

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 485 159

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 11821

(54) Procédé de préparation de granulé métallique qui convient pour emmagasiner de l'hydrogène ainsi que bouteille à gaz comprimé pour l'exécution de ce procédé.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). F 17 C 11/00; C 01 B 3/00.

(22) Date de dépôt 16 juin 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : RFA, 18 juin 1980, demande de brevet, n° P 30 22 708.8, au nom de la demanderesse.

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 52 du 24-12-1981.

(71) Déposant : Société dite : KERNFORSCHUNGSSANLAGE JULICH GMBH, résidant en RFA.

(72) Invention de : Karl-Heinz Klatt, Siegfried Pietz et Helmut Wenzl.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Flechner,
63, av. des Champs-Elysées, 75008 Paris.

La présente invention se rapporte à un procédé de préparation d'un granulé métallique qui convient pour emmagasiner de l'hydrogène par envoi d'hydrogène à température élevée dans le granulé métallique préalablement mis sous vide, ainsi qu'à une bouteille à air comprimé pour l'exécution de ce procédé.

On connaît des granulés métalliques qui conviennent pour emmagasiner de l'hydrogène. L'hydrogène est emmagasiné dans les métaux aux endroits interstitiels du réseau cristallin, avec formation d'un hydrure métallique. On envisage, pour une utilisation technique, des granulés métalliques ayant une capacité d'emmagasinage élevée. Se sont révélés convenir particulièrement bien des alliages FeTi, cf. H. Wenzl "Metall-Wasserstoff-kristalle in Festkörperforschung und Energietechnik", rapport annuel de Kernforschungsanlage Jülich GmbH 1976/77, ainsi que le Modèle d'utilité de la République Fédérale d'Allemagne No. 76 05 258. Pour que le granulé métallique soit rendu apte à absorber de l'hydrogène, il est nécessaire de préparer des surfaces métalliques qui ne présentent pas de couches d'oxydes ou d'autres impuretés gênant la perméation de l'hydrogène. En vue d'augmenter l'aptitude à l'absorption, on s'efforce en outre d'obtenir une grande surface spécifique par unité de volume du granulé.

A cet effet, l'utilisation de granulés métalliques comme matériau d'emmagasinage est précédée d'un traitement destiné à "activer" le granulé métallique. On met d'abord le granulé métallique sous vide et, ensuite, on y envoie de l'hydrogène à température élevée. Il est connu d'envoyer l'hydrogène dans le granulé métallique sous pression, à une température comprise entre 200 et 500°C. On soumet le granulé métallique à l'atmosphère d'hydrogène pendant plusieurs heures. Pour obtenir une aptitude élevée à l'emmagasinage, on répète plusieurs fois ce traitement, le granulé métallique étant refroidi à la température ambiante avant chaque envoi renouvelé de gaz et étant en même temps mis sous vide. On décrit un tel traitement préalable du granulé métallique par exemple dans l'article de J.J. Reilly et collaborateurs, intitulé "Formation and Properties of Iron Titanium Hydride", Anorganic Chemistry, 1974, pages 218 et suivantes, ainsi qu'à la demande de brevet publiée en République Fédérale d'Allemagne sous le No. 28 11 875.4 et

au brevet des Etats-Unis d'Amérique No. 4.079.523.

Le procédé d'activation du granulé métallique nécessite souvent plusieurs jours, en raison de sa complexité. En outre, cette activation du granulé métallique dans le réservoir de stockage lui-même rend nécessaire de chauffer le réservoir en même temps que le granulé. Ceci limite l'utilisation du granulé métallique à un emmagasinage de l'hydrogène dans des récipients d'emmagasinage de volume assez petit qui peuvent être chauffés d'une manière simple. La mise en oeuvre de récipients de grandes dimensions ,auxquelles on tend ,est très difficile.

L'invention vise un procédé de préparation d'un granulé métallique qui convient pour emmagasiner de l'hydrogène, permettant une activation du granulé métallique à peu de frais en énergie. En même temps, les durées de traitement nécessaires à l'activation sont abrégées.

L'invention a donc pour objet un procédé du type précité qui consiste, lors de l'envoi de l'hydrogène, à réchauffer une partie du granulé métallique à une température qui convient pour l'absorption de l'hydrogène. On utilise ainsi pour l'activation et de manière avantageuse le dégagement de chaleur exothermique se produisant lors de l'absorption de l'hydrogène. La chaleur créée est cédée de la partie du granulé métallique absorbant l'hydrogène à des particules de granulé métallique voisines qui sont réchauffées et ainsi rendues à leur tour aptes à absorber de l'hydrogène et à céder de la chaleur. Il s'est révélé, d'une manière surprenante, que de cette manière toute la quantité de granulés métalliques s'active entièrement d'elle-même à partir d'un centre activé et que l'on obtient, en un stade unique de procédé, des capacités d'emmagasinage élevées.

La température de réchauffement nécessaire à l'absorption de l'hydrogène pour la première partie à activer du granulé métallique, peut être déterminée empiriquement. Elle dépend de l'alliage activé dont est constitué le granulé métallique et seulement un peu de la pression de l'hydrogène sous laquelle s'effectue le chargement en hydrogène.

L'absorption de l'hydrogène peut être accélérée en réchauffant le granulé métallique sous vide avant l'introduction d'hydrogène. Pour le réchauffement, il suffit d'avoir recours à des températures comprises entre 100 et 200°C. Un tel

réchauffement du granulé métallique peut être obtenu, par exemple, à l'aide d'un fluide de chauffage qui traverse un échangeur de chaleur placé dans le granulé métallique.

Pour activer une première partie du granulé métallique,
5 il s'est révélé avantageux d'utiliser comme initiateur pour le réchauffement un granulé métallique pouvant être activé facilement que l'on mélange au granulé métallique à activer. Si l'on envoie dans un tel mélange de granulés métalliques, constitué d'un granulé métallique facile à activer et d'un granulé métallique difficile à activer, de l'hydrogène, celui-ci est d'abord absorbé par le granulé métallique facile à absorber et en raison de la réaction exothermique de la chaleur est cédée au granulé métallique difficile à activer. Le réchauffement favorise l'aptitude du granulé métallique difficile à activer
15 à absorber de l'hydrogène, de sorte qu'avec le dégagement ultérieur de chaleur, de proche en proche, toute la masse de granulés métalliques est activée d'elle-même. Convient particulièrement comme initiateurs d'activation des granulés métalliques faciles à activer, à chaleur de réaction élevée. On préfère mettre en oeuvre LaNi_5 ou des alliages de FeTi pouvant être activés à une température inférieure à 100°C .

Suivant une variante, on réchauffe une partie du granulé métallique à la température qui convient pour l'absorption de l'hydrogène, au moyen d'un chauffage électrique. Le plus simple est de mettre une résistance électrique pouvant être chauffée dans le granulé métallique. Le granulé métallique se trouvant dans la région où se produit le chauffage est réchauffé en peu de temps à une température qui convient pour l'absorption de l'hydrogène. La perméation et la diffusion de l'hydrogène qui s'établissent dans cette partie du granulé métallique conduisent à un réchauffement du reste et, ainsi, progressivement à l'activation de tout le granulé métallique. Le chauffage électrique peut être arrêté peu de temps après l'initiation du processus d'activation. Le granulé métallique s'active de lui-même. Pour initier le processus, il suffit de réchauffer une très petite partie du granulé métallique par rapport à la quantité totale et c'est ainsi qu'il suffit par exemple d'avoir une source de chaleur ponctuelle. L'invention est illustrée par des exemples de réalisation. Aux dessins on a représenté d'une

manière schématique l'installation pour l'exécution du procédé dont les caractéristiques font également partie de l'invention et l'on a reproduit aussi des graphiques qui donnent le déroulement du processus d'activation en fonction du temps. Plus particulièrement :

la figure 1 est un schéma d'une installation d'activation de granulé métallique se trouvant dans des récipients sous pression ;

la figure 2 est un graphique d'activation d'un mélange de granulés métalliques constitués de particules de granulés métalliques en un alliage de Fe-Ti-Mn et de particules de granulés métalliques en LaNi_5 ;

la figure 3 est un graphique d'activation d'un granulé métallique qui n'est pas chauffé, en un alliage de Fe-Ti-Mn ;

la figure 4 est un graphique d'activation d'un granulé métallique chauffé en un alliage de Fe-Ti-Mn, la durée de chauffage pour l'initiation de l'activation sous atmosphère d'hydrogène étant de 20 minutes ;

la figure 5 est un graphique d'activation d'un granulé métallique chauffé en un alliage de Fe-Ti-Mn, la durée de chauffage pour l'initiation de l'activation sous atmosphère d'hydrogène étant de 10 minutes ;

la figure 6 est un graphique d'activation d'un granulé métallique chauffé en d'autres alliages de Fe-Ti-Mn. La durée de chauffage pour l'initiation de l'activation sous atmosphère d'hydrogène est de 10 minutes.

Le tableau 7 donne des températures d'activation de granulé métallique en divers alliages de Fe-Ti-Mn.

A l'installation représentée à la figure 1 peut être raccordé, pour l'activation d'un granulé métallique, un récipient 1 tenant la pression qui est rempli de granulés 2 métalliques. Le récipient 1 est en acier spécial et est étanche au vide ultrapoussé. Le granulé métallique forme dans le récipient une couche de matières en vrac. D'une bouteille 3 d'hydrogène de l'installation, on peut envoyer, à l'aide d'un détendeur 4, de l'hydrogène dans le récipient 1, par l'intermédiaire d'un conduit 5 d'aménée. Pour retenir les impuretés, l'hydrogène traverse, avant d'entrer dans le récipient 1, un filtre 7 monté sur un conduit 6. Ce conduit 6 sert en même temps à raccorder

une pompe 8 à vide au récipient. La pompe à vide est constituée, en l'espèce, d'un ensemble de pompage ayant une turbo-pompe 8a moléculaire et une pompe 8b à disque tournant qui est en aval, considérée suivant la direction d'écoulement du gaz aspiré, de la turbo-pompe. Pour mesurer le vide obtenu par l'ensemble de pompage, on utilise une jauge de vide 9. La communication entre un conduit 10 et le conduit 6 peut être interrompue à l'aide d'une vanne 11. Une vanne 12 d'arrêt est montée aussi dans le conduit 5 pour l'hydrogène en amont de l'endroit où débouche le conduit 10 dans le conduit 6.

Dans le récipient 1 sont placés dans le granulé 2 métallique un dispositif 13 électrique de chauffage ainsi que des thermocouples 14, 15. Le dispositif 13 électrique de chauffage est constitué d'un fil 16 de chauffage qui peut être relié par un interrupteur 17 disposé en dehors du récipient à une source 18 de tension. Parmi les deux thermocouples 14 et 15, le thermocouple 14 n'est que peu éloigné, de 5 mm environ, du fil 16 de chauffage, tandis que l'autre thermocouple 15 est disposé centralement dans le récipient 1, à à peu près 3 cm du fil de chauffage. Les deux thermocouples 14 et 15 sont reliés à des appareils 19, 20 d'enregistrement. Sur l'appareil 20 d'enregistrement est enregistrée, outre la température du granulé métallique, la pression dans le récipient 1. Pour mesurer la pression on utilise une cellule 21 de mesure de la pression ainsi qu'un manomètre 22 fixé sur le récipient 1. Afin de pouvoir chauffer le granulé métallique, on introduit en plus dans le récipient 1 un échangeur 23 de chaleur représenté d'une manière simplement schématique à la figure 1.

Pour activer du granulé métallique, on charge d'abord le récipient 1 de granulé 2 métallique. Si, pour le réchauffement, on utilise un granulé métallique qui peut être activé facilement, on mélange ce dernier à du granulé métallique à activer et on met le mélange de granulés métalliques dans le récipient. Dans ce dernier cas, on n'utilise pas le chauffage 13 électrique pour le processus d'activation.

Après avoir rempli le récipient du granulé 2 métallique, on fait d'abord le vide dans le récipient 1. Ensuite, on réchauffe le granulé métallique par l'échangeur 23 de chaleur jusqu'à 200°C. Après avoir refroidi à la température ambiante,

ainsi qu'après avoir obtenu un vide de 10^{-6} mbars environ, on ferme le conduit 10 de vide et on envoie de l'hydrogène dans le récipient 1. On enregistre la courbe de pression du récipient 1 et la variation de la température en fonction du temps du granulé 2 métallique en deux endroits de repérage de la température par les appareils 19 et 20 d'enregistrement. Si l'on se sert, pour le premier réchauffement d'une partie du granulé métallique, de dispositifs 13 électriques de chauffage, on peut enregistrer la durée de branchement du dispositif de chauffage par le thermocouple 14.

Les exemples suivants illustrent l'activation de granulés métalliques Fe-Ti-Mn.

EXEMPLE 1

On mélange un alliage de Fe-Ti-Mn, ayant une teneur en titane de 51,8 % en atomes, une teneur en fer de 43,8 % en atomes, une teneur en manganèse de 1,86 % en atomes, ainsi qu'une teneur en Al de 1,3 % en atomes, O₂ de 1,12 % en atomes et de C de 0,04 % en atome à une faible proportion de LaNi₅. LaNi₅ absorbe l'hydrogène sous une pression d'hydrogène de 3 bars environ et à la température ambiante, sans traitement préalable particulier, pratiquement jusqu'à la saturation (environ 100 % en atomes). La chaleur ainsi créée s'élève à 31 kJ/mole d'H₂ environ et correspond ainsi à la chaleur de réaction se produisant lors de la formation de l'hydrure de Fe-Ti d'environ 30 kJ/moles d'H₂. Au granulé métallique de Fe-Ti-Mn, on ajoute 3,5 % en poids d'un granulé de LaNi₅ ayant une granulométrie inférieure à 100 microns. On place le mélange de granulés métalliques dans le récipient 1 et on y fait le vide en 15 secondes à la température ambiante, jusqu'à obtention d'un vide de 10^{-6} mbars. Ensuite, on admet de l'hydrogène dans le récipient jusqu'à une pression maximale de 50 bars. Sans chauffer supplémentairement le récipient, la température du granulé métallique s'élève, environ une heure après l'introduction de l'hydrogène. On enregistre une autre élévation de température 9 heures après environ. On donne les courbes de température et de pression du récipient 1 à la figure 2. Dans le graphique d'activation qui est représenté, la température T₂ est repérée par le thermocouple 15 et la pression p du récipient est mesurée par la cellule 21 de mesure de la pression.

La température T_2 et la pression p sont enregistrées en même temps par l'appareil 20 d'enregistrement. De la chute de pression dans le récipient 1 que l'on peut déduire du graphique d'activation, pendant que le granulé métallique se charge d'hydrogène, on peut calculer la concentration c en hydrogène du granulé métallique. Cette concentration est mentionnée en % en atomes au graphique. Après que 50 heures se soient écoulées, on peut obtenir une activation du granulé métallique jusqu'à une absorption d'hydrogène de 68 % en atomes. La concentration finale de 75 % en atomes est obtenue au bout de 60 heures.

EXEMPLE 2

On emplit le réservoir du granulé mentionné à l'exemple 1 sans addition de LaNi_5 et on fait le vide pendant 15 heures environ, jusqu'à obtention d'un vide de 10^{-6} mbars. Ensuite, on envoie de l'hydrogène dans le récipient jusqu'à obtention d'une pression de 50 bars et on branche le dispositif 13 électrique de chauffage. La température de la région du fil 16 de chauffage de 2 mm de long et de 0,4 mm d'épaisseur en platine est de 800°C environ.

Les courbes T_1 et T_2 de températures, ainsi que de la pression p et de la concentration c en hydrogène, calculée à partir de celle-ci, du granulé métallique sont données à la figure 3. La température T_2 est, de la même façon qu'à l'exemple 1, la température repérée par le thermocouple 15, du granulé métallique. La température T_1 correspond à la température repérée par le thermocouple 14 dans la région du fil 16 de chauffage. Le dispositif de chauffage reste branché pendant 20 minutes. La partie du granulé métallique réchauffée par le fil de chauffage absorbe de l'hydrogène, mais cette absorption ne peut être décelée d'abord ni par une diminution de la pression, ni par une élévation de la température du granulé métallique. Ce n'est que 3 heures après que l'absorption d'hydrogène se fait sentir sur la pression de l'hydrogène et sur la température du granulé métallique. On obtient la température maximale après une durée de chargement de 7 heures environ. Après que 15 heures environ se soient écoulées, la teneur en hydrogène du granulé métallique est de 91 ± 3 % en atomes.

EXEMPLE 3

On chauffe pendant 5 heures entre 120 et 140°C, sous un vide de 10^{-6} mbars, un granulé métallique en un alliage de Fe-Ti-Mn tel que mentionné à l'exemple 1. Après avoir refroidi à la température ambiante et avoir envoyé de l'hydrogène dans le récipient jusqu'à obtention d'une pression de 50 bars, on branche le dispositif électrique de chauffage pendant 20 minutes. On donne les courbes de pression et de température à la figure 4.

Le granulé métallique吸orbe nettement de l'hydrogène dès après le branchement du dispositif électrique de chauffage. La température T_2 du granulé métallique s'élève constamment et atteint sa valeur maximale au bout d'une heure environ. Ce n'est qu'au thermocouple 14 que l'on peut déceler le débranchement du dispositif de chauffage, comme on le voit par la courbe de la température T_1 au début du processus d'activation. La teneur en hydrogène du granulé métallique est de $91 \pm 3\%$ en atomes après une durée d'activation de 15 heures.

EXEMPLE 4

On réchauffe, comme à l'exemple 3, un granulé métallique tel que mentionné à l'exemple 1. Après avoir admis de l'hydrogène dans le récipient jusqu'à obtention d'une pression de 50 bars, on branche le dispositif électrique de chauffage pendant 10 minutes. Les courbes de la pression et de température sont données à la figure 5.

Le granulé métallique absorbe de l'hydrogène d'une manière décelable de la même façon qu'à l'exemple 3, dès après le branchement du dispositif 13 de chauffage. La température T_2 du granulé métallique atteint la valeur maximale après que 2 heures se soient écoulées. L'absorption d'hydrogène du granulé métallique reste d'abord en retrait de la charge d'hydrogène obtenue à l'exemple 3, mais après une durée d'activation de 15 heures, la concentration en hydrogène du granulé métallique atteint aussi, dans ce cas, $91 \pm 3\%$ en atomes.

On déshydrogène le granulé métallique, ainsi chargé d'hydrogène, par chauffage à 150°C environ et par mise sous vide. Ensuite, on charge à nouveau de l'hydrogène dans le récipient 1. Le granulé métallique se réchauffe très rapidement jusqu'à 130°C et 7 heures environ est entièrement rechargeé en

ayant une teneur en hydrogène de $91 \pm 3\%$ en atomes. Ceci montre que, par le processus d'activation antérieur, on avait déjà atteint le degré d'activation le plus élevé du granulé métallique.

5

EXAMPLE 5

Après avoir placé dans le récipient 1 un granulé métallique Fe-Ti-Mn ayant une teneur en titane de 50,5 % en atomes, une teneur en fer de 47,1 % de l'atome, une teneur en manganèse de 1,87 % en atomes, ainsi que 0,31 % en atomes de C, 0,11 % en atomes de O₂ et moins de 0,01 % en atome de Al, on le chauffe entre 120 et 140°C pendant 5 heures, sous un vide de 10^{-6} mbars. Après avoir refroidi à température ambiante et avoir admis de l'hydrogène dans le récipient jusqu'à obtention d'une pression de 50 bars, on branche le dispositif de chauffage électrique pendant 10 minutes. La figure 6 donne les courbes de pression et de température du granulé métallique. Les courbes concernant cet exemple sont représentées en trait plein. 15 heures après, la teneur en hydrogène du granulé métallique est de $90 \pm 3\%$ en atomes.

20

EXAMPLE 6

On active un granulé métallique de Fe-Ti-Mn ayant une teneur en titane de 50 % en atomes environ, une teneur en fer de 45 % d'atomes et une teneur en manganèse de 5 % en atomes environ.

25

On active d'abord une partie du granulé métallique par le procédé classique en plusieurs cycles d'activation. Après 5 cycles d'activation, on n'obtient pas une teneur en hydrogène du granulé métallique plus élevée que 50 % en atomes.

30

On charge une autre partie du granulé métallique dans le récipient 1 et on la réchauffe sous vide entre 120 et 140°C pendant 5 heures. Ensuite, on refroidit le granulé métallique et on admet de l'hydrogène dans le récipient jusqu'à obtention d'une pression de 50 bars et on branche le dispositif de chauffage électrique pendant 10 minutes. La figure 6 donne également les courbes de température et de pression. Les courbes concernant cet exemple sont en traits interrompus. 15 heures après avoir branché le dispositif de chauffage, le granulé métallique a une teneur en hydrogène de $78 \pm 3\%$ en atomes.

A la figure 7 on donne, sous forme de tableau, des

températures pour certains granulés métalliques de Fe-Ni-Mn qui sont au moins nécessaires, après un traitement préalable (c'est-à-dire après réchauffement sous vide entre 120 et 140°C pendant 5 heures) pour réchauffer une partie du granulé suivant l'invention, à l'initiation d'une activation. On détermine ces températures de manière empirique, par exemple en réchauffant lentement les granulés métalliques dans un récipient fermé dans lequel règne une pression d'hydrogène. La température pour laquelle s'instaure dans le récipient une absorption d'hydrogène par le granulé métallique, avec diminution de la pression d'hydrogène, est mentionnée, au tableau ci-dessous, comme étant la température d'activation en °C. Il s'est révélé qu'une température élevée obtenue par une source de chaleur ponctuelle accélère l'auto-activation du granulé métallique qui a, sinon, subi le même traitement préalable, comme cela ressort de la comparaison des résultats des exemples 1 et 2. En revanche, la durée pendant laquelle la source de chaleur initiant le processus d'activation reste efficace a une influence moindre. Une réduction de moitié de la durée de chauffage de 20 à 10 minutes n'a pas d'influence finalement sur la concentration en hydrogène du granulé métallique obtenu après 15 heures, cf. à cet effet les exemples 3 et 4. Dans la dernière colonne du tableau 7, on donne les concentrations en hydrogène du granulé métallique obtenues par un seul chauffage à la température d'activation.

TABLEAU 7

Charge	Composition de l'alliage en pourcentage atomique					Température d'admission en °C	Concentration d'hydrogène obtenue* $C = \frac{\text{atome de H}}{\text{atome de Me}} \cdot 100\%$ en pourcentage atomique
	Ti	Fe	Mn	O ₂	C		
G/E du 0/21/76	~50	~50	—	~0,2	Impuretés restantes inconnues	90	82
G/E du 23.9.77	51,8	43,8	1,86	1,12	0,049	1,3	50
G/E du 8.12.77	50,5	47,1	1,87	0,11	0,31	<0,01	80
IFF du 20.4.79	~50	~50	—	<0,01	<0,01	—	150
							50

* Après un seul chauffage à 64/65 bars (durée 15 minutes).

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'un granulé métallique qui convient pour emmagasiner de l'hydrogène par envoi d'hydrogène à température élevée dans le granulé métallique, préalablement mis sous vide, caractérisé en ce qu'il consiste, lors de l'admission de l'hydrogène, à réchauffer une partie du granulé métallique à une température qui convient pour l'absorption de l'hydrogène.

10 2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il consiste à réchauffer le granulé métallique sous vide avant l'admission de l'hydrogène.

15 3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que, pour l'activation d'un granulé métallique, difficile à activer, on utilise un granulé métallique facile à activer qui, lors de l'admission de l'hydrogène, est en liaison de conduction de la chaleur avec le granulé métallique difficile à activer.

20 4. Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger le granulé métallique facile à activer au granulé métallique difficile à activer.

5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que le granulé métallique facile à activer est en LaNi_5 ou en un alliage contenant Fe et Ti et pouvant être activé à une température inférieure à 100°C.

25 6. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il consiste à réchauffer le granulé métallique à l'aide d'un dispositif électrique de chauffage.

30 7. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce qu'il consiste à se servir, comme dispositif de chauffage, d'une résistance électrique placée dans le granulé métallique.

35 8. Récipient tenant la pression pour exécuter le procédé suivant la revendication 1, qui est étanche au vide ultra-poussé, qui contient un tas de granulés métalliques et qui présente un raccord pour l'admission et l'évacuation de l'hydrogène, caractérisé en ce qu'il est prévu pour réchauffer une partie du granulé métallique un élément (16) de chauffage efficace lors de l'admission de l'hydrogène.

9. Récipient selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'un fil (16) électrique de chauffage pouvant être relié à une source (18) de tension est placé dans le granulé (2) métallique.

FIG. 1

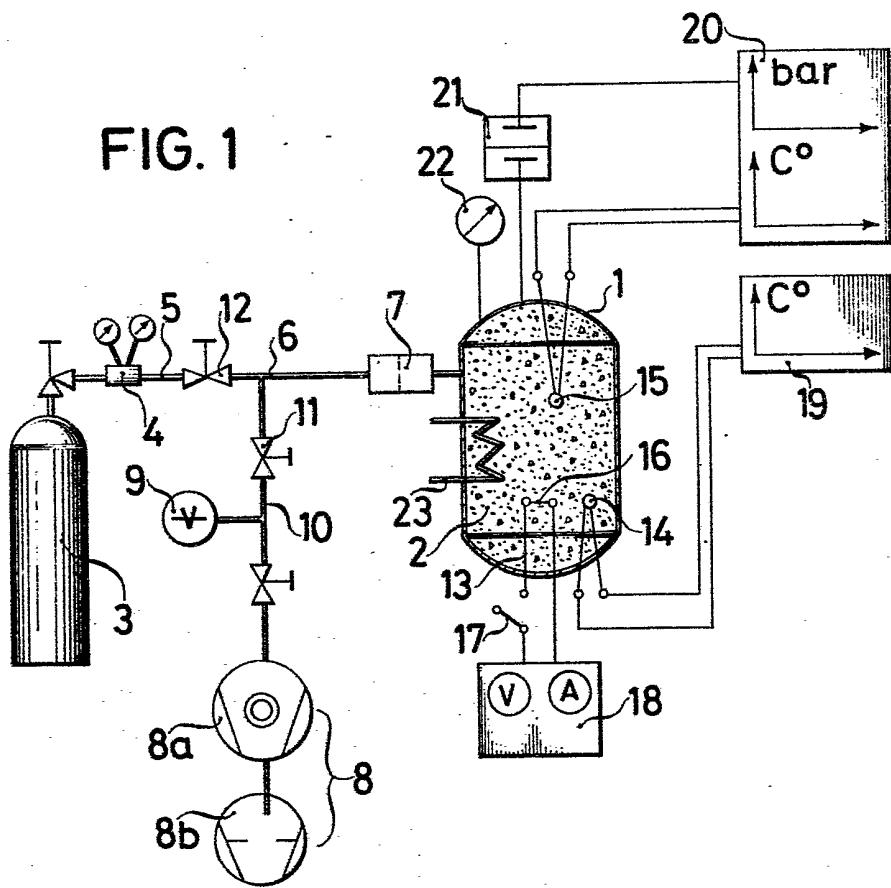


FIG. 2

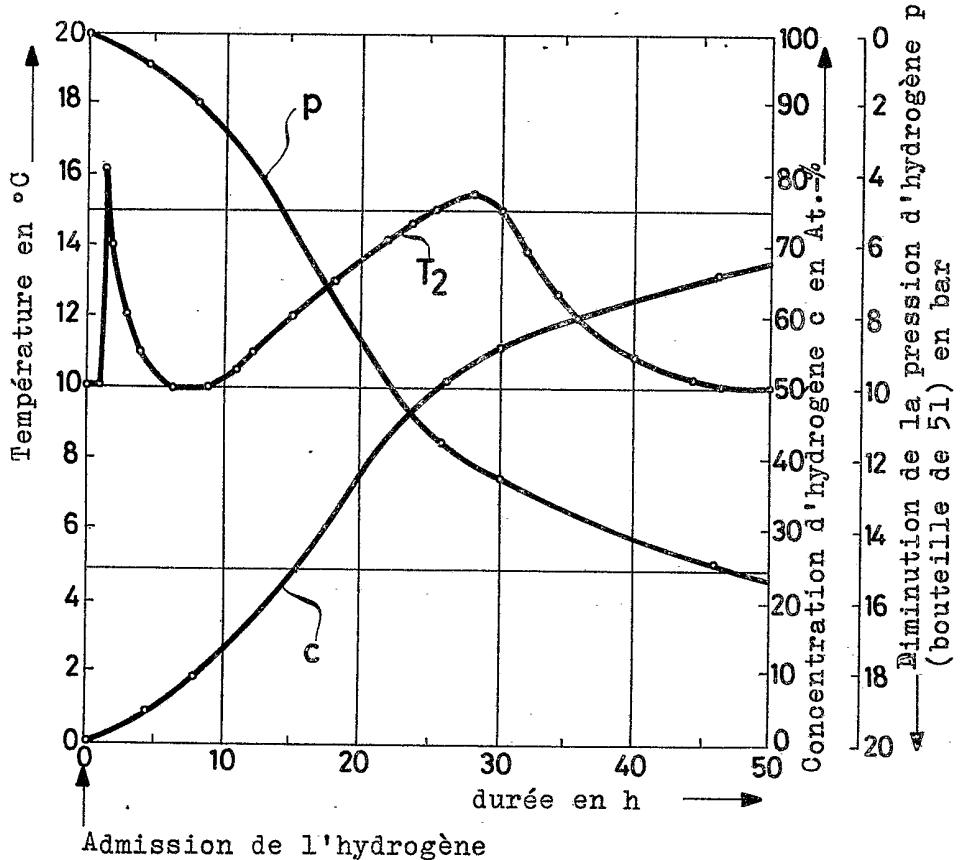


FIG. 3

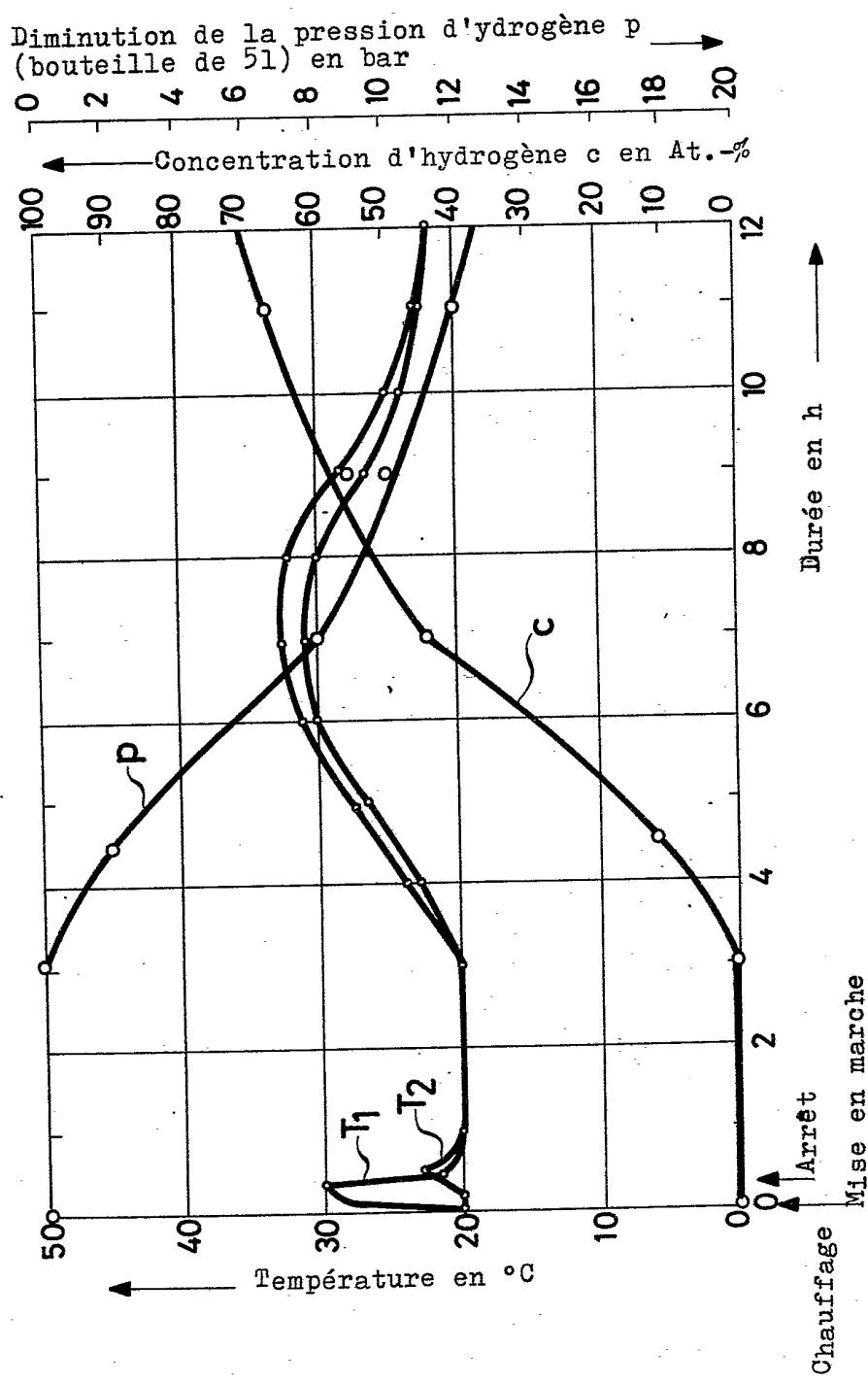


FIG. 4

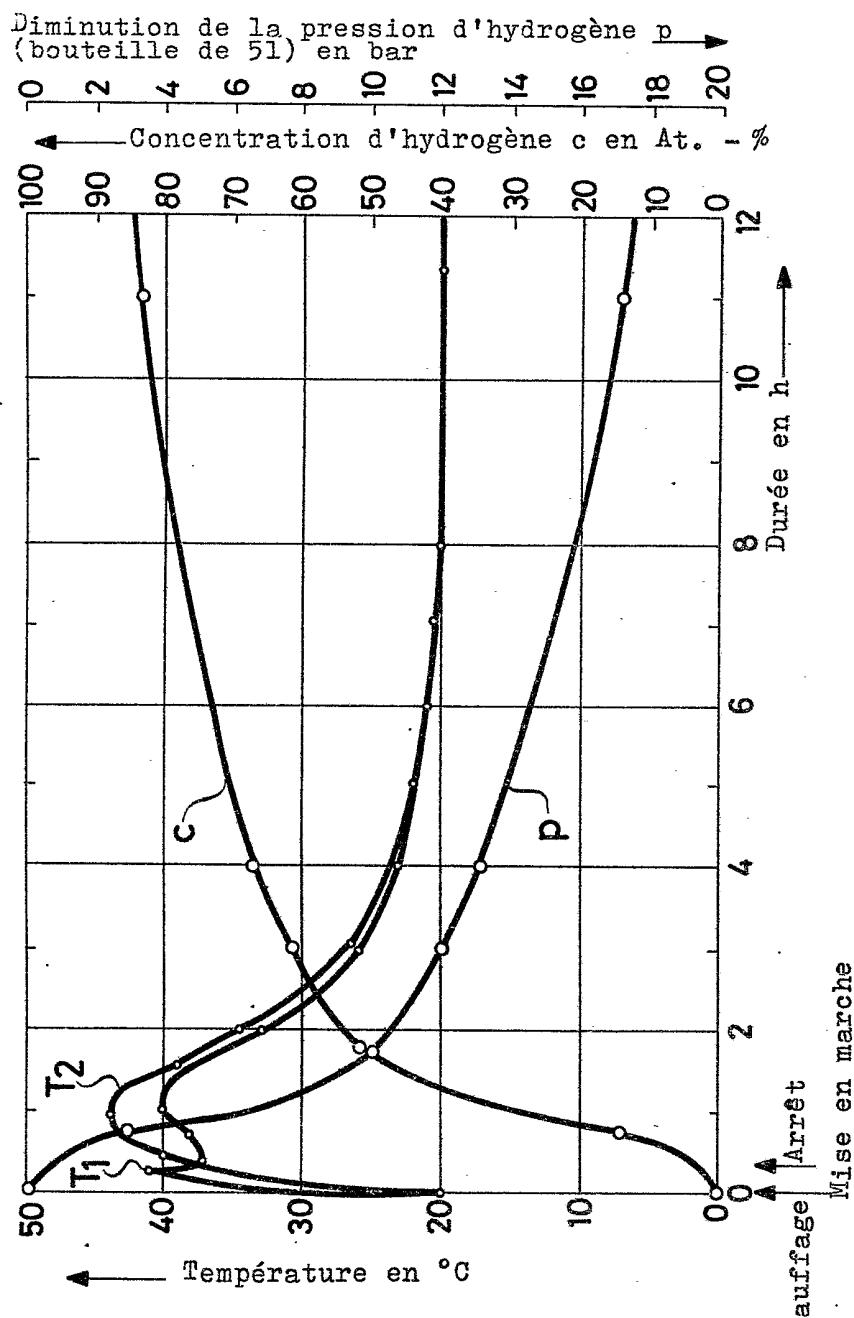


FIG. 5

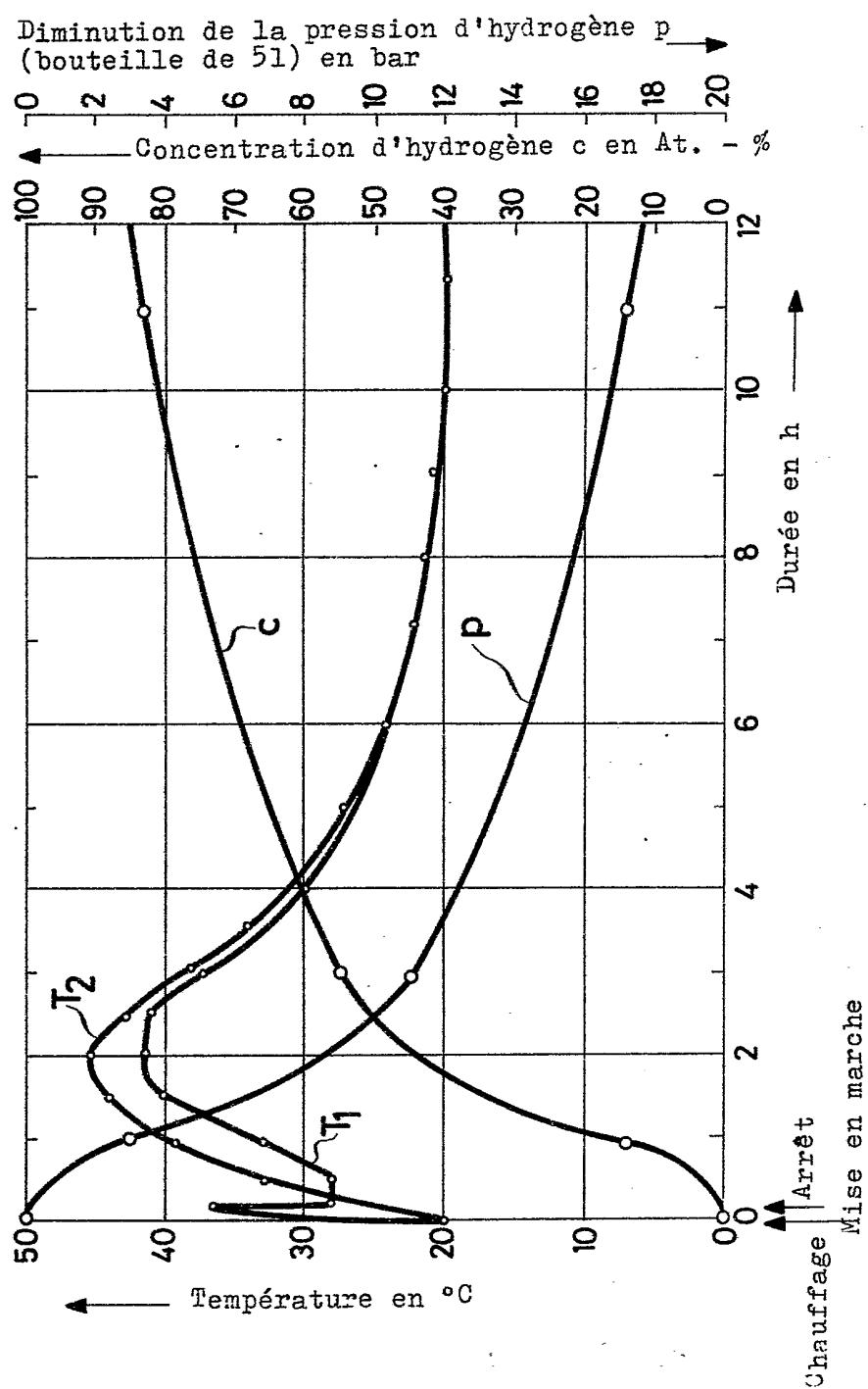


FIG. 6

