



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 00807300.7

[45] 授权公告日 2004 年 5 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 1149236C

[22] 申请日 2000.4.27 [21] 申请号 00807300.7

[30] 优先权

[32] 1999. 5. 7 [33] DE [31] 19920944.8

[86] 国际申请 PCT/EP2000/003809 2000.4.27

[87] 国际公布 WO00/068286 德 2000.11.16

[85] 进入国家阶段日期 2001.11.7

[71] 专利权人 BASF 公司

地址 德国路德维希港

[72] 发明人 A·埃恩斯特 H·梅菲尔特

A·桑纳 S·施泰因 F·鲁查茨

审查员 朱 颖

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 张元忠 杨九昌

权利要求书 2 页 说明书 8 页

[54] 发明名称 含苯乙烯的米花状聚合物,它们的制备方法和用途

[57] 摘要

本发明涉及仅轻度可溶胀的不溶性米花状聚合物,含有: a) 50-99wt% 的苯乙烯和/或至少一种单不饱和苯乙烯衍生物; b) 0.1-40wt% 的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺和 c) 0.1-10wt% 的至少一种二官能交联组分,其中单个组分 a) - c) 的 wt% 示数总计 100%。

1. 不溶性、仅轻度可溶胀的米花状聚合物，其由下列组分聚合得到：

- 5 a) 75-97wt%的苯乙烯和/或至少一种单不饱和苯乙烯衍生物；
 b) 1-25wt%的选自 N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基哌啶酮、N-乙烯基己内酰胺、N-乙烯基咪唑和甲基化 N-乙烯基咪唑的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺，和
 c) 0.2-5wt%的选自 N, N'-二乙烯基亚乙基脲、N, N'-二乙烯基亚丙基脲和二乙烯基苯的至少一种二官能交联组分，

10 其中，所述单个组分 a)-c) 的 wt% 总计 100%。

2. 如权利要求 1 所要求的米花状聚合物，其由下列组分聚合得到：

- a) 75-97wt%的苯乙烯，
 b) 1-25wt%的 N-乙烯基吡咯烷酮和
 c) 0.2-5wt%的 N, N'-二乙烯基亚乙基脲和/或二乙烯基苯，
15 其中，所述单个组分 a)-c) 的 wt% 总计 100%。

3. 如在权利要求 1 所要求的米花状聚合物，它另外含有 0-20wt% 的能够自由基聚合的其它单体 d)，其中，所述单体 a)-d) 的 wt% 总计 100%。

20 4. 用于制备根据权利要求 1 定义的不溶性、仅轻度可溶胀的米花状聚合物的方法，其特征在于

- a) 75-97wt%的苯乙烯和/和至少一种单不饱和苯乙烯衍生物，
 b) 1-25wt%的选自 N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基哌啶酮、N-乙烯基己内酰胺、N-乙烯基咪唑和甲基化 N-乙烯基咪唑的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺，和
25 c) 0.2-5wt%的选自 N, N'-二乙烯基亚乙基脲、N, N'-二乙烯基亚丙基脲和二乙烯基苯的至少一种二官能交联组分，

 在没有氧和聚合引发剂的情况下聚合，其中，所述单个组分 a)-c) 的 wt% 总计 100%。

30 5. 如在权利要求 4 中所要求的方法，其特征在于

- a) 75-97wt%的苯乙烯，
 b) 1-25wt%的 N-乙烯基吡咯烷酮和
 c) 0.2-5wt%的 N, N'-二乙烯基亚乙基脲和/或二乙烯基苯进行聚

合,

其中, 所述单个组分 a)-c) 的 wt% 总计 100%.

6. 如在权利要求 4 所要求的方法, 其特征在于聚合在 20℃ - 200℃ 下进行。

5 7. 根据权利要求 1 定义的不溶性、仅轻度可溶胀的米花状聚合物作为离子交换剂、吸附剂树脂和助滤剂的用途。

含苯乙烯的米花状聚合物，它们的制备方法和用途

技术领域

- 5 本发明涉及米花状聚合物，它们的制备方法和该米花状聚合物作为吸附剂、离子交换剂、载体材料和助滤剂的用途。

背景技术

- 名称米花状聚合物代表具有花椰菜样结构的泡沫样、硬皮聚合物颗粒。由于它们普遍的强交联，米花状聚合物原则上是不溶性的和几乎不能溶胀。

DE 2 255 263 公开了用于制备 N-乙烯基吡咯烷酮的不溶性、交联和仅轻度溶胀的聚合物的方法，其中 N-乙烯基吡咯烷酮在作为交联剂的含有至少两个烯属不饱和基团的环状酰胺的存在下在水溶液中聚合。聚合反应通过加热反应溶液到至少 80℃ 来引发和在水的沸点下完成。

- 15 US 3, 277, 066 涉及在作为催化剂的碱金属和碱土金属氧化物和氢氧化物的存在下通过加热在水中的 N-乙烯基内酰胺制备 N-乙烯基内酰胺的不溶性聚合物的方法。

- Houben-Weyl, Band 14, Makrom. Stoffe, Teil 1, Seite 98 (1961) 公开了从苯乙烯与二乙烯基苯的混合物形成米花状聚合物。这种聚合物也在工业丁二烯苯乙烯聚合反应中形成。丙烯酸甲酯也趋向于形成米花状聚合物。

在与组成它们的单体或与其它单体接触时，米花状聚合物具有能够将所述单体转化成米花状聚合物的性能。可以这么说，它们用作聚合用的核。然而，如果与空气接触，活性将失去。

- 25 Ullmanns Encyklopädie der Techn. Chemie, 4. Aufl., Band 19, Seite 385 (1980) 公开了在水中轻度溶胀的不溶性聚合物在加热 N-乙烯基吡咯烷酮与碱金属和碱土金属的氢氧化物和醇盐时在自发反应中形成。这种被称为米花状聚合物的物质也在没有氧的情况下加热 N-乙烯基吡咯烷酮与二乙烯基化合物时形成。

- 30 EP-A-0 177 812 公开了用于制备基于单烯属不饱和酰胺、羧酸和羧酸酯的不溶性、仅轻度溶胀的聚合物粉末的方法，其中活性米花状聚合物用于引发聚合反应，所述米花状聚合物可通过在没有氧和聚合

引发剂的情况下将 99.6 - 98.8wt% N-乙烯基吡咯烷酮和 0.4 - 1.2wt% 的具有至少 2 个烯属不饱和双键的化合物的混合物加热到 100 - 150℃ 的温度获得。

5 这些米花状聚合物用于例如从饮料中吸收鞣酸和作为离子交换剂。含羧基米花状聚合物还能够通过水解含有丙烯酸酯和丙烯酰胺单元的聚合物获得。

US 2,341,175 描述了苯乙烯与多不饱和有机酯（例如丙烯酸烯丙酯）的米花状聚合。苯乙烯和共聚单体的自发本体聚合在 80℃ 下和在 6 - 7 天的反应时间内进行。反应产物用苯进行后处理，分离，干燥和
10 研磨。获得了粉末状的多孔、不溶性和不溶胀的苯乙烯共聚物。

EP-A-0 088 964 描述了用于制备基础乙烯基杂环和至多 30wt% 的各种共聚单体的米花状聚合物的方法。最初采用的引发剂是 N-乙烯基吡咯烷酮和二乙烯基亚乙基脲的混合物。在反应开始之后，水溶性、基础乙烯基杂环（例如，N-乙烯基咪唑）与共聚单体和水一起加入。
15 苯乙烯也作为适合的共聚单体提及。

发明内容

本发明的目的是提供不溶性和仅轻度可溶胀的聚合物，该聚合物是化学惰性的和富表面的，能够简单地和在可接受的反应时间内制备。而且，聚合物应该是经济的和应该能够尽可能在没有溶剂的情况下制备。

20 本发明的进一步目的是提供能够用作吸附剂、离子交换剂、载体材料和助滤剂的新型物质。

我们已经发现，根据本发明，该目的通过不溶性、仅轻度可溶胀的米花状聚合物来实现，该聚合物含有：

- a) 50 - 99wt% 的苯乙烯和/或至少一种单不饱和苯乙烯衍生物；
- 25 b) 0.1 - 40wt% 的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺和
- c) 0.1 - 10wt% 的至少一种二官能交联组分，

所述单个组分 a) - c) 的 wt% 以米花状聚合物的总量为基础并总计 100%。

单不饱和苯乙烯衍生物理解为特别指含磺基的苯乙烯，例如苯乙烯-3-磺酸或苯乙烯-3-磺酸钠，和含氨基的苯乙烯。含氨基的苯乙烯理解为例如指在 3-位上带有以下取代基的苯乙烯：-CH₂N⁺(CH₃)₃Cl⁻，
30 -CH₂N⁺(CH₃)₂CH₂CH₂OHCl⁻，-CH₂N(CH₃)₂，-CH₂NHCH₃，或-CH₂NH₂。上述

苯乙烯衍生物尤其作为用于制备离子交换树脂的单体而闻名。

在本发明中，单体 a) 以 50-99wt%，优选 70-99wt%，尤其优选 75-97wt% 的量使用，这是基于米花状聚合物的总量。

5 亲水组分 b) 一般理解为指 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺。下列可聚合的共聚单体可作为优选例子来提及：

N-乙烯基内酰胺和 N-乙烯基胺，尤其 N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基哌啶酮、N-乙烯基己内酰胺、N-乙烯基咪唑、N-乙烯基-2-甲基咪唑、N-乙烯基-4-甲基咪唑和 N-乙烯基甲酰胺。

10 优选的亲水组分是 N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基咪唑和 N-乙烯基己内酰胺，尤其优选 N-乙烯基吡咯烷酮。

在本发明中，单体 b) 以 0.1-40wt%，优选 0.5-30wt%，尤其优选 1-25wt% 的量使用，这是基于米花状聚合物的总量。

单体 c) 一般理解为指在分子中含有至少 2 个烯属不饱和非共轭双键和因此在聚合反应中用作二官能交联剂的化合物。优选的单体 c) 是例如亚烷基双丙烯酸酯，如亚甲基双丙烯酸酯和 N,N'-丙烯酰基乙二胺，N,N'-二乙烯基亚乙基脲，N,N'-二乙烯基亚丙基脲、亚乙基 (Ethyliden)-双-3-(N-乙烯基吡咯烷酮)，N,N'-二乙烯基-(2,2')-二咪唑基丁烷和 1,1'-双-(3,3'-乙烯基苯并咪唑硫-2-酮)-1,4-丁烷 (1,1'-bis-(3,3'-vinylbenzimidazolth-2-on)1,4-butan)。其它适合的交联剂例如是二(甲基)丙烯酸烷撑二醇酯，如二丙烯酸乙二醇酯，二甲基丙烯酸乙二醇酯，丙烯酸四乙二醇酯，二甲基丙烯酸四乙二醇酯，丙烯酸二乙二醇酯，甲基丙烯酸二乙二醇酯，芳族二乙烯基化合物如二乙烯基苯和二乙烯基甲苯，以及丙烯酸乙烯基酯，丙烯酸烯丙酯，甲基丙烯酸烯丙酯，二乙烯基二噁烷，季戊四醇基三烯丙基醚和这些交联剂的混合物。

尤其优选的交联剂是 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和二乙烯基苯。

交联剂以 0.1-10wt%，优选 0.1-8wt%，尤其优选 0.2-5wt% 的量使用，这是基于米花状聚合物的总量。

含有以下组分的米花状聚合物是优选的：

30 a) 60-99wt% 的苯乙烯，

b) 0.5-30wt% 的选自 N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基哌啶酮、N-乙烯基己内酰胺、N-乙烯基咪唑和甲基化 N-乙烯基咪唑和 N-乙烯基甲

酰胺的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺,

c) 0.1 - 8wt%的选自 N,N'-二乙烯基亚乙基脲、N,N'-二乙烯基亚丙基脲和二乙烯基苯的至少一种二官能交联组分。

含有以下组分的米花状聚合物是尤其优选的:

- 5 a) 70 - 97wt%的苯乙烯,
 b) 1 - 25wt%的 N-乙烯基吡咯烷酮和
 c) 0.2 - 5wt%的 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和/或二乙烯基苯。

本发明的米花状聚合物可另外含有至多 20wt%的能够自由基聚合的其它单体 d), 在这种情况下, 所述单体 a) - d) 的 wt%总计 100%。

- 10 能够自由基聚合的其它单体 d) 理解为尤其指丙烯酸和甲基丙烯酸以及它们的酯和酰胺, 例如甲基、乙基、异丙基、正丁基和叔丁基酯和酰胺, 以及乙酸乙烯酯, 丙烯腈和乙烯基甲基醚。

本发明还涉及用于制备不溶性、仅轻度可溶胀的米花状聚合物的方法, 其中

- 15 a) 50 - 99wt%的苯乙烯和/和至少一种单不饱和苯乙烯衍生物,
 b) 0.5 - 40wt%的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺和
 c) 0.1 - 10wt%的至少一种二官能交联组分,

所述的单个组分 a) - c) 的 wt%总计 100%, 在没有氧和聚合引发剂的情况下聚合。

- 20 单体 a) - c) 的确切定义对应于在开头出现的描述。

优选的是, 用于制备不溶性、仅轻度可溶胀的米花状聚合物的方法, 其中

- a) 70 - 99wt%的苯乙烯,
 b) 0.5 - 30wt%的选自 N-乙烯基吡咯烷酮、N-乙烯基哌啶酮、N-
25 乙烯基己内酰胺、N-乙烯基咪唑和甲基化 N-乙烯基咪唑和 N-乙烯基甲
 酰胺的至少一种 N-乙烯基内酰胺或 N-乙烯基胺, 和

 c) 0.1 - 8wt%的选自 N,N'-二乙烯基亚乙基脲、N,N'-二乙烯基亚丙基脲和二乙烯基苯的至少一种二官能交联组分进行聚合。

其中

- 30 a) 75 - 97wt%的苯乙烯,
 b) 1 - 25wt%的 N-乙烯基吡咯烷酮和
 c) 0.2 - 5wt%的 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和/或二乙烯基苯进行聚

合的新方法是尤其优选的。

米花状聚合通过已知方法来进行，例如以沉淀聚合的形式或通过本体聚合方法。如在 EP-A-0 177 812 中描述的那样，其中在没有氧和聚合引发剂的情况下，通过将作为交联剂的 99.6 - 98.8wt% 的 N-乙

5 乙烯基吡咯烷酮和 0.4 - 1.2wt% 的具有至少两个烯属不饱和双键的化合物的混合物加热到 100 - 150℃ 的温度来引发米花状聚合的方法是优选的。该聚合尤其通过少量的氢氧化钠溶液或氢氧化钾溶液的存在来引发。可聚合的米花状聚合物在短时间内形成，在添加剩余单体混合物，即尤其单体苯乙烯和剩余量的单体 c) 时，在没有诱导期的情况

10 下引发了这些单体的米花状聚合。还可行的是，将可聚合的米花状聚合物转移到含有单体和交联剂的容器中或者转移到计量加入单体和交联剂的容器中。

米花状聚合还能够在没有溶剂的情况下进行，包括 a)、b) 和 c) 的单体混合物通过在氮气中通过使其惰性化，然后加热到 20 - 200

15 ℃，优选 100 - 200℃，尤其优选 150 - 180℃。理想的是，在聚合过程中，还继续使缓和的氮气流经过单体。

氧的排除还可以通过在低于大气压的压力和在单体煮沸下聚合批料来获得。取决于所使用的单体的类型和所选择的温度，混合物在 1 - 20 小时的过程中聚合。例如，在 N-乙烯基酰胺与 2% 的 N,N'-二乙

20 烯基亚乙基脲在 150℃ 和 310 毫巴的压力下借助强力搅拌器的搅拌进行的聚合中，在 2.5 小时之后第一聚合物颗粒形成了，所述颗粒的量缓慢增加，直到在大约 10 小时的聚合时间之后反应混合物由粉末组成为止。由此以 90% 以上的收率获得了平均粒度大约 10μm - 5mm，优选 10μm - 500μm 的粉料形式的米花状聚合物。

在水中的沉淀聚合反应优选用于米花状聚合物的制备。适当地选择单体的浓度，使得反应混合物能够在整个反应中容易搅拌。对于单体在水中的浓度过高的情况，例如 95%，聚合物颗粒常常变粘，使得搅拌比在没有水的情况下更困难。为了在普通搅拌罐中进行反应，选择大约 5 - 30wt%，优选 10 - 20wt% 的单体浓度，这是基于含水混合物

25 物。如果可获得更强力的搅拌器，水溶液的单体浓度也可以增加到 50wt%，或者如果需要的话，甚至更高。

30

在一些情况下，为了方便，用相对浓的溶液开始米花状聚合，然

后在反应的过程中加入水进行稀释。米花状聚合优选在 6 以上的 pH 下进行，以便避免单体 b) 和/或 c) 的可能水解。pH 能够通过加入小量的碱，如氢氧化钠或氨，或者小量的普通缓冲盐，如碳酸钠、碳酸氢钠或磷酸钠来获得。

- 5 能够通过将所要聚合的混合物加热到沸点，以及如果需要，另外通过使例如氮气经过反应混合物而在惰性气体氛围中处理，使氧的排除以最佳方式实现。聚合温度能够在宽范围内，例如从大约 20 到 200 °C，优选从 50 到 150 °C 变化。

- 10 在一些情况下，为了完全除去溶解氧，还理想的是加入小量的 - 基于单体的 0.1-1wt% - 的还原剂，如亚硫酸钠、焦亚硫酸钠、连二亚硫酸钠、抗坏血酸或这些还原剂的混合物。

- 15 在沉淀聚合的尤其优选的实施方案中，在缓和的氮气流中加热水溶性共聚单体、交联剂的一些、水以及如果需要的缓冲剂和还原剂，直到第一聚合物颗粒出现为止。然后在 0.2 - 10 小时的过程中加入预先通过吹入氮气使之惰性化并尤其包括苯乙烯、如果需要的交联剂以及如果需要的作为稀释剂的水的混合物。苯乙烯和交联剂还可以溶解在水混溶性溶剂中。这例如可以是低级醇，如甲醇、乙醇、异丙醇、正丙醇或叔丁醇。该工序具有的优点是米花状聚合仅花费相对短的时间。米花状聚合物能够从水溶液中分离并纯化。

- 20 米花状聚合物通常以理论收率的大约 90 到 >99% 的收率获得。它们能够通过过滤或离心从水悬浮液中分离，随后用水彻底洗涤，和在普通干燥机，如连续-环流干燥机或真空干燥机，桨式干燥机或气流式干燥机中干燥。米花状聚合物事实上不溶于水和所有溶剂并仅轻度溶胀于其中。

- 25 如此获得的不溶性、仅轻度可溶胀的聚合物能够用作吸附剂、离子交换剂、载体材料和助滤剂。

具体实施方式

以下的实施例说明了本发明的米花状聚合物的制备。

实施例 1

- 30 在搅拌装置中，将 450g 蒸馏水、50g 的 N-乙烯基吡咯烷酮、1g 的 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和 0.05g 的氢氧化钠加热到 60 °C，同时通入缓和的氮气流。然后加入溶解在 10g 蒸馏水中的 0.1g 连二亚硫酸钠。将该混合物加热到 80 °C，并保持在温度下。在 20 分钟后，白

色绒屑形成了。然后在4小时的过程中，均匀地计量加入3g的N,N'-二乙烯基亚乙基脒在150g的苯乙烯中的溶液。白色绒屑转化成聚合物悬浮物，再慢慢变得高度发粘。在2小时的过程中用1000ml的蒸馏水进行稀释。此后，在80℃继续加热另外1小时，随后冷却。过滤粘性悬浮液，再用水洗涤以便去除杂质，如可溶性聚合物和单体。湿的固体然后在减压下干燥。在干燥之后的米花状聚合物的收率是96%。

实施例2

在搅拌装置中，将225g蒸馏水、25g的N-乙烯基吡咯烷酮、0.5g的N,N'-二乙烯基亚乙基脒和0.05g的氢氧化钠加热到60℃，同时通入缓和的氮气流。然后加入溶解在10g蒸馏水中的0.1g连二亚硫酸钠。将该混合物加热到80℃，并保持在该温度下。在20分钟后，白色绒屑形成了。然后在4小时的过程中，均匀地计量加入6g的N,N'-二乙烯基亚乙基脒在200g的苯乙烯中的溶液。白色绒屑转化成聚合物悬浮物，再慢慢变得高度发粘。在2小时的过程中用1000ml的蒸馏水进行稀释。此后，在80℃继续加热另外2小时，随后冷却。然后过滤粘性悬浮液，再用水洗涤。湿的固体然后在减压下干燥。在干燥之后的米花状聚合物的收率是94%。

实施例3

在搅拌装置中，将225g蒸馏水、25g的N-乙烯基吡咯烷酮、0.5g的N,N'-二乙烯基亚乙基脒和0.05g的氢氧化钠加热到60℃，同时通入缓和的氮气流。然后加入溶解在10g蒸馏水中的0.1g连二亚硫酸钠。将该混合物加热到80℃，并保持在该温度下。在20分钟后，白色绒屑形成了。然后在4小时的过程中，均匀地计量加入6g的二乙烯基苯在200g的苯乙烯中的溶液。白色绒屑转化成聚合物悬浮物，再慢慢变得高度发粘。在2小时的过程中用1000ml的蒸馏水进行稀释。此后，在80℃继续加热另外2小时，随后冷却。然后过滤粘性悬浮液，再用水洗涤。湿的固体然后在减压下干燥。在干燥之后的米花状聚合物的收率是92%。

实施例4

在搅拌装置中，将225g蒸馏水、25g的N-乙烯基吡咯烷酮、0.5g的N,N'-二乙烯基亚乙基脒和0.05g的氢氧化钠加热到60℃，同时通

入缓和的氮气流。然后加入溶解在 10g 蒸馏水中的 0.1g 连二亚硫酸钠。将该混合物加热到 80℃，并保持在该温度下。在 20 分钟后，白色绒屑形成了。然后在 4 小时的过程中，均匀地计量加入 200g 的苯乙烯。白色绒屑转化成聚合物悬浮物，再慢慢变得高度发粘。在 2 小时的过程中用 1000ml 的蒸馏水进行稀释。此后，在 80℃ 继续加热另外 2 小时，随后冷却。然后过滤粘性悬浮液，再用水洗涤。湿的固体然后在减压下干燥。在干燥之后的米花状聚合物的收率是 94%。

实施例 5

在搅拌装置中，将 225g 蒸馏水、25g 的 N-乙烯基吡咯烷酮、0.5g 的 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和 0.05g 的氢氧化钠加热到 60℃，同时通入缓和的氮气流。然后加入溶解在 10g 蒸馏水中的 0.1g 连二亚硫酸钠。将该混合物加热到 80℃，并保持在该温度下。在 20 分钟后，白色绒屑形成了。然后在 4 小时的过程中，均匀地计量加入 6g 的 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和 300g 的苯乙烯在 200g 无水乙醇中的溶液。白色绒屑转化成聚合物悬浮物，再慢慢变得高度发粘。在 2 小时的过程中用 1000ml 的蒸馏水进行稀释。此后，在 80℃ 继续加热另外 2 小时，随后冷却。然后过滤粘性悬浮液，再用水洗涤。湿的固体然后在减压下干燥。在干燥之后的米花状聚合物的收率是 96%。

实施例 6

在搅拌装置中，将 20g 蒸馏水、2g 的 N-乙烯基吡咯烷酮、0.05g 的 N,N'-二乙烯基亚乙基脲和 0.01g 的氢氧化钠加热到 60℃，同时通入缓和的氮气流。然后加入溶解在 5g 蒸馏水中的 0.05g 连二亚硫酸钠。将该混合物加热到 80℃，并保持在该温度下。在 20 分钟后，白色绒屑形成了。然后在 6 小时的过程中，均匀地计量加入 6g 的二乙烯基苯在 200g 的苯乙烯中的溶液。在这 6 小时的过程中同时添加 1000ml 的蒸馏水。此后，在 80℃ 继续加热另外 2 小时，随后冷却。然后过滤粘性悬浮液，再用水洗涤。湿的固体然后在减压下干燥。在干燥之后的米花状聚合物的收率是 89%。