



**IPI** INSTITUTO  
NACIONAL  
DA PROPRIEDADE  
INDUSTRIAL  
Assinado  
Digitalmente

**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**  
MINISTÉRIO DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO EXTERIOR E SERVIÇOS  
**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

## CARTA PATENTE Nº BR 112012008190-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

**(21) Número do Depósito:** BR 112012008190-0

**(22) Data do Depósito:** 04/08/2010

**(43) Data da Publicação do Pedido:** 10/02/2011

**(51) Classificação Internacional:** B22F 1/00; B22F 9/04; C02F 1/58

**(30) Prioridade Unionista:** SE 09 50579-3 de 05/08/2009; US 61/231,568 de 05/08/2009

**(54) Título:** COMPOSTO POROSO E PERMEÁVEL PARA TRATAMENTO DE FLUIDOS CONTAMINADOS, SEU MÉTODO DE FABRICAÇÃO E SEU USO

**(73) Titular:** HÖGANÄS AB (PUBL), Sociedade Sueca. Endereço: S-263 83 HOGANAS, SUÉCIA(SE)

**(72) Inventor:** BO HU

**Prazo de Validade:** 20 (vinte) anos contados a partir de 04/08/2010, observadas as condições legais

**Expedida em:** 03/04/2018



Assinado digitalmente por:

**Júlio César Castelo Branco Reis Moreira**  
Diretor de Patente



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"COMPOSTO POROSO E PERMEÁVEL PARA TRATAMENTO DE FLUIDOS CONTAMINADOS, SEU MÉTODO DE FABRICAÇÃO E SEU USO"**.

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção abrange um composto contendo partículas de ferro e pelo menos um ingrediente funcional. As partículas dos ingredientes funcionais são bem distribuídas em um corpo de ferro poroso permeável. A presente invenção da mesma forma abrange o método de preparar o composto, e o uso do composto para purificar fluidos. O composto pode ser fabricado em forma de pó, forma de pélete e várias outras formas usando-se processos metalúrgicos de pó.

ANTECEDENTE DA INVENÇÃO

[002] Substâncias inorgânicas/orgânicas tóxicas em várias fontes de água têm que ser reduzidas abaixo de níveis regulados antes que a água entre em sistemas de água potável ou seja liberada em recipientes.

[003] Nitrato( $\text{NO}_3^-$ ) é o contaminante inorgânico mais comum encontrado em água de solo nas áreas onde atividades de agricultura ocorrem pesadamente. Nitratos normalmente aproxima-se de fertilizantes, usados cultivo e jardinagem para fornecer as plantas e arbustos nutrientes.

[004] Outros contaminantes que podem ser gerados de tais atividades são fosfatos ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) e traços de pesticidas tal como atrazina. Acúmulo de fertilizantes é um problema quando eles podem passar pelo solo e podem contaminar sistemas de água de solo. Igualmente, cavidades de água rasas e cavidades de água fundas podem ser afetadas.

[005] Metais tóxicos tal como arsênico (As), cromo (Cr), dos quais seu estado de oxidação +6 ( $\text{Cr}^{\text{VI}}$ ) é considerado mais prejudicial,

chumbo (Pb), mercúrio (Hg), cádmio (Cd), selênio (Se), etc, outras substâncias como hidrocarbonetos clorados e outras substâncias orgânicas, algumas vezes medidas como Carbono Orgânico Total (TOC) são gerados a partir de origens naturais ou de atividades industriais ou de cultivo.

[006] Para obter níveis aceitáveis de contaminantes em água potável, vários processos são atualmente usados.

[007] Osmose reversa é com base no processo de osmose. Esta envolve o movimento seletivo de água a partir de um lado de uma membrana ao outro. Uma desvantagem principal de osmose reversa é a quantidade grande de água residual contaminada gerada que pode ser até 50 a 90% da água que entra. Com o passar do tempo, entupimento dos poros de membrana ocorre quando ferro, sais e bactérias acumulam na superfície de membrana. Isto não apenas afeta o desempenho do sistema de osmose reversa, porém pode da mesma forma causar contaminação bacteriana da água. Esta técnica é da mesma forma mesma consome muita energia.

[008] Processos de destilação são da mesma forma usados. O nitrato e outros minerais permanecem concentrados no tanque de ebulição. As desvantagens deste processo incluem a quantidade de energia consumida (para ferver a água), capacidade limitada e manutenção constante.

[009] O processo de troca iônica filtra água através dos materiais de resina esféricos semelhantes a conta (resinas de troca iônica). Íons na água são trocados para outros íons fixados às contas. Os dois métodos de troca iônica mais comuns são abrandamento e desionização. Técnicas de troca iônica da mesma forma geram resíduo de salmoura perigoso que necessita ser depositado. Sistemas de desionização (DI) efetivamente removem íons, porém eles não efetivamente removem mais orgânicos ou microorganismos. Microorganismos podem ligar-se

às resinas, fornecendo um meio de cultura para crescimento bacteriano rápido e geração de pirogênio subsequente. Esta técnica tem um baixo investimento de capital inicial, porém, um alto custo operacional a longo prazo.

[0010] Publicação de patente US No. 2007/0241063A1 descreve um processo para tratar água contaminada com um composto orgânico volátil com grânulos de pó de ferro contendo ferro, carbono e oxigênio. A adição de carbono aos grânulos de pó de ferro em US2007/0241063A1 é feita durante o processo de atomização e não é submetida a qualquer processo de mistura. Isto é geralmente conhecido como um processo "pré-liga" no campo de metalurgia de pó.

[0011] Patente US No. 5534154 descreve um procedimento para tratar água contaminada passando-se a água contendo contaminante em solução através de um corpo permeável de material de tratamento compreendendo partículas de um material absorvente fisicamente misturado com partículas de metal. As partículas de metal de ferro mencionadas na patente são carregamentos de ferro geralmente em forma granular sólida. O procedimento requer uma voltagem de Eh negativa que sucessivamente demanda exclusão de oxigênio.

[0012] US6827757 descreve um composto com base em magnetita-ferro com tamanho de partícula médio muito pequeno de 0,05 - 10  $\mu\text{m}$ .

[0013] EP1273371 A2 descreve um pó de ferro adaptado para remediar meios selecionados por desalogenando-se hidrocarbonetos halogenados nos meios compreendendo partículas de pó de ferro e compostos inorgânicos. Os referidos compostos inorgânicos deveriam ter uma resistividade elétrica muito baixa, preferivelmente selecionada a partir do grupo consistindo em Ca, Ti, V e Cr. Os referidos compostos inorgânicos deveriam estar presentes em pelo menos uma porção da superfície de cada partícula.

## SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[0014] Um objetivo da invenção é fornecer compostos porosos permeáveis compreendendo um corpo de ferro adequado para purificação de contaminante de fluidos, especialmente líquidos, tal como água. Os compostos podem ser aplicados em tratamentos fluidos tal como tratamento de água potável, tratamento de água residual tal como tratamento de água residual municipal e industrial, e da mesma forma para remediação do solo. Além disso, o composto poroso permeável tem ingredientes funcionais em sua forma livre bem distribuído e preso nos poros de um corpo de ferro. O termo 'preso' refere-se ao efeito de ligar partículas de ingrediente funcionais ao corpo de ferro de uma tal maneira que elas não serão removidas do corpo de ferro pelo fluido durante o processo de purificação. Outro objetivo da invenção é fornecer o método de preparar o composto com base em ferro.

[0015] Ainda outro objetivo da invenção é fornecer um método para purificar líquidos, tal como água, a partir de contaminantes sem geração de produtos residuais perigosos.

[0016] Ainda outro objetivo preferido da invenção é fornecer um produto e método para reduzir nitratos em água, especialmente água a ser usada como água potável.

[0017] A presente invenção refere-se a um composto poroso e permeável para tratamento de fluidos contaminados caracterizado pelo fato de que o referido composto compreende um corpo de partículas de ferro e 0,01 - 10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional distribuído e preso nos poros e cavidades do corpo de ferro. Um corpo de partículas de ferro será interpretado como um corpo de partículas quando elas estão em estado original ou as partículas de ferro foram formadas em uma forma diferente (um corpo de ferro).

[0018] Um composto poroso permeável, compreendendo 0,01% - 10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional, selecionado

preferivelmente a partir do grupo consistindo em compostos contendo carbono, compostos contendo cálcio, compostos contendo sódio, compostos contendo ferro, compostos contendo titânio e compostos contendo alumínio; preferivelmente os referidos compostos contendo carbono são selecionados a partir de grafite, carvão ativado (CA) e coque; os referidos compostos contendo ferro são selecionados a partir de sulfato férrico ou ferroso, óxidos férricos e hidróxidos férricos; os referidos compostos contendo titânio são titânia; e os referidos compostos contendo alumínio são selecionados a partir de alumina, alumina ativada e silicatos de alumínio tais como zeólitos; o referido composto contendo sódio é soda (carbonato de sódio); os referidos compostos contendo cálcio são cal (óxido de cálcio); preferivelmente o referido ingrediente funcional é do grupo de grafite, carvão ativado, coque, alumina ativada e zeólitos, mais preferivelmente a partir do grupo de grafite, carvão ativado, coque. Opcionalmente pode outros ingredientes funcionais fora do grupo mencionado ser selecionados, dependendo do contaminante a ser processado. Todos os ingredientes funcionais deveriam ser presos e bem distribuídos no corpo de ferro poroso permeável.

[0019] A presente invenção da mesma forma refere-se a métodos de preparar um composto poroso permeável, por exemplo, para o tratamento de água. O referido composto pode ser fabricado em várias formas, tal como pó, fragmento, floco, bloco ou pelota, usando tecnologias metalúrgicas de pó comum.

[0020] Um método para fabricar um composto poroso e permeável para tratamento de fluidos contaminados, compreendendo as etapas de; mecanicamente misturar partículas de ferro representando um corpo de ferro com pelo menos um ingrediente funcional que está presente em uma quantidade de 0,01 - 10% em peso até que o ingrediente funcional seja distribuído por forças mecânicas no corpo de ferro e se-

ja preso; opcionalmente tratando por calor o corpo de ferro, com ou sem o referido pelo menos um ingrediente funcional, em uma temperatura entre 300 e 1200°C em uma atmosfera inerte ou de redução; opcionalmente compactando o corpo de ferro, com ou sem o referido pelo menos um ingrediente funcional, em um corpo compactado tendo uma densidade verde igual a ou abaixo de 7,0g/cm<sup>3</sup>; e/ou opcionalmente dimensionar o referido corpo de ferro, com ou sem o referido pelo menos um ingrediente funcional, em que as referidas etapas podem ser realizadas em ordem opcional.

[0021] A presente invenção da mesma forma refere-se ao uso de um com composto poroso permeável de acordo com quaisquer reivindicações anteriores para reduzir o teor de contaminantes em um fluido, em que o referido fluido é permitido passar através do composto permeável. O referido fluido pode ser um fluido contendo água, preferivelmente água de solo, água de rio, água residual industrial, água residual cívica e/ou água superficial. O referido fluido pode ser usado como água potável depois do tratamento de purificação de acordo com a presente invenção. Os referidos contaminantes podem ser selecionados a partir do grupo consistindo em nitrato, nitrito, metais pesados, tais como Como, Pb, Hg, Cd, Se, Cr e Cr hexavalente, outras substâncias inorgânicas tóxicas e compostos orgânicos tóxicos; ou combinações dos mesmos; preferivelmente nitrato e/ou nitrito.

#### DESCRIÇÃO DETALHADA DA PRESENTE INVENÇÃO

[0022] O composto permeável e poroso de acordo com a presente invenção compreende uma mistura de ferro poroso, e 0,01 - 10%, preferivelmente 0,05 - 8%, preferivelmente 0,1 - 5% em peso de pelo menos um ingrediente funcional que poderia ser escolhido a partir de coque, grafite, carvão ativado, óxidos férricos, hidróxidos férricos, titânia, alumina, alumina ativada, zeólitos, cal (óxido de cálcio), soda (carbonato de sódio), sulfato férrico ou ferroso, preferivelmente a partir do

grupo de coque, grafite, carvão ativado, alumina ativada e zeólitos. Dependendo do poro e tamanho de cavidade do ferro poroso permeável, o ingrediente funcional pode ter em algumas modalidades da invenção um tamanho de partícula menor do que 20  $\mu\text{m}$ , preferivelmente menor do que 10  $\mu\text{m}$ , em outras modalidades o tamanho de partícula dos ingredientes funcionais pode ser menor do que 10  $\mu\text{m}$  preferivelmente menor do que 5  $\mu\text{m}$ . O tamanho de partícula estando acima de cerca de 0,02  $\mu\text{m}$ .

[0023] O uso da expressão "permeável" como descrito aqui será interpretado como um composto ou um pó de ferro ou corpo sendo construído de forma que é permeado ou penetrado, especialmente por líquidos ou gases. O uso da expressão "poroso" como descrito aqui será interpretado como um composto ou um pó de ferro ou corpo que é construído de forma que é admitindo a passagem de gás ou líquido através dos poros ou interstícios. Desse modo, o composto permeável e poroso de acordo com a presente invenção compreende o pelo menos um ingrediente funcional localizado em poros e cavidades do composto. A parte de ferro do composto, do corpo de ferro, poderia ser feita de pó de ferro ou partículas de ferro que elas mesmas são porosas. De outra maneira, o corpo de ferro, a estrutura de ferro porosa e permeável, é preparado usando compactação e/ou calor e dimensionamento de pó de ferro ou partículas.

[0024] As partículas de ferro ou pó são/é misturadas com o ingrediente funcional resultando em um composto de acordo com a invenção. Da mesma forma, o pó de ferro pode ser misturado com o(s) ingrediente(s) funciona(is) antes de ser compactados e/ou tratados por calor, opcionalmente seguido por dimensionamento em um tamanho desejado. Alternativamente, o pó de ferro pode ser compactado e/ou tratado por calor, opcionalmente seguido por dimensionamento em um tamanho desejado, antes de ser misturado com o(s) ingrediente(s)

funcional(ais).

[0025] Todos os ingredientes funcionais deveriam ser presos em e bem distribuídos no corpo de ferro poroso permeável ou estrutura de ferro. Os ingredientes funcionais são livres de, isto é ainda em seu estado original, e desse modo não alterado de qualquer maneira semelhante ligada ou revestida ao corpo de ferro. Além de obter um efeito técnico combinado da capacidade absorvente do ingrediente funcional e a habilidade de redox do ferro poroso um efeito sinérgico é obtido quando combinando o ferro poroso com o ingrediente funcional aprisionado nos poros do ferro. O termo ingrediente funcional deveria ser interpretado como um aditivo cuja função principal é realçar a purificação de fluidos, fornecendo-se um efeito sinérgico as partículas de ferro. Este efeito sinérgico é evidente pela eficiência alta notável do novo composto poroso permeável para remoção de contaminantes múltiplos, por exemplo, nitrato e arsênico em combinação em água. Uma vantagem adicional com o método para reduzir contaminantes em fluidos de acordo com a presente invenção é, em contraste com métodos tal como troca iônica convencional é que nenhum resíduo perigoso é gerado pelo método.

[0026] Em uma modalidade partículas de pó de ferro porosas tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 10 mm e 10  $\mu$ m, preferivelmente entre 5 mm e 20  $\mu$ m e preferivelmente entre 2 mm e 45  $\mu$ m é preferivelmente usada. Pó de ferro mais fino pode da mesma forma ser usado e pode nestes casos ser transformado em partículas porosas mais grossas por métodos conhecidos tal como compactação e dimensionamento; tratamento por calor e dimensionamento; ou compactação, tratamento por calor e dimensionamento. Os pós de ferro usados nestes casos podem ter faixa de tamanho de partícula entre 2 mm e 1  $\mu$ m, preferivelmente entre 1 mm e 1  $\mu$ m, e preferivelmente 0,5 mm e 1  $\mu$ m. Tendo tamanho de partícula médios muito pequenos a

taxa de oxidação das partículas de ferro para níveis muito altos, significando uma perda de eficiência de processo. Dependendo da aplicação, isto é tipo de fluido a ser tratado e tipo de contaminantes, pós de ferro diferentes e ingredientes funcionais diferentes poderiam ser escolhidos para obter eficiência ideal. Para reduzir teor de nitrato em água potável, pó de ferro quimicamente reduzido mostrou ser uma modalidade preferida da presente invenção.

[0027] Preferivelmente, o pó de ferro tem um teor de Fe de mais do que 90% de ferro, preferivelmente mais do que 95%. Partículas de pó de ferro usadas podem originar diretamente de atomização de ferro fundido, isto, é atomização de gás e atomização de água de ferro fundido, redução química de óxidos de ferro tal como redução de CO ou redução de H<sub>2</sub> de óxidos de ferro e depois disso sendo misturado com os ingredientes funcionais opcionalmente seguido por outras etapas de processos, tal como compactação, tratamento por calor, dimensionamento ou combinações dos mesmos.

[0028] As partículas de ferro ou pó de ferro usadas podem ser partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 10 mm e 10 µm, preferivelmente entre 5 mm e 20 µm e preferivelmente entre 2 mm e 45 µm porém não será interpretada como limitada a estes tamanhos de partícula. Se as partículas de ferro forem submetidas à compactação e/ou calor, tamanhos de partícula menores poderiam ser usados, por exemplo, entre 2 mm e 1 µm, preferivelmente entre 1 mm e 1 µm, e preferivelmente 0,5 mm e 1 µm. Além disso, em outra modalidade as partículas de ferro são preferivelmente partículas de ferro porosas, isto é, as partículas são porosas por si próprias.

[0029] O ingrediente funcional é adicionado ao corpo de ferro, isto é, partículas de ferro ou estrutura de partícula de ferro, em uma quantidade de com 0,01% - 10% preferivelmente 0,05 - 8%, preferivelmente 0,1 - 5% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho

de partícula dos ingredientes funcionais pode ser menor do que 20  $\mu\text{m}$ , preferivelmente menor do que 10  $\mu\text{m}$ , e em alguns casos da mesma forma preferivelmente menor do que 5  $\mu\text{m}$ , por exemplo, preferivelmente 0,01 - 20  $\mu\text{m}$ , preferivelmente 0,01 - 10  $\mu\text{m}$ , preferivelmente 0,02 - 10  $\mu\text{m}$ , preferivelmente 0,02 - 5  $\mu\text{m}$ .

[0030] Misturando do pó de ferro ou partículas com o pelo menos um ingrediente funcional é realizada por mistura mecânica de uma tal maneira que as partículas funcionais pequenas são forçadas na porosidade interna da estrutura de partícula de ferro permeável e são bloqueadas na estrutura.

[0031] Compactação de um material descrito é feita em pressões abaixo de 1000 MPa, preferivelmente abaixo de 600 MPa, por exemplo 10-1000 MPa ou 20-600 MPa, para obter uma densidade compactada de cerca de ou menos do que 7,0 g/cm<sup>3</sup> para formar formas desejadas, tal como blocos, grânulos ou péletes. Preferivelmente a densidade compactada está entre 2,5-7,0 g/cm<sup>3</sup>, preferivelmente 4-6 g/cm<sup>3</sup> dependendo do tipo de pó de ferro usado. As forças de processo de compactação, se um ingrediente funcional está presente, as partículas de ingrediente funcionais menores livres a ser bloqueadas dentro do corpo de ferro. Um pó de ferro tendo forma irregular e uma estrutura porosa pode fornecer alta resistência verde à compostos porosos permeáveis desse modo permitindo densidade mais baixa promovendo permeabilidade mais alta.

[0032] Modalidades requerendo tratamento por calor para obter um composto poroso e permeável de acordo com a invenção envolveriam temperaturas abaixo de 1200°C, abaixo de 1000°C, ou abaixo de 800°C dependendo dos tipos de pó de ferro e ingredientes funcionais usados em uma atmosfera de redução ou inerte. A temperatura de tratamento por calor estando acima de 300°C, preferivelmente acima de 400°C. Intervalos de temperatura de interesse são e especialmente 300-

1200°C, 400-1200°C, 300-1000°C, 400-1000°C, 300-800 °C, 400-800°C, 300-700°C, 400-700°C, 300-600°C, 400-600°C, 300-500°C e 400-500°C. O tratamento por calor de acordo com a presente invenção induz ligação entre partículas de ferro, denominado ligação térmica. Se um ingrediente funcional estiver presente, a temperatura de tratamento por calor da mesma forma deveria ser escolhida de forma que o ingrediente funcional é mantido em seu estado original, por exemplo não difundindo-se na estrutura de ferro. Da mesma forma, processo de tratamento por calor força as partículas de ingrediente funcionais menores livres ser bloqueadas dentro do corpo de ferro poroso permeável.

[0033] Dimensionamento de um material de ferro descrito em partículas antes de uma adição do pelo menos um ingrediente funcional preferivelmente resulta em uma faixa de tamanho de partículas entre 10 mm e 10 µm, preferivelmente entre 5 mm e 20 µm e preferivelmente entre 2 mm e 45 µm.

[0034] A etapa de mistura pode ser realizada em um misturador ordinário, tal como um misturador de lâmina Z, misturador de cone, misturador de fita ou misturador de alta velocidade durante um período de tempo entre 0,5 minutos a 8 horas, preferivelmente 1 minuto a 5 horas ou 30 minutos a 3 horas. Compactação pode ser realizada em qualquer equipamento de compactação adequado tal como uma prensa uniaxial ordinária em uma pressão abaixo de 1 000 MPa ou em máquina de compactação de alta velocidade. Tratamento por calor pode ser realizado em um forno de batelada ou um forno de esteira de malha contínua em uma temperatura de 300-1200°C durante um período entre 5 minutos e 24 horas, por exemplo 30 minutos a 18 horas, 1-12h, 2-8h. Dimensionamento ou moagem suave pode ser realizado em qualquer equipamento adequado produzindo um tamanho de partícula entre 10 mm e 10 µm, preferivelmente entre 5 mm e 20 µm e preferivelmente entre 2 mm e 45 µm.

[0035] Em uma modalidade da presente invenção partículas de ferro porosas quimicamente reduzidas tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 10 mm e 10  $\mu$ m são mecanicamente misturadas com pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula dos ingredientes funcionais pode ser menor do que 10  $\mu$ m, preferivelmente menor do que 5  $\mu$ m. A mistura mecânica é realizada de uma tal maneira que as partículas pequenas são forçadas na porosidade interna das partículas de ferro porosas, tal como pó de ferro reduzido semelhante à esponja, e ficam bloqueadas na estrutura.

[0036] Em outra modalidade da presente invenção, partículas de pó de ferro, tendo faixa de tamanho de partícula entre 2 mm e 1  $\mu$ m, preferivelmente entre 1 mm e 1  $\mu$ m, e preferivelmente 0,5 mm e 1  $\mu$ m, são submetidas a tratamento por calor a 300-1200°C, dependendo do tamanho de partícula, dos tipos de pó de ferro e ingredientes funcionais, em uma atmosfera de redução ou inerte. Depois do tratamento por calor, a massa de pó resultante é dimensionada em pó de ferro poroso com tamanho desejado. O pó dimensionado e tratado por calor é em seguida mecanicamente misturado com 0,01 - 10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula dos ingredientes funcionais pode ser menor do que 10  $\mu$ m, preferivelmente menor do que 5  $\mu$ m. A mistura mecânica é realizada de uma tal maneira que as partículas funcionais pequenas são forçadas na porosidade interna das partículas de ferro, e são bloqueadas na estrutura.

[0037] Em ainda outra modalidade partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 10  $\mu$ m e 10 mm são misturados com 0,01 -10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula dos ingredientes funcionais sendo menores do que 20  $\mu$ m, preferivelmente menores do que 10  $\mu$ m. A referida mistura é submetida ser compactação em pressões abaixo de 1000 MPa, preferivelmente abaixo de 600 MPa, para obter uma densidade compac-

tada entre 2,5-7,0 g/cm<sup>3</sup>, preferivelmente 4-6 g/cm<sup>3</sup> dependendo do tipo de pó de ferro usado, em formas desejadas tal como blocos, grânulos ou péletes. O composto compactado pode alternativamente ser dimensionado no tamanho desejado. O processo de compactação força as partículas funcionais menores livres ser bloqueadas dentro do corpo de ferro poroso. Um pó de ferro tendo forma irregular e uma estrutura porosa pode fornecer resistência verde alta ao composto poroso permeável desse modo permitindo densidade mais baixa promover permeabilidade mais alta.

[0038] Em ainda outra modalidade partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula acima entre 10 mm e 10 µm, preferivelmente entre 5 mm e 20 µm e preferivelmente entre 2 mm e 45 µm são misturadas com 0,01% - 10%, preferivelmente 0,1 - 5% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula do ingrediente funcional sendo menor do que 20 µm, preferivelmente menor do que 10 µm. A referida mistura é submetida a tratamento por calor a 300-1200°C em uma atmosfera de redução ou inerte. Depois do tratamento por calor a massa em pó resultante é dimensionada no tamanho desejado. Os processos de tratamento por calor força as partículas menores livres ser bloqueadas dentro do pó de ferro poroso.

[0039] Em ainda outra modalidade partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula acima entre 10 mm e 10 µm são misturadas com 0,01% -10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula do ingrediente funcional sendo menor do que 20 µm, preferivelmente menor do que 10 µm. A referida mistura é submetida a compactação em pó em pressões abaixo de 1000 MPa para obter uma densidade compactada menor do que 7,0 g/cm<sup>3</sup> para formar formas desejadas, tal como blocos, grânulos ou péletes. Os processos de compactação forçam as partículas menores livres ser bloqueadas dentro do corpo de ferro. O referido compacto é em segui-

da submetido a tratamento por calor a 300-1200°C, dependendo do tamanho de partícula, tipos de pó de ferro e ingredientes funcionais usados, em uma atmosfera de redução ou inerte. A temperatura de tratamento por calor deveria ser da mesma forma escolhida de forma que o ingrediente funcional seja mantido em seu estado original, por exemplo, não difundindo na estrutura de ferro. O composto compactado e tratado por calor pode ser alternativamente dimensionado no tamanho desejado.

[0040] Em uma modalidade alternativa partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 2 mm e 1  $\mu\text{m}$ , preferivelmente entre 1 mm e 1  $\mu\text{m}$ , e preferivelmente 0,5 mm e 1  $\mu\text{m}$  são submetidas a compactação em pressões abaixo de 1000 MPa para obter uma densidade compactada entre aquela 2,5-7,0 g/cm<sup>3</sup>, ou 4 - 6 g/cm<sup>3</sup> dependendo do tipo pó de ferro usado, para formar formas desejadas, tal como blocos, grânulos ou péletes. O corpo compactado sendo em seguida dimensionado em partículas tendo uma faixa de tamanho de partículas entre 10 mm e 10  $\mu\text{m}$ . O material dimensionado é mecanicamente misturado com 0,01% - 10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula do ingrediente funcional pode ser menor do que 10  $\mu\text{m}$ , preferivelmente menor do que 5  $\mu\text{m}$ . A mistura mecânica é realizada de uma tal maneira que as partículas funcionais pequenas são forçadas na porosidade interna das partículas de ferro porosas e são bloqueadas na estrutura.

[0041] Em uma modalidade alternativa partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 2 mm e 1  $\mu\text{m}$ , preferivelmente entre 1 mm e 1  $\mu\text{m}$ , e preferivelmente 0,5 mm e 1  $\mu\text{m}$  são submetidas à compactação em pressões abaixo de 1000 MPa para obter uma densidade compactada entre aquela 2,5-7,0 g/cm<sup>3</sup>, ou 4-6 g/cm<sup>3</sup> dependendo do tipo pó de ferro usado, para formar formas desejadas, tais como blocos, grânulos ou péletes. O corpo compactado é subme-

tido a tratamento por calor a 300-1200°C, dependendo do tamanho de partícula, tipos de pó de ferro e ingredientes funcionais usados, em uma atmosfera de redução ou inerte. O material tratado por calor a ser em seguida dimensionado em partículas tendo um tamanho de partículas varia entre 10 mm e 10 µm, preferivelmente entre 5 mm e 20 µm, e preferivelmente entre 2 mm e 45 µm. O material dimensionado é mecanicamente misturado com 0,01% - 10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional. O tamanho de partícula do ingrediente funcional pode ser menor do que 10 µm, preferivelmente ser menor do que 5 µm. A mistura mecânica é realizada de uma tal maneira que as partículas funcionais pequenas são forçadas na porosidade interna das partículas de ferro porosas e são bloqueadas na estrutura.

[0042] Em ainda outra modalidade, um método para produzir um composto poroso e permeável envolve um pó de ferro reduzido por H<sub>2</sub> (partículas porosas) tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 45 µm e 850 µm em tamanho, e tendo um teor de Fe de pelo menos 90% em peso do pó de ferro que é mecanicamente misturado com um ingrediente funcional escolhido a partir de grafite e/ou carvão ativado, em que o ingrediente funcional é preso nos poros das partículas de ferro porosas. O composto compreende um corpo de pó de ferro de partículas porosas reduzido por H<sub>2</sub> tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 45 µm e 850 µm em tamanho e tendo um teor de Fe de pelo menos 90% em peso do pó de ferro, e o ingrediente funcional é escolhido a partir de grafite e/ou carvão ativado.

[0043] Em outra modalidade da invenção um método para reduzir o teor de contaminantes em fluidos é descrito compreendendo as etapas de obter um composto poroso permeável como descrito acima e permitindo o fluido contaminado passar através do composto permeável desse modo reduzindo o teor dos contaminantes.

[0044] O composto poroso permeável pode ser colocado dentro de

um recipiente conectado ao sistema de fornecimento do fluido a ser tratado. Tais recipientes poderiam ser colocados serialmente ou paralelamente e conectados a recipientes adicionais contendo outras substâncias conhecidas para reduzir o teor de substâncias prejudiciais no fluido. O composto de acordo com a invenção preferivelmente tem uma área de superfície específica acima de 0,2, preferivelmente acima de 0,5 e preferivelmente acima de  $1 \text{ m}^2/\text{g}$  como medido por BET (Brunauer, Emmett e Teller, 1938).

[0045] O composto poroso permeável de acordo com a presente invenção deveria ter uma permeabilidade, expressa como porosidade variando de 11 a 68%, preferivelmente 23-50%, indiferente da modalidade.

[0046] Em uma modalidade da presente invenção, o composto poroso permeável consiste em uma mistura de ferro porosa, e 0,01% - 10%, preferivelmente 0,1 - 5% em peso de pelo menos um ingrediente funcional.

[0047] Uma modalidade da invenção é aplicar o composto a tratamento de água potável, tratamento de água residual (municipal e industrial) e remediação de solo. O composto poroso permeável de acordo com a invenção é designado para tratamento ideal de nitrato e nitritos e contaminantes inorgânicos tóxicos e orgânicos.

[0048] Nenhum produto residual perigoso direto é gerado ao usar o composto poroso permeável de acordo com a invenção para tratamento de água.

[0049] O gerado por produto, isto é o composto poroso usado, pode ser usado em outras indústrias, por exemplo, como matéria-prima para a indústria de aço. O composto de acordo com a invenção demonstra maior e mais consistente desempenho em remoção de nitrato e outros contaminantes durante tratamento de água e resulta em nenhum resíduo perigoso direto.

## DESENHOS

[0050] A figura 1 mostra um desenho esquemático de compostos porosos permeáveis de acordo com a invenção e formas diferentes, que o composto poderia ser feito.

[0051] A figura 2 mostra um desenho esquemático de uma coluna usada para avaliar o desempenho do composto poroso permeável de acordo com a invenção.

[0052] A figura 3 mostra um desenho esquemático de um aparato usado para avaliar permeabilidade do composto poroso permeável de acordo com a invenção. Usando pressão de ar mínima para ajudar água a superar a tensão de superfície de água no composto para determinar a densidade permeável max. (min.) (porosidade). O composto foi compactado em densidade diferente (porosidade). Medida da quantidade de água passada através do composto antes do tempo sob pressão ou sem pressão.

[0053] figura 4: Exemplos de métodos de produção de acordo com a invenção

[0054] figura 5: Quadro de partícula de ferro porosa

[0055] figura 6: Quadro de partícula de ferro sólida

[0056] figura 7: Quadro mostrando ingredientes funcionais (aqui partículas de carvão ativado (CA)) na forma livre aprisionados nos poros de partículas de ferro porosas através de processos de misturas mecânicos. A estrutura de partícula de ferro porosa tem uma cor mais clara do que as partículas de CA encaixadas.

## EXEMPLOS

[0057] Os seguintes materiais foram usados como materiais funcionais;

**TABELA 1**

Nome	Componente principal % em peso	Tamanho de partícula médio D50, $\mu\text{m}$	Área de superfície específica (BET) $\text{m}^2/\text{g}$
Carvão ativado, AC	95,4 % C	3,8	680
Grafite A	99,4 % C	2,71	250
Grafite B	99,0 % C	5,5	10
Óxido férrico	99,1 % $\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,75	5

[0058] Ingredientes funcionais usados

#### EXEMPLO 1

[0059] Uma amostra de água de ocorrência natural, água de solo de Martinsberg, PA, USA, foi usada. Análise química é mostrada na tabela 2. O teste foi realizado bombeando-se a água em uma coluna tendo um material de teste, como mostrado na figura 3. O tempo de contato de leito vazio, EBCT, foi 25 minutos. A água efluente foi analisada quanto a contaminantes depois de certos intervalos de tempo. O teor de contaminantes em 0 hora é igual ao teor na água não tratada (influyente).

**TABELA 2**

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

[0060] Materiais diferentes foram testados como materiais permeáveis referindo-se à sua capacidade de reduzir concentração de nitrato na solução. Os seguintes materiais foram testados;

[0061] Material 1; Um carvão ativado disponível comercial granular, CA, 0,6 x 2.4 mm de tamanho tendo uma área de superfície específica de 600  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido por método de BET.

[0062] Material 2; Um pó de ferro atomizado não poroso sólido

comercial disponível, tendo um tamanho de partícula menor do que 200  $\mu\text{m}$ , tendo um teor de carbono de menor do que 0,1% em peso dissolvido na matriz de ferro, e uma área de superfície específica menor do que 0,1  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido de acordo com BET.

[0063] Material 3; Um agregado de ferro não poroso comercial disponível tendo um teor de carbono de 3% em peso dissolvido na matriz de ferro, uma área de superfície específica de 1,2  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido de acordo com BET e um tamanho de 0,3 x 5 mm.

[0064] Material 4; Um composto poroso permeável de acordo com a presente invenção tendo uma área de superfície específica de 2,7  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido de acordo com BET. O composto sendo produzido misturando-se grafite A com um pó de ferro reduzido por hidrogênio poroso tendo um tamanho de partícula entre 10-850  $\mu\text{m}$ , tamanho de partícula médio de cerca de 250  $\mu\text{m}$  durante um período de 30 minutos até que o grafite foi forçado nos poros do pó de ferro. A quantidade de grafite A no referido composto foi 1% em peso do composto.

[0065] Material 5: Um composto poroso permeável de acordo com a presente invenção tendo uma área de superfície específica de 6,7  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido de acordo com BET. O composto sendo produzido por alumina ativada com um pó de ferro poroso reduzido por hidrogênio tendo um tamanho de partícula entre 10-850  $\mu\text{m}$ , tamanho de partícula médio de cerca de 250  $\mu\text{m}$  durante um período de 30 minutos até que a alumina foi forçada nos poros do pó de ferro. A quantidade de alumina ativada nos referidos composto foi 4% em peso do composto.

[0066] Material 6: Um composto poroso permeável de acordo com a presente invenção tendo uma área de superfície específica de 2,0  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido de acordo com BET. O composto sendo produzidos por zeólito com um pó de ferro poroso reduzido por hidrogênio tendo um tamanho de partícula entre 10-850  $\mu\text{m}$ , tamanho de partícula mé-

dio de cerca de 250  $\mu\text{m}$  durante um período de 30 minutos até que o zeólito foi forçado nos poros do pó de ferro. A quantidade de zeólito no referido composto foi 4% em peso do composto.

[0067] O teste foi continuamente conduzido durante um período de 72 horas para cada material. A seguinte tabela mostra a concentração de íons de nitrato em efluente para cada material. A concentração de nitrato foi medida por um eletrodo seletivo de íon e expressa como teor de nitrogênio em mg/l.

TABELA 3

Horas	Material 1 – exemplo comparativo		Material 2 – exemplo comparativo		Material 3 – exemplo comparativo		Material 4 – com-posto poroso permeável de acordo com a invenção (grafite A)		Material 5 – com-posto poroso permeável de acordo com a invenção (alumina ativada)		Material 6 – com-posto poroso permeável de acordo com a invenção (Zeólito)	
	mg/l	% de redução	mg/l	% de redução	mg/l	% de redução	mg/l	% de redução	mg/l	% de redução	mg/l	% de redução
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

[0068] Como pode ser visto a partir de tabela 3 acima os compostos porosos permeáveis de acordo com a invenção podem reduzir o teor de nitrato durante o período de teste total e acima de 90% dentre 3 a 48 horas de ciclo, dependendo do ingrediente funcional usado. Material 1 reduz a concentração de nitrato com cerca de 18-45% até 9 horas. Material 2 mostra dificilmente qualquer efeito de redução e material 3 reduz o teor de nitrato menos do que 50% durante o período de teste e apenas começa a trabalhar depois de um período de tempo substancial.

### EXEMPLO 2

[0069] Vários compostos porosos permeáveis de acordo com a invenção, foram testados de acordo com o método descrito no exemplo 1, em consideração à capacidade de redução de nitrato. A água a ser usada foi empregada da mesma fonte. Os compostos porosos permeáveis foram preparados misturando-se ingredientes funcionais diferentes com um pó de ferro poroso obtido por redução de hidrogênio de óxidos de ferro e tendo um tamanho de partícula entre 10-850  $\mu\text{m}$ , tamanho de partícula médio de cerca de 250  $\mu\text{m}$  durante um período de 30 minutos até que o ingrediente funcional foi bem distribuído e aprisionado nos poros do ferro poroso permeável.

[0070] No composto 1, 1% em peso de CA foi usado como ingrediente funcional. A área de superfície específica do composto 1 foi 5,7  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido por BET.

[0071] No composto 2, 2% em peso de CA foram usados como ingrediente funcional. A área de superfície específica do composto 2 foi 12,8  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido por BET.

[0072] Em composto 3, 1% em peso de grafite A foi usado como ingrediente funcional. A área de superfície específica do composto 3 foi 2,7  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido por BET.

[0073] No composto 4, 2% em peso de grafite B e 3% em peso de

óxido férrico,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  foram usados como ingredientes funcionais. A área de superfície específica do composto 1 foi  $0,6 \text{ m}^2/\text{g}$  como medido por BET.

[0074] A concentração de nitrato foi medida por um eletrodo seletivo de íon e expressa como teor de nitrogênio em mg/l.

**TABELA 4**

Horas	Composto 1 de acordo com a invenção		Composto 2 de acordo com a invenção		Composto 3 de acordo com a invenção		Composto 4 de acordo com a invenção	
	N mg/l	% de redução	N mg/l	% de redução	N mg/l	% de redução	N mg/l	% de redução
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

[0075] Como pode ser visto a partir da tabela 4 os compostos porosos permeáveis 1 - 3 tem uma capacidade de remoção de nitrato com mais do que 90% depois de 9-12 horas. O Composto 4 reduz o teor de nitrato em um nível de cerca de 70% depois de 32 horas e até 56 horas de teste.

### EXEMPLO 3

[0076] Este exemplo mostra a capacidade de um composto poroso permeável de acordo com a invenção reduzir contaminantes múltiplos em água de solo. O teste foi realizado de acordo com o exemplo 1 com a exceção que Arsênico, As, fosfato,  $\text{PO}_4^{3-}$ , e cromo hexavalente,

Cr<sup>VI</sup>, foram adicionados, reforçados, à água antes do teste.

[0077] O material permeável foi o composto poroso permeável número 2 usado no exemplo 2.

[0078] A concentração de nitrato foi medida por um eletrodo seletivo de íon e expressa como teor de nitrogênio em mg/l. A concentração de fosfato e Cr hexavalente foi medida por um método colométrico e a concentração de arsênico por analisador de absorção atômico, AAS. A concentração de fosfato foi expressa como P mg/l. Da mesma forma concentrações de As e Cr é expressado em mg/l.

**TABELA 5**

Horas	Nitrato		As mg/l		PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>		Cr <sup>VI</sup>	
	(N) mg/l	% de redução	mg/l	% de redução	(P) mg/l	% de redução	mg/l	% de redução
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
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

[0079] Como pode ser visto a partir da tabela 5, o composto poroso permeável de acordo com a invenção tem a capacidade de combinações múltiplas de remoção de contaminantes.

#### EXEMPLO 4

[0080] Este exemplo mostra a capacidade de um composto poroso permeável de acordo com a invenção, composto 2 no exemplo 2, reduzir contaminantes múltiplos em água de solo comparado a material 3 no exemplo 1.

[0081] O teste foi realizado de acordo com o exemplo 1 com a exceção que Arsênico, As fosse adicionado, reforçado, para a água an-

tes do teste.

[0082] A concentração de nitrato foi medida por um eletrodo seletivo de íon e expressa como teor de nitrogênio em mg/l e a concentração de arsênico foi medida por AAS.

**TABELA 6**

Horas	Pó de ferro não poroso + 3% de grafite - exemplo comparativo				Composto 2 - de acordo com a invenção			
	Nitrato (N) mg/l	% de redução	As mg/l	% de redução	Nitrato (N) mg/l	% de redução	As mg/l	% de redução
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

[0083] Como está evidente a partir da tabela 6, o composto poroso permeável de acordo com a invenção tem no final das contas uma capacidade mais alta de remoção de arsênico quando comparado ao exemplo comparativo. Depois de 24 horas, a capacidade para o material comparativo de reduzir As é baixa visto que tal tendência não é notada para o composto de acordo com a invenção. A capacidade para remoção de nitrato é cerca de 80-90% para o material inventivo visto que o pó de ferro não poroso tendo um teor de carbono de 3% em peso dissolvido na matriz de ferro remove o nitrato em um nível limitado.

#### EXEMPLO 5

[0084] Este exemplo mostra como determinar o grau de aprisionamento para um composto poroso permeável de acordo com a invenção.

[0085] Um pó de ferro poroso foi misturado com ingredientes fun-

cionais diferentes, 2% em peso de CA, 1% em peso de grafite A e 2% em peso de grafite B, respectivamente, durante 20 minutos. Análise de peneira padrão foi realizada no composto poroso permeável e teor de carbono foi medido nas frações diferentes. Quando o ingrediente funcional melhor é bem distribuído e preso nos poros do ferro poroso, o teor relativo de ingrediente funcional nas frações diferentes será tão próximo quanto possível ao percentual do material total nas frações. Dividindo-se o teor de material funcional em um intervalo de peneira com o teor total de ingrediente funcional, é obtida uma medida do grau de distribuição e aprisionamento. Para obter distribuição e aprisionamento suficientes do ingrediente funcional esta medida, distribuição relativa, estará entre 1,50 e 0,50 durante intervalos contendo mais do que 5% em peso do composto poroso permeável. Além disso, a quantidade de material funcional na fração mais fina, menor do que 0,075 mm, não excederá 30%, preferivelmente não excederá 20% da quantidade total de material funcional.

[0086] O pó de ferro poroso usado tem um teor de Fe de no mínimo 97% em peso, um teor de carbono abaixo de 0,1% em peso, uma densidade aparente de 1,3 g/cm<sup>3</sup>. 46,8% em peso estavam acima de 0,250 mm, 30,9% em peso acima de 0,150 mm, 13,8% em peso acima de 0,075 mm e o resto, 8,5% em peso abaixo de 0,075 mm.

[0087] A seguinte tabela 7 mostra a análise de peneira do composto poroso permeável diferente e da mesma forma o teor de carbono nas frações de peneira diferentes.

TABELA 7

	Adicionado 2% de AC				Adicionado 1% de grafite A				Adicionado 1% de grafite B			
	% em peso de composto	% C por peso	Distribuição de C em frações	Distribuição relativa de C	% em peso de composto	% C por peso	Distribuição de C em frações	Distribuição relativa de C	% em peso de composto	% por peso	Distribuição de C em frações	Distribuição 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

### EXEMPLO 6 - PREPARAÇÃO DO COMPOSTO POROSO PERMEÁVEL

[0088] Este exemplo mostra como vários tipos de pós de ferro podem ser usados para produção dos compostos porosos permeáveis, dependendo do método de preparação. Pós de ferro usados e método de produção serão escolhidos de forma que o composto poroso permeável terá menos do que 20% em peso abaixo de 75 µm, preferivelmente menos do que 10% em peso abaixo de 75 µm como partículas de ferro porosas melhores podem facilmente ser transportados escoando pelo fluxo de água. Como ingrediente funcional 2% de CA foi usado.

[0089] Tipos diferentes de compostos porosos permeáveis foram preparados por;

(1) compactar um pó de ferro em barras de TRS (Transverse Rupture Strength) seguido por dimensionamento, suavemente moer no tamanho desejado, depois disso misturar com o ingrediente funcional, - CSM

(2) compactar um pó de ferro em barras de TRS seguido por tratamento por calor em uma atmosfera de nitrogênio seguido por dimensionamento, moer no tamanho desejado, depois disso misturar com o ingrediente funcional, - CHSM

(3) misturar o ingrediente funcional com um pó de ferro, compactar a mistura em barras de TRS seguido por dimensionamento, suavemente moer no tamanho desejado, - MCS

(4) misturar o ingrediente funcional com um pó de ferro, compactar a mistura em barras de TRS seguido por tratamento por calor em uma atmosfera de nitrogênio seguido por dimensionamento, moer no tamanho desejado, - MCHS

[0090] Depois da compactação, densidade verde, porosidade e resistência verde foram medidas. Resistência verde foi da mesma for-

ma medida depois do tratamento por calor. Depois disso as amostras foram dimensionadas no tamanho desejado, distribuição de tamanho de partícula e densidade aparente foram medidos no pó de tamanho obtido.

[0091] Densidade verde (GD) foi medida dividindo-se o peso da amostra com o volume calculado.

[0092] Resistência verde (GS), expressa a resistência da estrutura porosa do composto feito, foi medida de acordo com ASTM B 312 - ISO 3995

[0093] Porosidade foi medida com base em medidas de densidade verde e a densidade específica (a densidade sem a porosidade) do material.

[0094] Densidade aparente (DC) foi medida usando um metro de Hall Flow. Área de superfície específica (SSA) foi medido de acordo com o método de BET.

TABELA 8

Etapa de processo	Método de produção	1-CSM	3-MCS	2-CHSM	4-MCHS	2-CHSM	4-MCHS	2-CHSM	4-MCHS
Material de ferro bruto	Pó de ferro	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso
	% Fe	mínimo 97	mínimo 97	mínimo 97	mínimo 97	mínimo 98	mínimo 98	mínimo 99	mínimo 99
	% C	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1
	AD g/cm <sup>3</sup>	1,3	1,3	1,8	1,8	2,4	2,4	3	3
	+0,850 mm %wt	0	0	0	0	0	0	0	0
	+0,250 mm %wt	46,8	46,8	0	0	0	0	0	0
	+0,150 mm %wt	30,9	30,9	4,9	4,9	1,3	1,3	7,6	7,6
	+0,075 mm %wt	13,8	13,8	50,2	50,2	45,3	45,3	37,2	37,2
	-0,075 mm %wt	8,5	8,5	44,9	44,9	53,4	53,4	55,2	55,2
	SSA m <sup>2</sup> /g	0,23	0,23	0,2	0,2	0,12	0,12	0,05	0,05
Processo de mistura	%AC	0	2	0	2	0	2	0	2
	Tempo minutos	0	20	0	20	0	20	0	20

TABELA 8 (CONTINUAÇÃO)

Processo de compactação & material	Compactação Pressão psi/MPa	25000/ 172	25000/ 172	30000/ 206	30000/ 206	30000/ 206	30000/ 206	30000/ 206	30000/ 206
	GD g/cm <sup>3</sup>	4,68	4,42	4,96	4,86	5,42	5,35	5,76	5,70
	Porosidade %	40,5	43,8	37,0	38,2	31,1	32,0	26,8	27,6
	GS psi/N/mm <sup>2</sup>	4300/ 30,1	3810/ 26,7	1500/ 10,5	1100/ 7,7	1600/ 11,2	580/ 4,1	900/ 6,3	580/ 4,1
Tratamento por calor - processo & material	Temperatura °C	21	21	538	900	538	900	538	900
	GS depois de tratamento por calor psi/N/mm <sup>2</sup>	4300/ 30	3810/ 26	3960/ 27,7	4660/ 32,6	3120/ 21,8	990/ 6,9	2890/ 20,2	930/ 6,5
Processo de dimensionamento	Moagem	sim	sim	sim	sim	sim	sim	sim	sim
Processo de mistura	% AC	2	0	2	0	2	0	2	0
	Tempo minutos	20	0	20	0	20	0	20	0
Produto final - material dimensionado	composto	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso
	% C	2	2	2	2	2	2	2	2
	AD g/cm3	1,29	1,37	1,56	1,48	1,98	1,88	2,78	2,88
	+0,250 mm %wt	72	68	73,4	91,1	51,9	63,7	66,2	56

TABELA 8 (CONTINUAÇÃO)

	+0,150 mm %wt	14,1	17,2	3,3	1,9	5,4	8,1	6	10,2
	+0,075 mm %wt	12,4	10,3	15,8	5	29,9	22,6	18,6	23,7
	-0,075 mm %wt	1,5	4,5	7,5	2	12,3	5,6	9,2	10,1
	SSA m <sup>2</sup> /g	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8	12,8
Testes de eficiência (redução de nitrato)	Horas	Nitrato (N) mg/l							
	0	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4
	6	9,6	10,1	12,2	10,5	9,8	11,0	13,5	12,7
	12	1,7	2,3	1,5	1,6	2,0	2,1	2,5	2,4
	24	1,2	1,0	1,1	1,2	0,9	1,5	1,4	1,6

[0095] A tabela 8 mostra que compostos porosos permeáveis de acordo com a presente invenção podem ser produzidos de acordo com vários métodos.

[0096] Por exemplo, pó de ferro não poroso pode ser transformado em um composto poroso permeável tendo uma porosidade acima de 25%, produzindo permeabilidade suficiente ao líquido ou fluido contaminado. Por exemplo pó de ferro não poroso pode da mesma forma ser transformado em um pó de ferro poroso ou estrutura.

[0097] Pó de ferro mais fino pode da mesma forma ser usado para produzir o composto poroso permeável com uma distribuição de tamanho de partícula substancialmente menor do que 20% em peso sendo menor do que 75  $\mu\text{m}$ . Se mais do que 20% em peso do composto poroso permeável é menor do que 75  $\mu\text{m}$  o composto será menos eficaz como a fração mais fina tende ser transportada pelo líquido.

[0098] Para não desintegrar depois do processo, acredita-se que a resistência verde do material compactado deveria exceder 500 psi, um critério que é cumprido por todos os exemplos a partir do exemplo 6.

#### EXEMPLO 7

[0099] Este exemplo mostra como a porosidade requerida mínima para o composto poroso permeável foi medida. Três pós de ferro diferentes, adequados a ser usados para produzir o composto poroso permeável, e dois compostos porosos permeáveis diferentes de acordo com a invenção foram testados. O equipamento de teste como de acordo com a figura 3.

[00100] Os pós de ferro e os compostos foram compactados em densidades verdes diferentes. Os compostos porosos permeáveis foram fabricados de acordo com a modalidade (3) descrita anteriormente.

[00101] Os materiais a ser testados foram colocados na coluna e água foi passada. A quantidade de água penetrando através do material de teste foi medida como ml de água depois de 5 minutos.

[00102] A seguinte tabela 9 mostra que a porosidade do composto poroso permeável tem que ser mais do que cerca de 11%. Isto é evidente pelo teste 1 e 2. Em uma porosidade de 9,7% nenhuma água passa através do composto em qualquer pressão aplicada (teste 2). Em uma porosidade de 12,8% água passa através do composto em uma pressão mínima de 5 psi (0,03 MPa), desse modo a porosidade necessária tem que estar acima de cerca de 11%.

**TABELA 9**

		Teste 1	Teste 2	Teste 3	Teste 4	Teste 5	Teste 6
Pó de ferro		Não po- roso	Não po- roso	Poroso	Poroso	Poroso	Poroso
	% Fe	mínimo 99	mínimo 99	mínimo 98	mínimo 97	mínimo 97	mínimo 97
	% C	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1	máximo 0,1
	AD g/cm <sup>3</sup>	3	3	2,4	1,3	1,3	1,3
	+0,850 mm %wt	0	0	0	0	0	0
	+0,250 mm %wt	0	0	0	46,8	46,8	46,8
	+0,150 mm %wt	7,6	7,6	1,3	30,9	30,9	30,9
	+0,075 mm %wt	37,2	37,2	45,3	13,8	13,8	13,8
	-0,075 mm %wt	55,2	55,2	53,4	8,5	8,5	8,5
	SSA m <sup>2</sup> /g	0,05	0,05	0,12	0,23	0,23	0,23
	mistura	não	não	não	não	1%AC	1% grafite A
material com- compactado	densidade, g/cm <sup>3</sup>	6,86	7,11	5,96	4,77	4,94	5,00
	porosidade, %	12,8	9,7	24,3	39,4	37,2	36,5
Teste de per- meabilidade	Tempo, minu- tos	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
	Pressão de ar, psi/MPa	ml de água depois de 5 minutos	ml de água depois de 5 minutos	ml de água depois de 5 minutos	ml de água depois de 5 minutos	ml de água depois de 5 minutos	ml de água depois de 5 minutos

		Teste 1	Teste 2	Teste 3	Teste 4	Teste 5	Teste 6
	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

## REIVINDICAÇÕES

1. Composto poroso e permeável para tratamento de fluidos contaminados, caracterizado pelo fato de que compreende um corpo de partículas de ferro e 0,01 a 10% em peso de pelo menos um ingrediente funcional selecionado do grupo consistindo em grafite, carvão ativado e coque, na forma livre, distribuído e aprisionado nos poros e cavidades do corpo de ferro, em que as partículas de ferro têm uma faixa de tamanho de partícula entre 20  $\mu\text{m}$  e 5 mm e menos de 20% em peso das partículas de ferro têm um tamanho menor do que 75  $\mu\text{m}$ .

2. Composto de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o pelo menos um ingrediente funcional tem um tamanho de partícula abaixo de 20  $\mu\text{m}$ .

3. Composto de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que as partículas de ferro têm um teor de Fe de mais do que 90% de ferro.

4. Composto de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que tem uma área de superfície específica acima de 0,2  $\text{m}^2/\text{g}$  como medido por BET.

5. Composto de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a quantidade total do pelo menos um ingrediente funcional está entre 0,05-8% em peso.

6. Composto de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que as partículas de ferro são porosas.

7. Composto de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o referido composto compreende um corpo de pó de ferro de partículas porosas reduzido por  $\text{H}_2$  tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 45  $\mu\text{m}$  e 850  $\mu\text{m}$  de tamanho e tendo um teor de Fe de pelo menos 90% em peso do pó de ferro, e o ingrediente funcional é escolhido a partir de grafite e/ou car-

vão ativado.

8. Método para fabricar um composto poroso e permeável para tratamento de fluidos contaminados como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

misturar mecanicamente partículas de ferro tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 20  $\mu\text{m}$  e 5 mm, em que menos de 20% em peso das partículas de ferro têm um tamanho menor do que 75  $\mu\text{m}$ , representando um corpo de ferro, com pelo menos um ingrediente funcional selecionado do grupo consistindo em grafite, carvão ativado e coque, na forma livre, que está presente em uma quantidade de 0,01 a 10% em peso, até que os ingredientes funcionais sejam distribuídos por forças mecânicas dentro do corpo de ferro e aprisionados nos poros e cavidades do corpo de ferro.

9. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que as partículas de ferro são partículas de pó de ferro porosas reduzidas por  $\text{H}_2$  tendo uma faixa de tamanho de partícula entre 45  $\mu\text{m}$  e 850  $\mu\text{m}$  de tamanho, e tendo um teor de Fe de pelo menos 90% em peso do pó de ferro, que são mecanicamente misturadas com um ingrediente funcional escolhido a partir de grafite e/ou carvão ativado, em que o ingrediente funcional é aprisionado nos poros das partículas de ferro porosas.

10. Uso de um composto como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de ser para reduzir o teor de contaminantes em um fluido, fazendo-se passar o referido fluido através do referido composto.

11. Uso de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o referido fluido é um fluido contendo água, preferivelmente água de solo, água de rio, água residual industrial, água residual cívica e/ou água de superfície.

12. Uso de acordo com a reivindicação 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que os referidos contaminantes são selecionados a partir do grupo consistindo em nitrato, nitrito, metais pesados, outras substâncias inorgânicas tóxicas e compostos orgânicos tóxicos; ou combinações dos mesmos.

13. Uso de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 12, caracterizado pelo fato de que o referido fluido é para ser usado como água potável.

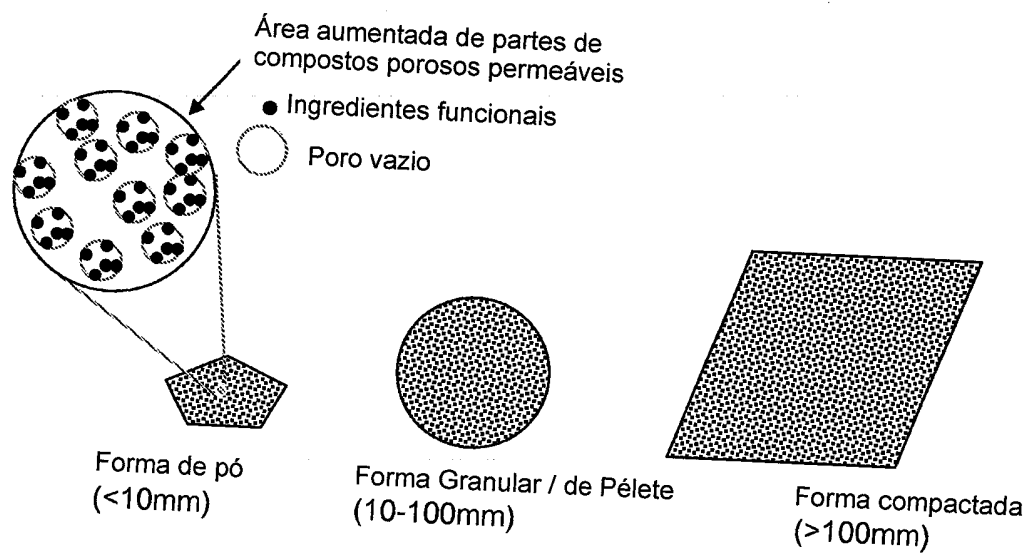


FIG. 1

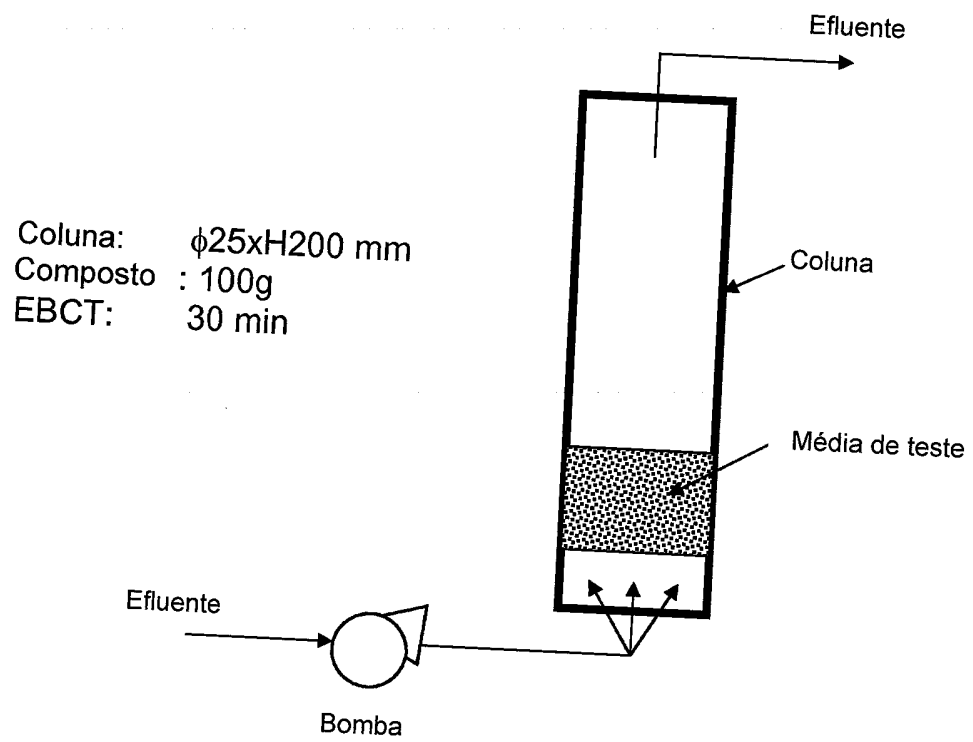


FIG. 2

Coluna :  $\phi 25 \times H 200$  mm  
Composto :  $\phi 25 \times H 20$  mm  
Água : 100 ml  
Pressão de ar : 0 and 0.035 MPa

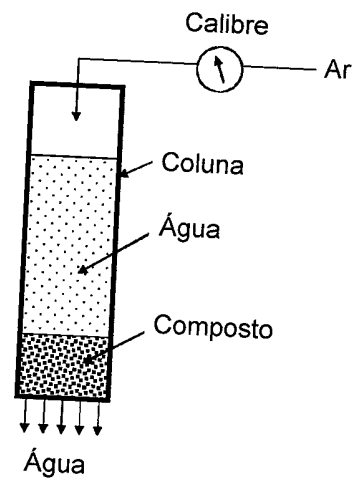


FIG. 3

## Exemplos de modalidades de acordo com a invenção

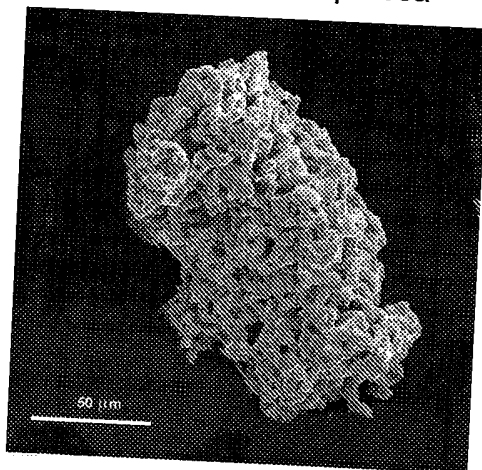
Método	Etapas de Processo
(1)	<b>Mistura</b> [ Pó de Fe reduzido por química (10mm-10 $\mu$ m) + Ingrediente funcional (<20 $\mu$ m, pref. <10 $\mu$ m)]
(2)	<b>Tratamento por calor</b> [ Pó de Fe (2mm-1 $\mu$ m, pref. 1mm-1 $\mu$ m, most pref. 0.5mm-1 $\mu$ m), 300-1200°C] ↓ <b>Dimensionamento</b> [ em pó poroso áspero ] ↓ <b>Mistura</b> [ Fe poroso + pó de Fe + Ingrediente funcional (<10 $\mu$ m, pref. <5 $\mu$ m)]
(3)	<b>Mistura</b> [ Pó de Fe (10mm-10 $\mu$ m) + Ingrediente funcional (<20 $\mu$ m, pref. <10 $\mu$ m)] ↓ <b>Compactação</b> [<1000MPa, pref. <600MPa para corpo compactado (bloqueios, grânulos, pelotas)(2.5-7g/cm <sup>3</sup> , pref. 4-6g/cm <sup>3</sup> )] ↓ <b>Dimensionamento</b> (opcional) [em tamanho desejado]
(4)	<b>Mistura</b> [ Pó de Fe (10mm-10 $\mu$ m, pref.5mm-20 $\mu$ m, most pre. 2mm-45 $\mu$ m) Ingrediente funcional (<20 $\mu$ m, pref. <10 $\mu$ m)] ↓ <b>Tratamento por calor</b> [300-1200°C] ↓ <b>Dimensionamento</b> [em tamanho desejado]

FIG. 4

(5)	<p><b>Mistura</b>  [ Pó de Fe (10mm-10<math>\mu</math>m) + Ingrediente funcional (&lt;20<math>\mu</math>m, pref. &lt;10<math>\mu</math>m)]  ↓  <b>Compactação</b>  [&lt;1000MPa, pref. &lt;600MPa para corpo compactado (bloqueios, grânulos, pelotas) &lt;7g/cm<sup>3</sup>]  ↓  <b>Tratamento por calor</b>  [300-1200°C]  ↓  <b>Dimensionamento</b> (opcional)  [em tamanho desejado]</p>
(6)	<p><b>Compactação</b>  [ Pó de Fe (2mm-1 <math>\mu</math>m, pref. 1mm-1<math>\mu</math>m, most pref. 0.5mm-1<math>\mu</math>m), &lt;1000MPa para corpo compactado (bloqueios, grânulos, pelotas) (2.5-7g/cm<sup>3</sup>, or 4-6g/cm<sup>3</sup>)]  ↓  <b>Dimensionamento</b>  [em partículas 10mm-10<math>\mu</math>m]  ↓  <b>Mistura</b>  [Material dimensionado + Ingrediente funcional(&lt;10<math>\mu</math>m, pref. &lt;5<math>\mu</math>m)]</p>
(7)	<p><b>Compactação</b>  [ Pó de Fe (2mm-1 <math>\mu</math>m, pref. 1mm-1<math>\mu</math>m, most pref. 0.5mm-1<math>\mu</math>m), &lt;1000MPa para corpo compactado (bloqueios, grânulos, pelotas) (2.5-7g/cm<sup>3</sup>, or 4-6g/cm<sup>3</sup>)]  ↓  <b>Tratamento por calor</b>  [300-1200°C]  ↓  <b>Dimensionamento</b>  [em partículas 10mm-10<math>\mu</math>m, pref. 5mm-20<math>\mu</math>m, most pref. 2mm-45<math>\mu</math>m]  ↓  <b>Mistura</b>  [Material dimensionado + Ingrediente funcional (&lt;10<math>\mu</math>m, pref. &lt;5<math>\mu</math>m)]</p>

FIG. 4 (Cont.)

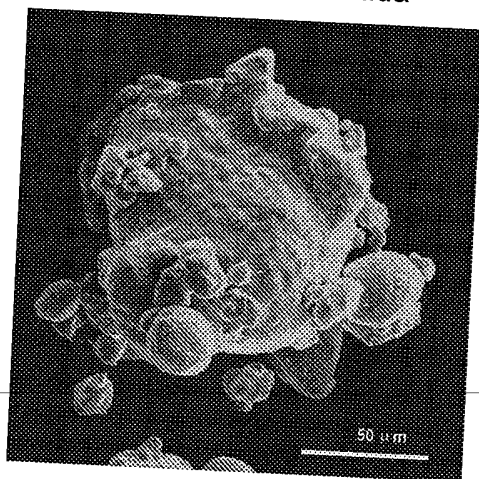
Partícula de ferro porosa



5

FIG. 5

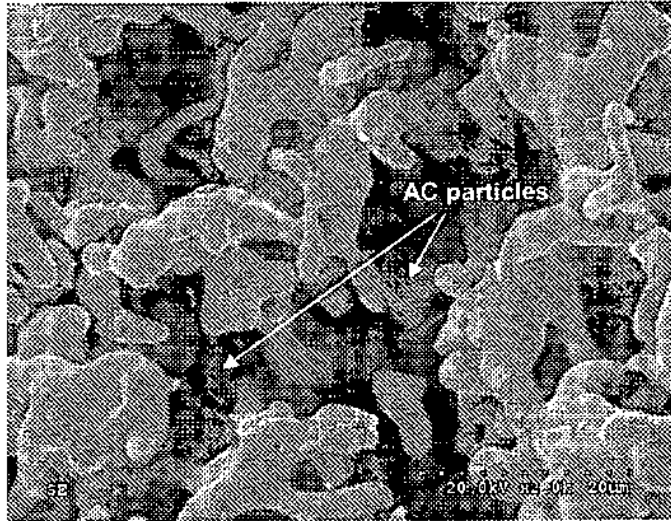
Partícula de ferro sólida



10

FIG. 6

Ingredientes funcionais (aqui partículas de carbono ativadas (AC)) na forma livre fechada nos poros de partículas de ferro porosas através de processos de mistura mecânica



5

FIG. 7