pour B5-DSalt et 95% pour NF-Filmtec. L'élément sodium.(Na) n'est retenu que partiellement par toutes les membranes. Cet élément étant en concentration très faible dans l'eau d'érable, l'erreur expérimentale devient très importante. Les résultats demeurent cohérents avec la fiche technique de chaque membrane.

La figure 7 présente une autre façon de mesurer la capacité relative de chaque membrane de retenir les éléments dissous dans l'eau d'érable soit la conductivité électrique des filtrats.

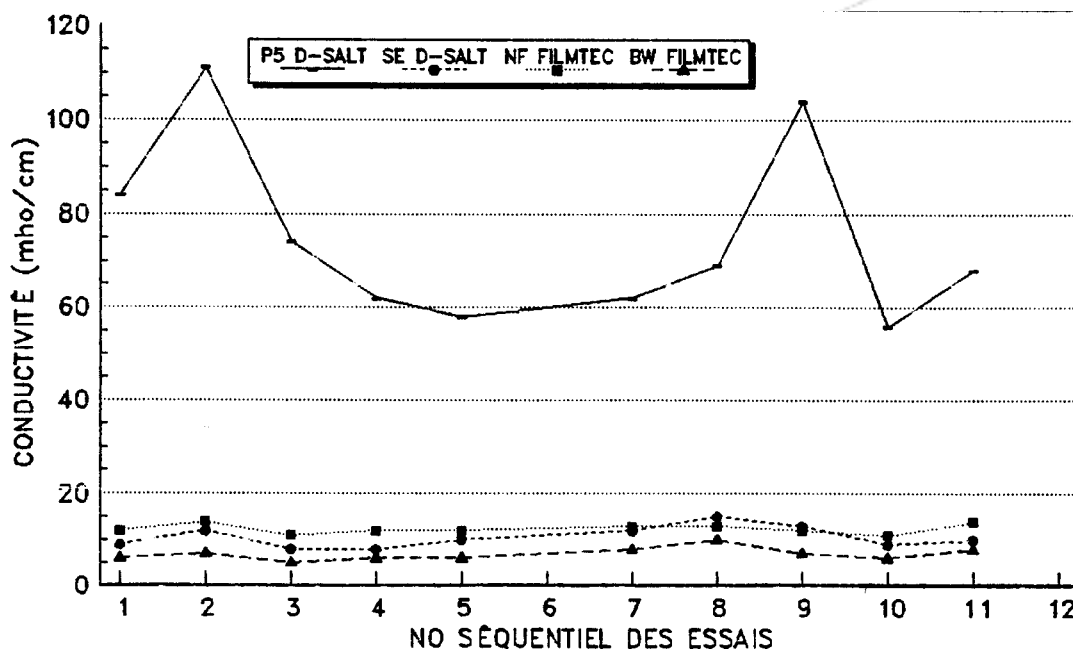


Figure 7. Conductivité électrique des filtrats, essais no 1 à 11.

Bien que cette mesure ne permette pas de préciser quel élément en particulier est responsable des écarts observés, on peut facilement conclure qu'en ce qui a trait aux éléments qui peuvent contribuer à la conductivité électrique d'une solution, les membranes 3B-DSalt, NF-Filmtec et BW-Filmtec donnent en moyenne des filtrats comparables et presque entièrement déminéralisés. Seul le filtrat provenant de la membrane B5-DSalt présente un taux de minéralisation qui permet de questionner son appellation de membrane d'osmose inversée.



Conclusion

Depuis plus d'un an maintenant, les fournisseurs d'appareils d'osmose inversée proposent aux acériculteurs une nouvelle génération de membranes et ils basent leurs arguments de vente presque exclusivement sur les performances améliorées de ces membranes au chapitre du taux de perméation. Il nous a donc semblé important de vérifier et ce, dans des conditions rigoureusement contrôlées, les caractéristiques fonctionnelles de deux membranes pouvant être représentatives de cette nouvelle génération de membranes dites "d'ultrafiltration" ou de "nanofiltration" en les comparant à des membranes qui sont devenues, au cours des années, de véritables classiques dans le domaine de la

concentration partielle de l'eau d'érable. Il s'agit des membranes de série BW (Brackish Water Element) fabriquées par les compagnies FilmTec Corp. et Desalinization System Corp.

Les résultats obtenus démontrent assez clairement qu'il est possible effectivement de produire jusqu'à trois fois plus de filtrat à partir d'un élément B5 de DSalt. Il est cependant difficile de statuer sur les performances à long terme de ce type de membranes puisqu'il nous a été impossible jusqu'à maintenant de maintenir et de restaurer le débit initial de perméat. Par ailleurs, la membrane compétitrice soit l'élément NF4040 de FilmTec a produit un débit moyen deux fois supérieur à notre standard (BW4040 de FilmTec) mais nous a semblé beaucoup plus facile à entretenir. De fait, à la fin de la saison, le taux de perméation a été restauré à près de 98% du débit initial.

Il nous semble cependant inquiétant que des membranes toujours plus performantes en terme de débit de filtrat soient mises en marché sans que des études préalables et sérieuses ne soient publiées afin de permettre à tous les intervenants du domaine acéricole de statuer sur les effets que pourrait avoir l'utilisation de tels équipements sur la qualité pris dans son sens le plus large (saveur, innocuité, image...) des produits de l'érable.

Le Service de recherche sur les aliments du Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec (S.R.A) se propose quant à lui de poursuivre ses travaux dans ce sens. En terminant, je voudrais remercier de façon particulière M. Julien Lavoie de l'Érablière Expérimentale de Norberville qui a pris charge de la partie technique de l'expérience ainsi que Mme Johanne Dumont, chercheure au S.R.A qui a réalisé les analyses chimiques qui ont rendu cet exposé possible.