

**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

Tiré de : Colloque régional en acériculture, région 04
Motel Colibri, Victoriaville
Jeudi, le 19 janvier 1995.

**Comparaison entre deux types de membranes d'osmose
inversée utilisées pour la concentration partielle de l'eau
d'érable.**

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



Résumé

Depuis plus d'une dizaine d'années, l'osmose inversée fait partie de l'environnement technologique des acériculteurs du Québec. Bien qu'on ait déjà démontré que la concentration partielle de l'eau d'érable par osmose inversée n'a pas un effet significatif sur la qualité (saveur et couleur) des sirops produits, on se doit de bien évaluer les caractéristiques fonctionnelles et techniques des membranes qui équipent ces appareils. Il est possible que certaines de ces caractéristiques puissent éventuellement modifier les propriétés des sirops et de ce fait, interdisent leur utilisation en acériculture. La capacité de traitement d'une membrane (exprimée en litres de sève concentrés par heure à une température et un pourcentage de séparation constants) ne devrait en aucun cas être le critère principal de sélection. L'intégrité du filtrat, la facilité relative d'entretien et la durabilité devraient être les caractéristiques principales à prendre en considération.

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
Objectifs du projet	1
Hypothèses	2
Dispositif expérimental	2
Matériel et méthodes	2
Protocole expérimental	2
Résultats et discussion	4
Perméation à l'eau pure (PEP)	4
Volume cumulatif d'eau d'érable concentrée partiellement par osmose.	4
Effet de la température de l'eau de rinçage	5
Qualité du filtrat (pertes)	5
Minéraux dans l'eau d'érable	6
Pertes d'éléments minéraux dans le filtrat	7
Conclusion	7

Comparaison entre deux types de membranes d'osmose inversée utilisées pour la concentration partielle de l'eau d'érable.



Introduction

Depuis plus d'une dizaine d'années, l'osmose inversée fait partie de l'environnement technologique des acériculteurs du Québec. Bien qu'on ait déjà démontré que la concentration partielle de l'eau d'érable par osmose inversée n'a pas un effet significatif sur la qualité (saveur et couleur) des sirops produits, on se doit de bien évaluer les caractéristiques fonctionnelles et techniques des membranes qui équipent ces appareils. Il est possible que certaines de ces caractéristiques puissent éventuellement modifier les propriétés des sirops et de ce fait, interdisent leur utilisation en acériculture. La capacité de traitement d'une membrane (exprimée en litres de sève concentrés par heure à une température et un pourcentage de séparation constants) ne devrait en aucun cas être le critère principal de sélection. L'intégrité du filtrat, la facilité relative d'entretien et la durabilité devraient être les caractéristiques principales à prendre en considération.

Les essais dont les résultats sont présentés dans ce rapport ont été réalisés à l'érablière de Norbertville, érablière qui est un des sites expérimentaux du Centre de Recherche en Acériculture (CRA) du Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation du Québec. Je profite de l'occasion pour remercier l'équipe de techniciens qui travaillent à l'érablière et particulièrement, M. Julien Lavoie, qui a réalisé les essais et procédé à la compilation des données.



Objectifs du projet

- Évaluer les performances relatives de deux types de membranes sur la base de leur capacité de traitement, de la qualité de leur filtrat et leur résistance au colmatage.
- Mettre au point des techniques de lavage et d'entretien qui tiennent compte de la nature particulière du procédé en acériculture. En effet, dans la majorité des applications d'osmose inversée, c'est le filtrat qui est la solution retenue. En acériculture, nous retenons le **concentré** et non le **filtrat**, d'où le risque plus élevé de contamination des sirops produits à partir du concentré.
- Développer des outils simples permettant aux utilisateurs d'évaluer et d'interpréter les performances de leur appareil.



Hypothèses

De façon particulière, le projet vise à vérifier les hypothèses suivantes :

- Les deux types de membranes mis à l'essai sont différents en ce qui a trait :
 - au taux de perméation et à la capacité de traitement de l'eau d'érable;
 - à la perte d'éléments dans le filtrat;
 - à leur facilité relative d'entretien.
- L'opérateur d'osmose inversée obtient des avantages mesurables en maintenant la température des eaux de rinçage à 40 °C



Dispositif expérimental

Matériel et méthodes

- L'appareil d'osmose inversée utilisé est un prototype développé et mis au point en collaboration avec "Les Équipements Lapierre Inc" de St-Ludger.
- Les 4 membranes mises à l'essai sont toutes de marques Filmtec. Deux sont de type BW ("Brackish water") alors que les deux autres sont de type NF (pour Nano-filtration ou ultra-osmose)
 - Filmtec, BW304040, no série A-1 143831
 - Filmtec, BW304040, no série A-1 143602
 - Filmtec, NF-704040, no série A-1 367756
 - Filmtec, NF-704040, no série A-1 367755
- Les données relatives aux débits sont mesurées par pesée grâce à un montage utilisant une balance de précision Mettler, 10kg (précision de $\pm 1g$) et un progiciel informatique monté sur un "Data Logger", C.S.I. Inc., Modèle CR10.
- Tous les débits de filtrats sont normalisés à 25°C en utilisant une courbe de correction fournie par la compagnie Filmtec. Les débits de concentré sont par la suite ajustés par calcul en fonction du taux de séparation mesuré.
- Le dosage des éléments minéraux a été réalisé sur un "Argon Plasma Spectromètre", ICAP Jarrell-Ash, Modèle 9000, avec une limite de détection de 100 ppb (0,1 ppm).

Protocole expérimental

- Toutes les membranes doivent avoir le même nombre d'heures d'opération en mode de "concentration" à la fin d'une saison d'essais.

- Toutes les membranes sont alimentées “en parallèle” c'est à dire qu'elles traitent simultanément la même eau d'érable (qualité bactérienne, taux de sucre, inclusions organiques et minérales et température rigoureusement identiques).

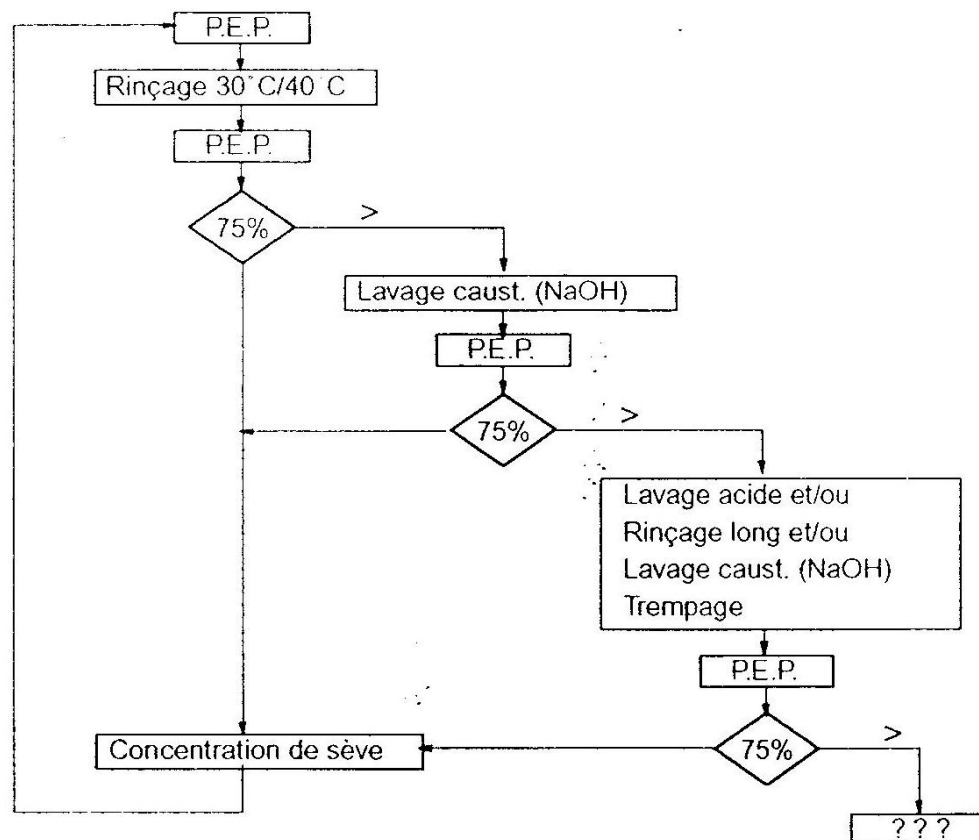


Figure 1. Cycle typique de concentration et processus décisionnel quant aux opérations d'entretien

- Au début de chaque cycle de concentration (figure 1), la perméation à l'eau pure (PEP) de chaque membrane doit être supérieure à 75% du PEP originel, c'est-à-dire de la perméation des membranes neuves.
- Une membrane de type BW et une membrane de type NF seront rincées avec un filtrat maintenu à 30° C alors que les deux autres membranes de chaque paire seront rincées avec du filtrat à 40° C. La durée du rinçage sera maintenue constante soit de 30 à 40 minutes.
- Lorsqu'un lavage sera nécessaire, on débutera obligatoirement avec une solution caustique faite de NaOH, 1 N dans un volume de filtrat nécessaire pour obtenir un pH de 10,5 à 11.



Résultats et discussion

Perméation à l'eau pure (PEP)

La perméation à l'eau pure (Pure Water Permeation) ou PEP est la mesure de l'état permanent de colmatage ou encore, la mesure de la propreté d'une membrane. Pour effectuer cette mesure, on utilise de l'eau pure (filtrat) de façon à ce que la pression osmotique -- c'est à dire la force qui s'oppose au passage de l'eau à travers la membrane lorsque l'appareil est en mode de concentration-- soit la plus faible possible. Idéalement, et si l'appareil a été adéquatement rincé, la pression osmotique est alors nulle. Dans ces conditions, la quantité d'eau qui passe à travers la membrane pour une pression mécanique donnée rend exactement et uniquement compte de la propreté et/ou du colmatage de la membrane.

Cette mesure de débit est ensuite normalisée pour une température de référence donnée, habituellement 25 °C, à l'aide d'un facteur de correction normalement fourni par le fabricant de la membrane. Si on divise cette mesure de débit par celle obtenue en suivant les mêmes procédures mais alors que la membrane était neuve, on obtient alors une mesure de l'efficacité (EFF) de la membrane. Ce simple outil mathématique devient extrêmement utile puisqu'il permet au propriétaire d'un appareil d'osmose inversée de qualifier la pertinence des opérations d'entretien qu'il vient d'effectuer, ou encore, d'obtenir en tout temps une mesure du niveau d'usure de sa membrane.

(NOTE: Un texte indiquant précisément les étapes à suivre pour effectuer le calcul du PEP ainsi que de l'efficacité (EFF) d'une membrane d'osmose inversée est disponible. Pour l'obtenir, veuillez suivre ce lien: <http://www.centreacer.qc.ca/publications/infofiches/PDF/256a0395.pdf>.)

Volume cumulatif d'eau d'érable concentrée partiellement par osmose.

La publicité donne aux membranes de type NF une capacité de traitement qui est près du double des membranes de type BW. Cette prétention est exacte lorsque la concentration de la solution finale est très faible ou encore, lorsqu'on utilise de l'eau pure.

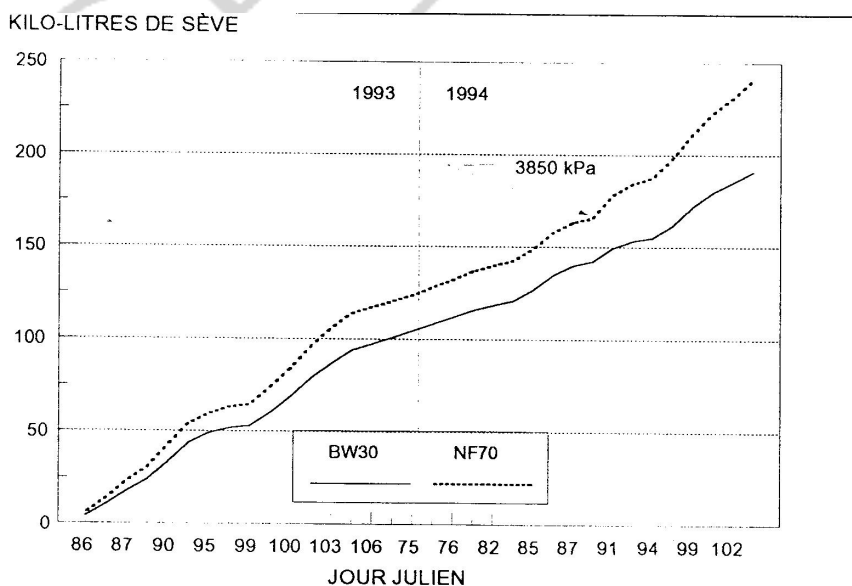


Figure 2. Volume cumulatif d'eau d'érable traitée par chaque paire de membranes

Cependant, lorsqu'on utilise ces membranes pour concentrer normalement de l'eau d'érable, cette différence n'est plus que de 20% au cumulatif de la saison 1993 et de 36% après la saison 1994. Il s'agit donc d'une augmentation moyenne de 27.5% pour l'ensemble de la période. La différence entre les deux saisons s'explique essentiellement par le fait que la pression d'opération des membranes NF qui était de 250 lb/po² conformément aux spécifications du manufacturier pendant toute la saison 1993, a été majorée à 500 lbs/po² au milieu de la saison 1994. Cette modification avait pour objet de simuler des conditions d'opérations similaires à celles qu'on peut observer chez les producteurs utilisant ce même type de membrane. Les résultats qui sont illustrés à la figure 2 sont quand même éloignés du 100% d'augmentation que suggère la publicité.

Effet de la température de l'eau de rinçage.

Le rinçage des membranes après chaque utilisation est aujourd'hui reconnu par tous les opérateurs d'osmose inversée comme étant le moyen le plus sûr pour optimiser leur performance. Cette opération permet également de diminuer la fréquence des lavages qui requièrent l'utilisation de produits chimiques (soude caustique; solution acide ou enzymatique).

Plusieurs fabricants d'appareils recommandent l'utilisation de très grand volume de filtrat froid. Cette technique nous semble coûteuse, requérir beaucoup de temps et surtout, être peu efficace si on la compare à celle qui consiste à utiliser un faible volume (environ 20 fois le volume mort de l'appareil), recirculé pendant 30 minutes alors que sa température est à 40 °C.

De façon à optimiser la température de la solution de rinçage, on a soumis chaque type de membranes à des températures de 30°C et 40°C. Les résultats illustrés au tableau 1 montrent que si l'effet de la température de rinçage est faible dans le cas des membranes de type BW, cet effet atteint près de 10% au cumulatif des deux saisons pour les membranes de type NF.

Tableau 1. Effet de la température de rinçage sur la capacité de traitement des membranes

		Membranes de type BW		Membranes de type NF	
		BW-30°C	BW-40°C	NF-30°C	NF-40°C
1993	Eau d'érable (L)	48121	49388	56868	60253
	Δ%		2.63%		5.95%
1994	Eau d'érable (L)	41085	42137	53083	60389
	Δ%		2.26%		13.76%
TOTAL	Eau d'érable (L)	89206	91525	109951	120642
	Δ%		2.60%		9.72%

Ces résultats nous semblent confirmer l'effet de la température de la solution de rinçage sur les performances des membranes. De plus, si les spécifications des membranes le permettent, un rinçage de trente (30) minutes à une température de 40°C semble optimiser l'effet de cette opération.

Qualité du filtrat (pertes)

Théoriquement, le phénomène d'osmose ou d'osmose inversée implique uniquement le passage de l'eau pure à travers la paroi membraneuse sans qu'aucun des éléments dissous dans la solution ne puisse se retrouver dans le filtrat.

C'est d'ailleurs pourquoi la technique de l'osmose inversée a été reconnue comme une technologie pouvant s'appliquer au processus de fabrication du sirop d'érable étant donné qu'il assure strictement une concentration de l'eau d'érable sans qu'aucun élément en solution ne puisse, de façon significative, être éliminé ou perdu. La qualité du filtrat devient donc un élément important à considérer lorsque vient le moment de choisir un appareil d'osmose inversée.

Minéraux dans l'eau d'érable

ÉLÉMENTS	SEVE	BW-CONC.	BW-FILT.	NF-CONC.	NF-FILT.
Al	.029	.055	.007	0.058	.007
Ca	82.99	195.05	.94	183.39	3.382
Cd	<.01	<.01	<.01	<.01	<.01
Cu	1.54	3.04	0.61	2.51	0.672
Fe	0.105	.249	0.001	0.253	.001
K	53.74	119.9	2.014	100.2	16.607
Mg	7.55	17.48	0.08	18.08	0.235
Na	.93	2.71	0.098	1.762	0.808
P	.458	1.098	0.035	1.126	0.032
Pb	<.01	<.01	<.01	<.01	<.01

Figure 3a

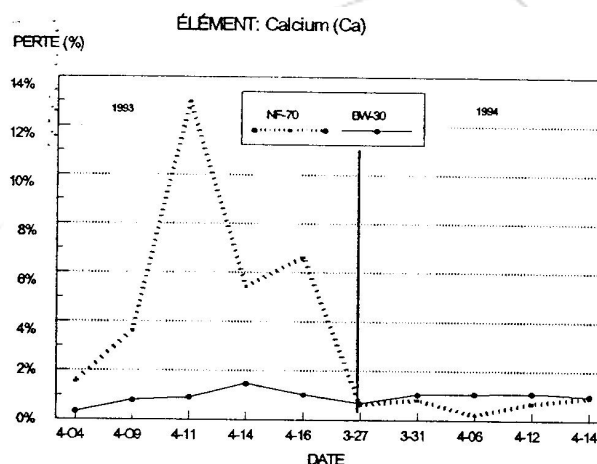


Figure 3b

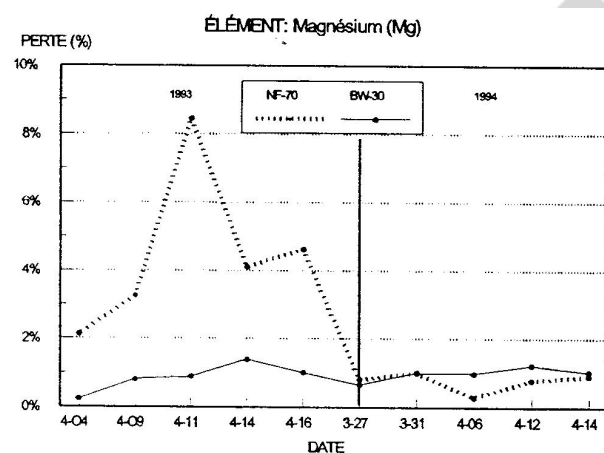


Figure 3c

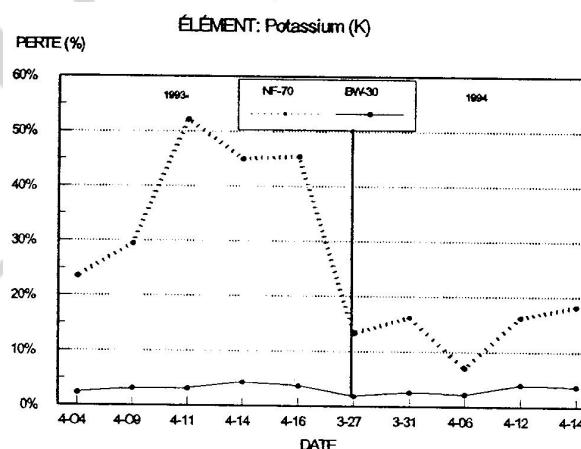


Figure 3d

Figure 3. Tableau indiquant la concentration (ppm) des principaux éléments minéraux dans le concentré et dans le filtrat (3a) ainsi qu'une illustration des pertes en calcium (3b), magnésium (3c) et en potassium (3d) dans le filtrat, exprimées en % de leur concentration dans l'eau d'érable.

Le tableau apparaissant à la figure 3a indique la concentration moyenne des éléments minéraux présents dans l'eau d'érable récoltée pendant les saisons de production 1993 et 1994. Précisons au départ que si des métaux lourds tels que le plomb (Pb), le zinc (Zn) et le cadmium (Cd) sont présents dans l'eau d'érable, ils le sont à des niveaux inférieurs à 0,01 ppm, soit le seuil de détection des méthodes utilisées dans le cadre de ce projet.

L'aluminium (Al), le cuivre (Cu), le fer (Fe) et le sodium (Na) sont autant d'éléments qui proviennent pour une bonne part d'une certaine contamination de l'eau d'érable par les équipements de collecte. De façon générale, on les retrouve sous forme de trace ou à des concentrations voisines du seuil de détection.

Les éléments minéraux qui définissent principalement l'eau d'érable (en accord avec la littérature déjà publiée sur le sujet) sont le calcium (Ca), le magnésium (Mg) et le potassium (K) dont les concentrations moyennes respectives ont été de 83, 54 et 8 ppm pour les échantillons prélevés en 1993 et 1994.

Pertes d'éléments minéraux dans le filtrat

Ces pertes ont été calculées sur la base d'un bilan massique et sont exprimées en terme de pourcentage des concentrations mesurées dans l'eau d'érable. Les figures 3b, 3c et 3d permet d'observer que les pertes mesurées dans le filtrat des membranes de type BW ont toujours été très faibles permettant un taux de rétention variant entre 95 et 97% pour le potassium et près de 99% pour les deux autres éléments. Ce type de membrane est d'ailleurs vendu comme une membrane d'osmose inversée.

Les pertes mesurées dans le filtrat des membranes de type NF sont cependant fort différentes. Pendant la première partie de l'expérience (saison 1993), ces pertes pouvaient même être qualifiées d'intolérables puisque le potassium notamment n'était retenu que dans une proportion variant entre 50 et 60%. Pour des raisons qui demeurent pour le moment inconnues, ces pertes ont considérablement diminué dès le début de la saison 1994 pour se situer à des niveaux tout à fait semblables à ceux observés dans les filtrats des membranes BW. Si ces résultats devaient se confirmer, on pourrait alors reconnaître les membranes de type NF70 de Filmtec comme étant une membrane dont la qualité du filtrat la qualifie pour la concentration partielle de l'eau d'érable... dès sa deuxième année d'utilisation.



Conclusion

Les essais réalisés dans le cadre de ce projet nous ont permis de développer une technologie et des outils mathématiques simples qui assurent aux opérateurs d'appareils d'osmose inversée la possibilité de mesurer les changements importants qui peuvent survenir au niveau des caractéristiques fonctionnelles de leurs membranes. De plus, les mesures de PEP (Perméation à l'Eau Pure) et de L'EFF. (efficacité) des membranes permettent d'effectuer les opérations d'entretien des appareils à l'intérieur d'un processus formel de décision (voir figure 1). Ce processus, en plus d'assurer un diagnostic précoce des problèmes de colmatage, limite au minimum le recours à des produits chimiques de lavage qui, en plus d'être coûteux, représentent toujours un potentiel de contamination des produits d'érable issus de cette technologie de fabrication.

À titre d'exemple, si on relie chacun des points indiquant les mesures du PEP pour un même groupe de membranes en utilisant une droite de régression (figure 4), on observe une pente légèrement positive pour les membranes de type BW ce qui témoigne d'un maintien et même, d'une légère amélioration des caractéristiques originelles d'écoulement. Par contre, cette pente est négative pour la droite illustrant le comportement des membranes de type NF. Cette observation tendrait à démontrer qu'à terme, les débits à l'eau pure de ces deux types de membranes tendent à devenir égaux. Bien plus, si cette tendance devait se confirmer, les débits à l'eau pure des membranes de type BW pourraient devenir supérieurs à ceux des membranes NF en moins de quatre (4) ans d'utilisation. Rappelons qu'à l'origine, le PEP des membranes NF était plus que le double de celui mesuré pour les membranes de type BW (9,0 litres/min vs 4.25 litres/min). Il s'agit en fait du seul argument qui appuyait la vente de ces membranes!!!

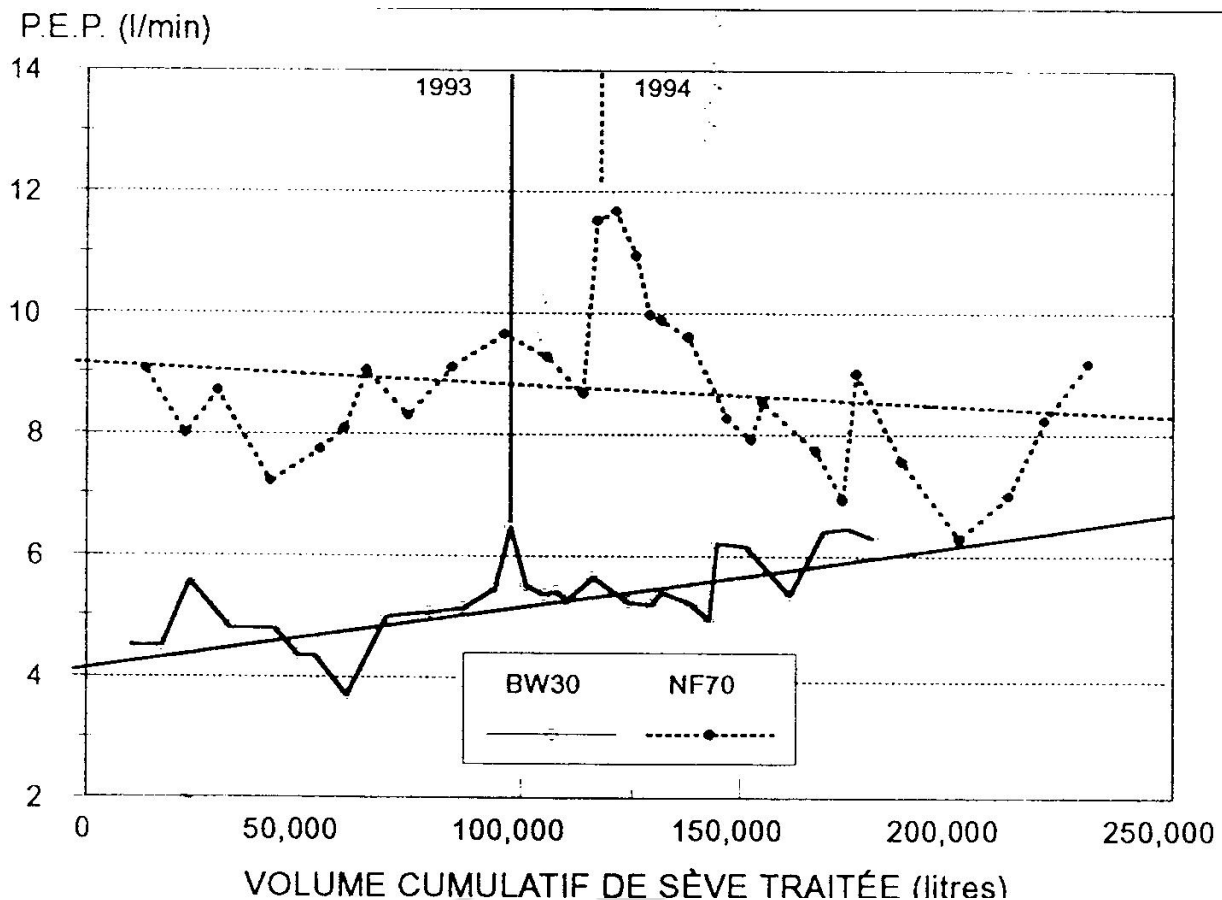


Figure 4. PEP moyen au début de chaque cycle de concentration de l'eau d'érable

Une autre conclusion devrait également s'imposer d'elle-même; il faut changer l'attitude actuelle qui consiste à ne considérer que la capacité de traitement à l'eau pure d'une membrane neuve comme critère ultime de sélection. Au contraire, on devrait se faire une obligation stricte de considérer toutes les caractéristiques fonctionnelles et opérationnelles d'une membrane avant d'accepter de l'introduire à l'intérieur d'un processus de fabrication d'un produit alimentaire qui est soumis à des contraintes commerciales et réglementaires tout à fait particulières. Si les acériculteurs et les entreprises associées à la vente d'équipements acéricoles veulent éviter d'altérer l'image de pureté et d'intégrité des produits de l'érable, ils devront faire preuve de beaucoup plus de rigueur dans les choix technologiques qui ne manqueront certainement pas de se poser à eux au cours des prochaines décennies. Ainsi, les acériculteurs devraient peut-être exiger que ceux qui leur proposent un nouveau type de membrane leur fournissent en même temps des tests rigoureux de performance. Ceux-ci devraient lui permettre de juger objectivement et sur une base technologique valable des véritables qualités de ce nouveau produit

LA QUALITÉ DES PRODUITS ACÉRICOLES... C'EST AUSSI, ET PEUT-ÊTRE SURTOUT, LA QUALITÉ DES OUTILS QUI SERVENT À LE FABRIQUER!