

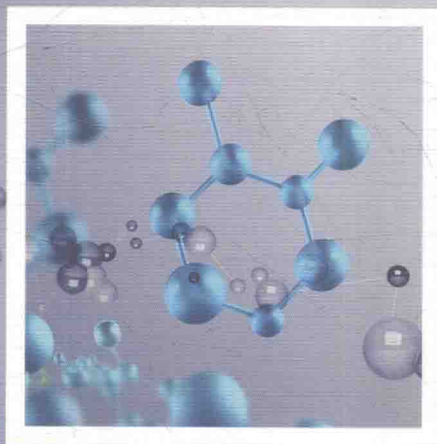
高等学校“十三五”规划教材

国家级实验教学示范中心基础实验系列教材

高分子科学 基础实验教程

GAOFENZI KEXUE
JICHU SHIYAN JIAOCHENG

白利斌 主 编
王素娟 宋洪赞 副主编



赠

实验报告
电子版

化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材
国家级实验教学示范中心基础实验系列教材

高分子科学 基础实验教程

白利斌 主编
王素娟 宋洪赞 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书分三部分，第一部分为高分子化学实验，包括甲基丙烯酸甲酯的本体聚合等 11 个实验；第二部分为高分子物理实验，包括渗透压法测定聚苯乙烯分子量和 Huggins 参数等 17 个实验；第三部分为高分子材料成型加工实验，包括热塑性塑料熔体流动速率的测定等 8 个实验。

本书可作为高分子材料专业本科生的实验教材，也可供从事高分子科学研究、开发和应用的研究生与工程技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

高分子科学基础实验教程/白利斌主编. —北京: 化学工业出版社, 2018. 6

ISBN 978-7-122-32022-3

I. ①高… II. ①白… III. ①高分子化学-化学实验-教材 IV. ①O63-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2018) 第 079925 号

责任编辑: 提岩 姜磊
责任校对: 王素芹

文字编辑: 王海燕
装帧设计: 王晓宇

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 9 字数 216 千字 2018 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 27.00 元

版权所有 违者必究

国家级实验教学示范中心基础实验系列教材

编审委员会名单

主任 巴信武

副主任 王海军 邓奎林 高保祥 武永刚

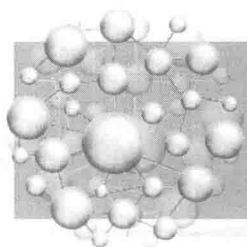
闰明涛 赵洪池 白利斌

委员 (按姓名汉语拼音排序)

陈卫平 房丽萍 顾芳 秦江雷

宋洪赞 田月兰 王素娟 温昕

张海磊



前言

Foreword

河北大学是一所面向地方的综合院校，其中化学学科是河北大学的强势特色学科。2013年化学学科获批为河北省国家重点学科培育项目，2016年列入河北省“世界一流学科”建设项目。河北大学化学实验中心继承了化学与环境科学学院的基础化学实验教学中心，在此基础上整合了部分专业实验室。2005年被授予河北省首批高等学校实验教学示范中心，2007年10月被批准为国家级实验教学示范中心建设单位，2012年12月通过教育部、财政部验收，正式挂牌成为国家级实验教学示范中心。高分子化学与物理实验室隶属于化学实验教学中心，承担着材料化学、高分子材料与工程专业本科生实验技能的培训工作，同时也服务于河北省重点学科高分子化学与物理的建设。

近年来，在素质教育的潮流下，地方院校加大了对本科生知识结构的调整，尤其是对理工科在校生的人文修养、艺术欣赏等方面的培养。因此本科生的专业课程、实验课程在一定程度上进行了课时压缩。加之，在信息化时代高分子科学取得了突飞猛进的发展，相关的实验技术和仪器设备也不断更新、丰富，学生需要了解和掌握的新知识、新技术也相应增加。在双重压力下早期的实验课程已经不能满足当下的要求，调整有关的实验项目、内容迫在眉睫。

为适应新时期的要求，编者将近年在精品课程建设中取得的教学研究成果及时地融入实验教学中，同时也对部分实验进行调整，达到了压缩课时却不降低教学质量的目标。高分子科学基础实验包括高分子化学实验、高分子物理实验、高分子材料成型加工实验三部分。这三部分所选择的实验内容着重培养学生的基本实验技能，深入了解高分子有关合成、表征、成型的经典实验方法和实验原理，同时也拓宽学生的学习领域。

为了达到上述目标，本实验教材作了如下安排。

第一部分 高分子化学实验。虽然高分子化学实验技术是在有机化学实验技术的基础上发展起来的，但是由于高分子化合物分子量很大，使其具有一系列与小分子不同的性质，因此合成技术也具有自身的特点。编者通过相互穿插的方式，将涉及的四种聚合原理和四种聚合实施方法（原十四项实验内容）压缩到八项实验中，同时为增加学生的学习兴趣，开设了玻璃钢的制备、界面缩聚以及聚乙烯醇（胶水）的制备，强化学生对聚合反应过程的认识深度；增加聚合反应动力学的测定。由于实验课时长的限制，需要较长反应时间的自由基活性可控聚合并未增补到该部分中。

第二部分 高分子物理实验。这部分实验主要涉及的内容是材料的结构表征和性能测试。近年来高分子材料的结构和性能表征手段得到了较程度的丰富，加之学校对高分子物理实验设备的改善，如增添了凝胶渗透色谱仪、动态力学黏弹谱仪、示差扫描量热仪、热重等进口设备，因此这部分实验内容也进行了较大的调整和补充。主要涉及三个方面：高分子溶液相关的参数测定、分子量表征；聚合物玻璃态相关的玻璃化转变和力学性能的测试；取向态和结晶态相关取向度、结晶度等参数表征等。

第三部分 高分子材料成型加工实验。这部分实验主要涉及材料的成型以及相应的性能参数测定。成型加工的实验内容包含了样品的混炼、造粒及成型。尤其是在成型的实验内容中，增设了吹膜和模压成型。另外，在这部分内容中还尝试开设了综合性实验，如采用不同配方进行混炼造粒，然后通过毛细管流变仪测量其流变性能，讨论不同塑化剂对样品流变性能的影响；通过挤出成型制备标准样条，然后测量样品的硬度、熔体流动速率和抗冲击行为，考察样品配方对这些性能的影响。

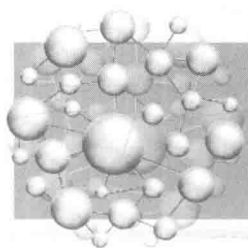
最后为了帮助学生加深对实验内容及相关知识点的理解和掌握，实验内容后提出了相应的思考题。为了使实验数据记录更为规范、数据处理更为严格，还制定了相关的实验报告(发邮件到 cipedu@163.com 可免费索取实验报告电子版)。此外本书中也附带了常用数据表，供学生和读者使用。

本书第一部分由王素娟编写，第二部分由白利斌编写，第三部分由宋洪赞编写。全书由白利斌统稿，秦江雷参与了部分编写工作并负责检查及格式修正。

由于编者水平所限，书中不足之处在所难免，欢迎广大读者批评指正！

编者

2018年5月



目录 CONTENTS

第一部分 高分子化学实验

- 实验一 甲基丙烯酸甲酯的 本体聚合 / 002
- 实验二 乙酸乙烯酯溶液聚合 / 004
- 实验三 乙酸乙烯酯乳液聚合 / 006
- 实验四 苯乙烯的悬浮聚合 / 008
- 实验五 苯乙烯和马来酸酐的交替共聚合 / 010
- 实验六 膨胀计法测定苯乙烯自由基聚合反应速率 / 012
- 实验七 四氢吡喃阳离子开环聚合 / 014
- 实验八 苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯和丙烯腈的阴离子聚合 / 016
- 实验九 己二胺和己二酰氯的界面缩聚反应 / 018
- 实验十 不饱和聚酯的合成及玻璃纤维增强塑料的制备 / 020
- 实验十一 聚乙烯醇的制备及缩醛化反应 / 023

第二部分 高分子物理实验

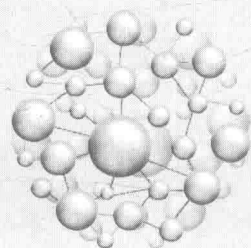
- 实验一 渗透压法测定聚苯乙烯分子量和 Huggins 参数 / 026
- 实验二 光散射法测定聚合物的重均分子量及分子量分布 / 030
- 实验三 黏度法测定聚乙二醇的分子量 / 034
- 实验四 凝胶渗透色谱测定聚甲基丙烯酸甲酯的分子量及其分布 / 040
- 实验五 聚合物的形变-温度曲线 / 044
- 实验六 聚合物应力松弛曲线的测定 / 047
- 实验七 热塑性聚合物材料的动态力学性能测试 / 050
- 实验八 毛细管流变仪测定聚合物的流变性能 / 055
- 实验九 差示扫描量热法测定聚合物的热转变 / 059
- 实验十 差示扫描量热法测定聚合物的非等温结晶动力学 / 062
- 实验十一 偏光显微镜测定聚合物的结晶形态及熔点 / 066
- 实验十二 激光小角散射法测量聚合物球晶尺寸 / 070
- 实验十三 X 射线衍射法分析聚合物晶体结构 / 074
- 实验十四 溶胀平衡法测定交联聚合物的交联度 / 078
- 实验十五 密度梯度管法测定聚合物的密度和结晶度 / 081
- 实验十六 测定合成纤维的取向度 / 085
- 实验十七 扫描电子显微镜观察聚合物形态 / 088

第三部分 高分子材料成型加工实验

- 实验一 热塑性塑料熔体流动速率的测定 / 092
- 实验二 PVC 成型物料的配制及成型 / 096
- 实验三 天然橡胶的硫化成型实验 / 102
- 实验四 热塑性塑料的共混和挤出造粒 / 106
- 实验五 热塑性塑料的注射成型 / 109
- 实验六 聚乙烯吹膜实验 / 114
- 实验七 冲击性能测试 / 118
- 实验八 热固性树脂的模压成型 / 122

附 录

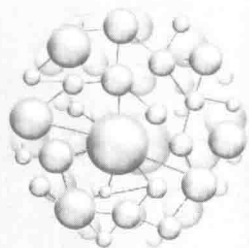
参考文献



第一部分



高分子化学实验



实验一



甲基丙烯酸甲酯的本体聚合

有机玻璃 (PMMA) 可以通过甲基丙烯酸甲酯 (MMA) 单体的本体聚合方法制得, PMMA 的链结构中存在庞大的侧基, 为无定形固体, 其最突出的性能是密度小和高度透明性, 故其制品比同体积的无机玻璃制品轻巧得多。同时又具有一定的耐冲击强度与良好的耐热性能, 是航空工业与光学仪器制造工业的重要原料。有机玻璃表面光滑, 在一定的弯曲限度内, 光线可在其内部传导而不逸出, 故外科手术中利用它把光线输送到口腔喉部作照明。另外其电性能良好, 是很好的绝缘材料。

一、实验目的

1. 掌握本体聚合基本原理, 熟悉有机玻璃柱的制备方法。
2. 通过实验验证聚合速率与引发剂用量的关系。
3. 观察自动加速现象。

二、实验原理

本体聚合是指不加其他溶剂, 只有单体本身在引发剂或光、热等条件下引发进行的聚合。由于没有其他溶剂, 本体聚合具备一些其他聚合方法不具备的优点: 生产过程比较简单, 聚合产物的纯度高, 透明性和电性能好, 聚合物不需要后处理, 可直接聚合成各种规格的板、棒、管制品。但本体聚合也有一些缺点: 随着聚合的进行, 转化率提高, 体系黏度增加导致长链自由基末端被包埋, 扩散困难使自由基双基终止速率大大降低, 最终导致聚合速率急剧增加而出现所谓的自动加速现象或凝胶效应。自动加速现象将造成体系温度不均, 聚合物分子量分布变宽, 反应体系中出现气泡, 甚至出现温度失控, 引起爆聚。因此, 本体聚合过程中系统的散热是整个聚合过程控制的关键。为克服这一缺陷, 工业上一般采用分段聚合, 常称为预聚合和后聚合: 预聚合阶段保持较低转化率, 这一阶段体系黏度较低, 散热尚无困难, 可在较大的反应器中进行; 后聚合阶段转化率和黏度较大, 可采用薄层聚合或在特殊设计的反应器内聚合。

本实验是以甲基丙烯酸甲酯为单体进行的本体聚合, 通过预聚合-后聚合的方法生产有机玻璃, 并观察不同引发剂用量对聚合速率的影响。

三、实验原料及仪器

原料：甲基丙烯酸甲酯（MMA）、偶氮二异丁腈（AIBN）。

仪器：恒温水浴槽、温度计、烧杯、试管、玻璃纸。

四、实验步骤

(1) 取 5 支试管，预先用洗液、自来水、蒸馏水依次洗涤干净，烘干备用。

(2) 按表 1-1 用量加入 MMA 和 AIBN，为防止水汽进入试管，用玻璃纸将口封好，并在玻璃纸上用针头扎一小孔。

(3) 预聚合。将封好的聚合管放入 $(90 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 恒温水浴槽中，准确记录放入时间，每隔一定时间观察体系黏度变化情况并摇晃试管使体系温度均匀，分别记录聚合管中变黏稠（以含 10% 水的甘油作标准）的时间，以及聚合至不流动的时间（No1 变黏后，重新放入水浴槽，并观察由于体系黏度剧增而产生的自动加速现象）。

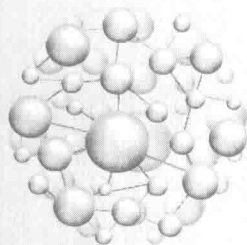
表 1-1 引发剂浓度对聚合反应的影响

No	AIBN/mg	MMA/mL	引发剂浓度/(mol/L)	变黏时间/min	不流动时间/min
1	16	3.0			
2	4	3.0			
3	1	3.0			
4	0.25	3.0			
5	0	3.0			

注：No1~4 配法：用天平称取 AIBN 约 21.3mg，加 4mL MMA，此时 3mL MMA 中有 AIBN 约 16mg。用移液管吸出 3mL 加入聚合管 1，余下 1mL 加入 3mL 纯 MMA，搅匀后吸出 3mL 加入聚合管 2 中，依此类推至聚合管 4。

(4) 后聚合。将上述预聚合的预聚物，置于 40°C 烘箱中继续进行聚合，24h 后，分别升温到 60°C 、 80°C 、 100°C 并保温 1h。

(5) 脱模。聚合完成后，将试管放置在空气中冷却至 $60\sim 70^\circ\text{C}$ ，用冷水冷却，移去试管，即可得到光滑无色透明的有机玻璃柱。



实验二



乙酸乙烯酯溶液聚合

聚乙酸乙烯酯可以采用本体聚合、溶液聚合和乳液聚合等多种聚合方法制备。作为涂料或者黏合剂使用时，通常由乳液聚合合成；用作醇解合成聚乙烯醇时，通常选用溶液聚合合成。乙酸乙烯酯溶液聚合时，可以选用多种溶剂，如甲醇、丙酮、甲苯、二氯乙烷、乙酸乙酯、无水乙醇等。溶液聚合制得的聚乙酸乙烯酯常用来醇解合成聚乙烯醇，所以选用甲醇为溶剂是有利的，因为甲醇的链转移常数比较小，且制成的聚乙酸乙烯酯-甲醇溶液不需要进行分离，可直接进行醇解反应。

溶液聚合的最大缺点就是所用有机溶剂造成的环境污染问题，另外如需得到固体产品，很难将溶剂彻底除去，产品中包含的溶剂可能会对产品性能有影响。因此，在工业上溶液聚合常用于制备以溶液形式直接使用的聚合物产品（涂料、油漆、黏合剂等），较少用于制备颗粒状或者粉状的固体产品。

一、实验目的

1. 了解溶液聚合的原理及过程。
2. 掌握溶液聚合过程中溶剂的选择原则。

二、实验原理

溶液聚合是指单体溶解于溶剂中进行聚合的方法。溶液聚合的优点是所有聚合物溶液的黏度较本体聚合低，温度便于控制，聚合热易于消散，所得聚合物的分子量分布较窄。但其缺点是反应速率较慢，分子量较小，纯化溶剂及设备费用较高，以及聚合物中溶剂不易完全去除等。

溶液聚合选用的溶剂可以是水相也可以是有机溶剂，在溶液聚合中溶剂的选择是关键问题，一般从以下几方面考虑：

- (1) 聚合单体和引发剂的溶解性；
- (2) 溶剂的沸点满足聚合反应条件，若能在回流条件下进行，既容易控温也有利于热量的散出；
- (3) 溶剂能否与单体或溶剂发生化学反应，以及溶剂的链转移常数大小；

(4) 溶剂的成本及毒性。

三、实验原料及仪器

原料：乙酸乙烯酯、甲醇、偶氮二异丁腈 (AIBN)。

仪器：四口瓶、回流冷凝管、电动搅拌器、加热套、温度计、直型冷凝管、量筒、烧杯。

四、实验步骤

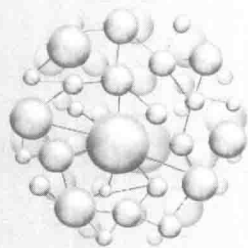
(1) 在装有搅拌器、球形冷凝管和温度计的四口瓶中加入 25mL 乙酸乙烯酯、13mL 甲醇和 0.12g AIBN。

(2) 开动搅拌，将反应物逐步升温至 $(62 \pm 2)^\circ\text{C}$ (内温)，大约反应 3h。

(3) 将回流装置改装为蒸馏装置，收集回流液 5mL，用饱和食盐水检查其中单体的含量 (加入足够的饱和食盐水后，回流液分层，上层是单体)。

(4) 当回流液中单体含量为 10%~20% (体积分数) 时可停止反应。加入甲醇将物料稀释至 40% (聚乙酸乙烯酯的质量分数)，然后放置于 250mL 三角锥瓶 (干净并干燥) 中，留作聚乙酸乙烯酯的醇解实验。

注意：在反应过程中，当物料过于黏稠时，可补加甲醇。每次补加数为 5~10mL，但总甲醇量控制在使反应体系中聚合物浓度为 40%。



实验三



乙酸乙烯酯乳液聚合

在工业上聚乙酸乙烯酯主要以乳液形式使用，为白色乳状液，俗称“白乳胶”。白乳胶的固体含量为 30%~60%，直径为 0.2~10 μm ，黏度范围较广。因为白乳胶的黏合力强，稳定性好，抗老化性好，不污染，使用方便，价格低廉，所以广泛应用于木材、纸、纤维、皮革等方面的胶黏剂；作为水泥添加剂，可用于室内地板、战舰甲板等；也用于抹墙壁、防水、修补公路路面等方面。

一、实验目的

1. 了解乙酸乙烯酯乳液聚合与典型乳液聚合体系的区别。
2. 掌握实验室制备白乳胶的技术。
3. 了解乳液聚合配方中各组分的作用。

二、实验原理

乙酸乙烯酯的乳液聚合机理与典型的乳液聚合机理相似，但是乙酸乙烯酯在水中有较高的溶解度，而且容易水解，产生的乙酸会干扰聚合，因而具有一定的特殊性。乙酸乙烯酯的成核方式以均相成核为主，即在水相中形成的短链自由基从水中沉淀出来，沉淀的粒子从水相和单体液滴中吸附乳化剂分子而稳定，接着再有单体扩散进来，形成乳胶粒。

乙酸乙烯酯乳液聚合常用的是非离子型乳化剂聚乙烯醇。聚乙烯醇主要起到胶体保护作用，防止粒子互相聚并，但形成的乳胶粒粒径较大，不利于长期稳定。如果同时加入少量离子型乳化剂，使乳胶粒外带有电荷，由于电荷的相互排斥作用使乳液更加稳定，且乳胶粒的粒径也会相对减小。本实验将非离子和离子型乳化剂按一定比例混合使用，以提高乳化效果和乳液的稳定性，非离子型乳化剂经常使用聚乙烯醇和聚氧乙烯烷基苯醚（OP-10），离子型乳化剂常选用十二烷基磺酸钠。

本实验中加入了一定量的非离子型高分子表面活性剂聚乙烯醇，体系黏度较大，为了缩短反应时间，聚合在较高的温度下进行，由于反应热不宜释放，容易出现“爬杆”或“暴聚”现象。为了使反应平稳进行，本实验采用种子乳液聚合方法，单体和引发剂均分两次加入。第一步：加入少许单体、引发剂和乳化剂进行预聚合，可生成颗粒较小的乳胶粒子，即

种子。第二步：单体和引发剂采用滴加的方式加入，可有效避免大量聚合热的产生。加入的单体在一定的搅拌条件下使其在原来形成的乳胶粒子上继续长大。由此得到的乳胶粒子，不仅粒度较大，而且粒度分布均匀。

三、实验原料及仪器

原料：乙酸乙酯、过硫酸钾 ($K_2S_2O_8$)、聚乙烯醇、OP-10、十二烷基磺酸钠、邻苯二甲酸二丁酯、碳酸氢钠 ($NaHCO_3$)。

仪器：四口瓶、回流冷凝管、电动搅拌器、加热套、布氏漏斗、抽滤瓶、温度计。

四、实验步骤

1. 聚乙烯醇的溶解

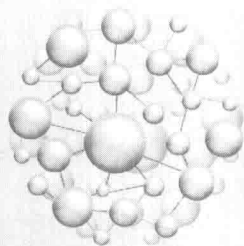
称取 1.5g 聚乙烯醇溶解于 20mL 蒸馏水中，搅拌，缓慢升温至 $90\sim 95^\circ\text{C}$ ，使聚乙烯醇完全溶解为澄清溶液，冷却至室温备用。

2. 乳液聚合

在装有搅拌器、球形冷凝管、恒压滴液漏斗和温度计的四口瓶中加入上述溶解好的聚乙烯醇溶液、4 滴 OP-10，搅拌乳化 5min 后，加入 5mL 乙酸乙酯、0.3g 十二烷基磺酸钠及一半 $K_2S_2O_8$ 溶液 (0.4g $K_2S_2O_8$ 溶于 8mL 蒸馏水中)，升温至 $60\sim 65^\circ\text{C}$ ，待体系转变成乳白色后，继续反应 0.5h。向体系中加入另一半 $K_2S_2O_8$ 溶液，并用恒压滴液漏斗向体系中缓慢滴加剩余的 8mL 乙酸乙酯 ($30\sim 40$ 滴/min)，并控制反应温度不变。滴加完毕后，将反应体系缓慢升温至 $80\sim 85^\circ\text{C}$ ，继续反应 0.5h。室温冷却，将体系冷却到 50°C 以下，加入 0.06g $NaHCO_3$ 溶于 1.5mL 的水溶液调节体系 pH，再加入 2.5mL 邻苯二甲酸二丁酯，继续搅拌 20min。冷却至室温即得成品白乳胶，可直接作黏合剂使用，也可加水稀释并混入色料制成各种颜色的油漆，称为乳胶漆。

3. 固含量的测定

取一培养皿称重，称取制得的白乳胶 1g 左右置于培养皿中，在烘箱中干燥至恒重，计算固含量。



实验四



苯乙烯的悬浮聚合

苯乙烯是一种比较活泼的单体，很容易进行自由基聚合。工业上利用发泡型苯乙烯粒料制造聚苯板，利用交联结构的聚苯乙烯小球制备离子交换树脂。这些球状的聚苯乙烯粒料尺寸分布在几十至几百微米。该类粒料的制备通常是采用悬浮聚合。苯乙烯在水中的溶解度很小，将苯乙烯与水混合后，借助搅拌可以使苯乙烯分散成小液滴，聚合反应便发生在这些小液滴中，因此该类反应体系是在水相中进行的，具有绿色环保的特点。

一、实验目的

1. 掌握悬浮聚合原理及各组分在聚合过程中的作用。
2. 了解悬浮聚合操作过程中的注意事项。

二、实验原理

悬浮聚合是指单体在不溶解的介质中，借助于机械搅拌作用，分散成小的液滴，在这种液滴下进行的聚合。悬浮聚合也可以看作小液滴的本体聚合，根据聚合体在单体中溶解与否，可得到透明或不透明的颗粒聚合物。如苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯聚合所得悬浮聚合物多是透明的珠状物，故又称珠状聚合；而像氯乙烯悬浮聚合因聚合物不溶于单体，是不透明不规整的乳白色小颗粒。

悬浮聚合中，一般单体不溶于水，所以多使用水作分散介质。工业上悬浮聚合的水与单体的体积比为 $1:1\sim 4:1$ ，在实验室中为了操作便利比例可高达 $8:1$ 。常用的引发剂是能溶于油相单体的油性引发剂，如过氧化二苯甲酰、偶氮二异丁腈等。聚合在转化率达到 20% 时，由于粒子的黏性增加，产生粒子间的粘连现象，常粘成一团形状不均匀的粒状聚合物。为使聚合过程中的分散液滴保持稳定的形状，常加入悬浮稳定剂，常见的悬浮稳定剂有水溶性的高聚物，如乙烯醇（一般用 88% 醇解度）、白明胶、聚甲基丙烯酸钠；不溶于水的无机物微粒粉末，如硅藻土、钙、镁、钡碳酸盐等。

悬浮聚合必须很好地控制搅拌速率。搅拌太慢则珠状不规则，且颗粒易于凝聚；搅拌太快，则颗粒易变形，且易因搅拌时带入空气而使颗粒中形成空洞。搅拌器形状对颗粒的大小形状也有直接影响。

三、实验原料及仪器

原料：苯乙烯、过氧化二苯甲酰、蒸馏水、聚乙烯醇、亚甲基蓝。

仪器：四口瓶、球型回流冷凝管、电动搅拌器、水浴锅、布氏漏斗、吸滤瓶、温度计、烧杯。

四、实验步骤

(1) 准确称取 10g 苯乙烯、0.2g 过氧化二苯甲酰于小烧杯中，使过氧化二苯甲酰完全溶解。

(2) 在装有搅拌器、温度计及回流冷凝管的四口瓶中加入 40mL 蒸馏水、2mL 5% 聚乙烯醇、3 滴亚甲基蓝及步骤 (1) 所准备的反应液。

(3) 开动搅拌，控制搅拌速率，使苯乙烯单体分散成大小合适的液滴（约小于小米粒），缓慢升温（ $1\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ）至 70°C ，在此温度下反应 1h。

(4) 再升温至 $85\sim 87^{\circ}\text{C}$ ，反应 1h（注意此阶段应避免搅拌速率过慢，以防聚合物颗粒结成块），当小球定型固化后（不可停搅拌取出小球检查），可升温至 95°C 左右，继续反应 1h。

(5) 停止加热，继续搅拌下用冷水将反应体系冷却至室温。停止搅拌，取下四口瓶，过滤，用热水洗涤 2~3 次以除去聚乙烯醇，得到透明聚合物小球。