

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 748 150**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00 (2006.01)

B22F 9/04 (2006.01)

C02F 1/58 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.08.2010 PCT/EP2010/061351**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.02.2011 WO11015601**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.08.2010 E 10737592 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2019 EP 2461928**

54 Título: **Material compuesto poroso permeable**

30 Prioridad:

05.08.2009 SE 0950579
05.08.2009 US 231568 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.03.2020

73 Titular/es:

HÖGANÄS AB (100.0%)
Bruksgatan 35
263 83 Höganäs, SE

72 Inventor/es:

HU, BO

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 748 150 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Material compuesto poroso permeable

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un material compuesto que contiene partículas de hierro y al menos un componente funcional. Las partículas de los componentes funcionales están bien distribuidas en un cuerpo de hierro poroso permeable. La presente invención también se refiere al método de fabricar el material compuesto, y al uso del material compuesto para purificar fluidos. El material compuesto puede fabricarse en forma de polvo, forma de gránulo y otras diversas formas usando procedimientos metalúrgicos de polvos.

Antecedentes de la invención

15 Las sustancias inorgánicas/orgánicas tóxicas en diversas fuentes de agua tienen que reducirse por debajo de los niveles regulados antes de que el agua vaya a los sistemas de agua potable o se libere en recipientes.

El nitrato (NO_3^-) es el contaminante inorgánico más común encontrado en el agua subterránea en las áreas en las que las se producen actividades agrícolas en gran medida. Los nitratos habitualmente provienen de fertilizantes, usados en agricultura y jardinería para proporcionar a las plantas y los arbustos nutrientes.

20 Otros contaminantes que pueden generarse a partir de tales actividades son fosfatos (PO_4^{3-}) y trazas de pesticidas tales como atrazina. La acumulación de fertilizantes es un problema ya que pueden atravesar el suelo y contaminar los sistemas de agua subterránea. Tanto los pozos de agua poco profundos como los pozos de agua profundos pueden verse afectados.

Los metales tóxicos tales como arsénico (As), cromo (Cr), del cual su estado de oxidación +6 (Cr^{VI}) se considera como el más nocivo, plomo (Pb), mercurio (Hg), cadmio (Cd), selenio (Se), etc., otras sustancias como hidrocarburos clorados y otras sustancias orgánicas, a veces medidas como carbono orgánico total (COT) se generan o bien a partir de orígenes naturales o bien a partir de actividades industriales o agrícolas.

Para alcanzar niveles aceptables de contaminantes en el agua potable, actualmente se usan muchos procedimientos.

35 La ósmosis inversa se basa en el proceso de ósmosis. Esto implica el movimiento selectivo de agua desde un lado de una membrana al otro. Una desventaja principal de la ósmosis inversa es la gran cantidad de agua residual contaminada generada, que puede representar hasta del 50 al 90% del agua entrante. Con el tiempo, se produce la obstrucción de los poros de la membrana ya que el hierro, las sales y bacterias se acumulan sobre la superficie de la membrana. Esto no sólo afecta al rendimiento del sistema de ósmosis inversa, sino que también puede provocar la contaminación bacteriana del agua. Esta técnica también consume mucha energía.

Los procedimientos de destilación también se usan. El nitrato y otros minerales permanecen concentrados en el tanque de ebullición. Las desventajas de este proceso incluyen la cantidad de energía consumida (para hervir el agua), la capacidad limitada y el mantenimiento constante.

45 Los procedimientos de intercambio iónico percolan el agua a través de materiales de resina esférica de tipo perla (resinas de intercambio iónico). Los iones en el agua se intercambian por otros iones fijados en las perlas. Los dos métodos de intercambio iónico más comunes son el ablandamiento y la desionización. Las técnicas de intercambio iónico también generan residuos de salmuera peligrosos que necesitan depositarse. Los sistemas de desionización (DI) eliminan iones de manera eficaz, pero no eliminan de manera eficaz la mayoría de los compuestos orgánicos o microorganismos. Los microorganismos pueden unirse a las resinas, proporcionando medios de cultivo para el rápido crecimiento bacteriano y la posterior generación de pirógenos. Esta técnica tiene una baja inversión de capital inicial pero un alto coste operacional a largo plazo.

55 La publicación de patente estadounidense n.º 2007/0241063A1 describe un procedimiento para tratar agua contaminada con un compuesto orgánico volátil con gránulos de polvo de hierro que contienen hierro, carbono y oxígeno. La adición de carbono a los gránulos de polvo de hierro en el documento US2007/0241063A1 se realiza durante el procedimiento de atomización y no se somete a ningún procedimiento de mezclado. Esto se conoce comúnmente como un procedimiento de "aleado previo" en el campo de la metalurgia de polvos.

60 La patente estadounidense n.º 5534154 describe un procedimiento para tratar agua contaminada haciendo pasar el agua que contiene el contaminante en disolución a través de un cuerpo permeable de material de tratamiento que comprende partículas de un material adsorbente mezclado físicamente con partículas de metal. Las partículas de metal de hierro mencionadas en la patente son rellenos de hierro generalmente en forma granular sólida. El procedimiento requiere un voltaje Eh negativo que a su vez exige la exclusión de oxígeno.

65

El documento US6827757 describe un material compuesto basado en hierro de magnetita con tamaño de partícula promedio muy pequeño de 0,05 - 10 μm .

5 El documento EP1273371A2 describe un polvo de hierro adaptado para remediar medios seleccionados mediante la deshalogenación de hidrocarburos halogenados en los medios que comprenden partículas de polvo de hierro y compuestos inorgánicos. Dichos compuestos inorgánicos deben tener una resistividad eléctrica muy baja, preferiblemente seleccionada del grupo que consiste en Ca, Ti, V y Cr. Dichos compuestos inorgánicos deben estar presentes en al menos una parte de la superficie de cada partícula.

10 La publicación de Slesar *et al.*: "MICROSTRUCTURE FORMATION AND FRACTURE PROCESSES IN Fe-C SYSTEMS SINTERED IN NITROGEN", POWDER METALLURGY PROGRESS, vol. 2, n.º 4, 2002, páginas 199-210, da a conocer un material compuesto poroso e impermeable caracterizado porque dicho material compuesto comprende un cuerpo de partículas de hierro de 45-150 μm y el 0,8% en peso de grafito en forma libre, distribuido y bloqueado en los poros y las cavidades del cuerpo de hierro mezclado mediante una mezcladora de tambor y compactado a 600 MPa.

15 El documento JP2004058051 describe un método para tratar suelo o agua subterránea usando partículas de hierro que comprende una fase mezclada de fase de $\alpha\text{-Fe}$ y fase de Fe_3O_4 .

20 Sumario de la invención

Un objeto de la invención es proporcionar materiales compuestos porosos permeables que comprenden un cuerpo de hierro adecuado para la purificación contaminante de fluidos, especialmente líquidos tales como agua. Los materiales compuestos pueden aplicarse en tratamientos de fluidos tales como tratamiento de agua potable, 25 tratamiento de agua residual tal como municipal y tratamiento de agua residual industrial, y también para la remediación de suelos. Además, el material compuesto poroso permeable tiene componentes funcionales en su forma libre bien distribuidos y bloqueados en los poros de un cuerpo de hierro. El término 'bloqueado en' se refiere al efecto de la unión de partículas de componente funcional al cuerpo de hierro de tal manera que el fluido no las retirará del cuerpo de hierro durante el procedimiento de purificación. Otro objeto de la invención es proporcionar el método de fabricación del material compuesto basado en hierro.

Aún otro objeto de la invención es proporcionar un método para purificar líquidos, tales como agua, de contaminantes sin la generación de productos residuales peligrosos.

35 Aún otro objeto preferido de la invención es proporcionar un producto y un método para reducir nitratos en agua, especialmente agua que va a usarse como agua potable.

La presente invención se refiere a un material compuesto poroso e impermeable para el tratamiento de fluidos contaminados caracterizado porque dicho material compuesto comprende un cuerpo de partículas de hierro poroso 40 obtenidas mediante reducción con CO o reducción con H_2 de óxidos de hierro, que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 45 μm y 2 mm, un contenido de Fe por encima del 90% en peso y el 0,01-10% en peso de un componente funcional que es carbono activado, distribuido y bloqueado en los poros y las cavidades del cuerpo de hierro. Un cuerpo de partículas de hierro debe interpretarse como un cuerpo de partículas, como están en el estado original o las partículas de hierro se han formado en una forma diferente (un cuerpo de hierro).

45 Opcionalmente, pueden seleccionarse componentes funcionales adicionales fuera del grupo mencionado, dependiendo del contaminante que va a procesarse. Todos los componentes funcionales deben bloquearse en y estar bien distribuidos en el cuerpo de hierro poroso permeable.

50 La presente invención también se refiere a métodos de fabricación de un material compuesto poroso permeable, por ejemplo para el tratamiento de agua. Dicho material compuesto puede fabricarse en diversas formas, tales como polvo, viruta, laminilla, bloque o gránulo, usando tecnologías metalúrgicas de polvo comunes.

55 Un método para fabricar un material compuesto poroso e impermeable para el tratamiento de fluidos contaminados, que comprende las etapas de; mezclar de manera mecánica partículas de hierro poroso que representan un cuerpo de hierro obtenido mediante reducción con CO o reducción con H_2 de óxidos de hierro, que tiene un contenido de Fe por encima del 90% en peso y que tiene un intervalo de tamaño de partícula entre 45 μm y 2 mm, con un componente funcional, que está presente en una cantidad del 0,01-10% en peso, hasta que el componente funcional se distribuye mediante fuerzas mecánicas en el cuerpo de hierro y se bloquea. Opcionalmente, el método puede 60 incluir: tratar con calor el cuerpo de hierro, con o sin dicho componente funcional, a una temperatura de entre 300 y 1200°C en una atmósfera inerte o reductora; opcionalmente compactar el cuerpo de hierro, con o sin dicho al menos un componente funcional, en un cuerpo compactado que tiene una densidad en verde igual a o por debajo de 7,0 g/cm^3 ; y/o opcionalmente dimensionar dicho cuerpo de hierro, con o sin dicho al menos un componente funcional, en el que dichas etapas pueden llevarse a cabo en un orden opcional.

65 La presente invención también se refiere al uso de un material compuesto poroso permeable para reducir el

contenido de contaminantes en un fluido, en el que se deja pasar dicho fluido a través del material compuesto permeable. Dicho fluido puede ser un fluido que contiene agua, preferiblemente agua subterránea, agua de río, agua residual industrial, agua residual urbana y/o agua superficial. Dicho fluido puede usarse como agua potable después del tratamiento de purificación según la presente invención. Dichos contaminantes pueden seleccionarse del grupo que consiste en nitrato, nitrito, metales pesados, tales como As, Pb, Hg, Cd, Se, Cr y Cr hexavalente, otras sustancias inorgánicas tóxicas y compuestos orgánicos tóxicos; o combinaciones de los mismos; preferiblemente nitrato y/o nitrito.

Descripción detallada de la presente invención

El material compuesto permeable y poroso según la presente invención comprende una mezcla de partículas de hierro poroso obtenida mediante reducción con CO o reducción con H₂ de óxidos de hierro, y el 0,01-10%, preferiblemente el 0,05-8%, preferiblemente el 0,1-5% en peso de un componente funcional que es carbono activado. Dependiendo del tamaño del poro y de la cavidad del hierro poroso permeable, el componente funcional puede tener en algunas realizaciones de la invención un tamaño de partícula de menos de 20 µm, preferiblemente de menos de 10 µm, en otras realizaciones el tamaño de partícula de los componentes funcionales puede ser de menos de 10 µm, preferiblemente de menos de 5 µm. El tamaño de partícula está por encima de 0,01, preferiblemente de 0,02 µm.

Las partículas de hierro o el polvo se mezcla(n) con el componente funcional dando como resultado un material compuesto según la invención. Además, el polvo de hierro puede mezclarse con el/los componente(s) funcional(es) antes de compactarse y/o tratarse con calor, opcionalmente seguido por el dimensionamiento en un tamaño deseado. Alternativamente, el polvo de hierro puede compactarse y/o tratarse con calor, opcionalmente seguido por el dimensionamiento en un tamaño deseado, antes de mezclarse con el/los componente(s) funcional(es).

Todos los componentes funcionales deben bloquearse en y distribuirse bien en la estructura de hierro o el cuerpo de hierro porosos permeables. Los componentes funcionales están en forma libre, es decir todavía en su estado original, y por tanto no alterados de ninguna manera tal como aleados o recubiertos en el cuerpo de hierro. Además de obtener un efecto técnico combinado de la capacidad de adsorción del componente funcional y la capacidad redox del hierro poroso, se obtiene un efecto sinérgico cuando se combina el hierro poroso con el componente funcional bloqueado en los poros del hierro. El componente funcional de carbono activado potencia la purificación de fluidos, proporcionando un efecto sinérgico con las partículas de hierro. Este efecto sinérgico es evidente por la alta eficacia notable del nuevo material compuesto poroso permeable para la eliminación de múltiples contaminantes, por ejemplo nitrato y arsénico en combinación en agua. Una ventaja adicional con el método para reducir contaminantes en fluidos según la presente invención es que, a diferencia de métodos tales como el intercambio iónico convencional, no se generan residuos peligrosos mediante el método.

El polvo de hierro tiene un contenido de Fe de más del 90% de hierro, preferiblemente más del 95%.

El componente funcional se añade al cuerpo de hierro, por ejemplo partículas de hierro o una estructura de partículas de hierro, en una cantidad de con el 0,01%-10%, preferiblemente el 0,05-8%, preferiblemente el 0,1-5% en peso de al menos un componente funcional. El tamaño de partícula de los componentes funcionales puede ser de menos de 20 µm, preferiblemente de menos de 10 µm, y en algunos casos también preferiblemente de menos de 5 µm, por ejemplo preferiblemente de 0,01-20 µm, preferiblemente de 0,01-10 µm, preferiblemente de 0,02-10 µm, preferiblemente de 0,02-5 µm.

El mezclado del polvo de hierro o de las partículas con el componente funcional se realiza mediante mezclado mecánico de tal manera que las pequeñas partículas funcionales se introducen en la porosidad interna de la estructura de partículas de hierro permeable y se bloquean en la estructura.

La etapa de mezclado puede realizarse en una mezcladora ordinaria, tal como un mezcladora de paletas en Z, mezcladora de cono, mezcladora de cinta o mezcladora de alta velocidad durante un periodo de tiempo de entre 0,5 min y 8 horas, preferiblemente de 1 minuto a 5 horas o de 30 min a 3 horas.

Las siguientes realizaciones (1)-(7) no son según la invención:

(1) Se mezclan de manera mecánica partículas de hierro poroso reducidas químicamente que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 10 mm y 10 µm con al menos un componente funcional. El tamaño de partícula de los componentes funcionales puede ser de menos de 10 µm, preferiblemente de menos de 5 µm. el mezclado mecánico se realiza de tal manera que las pequeñas partículas se introducen en la porosidad interna de las partículas de hierro poroso, tales como polvo de hierro reducido de tipo esponja, y se bloquean en la estructura.

(2) Se someten partículas de polvo de hierro que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 2 mm y 1 µm, preferiblemente entre 1 mm y 1 µm, y preferiblemente 0,5 mm y 1 µm, a tratamiento térmico a 300-1200°C, dependiendo del tamaño de partícula, los tipos de polvo de hierro y componentes funcionales, en una atmósfera

5 inerte o reductora. Después del tratamiento térmico, la torta de polvo resultante se dimensiona para dar polvo de hierro poroso con un tamaño deseado. Luego, el polvo tratado con calor y dimensionado se mezcla de manera mecánica con el 0,01-10% en peso de al menos un componente funcional. El tamaño de partícula de los componentes funcionales puede ser de menos de 10 μm , preferiblemente de menos de 5 μm . El mezclado mecánico se realiza de tal manera que las pequeñas partículas funcionales se introducen en la porosidad interna de las partículas de hierro, y se bloquean en la estructura.

10 (3) Se mezclan partículas de hierro que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 10 μm y 10 mm con el 0,01-10% en peso de al menos un componente funcional. Siendo el tamaño de partícula de los componentes funcionales de menos de 20 μm , preferiblemente de menos de 10 μm . Dicha mezcla se somete a compactación a presiones por debajo de 1000 MPa, preferiblemente por debajo de 600 MPa, para lograr una densidad compactada de entre 2,5-7,0 g/cm^3 , preferiblemente de 4-6 g/cm^3 dependiendo del tipo de polvo de hierro usado, en las formas deseadas tales como bloques, gránulos o aglomerados. El material compuesto compactado puede dimensionarse alternativamente en el tamaño deseado. El procedimiento de compactación fuerza a las partículas funcionales más pequeñas libres a bloquearse dentro del cuerpo de hierro poroso. Un polvo de hierro que tienen una forma irregular y una estructura porosa puede proporcionar una alta resistencia en verde al material compuesto poroso permeable, permitiéndose así una menor densidad que promueve una mayor permeabilidad.

20 (4) Se mezclan partículas de hierro que tienen un intervalo de tamaño de partícula por encima de entre 10 mm y 10 μm , preferiblemente de entre 5 mm y 20 μm y lo más preferiblemente de entre 2 mm y 45 μm con el 0,01%-10%, preferiblemente el 0,1-5% en peso de al menos un componente funcional. Siendo el tamaño de partícula del componente funcional de menos de 20 μm , preferiblemente de menos de 10 μm . Dicha mezcla se somete a tratamiento térmico a 300-1200°C en una atmósfera inerte o reductora. Después del tratamiento térmico, la torta de polvo resultante se dimensiona en el tamaño deseado. El procedimiento de tratamiento térmico fuerza a las partículas más pequeñas libres a bloquearse dentro del cuerpo de hierro poroso.

25 (5) Se mezclan partículas de hierro que tienen un intervalo de tamaño de partícula por encima de entre 10 mm y 10 μm con el 0,01%-10% en peso de al menos un componente funcional. Siendo el tamaño de partícula del componente funcional de menos de 20 μm , preferiblemente de menos de 10 μm . Dicha mezcla se somete a compactación de polvo a presiones por debajo de 1000 MPa para lograr una densidad compactada de menos de 7,0 g/cm^3 para formar las formas deseadas, tales como bloques, gránulos o aglomerados. El procedimiento de compactación fuerza a las partículas más pequeñas libres a bloquearse dentro del cuerpo de hierro. Luego, dicho compacto se somete a tratamiento térmico a 300-1200°C, dependiendo del tamaño de partícula, de los tipos de polvo de hierro y de los componentes funcionales usados, en una atmósfera inerte o reductora. La temperatura del tratamiento térmico debe elegirse de manera que el componente funcional se mantenga en su estado original, por ejemplo que no se difunda en la estructura de hierro. El material compuesto compactado y tratado con calor puede dimensionarse alternativamente en el tamaño deseado.

40 (6) Se someten a compactación partículas de hierro que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 2 mm y 1 μm , preferiblemente entre 1 mm y 1 μm , y preferiblemente 0,5 mm y 1 μm a presiones por debajo de 1000 MPa para lograr una densidad compactada de entre 2,5-7,0 g/cm^3 , o 4-6 g/cm^3 dependiendo del tipo de polvo de hierro usado, para formar las formas deseadas, tales como bloques, gránulos o aglomerados. Luego, el cuerpo compactado se dimensiona en partículas que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 10 mm y 10 μm . El material dimensionado se mezcla de manera mecánica con el 0,01%-10% en peso de al menos un componente funcional. El tamaño de partícula del componente funcional puede ser de menos de 10 μm , preferiblemente de menos de 5 μm . El mezclado mecánico se realiza de tal manera que las partículas funcionales pequeñas se introducen en la porosidad interna de las partículas de hierro poroso y se bloquean en la estructura.

50 (7) Se someten a compactación partículas de hierro que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 2 mm y 1 μm , preferiblemente entre 1 mm y 1 μm , y preferiblemente 0,5 mm y 1 μm a presiones por debajo de 1000 MPa para lograr una densidad compactada de entre 2,5-7,0 g/cm^3 , o 4-6 g/cm^3 dependiendo del tipo de polvo de hierro usado, para formar las formas deseadas, tales como bloques, gránulos o aglomerados. El cuerpo compactado se somete a tratamiento térmico a 300-1200°C, dependiendo del tamaño de partícula, de los tipos de polvo de hierro y de los componentes funcionales usados, en una atmósfera inerte o reductora. Luego, el material tratado con calor se dimensiona en partículas que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 10 mm y 10 μm , preferiblemente entre 5 mm y 20 μm , y lo más preferiblemente entre 2 mm y 45 μm . El material dimensionado se mezcla de manera mecánica con el 0,01%-10% en peso de al menos un componente funcional. El tamaño de partícula del componente funcional puede ser de menos de 10 μm , preferiblemente ser de menos de 5 μm . El mezclado mecánico se realiza de tal manera que las partículas funcionales pequeñas se introducen en la porosidad interna de las partículas de hierro poroso y se bloquean en la estructura.

60 Un método para producir un material compuesto poroso e impermeable implica partículas de hierro poroso obtenidas mediante reducción con H_2 de óxidos de hierro, que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 45 μm y 850 μm en tamaño, y que tienen un contenido de Fe de al menos el 90% en peso del polvo de hierro que se mezcla de manera mecánica con un componente funcional elegido entre carbono activado, en el que el componente

funcional se bloquea en los poros de las partículas de hierro poroso. El material compuesto comprende un cuerpo de partículas porosas obtenido mediante reducción con H₂ de óxidos de hierro, que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 45 µm y 850 µm en tamaño y que tienen un contenido de Fe de al menos el 90% en peso del polvo de hierro, y el componente funcional es carbono activado.

5 En una realización de la invención, se da a conocer un método para reducir el contenido de contaminantes en fluidos que comprende las etapas de obtener un material compuesto poroso permeable tal como se describió anteriormente y permitir al fluido contaminado pasar a través del material compuesto permeable, reduciéndose así el contenido de los contaminantes.

10 El material compuesto poroso permeable puede colocarse dentro de un recipiente conectado al sistema de alimentación del fluido que va a tratarse. Tales recipientes pueden colocarse en serie o en paralelo, y conectarse a recipientes adicionales que contienen otras sustancias conocidas para reducir el contenido de sustancias nocivas en el fluido. El material compuesto según la invención preferiblemente tiene un área superficial específica por encima de 0,2, preferiblemente por encima de 0,5 y lo más preferiblemente por encima de 1 m²/g tal como se midió mediante BET (Brunauer, Emmett y Teller, 1938).

15 El material compuesto poroso permeable según la presente invención debe tener una permeabilidad, expresada como porosidad que oscila desde el 11 hasta el 68%, preferiblemente del 23-50%, independientemente de la realización.

20 En una realización de la presente invención, el material compuesto poroso permeable comprende preferiblemente el 0,1-5% en peso del componente funcional.

25 En una realización de la invención, se aplica el material compuesto para el tratamiento de agua potable, el tratamiento de agua residual (municipal e industrial) y la remediación de suelos. El material compuesto poroso permeable según la invención se diseña para el tratamiento óptimo de nitratos y nitritos y contaminantes inorgánicos y orgánicos tóxicos.

30 No se generan productos de desecho peligrosos directos cuando se usa el material compuesto poroso permeable según la invención para el tratamiento de agua.

35 El subproducto generado, es decir el material compuesto poroso usado, puede usarse en otras industrias, por ejemplo como material de partida para la industria del acero. El material compuesto según la invención demuestra un rendimiento mayor y más consistente en la eliminación de nitrato y otros contaminantes durante el tratamiento de agua y no da como resultado residuos peligrosos directos.

Dibujos

40 La figura 1 muestra un dibujo esquemático de materiales compuestos porosos permeables según la invención y formas diferentes en las que puede fabricarse el material compuesto.

45 La figura 2 muestra un dibujo esquemático de una columna usada para evaluar el rendimiento del material compuesto poroso permeable según la invención.

50 La figura 3 muestra un dibujo esquemático de un aparato usado para evaluar la permeabilidad del material compuesto poroso permeable según la invención. Usando una presión de aire mínima para ayudar al agua superar la tensión superficial del agua en el material compuesto para determinar la densidad permeable (porosidad) máx. (mín.). El material compuesto se compactó en diferentes densidades (porosidades). Medición de la cantidad de agua pasada a través del material compuesto con el tiempo bajo presión o sin presión.

Figura 4: ejemplos de métodos de producción

55 Figura 5: imagen de partícula de hierro poroso

Figura 6: imagen de partícula de hierro sólida

60 Figura 7: imagen que muestra componentes funcionales (en el presente documento partículas de carbono activado (CA)) en forma libre bloqueados en los poros de las partículas de hierro poroso a través del procedimiento de mezclado de manera mecánica. La estructura de la partícula de hierro poroso tiene un color más claro que las partículas de CA encerradas.

Ejemplos

65 Se usaron los siguientes materiales como materiales funcionales;

Tabla 1.

Nombre	% en peso del constituyente principal	Tamaño de partícula promedio D50, μm	Área superficial específica (BET) m^2/g
Carbono activado, CA	95,4% de C	3,8	680
Grafito A	99,4% de C	2,71	250
Grafito B	99,0% de C	5,5	10
Óxido férrico	99,1% de Fe_2O_3	0,75	5

Componentes funcionales usados

5

Ejemplo 1

Se usó una muestra de agua que se produce de manera natural, agua subterránea de Martinsberg, PA, EE.UU. El análisis químico se muestra en la tabla 2. La prueba se realizó bombeando el agua a una columna que tiene un material de prueba, tal como se muestra en la figura 3. El tiempo de contacto en lecho vacío, EBCT, fue de 25 minutos. Se analizó el agua efluente con respecto a contaminantes después de intervalos de tiempo determinados. El contenido de contaminantes a las 0 horas es igual al contenido en el agua no tratada (afluente).

10

Tabla 2

15

Nitrato (como N) [mg/l]	22,7
pH	7,33
Alcalinidad [mg/l]	220
Acidez [mg/l]	<1,0
Dureza total [mg/l]	531
Conductividad [mS/cm]	2680

Se sometieron a prueba diferentes materiales como materiales permeables en referencia a su capacidad para reducir la concentración de nitrato en la disolución. Se sometieron a prueba los siguientes materiales;

20 Material 1; un carbono activado granular disponible comercialmente, CA, 0,6 x 2,4 mm de tamaño que tiene un área superficial específica de 600 m^2/g tal como se midió mediante el método de BET.

25 Material 2; un polvo de hierro atomizado no poroso sólido disponible comercialmente, que tiene un tamaño de partícula de menos de 200 μm , que tiene un contenido de carbono de menos del 0,1% en peso disuelto en la matriz de hierro y un área superficial específica de menos de 0,1 m^2/g tal como se midió según BET.

30 Material 3; agregado de hierro no poroso sólido disponible comercialmente que tiene un contenido de carbono del 3% en peso disuelto en la matriz de hierro, un área superficial específica de 1,2 m^2/g tal como se midió según BET y un tamaño de 0,3 x 5 mm.

35 Material 4 no según la invención; material compuesto poroso permeable que tiene un área superficial específica de 2,7 m^2/g tal como se midió según BET. El material compuesto que se produce mezclando grafito A con un polvo de hierro reducido con hidrógeno poroso que tiene un tamaño de partícula entre 10-850 μm , un tamaño medio de partícula de aproximadamente 250 μm durante un periodo de 30 min. hasta que el grafito se introdujo en los poros del polvo de hierro. La cantidad de grafito A en dicho material compuesto fue del 1% en peso del material compuesto.

40 Material 5 no según la invención; material compuesto poroso permeable que tiene un área superficial específica de 6,7 m^2/g tal como se midió según BET. El material compuesto que se produce mediante alúmina activada con un polvo de hierro reducido con hidrógeno poroso que tiene un tamaño de partícula entre 10-850 μm , un tamaño medio de partícula de aproximadamente 250 μm durante un periodo de 30 min. hasta que la alúmina se introdujo en los poros del polvo de hierro. La cantidad de alúmina activada en dicho material compuesto fue del 4% en peso del material compuesto.

45 Material 6 no según la invención; material compuesto poroso permeable que tiene un área superficial específica de 2,0 m^2/g tal como se midió según BET. El material compuesto que se produce mediante zeolita con un polvo de

hierro reducido con hidrógeno poroso que tiene un tamaño de partícula entre 10-850 µm, un tamaño medio de partícula de aproximadamente 250 µm durante un periodo de 30 min. hasta que la zeolita se introdujo en los poros del polvo de hierro. La cantidad de zeolita en dicho material compuesto fue del 4% en peso del material compuesto.

5 La prueba se llevó a cabo de manera continua durante un periodo de 72 horas para cada material. La siguiente tabla muestra la concentración de iones nitrato en el efluente para cada material. La concentración de nitrato se midió mediante un electrodo selectivo de iones y se expresó como contenido de nitrógeno en mg/l.

Tabla 3

10

Horas	Material 1 - ejemplo comparativo		Material 2 - ejemplo comparativo		Material 3 - ejemplo comparativo		Material 4 - material compuesto poroso permeable (grafito A)		Material 5 - material compuesto poroso permeable (alúmina activada)		Material 6 - material compuesto poroso permeable (zeolita)	
	mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción
0	22,4	0	22,4	0	22,4	0	22,4	0	22,6	0	22,6	0
3	12,3	45,1	21,0	6,3	22,8	0	3,6	83,9	16,8	25,7	21,3	5,8
6	15,6	30,4	22,5	0	22,4	0	1,9	91,5	13,1	42,0	19,7	12,8
9	18,4	17,9	22,9	0	22,0	1,8	1,2	94,6	12,4	45,1	12,3	45,6
12	20,2	4,6	22,6	0	22,1	1,3	0,9	96,0	3,6	84,1	7,6	66,5
24	21,3	4,9	21,7	3,1	21,8	2,7	1,2	94,6	2,6	88,3	6,5	71,3
28	22,1	1,3	22,4	0	20,4	8,9	0,9	96,0	2,2	90,1	5,0	77,8
32	21,5	4,1	21,4	4,5	20,0	10,7	0,7	96,9	1,8	91,9	2,9	87,2
48	22,4	0	22,3	0,4	19,2	14,3	0,9	96,0	2,0	91,3	2,2	90,1
52	22,4	0	21,6	3,6	16,7	25,4	1,1	95,1	1,7	92,5	2,0	91,3
56	22,4	0	21,9	2,2	16,3	27,2	1,9	91,5	1,7	92,5	1,9	91,8
72	22,4	0	22,0	1,8	13,0	41,9	1,8	92,0	1,8	91,9	1,8	91,9

Tal como puede observarse a partir de la tabla 3 anterior, los materiales compuestos porosos permeables pueden reducir el contenido de nitrato durante el periodo de prueba completo y por encima del 90% de entre 3 y 48 horas de funcionamiento, dependiendo del componente funcional usado. El material 1 reduce la concentración de nitrato con aproximadamente el 18-45% hasta las 9 horas. El material 2 apenas muestra ningún efecto reductor y el material 3 reduce el contenido de nitrato menos del 50% durante el periodo de prueba y sólo comienza a funcionar después de un periodo de tiempo sustancial.

15

Ejemplo 2

20

Se sometieron a prueba diversos materiales compuestos porosos permeables según el método descrito en el ejemplo 1, con respecto a su capacidad de reducir nitratos. El agua que va a usarse se tomó de la misma fuente. Los materiales compuestos porosos permeables se prepararon mezclando diferentes componentes funcionales con un polvo de hierro poroso obtenido mediante reducción con hidrógeno de óxidos de hierro y que tiene un tamaño de partícula entre 10-850 µm, un tamaño medio de partícula de aproximadamente 250 µm durante un periodo de 30 minutos hasta que el componente funcional estaba bien distribuido y bloqueado en los poros del hierro poroso permeable.

25

En el material compuesto 1, se usó el 1% en peso de CA como componente funcional. El área superficial específica del material compuesto 1 fue de 5,7 m²/g tal como se midió mediante BET.

30

En el material compuesto 2, se usó el 2% en peso de CA como componente funcional. El área superficial específica del material compuesto 2 fue de 12,8 m²/g tal como se midió mediante BET.

35

En el material compuesto 3 no según la invención, se usó el 1% en peso de grafito A como componente funcional. El área superficial específica del material compuesto 3 fue de 2,7 m²/g tal como se midió mediante BET.

En el material compuesto 4 no según la invención, se usaron el 2% en peso de grafito B y el 3% en peso de óxido férrico, Fe₂O₃, como componentes funcionales. El área superficial específica del material compuesto 4 fue de 0,6 m²/g tal como se midió mediante BET.

- 5 La concentración de nitrato se midió mediante un electrodo selectivo de iones y se expresó como contenido de nitrógeno en mg/l.

Tabla 4

Horas	Material compuesto 1 - según la invención		Material compuesto 2 - según la invención		Material compuesto 3		Material compuesto 4	
	N mg/l	% de reducción	N mg/l	% de reducción	N mg/l	% de reducción	N mg/l	% de reducción
0	22,4	0	22,4	0	22,4	0	22,7	0
3	13,1	41,5	12,0	46,4	13,6	39,3	21,4	5,7
6	11,8	47,3	9,8	56,3	1,9	91,5	20,4	10,1
9	7,8	65,2	5,7	74,6	1,2	94,6	19,6	13,7
12	1,7	92,4	1,3	94,2	0,9	96,0	17,6	22,5
24	1,6	92,9	1,0	95,5	1,2	94,6	9,6	57,7
28	2,2	90,2	1,5	93,3	0,9	96,0	7,3	67,8
32	2,2	90,2	1,2	94,6	0,7	96,6	6,5	71,4
48	2,5	88,8	1,0	95,5	0,9	96,0	4,1	81,9
52	2,1	90,6	0,9	96,0	1,1	95,1	4,1	81,9
56	2,2	90,2	1,7	92,4	1,9	91,5	6,3	72,2
72	1,3	94,2	1,0	95,5	1,8	92,0	9,1	59,9

- 10 Tal como puede observarse a partir de la tabla 4, los materiales compuestos porosos permeables 1-3 tienen una capacidad de eliminación de nitrato con más del 90% después de 9-12 horas. El material compuesto 4 reduce el contenido de nitrato hasta un nivel de aproximadamente el 70% después de 32 horas y hasta las 56 horas de prueba.

15 Ejemplo 3

- Este ejemplo muestra la capacidad de un material compuesto poroso permeable según la invención para reducir múltiples contaminantes en agua subterránea. La prueba se realizó según el ejemplo 1 con la excepción de que se hicieron adiciones conocidas de arsénico, As, fosfato, PO₄³⁻ y cromo hexavalente, Cr^{VI}, a la agua antes de someterla a prueba.

El material permeable fue el material compuesto poroso permeable n.º 2 usado en el ejemplo 2.

- 25 La concentración de nitrato se midió mediante un electrodo selectivo de iones y se expresó como contenido de nitrógeno en mg/l. La concentración de fosfato y Cr hexavalente se midió mediante un método colorimétrico y la concentración de arsénico mediante un analizador de absorción atómica, AAS. La concentración de fosfato se expresó como mg/l de P. Las concentraciones de As y Cr también se expresan en mg/l.

30 Tabla 5

Horas	Nitrato		As mg/l		PO ₄ ³⁻		Cr ^{VI}	
	(N) mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción	(P) mg/l	% de reducción	mg/l	% de reducción
0	23,1	0	1,260	0	0,285	0	0,273	0
3	5,01	78,3	0,007	99,4	0,064	77,5	0,031	88,6
6	2,30	90,0	0,007	99,4	0,053	81,4	0,021	92,3

ES 2 748 150 T3

9	1,44	93,8	0,002	99,8	0,053	81,4	0,027	90,1
12	1,46	93,7	0,003	99,8	0,048	83,2	0,023	91,6
24	0,49	97,9	0,006	99,5	0,058	89,6	0,013	95,2
28	0,61	97,4	0,009	99,3	0,061	78,6	0,012	95,6
32	0,80	96,5	0,008	99,4	0,059	79,3	0,011	96,0
48	1,00	95,7	0,007	99,4	0,073	74,4	0,014	94,9

Tal como puede observarse a partir de la tabla 5, el material compuesto poroso permeable según la invención tiene la capacidad de eliminar múltiples combinaciones de contaminantes.

5 Ejemplo 4

Este ejemplo muestra la capacidad de un material compuesto poroso permeable según la invención, el material compuesto 2 en el ejemplo 2, para reducir múltiples contaminantes en agua subterránea en comparación con el material 3 en el ejemplo 1.

10 La prueba se realizó según el ejemplo 1 con la excepción de que se hicieron adiciones conocidas de arsénico, As, , al agua antes de someterla a prueba.

15 La concentración de nitrato se midió mediante un electrodo selectivo de iones y se expresó como contenido de nitrógeno en mg/l y la concentración de arsénico se midió mediante AAS.

Tabla 6

Horas	Polvo de hierro no poroso + el 3% de grafito - ejemplo comparativo				Material compuesto 2 - según la invención			
	Nitrato (N) mg/l	% de reducción	As mg/l	% de reducción	Nitrato (N) mg/l	% de reducción	As mg/l	% de reducción
0	22,5	0	5,300	0	23,0	0	5,400	0
3	21,1	6,2	0,022	99,6	3,9	83,0	0,014	99,7
6	20,8	7,6	0,013	99,8	3,0	87,0	0,007	99,9
9	21,1	6,2	0,020	99,6	4,5	80,4	0,083	98,5
12	22,5	0	0,033	99,4	3,6	84,3	0,024	99,6
24	18,1	19,6	0,458	91,4	3,0	87,0	0,019	99,6
28	22,0	2,2	0,460	91,3	2,7	88,3	0,011	99,8

20 Tal como resulta evidente a partir de la tabla 6, el material compuesto poroso permeable según la invención tiene a la larga una mayor capacidad de eliminación de arsénico en comparación con el ejemplo comparativo. Después de 24 horas, la capacidad del material comparativo para reducir el As va disminuyendo mientras que tal tendencia no se aprecia para el material compuesto según la invención. La capacidad de eliminación de nitrato es de aproximadamente el 80-90% para el material de la invención mientras que el polvo de hierro no poroso que tiene un contenido de carbono del 3% en peso disuelto en la matriz de hierro elimina el nitrato hasta un grado limitado.

Ejemplo 5 no según la invención

30 Este ejemplo muestra cómo determinar el grado de bloqueo para un material compuesto poroso permeable.

35 Se mezcló un polvo de hierro poroso con diferentes componentes funcionales, el 2% en peso de CA, el 1% en peso de grafito A y el 2% en peso de grafito B, respectivamente, durante 20 minutos. Se realizaron análisis de tamiz convencionales sobre el material compuesto poroso permeable y se midió el contenido de carbono en las diferentes fracciones. Cuando el componente funcional más fino está bien distribuido y bloqueado en los poros del hierro poroso, el contenido relativo de componente funcional en las diferentes fracciones deben ser lo más cercano posible al porcentaje del material total en las fracciones. Dividiendo el contenido de material funcional en un intervalo de tamiz con el contenido total de componente funcional, se obtiene una medición del grado de distribución y bloqueo. Para lograr una distribución y un bloqueo suficientes del componente funcional en esta medición, la distribución relativa debe estar entre 1,50 y 0,50 para los intervalos que contienen más del 5% en peso del material compuesto poroso permeable. Además, la cantidad de material funcional en la fracción más fina, menos de 0,075 mm, no debe

exceder el 30%, preferiblemente no exceder el 20% de la cantidad total de material funcional.

El polvo de hierro poroso usado tenía un contenido de Fe de mínimo el 97% en peso, un contenido de carbono por debajo del 0,1% en peso, una densidad aparente de 1,3 g/cm³. El 46,8% en peso estaba por encima de 0,250 mm, el 30,9% en peso por encima de 0,150 mm, el 13,8% en peso por encima de 0,075 mm y el resto, el 8,5% en peso, por debajo de 0,075 mm.

La siguiente tabla 7 muestra el análisis de tamiz de los diferentes materiales compuestos porosos permeables y también el contenido de carbono en las diferentes fracciones de tamiz.

Tabla 7

	2% de CA añadido				1% de grafito A añadido				1% de grafito B añadido			
	% en peso de comp.	% de C en peso	Distrib. de C en fracciones %	Distrib. relativa de C	% en peso de comp.	% de C en peso	Distrib. de C en fracciones %	Distrib. relativa de C	% en peso de comp.	% de C en peso	Distrib. de C en fracciones %	Distrib. relativa de C
Total	100	1,91	100,0	1	100	0,98	100	1	100	1,99	100,0	1
+0,250 mm	48,6	1,59	40,5	0,83	47,6	0,88	42,7	0,89	47,3	1,55	36,9	0,78
+0,150 mm	28,5	2,06	30,7	1,08	27,7	0,96	27,2	0,98	29,4	2,23	32,9	1,12
+0,075 mm	14,2	2,36	17,5	1,23	14,2	1,15	16,8	1,18	14,9	2,54	19,0	1,28
-0,075 mm	8,7	2,48	11,3	1,30	10,5	1,24	13,3	1,27	8,4	2,65	11,2	1,33

Ejemplo 6 no según la invención

Preparación del material compuesto poroso permeable

Este ejemplo muestra cómo diversos tipos de polvos de hierro pueden usarse para la producción del material compuesto poroso permeable, dependiendo del método de preparación. Los polvos de hierro usados y el método de producción deben elegirse de manera que el material compuesto poroso permeable tendrá menos del 20% en peso por debajo de 75 µm, preferiblemente menos del 10% en peso por debajo de 75 µm ya que las partículas de hierro poroso más finas pueden arrastrarse fácilmente con el flujo de agua. Se usó el 2% de CA como componente funcional.

Se prepararon diferentes tipos de materiales compuestos porosos permeables;

(1) compactando un polvo de hierro para dar barras de TRS (resistencia a la ruptura transversal) seguido por el dimensionamiento, moliendo suavemente para dar el tamaño deseado, posteriormente mezclado con el componente funcional, - CSM

(2) compactando un polvo de hierro para dar barras de TRS seguido por el tratamiento térmico en una atmósfera de nitrógeno seguido por el dimensionamiento, moliendo suavemente para dar el tamaño deseado, posteriormente mezclado con el componente funcional, - CHSM

(3) mezclando el componente funcional con un polvo de hierro, compactando la mezcla para dar barras de TRS seguido por el dimensionamiento, moliendo suavemente para dar el tamaño deseado, - MCS

(4) mezclando el componente funcional con un polvo de hierro, compactando la mezcla para dar barras de TRS, seguido por el tratamiento térmico en una atmósfera de nitrógeno seguido por el dimensionamiento, moliendo para dar el tamaño deseado, - MCHS

Después de la compactación, se midieron la densidad en verde, porosidad y resistencia en verde. La resistencia en verde también se midió después del tratamiento térmico. Después de que las muestras se dimensionaran hasta el tamaño deseado, se midieron la distribución de tamaño de partícula y la densidad aparente en los polvos dimensionados obtenidos.

La densidad en verde (GD) se midió dividiendo el peso de la muestra entre el volumen calculado.

ES 2 748 150 T3

La resistencia en verde (GS), que expresa la resistencia de la estructura porosa del material compuesto fabricado, se midió según la norma ASTM B 312-ISO 3995

5 La porosidad se midió basándose en las mediciones de densidad en verde y densidad específica (la densidad sin la porosidad) del material.

La densidad aparente (DA) se midió usando un medidor Hall Flow. El área superficial específica (SSA) se midió según el método de BET.

10 Tabla 8. Preparación de los diferentes tipos de materiales compuestos y su eficacia en la reducción de nitrato

Etapa del procedimiento	método de producción	1-CSM	3-MCS	2-CHSM	4-MCHS	2-CHSM	4-MCHS	2-CHSM	4-MCHS
Material de hierro de partida	Polvo de hierro	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	No poroso	No poroso
	% de Fe	mín. 97	mín. 97	mín. 97	mín. 97	mín. 98	mín. 98	mín. 99	mín. 99
	% de C	máx. 0,1							
	DA g/cm ³	1,3	1,3	1,8	1,8	2,4	2,4	3	3
	% en peso +0,850 mm	0	0	0	0	0	0	0	0
	% en peso +0,250 mm	46,8	46,8	0	0	0	0	0	0
	% en peso +0,150 mm	30,9	30,9	4,9	4,9	1,3	1,3	7,6	7,6
	% en peso +0,075 mm	13,8	13,8	50,2	50,2	45,3	45,3	37,2	37,2
	% en peso -0,075 mm	8,5	8,5	44,9	44,9	53,4	53,4	55,2	55,2
	SSA m ² /g	0,23	0,23	0,2	0,2	0,12	0,12	0,05	0,05
Procedimiento de mezclado	% de CA	0	2	0	2	0	2	0	2
	Tiempo mín.	0	20	0	20	0	20	0	20
Compactación y procedimiento y material	Presión de compactación psi/MPa	25000/172	25000/172	30000/206	30000/206	30000/206	30000/206	30000/206	30000/206
	GD g/cm ³	4,68	4,42	4,96	4,86	5,42	5,35	5,76	5,70
	% de Porosidad	40,5	43,8	37,0	38,2	31,1	32,0	26,8	27,6
	GS psi/N/mm ²	4300/30,1	3810/26,7	1500/10,5	1100/7,7	1600/11,2	580/4,1	900/6,3	580/4,1
Tratamiento térmico y procedimiento y material	Temperatura °C	21	21	538	900	538	900	538	900
	GS después del tratamiento térmico psi/N/mm ²	4300/30	3810/26	3960/27,7	4660/32,6	3120/21,8	990/6,9	2890/20,2	930/6,5
Procedimiento de dimensionamiento	Molienda	Sí							
Procedimiento de mezclado	% de CA	2	0	2	0	2	0	2	0
	Tiempo mín.	20	0	20	0	20	0	20	0
Producto final – material dimensionado	material compuesto	poroso							
	% de C	2	2	2	2	2	2	2	2
	DA g/cm ³	1,29	1,37	1,56	1,48	1,98	1,88	2,78	2,88
	% en peso +0,250 mm	72	68	73,4	91,1	51,9	63,7	66,2	56

ES 2 748 150 T3

	% en peso +0,150 mm	14,1	17,2	3,3	1,9	5,4	8,1	6	10,2
	% en peso +0,075 mm	12,4	10,3	15,8	5	29,9	22,6	18,6	23,7
	% en peso - 0,075 mm	1,5	4,5	7,5	2	12,3	5,6	9,2	10,1
	SSA m ² /g	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8
Pruebas de eficacia (reducción nitrato)	de Horas	nitrato (N) mg/l							
	de 0	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4
	de 6	9,6	10,1	12,2	10,5	9,8	11,0	13,5	12,7
	de 12	1,7	2,3	1,5	1,6	2,0	2,1	2,5	2,4
	de 24	1,2	1,0	1,1	1,2	0,9	1,5	1,4	1,6

La tabla 8 muestra que pueden producirse materiales compuestos porosos permeables según diversos métodos.

5 Por ejemplo, un polvo de hierro no poroso puede convertirse en un material compuesto poroso permeable que tiene una porosidad por encima del 25%, ofreciendo una permeabilidad suficiente al líquido o fluido contaminado. Por ejemplo, un polvo de hierro no poroso también puede convertirse en un polvo o estructura de hierro poroso.

10 También puede usarse polvo de hierro más fino para producir el material compuesto poroso permeable con una distribución de tamaño de partícula de sustancialmente menos del 20% en peso que es de menos de 75 µm. Si más del 20% en peso del material compuesto poroso permeable es de menos de 75 µm, el material compuesto será menos eficaz ya que la fracción más fina tiende a ser arrastrada por el líquido.

15 Para no desintegrarse después del procesado, se cree que la resistencia en verde del material compactado debe exceder los 500 psi, un criterio que se satisface por todos los ejemplos del ejemplo 6.

Ejemplo 7 no según la invención

20 Este ejemplo muestra cómo se midió la porosidad mínima requerida para el material compuesto poroso permeable. Se usaron tres polvos de hierro diferentes adecuados para producir el material compuesto poroso permeable, y se sometieron a prueba dos materiales compuestos porosos permeables diferentes. El equipo de prueba es según la figura 3.

25 Los polvos de hierro y los materiales compuestos se compactaron en diferentes densidades en verde. Los materiales compuestos porosos permeables se fabricaron según la realización (3) dada a conocer anteriormente.

Los materiales que van a someterse a prueba se colocaron en la columna y se hizo pasar agua. Se midió la cantidad de agua que penetra a través del material de prueba como ml de agua después de 5 minutos.

30 La siguiente tabla 9 muestra que la porosidad del material compuesto poroso permeable tiene que ser más de aproximadamente el 11%. Esto resulta evidente para las pruebas 1 y 2. A una porosidad del 9,7%, el agua no pasa a través del material compuesto a ninguna presión aplicada (prueba 2). A una porosidad del 12,8%, el agua pasa a través del material compuesto a una presión mínima de 5 psi (0,03 MPa), por tanto la porosidad necesaria tiene que estar por encima de aproximadamente el 11%.

35 Tabla 9

		Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Prueba 4	Prueba 5	Prueba 6
Polvo de hierro		No poroso	No poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso
	% de Fe	mín. 99	mín. 99	mín. 98	mín. 97	mín. 97	mín. 97
	% de C	máx. 0,1	máx. 0,1	máx. 0,1	máx. 0,1	máx. 0,1	máx. 0,1
	DA g/cm ³	3	3	2,4	1,3	1,3	1,3
	% en peso +0,850 mm	0	0	0	0	0	0

ES 2 748 150 T3

	% en peso +0,250 mm	0	0	0	46,8	46,8	46,8
	% en peso +0,150 mm	7,6	7,6	1,3	30,9	30,9	30,9
	% en peso +0,075 mm	37,2	37,2	45,3	13,8	13,8	13,8
	% en peso - 0,075 mm	55,2	55,2	53,4	8,5	8,5	8,5
	SSA m ² /g	0,05	0,05	0,12	0,23	0,23	0,23
	mezclado	no	no	no	no	1% de CA	1% de grafito A
Material compactado	densidad, g/cm ³	6,86	7,11	5,96	4,77	4,94	5,00
	porosidad, %	12,8	9,7	24,3	39,4	37,2	36,5
Prueba de permeabilidad	tiempo, min.	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
	presión de aire, psi/MPa	ml de agua después de 5 minutos					
	0/0	0	0	0	0	0	0
	5/0,034	1	0	3	2	2	2
	10/0,069	2	0	5	4	4	4
	20/0,138	3	0	11	9	6	7

REIVINDICACIONES

- 5 1. Material compuesto poroso e impermeable para el tratamiento de fluidos contaminados caracterizado porque dicho material compuesto comprende un cuerpo de partículas de hierro poroso obtenidas mediante reducción con CO o reducción con H₂ de óxidos de hierro, que tiene un intervalo de tamaño de partícula entre 45 µm y 2 mm, que tiene un contenido de Fe por encima del 90% en peso; y el 0,01-10% en peso de un componente funcional que es carbono activado, en forma libre, distribuido y bloqueado en los poros y las cavidades del cuerpo de hierro.
- 10 2. Material compuesto según la reivindicación 1, en el que el componente funcional tiene un tamaño de partícula por debajo de 20 µm, preferiblemente 0,01-20 µm, preferiblemente 0,01-10 µm, 0,02-10 µm, preferiblemente 0,02-5 µm.
- 15 3. Material compuesto según la reivindicación 1 ó 2, en el que dicho material compuesto tiene un área superficial específica por encima de 0,2, preferiblemente por encima de 0,5 y lo más preferiblemente por encima de 1 m²/g tal como se midió mediante BET.
- 20 4. Material compuesto según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la cantidad total del componente funcional está entre el 0,05-8% en peso, preferiblemente entre el 0,1-5% en peso.
- 25 5. Material compuesto según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho material compuesto comprende un cuerpo de polvo de hierro reducido con H₂ de partículas porosas que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 45 µm y 850 µm en tamaño y que tiene un contenido de Fe de al menos el 90% en peso del polvo de hierro.
- 30 6. Método para fabricar un material compuesto poroso e impermeable para el tratamiento de fluidos contaminados, que comprende las etapas de: mezclar de manera mecánica partículas de hierro poroso que representan un cuerpo de hierro obtenido mediante reducción con CO o reducción con H₂ de óxidos de hierro, que tienen un contenido de Fe por encima del 90% en peso y que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 45 µm y 2 mm, con un componente funcional que es carbono activado, en forma libre, que está presente en una cantidad del 0,01-10% en peso, hasta que el componente funcional se distribuye mediante fuerzas mecánicas en el cuerpo de hierro y se bloquea.
- 35 7. Método según la reivindicación 6, en el que las partículas de hierro son partículas de polvo de hierro poroso reducidas con H₂ que tienen un intervalo de tamaño de partícula entre 45 µm y 850 µm en tamaño.
- 40 8. Uso de un material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, para reducir el contenido de contaminantes en un fluido, en el que se deja pasar dicho fluido a través del material compuesto permeable.
- 45 9. Uso de un material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, para reducir el contenido de contaminantes en un fluido, en el que dicho fluido es un fluido que contiene agua, preferiblemente agua subterránea, agua de río, agua residual industrial, agua residual urbana y/o agua superficial.
- 50 10. Uso de un material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, para reducir el contenido de contaminantes seleccionados del grupo que consiste en nitrato, nitrito, metales pesados, tales como As, Pb, Hg, Cd, Se, Cr y Cr hexavalente, otras sustancias inorgánicas tóxicas y compuestos orgánicos tóxicos; o combinaciones de los mismos; preferiblemente nitrato y/o nitrito.
11. Uso de un material compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que dicho fluido va a usarse como agua potable.

Figura 1

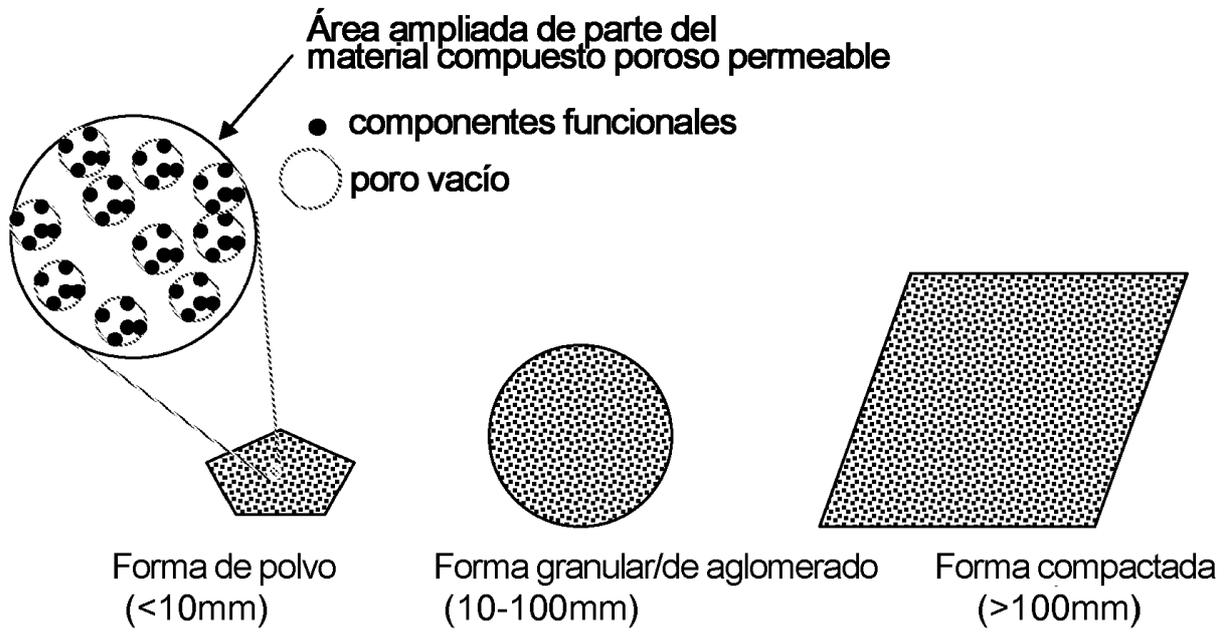


Figura 2

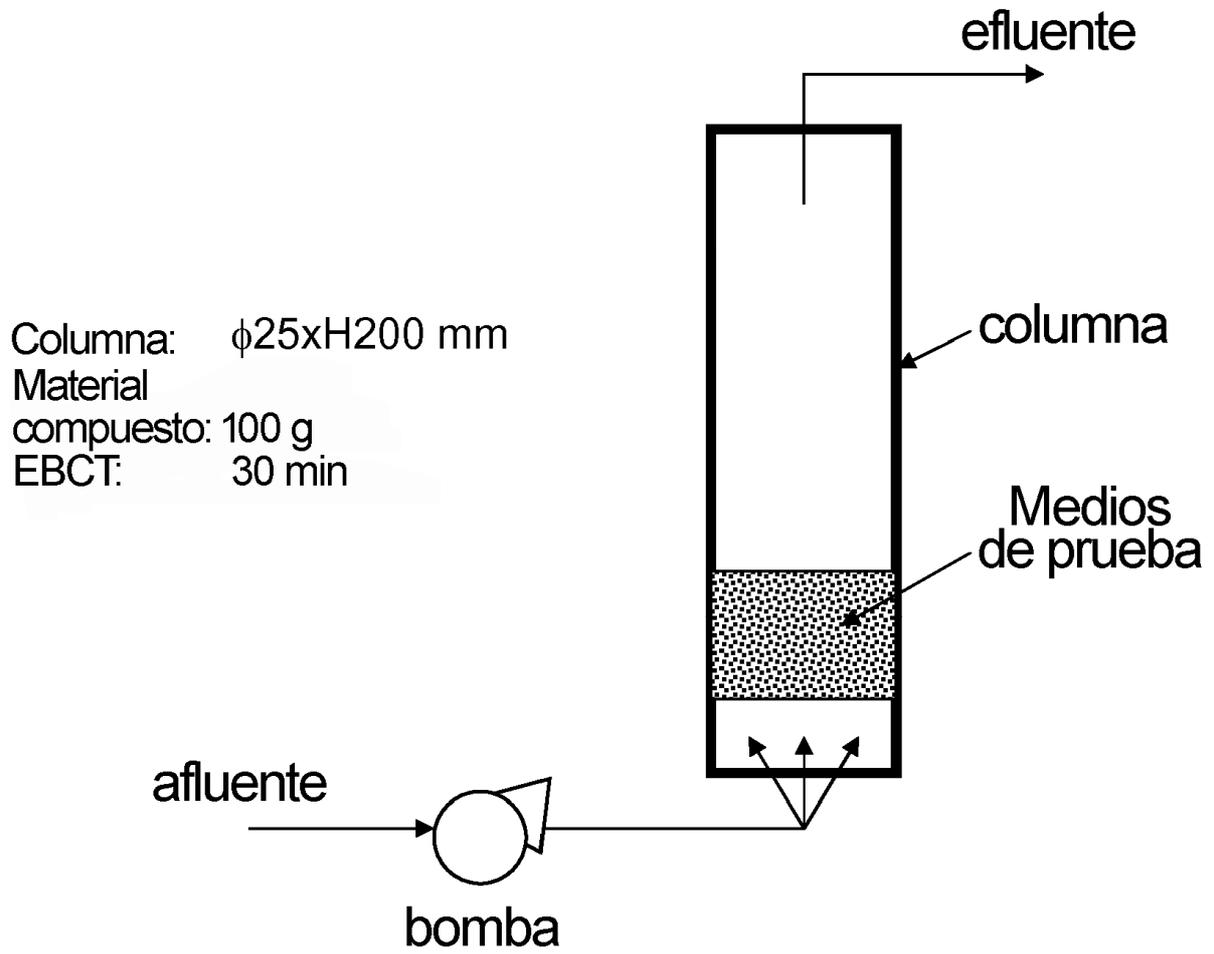


Figura 3

Columna: $\phi 25 \times H 200$ mm
Material $\phi 25 \times H 20$ mm
compuesto:
agua: 100 ml
presión de aire: 0 y 0.035 MPa

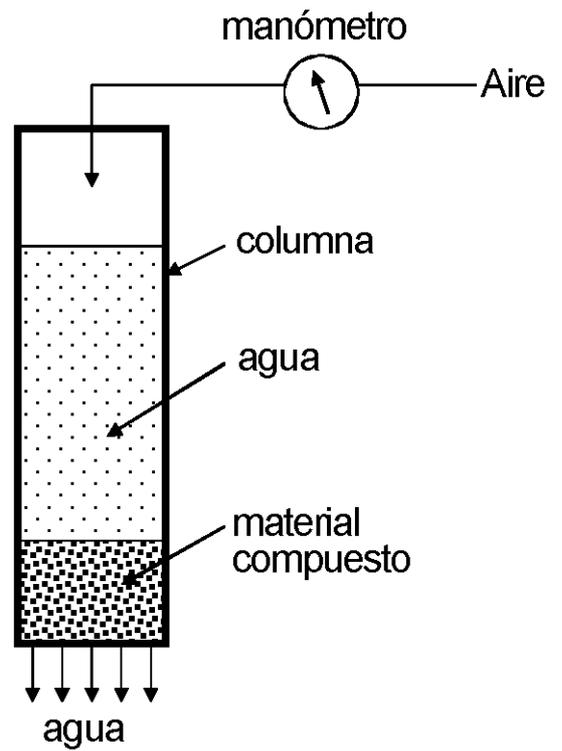


Figura 4. Ejemplos de realizaciones según la invención

Método	Etapas del procedimiento
(1)	<p>Mezclado [Polvo de Fe reducido quím. (10 mm-10 μm) + Componente funcional (<20 μm, pref. <10 μm)]</p>
(2)	<p>Tratamiento térmico [Polvo de Fe (2 mm-1 μm, pref. 1 mm-1 μm, lo más pref. 0,5 mm-1 μm), 300-1200°C] ↓ Dimensionamiento [hasta un polvo poroso más grueso] ↓ Mezclado [Polvo de Fe poroso + Componente funcional (<10 μm, pref. <5 μm)]</p>
(3)	<p>Mezclado [Polvo de Fe (10 mm-10 μm) + Componente funcional (<20 μm, pref. <10 μm)] ↓ Compactación [<1000 MPa, pref. <600 MPa hasta un cuerpo compactado (bloques, gránulos, aglomerados) (2,5-7 g/cm³, pref. 4-6 g/cm³) ↓ Dimensionamiento (opcional) [hasta el tamaño deseado]</p>
(4)	<p>Mezclado [Polvo de Fe (10 mm-10 μm, pref. 5 mm-20 μm, lo más pref. 2 mm-45 μm)+ Componente funcional (<20 μm, pref. <10 μm)] ↓ Tratamiento térmico [300-1200°C] ↓ Dimensionamiento [hasta el tamaño deseado]</p>

(5)	<p>Mezclado [Polvo de Fe (10 mm-10 μm) + Componente funcional (<20 μm, pref. <1,0 μm)]</p> <p>↓</p> <p>Compactación [<1000 MPa, pref. <600 MPa hasta un cuerpo compactado (bloques, gránulos, aglomerados) (<7g/cm³)</p> <p>↓</p> <p>Tratamiento térmico [300-1200°C]</p> <p>↓</p> <p>Dimensionamiento (opcional) [hasta el tamaño deseado]</p>
(6)	<p>Compactación [Polvo de Fe (2 mm-1 μm, pref. 1 mm-1 μm, lo más pref. 0,5 mm-1 μm), <1000 MPa, hasta un cuerpo compactado (bloques, gránulos, aglomerados) (2,5-7 g/cm³ o 4-6 g/cm³)</p> <p>↓</p> <p>Dimensionamiento [hasta partículas de 10 mm-10 μm]</p> <p>↓</p> <p>Mezclado [Material dimensionado + Componente funcional (<10 μm, pref. <5 μm)]</p>
(7)	<p>Compactación [Polvo de Fe (2 mm-1 μm, pref. 1 mm-1 μm, lo más pref. 0,5 mm-1 μm), <1000 MPa hasta un cuerpo compactado (bloques, gránulos, aglomerados) (2,5-7 g/cm³, o 4-6 g/cm³)</p> <p>↓</p> <p>Tratamiento térmico [300-1200°C]</p> <p>↓</p> <p>Dimensionamiento [hasta partículas de 10 mm-10 μm, pref. de 5 mm-20 μm, lo más pref. de 2 mm-45 μm]</p> <p>↓</p> <p>Mezclado [Material dimensionado + Componente funcional (<10 μm, pref. <5 μm)]</p>

Figura 5: partícula de hierro poroso

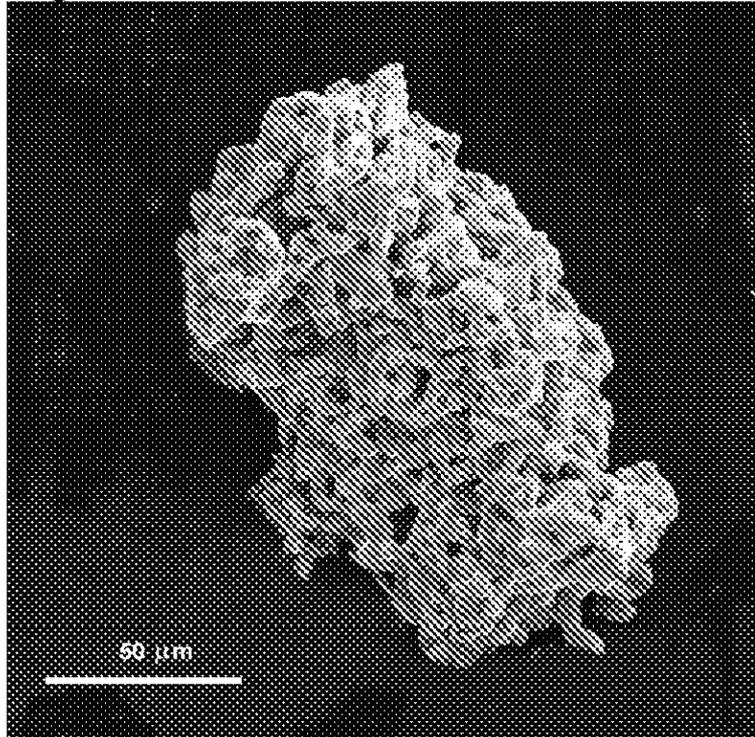


Figura 6: partícula de hierro sólido

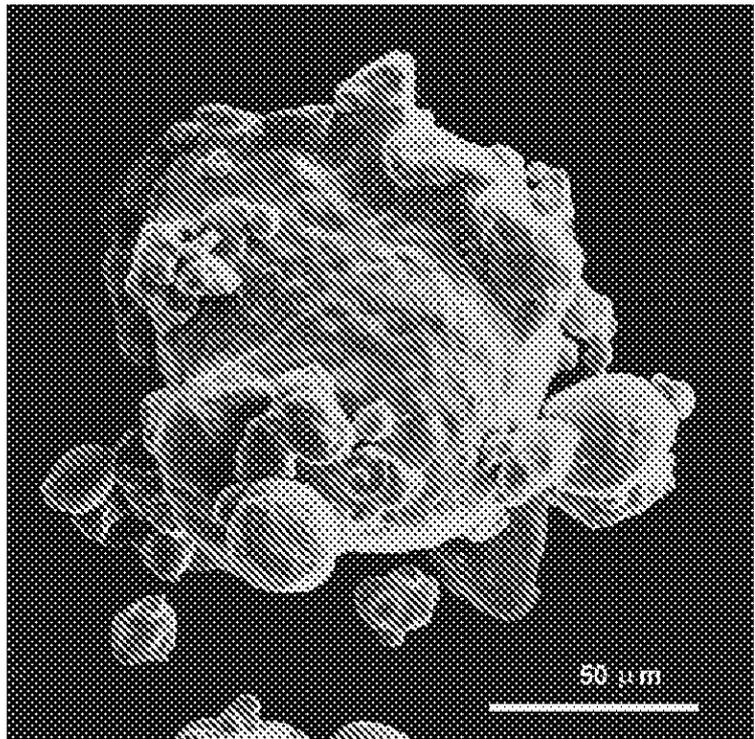


Figura 7: Componentes funcionales (en el presente documento partículas de carbono activado (CA)) en forma libre bloqueados en los poros de las partículas de hierro poroso a través de un procedimiento de mezclado de manera mecánica

