

La séparation membranaire : comment maintenir la performance des membranes?

Alfa Arzate, Ph.D. – chercheur en procédé alimentaire

La concentration de la sève d'érable par membrane

La concentration partielle de la sève d'érable consiste à retirer de l'eau contenue dans la sève à l'aide d'une membrane. Le liquide qui reste du côté de la membrane est appelé **concentré de sève** et l'eau qui traverse la membrane est appelée **filtrat**. L'utilisation d'un concentré de sève permet de réduire le coût d'évaporation qui est directement lié à l'achat de combustible (huile de chauffage no. 2). Lorsque le prix du combustible est élevé, cette économie devient importante. En effet, le coût d'évaporation d'un concentré à 8 °Brix est 75 % moins élevé que celui d'une sève à 2 °Brix.

Les membranes et les appareils utilisés en acériculture

De nos jours, les appareils utilisés pour concentrer la sève d'érable (**concentrateurs**) utilisent des membranes d'osmose inverse et/ou de nanofiltration. Ces membranes sont des couches très minces qui, sous l'action d'une pression, servent à faire une **séparation à l'échelle microscopique**. Elles laissent passer l'eau avec un éventuel entraînement sélectif de certains éléments présents dans la sève d'érable, mais elles retiennent la majorité d'éléments présents dans la sève tels que les sucres. Les mécanismes complexes qui gouvernent cette séparation peuvent s'expliquer de façon générale d'une part par un mécanisme de tamisage et d'autre part par un mécanisme chimique. Le **mécanisme de tamisage** permet de retenir complètement ou partiellement les éléments de taille supérieure à la taille des pores de la membrane. Le **mécanisme chimique** permet la rétention de certains éléments sur la base des différentes interactions et affinités entre ces éléments et la membrane. Le pouvoir de séparation d'une membrane dépend donc de sa structure et de la nature du matériau membranaire.

Les deux propriétés primordiales d'une membrane sont sa perméabilité et sa sélectivité. La **perméabilité** est un paramètre qui caractérise l'aisance avec laquelle l'eau traverse la membrane. La **sélectivité** est une caractéristique de surface de la membrane, qui détermine quels composés de la solution la traversent. De part sa nature, la capacité de traitement (volume par unité de temps à traiter) d'une membrane de nanofiltration est plus élevée que celle d'une membrane d'osmose inverse. Par contre, cette dernière est plus sélective. Le taux de rétention d'un élément donné peut varier en fonction des caractéristiques de la membrane, des caractéristiques de l'élément et des conditions d'opération. Chaque appareil de séparation membranaire possède donc ses propres **limites d'opération** dépendantes de sa configuration et du type de membrane utilisée.

En acériculture, des membranes spiralées faites en polymères tel que le polyamide sont généralement utilisées. Ces membranes sont composées d'une couche active ultramince (0,3 à 3 microns) qui assure la sélectivité et la perméabilité de la membrane, d'une couche intermédiaire macroporeuse (40 à 100 microns) qui assure la liaison entre la couche active et la matrice support qui offre la résistance mécanique à la membrane (Figure 1). En vue de leur utilisation les membranes sont disposées dans des modules. Tous les modules se composent d'un carter rigide (caisson) contenant la membrane, d'une entrée et de deux sorties. La sève d'érable est admise sous pression à l'entrée du module à l'aide d'une pompe à haute pression. À l'intérieur du module, le débit d'entrée se partage en deux débits de sortie : le filtrat et le concentré de sève (Figure 2). Des instruments tels que des thermomètres, des manomètres et des débitmètres permettant le contrôle et le suivi de l'opération de concentration doivent accompagner l'appareil. De plus, un conductimètre électrique, un réfractomètre et un pH mètre (ou papier pH) doivent être toujours disponibles pour effectuer des mesures de contrôle sur le filtrat et les eaux de lavage.

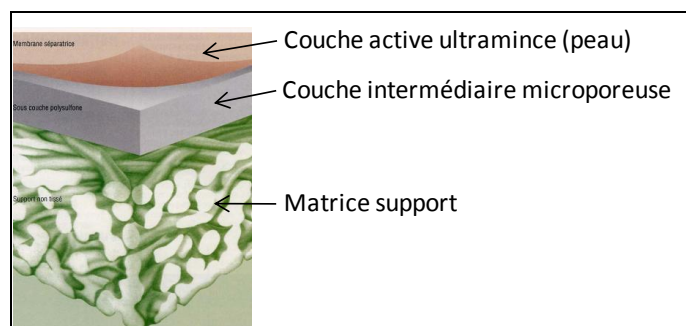


Figure 1 : Structure d'une membrane organique composite.

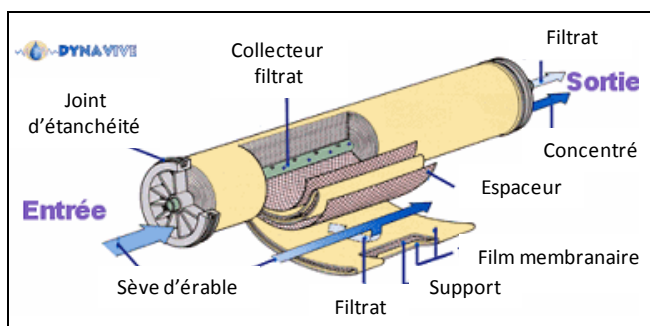


Figure 2 : Coupe d'un module.

Les modules peuvent être disposés en parallèle et en série. Une configuration en série (la sortie de concentré du premier module est alimentée au deuxième) permet d'atteindre un rapport de concentration élevé ayant une performance différente pour chacune des membranes faisant partie de l'appareil. Une configuration en parallèle (tous les modules sont alimentés par la même sève), par contre, permet de traiter un volume de sève plus élevé et atteindre un rapport de concentration plutôt faible tout en ayant une performance similaire pour chacune des membranes faisant partie de l'appareil.

Les critères de sélection des membranes et limites d'opération à respecter

Les membranes doivent être sélectionnées sur la base de la capacité de traitement nominale, le taux de rétention de principaux composés d'intérêt (Na^+ , K^+ , Ca^{++} , Mg^{++} , Zn^{++} , Mn^{++} , sucres et autres), les caractéristiques fonctionnelles de la membrane (tolérance au pH, au chlore résiduel libre, résistance à la biodégradabilité) et les conditions d'opération (pression et température). Chaque **membrane possède des limites d'opération particulières à elle-même**, il est donc très important de consulter sa fiche technique. Le respect de ces limites permet de maximiser et de conserver à long terme la performance de la membrane. À titre d'exemple, des limites à respecter pour les membranes utilisées couramment en acériculture sont présentées au tableau ci-dessous. Cette information a été tirée des fiches techniques fournies par les fabricants des membranes.

Tableau 1 : Limites des conditions d'opération pour les membranes utilisées couramment en acériculture.

Membrane	Température d'opération max (°C)	Pression d'opération max (psi)	pH opération continue (-)	pH courte période lavage (-)
BW 30 (Filmtec)	45	600	2 à 11	1 à 13
Maple 8040 (Osmonics)	50	600	3 à 10	1 à 11
NF 70 (Filmtec)	35	250	3 à 9	1 à 11
NF 270 (Filmtec)	45	600	3 à 10	1 à 12
NF 90 (Filmtec)	45	600	3 à 10	1 à 13
XLE 440 (Filmtec)	45	600	2 à 11	1 à 13
Maple sap Mark I (Filmtec)	45	600	3 à 9	2 à 11
PVD 1 (Hydranautics)	40	400	2 à 8	non disponible
TFC S8" (Koch)	45	350	4 à 11	2,5 à 11

Les facteurs influençant la performance des membranes

La performance des membranes peut évoluer au cours du temps, notamment à cause de son colmatage. De plus, plusieurs facteurs peuvent influencer la quantité de filtrat qu'une membrane peut extraire de la sève d'érable par unité de temps (débit de filtration) :

1. La **concentration du concentré** : Plus le concentré contient d'éléments en solution, plus la pression qui s'oppose au passage de l'eau au travers la membrane sera forte et, pour une même pression d'opération, moins le taux de filtration sera élevé ;
2. La **pression d'opération** : Cette pression s'oppose à la pression créée par les éléments dissous dans le concentré de sève. Pour une concentration donnée, plus la pression d'opération est élevée, plus le taux de filtration sera élevé. La pression d'opération est limitée par la résistance mécanique du module. Cependant, fonctionner de façon permanente près de la limite supérieure prévue par le fabricant, et à plus forte raison, la dépasser, provoque un colmatage ou une compaction de la membrane ;
3. La **température d'opération** : Plusieurs propriétés physico-chimiques de la solution et de la membrane elle-même sont influencées par la température de la sève d'érable. Plus la température de la sève est élevée, plus le taux de filtration sera important. Cependant, étant donné que les composantes de la membrane sont faites en plastique, une température plus élevée que celle recommandée par le fabricant risque de diminuer ses caractéristiques fonctionnelles et sa résistance mécanique ;
4. La **charge microbienne** : Les divers microorganismes se développant dans la sève d'érable sont entraînés avec le concentré, ce qui augmente leur concentration dans celui-ci. Ils se fixent sur la surface de la membrane et se multiplient formant ainsi un biofilm qui obstrue tout d'abord le passage du filtrat à travers la membrane et par la suite, la circulation du concentré.

L'opération de concentration de la sève d'érable peut-être évaluée par la mesure globale de certaines propriétés du filtrat, ce qui permet d'évaluer la performance de la membrane quant à sa rétention. La mesure de la teneur en solides solubles (°Brix) et de la conductivité électrique du filtrat renseigne sur une perte éventuelle de sucre et d'éléments minéraux contenues dans la sève d'érable, respectivement. La mesure de degrés Brix réalisée à l'aide d'un réfractomètre et en suivant la méthode de réduit 20:1 proposée dans le Cahier de Transfert Technologique en Acériculture (Allard et Belzile, 2004) doit être nulle. La conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre électrique doit être inférieure à 50 μ Siemens/cm.

Le colmatage et l'efficacité relative des membranes

Le **colmatage** est défini comme le dépôt de matières sur la surface ou dans les pores des membranes entraînant une baisse du débit de filtration et pouvant entraîner une variation de la sélectivité. Les mécanismes de colmatage des membranes sont complexes. Le colmatage peut être réversible ou irréversible, ce qui dépend des actions ou des moyens employés pour éliminer la perte de perméabilité des membranes. Les principaux agents colmatants en acériculture sont les polysaccharides et métabolites bactériens (biofilm), les microorganismes vivants, sels minéraux, résidus d'écume, etc. Mise à part une réduction de la concentration du concentré, les voies ci-dessous sont envisageables dans la pratique afin de réduire le colmatage :

1. L'utilisation d'un préfiltre (5 microns) avant la pompe à haute pression qui permet d'enlever préalablement des particules colmatantes en suspension dans la sève ;
2. La diminution de la pression d'opération ;
3. Le rinçage long au filtrat et des lavages chimiques bien planifiés tout au long de la saison de sucres.

Le **niveau de colmatage** peut être déterminé par l'**efficacité relative** de la membrane. L'efficacité d'une membrane est la mesure du rapport entre sa perméabilité à l'eau pure à un moment donné (PEP_H) et la même mesure effectuée alors que la membrane était neuve (PEP_0). Par définition, l'efficacité de la membrane à l'eau pure alors que la membrane était neuve est de 100 %. Le test du PEP est effectué à l'aide de la mesure du débit de filtration d'une membrane lorsque du filtrat est concentré à une température et pression d'opération données. Un protocole détaillé décrivant la mesure du PEP et le calcul de l'efficacité relative d'une membrane est disponible à <http://www.centreacer.qc.ca/publications/infofiches/PDF/256a0395.pdf> et à <http://www.centreacer.qc.ca/publications/infofiches/PDF/257a0395.pdf>, respectivement.

Le cycle de nettoyage des membranes

L'efficacité relative d'une membrane est un paramètre qui sert d'indicateur pour guider le cycle de nettoyage. Il faut déclencher un cycle de nettoyage le plus tôt possible après la fin d'une période de concentration de la sève d'érable de façon à limiter l'activité microbienne. Les fabricants des membranes suggèrent qu'un nettoyage soit fait lorsqu'une diminution du débit de filtrat de 10 à 15 % est observée pendant la période de concentration de la sève d'érable. À titre de référence, les principales étapes du cycle de nettoyage sont présentées au Tableau 2.

Tableau 2 : Principales étapes du cycle de nettoyage général pour les membranes utilisées en acériculture.

Étape	Finalité	Conditions	Type de liquide
Rinçage court (Vidange)	Vider les modules après un cycle de concentration en poussant le concentré à l'aide du filtrat	Concentration à basse pression sans recirculation	Filtrat froid
Rinçage long	Solubiliser les éléments solubles à l'eau (sucre)	Lavage sans recirculation pendant 30 minutes	Filtrat préférablement chaud
Détermination du PEP pour évaluer l'efficacité relative de la membrane Si l'efficacité > 85 %, la membrane est prête pour reprendre la concentration de la sève Si l'efficacité < 85 %, procéder avec le lavage alcalin			
Lavage alcalin	Hydrolyser la matière organique	Lavage en recirculation pendant 30 minutes	Solution alcaline ^[1] préférablement chaude
Rinçage court	Vider les modules après le lavage alcalin en poussant la solution de lavage à l'aide du filtrat	Lavage sans recirculation	Filtrat froid
Détermination du PEP pour évaluer l'efficacité relative de la membrane Si l'efficacité > 85 %, la membrane est prête pour reprendre la concentration de la sève Si l'efficacité < 85 %, procéder avec le lavage acide			
Lavage acide	Solubiliser les sels minéraux	Lavage en recirculation pendant 30 minutes préférablement à chaud	Solution acide ^[1] préférablement chaude
Rinçage court	Vider les modules après le lavage acide en poussant la solution de lavage à l'aide du filtrat	Lavage sans recirculation	Filtrat froid
Détermination du PEP pour évaluer l'efficacité relative de la membrane Si l'efficacité > 85 %, la membrane est prête pour reprendre la concentration de la sève Si l'efficacité < 85 %, procéder avec le lavage enzymatique			
Lavage enzymatique	Se référer au fabricant d'équipement acéricole afin d'avoir l'information adéquate pour ce type de lavage		
Si ce cycle de lavage ne permet pas de rétablir une efficacité de 85 %, le remplacement de la membrane s'impose			

[1] – Pour les valeurs de pH et température à utiliser, consulter la fiche technique de la membrane.

Le volume de filtrat et des solutions de lavage recommandés est habituellement calculé par rapport au volume mort résiduel des appareils (VMR). Ce volume est une caractéristique de chaque appareil et représente le volume de liquide qui demeure dans l'appareil au terme d'un drainage. Un protocole détaillé décrivant la mesure de ce volume est disponible à <http://www.centreacer.qc.ca/publications/infofiches/PDF/255a0395.pdf>

Le volume de filtrat à prévoir pour la **vidange des modules** (rinçage court) correspond à celui nécessaire pour déloger tout le volume de concentré ou de solution de lavage contenu dans les modules avant de reprendre une période de concentration de sève. Le volume de filtrat recommandé pour réaliser un **rinçage long** sans recirculation dépend de la configuration de l'appareil et pour les lavages chimiques est 20 fois le VMR.

Il est important de rappeler que :

1. La température maximale et le pH recommandés par les fabricants des membranes doivent être respectés lors du rinçage au filtrat et des lavages chimiques ;
2. Les solutions basique et acide utilisées pour le lavage chimique doivent être préparées avec du filtrat ;
3. Le pH des solutions de lavage doit être mesuré à l'aide d'un pH mètre ou du papier pH et ajusté si nécessaire lors du lavage chimique. Une diminution de 0,5 pH pendant un lavage basique ou une augmentation de 0,5 pH pendant un lavage acide demande un ajout de savon basique ou acide, respectivement ;
4. La qualité du filtrat sortant des modules lors d'un rinçage court doit être vérifiée afin de savoir si tout le sucre ou savon (basique ou acide) a été bien retiré du module :
 - a. La présence de sucre est quantifiée à l'aide d'un réfractomètre en suivant la méthode du réduct 20:1 proposée dans le Cahier de Transfert Technologique en Acériculture (Allard et Belzile, 2004) ;
 - b. La présence d'éléments électriquement chargés (sels minéraux) est quantifiée à l'aide d'un conductimètre électrique ;
 - c. La présence de savon basique ou acide est confirmée à l'aide de la mesure de pH ;
5. Lorsque les modules sont installés en série, le rinçage long et le lavage chimique doivent être réalisés de façon indépendante afin de maximiser l'efficacité de la solution de lavage et d'éviter que les agents colmatants retirés du premier module se retrouvent dans les modules subséquents.

Lorsqu'un appareil est arrêté pour une période de plus que 24 heures, la membrane doit être bien lavée et entreposée à l'aide d'un agent bactéricide tel que le métabisulfite de sodium (1 % en masse). Lorsque la membrane est remise en fonctionnement, la procédure à suivre doit comprendre la vidange de la solution désinfectante et un rinçage court avec du filtrat afin d'éliminer tous les résidus de bactéricide.

À la fin de la saison, une fois que la membrane est bien nettoyée, elle peut être entreposée avec une solution de métabisulfite de sodium (1 % en masse). Lorsqu'il a des risques de gel, des agents antigels tels que la glycérine ou glycol de grade alimentaire sont utilisés. Pour de l'information détaillée sur l'entreposage des membranes, se référer aux manufacturiers d'équipement acéricole.

Conclusion

La performance d'une membrane est conservée lorsque :

- les conditions d'opération utilisées pendant la saison de sucres respectent les valeurs de référence fournies par le fabricant (pression, température et pH) ;
- le cycle de nettoyage est planifié afin de réduire le colmatage ;
- des mesures préventives sont mise en place afin de réduire le colmatage (qualité de la sève d'érable, préfiltration et modulation de la pression d'opération) ;
- lorsque un appareil est bien dimensionné par rapport au volume à traiter et au rapport de concentration ciblé.