



La séparation membranaire de la sève d'érable : avancements récents et facteurs qui influencent la performance des membranes

Sandra Robaire, ing. jr, M.Sc.A.

Alfa Arzate, ing., Ph.D.

Annual meeting of the International maple syrup institute and the North American maple syrup council

Stratford, ON, October 2010



Centre de recherche, de développement et de transfert technologique acéricole Inc.

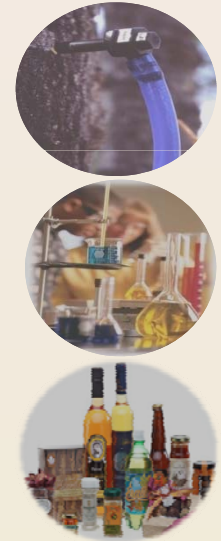
Objectifs de la présentation

1. Fournir des renseignements généraux sur la performance des membranes utilisées pour concentrer la sève d'érable afin d'en faire la meilleure utilisation possible.
2. Présenter les résultats de deux études sur le terrain et d'un projet de recherche à l'échelle pilote sur la concentration membranaire de la sève d'érable.

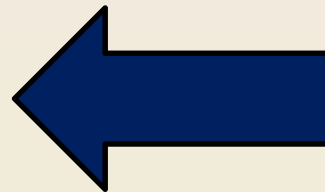


Objectif 1

Principes de la concentration membranaire



GÉNÉRALITÉS :
Quoi? Pourquoi? Comment?



MEMBRANES UTILISÉES EN
ACÉRICULTURE

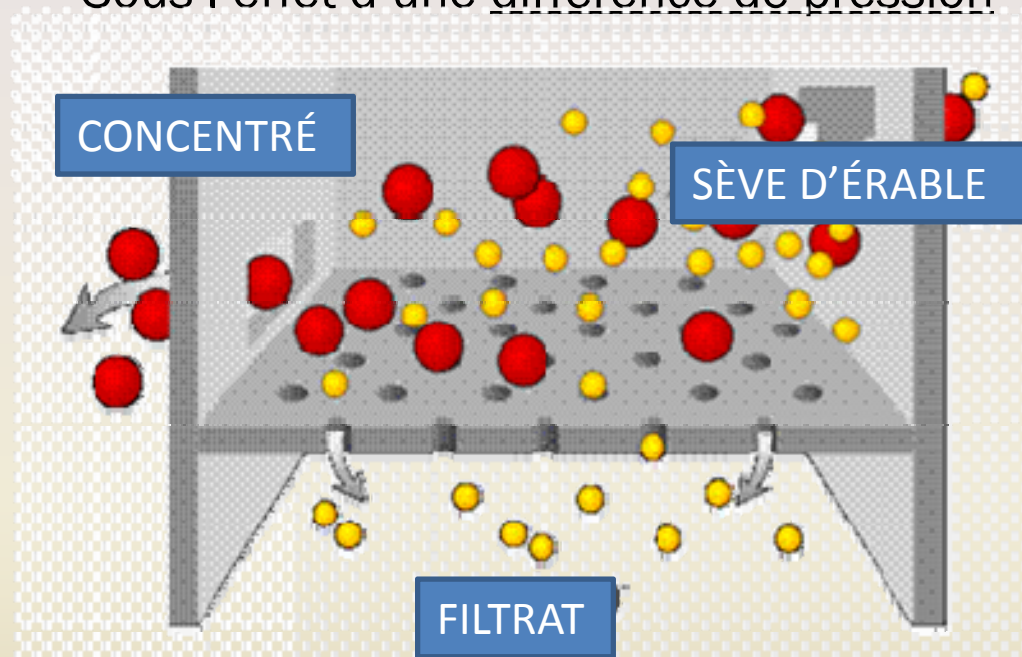
COLMATAGE

VÉRIFICATION DE LA
QUALITÉ DE L'OPÉRATION

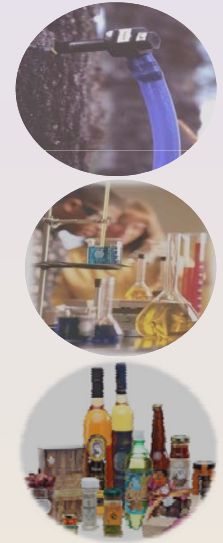
Qu'est-ce que la concentration par membrane?

Sous l'effet d'une différence de pression

Le liquide qui reste en deçà de la membrane est appelé concentré,



L'eau contenue dans la sève d'érable qui est capable de traverser la membrane se retrouve dans le filtrat

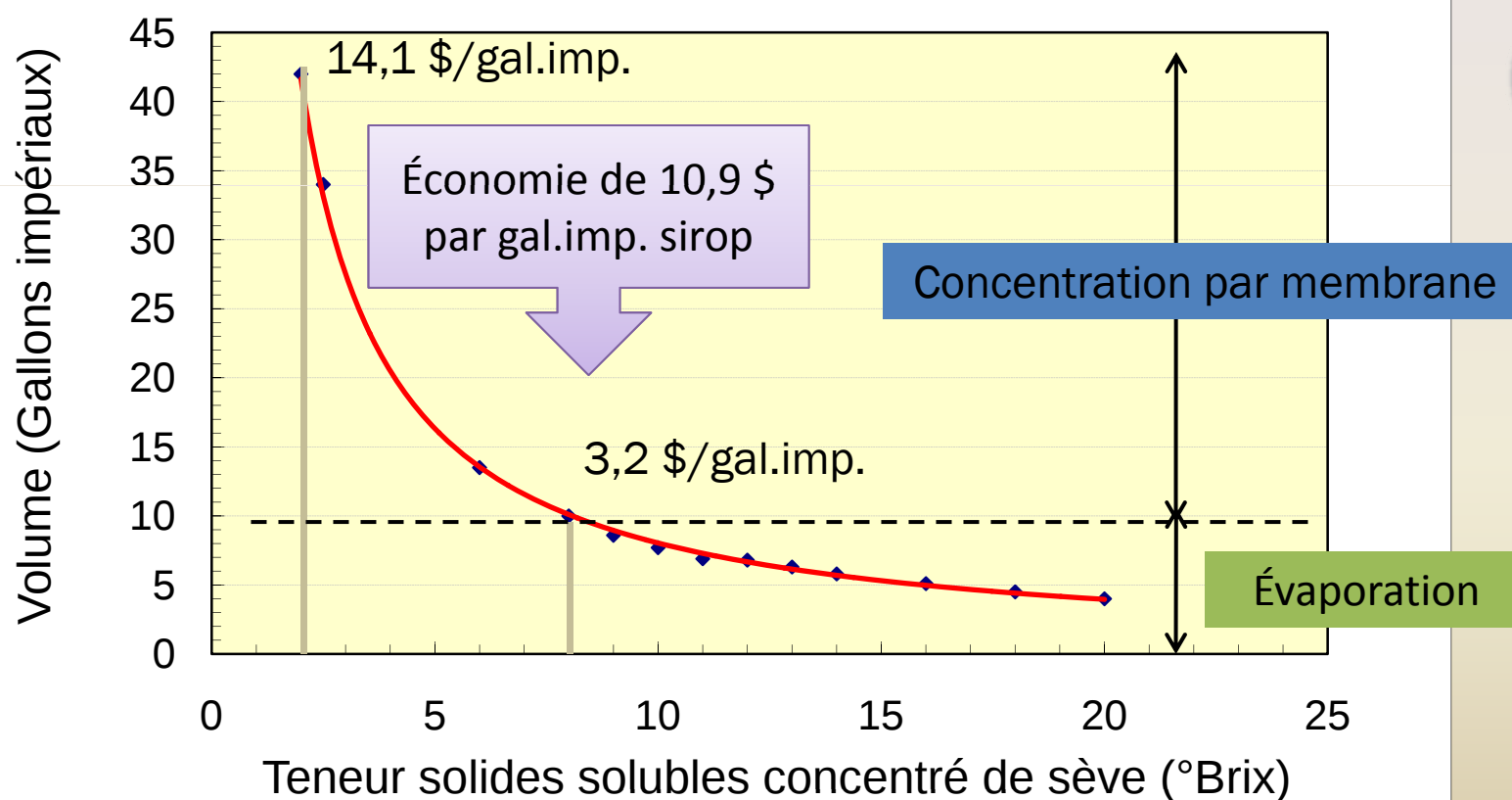


<http://www.technologiesosmosys.com/>

Pourquoi la sève d'érable est concentrée par membrane?



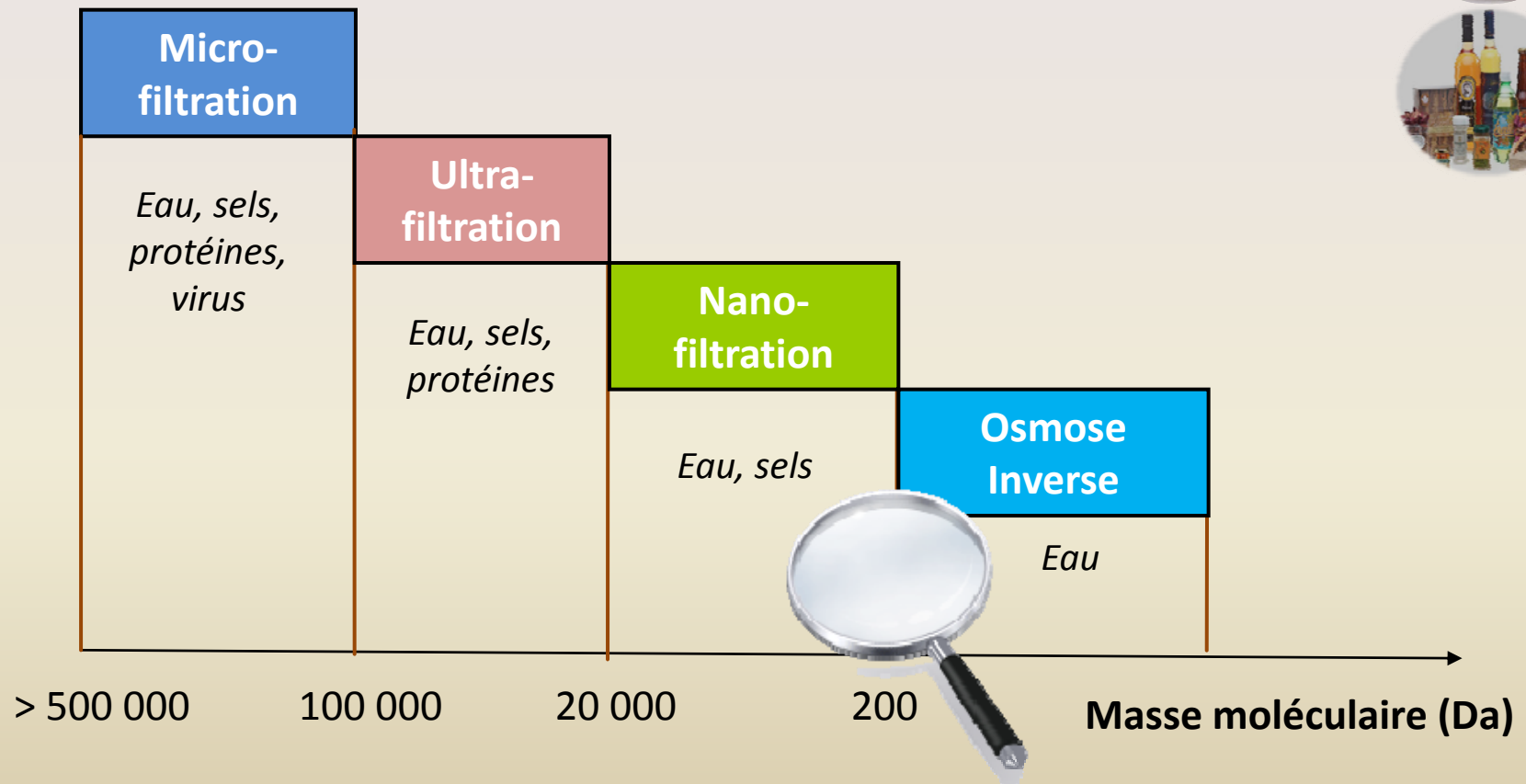
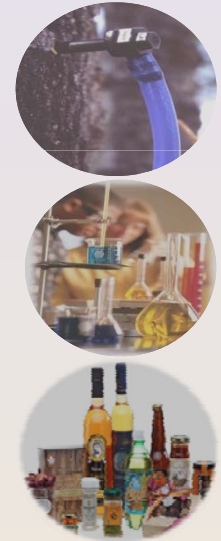
VOLUME D'EAU À ÉVAPORER PAR VOLUME DE SIROP PRODUIT



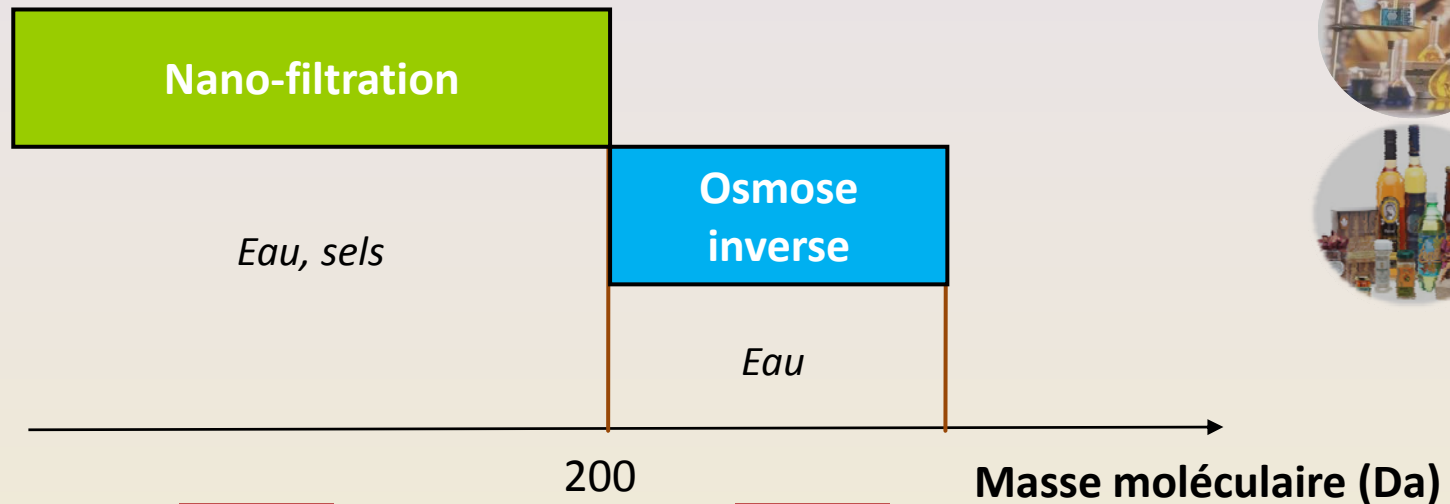
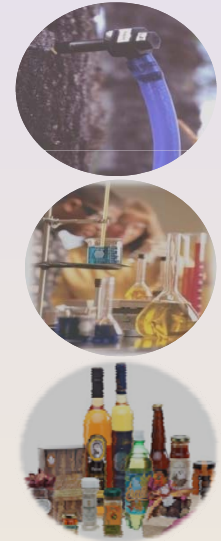
EE évap = 75 %

Huile à 0,75 \$/litre

Technologies de séparation par membrane



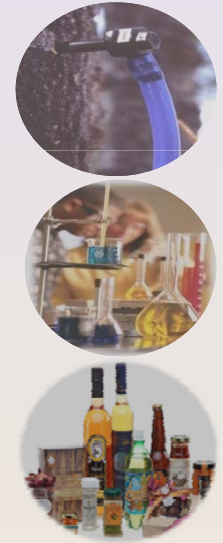
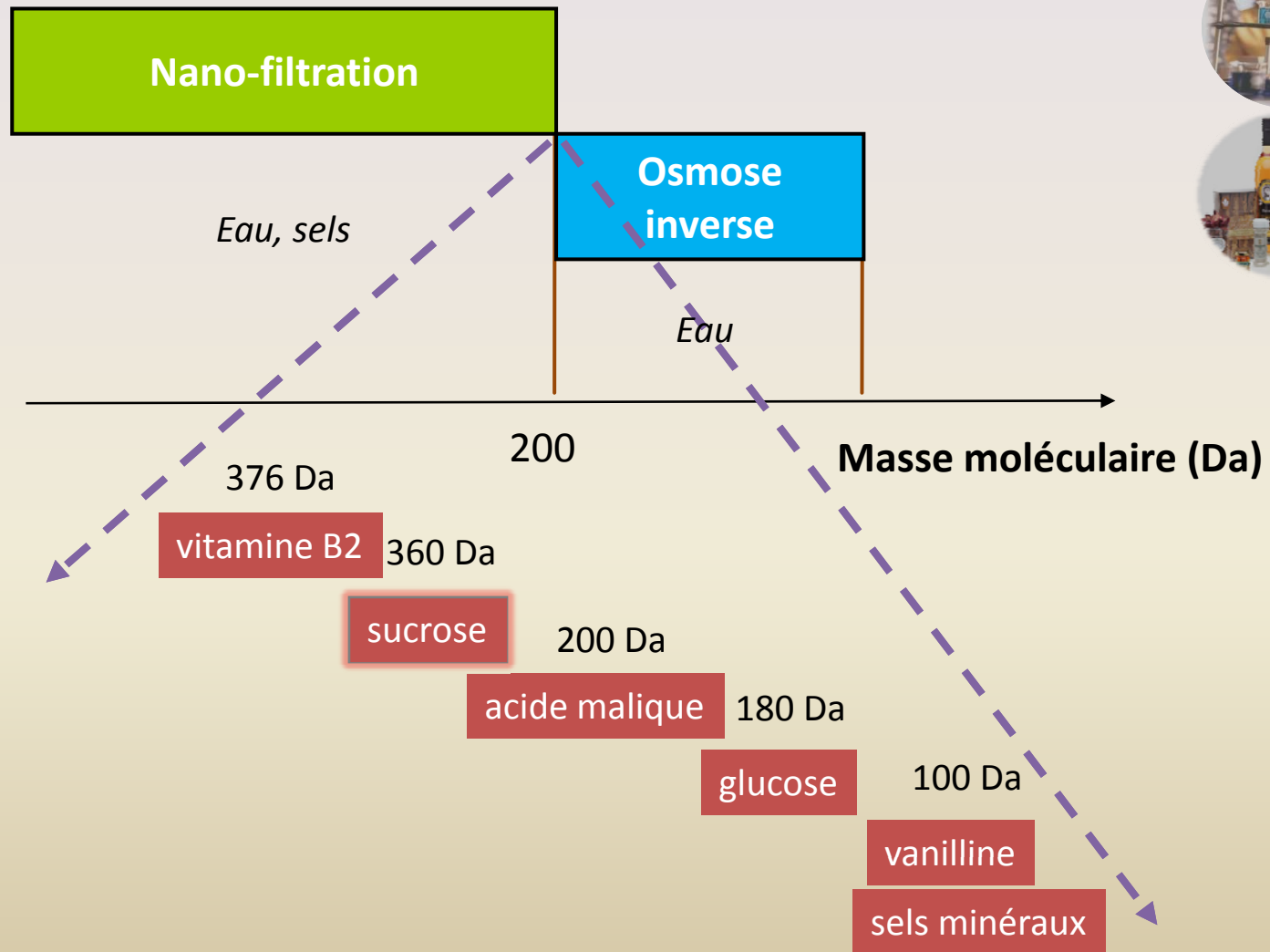
Technologies de séparation par membrane



Selectivité par différence de **taille et de charge** entre les particules ou molécules à séparer

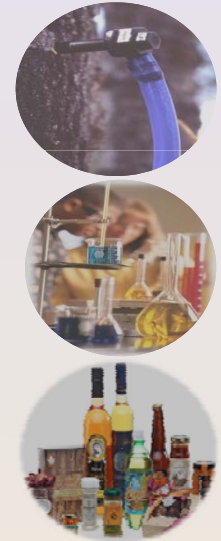
Sélectivité par différence de **solubilité et de diffusion** dans la membrane des molécules à séparer

Technologies de séparation par membrane



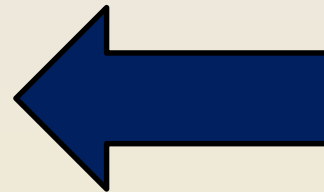
Objectif 1

Principes de la concentration membranaire



GÉNÉRALITÉS :
Quoi? Pourquoi? Comment?

MEMBRANES UTILISÉES EN
ACÉRICULTURE

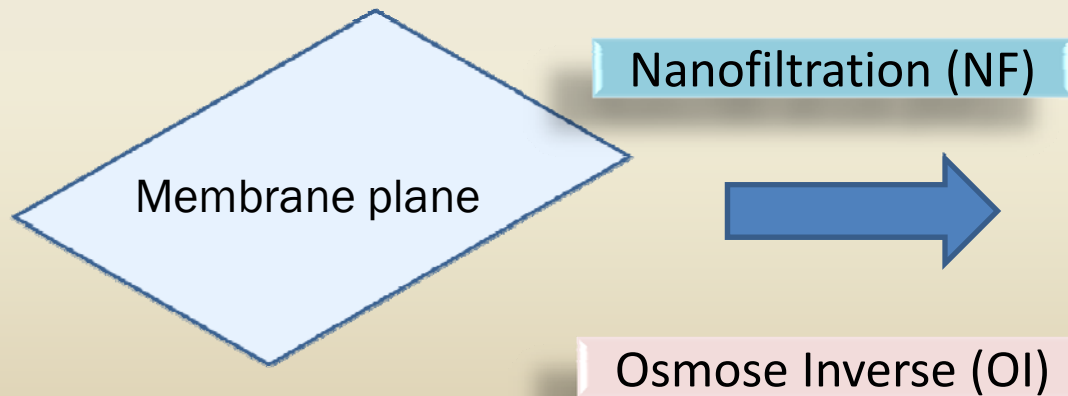
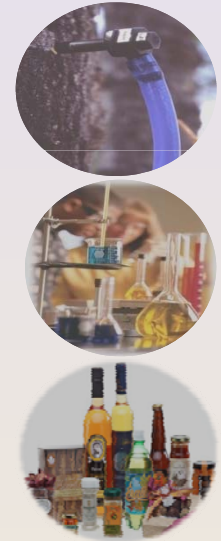


COLMATAGE

VÉRIFICATION DE LA
QUALITÉ DE L'OPÉRATION

Composition des membranes

- Des membranes composites organiques (TFC), c'est-à-dire faites en polymères tel que la polyamide (PA) ou les dérivés de polyvinyl alcool (PVA)
- Des modules spiralés composés d'une membrane plane enroulée sur elle-même autour d'un tube poreux qui recueille le filtrat



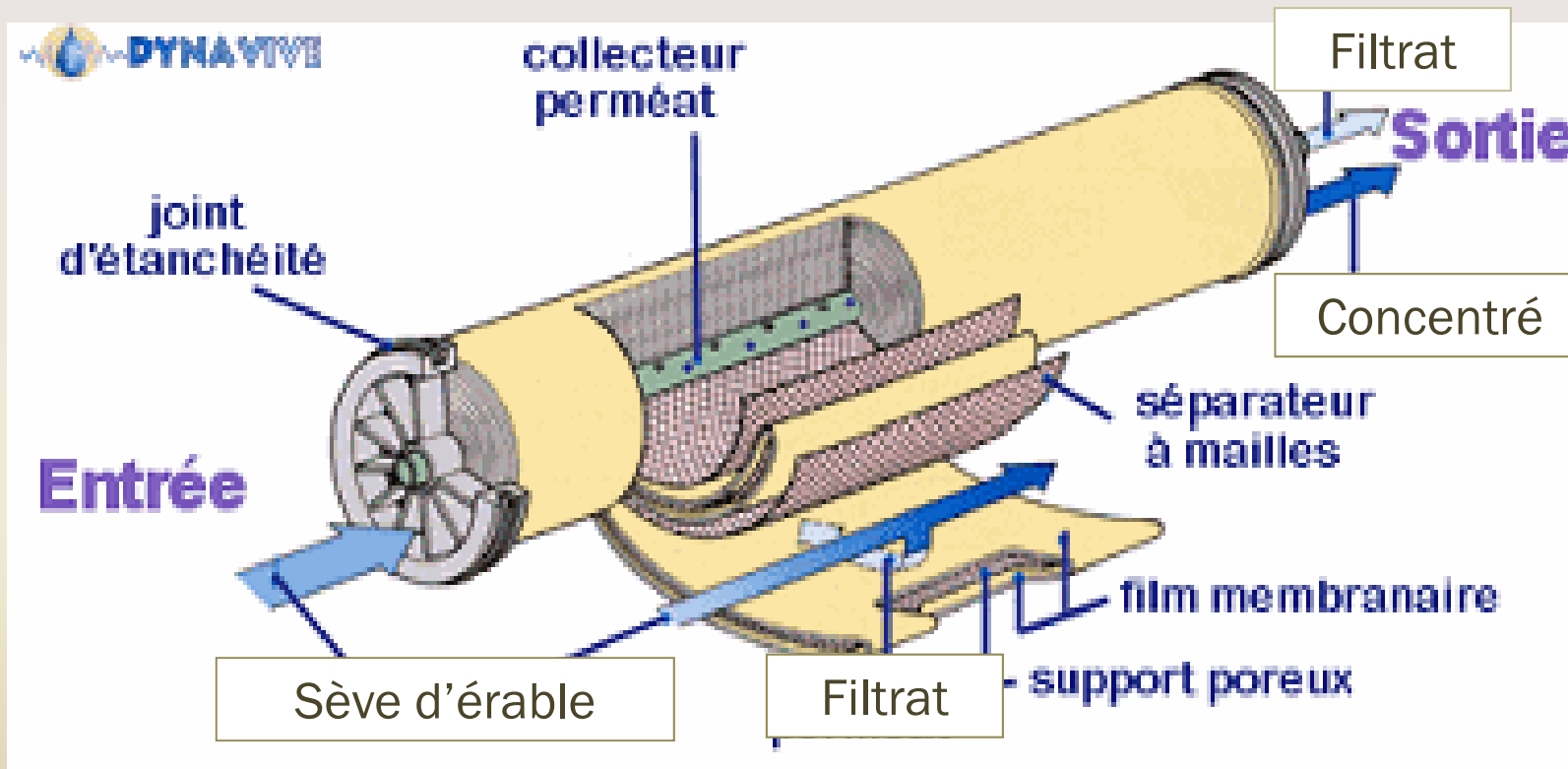
Module spiralé



<http://www.cfm-mb.fr/index.htm#>

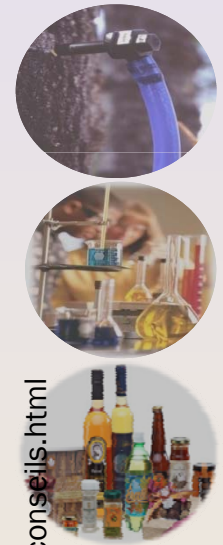
Comment est composé un module spiralé?

Carter rigide contenant la membrane, une entrée et deux sorties

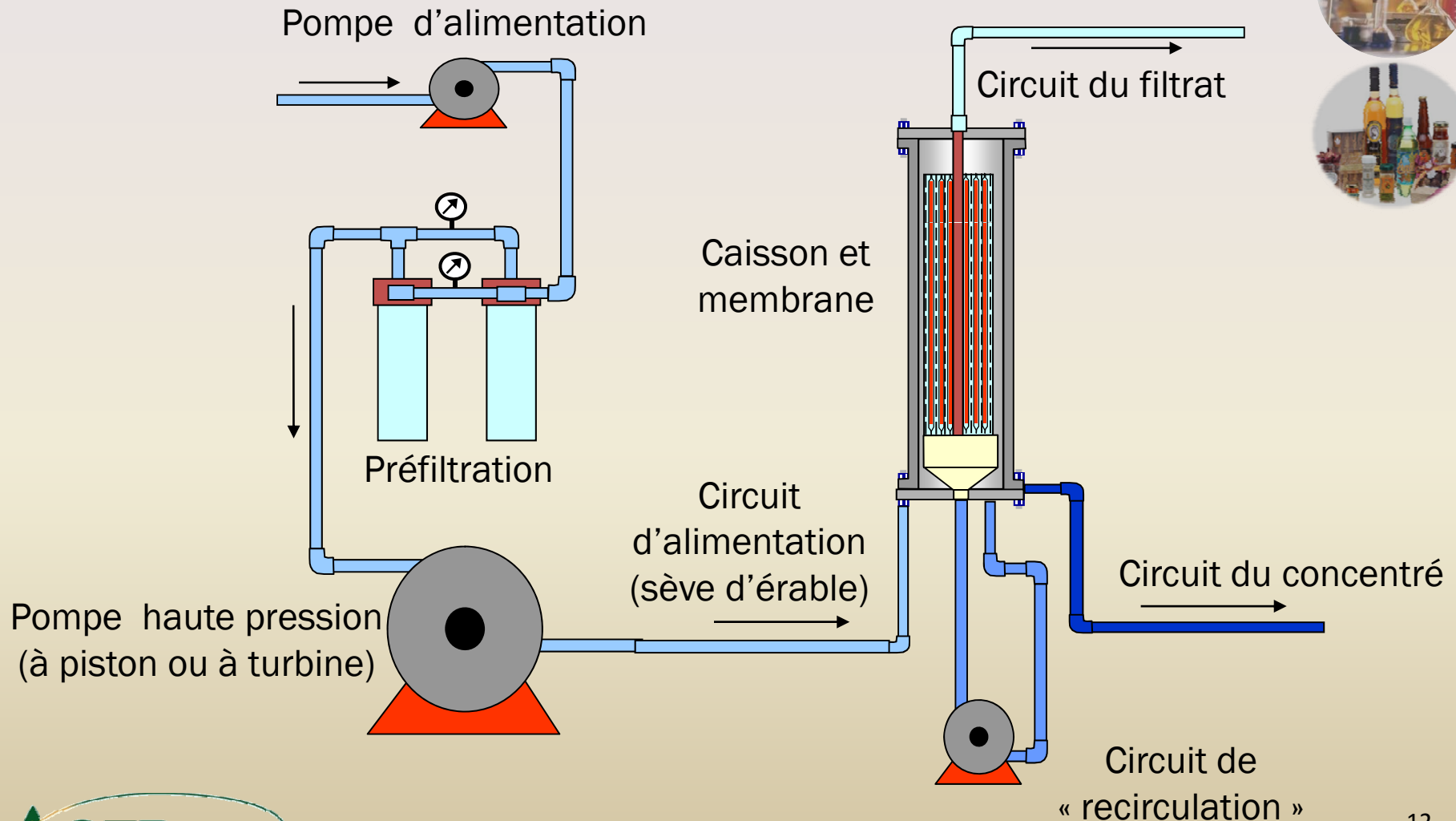


Dans le cylindre multicouches, le filtrat s'écoule selon un chemin spiralé vers le tube poreux et l'alimentation circule axialement dans les canaux

<http://www.dynative.eu/traitemment-osmose-conseils.html>



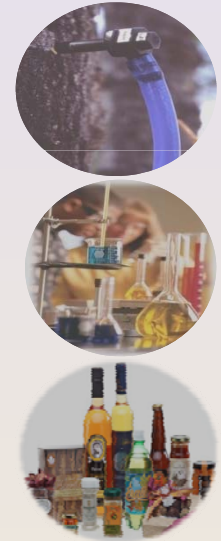
Quelles sont les composants de l'appareil?



Critères de sélection des membranes

- Capacité de traitement nominale
- Caractéristiques fonctionnelles de la membrane
 - ❖ Taux de rétention (Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} et sucres)
 - ❖ Tolérance au pH et au chlore résiduel libre
 - ❖ Débit maximal à travers la membrane
 - ❖ Pression et température d'opération maximales
 - ❖ Résistance à la biodégradabilité

La majorité de cette information est fournie dans les fiches techniques



Quelles sont les limites d'opération ?



Membrane	Température d'opération max (°C)	Pression d'opération max (psi)
BW 30 (Filmtec)	45	600
Maple 8040 (Osmonics)	50	600
NF 70 (Filmtec)	35	250
NF 270 (Filmtec)	45	600
NF 90 (Filmtec)	45	600
XLE 440 (Filmtec)	45	600
Mark I (Filmtec)	45	600
PVD 1 (Hydranautics)	40	400
TFC S8" (Koch)	45	350



Ces températures s'appliquent au nettoyage aussi!

* Information obtenue de fiches techniques

Quelles sont les limites d'opération ?

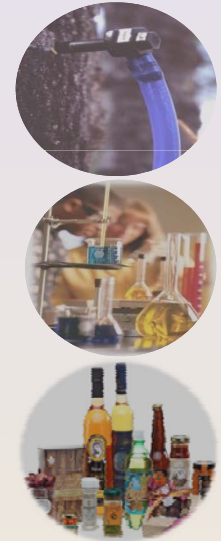


Membrane	pH en opération continue	pH courte période lavage
BW 30 (Filmtec)	2 to 11	1 to 13
Maple 8040 (Osmonics)	3 to 10	1 to 11
NF 70 (Filmtec)	3 to 9	1 to 11
NF 270 (Filmtec)	3 to 10	1 to 12
NF 90 (Filmtec)	3 to 10	1 to 13
XLE 440 (Filmtec)	2 to 11	1 to 13
Mark I (Filmtec)	3 to 9	2 to 11
PVD 1 (Hydranautics)	2 to 8	Not available
TFC S8" (Koch)	4 to 11	2,5 to 11

* Information obtenue de fiches techniques

Objectif 1

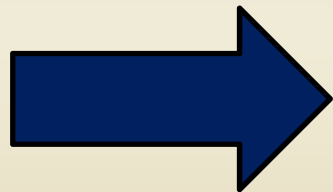
Principes de la concentration membranaire



GÉNÉRALITÉS :

Quoi? Pourquoi? Comment?

MEMBRANES UTILISÉES EN
ACÉRICULTURE

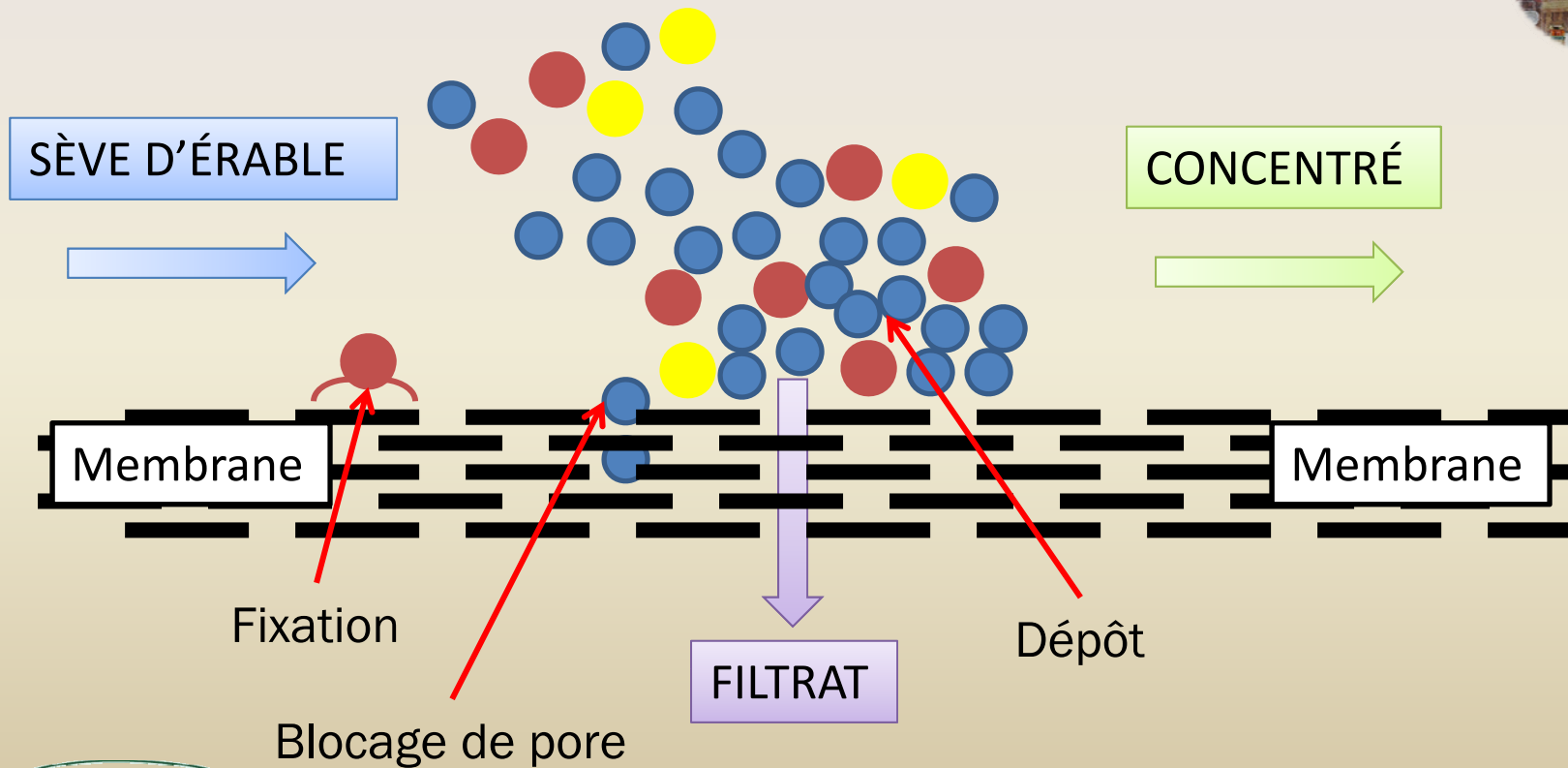
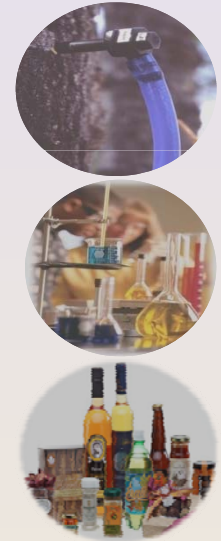


COLMATAGE

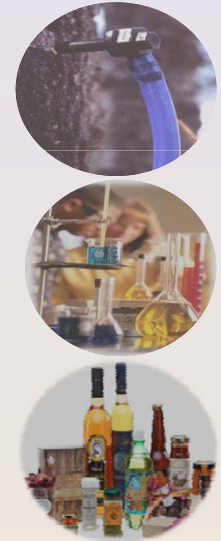
VÉRIFICATION DE LA
QUALITÉ DE L'OPÉRATION

Qu'est-ce que le colmatage des membranes?

- Le colmatage est défini comme le dépôt de matière sur les membranes (en surface ou dans les pores) entraînant une baisse de la perméabilité. Les mécanismes de colmatage sont complexes.

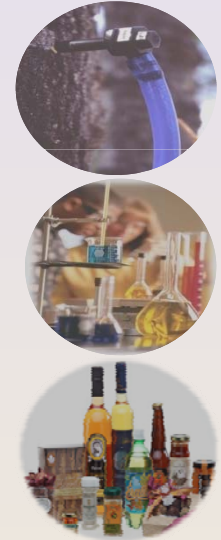


Principaux agents colmatants en acériculture



- Polysaccharides et métabolites bactériens (biofilm)
- Microorganismes vivants
- Sels minéraux
- Résidus d'écume (composés peptidiques ou protéines)
- Autres : lubrifiant des pompes

Nettoyage des membranes



- **Indicator de colmatage = Débit du filtrat**
 - ❖ Lorsqu'une diminution du débit de filtration est observée pendant la période de concentration de la sève d'érable, la membrane doit être nettoyée
- **La méthode de nettoyage dépend de :**
 - ❖ La sévérité du colmatage
 - ❖ Le type d'agents colmatants présents
 - ❖ Les caractéristiques de la membrane

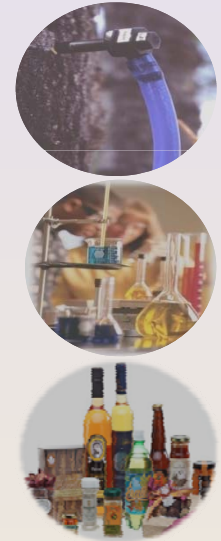
**Consultez votre équipementier
ou votre conseiller en
acériculture pour plus de détails**



**Respect du pH, de la
température maximale et des
règlements (ex. biologique)**

Objectif 1

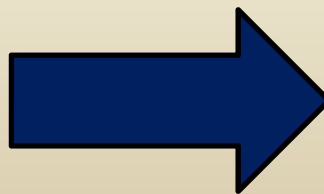
Principes de la concentration membranaire



GÉNÉRALITÉS :
Quoi? Pourquoi? Comment?

MEMBRANES UTILISÉES EN
ACÉRICULTURE

COLMATAGE

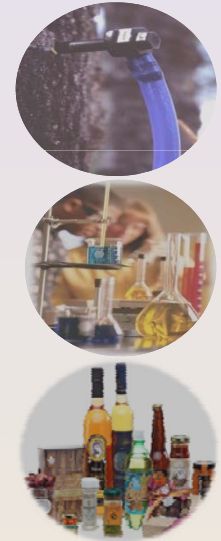


VÉRIFICATION DE LA
QUALITÉ DE L'OPÉRATION

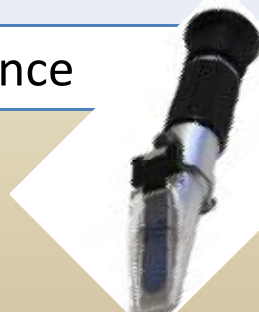
Comment évaluer l'efficacité de l'opération de concentration?

Par la mesure globale de certaines propriétés du filtrat, ce qui permet d'évaluer la performance de la membrane quant à la rétention.

Le filtrat devrait respecter les valeurs de référence.

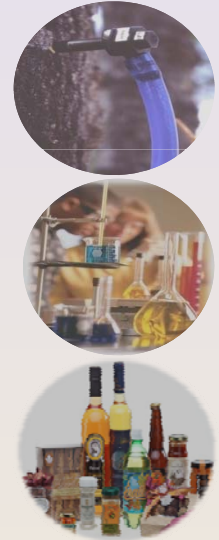


	Teneur en solides solubles	Conductivité électrique
Mesure globale de	Solides solubles	Ions minéraux
Reflète une perte en	Saccharose	Minéraux
Instrument de mesure	Réfractomètre (Méthode réduit 20:1)	Conductimètre électrique
Valeur de référence	0 °Brix	< 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$



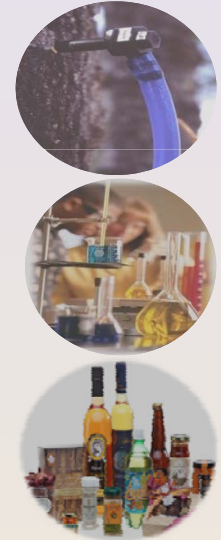
Quelles sont les causes de la perte d'intégrité du filtrat?

- Mauvais choix de membrane
- Perte des propriétés fonctionnelles de la membrane :
 - Par une altération chimique
 - Par un choc thermique
 - Par un bris ou rupture mécanique
- Défauts de conception ou d'assemblage du concentrateur



Objectif 2

Études sur le terrain et projet de recherche



PORTRAIT DE LA SITUATION

Étude
préliminaire
(2003)

Validation
(2007)

PROJET DE RECHERCHE CONTROLÉ À L'ÉCHELLE PILOTE

PARTIE A : CONCENTRATION MEMBRANAIRE

Concentration
membranaire

Analyse de
la sève, du
filtrat et du
concentré

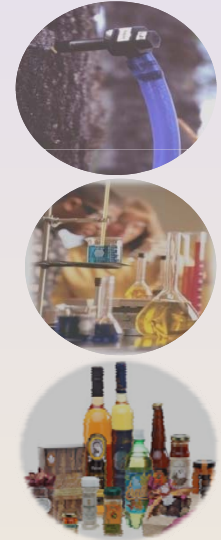
PARTIE B : ÉVAPORATION DU CONCENTRÉ

Production
de sirop
d'érable

Analyse de la
composition
du sirop
d'érable

Études sur le terrain

- Caractériser le filtrat produit par les appareils de séparation membranaire utilisés en acériculture en 2003 et 2007
- Déterminer l'intégrité des filtrats en comparant les résultats de leur caractérisation avec les valeurs de référence (0.1 °Brix et 50 μ S/cm)



2003

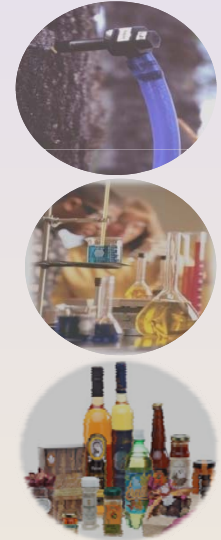
281 filtrats
de 6 régions du Québec

2007

52 filtrats
De 8 régions du Québec
avec 9 types de membranes

Objectif 2

Études sur le terrain et projet de recherche



PORTRAIT DE LA SITUATION

Étude
préliminaire
(2003)

Validation
(2007)

PROJET DE RECHERCHE CONTROLÉ À L'ÉCHELLE
PILOTE

PARTIE A :
CONCENTRATION
MEMBRANAIRE

Concentration
membranaire

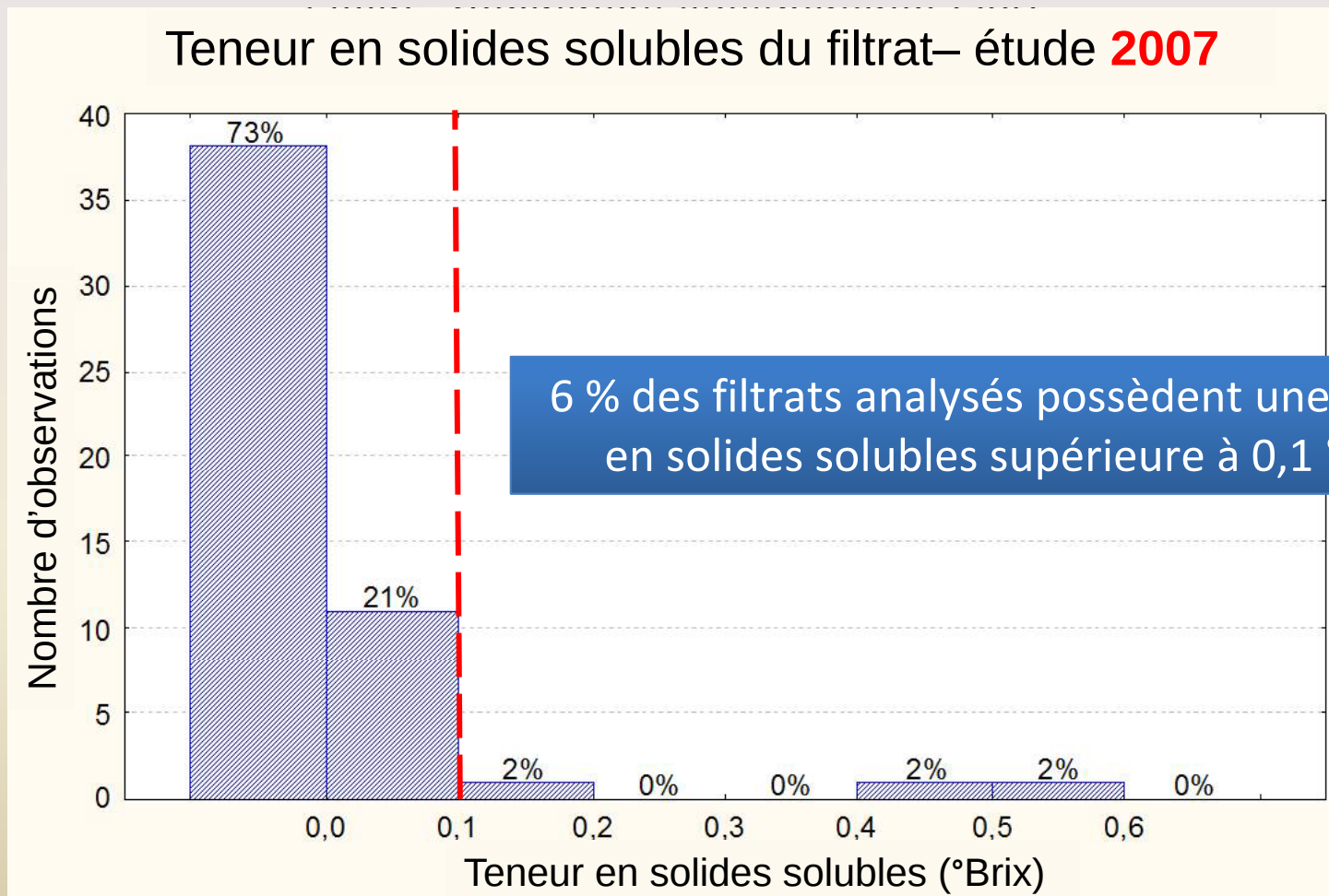
Analyse de
la sève, du
filtrat et du
concentré

PARTIE B : ÉVAPORATION
DU CONCENTRÉ

Production
de sirop
d'érable

Analyse de la
composition
du sirop
d'érable

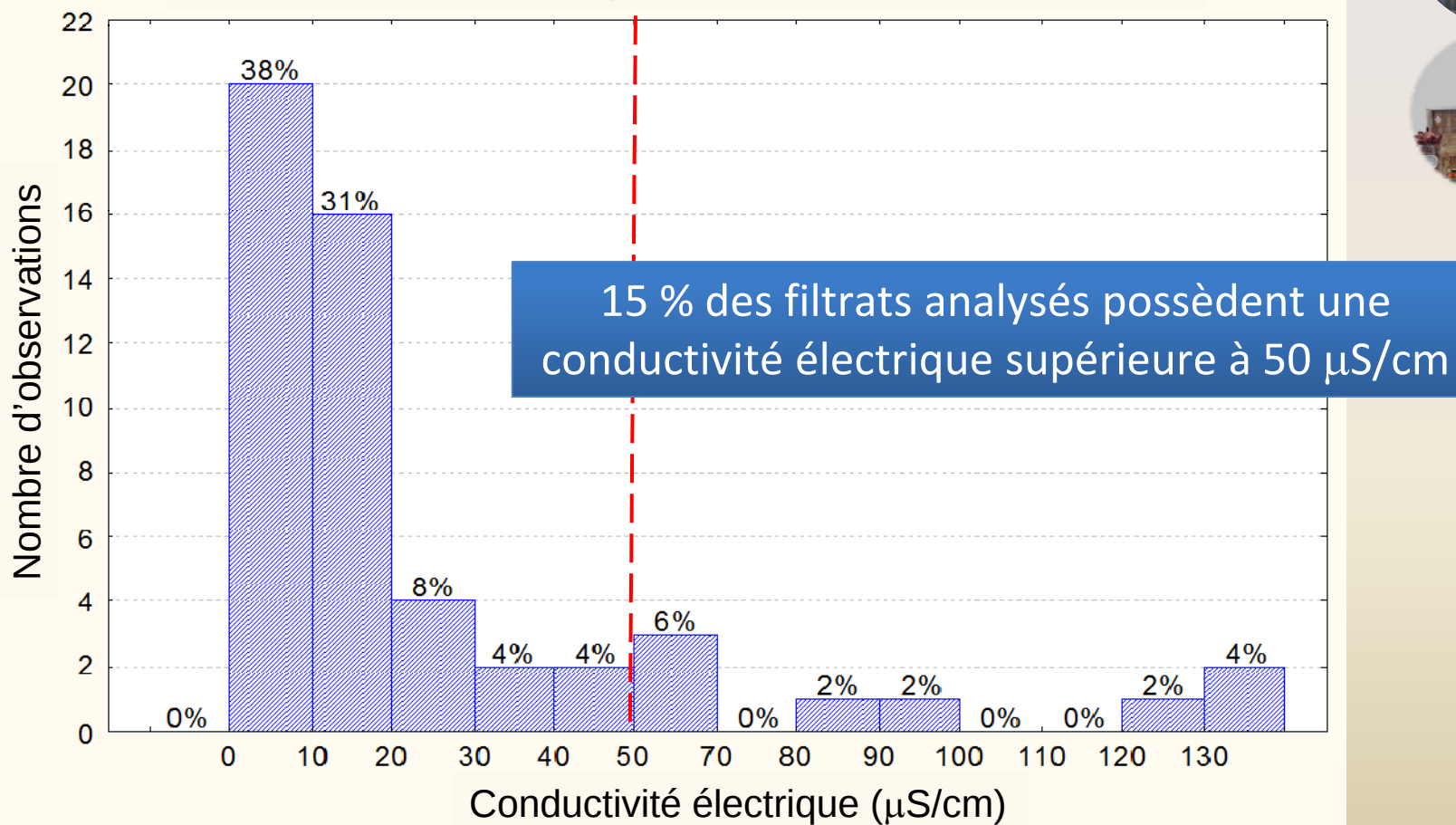
Résultats de l'étude sur le terrain (2007)



Résultats de l'étude sur le terrain (2007)

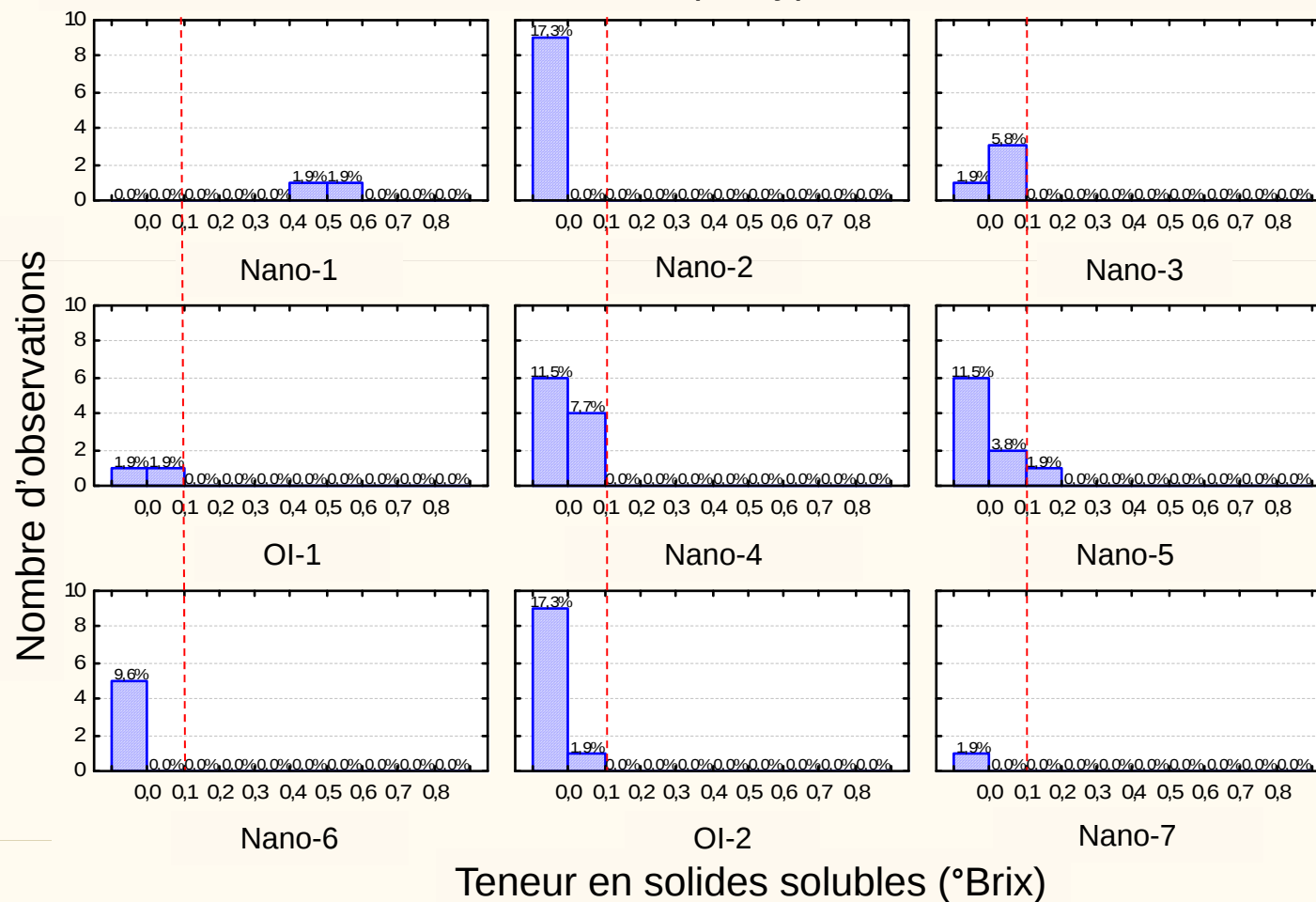


Conductivité électrique du filtrat – étude **2007**



Résultats de l'étude sur le terrain (2007)

Teneur en solides solubles du filtrat par type de membrane– étude **2007**

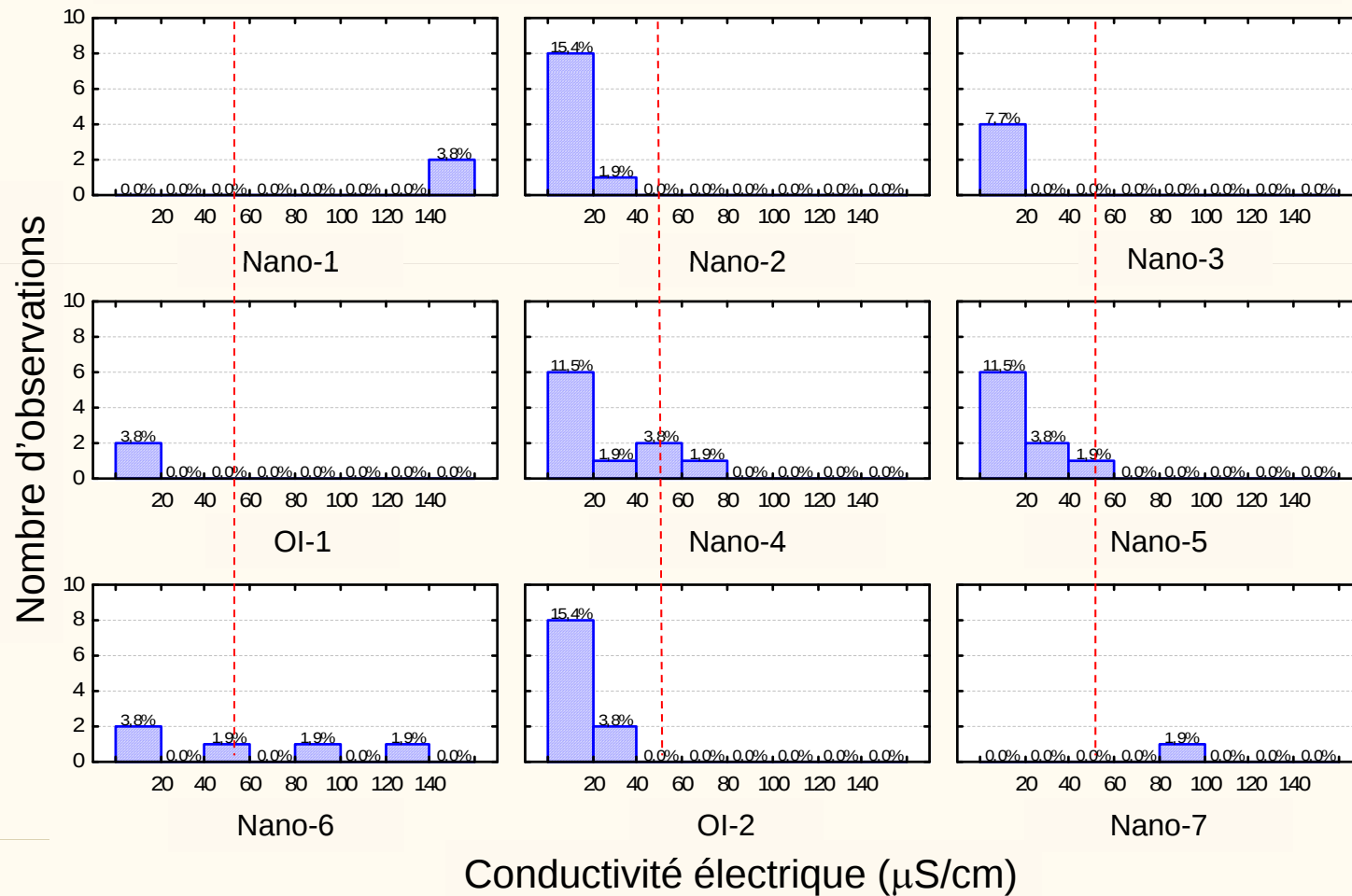


LÉGENDE

Nano = Nanofiltration
OI = Osmose inverse

Résultats de l'étude sur le terrain (2007)

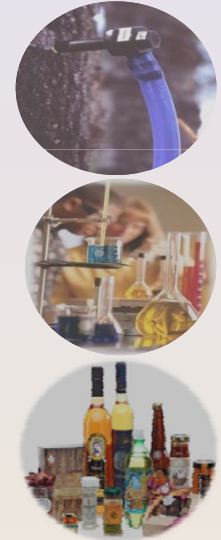
Conductivité électrique du filtrat par type de membrane— étude 2007



LÉGENDE

Nano = Nanofiltration
OI = Osmose inverse

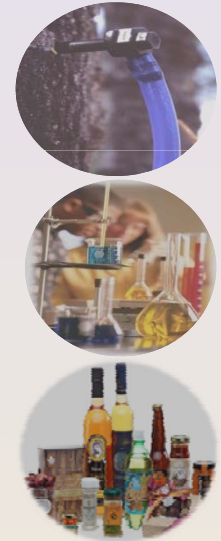
Conclusions des études sur le terrain



- Pour les 2 études sur le terrain, des filtrats qui ne rencontraient pas le standard de qualité (valeurs de référence) ont été détectés.
- Les 2 systèmes d'**osmose inverse** (comprenant le *type de membrane et sa configuration, les conditions d'opération et le régie d'entretien*) produisent des filtrats qui atteignent le standard de qualité.
- 5 des 7 systèmes de **nanofiltration** produisent des filtrats qui n'atteignent pas le standard de qualité requise.
- Lorsque le bon type de membrane est utilisé en harmonie avec une bonne régie d'opération et d'entretien de la membrane, les valeurs de référence pour le filtrat sont atteignables.

Objectif 2

Études sur le terrain et projet de recherche



PORTRAIT DE LA SITUATION

Étude
préliminaire
(2003)

Validation
(2007)

PROJET DE RECHERCHE CONTROLÉ À L'ÉCHELLE PILOTE

PARTIE A : CONCENTRATION MEMBRANAIRE

Concentration
membranaire

Analyse de
la sève, du
filtrat et du
concentré

PARTIE B : ÉVAPORATION DU CONCENTRÉ

Production
de sirop
d'érable

Analyse de la
composition
du sirop
d'érable

Étude contrôlée à l'échelle pilote

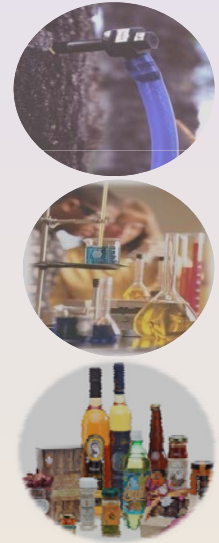
Objectif

Évaluer la performance (sélectivité) de 4 membranes utilisées en acériculture et leur incidence sur la composition et les caractéristiques sensorielles du sirop d'érable.

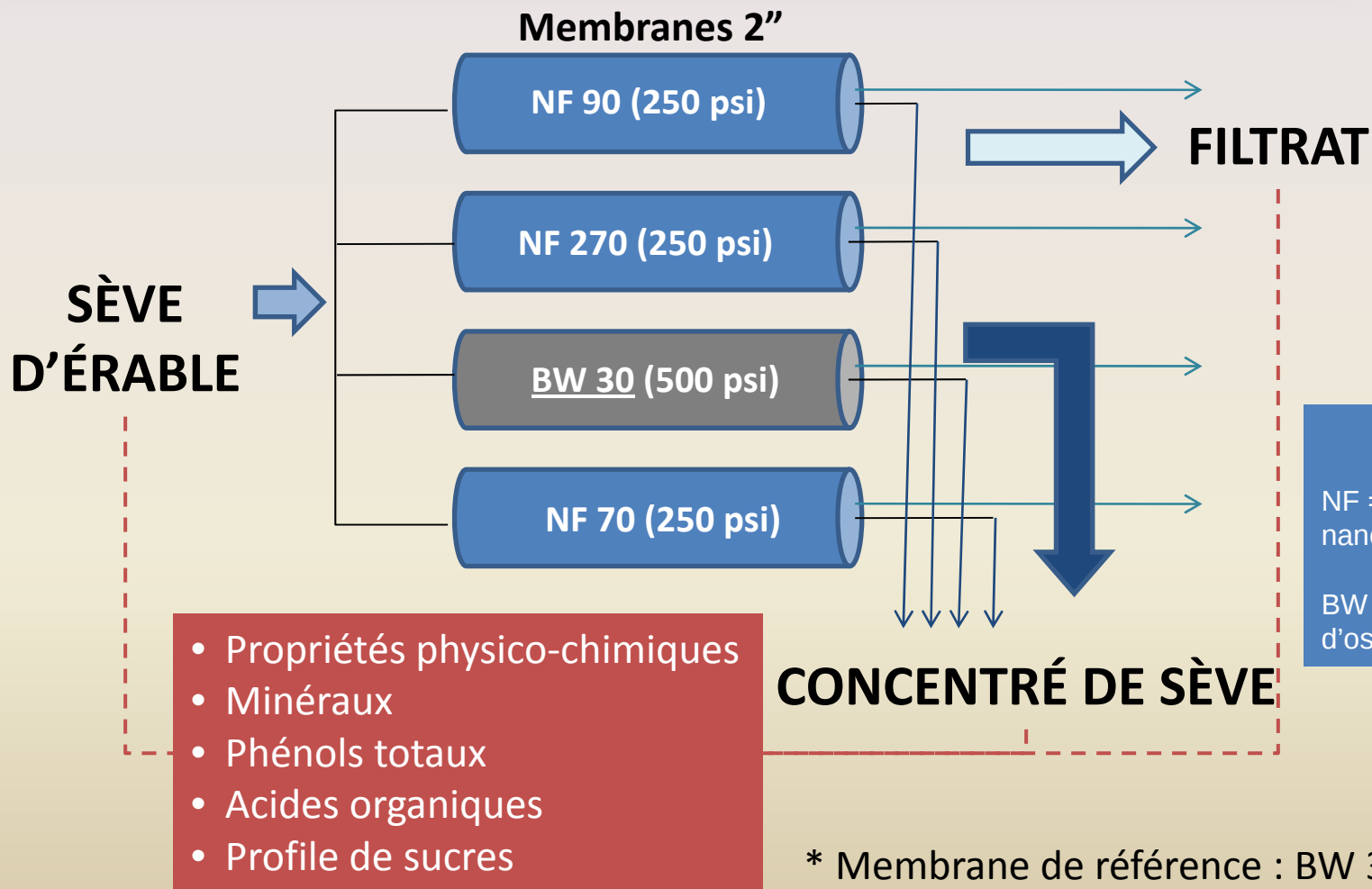
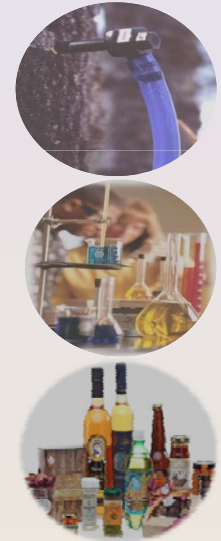


Context du projet

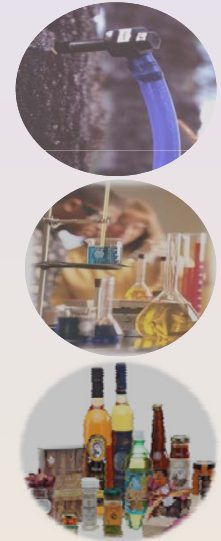
- Pourquoi a-t-on fait ce projet ?
 - ❖ Pour valider les résultats des études sur le terrain sous des conditions contrôlées
 - ❖ Pour pouvoir exprimer les résultats d'une manière homogène.



Partie A : Concentration par membrane



Partie A : Concentration par membrane

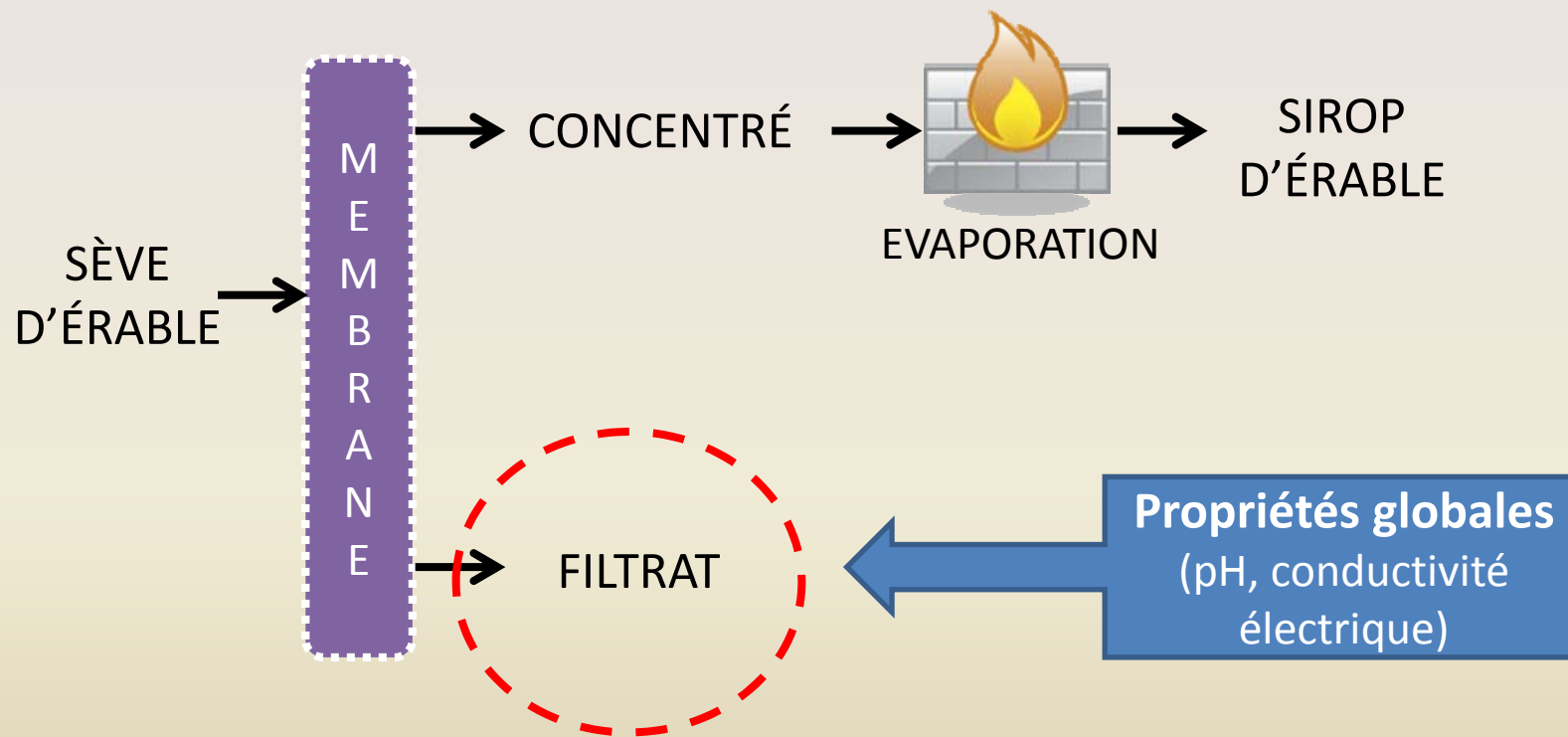


- Variables utilisées pour la sève d'érable :
 - ❖ Producteurs (2)
 - ❖ Périodes de la saison (3 : Début, milieu, fin)
 - ❖ Types de membranes (4 : NF 90, NF 270, **BW 30**, and NF 70)

- 24 concentrations membranaires complétées
 - ❖ Contrôlé à la même teneur en solides solubles ($8,0 \pm 0,2$ °Brix)

- Analyse de composition complétée sur
 - ❖ 6 sèves d'érable
 - ❖ 24 filtrats
 - ❖ 24 concentrés

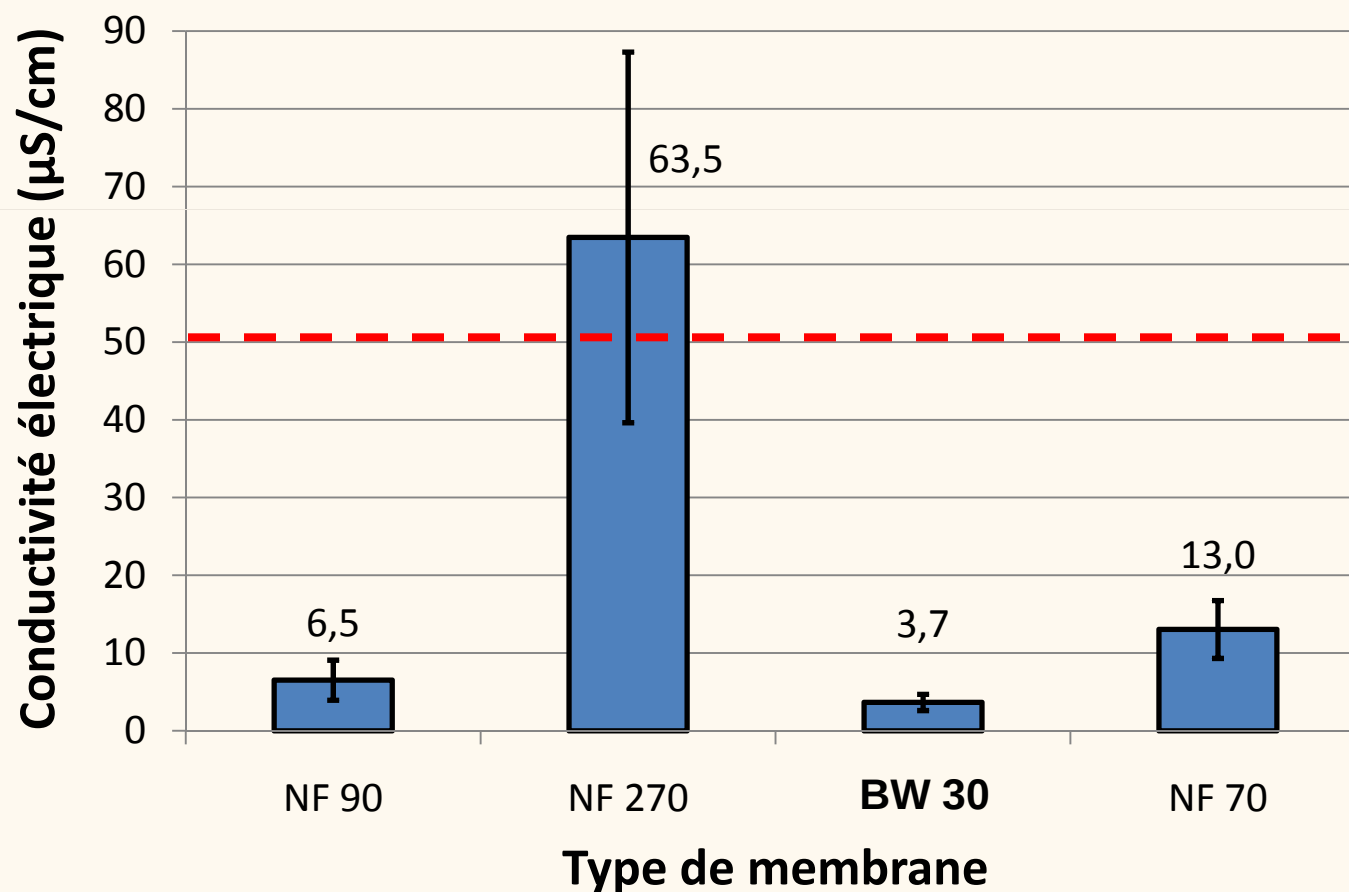
Résultats : Approche globale



Résultats : Approche globale

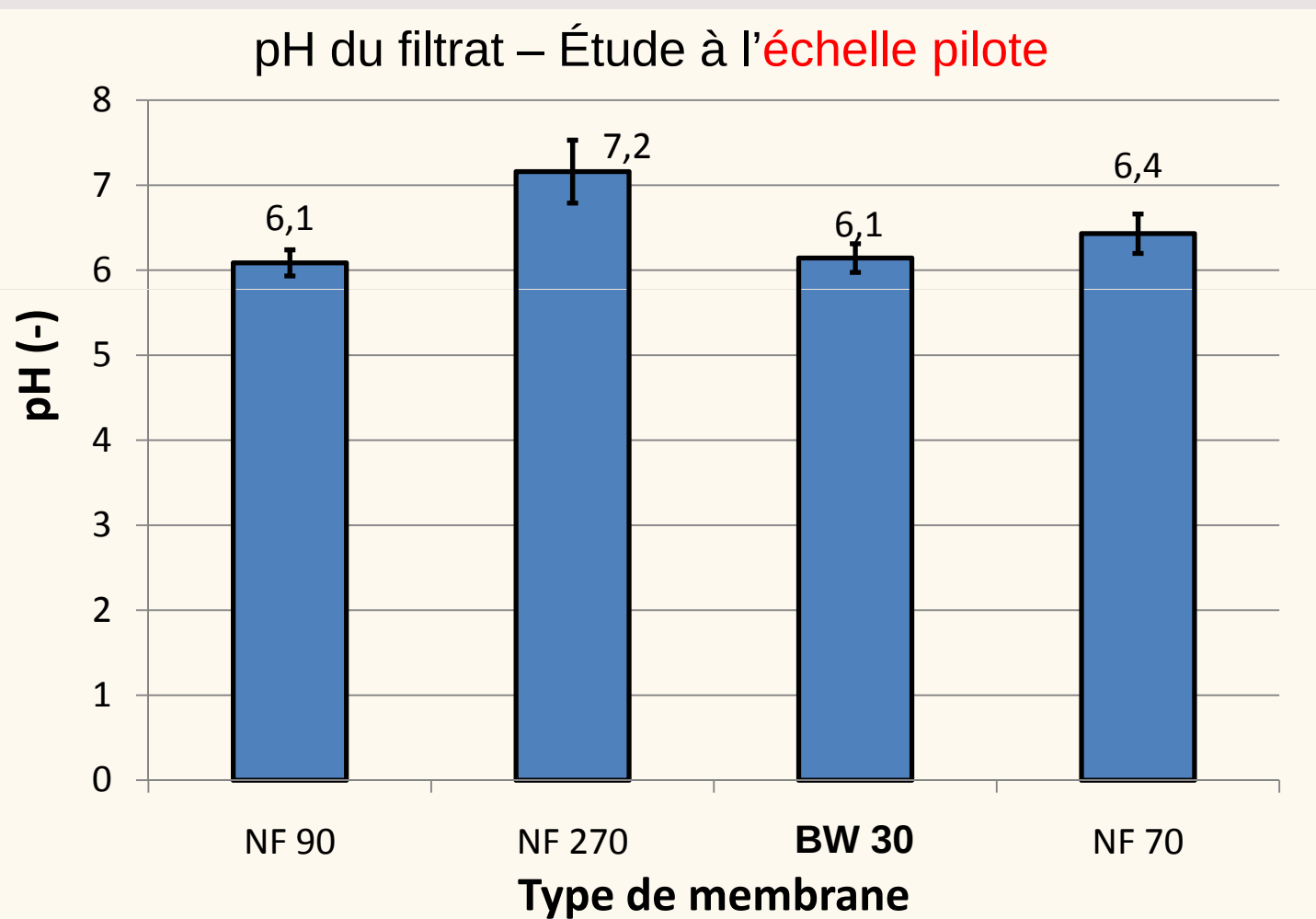
(moyenne des 2 producteurs et des 3 périodes dans la saison)

Conductivité électrique du filtrat – Étude à l'échelle pilote

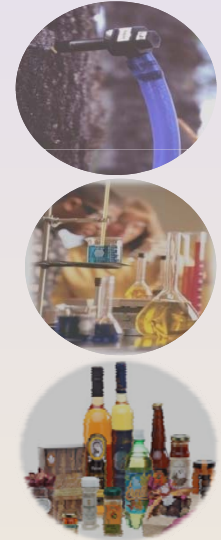
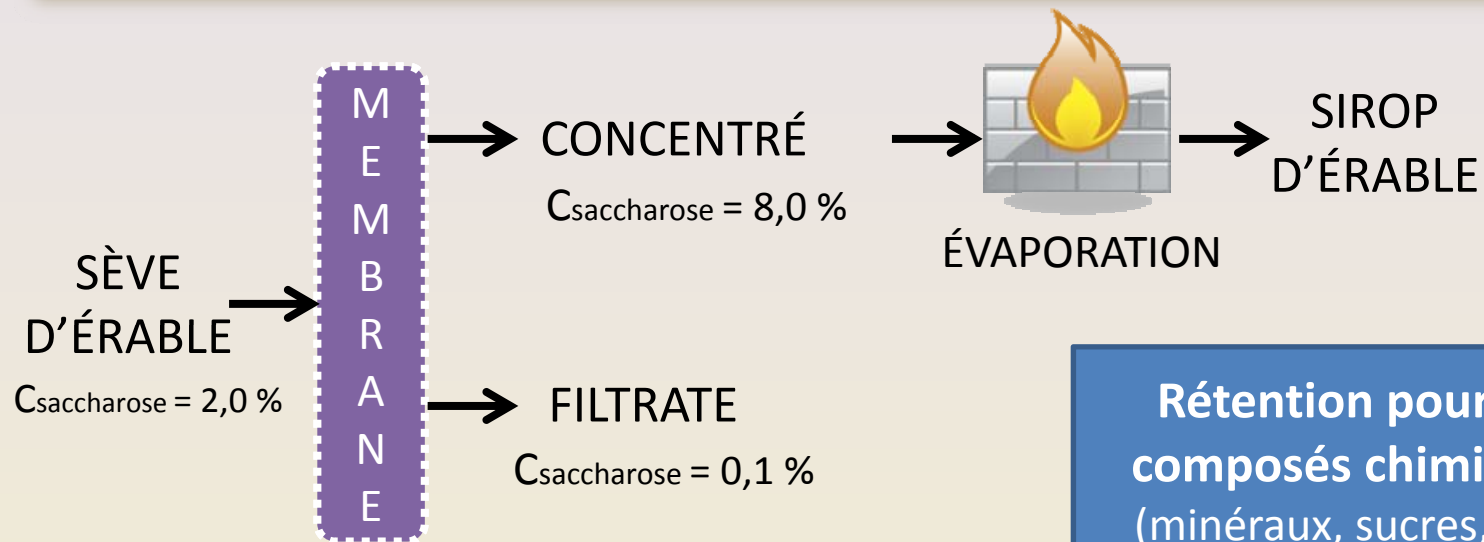


Résultats : Approche globale

(moyenne des 2 producteurs et des 3 périodes dans la saison)



Résultats : Approche microscopique



**Rétention pour les
composés chimiques
(minéraux, sucres, etc.)**

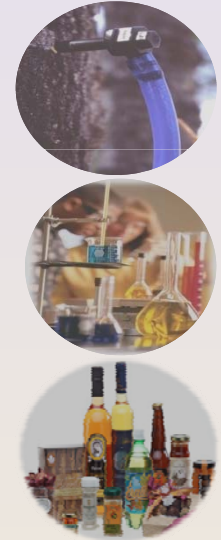
Ex. Rétention de saccharose
 $= (2,0 - 0,1) / 2,0$
 $= 95 \%$

**RÉTENTION IDÉAL
PRÈS DE 100%**



Quand la composition d'un composé (ex. saccharose) n'est pas détectable dans le filtrat par des méthodes analytiques, la rétention de ce composé est considérée être de 100 %

Résultats : Approche microscopique



Sucres
100%
Rétention

Acides organiques
(citric, fumaric, malic, pyruvic)
100%
Rétention

COMPOSITION DU FILTRAT

Minéraux
(K, Mn, Ca, Na, Mg, Zn)

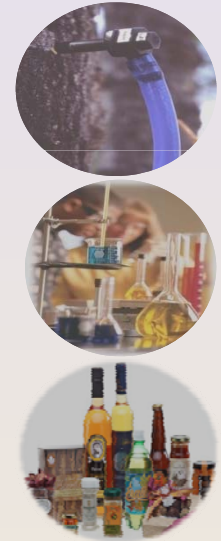
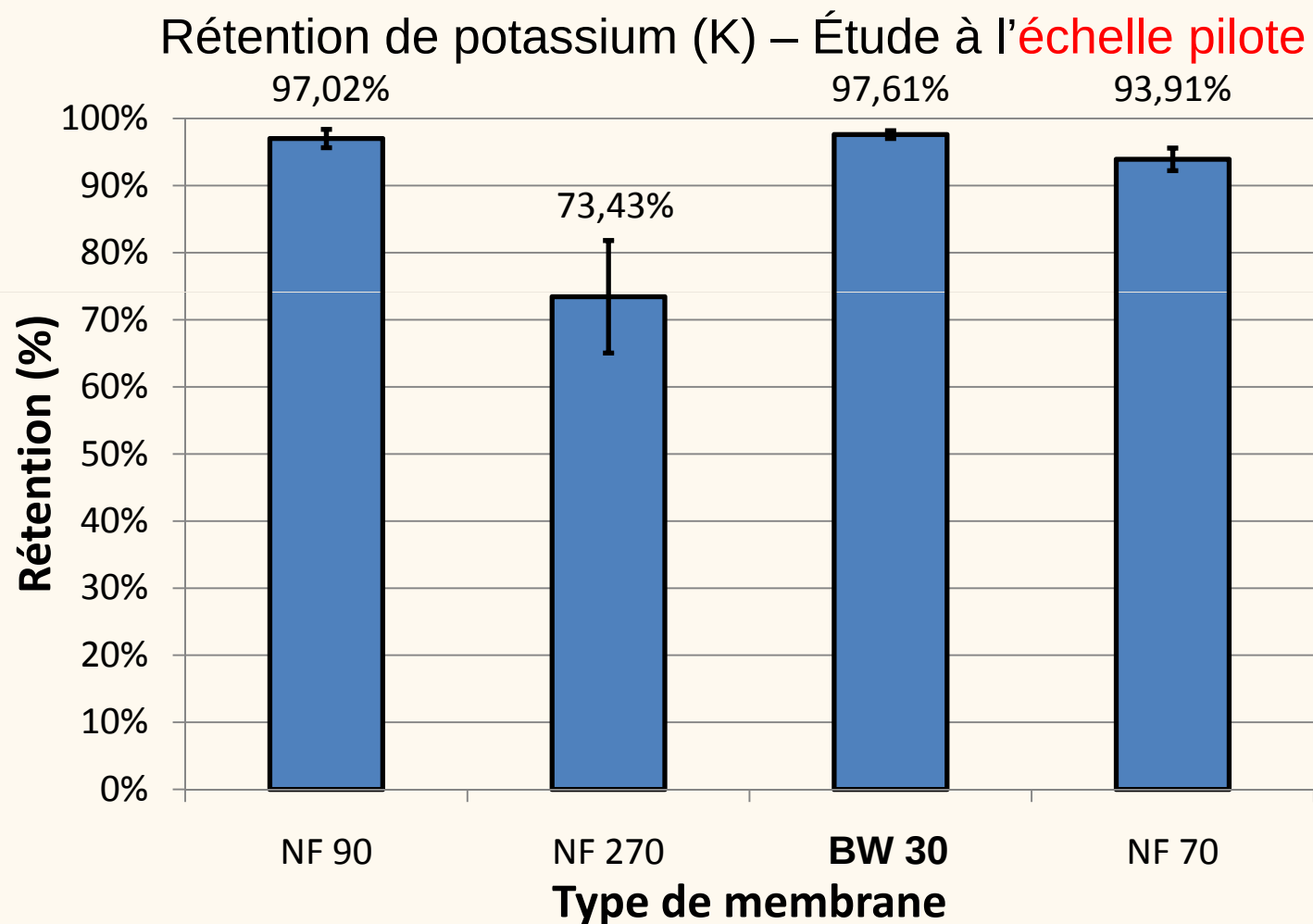
Phénols
100%
Rétention

Rétention quantifiable des minéraux :

- Mn : varie entre 93,6 to 99,9 %
- Ca : varie entre 95,1 to 99,8 %
- K : varie entre 63,0 to 98,5 %

Résultats : Approche microscopique

(moyenne des 2 producteurs et des 3 périodes dans la saison)



Objectif 2

Études sur le terrain et projet de recherche



PORTRAIT DE LA SITUATION

Étude
préliminaire
(2003)

Validation
(2007)

PROJET DE RECHERCHE CONTROLÉ À L'ÉCHELLE PILOTE

PARTIE A : CONCENTRATION MEMBRANAIRE

Concentration
membranaire

Analyse de
la sève, du
filtrat et du
concentré

PARTIE B : ÉVAPORATION DU CONCENTRÉ

Production
de sirop
d'érable

Analyse de la
composition
du sirop
d'érable

Partie B : Évaporation du concentré



- Propriétés physico-chimiques
- Minéraux
- Phénols totaux
- Acides organiques
- Profile de sucres
- Caractéristiques sensorielles

CONCENTRÉ DE SÈVE



Sirops produits pour seulement
1 des 2 producteurs

**Évaporation à
l'échelle laboratoire**



SIROP D'ÉRABLE

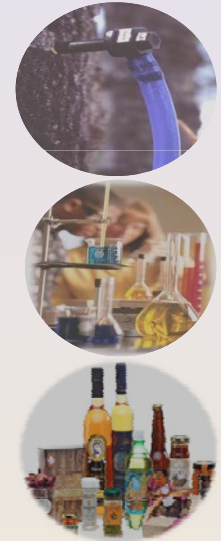


Les résultats de composition suivent la même tendance que pour les concentrés et les filtrats :

↓ K^+ dans le sirop produit à partir du concentré de la membrane NF 270

Résultats : Caractéristiques sensorielles

- **COULEUR** = Aucune différence perceptible de la transmittance
- **GOUT** : Tests de comparaison
 - ❖ Tous les sirops ont été comparés avec la membrane de référence (BW-30)
 - ❖ Pas de répétitions
 - ❖ 5 juges
 - ❖ Est-ce qu'il y avait une **différence perceptible** entre le sirop produit par la membrane de nanofiltration et celui produit par la membrane de référence d'osmose inverse?



BW 30
Sirop de
référence



NF 90



NF 270



NF 70

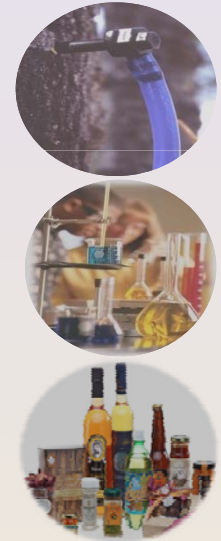


Sirops de **DÉBUT** de saison
AUCUNE DIFFÉRENCE

Sirops de **MILIEU** de saison
AUCUNE DIFFÉRENCE

Sirops de **FIN** de saison
NF 70 ≠ BW 30
(Différence aperçue)

Conclusions sur l'étude pilote



- Dans cette étude, nous supposons qu'un sirop d'érable devrait :

- ❖ Être produit à partir d'un concentré ayant près de 100 % de rétention pour chaque composé
- ❖ Avoir des caractéristiques sensorielles comparables à celle d'un sirop de référence produit à partir du concentré de la membrane d'osmose inverse

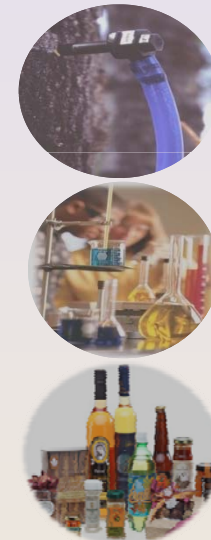


La membrane NF 270 n'atteint pas la rétention (sélectivité) désirée pour le potassium (K).

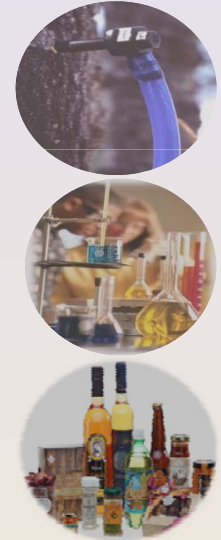
- La performance d'autres membranes utilisées dans le domaine acéricole n'a pas été évaluée dans cette étude pilote.

Conclusions

- La nanofiltration peut être une bonne option lorsque
 - ❖ La membrane est choisie avec SOIN et
 - ❖ Des bonnes conditions d'opération et d'entretien sont employées
- Il est **TRÈS IMPORTANT** de surveiller les propriétés du filtrat
 - ❖ Conductivité électrique
 - ❖ Teneur en solides solubles
 - ❖ Composition microscopique
- Dans notre étude, seulement certains composés du sirop d'érable ont été analysés. D'autres composés tels que les antioxydants, les composés bioactifs, certains acides organiques, etc. n'ont pas été étudiés.



À l'avenir



Cette étude ouvre la porte à une réflexion sur l'établissement de références quant à la rétention minimale nécessaire pour les composés du sirop d'érable.



Merci pour votre attention

- Ce projet a été réalisé grâce à l'aide financière du :
 - ❖ MAPAQ
 - Programme d'appui financier aux regroupements et aux associations de producteurs désignés
 - La Table sectorielle en acériculture
 - ❖ Centre ACER
- Les travaux ont été complétés par l'équipe du Centre ACER avec l'aide des conseillers en acériculture du MAPAQ pour les études sur le terrain.

