

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **046464**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2024.03.18**

(21) Номер заявки  
**202191789**

(22) Дата подачи заявки  
**2019.12.23**

(51) Int. Cl. **C01B 17/10** (2006.01)  
**B01F 17/12** (2006.01)  
**B01F 17/42** (2006.01)  
**B01F 3/12** (2006.01)  
**C01B 17/02** (2006.01)  
**C05D 9/00** (2006.01)  
**C05G 3/06** (2006.01)  
**C05G 5/00** (2020.01)  
**C08J 3/24** (2006.01)  
**C08K 3/011** (2018.01)  
**C08K 3/06** (2006.01)  
**F42B 12/72** (2006.01)

---

(54) **ПОРОШОК ТОНКОИЗМЕЛЬЧЕННОЙ СЕРЫ**

---

(31) **62/786,134**

(32) **2018.12.28**

(33) **US**

(43) **2021.10.13**

(86) **PCT/CA2019/051904**

(87) **WO 2020/132746 2020.07.02**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**САЛВАРИС ИНК. (СА)**

(72) Изобретатель:  
**Мэки Роберт, Себастьян Бри, Флегель  
Митчел (СА)**

(74) Представитель:  
**Фелицына С.Б. (RU)**

(56) **WO-A1-2017147695**  
**US-B2-8679446**  
**US-A1-2017327430**  
**CHAUDHURI, R.G. et al. "Synthesis of sulfur  
nanoparticles in aqueous surfactant solutions". Journal  
of Colloid and Interface Science, vol. 343, 2010,  
p. 439-446. DOI: 10.1016/j.jcis.2009.12.004, see  
abstract; Figures 3, 5 & 6**

---

(57) Предложен способ получения продукта в виде порошка тонкоизмельчённой серы, включая приготовление эмульсии тонкоизмельчённой серы из расплавленной серы и раствора диспергирующего агента, включающего поверхностно-активное вещество в концентрации менее критической концентрации мицеллообразования поверхностно-активного вещества.

---

**046464**  
**B1**

**046464**  
**B1**

### **Область техники, к которой относится изобретение**

Это изобретение относится к способу переработки элементарной серы в тонкоизмельченные частицы.

### **Известный уровень техники**

Элементарная сера является важным ингредиентом в нескольких промышленных применениях, включая удобрения для сельскохозяйственных культур, производство боеприпасов и вулканизацию резины.

В известном уровне техники одно из затруднений при использовании элементарной серы в виде частиц при внесении удобрений состоит в том, что при внесении в почву частиц размером более 100 мкм сера очень медленно достигает корней растений. Сера в элементарной форме нерастворима в воде и, следовательно, не может поглощаться корнями растений. Под действием микробов она превращается в водорастворимый сульфат, который впоследствии легко поглощается корнями растений.

Прямое внесение водорастворимых сульфатных удобрений возможно, но поглощение осложняется из-за чрезмерного растворения, а также неконтролируемого высвобождения и выщелачивания, что приводит к низкой окупаемости вложенных ресурсов.

Превращение элементарной серы в виде частиц в сульфатную серу значительно более эффективно, когда частицы имеют небольшой размер, особенно при размере частиц менее около 30 мкм, т.е. в диапазоне размеров, обычно называемых тонкоизмельченной серой. При внесении в почву, в которой выращиваются растения, тонкоизмельченная сера может обеспечить растения питательными веществами в тот же сезон внесения, и, как таковая, тонкоизмельченная сера имеет ценность и применяется в производстве удобрений.

Существует также применение тонкоизмельченной серы в производстве боеприпасов, поскольку тонкоизмельченные частицы серы сгорают более полно и с большей эффективностью по сравнению с крупными частицами серы. Использование однородных тонкоизмельченных частиц серы мелкого размера при производстве боеприпасов могло бы привести к получению более качественных и надежных боеприпасов.

Производство автомобильной и авиационной резины также требует больших количеств тонкоизмельченного порошка серы для вулканизации каучука. Реакция между серой и каучуком приводит к очень твердому и прочному материалу с физическими свойствами, которые могут сохраняться в сравнительно широком диапазоне температур. Таким образом, чем мельче порошок серы, тем эффективней будет реакция с каучуком и тем выше будет качество производимой резины. Тонкоизмельченная сера также широко используется в латексной промышленности в качестве вулканизирующего агента для придания прочности изделиям. Более мелкие частицы серы сокращают время отверждения и обеспечивают лучшую прочность на разрыв таким продуктам, как латексные перчатки, матрасы и т.д.

В других сферах применения в лакокрасочной промышленности также используется очень мелкий порошок серы в качестве цветовой смеси. Тонкоизмельченная сера также широко используется в качестве фунгицида, инсектицида и пестицида, а также в медицинских целях для лечения кожных заболеваний у людей.

Тонкоизмельченный порошок серы может быть получен путем измельчения кусков серы в механическом измельчительном оборудовании. Обычные результаты измельчения зависят от значительного расхода энергии, особенно в обстоятельствах, когда требуются частицы очень мелкого размера. Кроме того, технологии измельчения для производства тонкоизмельченного порошка серы представляют опасность пожара и взрыва. Сера является легковоспламеняющимся и взрывоопасным веществом, и по своей природе механическое измельчение может привести к риску взрыва.

Поэтому в данной области техники существует потребность в альтернативных способах получения тонкоизмельченных частиц серы.

### **Краткое изложение сущности изобретения**

В одном аспекте изобретение включает способ получения тонкоизмельченной серы, включающий стадии:

(а) приготовление эмульсии жидкой серы в водном диспергирующем растворе, содержащем поверхностно-активное вещество в концентрации ниже его критической концентрации мицеллообразования (ККМ); и

(б) отверждение капель жидкой серы с получением суспензии тонкоизмельченной серы.

В некоторых осуществлениях количество поверхностно-активного вещества может быть оптимизировано путём измерения ККМ в растворе и определения оптимальной концентрации поверхностно-активного вещества, которая минимизирует размер частиц и/или распределение размера частиц. ККМ поверхностно-активного вещества можно измерить путем измерения его поверхностного натяжения с использованием стандартных методик и оборудования, известных специалистам в данной области техники.

Предпочтительно концентрация поверхностно-активного вещества составляет менее около 75, 50, 40, 30 или 20% ККМ.

Поверхностно-активное вещество может включать анионное поверхностно-активное вещество или

неионогенное поверхностно-активное вещество, такое как нафталинсульфонат или октилфенолэтоксилат.

В предпочтительных осуществлениях концентрация поверхностно-активного вещества составляет менее около 0,75 мас. %.

В другом аспекте изобретение может включать тонкоизмельчённый продукт из серы, средний или медианный размер частиц, которого составляет около 5 мкм или менее или предпочтительно около 3 мкм или менее. В другом аспекте изобретение может включать тонкоизмельчённый продукт серы, в котором 95% частиц имеют размер менее около 12, 10, 9 или 8 мкм.

В другом аспекте изобретение может включать тонкоизмельчённый порошкообразный продукт серы, диспергированный в растворе, содержащем водный диспергирующий агент, содержащий поверхностно-активное вещество в концентрации ниже 1,5 мас.%, и ниже его критической концентрации мицеллообразования (ККМ). В предпочтительных осуществлениях средний или медианный размер частиц составляет менее около 5 мкм или менее около 3 мкм, и средний или медианный размер частиц по существу не увеличивается в течение 24 ч, 2, 3, 4, 5, 6, 7 или 30 суток хранения.

Предпочтительно средний размер частиц в пределах 50-, 60-, 70-, 80-, 90- или 95-го перцентилей со временем по существу не увеличивается.

В некоторых осуществлениях продукт может дополнительно включать соль удобрения, такую как мочеви́на нитрат аммония (UAN), сульфат аммония, полифосфат аммония (APP) и/или гербицид, пестицид или фунгицид.

В некоторых осуществлениях продукт представляет собой жидкую суспензию и дополнительно содержит суспендирующий агент, такой как полисахарид, такой как замещённый или незамещённый крахмал, пектат, альгинат, каррагенат, гуммиарабик, гуаровая камедь и ксантановая камедь или глина.

В предпочтительных осуществлениях суспензия не содержит солюбилизированной серы.

#### **Краткое описание чертежей**

Фиг. 1. Средний перцентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием различных источников воды в течение времени (часы).

Фиг. 2. Средний нижний перцентиль PSD (P10, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) в деминерализованной воде.

Фиг. 3. Средний перцентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) в деминерализованной воде.

Фиг. 4. Средний верхний перцентиль PSD (P95, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) в деминерализованной воде.

Фиг. 5. Средний перцентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) в деминерализованной воде, где все концентрации Morwet были увеличены до 5% на 4 день.

Фиг. 6. Средний перцентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в деминерализованной воде, где все образцы с 5% Morwet фиг. 5 были нагреты до 80°C.

Фиг. 7. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 1% Morwet™ в течение времени (часы) в деминерализованной воде.

Фиг. 8. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 1% Morwet™ в течение времени (часы) в водопроводной воде.

Фиг. 9. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 1,25% Morwet™ в течение времени (часы) в деминерализованной воде.

Фиг. 10. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 1,5% Morwet™ в течение времени (часы) в деминерализованной воде.

Фиг. 11. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 1,5% Morwet™ в течение времени (часы) в водопроводной воде.

Фиг. 12. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 2% Morwet™ в течение времени (часы) в деминерализованной воде.

Фиг. 13. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 2% Morwet™ в течение времени (часы) в водопроводной воде.

Фиг. 14. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й перцентили размера частиц (мкм) дисперсии

тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 3% Morwet™ в течение времени (часы) в деминерализованной воде.

Фиг. 15. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 3% Morwet™ в течение времени (часы) в водопроводной воде.

Фиг. 16. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 5% Morwet™ в течение времени (часы) в деминерализованной воде.

Фиг. 17. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 5% Morwet™ в течение времени (часы) в водопроводной воде.

Фиг. 18. Средний перцентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы при 100 Гц, которая перемешивалась или оставалась нетронутой (осаждённой) в течение времени (дни) без добавления дополнительного поверхностно-активного вещества.

Фиг. 19 представляет средний перцентиль PSD (P50, мкм) для тех образцов, в которых на 4 день к обработкам был добавлен дополнительный Morwet™, всего 5,0%.

Фиг. 20. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 1% Triton X-405 в течение времени (часы) в обычной водопроводной воде.

Фиг. 21. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 1,5% Triton X-405 в течение времени (часы) в обычной водопроводной воде.

Фиг. 22. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц, полученной с использованием 2% Triton X-405 в течение времени (часы) в обычной водопроводной воде.

Фиг. 23. 10-, 20-, 30-, 40-, 50-, 60-, 70-, 80-, 90- и 95-й процентиля размера частиц (мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 5% Triton X-405 в течение времени (часы) в обычной водопроводной воде.

#### **Подробное описание представленных осуществлений**

Как более подробно описано ниже, настоящее изобретение включает способ получения тонкоизмельчённой серы. Продукт состоит из очень мелких частиц серы, имеющих средний диаметр около 1-7 мкм. Основной способ получения тонкоизмельчённой серы описан в патенте US № 8679446, полное содержание которого включено в данный документ ссылкой, при наличии законного разрешения.

В некоторых осуществлениях элементарную серу расплавляют и отдельно получают перегретый водный диспергирующий раствор для последующего смешивания. Расплавленная сера может быть получена в нагреваемом сосуде путём нагрева кусковой серы или другого серного сырья до температуры выше точки плавления серы. Обычно для этого требуется нагревание до температуры около 115-150°C. Специальное оборудование, которое можно применять для получения расплавленной серы, с использованием контролируемых параметров процесса, которые будут выполнять задачу обеспечения плавления и перекачивания серы, известно специалистам в данной области техники.

Диспергирующее средство может быть анионным, катионным, амфотерным или неионогенным поверхностно-активным веществом или их комбинациями. Поверхностно-активное вещество стабилизирует эмульсию жидкой расплавленной серы в диспергирующем растворе во время процесса гомогенизации. В некоторых осуществлениях поверхностно-активное вещество включает анионное поверхностно-активное вещество, такое как нафталинсульфонат (такой как Morwet™) или карбоксиметилцеллюлозу. Подходящие анионные поверхностно-активные вещества включают, но не ограничиваются ими, производные лигнина, такие как лигносульфонаты, ароматические сульфонаты и алифатические сульфонаты, а также их формальдегидные конденсаты и производные, жирные кислоты/карбоксилаты, сульфированные жирные кислоты и фосфатные эфиры алкилфенол- или полиалкилалкоксилаты. Подходящие катионные поверхностно-активные вещества включают, но не ограничиваются ими, азотсодержащие катионные поверхностно-активные вещества.

Альтернативно, поверхностно-активное вещество может включать неионогенное поверхностно-активное вещество, такое как этоксилат алкилфенола (например, этоксилат октилфенола (Triton™ X-405)). В одном осуществлении диспергирующее средство включает неионогенное поверхностно-активное вещество. Подходящие неионогенные поверхностно-активные вещества для использования в настоящем изобретении включают алкоксилированные жирные спирты, алкоксилированные жирные кислоты, алкоксилированные простые эфиры жирных кислот, алкоксилированные жирные амиды, этоксилаты спиртов, этоксилаты нонилфенола, этоксилаты октилфенола, этоксилированные растительные масла, этоксилированные минеральные масла, алкоксилированные минеральные масла, глицериды, этоксилаты касторового масла и их смеси.

Хотя использование поверхностно-активного вещества в качестве диспергирующего средства из-

вестно в данной области техники, было установлено, что изменение концентрации поверхностно-активного вещества даёт неожиданный эффект. Концентрация поверхностно-активного вещества в диспергирующем растворе указывается в мас.% и контролируется, чтобы была ниже критической концентрации мицеллообразования (ККМ), которая будет варьироваться в зависимости от поверхностно-активного вещества и множества других параметров, включая источник воды, концентрацию соли в растворе и температуру. В предпочтительных осуществлениях концентрация поверхностно-активного вещества составляет менее около 75, 50, 40, 30, 20 или 10% ККМ.

ККМ поверхностно-активного вещества в растворе может быть определена количественно путём эмпирического измерения поверхностного натяжения с помощью тензиометра, что хорошо известно в данной области техники. ККМ определяется как точка, где пересекаются базовая линия минимального поверхностного натяжения и линейно снижающийся участок кривой. Поверхностное натяжение в зависимости от логарифма концентрации может быть представлено графически путём измерения серии смешанных вручную растворов или с использованием коммерчески доступного автоматизированного оборудования.

В некоторых осуществлениях диспергирующий раствор получают с использованием деминерализованной воды. Деминерализованная вода может быть получена различными методами, включая дистилляцию, обратный осмос, ультрафильтрацию, деионизацию ионообменными смолами или любой другой метод очистки воды. Используемый здесь термин "деминерализованная вода" означает воду, которая практически не содержит растворённых ионов, независимо от того, каким образом она получена. Одним из методов измерения чистоты деминерализованной воды является испытание на проводимость или, наоборот, испытание на удельное сопротивление. Деминерализованная вода, подходящая для данного изобретения, будет иметь проводимость менее около 100 мкСм/см при 20°C, предпочтительно менее около 5,0 мкСм/см и более предпочтительно менее около 2,0 мкСм/см. В альтернативных осуществлениях диспергирующий раствор получают из водопроводной воды, колодезной воды или любого доступного источника воды, который может содержать растворённые ионы.

Диспергирующий раствор перегревают под давлением до температуры в диапазоне около 115-150°C. На практике сосуд высокого давления, способный работать в диапазоне около 25-80 фунт/на кв. дюйм, является эффективным для обеспечения нагрева по существу водного раствора диспергатора до температуры около 115-150°C, при этом диспергирующий раствор остаётся по существу в жидкой форме.

Расплавленная сера и нагретый диспергирующий раствор затем могут быть смешаны в гомогенизаторе для получения эмульгированной суспензии серы. Возможно любое подходящее оборудование для гомогенизации с использованием механических средств или средств гидравлического сдвига. Например, в одном осуществлении можно использовать гомогенизатор с быстро вращающимся механическим диском или оборудование для эмульгирования с форсункой высокого давления. Результатом этой стадии будет эмульгирование расплавленной серы в виде тонкоизмельчённой дисперсной фазы в диспергирующем растворе с образованием эмульсии серы. Изменяя скорость смесительного устройства, расстояние между зубцами в механических дисках или размер/давление распыляемой струи, можно оптимизировать процесс для получения частиц определённого среднего размера или определённого максимального или минимального размера.

После выгрузки из оборудования для эмульгирования или гомогенизации эмульгированная эмульсия серы может быть охлаждена любыми подходящими средствами. Например, эмульсию можно охладить в теплообменнике или другом подобном оборудовании путём мгновенного испарения эмульсии при более низком давлении или просто её оставить остывать до температуры ниже точки плавления серы. Предпочтительно эмульгированная суспензия серы охлаждается до температуры ниже 100°C для дальнейшей обработки. При охлаждении тонкоизмельчённые капли расплавленной серы в эмульсии затвердевают, образуя твёрдые частицы серы микронного размера.

Не желая ограничиваться какой-либо теорией полагают, что концентрация поверхностно-активного вещества оказывает удивительное и неожиданное влияние на размер частиц затвердевшей серы. Обычно, когда поверхностно-активные вещества диспергированы в водном растворе, они могут либо адсорбироваться на гидрофобной/гидрофильной границе раздела, либо самоорганизовываться в объёме раствора. Адсорбция определяется как концентрация поверхностно-активных веществ на границе раздела, в то время как самоорганизация - это агрегация поверхностно-активных веществ в мицеллы.

В процессе измельчения серы, описанном выше, поверхностно-активное вещество действует по меньшей мере частично, уменьшая межфазное натяжение между практически нерастворимой расплавленной серой и водной фазой. Движущей силой адсорбции ПАВ является снижение свободной энергии границы раздела фаз. По существу, молекулы поверхностно-активного вещества будут предпочтительно собираться на границе раздела, пока концентрация не достигнет точки, когда энергия, необходимая для удержания молекулы поверхностно-активного вещества на поверхности, больше не является подходящей. В этот момент поверхностно-активные вещества начинают образовывать мицеллы в растворе, и это определяет критическую концентрацию мицеллообразования.

Элементарная сера очень плохо растворяется в чистой воде. Однако в присутствии поверхностно-активных веществ растворимость серы значительно увеличивается. С увеличением концентрации поверхностно-активного вещества увеличивается мицеллообразование и увеличивается количество солюбилизированной серы. Считается, что мельчайшие частицы растворяются быстрее всего. Чтобы уменьшить общую энергию системы, солюбилизированная сера затем осаждается на других частицах при охлаждении суспензии, что приводит к росту и кристаллизации частиц. Следовательно, если концентрация поверхностно-активного вещества увеличивается выше ККМ во время процесса гомогенизации, считается, что при охлаждении будет наблюдаться больший рост частиц.

ККМ зависит от нескольких параметров. Температура, ионная сила, тип иона и тип поверхностно-активного вещества, все являются важными факторами. В случае ионного поверхностно-активного вещества ККМ снижается в присутствии ионов. Полностью ионизированные концевые группы приводят к значительному по величине электростатическому отталкиванию между концевыми группами, препятствующему образованию мицелл. Однако из-за высокой напряженности электрического поля в этих концевых группах катионы быстро адсорбируются. Эта адсорбция снижает электростатическое отталкивание между концевыми группами (через экранирование) и повышает стабильность мицелл при более низких ККМ.

ККМ можно увеличить, добавляя такие вещества, как мочевины и формамиды. Известно, что они компенсируют вредное воздействие высоких концентраций соли. Было установлено, что добавление хаотропных агентов, таких как спирт, снижает ККМ. На эффекты ККМ также влияет концентрация хаотропа; обычно более высокая концентрация хаотропа приводит к уменьшению ККМ. И наоборот, антихаотропные агенты или космотропы, такие как сульфат аммония, могут увеличивать ККМ.

Заявитель установил, что снижение концентрации поверхностно-активного вещества может привести к более мелким, более однородным тонкоизмельченным частицам серы в среднем диапазоне 1-5 мкм. В предшествующей работе заявителя были надёжно получены тонкоизмельченные частицы серы в среднем диапазоне 7 мкм с использованием поверхностно-активного вещества нафталинсульфонат в диапазоне 1,5 мас.%, в диспергирующем растворе и обычной водопроводной воде. Считается, что это результат ограничения растворимости серы во время гомогенизации и уменьшения роста размера частиц после затвердевания. Поэтому в предпочтительных осуществлениях диспергирующий раствор доводится до концентрации поверхностно-активного вещества, значительно ниже его ККМ, но все же достаточной для уменьшения межфазного натяжения между жидкой серой и водой, чтобы позволить образоваться тонкоизмельченной эмульсии. На практике она может быть менее около 75, 50, 40, 30, 20 или 10% ККМ.

Технологическая вода, используемая для приготовления раствора, может различаться по жесткости, pH и проводимости в зависимости от источника воды на предприятии. Ионная сила и тип иона существенно влияют на характеристики поверхностно-активного вещества. Следовательно, в некоторых осуществлениях предпочтительно определить, как технологическая вода влияет на выбранное поверхностно-активное вещество, а затем на физические характеристики, в первую очередь размер частиц серы. В некоторых осуществлениях способ включает испытание диспергирующего раствора для определения ККМ выбранного поверхностно-активного вещества.

Например, размер частиц серы увеличивался со временем, когда водопроводная вода, содержащая ионы, использовалась в качестве источника воды в процессе гомогенизации по сравнению с использованием деминерализованной воды. ККМ для ионных поверхностно-активных веществ в водопроводной воде, вероятно, ниже около 2-3 мас.% концентрации поверхностно-активного вещества. Выше этой концентрации размер частиц может увеличиваться и действительно увеличивается после приготовления.

Полученная суспензия тонкоизмельченной серы может храниться в течение значительных периодов времени для последующего включения в удобрения в гранулированной или жидкой форме. Небольшое количество поверхностно-активного вещества (ниже значения ККМ), вероятно, стабилизирует суспензию, не вызывая значительной солюбилизации серы.

Таким образом, суспензия тонкоизмельченной серы, средний или медианный размер частиц которой составляет около 5 мкм или менее или предпочтительно около 3 мкм или менее, может быть стабильной при хранении. В соответствии с использованием в описании "стабильная" суспензия является суспензией, средний размер частиц которой по существу не увеличивается в течение по меньшей мере 24 ч, 2, 3, 4, 5, 6, 7 или 30 дней. В некоторых осуществлениях предпочтительной стабильной суспензией является суспензия, в которой средний размер частиц менее чем P50-, P60-, P70-, P80-, P90- или P95-й процентиль распределения частиц по размерам, по существу не увеличивается со временем. Считается, что размер частиц по существу не увеличивается, если рост размера частиц составляет менее 50, 40, 30, 20 или 10% исходного размера.

Суспензия тонкоизмельченной серы может быть смешана с другими солями удобрений, такими как мочевины-нитрат аммония (UAN), сульфат аммония, полифосфат аммония (APP) или другие соли, или различными гербицидами, пестицидами или фунгицидами для производства продуктов комбинированных удобрений, без риска значительного увеличения размера частиц в течение периода от 1 недели до 1 месяца или дольше. Если желательно жидкое удобрение, можно также добавить суспендирующий агент, такой как полисахарид, например замещенные крахмалы, пектаты, альгинаты, каррагенаты, гум-

миарабик, гуаровая камедь и ксантановая камедь или глина.

В некоторых осуществлениях предпочтительно периодически перемешивать или встряхивать суспензию тонкоизмельчённой серы, поскольку это, по-видимому, задерживает растворение и осаждение растворённой серы на частицах с увеличением размера частиц. Постоянное или периодическое перемешивание может замедлить или исключить увеличение размера частиц после приготовления.

Альтернативно, суспензия может быть переработана для получения тонкодисперсного осадка или порошка серы. Это может быть выполнено с использованием легкодоступного оборудования для извлечения или удаления диспергирующего раствора из дисперсии эмульгированной серы, такого как фильтрующее устройство, такое как механический фильтр, декантатор или центрифуга. Таким образом, тонкоизмельчённые частицы серы, образовавшиеся в процессе эмульгирования, отделяются от диспергирующего раствора.

Добавление дополнительного поверхностно-активного вещества к дисперсии тонкоизмельчённой серы после получения, по-видимому, не влияет на размер частиц тонкоизмельчённой серы, поэтому в некоторых осуществлениях может использоваться дополнительное поверхностно-активное вещество для повышения стабильности дисперсии при хранении.

Добавление различных солей, таких как 1-5% раствор соли, 1-5% раствор сульфата аммония или 1-5% раствора UAN, после получения тонкоизмельчённой серы, по-видимому, не влияет на средний размер частиц при использовании ионного поверхностно-активного вещества (например, Morwet™) или неионногенного (например, Triton X-405) ниже около 5% поверхностно-активного вещества в диспергирующем растворе.

### Примеры

Следующие ниже примеры представлены для иллюстрации осуществлений изобретения и не предназначены для ограничения заявленного изобретения.

Пример 1. Распределение частиц по размерам.

Распределение частиц по размерам определяют для дисперсий тонкоизмельчённой серы, приготовленных с использованием различных источников воды:

- 1) дисперсия тонкоизмельчённой серы + 1,5% Morwet™ (мас.%) + деминерализованная вода,
- 2) дисперсия тонкоизмельчённой серы + 1,5% Morwet™ (мас.%) + водопроводная вода.

Для каждой обработки получают дисперсию тонкоизмельчённой серы с использованием 1,5% Morwet™ D-425 и деминерализованной водопроводной воды или воды Калгари (~448 мкСм/см). Образец смеси собирают на выходе из пилотной установки гомогенизатора и распределение частиц по размерам (PSD) определяют в течение 24 ч с использованием прибора Microtrac. Каждое измерение PSD выполняют трижды и PSD представляют в виде значения диаметра частиц при 50% в интегральной функции распределения (PSD D50).

Данные PSD (фиг. 1) показывают, что размеры частиц являются относительно постоянными в течение первых 4 ч мониторинга. Затем размер частиц увеличился как для образцов деминерализованной, так и для водопроводной воды в течение 24 ч. Образец в водопроводной воде увеличился в размере больше, чем образец в деминерализованной воде, что позволяет предположить, что растворённые ионы в водопроводной воде снижают ККМ Morwet™. Это падение ККМ приводит к растворению серы в процессе гомогенизации и последующему осаждению растворённой серы на существующих частицах при охлаждении, вызывая небольшое увеличение размера.

Пример 2. Методы определения ККМ дисперсии тонкоизмельчённой серы при различных концентрациях Morwet™.

Следующие дисперсии тонкоизмельчённой серы тестируют и наблюдают:

| Концентрация поверхностно-активного вещества (% масс. Morwet™) в диспергирующем растворе | Тип воды           |
|--|--------------------|
| 0,5%   | деминерализованная |
| 0,75%  | деминерализованная |
| 1%   | деминерализованная |
| 1,5%   | деминерализованная |
| 3,0%   | деминерализованная |

Свежую тонкоизмельчённую дисперсию серы готовят при 100 Гц (скорость наконечника при гомогенизации) с деминерализованной водой при концентрации серы около 60% серы и сразу же отбирают и тестируют на PSD после получения. Далее образцы тестируют ежедневно до тех пор, пока размер частиц не стабилизируется. После выхода PSD на плато к образцам добавляют дополнительное количество Morwet™, чтобы довести общую концентрацию Morwet™ до 5%. PSD проверяют ежедневно, пока PSD не выходит на плато.

Образцы объёмом 20 мл с концентрацией Morwet™ 5% переносят на горячую плитку и нагревают до 80°C в течение 2 мин. PSD тестируют сразу после нагрева.

Фиг. 2 представляет средний нижний процентиль PSD (P10, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц, с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) до добавления дополнительного поверхностно-активного вещества. Материал дисперсии тонкоизмельчённой серы получают из свежей дисперсии тонкоизмельчённой серы и деминерализованной воды.

Фиг. 2 представляет увеличение размера частиц в образцах с 1,5 и 3% Morwet™ после 1 дня от около 0,5 до 1,5 мкм. Размер частиц образца, содержащего менее 1,5% Morwet™, по существу не изменяется и остаётся ниже 0,7 мкм, что свидетельствует о том, что самые мелкие из частиц не увеличивались в размере.

Фиг. 3 представляет средний процентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) до добавления дополнительного поверхностно-активного вещества. Материал дисперсии тонкоизмельчённой серы получают из свежей дисперсии тонкоизмельчённой серы и деминерализованной воды.

Фиг. 3 представляет размер частиц менее 5 мкм для образцов, содержащих менее 3% Morwet™, и размер частиц 20 мкм с 3% Morwet™. Эти данные показывают, что ККМ, которая вызывает значительное растворение серы и рост частиц, находится в диапазоне 1,5-3% концентрации Morwet™ во время процесса гомогенизации в деминерализованной воде.

Фиг. 4 представляет средний верхний процентиль PSD (P95, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни) до добавления дополнительного поверхностно-активного вещества. Материал дисперсии тонкоизмельчённой серы получен из свежей дисперсии тонкоизмельчённой серы и деминерализованной воды.

Как видно на фиг. 4, значительный рост частиц происходит при концентрациях Morwet™ выше 1,5% во время процесса гомогенизации, от 6 до 50 мкм. Он также показывает меньшее увеличение размера частиц при концентрации Morwet™ 1,5% с 6 до 15 мкм. Это показывает, что при концентрациях Morwet™ 1,5% или выше в процессе гомогенизации будет происходить рост размера частиц.

Фиг. 5 представляет средний процентиль PSD (P50, мкм) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с различными концентрациями Morwet™ в течение времени (дни), из свежего материала и деминерализованной воды. Конечная концентрация Morwet™ впоследствии увеличена до 5,0% для всех образцов. Никакого значительного изменения размера частиц не наблюдалось в течение 5 дней после увеличения количества добавляемого поверхностно-активного вещества.

Чтобы определить, играет ли тепло значительную роль в растворении серы, все 5% образцы нагревают до 80°C в течение 2 мин и определяют размер частиц. Фиг. 6 представляет средний процентиль PSD (P50, мкм) образцов с 5,0% Morwet™ после нагрева до 80°C. Фиг. 6 показывает, что средний размер частиц не увеличился значительно по сравнению с тем, что представлено на фиг. 5. Растворение при этой температуре не наблюдается в указанный период времени.

Пример 3. Методы определения ККМ дисперсии тонкоизмельчённой серы при различных концентрациях Morwet™ в деминерализованной и водопроводной воде.

Следующие дисперсии тонкоизмельчённой серы тестируют и наблюдают:

| Концентрация поверхностно-активного вещества (% масс. Morwet™) в диспергирующем растворе | Тип воды           |
|--|--------------------|
| 1%   | деминерализованная |
| 1,5%   | деминерализованная |
| 2%   | деминерализованная |
| 3%   | деминерализованная |
| 5%   | деминерализованная |
| 1%   | водопроводная вода |
| 1,5%   | водопроводная вода |
| 2%   | водопроводная вода |
| 3%   | водопроводная вода |
| 5%   | водопроводная вода |

Свежие дисперсии тонкоизмельчённой серы получают при 100 Гц либо с деминерализованной, либо с водопроводной водой при концентрации серы около 60%. Образцы готовят с различными концентрациями поверхностно-активных веществ и немедленно отбирают и определяют PSD после приготовления. PSD определяют ежедневно или ежедневно до тех пор, пока размер частиц не стабилизируется.

На фиг. 7 и 8 показаны 10-95-й процентиля размера частиц (микроны) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 1% Morwet™ в течение времени (часы) либо с деминерализованной (фиг. 7), либо с водопроводной водой (фиг. 8).

Фиг. 7 и 8 показывают, что в течение первых 24 ч после получения не наблюдается значительного увеличения размера частиц. Для образца водопроводной воды наблюдалось небольшое увеличение

95-го перцентиля с 7 до 8 мкм через 22 ч, но, как правило, размер частиц не увеличивался ни в деминерализованной, ни в водопроводной воде с 1% Morwet™.

Фиг. 9-11 показывают 10-95-й перцентили размера частиц (микроны) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 1,25% Morwet™ (фиг. 9) в течение времени (часы) в деминерализованной воде и с 1,5% Morwet™ в течение времени (часы) с деминерализованной (фиг. 10) или водопроводной водой (фиг. 11).

Фиг. 9 показывает, что верхний 95-й перцентиль размера частиц в 1,25% Morwet™ через 5 ч после получения увеличился приблизительно с 6 до 12 мкм. Перцентили меньшего размера частиц по существу не изменились, что свидетельствует о росте только более крупных частиц. Предполагается, что в процессе гомогенизации элементарная сера растворялась и затем осаждалась на более крупных частицах. Это также указывает на то, что ККМ для деминерализованной воды ниже 1,25% Morwet™.

Фиг. 10 также показывает, что верхний 95-й перцентиль размера частиц в образце с 1,5% Morwet™ и деминерализованной водой через 5 ч после приготовления увеличился от 6 до 9 мкм, что позволяет предположить, что более крупные частицы увеличились в размере, тогда как более мелкие частицы по существу не изменились.

Фиг. 11 показывает, что верхний 95-й перцентиль размера частиц в образце с 1,5% Morwet™ и водопроводной водой через 5 ч после приготовления слегка увеличился приблизительно с 6,5 до 10,5 мкм. Перцентили меньшего размера частиц по существу не изменяются, и поэтому предполагают, что только более крупные частицы немного увеличились в размере.

Фиг. 12 и 13 показывают 10-95-й перцентили размера частиц (микроны) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 2% Morwet™ в течение времени (часы) с использованием деминерализованной (фиг. 12) или водопроводной воды (фиг. 13).

Фиг. 12 показывает, что верхние 80-95-й перцентили увеличились, а 95-й перцентиль увеличился приблизительно с 6 до 12 мкм через 5 ч после приготовления. Это показывает, что частицы большего размера увеличивались в размере, но частицы меньшего размера оставались относительно неизменными.

Фиг. 13 показывает, что верхние 90-95-й перцентили увеличились, а 95-й перцентиль увеличился с 6 до 17 мкм через 20 ч после приготовления. С частицами меньшего размера не было отмечено значительных изменений.

Фиг. 14 и 15 показывают 10-95-й перцентили размера частиц (микроны) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 3% Morwet™ в течение времени (часы) с использованием деминерализованной (фиг. 14) или водопроводной воды (фиг. 15).

Фиг. 14 показывает, что 40-95-й перцентили размера частиц (микроны) увеличились через 5 ч после приготовления. Средний (50-й перцентиль) размер частиц увеличился приблизительно от 3 до 6 мкм, тогда как верхний 95-й перцентиль увеличился приблизительно с 6 до 38 мкм.

Фиг. 15 показывает, что 40-95-й перцентили размера частиц (микроны) также увеличились в размере через 5 ч после приготовления. Средний (50-й перцентиль) размер частиц увеличился с 3 до 7 мкм, а верхний 95-й перцентиль увеличился с 7 до 38 мкм. Это означает, что ККМ ниже 3% Morwet™ в водопроводной воде.

Фиг. 16 и 17 показывают 10-95-й перцентили размера частиц (микроны) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с использованием 5% Morwet™ в течение времени (часы) либо с деминерализованной (фиг. 16), либо с водопроводной водой (фиг. 17).

Фиг. 16 показывает, что 30-95-й перцентили размера частиц (микрон) значительно увеличился в размере через 5 ч после приготовления, причём 95-й перцентиль увеличился почти сразу после получения. Средний (50-й перцентиль) размер частиц увеличился приблизительно с 2,5 до 8 мкм, тогда как 95-й перцентиль увеличился с 6 до 33 мкм.

Фиг. 17 показывает 10-95-й перцентили размеров частиц (микрон), которые значительно увеличились в размере через 5 ч после приготовления, где 90- и 95-й перцентили увеличились сразу после приготовления. Нижний 10-й перцентиль размера частиц увеличился приблизительно с 0,7 до 2 мкм, средний (50-й перцентиль) увеличился приблизительно с 2,6 до 12 мкм, а верхний 95-й перцентиль увеличился приблизительно с 5 до 37 мкм.

Наблюдаемые изменения в размере частиц позволяют предполагать, что для образцов деминерализованной воды, содержащих менее 1,25% Morwet™, размер частиц по существу не изменился. Между 1,25% Morwet™ и 3% Morwet™ изменялся только верхний перцентиль размера частиц. При концентрации Morwet™ более 3% большинство перцентилей размера частиц значительно увеличиваются в размерах. Для водопроводной воды небольшое увеличение размера частиц в верхних перцентилиях размера частиц наблюдалось между 1,5 и 3% Morwet™, но не наблюдалось значительных изменений для среднего или нижнего перцентилей размера частиц. При 3% Morwet™ и выше наблюдались значительные изменения размера частиц для всех перцентилей размера частиц. Это позволяет предположить, что ККМ для деминерализованной воды составляет 1-1,25% Morwet™, а для водопроводной воды 2-3% Morwet™. При этих концентрациях Morwet™ значительное растворение серы происходит в процессе гомогенизации и

вызывает значительный рост частиц при охлаждении.

Пример 4. Методы определения PSD дисперсии тонкоизмельчённой серы в течение времени с 1,5 или 5,0% Mogwet™ в перемешанном или отстоявшемся состоянии.

Дисперсии тонкоизмельчённой серы, которые были протестированы и контролировались, приготовлены следующим образом:

- 1) 1,5% Mogwet™ + деминерализованная вода,
- 2) 5% Mogwet™ + деминерализованная вода.

Жидкую дисперсию тонкоизмельчённой серы готовят при 100 Гц и содержании серы около 65% и отбирают в сосуды. Один образец сохраняют в виде суспензии, непрерывно перемешиваемой мешалкой, а другой образец оставляют для осаждения. PSD обоих образцов измеряют ежедневно в течение 7 дней, а затем еженедельно в течение 4 недель.

На 4 день 100 г как перемешанных, так и осаждённых образцов переносят в новый сосуд и добавляют порошок Mogwet™ до конечной концентрации Mogwet™ 5%. Образцы 5% Mogwet™ хранят в тех же условиях, что и выше, и измеряют ежедневно в течение одной недели и еженедельно в течение одного месяца. Все измерения представляют собой средние значения трёх повторов со стандартными ошибками.

Фиг. 18 показывает PSD P50 образцов, в которых концентрация Mogwet™ не изменялась. Представляется, что перемешивание образца задерживает рост частиц. Между 0 и 1 днем размер частиц перемешанного образца увеличился с 0,5 до 3 мкм, тогда как размер частиц осевшего образца увеличился сразу после получения до 3,5 мкм (день 0). Это позволяет предполагать, что перемешивание после приготовления задерживает осаждение растворённой серы на существующих частицах, таким образом задерживая рост частиц.

Фиг. 19 показывает средний перцентиль PSD (P50, мкм) для тех образцов, где к обработкам был добавлен дополнительный Mogwet™ (в День 4) для достижения общей концентрации 5,0%. При добавлении дополнительного поверхностно-активного вещества не наблюдалось значительного изменения размера частиц.

Пример 5. Методы определения ККМ дисперсии тонкоизмельчённой серы при различных концентрациях Triton X-405™ в водопроводной воде.

Следующие дисперсии тонкоизмельчённой серы протестированы и контролировались:

| Концентрация поверхностно-активного вещества (% масс. Triton X-405™) in диспергирующий раствор | Тип воды           |
|--|--------------------|
| 1%   | водопроводная вода |
| 1,5%   | водопроводная вода |
| 2%   | водопроводная вода |
| 5%   | водопроводная вода |

Свежие дисперсии тонкоизмельчённой серы получают при 100 Гц с водопроводной водой при концентрации серы около 60%. Образцы готовят с различными концентрациями поверхностно-активных веществ и немедленно отбирают, и определяют PSD после изготовления. PSD определяют ежедневно до тех пор, пока размер частиц не стабилизировался.

Фиг. 20-24 показывают 10-95-й процентиля размера частиц (микроны) дисперсии тонкоизмельчённой серы, полученной при 100 Гц с 1, 1,5, 2 и 5% Triton X-405™ в течение времени (часы) с водопроводной водой.

Фиг. 20 показывает, что 80-95-й процентиля размера частиц (микрон) увеличился, при этом 95-й перцентиль увеличился с 6 до 30 мкм через 24 ч после приготовления, а 80-й перцентиль увеличился с 5 до 13 мкм. С частицами меньшего размера не было отмечено значительных изменений. Это указывает на то, что ККМ ниже 1% Triton X-405™ в водопроводной воде.

Фиг. 21 показывает, что 70-95-й процентиля размера частиц (микроны) увеличились. 70-й перцентиль размера частиц увеличился с 3 до 9 мкм, а верхний 95-й перцентиль размера частиц увеличился с 6 до 40 мкм.

Фиг. 22 показывает, что 50-95-й процентиля увеличились, при этом 95-й перцентиль увеличился с 5 до 40 мкм, а среднее значение (50-й перцентиль) увеличилось с 3 до 11 мкм.

Фиг. 23 показывает, что 10-95-й процентиля размера частиц увеличились. 10-й перцентиль увеличился от менее 1 до 7 мкм, а верхний 95-й перцентиль размера частиц увеличился с 7 до 60 мкм.

Наблюдаемые изменения в размере частиц позволяют предполагать, что для образцов водопроводной воды, содержащих менее 1,5% Triton X405™, размеры частиц значительно не изменились ниже 80<sup>го</sup> перцентилля. Между 1% Triton X405™ и 2% Triton X405™ увеличивались только верхние процентиля размера частиц. При содержании более 2% Triton X405™ большинство перцентилей размера частиц значительно увеличиваются. Это позволяет предположить, что ККМ для водопроводной воды ниже 1% Triton X405™. Как и следовало ожидать, ККМ для Triton X405™ в деминерализованной воде должен

быть ниже, чем в водопроводной воде.

Интерпретация.

Ссылки в описании на "одно осуществление", "осуществление" и т.д. указывают, что описанное осуществление может включать конкретный аспект, признак, структуру или характеристику, но не каждое осуществление обязательно включает этот аспект, признак, структуру или характеристику. Более того, такие фразы могут, но необязательно, относиться к тому же осуществлению, которое упоминается в других частях описания. Кроме того, когда конкретный аспект, признак, структура или характеристика описываются в связи с осуществлением, специалист в данной области техники может затрагивать такой модуль, аспект, признак, структуру или характеристику или связать их с другими осуществлениями, независимо от того, описаны они или нет в явном виде. Другими словами, любой модуль, элемент или функция могут быть объединены с любым другим элементом или функцией в различных осуществлениях, если нет очевидной или внутренней несовместимости, или она специально исключена.

Следует отметить, что формула изобретения может быть составлена таким образом, чтобы исключить любой необязательный элемент. Как таковое, это исключение предназначено для того, чтобы служить предшествующей основой для использования исключительной терминологии, такой как "исключительно", "только" и т.п., в связи с изложением элементов формулы изобретения или использованием "отрицательного" ограничения. Термины "предпочтительно", "предпочтительный", "предпочитают", "необязательно", "может" и аналогичные термины используются для указания на то, что упоминаемый элемент, условие или этап является необязательным (не обязательным) признаком изобретения.

Формы единственного числа "один", "любой" и "этот" включают множественное число, если контекст явно не диктует иное. Термин "и/или" означает любой из элементов, любую комбинацию элементов или все элементы, с которыми связан этот термин. Фраза "один или более" легко понятна специалисту в данной области техники, особенно при чтении в контексте её использования.

Термин "около" может относиться к изменению в пределах  $\pm 5\%$ ,  $\pm 10\%$ ,  $\pm 20\%$  или  $\pm 25\%$  от указанного значения. Например, "около 50%" в некоторых осуществлениях может иметь отклонение от 45 до 55%. Для целочисленных диапазонов термин "около" может включать одно или два целых числа больше и/или меньше указанного целого числа на каждом конце диапазона. Если в описании не указано иное, термин "около" предназначен для включения значений и диапазонов, близких к приведённому значению или диапазону, которые эквивалентны с точки зрения функциональности композиции или осуществления.

Как будет понятно специалисту в данной области техники, для любых и всех целей, в частности, с точки зрения предоставления письменного описания, все перечисленные в документе диапазоны также охватывают любые и все возможные поддиапазоны и комбинации поддиапазонов, а также отдельные значения, составляющие диапазон, в частности целочисленные значения. Указанный диапазон включает каждое конкретное значение, целое, десятичное число или единичный элемент в пределах диапазона. Любой указанный диапазон можно легко распознать как достаточно описывающий и позволяющий разбить один и тот же диапазон по меньшей мере на равные половины, трети, четверти, пятые или десятые части. В качестве неограничивающего примера каждый обсуждаемый в документе диапазон можно легко разбить на нижнюю треть, среднюю треть и верхнюю треть и т.д.

Как также будет понятно специалисту в данной области техники, все выражения, такие как "между", "до", "по меньшей мере", "более", "менее", "более чем", "или более" и т.п., включают перечисленное количество(а), и такие термины относятся к диапазонам, которые впоследствии могут быть разбиты на поддиапазоны, как описано выше. Таким же образом все указанные здесь соотношения также включают все суб-соотношения, попадающие в более широкое соотношение.

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ приготовления суспензии тонкоизмельчённой серы, включающий стадии:
  - (а) измерение критической концентрации мицеллообразования (ККМ) поверхностно-активного вещества в водном диспергирующем растворе;
  - (б) приготовление эмульсии жидкой серы в водном диспергирующем растворе с поверхностно-активным веществом с концентрацией ниже его критической концентрации мицеллообразования (ККМ);
  - (с) отверждение капель жидкой серы для получения суспензии тонкоизмельчённой серы.
2. Способ по п.1, в котором концентрация поверхностно-активного вещества составляет менее около 75, 50, 40, 30 или 20% его ККМ.
3. Способ по любому из пп.1 или 2, в котором поверхностно-активное вещество включает анионное поверхностно-активное вещество или неионогенное поверхностно-активное вещество.
4. Способ по п.3, в котором поверхностно-активное вещество включает нафталинсульфонат или октилфенолэтоксилат.
5. Способ по любому из пп.1-4, в котором концентрация поверхностно-активного вещества составляет менее около 0,75 мас.%.
6. Способ по любому из пп.1-5, в котором диспергирующий раствор готовят из деминерализован-

ной воды.

7. Способ по любому из пп.1-6, включающий дополнительную стадию периодического перемешивания суспензии тонкоизмельчённой твёрдой серы.

8. Суспензия тонкоизмельчённой серы, полученная способом по любому из пп.1-7, которая диспергирована в растворе, содержащем водный диспергирующий агент, включающий поверхностно-активное вещество в концентрации ниже 1,5 мас.% и ниже его критической концентрации мицеллообразования (ККМ).

9. Суспензия по п.8, в которой средний или медианный размер частиц составляет менее 5 мкм и средний или медианный размер частиц, по существу, не увеличивается в течение 7 дней.

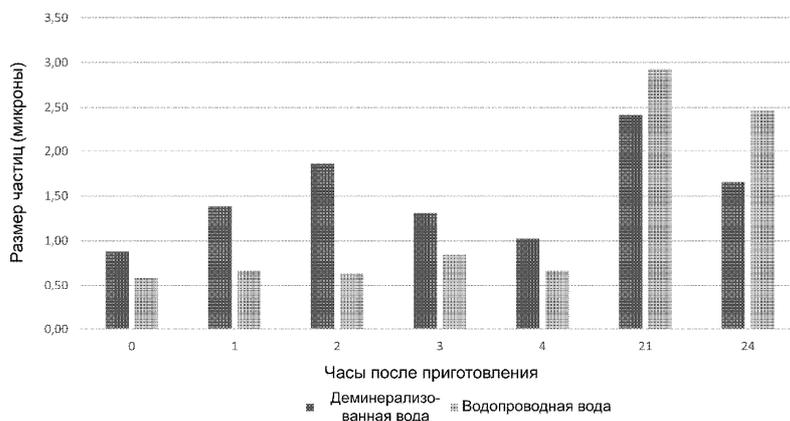
10. Суспензия по п.8 или 9, в которой средний или медианный размер частиц менее 50-го перцентиля и, по существу, не увеличивается во времени.

11. Суспензия по любому из пп.8-10, дополнительно включающая соль удобрения, такую как мочеви́на - нитрат аммония (UAN), сульфат аммония, полифосфат аммония (APP).

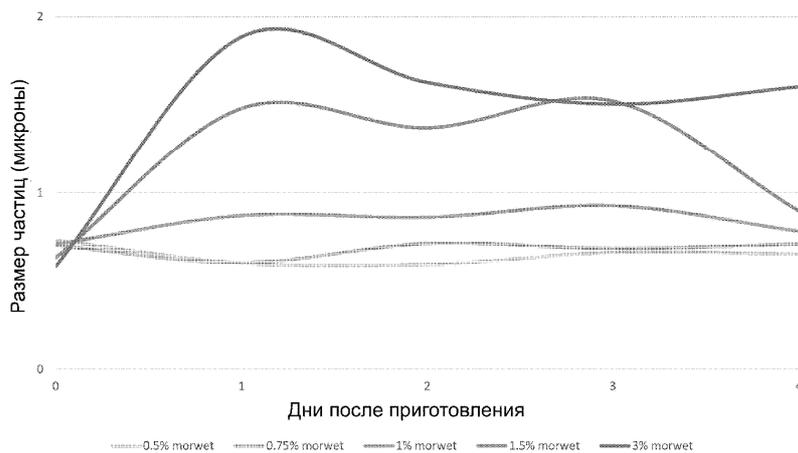
12. Суспензия по любому из пп.8-11, дополнительно включающая гербицид, пестицид или фунгицид.

13. Суспензия по любому из пп.8-12, дополнительно включающая суспендирующий агент, такой как полисахарид, такой как замещённый или незамещённый крахмал, пектат, альгинат, каррагенат, гурамиарабик, гуаровая камедь и ксантановая камедь или глина.

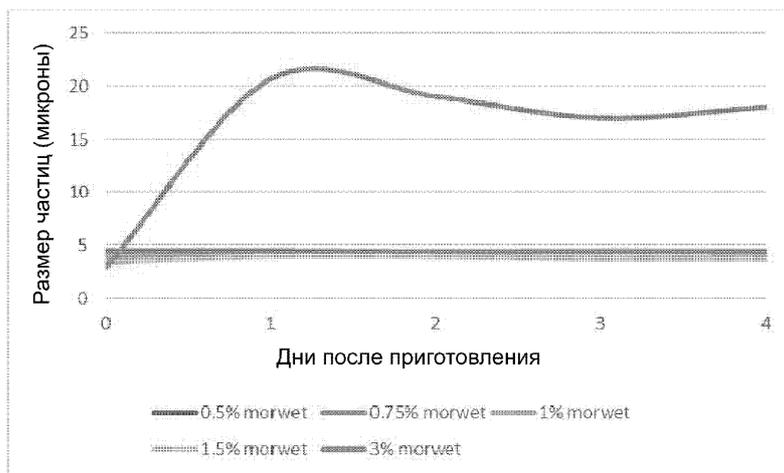
14. Суспензия по любому из пп.8-13, в которой раствор не содержит солиобилизированной серы.



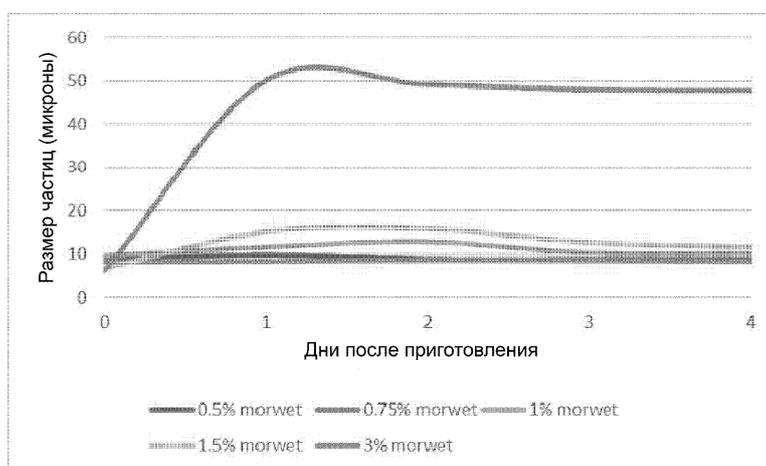
Фиг. 1



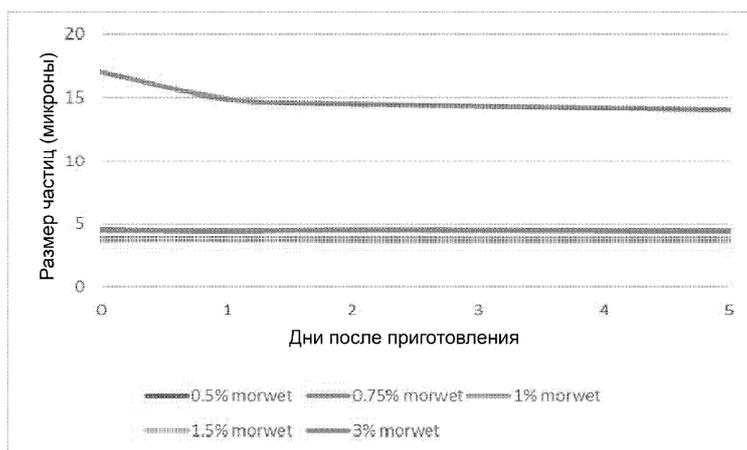
Фиг. 2



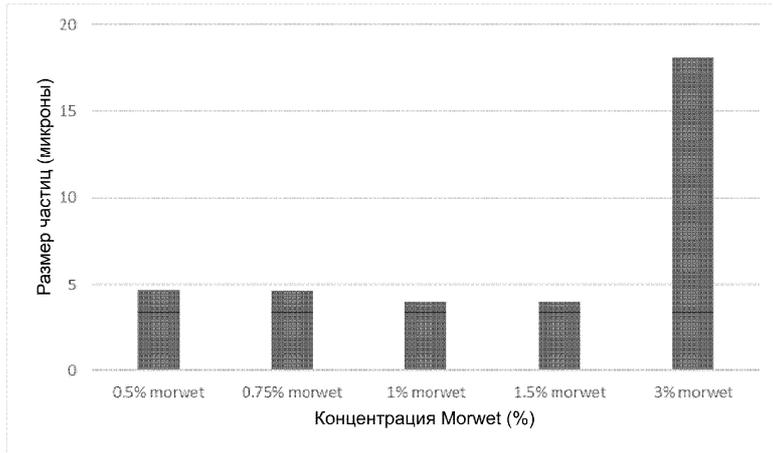
Фиг. 3



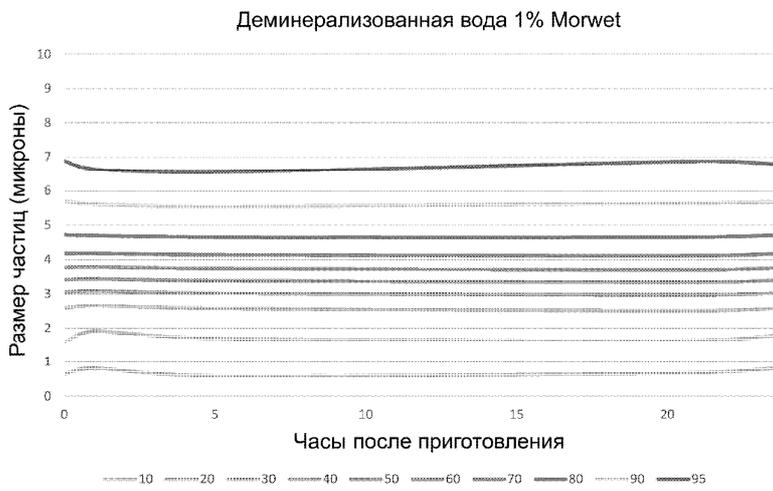
Фиг. 4



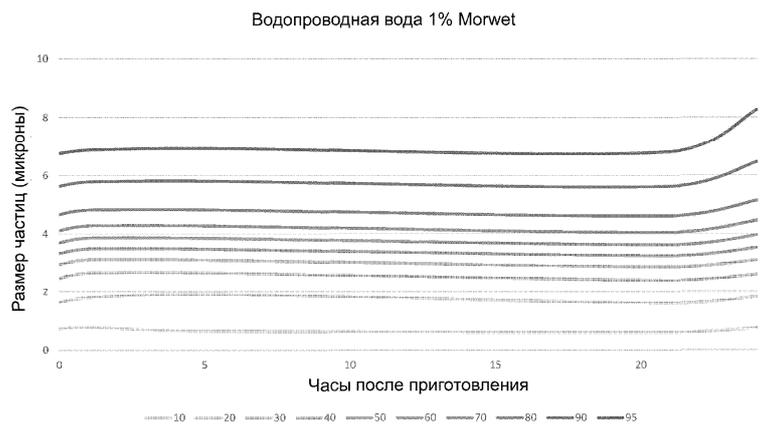
Фиг. 5



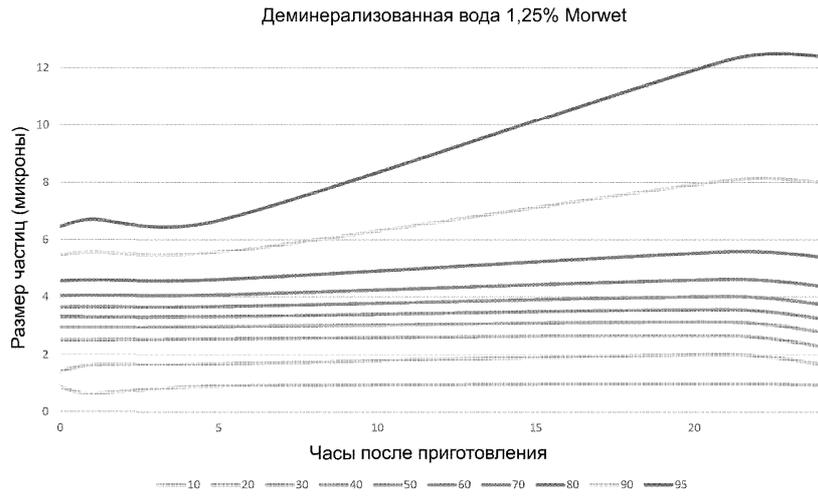
Фиг. 6



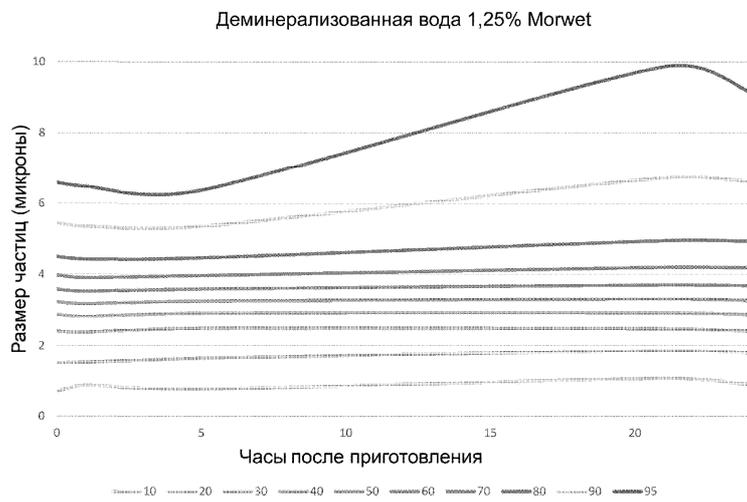
Фиг. 7



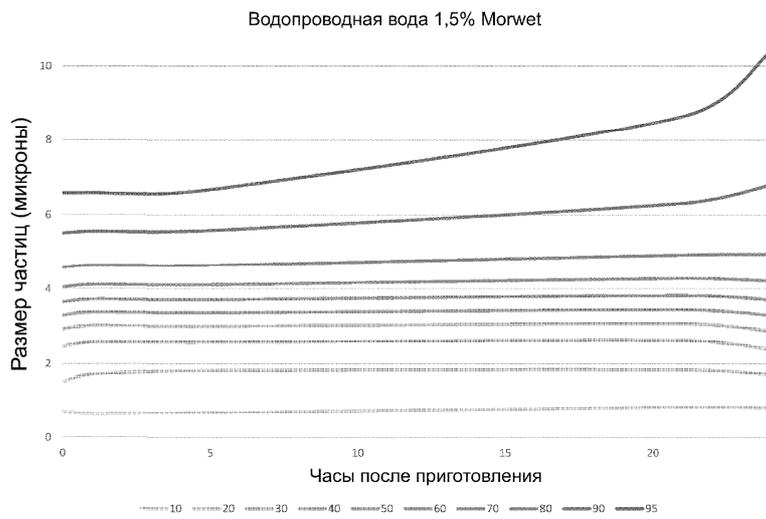
Фиг. 8



Фиг. 9

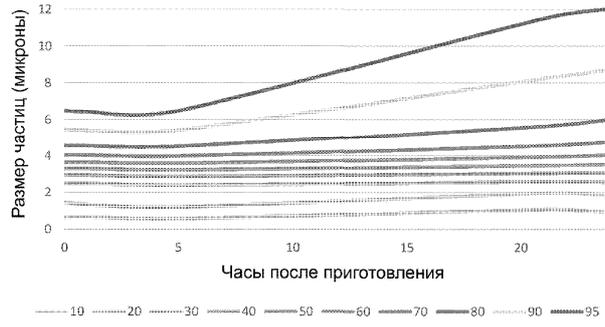


Фиг. 10



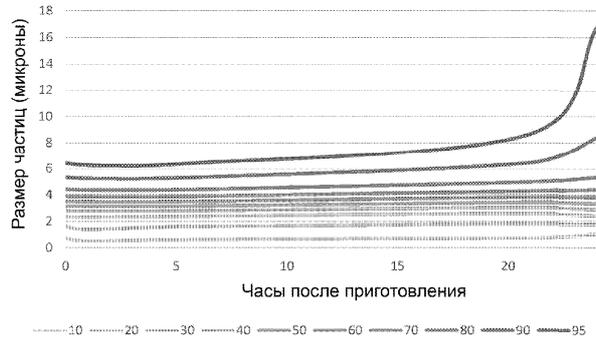
Фиг. 11

Деминерализованная вода 2% Morwet



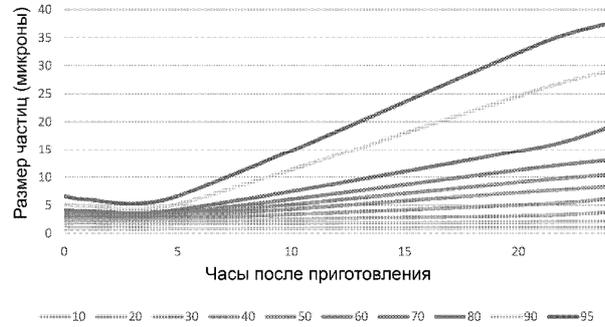
Фиг. 12

Водопроводная вода 2% Morwet



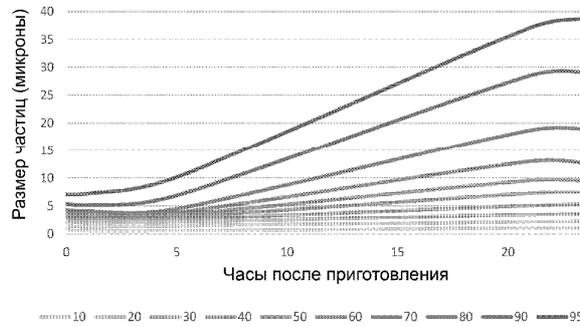
Фиг. 13

Деминерализованная вода 3% Morwet

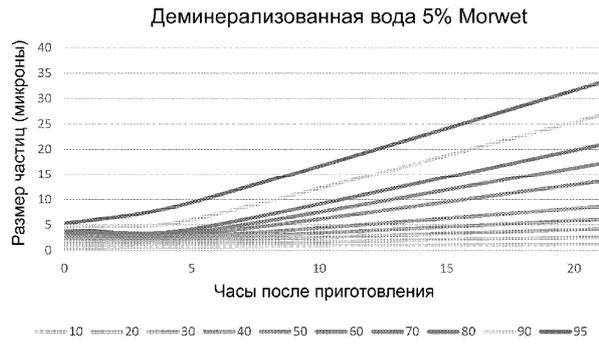


Фиг. 14

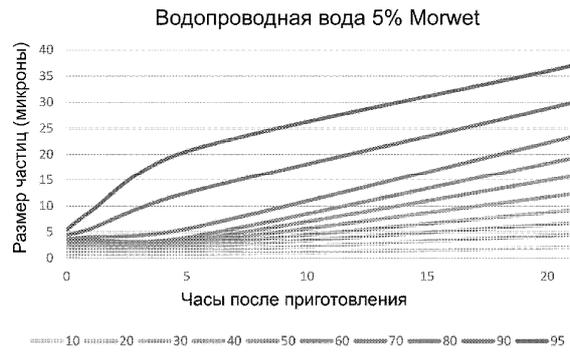
Водопроводная вода 3% Morwet



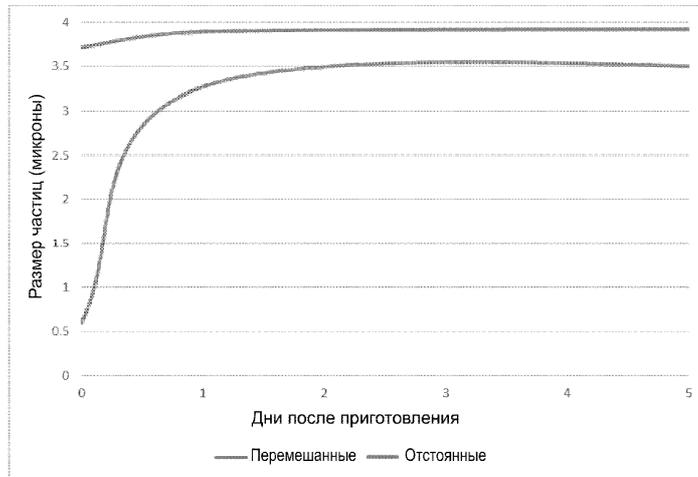
Фиг. 15



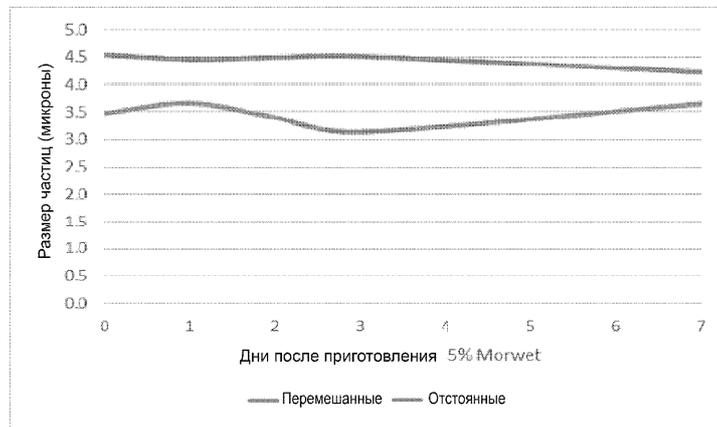
Фиг. 16



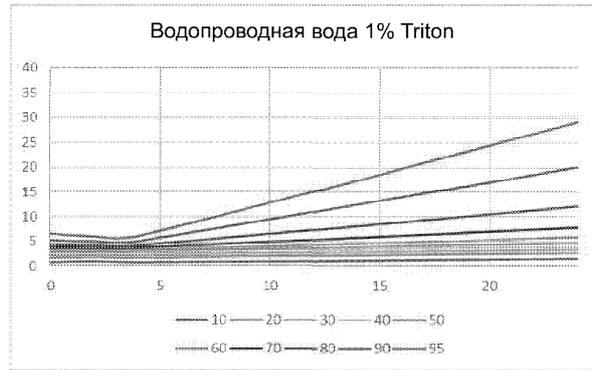
Фиг. 17



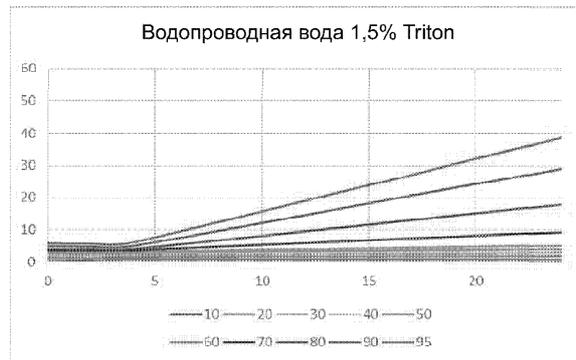
Фиг. 18



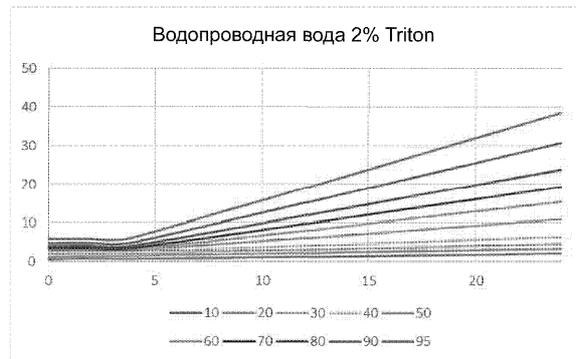
Фиг. 19



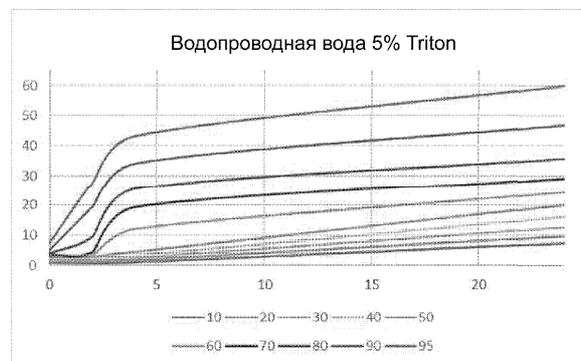
Фиг. 20



Фиг. 21



Фиг. 22



Фиг. 23