

Diss. ETH No. 13134

**Flow of non-Newtonian Fluids
through Compressible Porous Media
in Centrifugal Filtration Processing**

A dissertation submitted to the
Swiss Federal Institute of Technology Zürich
(ETH Zürich)

for the degree of
Doctor of Technical Sciences

presented by
Thomas E. Friedmann
Dipl. Lm.-Ing. ETH
born on May 10, 1969 in Basel

accepted on the recommendation of
Prof. Dr.-Ing. E. J. Windhab, examiner
Prof. Dr.-Ing. H. Weisser, co-examiner
Dr.-Ing. G. Mayer, co-examiner

Zürich 1999

Summary

In the area of food technology, solid-liquid separation processes are commonly found. The suspensions to be separated often contain deformable or fragile particles which lead to the formation of compressible filter cakes. In addition, the filtrate may show non-Newtonian (shear thinning) flow behaviour due to colloiddally dispersed macromolecules in the fluid. The interactions of the material parameters (packed bed compressibility, fluid behaviour) and the process parameters, as found in centrifugal filtration processing, were investigated in the present work.

The concept of hyperbaric centrifugal filtration allows the superposition of static pressure in the centrifugal field and can therefore be regarded as a combination of conventional centrifugal filtration and pressure filtration. It was shown that for highly compressible filter cakes hyperbaric centrifugal filtration yields significantly better results with respect to filtrate flow rate than centrifugal or pressure filtration alone. To study the marked dependency of material parameters (porous media compressibility, fluid rheology) and process parameters (C-value, superimposed pressure) on flow behaviour, analytical and experimental investigations with model systems were carried out. Elastomer particles of different particle size distributions were used as model porous media. Aqueous polyethylene glycole (Newtonian) and carboxymethyl cellulose (non-Newtonian) solutions were used as model fluids. A flow-through cell and a hyperbaric beaker filter centrifuge were used as flow devices for the experimental investigations.

Analytical description of the mechanical properties of compressible porous media was achieved by dynamic mechanical thermal analysis (DMTA). It was shown that DMTA can be used for the characterisation of the deformation behaviour of porous media. Compression tests under steady state deformation rates yielded a compressibility function for the investigated packed beds. A compression modulus as a function of deformation or compressive stress, respectively, was determined for the specific porous systems. The deformation behaviour of packed beds (for example, filter cakes) was found to be highly non-linear and the packed bed structure (e.g., particle and pore size distribution, particle and pore shape, porosity) was shown to strongly influence the overall packed bed compressibility. Dynamic testing of fluid-saturated packed beds yielded additional information on the influence of the interstitial fluid on the deformation behaviour. DMTA of fluid-saturated packed beds can be used for the characterisation of fluid behaviour in porous media. Elongational or shear components can predominate, depending on pore structure.

During compression of a packed bed the pores are not deformed to the same degree as the overall packed bed height. It was shown by image analysis that the pores oriented in the flow direction have another deformation behaviour than the pores oriented perpendicular to them. For the resulting flow rate through the compressed packed bed, mainly the pores oriented in flow direction are relevant. The mentioned anisotropic pore compression was described by a pore compression number which couples the packed bed deformation and the pore deforma-

tion. The pore compression number depends on the particle characteristics (especially particle shape and particle size distribution).

The microstructure of compressible porous media was further investigated by nuclear magnetic resonance (NMR). Porosity was determined by free induction decay measurements of the fully saturated packed beds. NMR spin-lattice (T_1) and spin-spin (T_2) relaxation measurements were performed on various porous media samples. It was shown that the permeability of the packed beds strongly correlates with the three parameters of the sample: porosity, and the relaxation time constants T_1 and T_2 . It was therefore possible to set up a relationship between permeability and relaxation time constants which is independent of particle shape and packing structure. A calibration for the specific particle material is necessary with samples of known permeability.

The influence of process parameters on flow behaviour through compressible porous media was studied under pressure filtration and (hyperbaric) centrifugal filtration process conditions. A maximum flow rate was found for highly compressible materials at a characteristic pressure difference. Further increase of pressure difference or centrifugal speed, respectively, reduced the filtrate flow rate. Compression of the packed beds was shown to be more pronounced in the centrifugal field. A theoretical model for flow through compressible porous media in the centrifugal field was developed. Experiments and model calculations demonstrated how the static pressure (in hyperbaric centrifugal filtration processing) can improve volumetric flow rate. Volumetric flow rate could be increased 2-4 times more with the hyperbaric centrifugal filtration process than by pure centrifugal filtration. A critical compression of the filter cake is reached at the point where the flow rate begins to decrease. This critical compression is achieved by the additive impact of centrifugal mass forces and viscous drag forces.

Experiments with non-Newtonian fluids (shear thinning) showed that small deformations of the pore structure induce marked variations in the shear rates in the pores. It was also shown that for highly compressible porous media, an increase of the pressure difference across the packed bed does not necessarily lead to an increase of shear rate. Pronounced pore size reduction can lead to lower flow rates and consequently lower shear rates. By implementation of the packed bed compressibility and the non-Newtonian fluid behaviour in the theoretical model for porous media flow, the experimental findings were described properly.

Scale-up experiments with hyperbaric inverting filter centrifuges showed similar relationships between material and process parameters as was found for experiments at pilot-plant scale.

Zusammenfassung

Fest-Flüssig Trennprozesse werden im Bereich der Lebensmittelindustrie häufig eingesetzt. Die zu trennenden Suspensionen enthalten oft deformierbare oder zerbrechliche Partikel, was zur Bildung von kompressiblen Filterkuchen führt. Zusätzlich können kolloidal disperse Inhaltstoffe im Filtrat zu nicht-newtonschem Fluidverhalten führen. Die Wechselwirkungen zwischen Materialparameter (Packungskompressibilität, Fluidverhalten) und Prozessparameter wie sie bei Filterzentrifugen anzutreffen sind, wurden in der vorliegenden Arbeit untersucht.

Das Konzept der hyperbaren Zentrifugation erlaubt die Überlagerung von statischem Druck im Zentrifugalfeld. Die hyperbare Zentrifugation stellt demnach eine Kombination von konventioneller Zentrifugal- und Druckfiltration dar. Es konnte gezeigt werden, dass für stark kompressible Filterkuchen die hyperbare Zentrifugation erhöhte Filtratvolumenströme realisieren lässt als mit alleiniger Zentrifugal- oder Druckfiltration. Um die Einflüsse der Materialparameter (Kompressibilität des Filterkuchens, Filtratrheologie) und der Prozessparameter (C-Wert, überlagerter statischer Druck) auf das Durchströmungsverhalten zu untersuchen, wurden analytische und experimentelle Untersuchungen an Modellsystemen durchgeführt. Für den Aufbau kompressibler Modellpackungen dienten Elastomerpartikel unterschiedlicher Partikelgrößenverteilungen. Wässrige Polyethylenglykol- (newtonsch) und Carboxymethylcelluloselösungen (nicht-newtonsch) wurden als Modellfluide eingesetzt. Für die Durchströmungsexperimente wurden eine Durchströmungsanlage und eine Becherfilterzentrifuge (hyperbar) verwendet.

Die analytische Charakterisierung der mechanischen Packungseigenschaften von kompressiblen porösen Medien konnte mittels Dynamisch-Mechanischen-Thermischen-Analyse (DMTA) durchgeführt werden. DMTA konnte erfolgreich für die Bestimmung des Deformationsverhaltens von porösen Medien eingesetzt werden. Mittels Versuchsführungen unter gleichförmiger Deformation (Kompression) konnte eine Kompressibilitätsfunktion für die untersuchten Packungen ermittelt werden. Es wurde ein Kompressionsmodul als Funktion der Deformation, beziehungsweise der wirkenden Normalspannung definiert. Ein deutlich nichtlineares Deformationsverhalten der untersuchten Partikelpackungen (zum Beispiel, Filterkuchen) wurde festgestellt. Der Kompressibilitätsgrad hängt hauptsächlich von der Packungsstruktur ab (Partikel- und Porengrößenverteilung, Partikel- und Porenform, Porosität). Dynamische (oszillatorische) Versuchsführungen an flüssigkeitsgesättigten Packungen lieferten zusätzliche Informationen zum Einfluss des interpartikulären Fluids auf das Deformationsverhalten des porösen Systems. DMTA kann zur Charakterisierung des Fluidverhaltens unter Porenströmungs-ähnlicher Bedingungen dienen. Abhängig von Porenstruktur und Versuchsführung können Scher- oder Dehnströmungen überwiegen.

Während der Kompression eines porösen Mediums wird das Porennetzwerk nicht zu gleichem Masse wie die Packungshöhe deformiert. Es konnte mittels Bildanalyse gezeigt werden, dass die Poren in Durchflussrichtung ein anderes Deformationsverhalten aufzeigen als die senkrecht dazu verlaufenden Poren. Für die Durchströmung und den sich einstellenden

Volumenstrom sind hauptsächlich die in Durchflussrichtung orientierten Poren massgebend. Die erwähnte anisotrope Porenkompression wurde durch eine Porenkompressionszahl beschrieben, welche die Packungsdeformation mit der Porendeformation koppelt. Die Porenkompressionszahl ist in erste Linie abhängig von den Partikeleigenschaften (Partikelform und Partikelgrößenverteilung).

Die Mikrostruktur von kompressiblen porösen Medien wurde auch mittels Kernresonanzspektroskopie (engl. NMR) untersucht. Porosität von wassergefüllten Packungen wurde anhand des Abfalls des freien Induktionssignals bestimmt. NMR Spin-Gitter (T_1) und Spin-Spin (T_2) Relaxationsmessungen wurden an verschiedenen porösen Medien durchgeführt. Es konnte eine starke Korrelation zwischen der Permeabilität der Packungssysteme und den aus den NMR-Experimenten bestimmten Parametern (T_1 , T_2 , Porosität) nachgewiesen werden. Es war somit möglich eine Beziehung zwischen Permeabilität und Relaxationszeitkonstanten aufzustellen, welche unabhängig von Partikelform und Packungsstruktur ist. Für das jeweilige Partikelmaterial ist eine Kalibration mit Proben bekannter Permeabilität notwendig.

Der Einfluss der Prozessparameter auf das Durchströmungsverhalten durch kompressible Filterkuchen wurde an den Prozessen Druckfiltration und hyperbaren Zentrifugalfiltration untersucht. Bei stark kompressiblen Systemen wurde ein Maximum für den Filtratvolumenstrom gefunden. Weitere Erhöhung der Druckdifferenz, beziehungsweise der Zentrifugendrehzahl, führte zu einer Abnahme des Volumenstromes. Die Kompression der Packungen war im Zentrifugalfeld stärker ausgeprägt. Ein theoretisches Modell für die Durchströmung kompressibler poröser Medien im Zentrifugalfeld wurde entwickelt. Sowohl durch Experimentelle Ergebnisse als auch durch Modellberechnungen konnte gezeigt werden, wie mittels Drucküberlagerung im Zentrifugalfeld der Filtratvolumenstrom erhöht werden kann. Der Volumenstrom konnte um das zwei- bis vierfache erhöht werden, im Vergleich zur konventionellen Zentrifugalfiltration. Der Beginn der Volumenstromabnahme kann durch das Erreichen eines kritischen Kompressionszustandes des Filterkuchens erklärt werden. Dieser kritische Kompressionszustand wird durch Einwirken der zentrifugalen Massenkräfte und der viskosen Reibungskräfte erreicht.

Untersuchungen mit nicht-newtonschen Fluiden (strukturviskos) zeigten, dass kleine Deformationen der Porenstruktur zu erheblichen Veränderungen der in den Poren auftretenden Schergeschwindigkeit führt. Es konnte ebenfalls gezeigt werden, dass für stark kompressible poröse Medien eine Erhöhung der Druckdifferenz nicht zwangsläufig zu einer Erhöhung der Schergeschwindigkeit führt. Eine ausgeprägte Porenverengung führt zu verminderten Volumenströmen und somit zu erniedrigten Schergeschwindigkeiten. Durch Einbezug der Packungskompressibilität und des nicht-newtonschen Fluidverhaltens in das theoretische Modell für die Porenströmung, konnten die experimentellen Befunde weitestgehend beschrieben werden.

Scale-up Versuchsführungen mit hyperbaren StülpfILTERZENTRIFUGEN zeigten vergleichbare Zusammenhänge zwischen Material- und Prozessparametern, wie sie für Experimente im Technikumsmaßstab gefunden wurden.