

①② **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:
29.08.84

⑤① Int. Cl.³: **C 10 G 1/06**

②① Anmeldenummer: **8110/596.6**

②② Anmeldetag: **28.01.81**

⑤④ **Verfahren zur Hydrierung von Kohle.**

③⑩ Priorität: **13.12.80 DE 3047050**

⑦③ Patentinhaber: **Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Weberstrasse 5, D-7500 Karlsruhe 1 (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
23.06.82 Patentblatt 82/25

⑦② Erfinder: **Borgstedt, Hans U., Dr.Dipl.-Chem., Kolbergerstrasse 10B, D-7500 Karlsruhe (DE)**

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
29.08.84 Patentblatt 84/35

③④ Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT

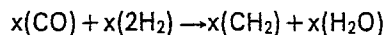
⑤⑥ Entgegenhaltungen:
FR - A - 2 287 495
US - A - 3 790 468
US - A - 3 790 469
US - A - 3 844 928
US - A - 3 966 582

EP 0 054 095 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Hydrierung von Kohle. Seit Jahrzehnten ist als Vollsynthese für Kohlenwasserstoffe das Verfahren nach Fischer-Tropsch bekannt, das als Ausgangsstoffe Kohlenmonoxid und Wasserstoff verwendet und bei verhältnismäßig niedrigen Drücken (bis zu ca. 10 bar) und verhältnismäßig niedrigen Temperaturen (um 473 K) arbeitet. Das Kohlehydrierungs-Verfahren nach Fischer-Tropsch folgt unter ausreichender Energiezufuhr folgender Reaktionsgleichung:



Die in den letzten Jahren aufgetretenen Energiekrisen und die laufende Verteuerung des geförderten Erdöls hatten zur Folge, daß in den letzten Jahren weltweit nach kostengünstigen Kohlehydrierungs-Verfahren bzw. Kohleveredlungs-Verfahren gesucht wurde und noch wird.

Ein solches Verfahren, bei welchem Kohle in einer Salzschnmelze, die im wesentlichen aus Zinkjodid besteht, kontinuierlich hydriert wird, ist aus der US-Patentschrift 3 844 928 bekannt. Die Hydrierung erfolgt durch Kontaktierung der Kohle mit der Salzschnmelze in Gegenwart von Wasserstoff bei einem Partialdruck von ca. 34 bar bis 345 bar und bei einer Temperatur von ca. 573 K bis ca. 773 K. Die erhaltenen Ölprodukte werden abgetrennt und die verbleibende Salzschnmelze aus der Hydrierzone abgezogen zur Regenerierung.

Bei der Hydrierungsreaktion entsteht nämlich Ammoniak, welcher zum Teil laufend mit Hilfe der Regenerierung aus dem Reaktionssystem entfernt werden muß.

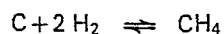
Aufgabe der Erfindung ist es nun, ein weiteres alternatives Kohlehydrierungs-Verfahren vorzustellen, das nicht nur kostengünstig, sondern auch einfach durchgeführt werden kann und nur einen verhältnismäßig geringen Aufwand an Vorrichtungen, Überwachungseinrichtungen und Personal benötigt. Das Verfahren soll robust sein, d. h. die Kohlehydrierungsreaktion soll auch ablaufen in Anwesenheit von bestimmten Verunreinigungen. Beispielsweise muß bei dem bekannten Fischer-Tropsch-Verfahren das Synthesegas möglichst weitgehend frei von Schwefelverbindungen sein, die andernfalls die benötigten Katalysatoren vergiften können. Solche Vergiftungserscheinungen, die entweder ein Kohlehydrierungs-Verfahren bisher im Hinblick auf seine Ausbeute oder insgesamt in Frage gestellt haben, sollen bei dem zu schaffenden Verfahren vermieden werden können.

Die Aufgabe wird nun in überraschender Weise erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß einer gesättigten Lösung von Kohlenstoff in einer Metall-Schnmelze bei einer Temperatur unterhalb 900 K ein wasserstoffhaltiges Gas zugeführt wird und daß die Umsetzung von C und H zu Kohlenwasserstoff-Verbindungen innerhalb der Metall-Schnmelze erfolgt. Eine vorteilhafte Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, daß

- a) die flüssige Metall-Schnmelze zur Sättigung mit Kohlenstoff durch ein Kohle enthaltendes Bett hindurchgeleitet und im Kreislauf geführt wird,
- b) das wasserstoffhaltige Gas in die mit C gesättigte oder nahezu gesättigte Metall-Schnmelze eingepreßt wird, worin ein Teil des Wasserstoffs mit einem entsprechenden Teil des gelösten Kohlenstoffs zu Kohlenwasserstoff-Verbindungen mit einem Hauptanteil von Methan reagiert,
- c) das wasserstoffhaltige Gas, das die gebildeten Kohlenwasserstoff-Verbindungen aufnimmt und mitführt, aus der Metall-Schnmelze abgezogen wird, wobei die Reaktionsprodukte (Kohlenwasserstoff-Verbindungen) aus dem Reaktionsgleichgewicht entfernt werden,
- d) die Reaktionsprodukte aus dem Gas abgeschieden werden und das von den Reaktionsprodukten befreite Gas im Kreislauf in die Metall-Schnmelze zurückgeführt wird.

Hierbei wird die Metall-Schnmelze aus mindestens einem Alkali-Metall gebildet und als Alkali-Metall Lithium, Natrium, Kalium oder ein Gemisch aus diesen verwendet. Vorteilhafterweise wird die Umsetzungsreaktion bei einer Temperatur im Bereich von 673 K und 873 K durchgeführt. Das wasserstoffhaltige Gas wird mit einem Druck im Bereich von 1,5 bar bis 15 bar in die Metall-Schnmelze eingepreßt. Für eine vorteilhafte Ausbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es günstig, wenn als wasserstoffhaltiges Gas ein stickstoff-freies oder stickstoffarmes Gas verwendet wird. Beispielsweise kann als wasserstoffhaltiges Gas technischer Wasserstoff oder mit einem Edelgas verdünnter Wasserstoff verwendet werden. Eine vorteilhafte Ausbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß die Kohlenwasserstoff-Verbindungen mit Hilfe von Kondensation und/oder Absorption aus dem aus der Metall-Schnmelze abgezogenen Gas abgeschieden werden.

Flüssige Alkalimetalle sind Lösungsmittel für nichtmetallische Elemente, die in diesen Lösungen miteinander reagieren können. Gibt man zum Beispiel zu Natrium mit einer bestimmten Kohlenstoffkonzentration, der eine definierte chemische Aktivität des Kohlenstoffs zugeordnet ist, Wasserstoff in elementarer Form, so wird die meßbare Kohlenstoffaktivität umgehend herabgesetzt. Demnach werden nach Gleichung (1) Kohlenwasserstoffe gebildet.



(1)

Das Gleichgewicht stellt sich schnell ein, da beide Elemente in Alkalimetallen in Form von wenig stabilen Alkalimetallverbindungen wie Na_2C_2 und NaH gelöst werden. Gleichung (1) könnte demnach auch in der Form der Gleichung (2) geschrieben werden.



Entsprechende Reaktionen sind in den Alkalimetallen Lithium und Kalium zu beobachten.

Die thermochemischen Voraussetzungen für die Bildung des Kohlenwasserstoffs sind umso günstiger, je niedriger die Reaktionstemperatur gehalten wird. Da die Werte für die freien Bildungsenthalpien (die ΔH_f° -Werte) beispielsweise für die Bildung des Na_2C_2 und des NaH bei 673 K bis 773 K und im Bereich der Sättigungskonzentrationen nahe Null liegen, wird sich die Gleichgewichtslage nach Gleichung (1) durch die Anwesenheit des Natriums praktisch nicht verschoben.

Die nachfolgende Tabelle 1 enthält die freien Bildungsenthalpien für die Bildung des Methans aus den Elementen und die abgeleiteten Werte der chemischen Aktivität des Kohlenstoffs im Gleichgewicht a_c sowie der Verhältnisse der Partialdrücke $p_{\text{H}_2}/p_{\text{CH}_4}$. Deutlich von Vorteil ist eine Reaktionsführung bei möglichst niedriger Temperatur, wie Versuche zeigten, da sie die Entstehung des Methans begünstigt. Die Nachteile der durch die niedrige Temperatur bedingten langsamen Reaktionsgeschwindigkeit werden durch die Vorteile einer Reaktionsführung in Lösung, d. h. beispielsweise in einer Alkalimetall-Schmelze, eliminiert.

Tabelle 1

Thermochemische Daten der Methanbildung bei 400 und 600°C

t (°C)	T (K)	H_f (cal/Mol)	a_c	$p_{\text{H}_2}/p_{\text{CH}_4}$
400	673,2	-13 350	$4,5 \cdot 10^{-5}$	$6,7 \cdot 10^{-3}$
600	873,2	-10 800	$1,9 \cdot 10^{-3}$	$4,4 \cdot 10^{-2}$

Dazu führt man dem Alkalimetall festen Kohlenstoff im Überschuß zu und spült einen steten Strom von Wasserstoff durch die stets nahezu C-gesättigte Lösung. Dabei lösen sich zunächst Kohlenstoff und Wasserstoff im Natrium und der durch die genannte Reaktion gebildete Kohlenwasserstoff, im einfachsten Falle CH_4 , geht in die Gasphase und wird so aus dem Reaktionsgleichgewicht entfernt. Dies fördert ebenso wie eine Erhöhung des Wasserdrucks auf mäßig höher als Atmosphärendruck, vorzugsweise auf einen Druck im Bereich zwischen 5 und 15 bar, die Bildung des Kohlenwasserstoffs. Im Alkalimetall sorgt der überschüssige feste Kohlenstoff für eine ständig konstante Kohlenstoffkonzentration.

Beide Elemente sind in Lithium besser löslich als in den übrigen Alkalimetallen. Die Löslichkeit der Kohlenwasserstoffe in den Alkalimetallen ist nicht bekannt. Sie muß durch stetes Abziehen aus dem Gas über einen geringen Partialdruck niedrig gehalten werden.

Die Löslichkeit von Wasserstoff bei 1 bar und von Kohlenstoff im Bereich der Temperatur der Reaktionen sind in der Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2

Löslichkeit von Wasserstoff und Kohlenstoff in den Alkalimetallen Lithium und Natrium

	Wasserstoff		Kohlenstoff		
	673 K	873 K	673 K	873 K	
Lithium	1,2	7,5	0,01	0,1	Gew.-%
Natrium	0,12	0,25	10^{-5}	10^{-3}	Gew.-%

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren der Kohlehydrierung führt man vorteilhafterweise sowohl das Alkalimetall als auch das wasserstoffhaltige Gas im Kreislauf. In der Figur, die ein Schema einer Anlage zur Hydrierung von Kohle in einer Alkalimetallschmelze zeigt, wird veranschaulicht, wie das

Alkalimetall 1 bei 673 K bis 873 K ein Kohlenstoffbett 2 passiert, in dem es sich mit C sättigen kann. Im anderen Teil des Kreislaufs (Reaktionsraum 5) wird Wasserstoff in das Flüssigmetall eingepreßt, passiert die Schmelze und gelangt über einen Flüssigmetallabscheider 3 in den Gaskreislauf 6 zurück. In diesem muß nun für die Ausscheidung des gebildeten Kohlenwasserstoffs, zum Beispiel durch

5

Kondensation oder Absorption mit Hilfe eines Kohlenwasserstoffabscheiders 4 Sorge getragen werden. Der Kohlenstoff im Vorrat kann technischer Qualität sein, da die Alkalimetalle selektiv lösen. Schwefel würde weitgehend als Na_2S zurückgehalten und könnte in einer Kaltfalle im Nebenkreislauf (in der Figur nicht dargestellt) abgeschieden werden. Der Wasserstoff sollte nur wenig Stickstoff

10

enthalten, da durch dessen Anwesenheit störende Nebenprodukte zu erwarten wären. Ein derartiges System ermöglicht die Synthese von Kohlenwasserstoff aus den Elementen bei Temperaturen von nur 673 K bis 873 K (vorzugsweise bis 773 K) und nur geringen Drücken. Für die Erstellung der Apparaturen kann daher auf bekannte Werkstoffe zurückgegriffen werden. Das Alkalimetall wird nur im geringem Umfang verbraucht durch Reaktionen mit Verunreinigungen in den

15

Ausgangsstoffen. Das Lösungsmittel und Reaktionsmedium ist äußerst preiswert im Falle des Natriums, weniger im Falle des Lithiums. Die Technologie der Alkalimetallschmelzen in technischen Anlagen ist auf dem Gebiet der Kerntechnik bereits erprobt und stellt bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kein Hindernis dar.

20

Im folgenden wird die Erfindung anhand von beispielhaften Versuchen näher erläutert. Die Erfindung ist jedoch nicht auf diese Versuche eingeschränkt.

Versuchsergebnisse zur Einstellung des Gleichgewichts der Kohlenwasserstoffbildung in flüssigem Natrium bei 673 und 773 K

25

Die Versuchsergebnisse wurden in einem Kreislauf mit rund 50 l umlaufendem Natrium erhalten, der nicht für synthetische Versuche konzipiert war, d. h. nicht gerade günstig für das erfindungsgemäße Verfahren ausgelegt war.

30

Für natriumchemische Untersuchungen enthielt der Natriumkreislauf jedoch Monitore zur Messung von Kohlenstoffaktivitäten und Wasserstoffpartialdrücken. Das als Schutzgas dienende Argon von 1,5 bar konnte mit einem Gaschromatographen auf Gehalte an Wasserstoff und die Kohlenwasserstoffe Methan und Äthan analysiert werden.

35

Über eine Eisenmembran wurde Wasserstoff in das Natrium eingeführt, die Kohlenstoffgehalte lagen, da bei der zur Verfügung stehenden Vorrichtung kein Kohlenstoff in die Reaktion nachgeliefert werden konnte, unter der sehr niedrigen Sättigungskonzentration, die chemische Aktivität lag bei etwa 10^{-1} bei 673 K und 10^{-2} bei 773 K. In drei Versuchen wurden Ergebnisse zur Bildung von Kohlenwasserstoffen in flüssigem Natrium bei 673–773 K erhalten.

40

Versuch 1

Im Natrium von 773 K betrug der Wasserstoffpartialdruck etwa 10^{-4} bar, er wurde durch Nachdiffusion über die Versuchsdauer aufrechterhalten. Die Kohlenstoffaktivität ging während des Versuchs von 10^{-2} auf etwa 10^{-3} zurück, gleichzeitig baute sich in etwa 10 min. ein Kohlenwasserstoffpartialdruck von rund $1,5 \cdot 10^{-4}$ bar auf, der in den Proben aus dem Schutzgas gemessen wurde. Neben CH_4 wurden C_2H_6 und höhere Kohlenwasserstoffe nachgewiesen. Die Ausbeute an CH_4 betrug rund 4 mg/h.

45

Versuch 2 (Vergleichsversuch zu Versuch 1 mit zu geringem H-Angebot

50

Der Wasserstoffpartialdruck im Natrium wurde durch Abkühlung der Eisenmembran auf ein Niveau von etwa 10^{-6} bar abgesenkt. Bei diesem geringen Wasserstoffangebot im Natrium wurde auch nach mehreren Stunden keine Verminderung des Kohlenstoffaktivitätswertes unter 10^{-2} festgestellt, die Kohlenwasserstoffgehalte im Schutzgas lagen bei $1 \cdot 10^{-6}$ bar.

55

Versuch 3

Im Natrium von 673 K wurde ein Wasserstoffpartialdruck von rund 10^{-4} bar aufrechterhalten. Die bei der niedrigen Temperatur höhere chemische Aktivität des Kohlenstoffs (10^{-1}) ging während des Versuchs um zwei Größenordnungen zurück. In etwa 20 min. baute sich ein Kohlenwasserstoffdruck von etwa $8,5 \cdot 10^{-4}$ bar im Schutzgas auf. Der Gaschromatograph registrierte neben CH_4 auch C_2H_6 und höhere Kohlenwasserstoffe. Die Ausbeute an CH_4 betrug in diesem Falle rund 12 mg/h.

60

Die Versuche ergaben folgendes:

65

- a) Aus im Natrium gelösten Kohlenstoff und Wasserstoff bildete sich Kohlenwasserstoff, der in die Gasphase überging.
 - b) Bei niedriger Temperatur bildete sich mehr Kohlenwasserstoff, bei höherer Temperatur war die Reaktion schneller.
 - c) Höhere Gehalte oder chemische Aktivitäten an Kohlenstoff und Wasserstoff resultieren in höheren Mengen an gebildetem Kohlenwasserstoff. 5
- In den Versuchen 1 und 3 war die Ausbeute in bezug auf den eingesetzten Kohlenstoff hoch, wie nach Gleichgewichtsrechnungen zu erwarten war.

Angesichts der günstigen Gleichgewichtslage und der beobachteten hohen Reaktionsgeschwindigkeit ist mit diesem Verfahren ein technisch gangbarer Weg für die Kohlehydrierung bei niedrigen Temperaturen und Drücken gegeben. 10

Parameter, die die Reaktion vom Gleichgewicht oder der Kinetik her beeinflussen können, sind: Temperatur, von der Gleichgewichtslage her: 673 K, von der Kinetik her eher höher; Druck des Wasserstoffs beeinflusst die Ausbeute; Körnigkeit der Kohle im Kohlebett beeinflusst die Lösungsgeschwindigkeit und damit die Kinetik. Feindisperse Kohle kann auch fest im Natrium/Lithium suspendiert werden. 15

Patentansprüche 20

1. Verfahren zur Hydrierung von Kohle, dadurch gekennzeichnet, daß einer gesättigten Lösung von Kohlenstoff in einer Metall-Schmelze bei einer Temperatur unterhalb 900 K ein wasserstoffhaltiges Gas zugeführt wird und daß die Umsetzung von C und H zu Kohlenwasserstoff-Verbindungen innerhalb der Metall-Schmelze erfolgt. 25

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß

- a) die flüssige Metallschmelze zur Sättigung mit Kohlenstoff durch ein Kohle enthaltendes Bett hindurchgeleitet und im Kreislauf geführt wird,
- b) das wasserstoffhaltige Gas in die mit C gesättigte oder nahezu gesättigte Metallschmelze eingepreßt wird, worin ein Teil des Wasserstoffs mit einem entsprechenden Teil des gelösten Kohlenstoffs zu Kohlenwasserstoff-Verbindungen mit einem Hauptanteil von Methan reagiert, 30
- c) das wasserstoffhaltige Gas, das die gebildeten Kohlenwasserstoff-Verbindungen aufnimmt und mitführt, aus der Metallschmelze abgezogen wird, wobei die Reaktionsprodukte (Kohlenwasserstoff-Verbindungen) aus dem Reaktionsgleichgewicht entfernt werden, 35
- d) die Reaktionsprodukte aus dem Gas abgeschieden werden und das von den Reaktionsprodukten befreite Gas im Kreislauf in die Metallschmelze zurückgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallschmelze aus mindestens einem Alkali-Metall gebildet wird und daß als Alkali-Metall Lithium, Natrium, Kalium oder ein Gemisch aus diesen verwendet wird. 40

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzungsreaktion bei einer Temperatur im Bereich von 673 K und 873 K durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das wasserstoffhaltige Gas mit einem Druck im Bereich von 1,5 bar bis 15 bar in die Metallschmelze eingepreßt wird. 45

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als wasserstoffhaltiges Gas ein stickstoff-freies oder stickstoffarmes Gas verwendet wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man als wasserstoffhaltiges Gas technischen Wasserstoff oder mit einem Edelgas verdünnten Wasserstoff verwendet.

8. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Kohlenwasserstoff-Verbindungen mit Hilfe von Kondensation und/oder Absorption aus dem aus der Metallschmelze abgezogenen Gas abgeschieden werden. 50

Claims 55

1. Process for the hydrogenation of coal comprising introducing a hydrogen containing gas into a saturated solution of carbon in a metal melt at a temperature below 900 K to convert the dissolved C and H to hydrocarbon compounds within the metal melt.

2. Process as defined in Claim 1 wherein 60

- a) the liquid metal melt is conducted through a coal containing bed and circulated;
- b) the hydrogen containing gas is pressed into the metal melt, which has been saturated or substantially saturated with C, to react part of the hydrogen with a corresponding part of the dissolved carbon to form hydrocarbon compounds containing a major proportion of methane; 65

- c) the hydrogen containing gas receiving and carrying along the hydrocarbon compounds formed is extracted from the metal melt to remove the reaction products (hydrocarbon compounds) from the reaction equilibrium;
- c) the reaction products are separated from the gas and the gas, freed from the reaction products, is returned to circulation in the metal melt.

3. Process as defined in Claim 1, wherein the metal melt is formed of at least one alkali metal and the alkali metal consists of lithium, sodium, potassium or a mixture thereof.

4. Process as defined in Claim 3, wherein the conversion reaction is performed at a temperature in the range from 673 K to 873 K.

5. Process as defined in Claim 1, wherein the hydrogen containing gas is pressed into the metal melt at a pressure in the range from 1.5 bar to 15 bar.

6. Process as defined in Claim 1, wherein a nitrogen free gas or a gas poor in nitrogen is used as the hydrogen containing gas.

7. Process as defined in Claim 6, wherein industrial hydrogen or hydrogen which has been diluted with a noble gas is used as the hydrogen containing gas.

8. Process as defined in Claim 2, wherein the hydrocarbon compounds are separated from the gas extracted from the metal melt by condensation and/or absorption.

20

Revendications

1. Procédé d'hydrogénation du charbon, caractérisé en ce que dans une solution saturée de charbon dans une masse métallique en fusion, à une température inférieure à 900°K, on introduit un gaz contenant de l'hydrogène, et que la réaction entre C et H, produisant des hydrocarbures, s'effectue dans la masse métallique en fusion.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que:

- a) pour saturer en carbone le bain de métal fondu, on le fait passer sur un lit contenant le charbon et le fait circuler en circuit fermé,
- b) le gaz contenant de l'hydrogène est injecté dans le bain de métal fondu saturé ou presque saturé de carbone, où une partie de l'hydrogène réagit avec une partie correspondante du carbone dissous, en formant des hydrocarbures, avec une proportion prépondérante de méthane,
- c) le gaz contenant l'hydrogène, qui absorbe et entraîne les hydrocarbures formés, est extrait du bain de métal fondu, ce qui retire les produits de la réaction (hydrocarbures) de l'équilibre réactionnel,
- d) les produits de la réaction sont séparés du gaz, et le gaz, exempt de produits réactionnels, est recyclé dans la masse de métal fondu.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la masse de métal fondu est constitué par au moins un métal alcalin et que comme métal alcalin, on utilise le lithium, le sodium, le potassium ou un mélange de ces métaux.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la réaction est effectuée à une température comprise entre 673°K et 873°K.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gaz contenant de l'hydrogène est injecté dans la masse de métal fondu sous une pression de 1,5 à 15 bars.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, comme gaz contenant de l'hydrogène, on utilise un gaz except d'azote ou pauvre en azote.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que comme gaz contenant de l'hydrogène, on utilise de l'hydrogène de qualité technique ou de l'hydrogène dilué avec un gaz rare.

8. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les hydrocarbures sont séparés du gaz soutiré de la masse de métal fondu, par condensation et/ou absorption.

55

60

65

