



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **180683**

(13) B

(51) Int Cl⁶ C 08 F 4/02, 10/00

Patentstyret

(21) Søknadsnr	930258	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	26.01.93	søknadsnummer	
(24) Løpedag	26.01.93	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	28.07.93	(30) Prioritet	27.01.92, FR, 9200821
(44) Utlegningsdato	17.02.97		
(71) Søker	Elf Atochem SA, La Défense 10, 4 & 8 Cours Michelet,, F-92800 Puteaux, FR		
(72) Oppfinner	Claude Brun, Idron, FR Maryse Patin, Villeurbanne, FR Roger Spitz, St. Symphorien d'Ozon, FR		
(74) Fullmektig	Jan E. Helgerud, Bryns Patentkontor AS, 0106 OSLO		

(54) Benevnelse **Fremgangsmåte for fremstilling av en katalytisk komponent**

(56) Anførte publikasjoner GB A 2099004, US 4384984, US 4410672

(57) Sammendrag En fremgangsmåte for aktivering av en bærer på basis av magnesiumklorid, ment for fremstilling av et katalytisk preparat for polymerisering av etylen, omfatter aktivering av bæreren i suspensjon i en inert væske ved hjelp av en cyklisk monoeter.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av en katalytisk komponent med kontrollert morfologi til bruk ved polymerisering av etylen.

5 Fremgangsmåten omfatter å aktivere bæreren på basis av magnesiumklorid ved hjelp av en cyklisk eter uten å endre bærerens opprinnelige struktur.

10 På i og for seg kjent måte består det katalytiske system av Ziegler-Natta-typen for polymerisering av etylen generelt av to ikke-dissosierbare elementer: et katalytisk preparat på basis av overgangsmetall som er avsatt på en bærer av magnesiumklorid, og en kokatalysator, generelt på basis av en aluminiumforbindelse.

15 Tallrike patenter beskriver katalytiske preparater og disse kokatalysatorer samt fremgangsmåter for oppnåelse derav.

20 Det er generelt kjent at bærerne på basis av magnesiumklorid som går inn i sammensetningen av det katalytiske preparat for polymerisering av etylen, må aktiveres. Denne bæreraktivering tillater til slutt å sikre preparatet en god produktivitet. Denne aktivering av bæreren skjer i virkeligheten for eksempel ved oppmaling av bæreren på basis av magnesiumklorid eller også ved oppløsning i et aktiverende oppløsningsmiddel, 25 for eksempel en alkohol, og utfelling av bæreren ved hjelp av en væske som ikke er reaktivt og ikke oppløsende, for eksempel et alifatisk hydrokarbon.

30 Mens denne teknikk tillater å realisere aktive bærere som tillater å fremstille katalytiske preparater med god produktivitet, er det umulig å realisere preparater med kontrollert morfologi idet bærerens opprinnelige morfologi ødelegges på grunn av aktiveringsbehandlingen.

35 Interessen for å tilveiebringe preparater med kontrollert morfologi er for å undertrykke fremstillingen av fine

polymerpartikler i polymeriseringsreaktorene. Polymerene som oppnås fra disse preparater har en bedre risleevne, noe som tillater en bedre manipulering av pulverene.

5 Foreliggende oppfinnelse har til hensikt å forbedre den kjente teknikk og angår i henhold til dette en fremgangsmåte for fremstilling av en katalytisk komponent med kontrollert morfologi med kombinerings av en titanforbindelse med formelen $Ti(OR)_xCl_{4-x}$ og en aktivert bærer inneholdende i det
10 vesentlige magnesiumklorid, og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at bæreren aktiveres i suspensjon i en inert væske med en cyklisk monoeter uten endring av bærerens opprinnelige struktur.

15 Aktiveringsbehandlingen av bæreren med cyklisk eter må ikke forveksles med den eventuelle senere behandling av det katalytiske system eller kokatalysatorer med en elektrondonor med henblikk på å gi det katalytiske system en eller annen egenskap slik det for eksempel er beskrevet i FR-A-2 640 273,
20 der en eter blir forbundet med kokatalysatoren eller det katalytiske system med henblikk på å tilveiebringe et lineært polyetylen med snever molekylvektfordeling.

Bæreren på basis av magnesiumklorid foreligger i form av
25 $MgCl_2$ eller $MgCl_2 \cdot MgO$ eller også en hvilken som helst fast forbindelse som kan tjene som bærer for det katalytiske preparat av Ziegler-Natta-typen der forbindelsens hovedbestanddel er $MgCl_2$ og der vannmengden er under 5 vekt-%. Hyppig kan bæreren på basis av magnesiumklorid ikke, uten
30 initialbehandling, føre til noe katalytisk preparat som har noen som helst katalytisk ydelse. En ikke-ydende bærer er slik at det katalytiske preparat som oppnås ikke gir noen aktivitet ved polymerisering i suspensjon på over 100 g polymer pr. g katalytisk preparat der polymeriseringsbetingelsene er: 1 l heksan pr. ca. 15 mg katalytisk preparat
35 og 1,5 ml triisobutylaluminium med et totaltrykk på 13 bar,

et etylentrykk på 6 bar, et hydrogentrykk på 4 bar og en temperatur på 80°C for en oppholdstid på 2 timer.

Aktiveringen av bæreren på basis av magnesiumklorid skjer å
5 bringe bæreren i suspensjon i en flytende oppløsning som er
inert vis a vis bæreren og den cykliske eter. Det er viktig
at mengden cyklisk eter som benyttes ikke endrer den initiale
struktur for bæreren på basis av magnesiumklorid. Dette er
hvorfor det er anbefalt at molforholdet cyklisk
10 eter:magnesiumklorid er under 1,5 ved gjennomføring av
fremgangsmåten for aktivering av bæreren. Da bæreren på basis
av magnesiumklorid befinner seg i suspensjon i en inert
væske, er det videre å anbefale at den cykliske ester er
tilstrekkelig fortynnet i den inerte væske. Generelt er
15 volumforholdet inert væske:cyklisk eter mellom 10 og 20.

For å unngå enhver endring av bæreren på basis av magnesium-
klorid er det utelukket med direkte kontakt med cyklisk eter.
Av denne grunn blir bæreren på basis av magnesiumklorid bragt
20 i suspensjon i oppløsningen som på forhånd er preparert fra
inert væske og cyklisk eter. I en annen utførelsesform blir
bæreren på basis av magnesiumklorid på forhånd bragt i
suspensjon i den inerte væske før tilsetning av den cykliske
eter.

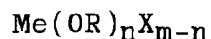
25 Aktiveringen kan skje under omrøring. Vanligvis skjer
aktiveringen ved en temperatur mellom $T_{ek}^{\circ}\text{C}$ og $(T_{ek} + 20)^{\circ}\text{C}$,
idet T_{ek} er koketemperaturen for den cykliske eter.

30 Etter at aktiveringen er ferdig, blir bæreren på basis av
magnesiumklorid separert fra suspensjonsmediet og vanligvis
tørket under en inert atmosfære eller under et undertrykk ved
en temperatur fra 50 til 150°C.

35 Den inerte væske som tjener for suspenderingen av bæreren
velges generelt blant alifatiske hydrokarboner som heksan,
heptan, oktan og andre.

Den cykliske eter velges blant monoetre der oksygenet danner en cyklus med minst 4 karbonatomer og høyst 12 karbonatomer. Det er ikke utelukket at visse karbonatomer i cykelen er forbundet med hydrokarbonrestsubstituenten idet det totale antall karbonatomer i dette tilfellet i den cykliske eter ikke overskrider 16. Blant etrene kan nevnes tetrahydrofuran, tetrahydropyran, 2-metyl-tetrahydrofuran eller 3-metyl-tetrahydropyran.

Den aktiverte bærer som oppnås ifølge oppfinnelsen benyttes i fremstillingen av katalytisk preparat av Ziegler-Natta-typen. Dette preparat er på i og for seg kjent måte resultatet av kombinasjonen av en aktivert bærer på basis av magnesiumklorid og en overgangsmetallforbindelse i nærvær eventuelt av en elektrondonor eller -akseptor og enhver annen forbindelse som kan benyttes på denne type katalysator. Overgangsmetallforbindelsen velges vanligvis blant forbindelser med formelen



der

M er vanadium, krom og mer spesielt titan,

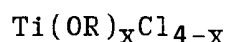
X er brom, jod og mer spesielt klor,

R er en alifatisk eller aromatisk C_{1-14} -hydrokarbonrest eller COR_1 , der R_1 er en alifatisk eller aromatisk C_{1-14} -hydrokarbonrest, og

m har verdien til overgangsmetallet og

n er en verdi lik mindre enn m.

Overgangsmetallforbindelsen som særlig er å anbefale velges blant titanforbindelser med formelen:



der

R er som angitt ovenfor og

x er et tall mellom 0 og 4.

5 Elektrondonoren eller -akseptoren som kan forbindes med bestanddelene i det katalytiske preparat er en flytende eller fast organisk forbindelse som kan gå inn i disse katalysatorblandingene. Elektrondonoren kan være en mono- eller polyfunksjonell forbindelse, fortrinnsvis valgt blant alifatiske eller aromatiske karboksylsyrer og deres alkylestre, 10 alifatiske eller cykliske etre, ketoner eller vinylestre, arylderivater og særlig alkylakrylater eller -metakrylater samt silanene. Særlig hensiktsmessig som elektrondonorer er forbindelser som metylparatoluat, etyl- eller butylacetat, 15 etyleter, etylpara-anisat, dibutylftalat, dioktylftalat, diisobutylftalat, tetrahydrofuran, dioksan, aceton, metylisobutylketon, vinylacetat, metylmetakrylat og silaner som fenyltrietoksysilan og cykloheksylmetyldimetoksysilan, aromatiske eller alifatiske alkoksysilanter.

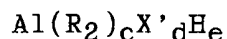
20

Elektronakseptorene er en Lewis-syre, fortrinnsvis valgt blant aluminiumklorider, bortrifluorid, kloranil eller også alkylaluminium- og alkylmagnesiumforbindelser.

25

Preparatet som oppnås ut fra den aktive bærer går inn i det katalytiske system for polymerisering av etylen i forbindelse med en kokatalysator. Denne kokatalysator velges vanligvis blant alkylaluminiumforbindelser. Blant disse produkter skal det nevnes forbindelser med formelen

30



der

X' er Cl,

35

R₂ betyr en mettet C₁₋₁₄-hydrokarbonrest eller (OR₃), der R₃ er en mettet C₁₋₁₄-hydrokarbonrest, idet $0 \leq d \leq 1,5$; $0 \leq e \leq 1$ og $c + d + e = 3$.

Som eksempler skal nevnes: $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$, $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}$,
5 $\text{Al}(\text{C}_4\text{H}_9)_3$, $\text{Al}_2(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{Cl}_3$, $\text{Al}(\text{C}_4\text{H}_9)_2\text{H}$, $\text{Al}(\text{C}_6\text{H}_{13})_3$,
 $\text{Al}(\text{C}_8\text{H}_{17})_3$, $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{H}$ og $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)$. Blant disse skal
særlig nevnes aluminoksaner og aluminosiloksaner.

Aktiveringen tillater å aktivere ikke bare ikke-ydende
bærere, men tillater også å aktivere bærere som gir ydende
10 katalysatorer en øket aktivitet. Dette angår for eksempel
bærere oppnådd ved klorering av forbindelser på basis av
organomagnesiumforbindelser med klorerende midler i nærvær av
alifatiske etre.

15 Etylenpolymerisering i nærvær av det katalytiske system er
kjent. Polymeriseringen skjer generelt i suspensjon eller i
gassfase.

De følgende eksempler skal illustrere oppfinnelsen. Bredden
av partikkelstørrelsesfordelingen uttrykkes ved forholdet
20 $D_{90}:D_{10}$. D_{10} er den diameter under hvilken 90% av partikkel-
massen befinner seg og D_{10} er diameteren under hvilken 10% av
vekten av partiklene befinner seg, idet verdiene bestemmes
ved hjelp av et Malvern-granulometer (Master Particule Sizer
M5.4).

Eksempel 1

11,7 g faststoff A, $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgO}$, inneholdende 11,7 vekt-% MgO
med følgende granulometriske karakteristika: bredde av
partikkelstørrelsesfordelingen: 6,8 og midlere partikkelstør-
30 relse: 62 μm , underkastes en aktiveringsbehandling ved
behandling med en blanding av tetrahydrofuran (THF) og
heptan.

Faststoffet bringes i suspensjon i 80 ml heptan, 10 ml THF
35 settes til suspensjonen ved omgivelsestemperatur og derefter
bringes suspensjonen til 70°C i løpet av 1½ time.

Efter dekantering og sifonering av supernatanten blir det oppnådde tørrstoff tørket under undertrykk ved 20 til 130°C.

De endelige granulometriske karakteristika for det oppnådde produkt B er: bredde av partikkelstørrelsesfordeling: 7,0 og midlere diameter: 61 μm .

Faststoff B bringes i kontakt, under fravær av luft, med 40 ml TiCl_4 i løpet av 1 time ved 80°C. Derefter vaskes faststoffet tre ganger:

- en vasking med 1,2-dikloretan, 30 minutter ved 85°C,
- en vasking med 1,2-dikloretan:toluen 1:3 til 2:3, 30 minutter ved 85°C,
- en vasking med toluen, 30 minutter ved 85°C.

Efter denne serie av vaskinger blir faststoffet på ny behandlet med 40 ml TiCl_4 i 1 time ved 80°C. Det oppnådde faststoff tørkes under undertrykk ved omgivelsestemperatur. Man oppnår et faststoff C inneholdende 5 vekt-% titan.

Det katalytiske preparat C anvendes ved polymerisering i suspensjon under de følgende suspensjonspolymeriseringsbetingelser: 1 l heksan, 1,5 ml triisobutylaluminium, ca. 15 mg katalytisk forbindelse, et totaltrykk på 13 bar, et etylentrykk på 6 bar, et hydrogentrykk på 4 bar, en temperatur på 80°C og en oppholdstid på 2 timer.

Man oppnår en produktivitet på 14 200 g polyetylen pr. g katalytisk preparat. Den tilsynelatende volumvekt for polymeren er 0,44 g/cm³. De karakteristiske granulometriske data for polyetylenet er: bredde av partikkelstørrelsesfordelingen: 7,8 og midlere partikkelstørrelse: 227 μm .

Eksempel 2 (sammenligning)

4,8 g faststoff A, $\text{MgCl}_2 \cdot \text{MgO}$, inneholdende 11,7 vekt-% MgO , behandles direkte med TiCl_4 under betingelsene for det katalytiske preparat C uten på forhånd å ha underkastet det

noen aktiveringsbehandling. Man oppnår det katalytiske preparat D inneholdende 0,9 vekt-% titan.

Det katalytiske preparat D benyttes i en polymerisering i suspensjon under betingelsene fra eksempel 1. Man oppnår en produktivitet på 850 g polyetylen pr. g katalytisk forbindelse. Den tilsynelatende volumvekt for polymeren er 0,36 g/cm³.

Eksempel 3

Under argon blir 15,1 g bærer E med sammensetningen MgCl₂·0,5THF, aktivert ved behandling med et kompleks MgCl₂·THF ved 120°C, behandlet med TiCl₄ under betingelsene fra eksempel 1.

Det oppnådde katalytiske preparat F inneholder 2,7 vekt-% titan. Det katalytiske preparat F benyttes ved polymerisering i suspensjon under betingelsene fra eksempel 1 med trietylaluminium.

Man oppnår en produktivitet på 11 000 g polyetylen pr. g katalytisk preparat. Den tilsynelatende volumvekt for polymeren er 0,35 g/cm³.

Sammenligningsprøver

12,9 g bærer E desaktiveres ved termisk behandling som følger:

fra 20 til 120°C med 10°C/min.

fra 120 til 350°C med 6°C/min.

opphold i 2 timer ved 350°C

fra 350 til 450°C med 10°C/min. og

opphold i 30 minutter ved 450°C.

Det oppnådde faststoff G fordeles i to deler, en del omdannes som sådan til katalytisk preparat H, mens den andre omsettes med en blanding THF:heptan før disse omdannes til katalytisk preparat J.

a) Fremstilling av det katalytiske preparat H

3,2 g faststoff G behandles med TiCl_4 under betingelsene fra eksempel 1. Man oppnår et faststoff H inneholdende 0,1 vekt-% titan.

b) Fremstilling av det katalytiske preparat J

3,1 g faststoff G underkastes en reaktiveringsbehandling ved behandling med en blanding THF:heptan under betingelsene som følger:

- faststoffet bringes i suspensjon i 36,4 ml heptan,
- 2,6 ml THF settes til suspensjonen ved omgivelses-temperatur, og
- suspensjon bringes til 75°C i løpet av 1 time og 30 minutter.

Efter dekantering og sifonering av supernatanten blir det således oppnådde faststoff I derefter tørket under undertrykk ved 20 til 120°C .

Det katalytiske preparat J fremstilles under betingelsene for preparat H bortsett fra at antallet vaskinger med toluen er to. Den katalytiske preparat J inneholder 5,4 vekt-% titan.

De katalytiske preparater H og J anvendes ved polymerisering i suspensjon under betingelsene fra eksempel 1.

De oppnådde resultater er som følger:

Preparat	Produktivitet	Tilsynelatende volumvekt i g/cm^3
H	160 g PE/g katalysator	0,22
J	10400 g PE/g katalysator	0,30

Eksempel 4

Faststoff K med sammensetningen 77% MgCl_2 og 23 vekt-% MgO og med følgende granulometriske karakteristika: fordelingsbredde for partikkelstørrelsen: 6,8 og midlere diameter: 58 μm ,
5 deles i to deler: en del omdannes som sådan til katalytisk preparat L for sammenligningens skyld, den andre del aktiveres med en blanding tetrahydropyran (THP):heptan før overføring til katalytisk preparat N.

10 a) Fremstilling av katalytisk preparat L

4,1 g faststoff K behandles med TiCl_4 under betingelsene fra eksempel 1. Man oppnår et faststoff L inneholdende 0,3 vekt-% titan.

15 b) Fremstilling av katalytisk preparat N

4 g faststoff K underkastes en aktiveringsbehandling ved behandling med en blanding THP:heptan under de følgende betingelser:

- faststoffet bringes i suspensjon i 40 ml heptan,
- 20 - 3,3 ml THP settes til suspensjonen ved omgivelses-temperatur, og
- suspensjonen bringes til 90°C i 1 time.

Efter dekantering og sifonering av supernatanten ble det
25 oppnådde faststoff M derefter tørket under undertrykk ved 20 til 130°C.

De granulometriske karakteristika for faststoff M er som følger: fordelingsbredde for partikkelstørrelsen: 6,4 og
30 midlere partikkelstørrelse: 54 μm .

Det katalytiske preparat N fremstilles derefter under de samme betingelser som preparat L. Det katalytiske preparat N inneholder 9,4 vekt-% titan.

35 De katalytiske preparater L og N benyttes ved suspensjon under betingelsene fra eksempel 1.

De oppnådde resultater er som følger:

Preparat	Produktivitet	Tilsynelatende volumvekt i g/cm ³
L	260 g PE/g katalysator	0,20
N	7000 g PE/g katalysator	0,26

Eksempel 5

6,1 g vannfritt MgCl_2 i form av paljetter, underkastes en behandling med THF:heptan under de følgende betingelser:

- MgCl_2 bringes i suspensjon i 75 ml heptan,
- 5,2 ml THF settes til suspensjonen ved omgivelsestemperatur,
- suspensjonen bringes til 75°C i 2 timer.

Efter dekantering og sifonering av supernatanten, oppnås faststoff 0 som så tørkes under undertrykk ved 30°C.

Faststoffet 0 behandles med TiCl_4 under betingelsene fra eksempel 1. Det oppnådde katalytiske preparat P inneholder 3,2 vekt-% titan.

Det katalytiske preparat P benyttes ved suspensjon under betingelsene fra eksempel 1 med 2,1 bar hydrogen.

Man oppnår en produktivitet på 4000 g polyetylen pr. g katalytisk preparat.

Som sammenligning gjentar man forsøket med et katalytisk preparat fremstilt ved impregnering av vannfri MgCl_2 i form av paljetter med TiCl_4 . Aktiviteten er praktisk talt lik null.

Eksempel 6

I en 2 l reaktor med et ankerrøreverk blandes ved 50°C og under omrøring ved 100 omdr./min. og i løpet av 30 minutter, 1,2 mol 20% butyletylmagnesium i heptan og 0,03 mol tetraiso-
5 butylalumoksan, hvorefter man i løpet av 3 timer under de samme betingelser tilsetter en blanding av 3 mol tert-butylklorid og 1,2 mol diisoamyleter. Omrøringen fortsettes i 2 timer. Suspensjonen filtreres ved hjelp av et filter av typen metallisk fritte og vaskes to ganger med et volum på
10 500 cm³ heksan. Faststoffet tørkes ved spyling med nitrogen ved 60°C.

Til det tørkede faststoff settes separat 1800 cm³ heksan og 91 cm³ THF. Suspensjonen omrøres ved 100 omdr./min. og
15 temperaturen holdes i 2 timer ved 60°C.

Efter filtrering blir faststoffet vasket to ganger med 500 cm³ heksan. Faststoffet tørkes derefter ved spyling med nitrogen ved 60°C for å danne bæreren.
20

Til bæreren settes 3,9 mol ren TiCl₄. Suspensjonen omrøres i 2 timer ved 100 omdr./min. og en temperatur på 80°C.

Efter filtrering vaskes det hele fem ganger med 500 cm³ av en
25 10:90 blanding TiCl₄:toluen ved 80°C. Man avslutter med tre vaskinger med 500 cm³ heksan. Det oppnådde faststoff tørkes ved spyling med nitrogen ved 60°C. Man gjenvinner 80 g katalytisk preparat.

30 Som sammenligning fremstilles et katalytisk preparat under de samme betingelser som tidligere bortsett fra trinnet med behandling av faststoffet med tetrahydrofuran:heksan.

En polymerisering gjennomføres i en omrørt reaktor på 1,5 l, utstyrt med dobbeltkappe for varmefluid, noe som tillater å
35 regulere reaksjonstemperaturen. Efter spyling og tørking av reaktoren med nitrogen settes reaktoren under nitrogen ved

40°C. Man innfører suksessivt 1 l heksan, 6 mM tetraisobutyl-
aluminium og 25 mg katalysator i suspensjon i heksan. Man
innfører derefter nitrogen til 2 bar absolutt trykk,
hvorefter man bringer temperaturen til 80°C og justerer
5 trykket til 3 bar absolutt ved hjelp av nitrogen.

Man tilsetter så suksessivt 4 bar hydrogen og 6 bar etylen
under omrøring ved 400 omdr./min. Det totale trykk holdes
konstant ved 13 bar absolutt ved hjelp av etylen.

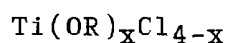
10 Reaksjonsvarigheten er 2 timer og derefter stanses etylen-
tilsetningen, man reduserer temperaturen til 40°C og
reduserer omrøringshastigheten til 100 omdr./min. før
reaktoren dekomprimeres. Reaktoren spyles derefter med
15 nitrogen og man gjenvinner polymeren i suspensjonen. Denne
suspensjon filtreres og tørkes.

Man oppnår en produktivitet for preparatet fremstilt ved
hjelp av oppfinnelsens bærer og for sammenligningsbæreren på
20 20 960 henholdsvis 6 040 g polyetylen pr. g katalytisk
preparat med i det vesentlige identiske tilsynelatende
volumvekter.

P a t e n t k r a v

1.

Fremgangsmåte for fremstilling av en katalytisk komponent med kontrollert morfologi ved kombinerings av en titanforbindelse med formelen



og en aktivert bærer inneholdende i det vesentlige magnesiumklorid, k a r a k t e r i s e r t v e d at bæreren aktiveres i suspensjon i en inert væske med en cyklisk monoeter uten endring av bærerens opprinnelige struktur.

2.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at man benytter et volumforhold inert væske:cyklisk monoeter på mellom 10 og 20.

3.

Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at man innstiller molforholdet cyklisk eter:magnesiumklorid til under 1,5.

4.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at aktiveringen gjennomføres ved en temperatur mellom $T_{ek}^{\circ}\text{C}$ og $(T_{ek} + 20)^{\circ}\text{C}$ idet T_{ek} er den cykliske monoeters kokepunkter.

5.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at den inerte væske velges blant alifatiske hydrokarboner.

6.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 5,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den cykliske monoeter
velges blant monoetre der oksygenet danner en cyklus sammen
5 med minst 4 og høyst 12 karbonatomer.

7.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 6,
k a r a k t e r i s e r t v e d at bæreren bringes i
10 suspensjon i en på forhånd preparert oppløsning av inert
væske og cyklisk monoeter.

15

20

25

30

35