



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **128337** (13) **C2**
(51) МПК (2024.01)

C01B 17/10 (2006.01)
C01B 17/02 (2006.01)
C05D 9/00
C05G 5/00
C08J 3/24 (2006.01)
C08K 3/011 (2018.01)
C08K 3/06 (2006.01)
F42B 12/72 (2006.01)
C09K 23/12 (2022.01)
C09K 23/42 (2022.01)
B01F 23/50 (2022.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: а 2021 04304	(72) Винахідник(и): Мекі Роберт (CA), Себастьян Брі (CA), Флегель Мітчел (CA)
(22) Дата подання заявки: 23.12.2019	(73) Володілець (володільці): САЛВАРІС ІНК., 6443 - 2nd Street S.E., Calgary, Alberta T2H 1J5, Canada (CA)
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: 13.06.2024	(74) Представник: Слободянюк Алла Василівна, реєстр. №25
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: 62/786,134	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 17837 A, 03.06.1997 US 2014193324 A1, 10.07.2014 WO 2010/102389 A1, 16.09.2010 US 2017327430 A1, 16.11.2017 WO 2017/147695 A1, 08.09.2017 Synthesis of sulfur nanoparticles in aqueous surfactant solutions / R. G. Chaudhuri et al. // Journal of Colloid and Interface Science. 2009. Vol. 343. P. 439 - 446.
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: 28.12.2018	
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку: US	
(41) Публікація відомостей про заявку: 10.11.2021, Бюл.№ 45	
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: 12.06.2024, Бюл.№ 24	
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ: РСТ/CA2019/051904, 23.12.2019	

(54) ПОРОШОК ТОНКОПОДРІБНЕНОЇ СІРКИ**(57) Реферат:**

Запропонований спосіб одержання продукту у вигляді порошку тонкоподрібненої сірки, включаючи приготування емульсії тонкоподрібненої сірки з розплавленої сірки й розчину диспергуючого агента, який включає поверхнево-активну речовину в концентрації, меншій критичної концентрації міцелотворення поверхнево-активної речовини.

UA 128337 C2

Область техніки, до якої відноситься винахід

Цей винахід відноситься до способу переробки елементарної сірки в тонкоподрібнені частки.

Відомий рівень техніки

Елементарна сірка є важливим інгредієнтом у декількох промислових застосуваннях, включаючи добрива для сільськогосподарських культур, виробництво боєприпасів і вулканізацію гуми.

У відомому рівні техніки одне з утруднень при використанні елементарної сірки у вигляді часток при внесенні добрив полягає в тому, що при внесенні в ґрунт часток розміром більше 100 мікронів сірка дуже повільно досягає корінь рослин. Сірка в елементарній формі нерозчинна у воді й, отже, не може поглинатися корінням рослин. Під дією мікробів вона перетворюється у водорозчинний сульфат, який згодом легко поглинається корінням рослин.

Пряме внесення водорозчинних сульфатних добрив можливе, але поглинання ускладнюється через надмірне розчинення, а також неконтрольоване вивільнення й вилугування, що призводить до низької окупності вкладених ресурсів.

Перетворення елементарної сірки у вигляді часток у сульфатну сірку значно більш ефективно, коли частки мають невеликий розмір, особливо при розмірі часток менше близько 30 мікронів, тобто в діапазоні розмірів, які зазвичай називають тонкоподрібненою сіркою. При внесенні в ґрунт, у якому вирощуються рослини, тонкоподрібнена сірка може забезпечити рослини поживними речовинами в той самий сезон внесення, і, як така, тонкоподрібнена сірка має цінність і застосовується у виробництві добрив.

Існує також застосування тонкоподрібненої сірки у виробництві боєприпасів, оскільки тонкоподрібнені частки сірки згоряють більш повно й з більшою ефективністю в порівнянні з великими частками сірки. Використання однорідних тонкоподрібнених часток сірки дрібного розміру при виробництві боєприпасів могло б привести до одержання більш якісних і надійних боєприпасів.

Виробництво автомобільної й авіаційної гуми також вимагає більших кількостей тонкоподрібненого порошку сірки для вулканізації каучуку. Реакція між сіркою й каучуком приводить до дуже твердого й міцного матеріалу з фізичними властивостями, які можуть зберігатися в порівняно широкому діапазоні температур. Таким чином, чим дрібніший порошок сірки, тим ефективнішою буде реакція з каучуком і тим вищою буде якість виробленої гуми. Тонкоподрібнена сірка також широко використовується в латексній промисловості в якості агента, що вулканізує, для надання міцності виробам. Більш дрібні частки сірки скорочують час тверднення й забезпечують кращу міцність на розрив таким продуктам, як латексні рукавички, матраци і т.д.

В інших сферах застосування в лакофарбовій промисловості також використовується дуже дрібний порошок сірки як колірної суміші. Тонкоподрібнена сірка також широко використовується в якості фунгіциду, інсектициду й пестициду, а також у медичних цілях для лікування шкірних захворювань у людей.

Тонкоподрібнений порошок сірки може бути отриманий шляхом здрібнювання шматків сірки у механічному подрібнюючому устаткуванні. Звичайні результати здрібнювання залежать від значної витрати енергії, особливо в обставинах, коли потрібні частки дуже дрібного розміру. Крім того, технології здрібнювання для виробництва тонкоподрібненого порошку сірки становлять небезпеку пожежі й вибуху. Сірка є легкозаймистою й вибухонебезпечною речовиною, і за своєю природою механічне здрібнювання може привести до ризику вибуху.

Тому в даній області техніки існує потреба в альтернативних способах одержання тонкоподрібнених часток сірки.

Короткий виклад суті винаходу

В одному аспекті винахід включає спосіб одержання тонкоподрібненої сірки, який включає стадії:

(а) приготування емульсії рідкої сірки у водному диспергуючому розчині, який містить поверхнево-активну речовину в концентрації нижче її критичної концентрації міцелоутворення (ККМ); і

(б) отвердження крапель рідкої сірки з одержанням суспензії тонкоподрібненої сірки.

У деяких втіленнях кількість поверхнево-активної речовини може бути оптимізована шляхом вимірювання ККМ у розчині й визначення оптимальної концентрації поверхнево-активної речовини, яка мінімізує розмір часток і/або розподіл розміру часток. ККМ поверхнево-активної речовини можна виміряти шляхом вимірювання її поверхневого натягу з використанням стандартних методик і устаткування, відомих фахівцям у даній області техніки. Переважно концентрація поверхнево-активної речовини становить менше близько 75 %, 50 %, 40 %, 30 % або 20 % ККМ.

Поверхнево-активна речовина може включати аніонну поверхнево-активну речовину або неіоногенну поверхнево-активну речовину, таку як нафталінсульфонат або октилфенолетоксилат.

У кращих втіленнях концентрація поверхнево-активної речовини становить менше близько 0,75 % мас.

В іншому аспекті винахід може включати тонкоподрібнений продукт із сірки, середній або медіанний розмір часток якого становить близько 5 мікронів або менше, або переважно близько 3 мікронів або менше. В іншому аспекті винахід може включати тонкоподрібнений продукт сірки, у якому 95 % часток мають розмір менше близько 12, 10, 9 або 8 мікрон.

В іншому аспекті винахід може включати тонкоподрібнений порошкоподібний продукт сірки, диспергований у розчині, який містить водний диспергуючий агент, що містить поверхнево-активну речовину в концентрації нижче 1,5 % мас. і нижче її критичної концентрації міцелоутворення (ККМ). У кращих втіленнях середній або медіанний розмір часток становить менше близько 5 мкм або менше близько 3 мкм, і середній або медіанний розмір часток по суті не збільшується протягом 24 годин, 2, 3, 4, 5, 6, 7 або 30 діб зберігання.

Переважно середній розмір часток у межах 50^{го}, 60^{го}, 70^{го}, 80^{го}, 90^{го} або 95^{го} процентиля згодом по суті не збільшується.

У деяких втіленнях продукт може додатково включати сіль добрива, таку як сечовина нітрат амонію (UAN), сульфат амонію, поліфосфат амонію (APP) і/або гербіцид, пестицид або фунгіцид.

У деяких втіленнях продукт є рідка суспензія й додатково містить суспендуючий агент, такий як полісахарид, такий як заміщений або незаміщений крохмаль, пектат, альгінат, карагенат, гуміарабік, гуарова камедь і ксантанова камедь або глина.

У кращих втіленнях суспензія не містить солюбілізованої сірки.

Короткий опис креслень

Фіг. 1. Середній процентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки отриманої при 100 Гц із використанням різних джерел води в період часу (години).

Фіг. 2. Середній нижній процентиль PSD (P10, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) у демінералізованій воді.

Фіг. 3. Середній процентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) у демінералізованій воді.

Фіг. 4. Середній верхній процентиль PSD (P95, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) у демінералізованій воді.

Фіг. 5. Середній процентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) у демінералізованій воді, де всі концентрації Morwet були збільшені до 5 % на 4 день.

Фіг. 6. Середній процентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ у демінералізованій воді, де всі зразки з 5 % Morwet Фіг. 5 були нагріті до 80 °C.

Фіг. 7. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 1 % Morwet™ в період часу (години) у демінералізованій воді.

Фіг. 8. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 1 % Morwet™ в період часу (години) у водопровідній воді.

Фіг. 9. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 1,25 % Morwet™ в період часу (години) у демінералізованій воді.

Фіг. 10. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 1,5 % Morwet™ в період часу (години) у демінералізованій воді.

Фіг. 11. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 1,5 % Morwet™ в період часу (години) у водопровідній воді.

Фіг. 12. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 2 % Morwet™ в період часу (години) у демінералізованій воді.

Фіг. 13. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії

тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 2 % Morwet™ в період часу (години) у водопровідній воді.

Фіг. 14. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 3 % Morwet™ в період часу (години) у демінералізованій воді.

Фіг. 15. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 3 % Morwet™ в період часу (години) у водопровідній воді

Фіг. 16. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 5 % Morwet™ в період часу (години) у демінералізованій воді.

Фіг. 17. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 5 % Morwet™ в період часу (години) у водопровідній воді

Фіг. 18. Середній перцентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки при 100 Гц, яка перемішувалася або залишалася недоторканою (осадженою) протягом часу (дні) без додавання додаткової поверхнево-активної речовини.

Фіг. 19 представляє середній перцентиль PSD (P50, мкм) для тих зразків, у яких на 4 день до обробок був доданий додатковий Morwet™, усього 5,0 %.

Фіг. 20. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток п(мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 1 % Triton X-405 в період часу (години) у звичайній водопровідній воді.

Фіг. 21. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 1,5 % Triton X-405 в період часу (години) у звичайній водопровідній воді.

Фіг. 22. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц, отриманої з використанням 2 % Triton X-405 в період часу (години) у звичайній водопровідній воді.

Фіг. 23. 10^й, 20^й, 30^й, 40^й, 50^й, 60^й, 70^й, 80^й, 90^й і 95^й процентилі розміру часток (мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 5 % Triton X-405 в період часу (години) у звичайній водопровідній воді.

Докладний опис представлених втілень

Як більш докладно описано нижче, даний винахід включає спосіб одержання тонкоподрібненої сірки. Продукт складається з дуже дрібних часток сірки, що мають середній діаметр близько 1-7 мікронів. Основний спосіб одержання тонкоподрібненої сірки описаний у патенті US № 8679446, повний зміст якого включено в заявку посиланням, при наявності законного дозволу.

У деяких втіленнях елементарну сірку розплавляють і окремо одержують перегрітий водний диспергуючий розчин для наступного змішування. Розплавлена сірка може бути отримана в посудині, що нагрівається, шляхом нагрівання кускової сірки або іншої сірчаної сировини до температури вище точки плавлення сірки. Зазвичай для цього потрібне нагрівання до температури близько 115-150 °С. Спеціальне устаткування, яке можна застосовувати для одержання розплавленої сірки, з використанням контрольованих параметрів процесу, які будуть виконувати завдання забезпечення плавлення й перекачування сірки, відоме фахівцям у даній області техніки.

Диспергуючий засіб може бути аніонною, катіонною, амфотерною або неіоногенною поверхнево-активною речовиною або їх комбінаціями. Поверхнево-активна речовина стабілізує емульсію рідкої розплавленої сірки в диспергуючому розчині під час процесу гомогенізації. У деяких втіленнях поверхнево-активна речовина включає аніонну поверхнево-активну речовину, таку як нафталінсульфонат (такий як Morwet™) або карбоксиметилцелюлозу. Придатні аніонні поверхнево-активні речовини включають, але не обмежуються ними, похідні лігніну, такі як лігносульфонати, ароматичні сульфонати й аліфатичні сульфонати, а також їх формальдегідні конденсати й похідні, жирні кислоти/карбоксилати, сульфоновані жирні кислоти й фосфатні ефіри алкілфенол- або поліалкіл- алкоксилати. Придатні катіонні поверхнево-активні речовини включають, але не обмежуються ними, азотовмісні катіонні поверхнево-активні речовини.

Альтернативно поверхнево-активна речовина може включати неіоногенну поверхнево-активну речовину, таку як етоксилат алкілфенолу (наприклад, етоксилат октилфенолу (Triton™ X-405)). В одному втіленні диспергуючий засіб включає неіоногенну поверхнево-активну речовину. Придатні неіоногенні поверхнево-активні речовини для використання в даному винаході включають алкоксильовані жирні спирти, алкоксильовані жирні кислоти,

алкоксильовані прості ефіри жирних кислот, алкоксильовані жирні аміді, етоксилати спиртів, етоксилати нонілфенолу, етоксилати октилфенолу, етоксильовані рослинні олії, етоксильовані мінеральні масла, алкоксильовані мінеральні масла, гліцериди, етоксилати рицинової олії та їхні суміші.

Хоча використання поверхнево-активної речовини в якості диспергуючого засобу відоме в даній області техніки, було встановлено, що зміна концентрації поверхнево-активної речовини дає несподіваний ефект. Концентрація поверхнево-активної речовини в диспергуючому розчині вказується в % мас. у диспергуючому розчині й контролюється, щоб була нижча за критичну концентрацію міцелоутворення (ККМ), яка буде варіюватися залежно від поверхнево-активної речовини й безлічі інших параметрів, включаючи джерело води, концентрацію солі в розчині й температуру. У кращих втіленнях концентрація поверхнево-активної речовини становить менше близько 75 %, 50 %, 40 %, 30 %, 20 % або 10 % ККМ.

ККМ поверхнево-активної речовини в розчині може бути визначена кількісно шляхом емпіричного вимірювання поверхневого натягу за допомогою тензіометра, що добре відоме в даній області техніки. ККМ визначається як точка, де перетинаються базова лінія мінімального поверхневого натягу та ділянка кривої, що лінійно знижується. Поверхневий натяг залежно від логарифма концентрації може бути презентовано графічно шляхом вимірювання серії змішаних вручну розчинів або з використанням комерційно доступного автоматизованого встаткування.

У деяких втіленнях диспергуючий розчин одержують із використанням демінералізованої води. Демінералізована вода може бути отримана різними методами, включаючи дистиляцію, зворотний осмос, ультрафільтрацію, деіонізацію іонообмінними смолами або будь-який інший метод очищення води. Використовуваний тут термін "демінералізована вода" означає воду, яка практично не містить розчинених іонів, незалежно від того, яким чином вона отримана. Одним з методів вимірювання чистоти демінералізованої води є випробування на провідність або, навпаки, випробування на питомий опір. Демінералізована вода, придатна для даного винаходу, буде мати провідність менше близько 100 мкСм/см при 20 °С, переважно менше близько 5,0 мкСм/см і більш переважно менше близько 2,0 мкСм/см. В альтернативних втіленнях диспергуючий розчин одержують із водопровідної води, криничної води або будь-якого доступного джерела води, яке може містити розчинені іони.

Диспергуючий розчин перегрівають під тиском до температури в діапазоні близько 115-150 °С. На практиці ємність високого тиску, здатна працювати в діапазоні близько 25-80 фунт/на кв. дюйм, є ефективною для забезпечення нагрівання по суті водяного розчину диспергатора до температури близько 115-150 °С, при цьому диспергуючий розчин залишається по суті в рідкій формі.

Розплавлена сірка й нагрітий диспергуючий розчин потім можуть бути змішані в гомогенізаторі для одержання емульгованої суспензії сірки. Можливе будь-яке придатне встаткування для гомогенізації з використанням механічних засобів або засобів гідравлічного зрушення. Наприклад, в одному втіленні можна використовувати гомогенізатор зі швидко обертовим механічним диском або встаткування для емульгування з форсункою високого тиску. Результатом цієї стадії буде емульгування розплавленої сірки у вигляді тонкоподрібненої дисперсної фази в диспергуючому розчині з утворенням емульсії сірки. Змінюючи швидкість змішувального обладнання, відстань між зубцями в механічних дисках або розмір/тиск струменя, що розпорошується, можна оптимізувати процес для одержання часток певного середнього розміру або певного максимального або мінімального розміру.

Після вивантаження з устаткування для емульгування або гомогенізації емульгована емульсія сірки може бути охолоджена будь-якими придатними засобами. Наприклад, емульсію можна остудити в теплообміннику або іншому подібному устаткуванні шляхом миттєвого випаровування емульсії при більш низькому тиску або просто її залишити остигати до температури нижче точки плавлення сірки. Переважно емульгована суспензія сірки охолоджується до температури нижче 100 °С для подальшої обробки. При охолодженні тонкоподрібнені краплі розплавленої сірки в емульсії затвердівають, утворюючи тверді частки сірки мікронного розміру.

Не бажаючи обмежуватися якою-небудь теорією вважають, що концентрація поверхнево-активної речовини виявляє дивний і несподіваний вплив на розмір часток затверділої сірки. Звичайно, коли поверхнево-активні речовини дисперговані у водяному розчині, вони можуть або адсорбуватися на гідрофобній/гідрофільній границі розділу, або самоорганізовуватися в об'ємі розчину. Адсорбція визначається як концентрація поверхнево-активних речовин на границі розділу, у той час як самоорганізація – це агрегація поверхнево-активних речовин у міцели.

У процесі здрібнювання сірки, описаному вище, поверхнево-активна речовина діє щонайменше частково, зменшуючи міжфазний натяг між практично нерозчинною розплавленою

сіркою й водною фазою. Рушійною силою адсорбції ПАР є зниження вільної енергії границі розділу фаз. По суті, молекули поверхнево-активної речовини будуть переважно збиратися на границі розділу, поки концентрація не досягне точки, коли енергія, необхідна для втримання молекули поверхнево-активної речовини на поверхні, більше не є придатною. У цей момент

поверхнево-активні речовини починають утворювати міцели в розчині, і це визначає критичну концентрацію міцелоутворення.

Елементарна сірка дуже погано розчиняється в чистій воді. Однак у присутності поверхнево-активних речовин розчинність сірки значно збільшується. Зі збільшенням концентрації поверхнево-активної речовини збільшується міцелоутворення й збільшується кількість солюбілізованої сірки. Уважається, що дрібні частки розчиняються швидше всього. Щоб зменшити загальну енергію системи, солюбілізована сірка потім осаджується на інших частках при охолодженні суспензії, що приводить до росту й кристалізації часток. Отже, якщо концентрація поверхнево-активної речовини збільшується вище ККМ під час процесу гомогенізації, вважається, що при охолодженні буде спостерігатися більший ріст часток.

ККМ залежить від декількох параметрів. Температура, іонна сила, тип іона й тип поверхнево-активної речовини, всі є важливими факторами. У випадку іонної поверхнево-активної речовини ККМ знижується в присутності іонів. Повністю іонізовані кінцеві групи приводять до значного за величиною електростатичного відштовхування між кінцевими групами, що перешкоджає утворенню міцел. Однак через високу напруженість електричного поля в цих кінцевих групах катіони швидко адсорбуються. Ця адсорбція знижує електростатичне відштовхування між кінцевими групами (через екранування) і підвищує стабільність міцел при більш низьких ККМ.

ККМ можна збільшити, додаючи такі речовини, як сечовина й формамід. Відомо, що вони компенсують шкідливий вплив високих концентрацій солі. Було встановлено, що додавання хаотропних агентів, таких як спирт, знижує ККМ. На ефекти ККМ також впливає концентрація хаотропа; звичайно більш висока концентрація хаотропа приводить до зменшення ККМ. І навпаки, антихаотропні агенти або космотропи, такі як сульфат амонію, можуть збільшувати ККМ.

Заявник установив, що зниження концентрації поверхнево-активної речовини може привести до більш дрібних, більш однорідних тонкоподрібнених часток сірки в середньому діапазоні 1-5 мікронів. У попередній роботі заявника були надійно отримані тонкоподрібнені частки сірки в середньому діапазоні 7 мікронів з використанням поверхнево-активної речовини нафталінсульфонат у діапазоні 1,5 % мас. у диспергуючому розчині й звичайній водопровідній воді. Уважається, що це результат обмеження розчинності сірки під час гомогенізації й зменшення росту розміру часток після затвердіння. Тому в кращих втіленнях диспергуючий розчин доводиться до концентрації поверхнево-активної речовини, значно нижче її ККМ, але все-таки достатньої для зменшення міжфазного натягу між рідкою сіркою й водою, щоб дозволити утворюватися тонкоподрібненій емульсії. На практиці вона може бути менше близько 75 %, 50 %, 40 %, 30 %, 20 % або 10 % ККМ.

Технологічна вода, використовувана для приготування розчину, може відрізнятися за твердістю, рН і провідністю залежно від джерела води на підприємстві. Іонна сила й тип іона суттєво впливають на характеристики поверхнево-активної речовини. Отже, у деяких втіленнях переважно визначити, як технологічна вода впливає на обрану поверхнево-активну речовину, а потім на фізичні характеристики, у першу чергу, розмір часток сірки. У деяких втіленнях спосіб включає випробування диспергуючого розчину для визначення ККМ обраної поверхнево-активної речовини.

Наприклад, розмір часток сірки збільшувався згодом, коли водопровідна вода, що містить іони, використовувалася в якості джерела води в процесі гомогенізації в порівнянні з використанням демінералізованої води. ККМ для іонних поверхнево-активних речовин у водопровідній воді, імовірно, нижче близько 2-3 % мас. концентрації поверхнево-активної речовини. Вище цієї концентрації розмір часток може збільшуватися й дійсно збільшується після приготування.

Отримана суспензія тонкоподрібненої сірки може зберігатися протягом значних періодів часу для наступного включення в добрива в гранульованій або рідкій формі. Невелика кількість поверхнево-активної речовини (нижче значення ККМ), імовірно, стабілізує суспензію, не викликаючи значної солюбілізації сірки.

Таким чином, суспензія тонкоподрібненої сірки, середній або медіанний розмір часток якої становить близько 5 мікронів або менше, або переважно близько 3 мікронів або менше, може бути стабільною при зберіганні. Відповідно до використання в описі "стабільна" суспензія є суспензією, середній розмір часток якої по суті не збільшується протягом щонайменше 24

годин, 2, 3, 4, 5, 6, 7 або 30 днів. У деяких втіленнях кращою стабільною суспензією є суспензія, у якій середній розмір часток менше, ніж P50, P60, P70, P80, P90 або P95^и процентилю розподілу часток за розмірами, по суті не збільшується згодом. Уважається, що розмір часток по суті не збільшується, якщо ріст розміру часток становить менше 50 %, 40 %, 30 %, 20 % або 10 % вихідного розміру.

Суспензія тонкоподрібненої сірки може бути змішана з іншими солями добрив, такими як сечовина-нітрат амонію (UAN), сульфат амонію, поліфосфат амонію (APP) або інші солі, або різними гербіцидами, пестицидами або фунгіцидами для виробництва продуктів комбінованих добрив, без ризику значного збільшення розміру часток протягом періоду від 1 тижня до 1 місяця або довше. Якщо бажане рідке добриво, можна також додати суспендуючий агент, такий як полісахарид, наприклад, заміщені крохмалі, пектати, альгірати, карагенати, гуміарабік, гуарова камедь і ксантанова камедь або глина.

У деяких втіленнях переважно періодично перемішувати або струшувати суспензію тонкоподрібненої сірки, оскільки це, очевидно, затримує розчинення й осадження розчиненої сірки на частках зі збільшенням розміру часток. Постійне або періодичне перемішування може сповільнити або виключити збільшення розміру часток після приготування.

Альтернативно суспензія може бути перероблена для одержання тонкодисперсного осаду або порошку сірки. Це може бути виконане з використанням легкодоступного встаткування для витягу або видалення диспергуючого розчину з дисперсії емульгованої сірки, такого як фільтруюче обладнання, таке як механічний фільтр, декантатор або центрифуга. Таким чином, тонкоподрібнені частки сірки, що утворилися в процесі емульгування, відділяються від диспергуючого розчину.

Додавання додаткової поверхнево-активної речовини до дисперсії тонкоподрібненої сірки після одержання, очевидно, не впливає на розмір часток тонкоподрібненої сірки, тому в деяких втіленнях може використовуватися додаткова поверхнево-активна речовина для підвищення стабільності дисперсії при зберіганні.

Додавання різних солей, таких як 1-5 % розчин солі, 1-5 % розчин сульфату амонію або 1-5 % розчину UAN, після одержання тонкоподрібненої сірки, очевидно, не впливає на середній розмір часток при використанні іонної поверхнево-активної речовини (наприклад, Morwet™) або неіоногенної (наприклад, Triton X-405) нижче близько 5 % поверхнево-активної речовини в диспергуючому розчині.

Приклади

Наступні приклади представлені для ілюстрації втілень винаходу й не призначені для обмеження заявленого винаходу.

Приклад 1 - Розподіл часток за розмірами

Розподіл часток за розмірами визначають для дисперсій тонкоподрібненої сірки, приготовлених з використанням різних джерел води.

1. Дисперсія тонкоподрібненої сірки + 1,5 % Morwet™ (% мас.) + демінералізована вода.

2. Дисперсія тонкоподрібненої сірки + 1,5 % Morwet™ (% мас.) + водопровідна вода.

Для кожної обробки одержують дисперсію тонкоподрібненої сірки з використанням 1,5 % Morwet™ D-425 і демінералізованої водопровідної води або води Калгарі (~448 мкСм/см). Зразок суміші збирають на виході з пілотної установки гомогенізатора, і розподіл часток за розмірами (PSD) визначають протягом 24 годин з використанням приладу Microtrac. Кожне вимірювання PSD виконують тричі й PSD представляють у вигляді значення діаметра часток при 50 % в інтегральній функції розподілу (PSD D50).

Дані PSD (Фіг. 1) показують, що розміри часток є відносно постійними протягом перших 4 годин моніторингу. Потім розмір часток збільшився як для зразків демінералізованої, так і для водопровідної води протягом 24 годин. Зразок у водопровідній воді збільшився в розмірі більше, ніж зразок у демінералізованій воді, що дозволяє припустити, що розчинені іони у водопровідній воді знижують ККМ Morwet™. Це падіння ККМ приводить до розчинення сірки в процесі гомогенізації й наступного осадження розчиненої сірки на існуючих частках при охолодженні, викликаючи невелике збільшення розміру.

Приклад 2: Методи визначення ККМ дисперсії тонкоподрібненої сірки при різних концентраціях Morwet™.

Наступні дисперсії тонкоподрібненої сірки тестують і спостерігаються:

Концентрація поверхнево-активної речовини (% мас. Morwet™) у диспергуючому розчині	Тип води
0,5 %	демінералізована
0,75 %	демінералізована
1 %	демінералізована
1,5 %	демінералізована
3,0 %	демінералізована

Свіжу тонкоподрібнену дисперсію сірки готують при 100 Гц (швидкість наконечника при гомогенізації) з демінералізованою водою при концентрації сірки близько 60 % сірки й відразу ж відбирають, і тестують на PSD після одержання. Далі зразки тестують щодня доти, поки розмір часток не стабілізується. Після виходу PSD на плато до зразків додають додаткову кількість Morwet™, щоб довести загальну концентрацію Morwet™ до 5 %. PSD перевіряють щодня, поки PSD не виходить на плато.

Зразки об'ємом двадцять мл з концентрацією Morwet™ 5 % переносять на гарячу плитку й нагрівають до 80 °C протягом 2 хвилин. PSD тестують відразу після нагрівання.

Фіг. 2 представляє середній нижній процентиль PSD (P10, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц, з різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) до додавання додаткової поверхнево-активної речовини. Матеріал дисперсії тонкоподрібненої сірки одержують зі свіжої дисперсії тонкоподрібненої сірки й демінералізованої води.

Фіг. 2 представляє збільшення розміру часток у зразках з 1,5 % і 3 % Morwet™ після 1 дня від близько 0,5 до 1,5 мкм. Розмір часток зразка, що містить менше 1,5 % Morwet™, по суті не змінюється й залишається нижче 0,7 мікрон, що свідчить про те, що самі дрібні із часток не збільшувалися в розмірі.

Фіг. 3 представляє середній процентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) до додавання додаткової поверхнево-активної речовини. Матеріал дисперсії тонкоподрібненої сірки одержують зі свіжої дисперсії тонкоподрібненої сірки й демінералізованої води.

Фіг. 3 представляє розмір часток менше 5 мкм для зразків, що містять менше 3 % Morwet™, і розмір часток 20 мкм із 3 % Morwet™. Ці дані показують, що ККМ, яка викликає значне розчинення сірки й ріст часток, перебуває в діапазоні 1,5-3 % концентрації Morwet™ під час процесу гомогенізації в демінералізованій воді.

Фіг. 4 представляє середній верхній процентиль PSD (P95, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні) до додавання додаткової поверхнево-активної речовини. Матеріал дисперсії тонкоподрібненої сірки отриманий зі свіжої дисперсії тонкоподрібненої сірки й демінералізованої води.

Як видно на Фіг. 4, значний ріст часток відбувається при концентраціях Morwet™ вище 1,5 % під час процесу гомогенізації, від 6 мікронів до 50 мікронів. Він також показує менше збільшення розміру часток при концентрації Morwet™ 1,5 % з 6 мікрон до 15 мікронів. Це показує, що при концентраціях Morwet™ 1,5 % або вище в процесі гомогенізації буде відбуватися ріст розміру часток.

Фіг. 5 представляє середній процентиль PSD (P50, мкм) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із різними концентраціями Morwet™ протягом часу (дні), зі свіжого матеріалу й демінералізованої води. Кінцева концентрація Morwet™ згодом збільшена до 5,0 % для всіх зразків. Ніякої значної зміни розміру часток не спостерігалось протягом 5 днів після збільшення кількості поверхнево-активної речовини, що додається.

Щоб визначити, чи відіграє тепло значну роль у розчиненні сірки, усі 5 % зразки нагрівають до 80 °C протягом двох хвилин і визначають розмір часток. Фіг. 6 представляє середній процентиль PSD (P50, мкм) зразків з 5,0 % Morwet™ після нагрівання до 80 °C. Фіг. 6 показує, що середній розмір часток не збільшився значно в порівнянні з тим, що презентовано на Фіг. 5. Розчинення при цій температурі не спостерігається в зазначений період часу.

Приклад 3: Методи визначення ККМ дисперсії тонкоподрібненої сірки при різних концентраціях Morwet™ у демінералізованій і водопровідній воді.

Наступні дисперсії тонкоподрібненої сірки тестують і спостерігають:

Концентрація поверхнево-активної речовини (% мас. Morwet™) у диспергуючому розчині	Тип води
1 %	демінералізована
1,5 %	демінералізована
2 %	демінералізована
3 %	демінералізована
5 %	демінералізована
1 %	водопровідна вода
1,5 %	водопровідна вода
2 %	водопровідна вода
3 %	водопровідна вода
5 %	водопровідна вода

Свіжі дисперсії тонкоподрібненої сірки одержують при 100 Гц або з демінералізованою, або з водопровідною водою при концентрації сірки близько 60 %. Зразки готують із різними концентраціями поверхнево-активних речовин і негайно відбирають, і визначають PSD після приготування. PSD визначають щогодини або щодня доти, поки розмір часток не стабілізується.

На Фіг. 7 і 8 показано 10^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 1 % Morwet™ протягом часу (години) або з демінералізованою (Фіг. 7), або з водопровідною водою (Фіг. 8).

Фіг. 7 і 8 показують, що протягом перших 24 годин після одержання не спостерігається значного збільшення розміру часток. Для зразка водопровідної води спостерігалася невелике збільшення 95^{го} процентиля з 7 мікрон до 8 мікронів через 22 години, але, як правило, розмір часток не збільшувався ні в демінералізованій, ні у водопровідній воді з 1 % Morwet™.

Фіг. 9-11 показують 10^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 1,25 % Morwet™ (Фіг. 9) протягом часу (години) у демінералізованій воді й з 1,5 % Morwet™ протягом часу (години) з демінералізованою (Фіг. 10) або водопровідною водою (Фіг. 11).

Фіг. 9 показує, що верхній 95^й процентиль розміру часток в 1,25 % Morwet™ через 5 годин після одержання збільшився приблизно з 6 до 12 мікронів. Процентилі меншого розміру часток по суті не змінилися, що свідчить про ріст тільки більших часток. Передбачається, що в процесі гомогенізації елементарна сірка розчинялася й потім осаджувалася на більших частках. Це також указує на те, що ККМ для демінералізованої води нижче 1,25 % Morwet™.

Фіг. 10 також показує, що верхній 95^й процентиль розміру часток у зразку з 1,5 % Morwet™ і демінералізованою водою через 5 годин після приготування збільшився від 6 до 9 мікронів, що дозволяє припустити, що більші частки збільшилися в розмірі, тоді як дрібніші частки по суті не змінилися.

Фіг. 11 показує, що верхній 95^й процентиль розміру часток у зразку з 1,5 % Morwet™ і водопровідною водою через 5 годин після приготування злегка збільшився приблизно з 6,5 до 10,5 мікрон. Процентилі меншого розміру часток по суті не змінюються й тому припускають, що тільки більші частки небагато збільшилися в розмірі.

Фіг. 12 і 13 показують 10^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 2 % Morwet™ протягом часу (години) з використанням демінералізованої (Фіг. 12) або водопровідної води (Фіг. 13).

Фіг. 12 показує, що верхні 80^й – 95^й процентилі збільшилися, а 95^й процентиль збільшився приблизно з 6 до 12 мікронів через 5 годин після приготування. Це показує, що частки більшого розміру збільшувалися в розмірі, але частки меншого розміру залишалися відносно незмінними.

Фіг. 13 показує, що верхні 90^й – 95^й процентилі збільшилися, а 95^й процентиль збільшився з 6 до 17 мікронів через 20 годин після приготування. Із частками меншого розміру не було відзначено значних змін.

Фіг. 14 і 15 показують 10^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із використанням 3 % Morwet™ протягом часу (години) з використанням демінералізованої (Фіг. 14) або водопровідної води (Фіг. 15).

Фіг. 14 показує, що 40^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) збільшилися через 5 годин після приготування. Середній (50^й процентиль) розмір часток збільшився приблизно від 3 до 6 мікронів, тоді як верхній 95^й процентиль збільшився приблизно з 6 до 38 мікронів.

Фіг. 15 показує, що 40^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) також збільшилися в розмірі через 5 годин після приготування. Середній (50^й процентиль) розмір часток збільшився з 3 до 7 мікронів, а верхній 95^й процентиль збільшився з 7 до 38 мікрон. Це означає, що ККМ нижче 3 %

Morwet™ у водопровідній воді.

Фіг. 16 і 17 показують 10^й-95^й проценти́лі розміру часток (мікрони) дисперсії тонкоподрібненої сірки отриманої при 100 Гц із використанням 5 % Morwet™ протягом часу (години) або з демінералізованою (Фіг. 16), або з водопровідною водою (Фіг. 17).

5 Фіг. 16 показує, що 30^й-95^й проценти́лі розміру часток (мікрон) значно збільшилися в розмірі через 5 годин після приготування, причому 95-й проценти́лі збільшився майже відразу після одержання. Середній (50^й проценти́лі) розмір часток збільшився приблизно з 2,5 до 8 мікронів, тоді як 95^й проценти́лі збільшився з 6 до 33 мікронів.

10 Фіг. 17 показує 10^й-95^й проценти́лі розмірів часток (мікрон), які значно збільшилися в розмірі через 5 годин після приготування, де 90^й і 95^й проценти́лі збільшилися відразу після приготування. Нижній 10^й проценти́лі розміру часток збільшився приблизно з 0,7 до 2 мікронів, середній (50^й проценти́лі) збільшився приблизно з 2,6 до 12 мікронів, а верхній 95^й проценти́лі збільшився приблизно з 5 до 37 мікронів.

15 Спостережувані зміни в розмірі часток дозволяють припускати, що для зразків демінералізованої води, що містять менше 1,25 % Morwet™, розмір часток по суті не змінився. Між 1,25 % Morwet™ і 3 % Morwet™ змінювався тільки верхній проценти́лі розміру часток. При концентрації Morwet™ більше 3 % більшість проценти́лей розміру часток значно збільшуються в розмірах. Для водопровідної води невелике збільшення розміру часток у верхніх проценти́лях розміру часток спостерігалось між 1,5 % і 3 % Morwet™, але не спостерігалось значних змін для середнього або нижнього проценти́лей розміру часток. При 3 % Morwet™ і вище спостерігалися значні зміни розміру часток для всіх проценти́лей розміру часток. Це дозволяє припустити, що ККМ для демінералізованої води становить 1-1,25 % Morwet™, а для водопровідної води 2-3 % Morwet™. При цих концентраціях Morwet™ значне розчинення сірки відбувається в процесі гомогенізації й викликає значний ріст часток при охолодженні.

25 Приклад 4: Методи визначення PSD дисперсії тонкоподрібненої сірки протягом часу з 1,5 % або 5,0 % Morwet™ у перемішаному або відстояному стані.

Дисперсії тонкоподрібненої сірки, які були протестовані й контролювалися, приготовлені в такий спосіб:

1. 1,5 % Morwet™ + демінералізована вода
- 30 2. 5 % Morwet™ + демінералізована вода

Рідку дисперсію тонкоподрібненої сірки готують при 100 Гц і вмісті сірки близько 65 % і відбирають у ємності. Один зразок зберігають у вигляді суспензії, що безупинно перемішується мішалкою, а інший зразок залишають для осадження. PSD обох зразків вимірюють щодня протягом 7 днів, а потім щотижня протягом 4 тижнів.

35 На 4 день 100 г як перемішаних, так і осаджених зразків переносять у нову ємність й додають порошок Morwet™ до кінцевої концентрації Morwet™ 5 %. Зразки 5 % Morwet™ зберігають у тих самих умовах, що й вище, і вимірюють щодня протягом одного тижня й щотижня протягом одного місяця. Усі вимірювання представляють собою середні значення трьох повторів зі стандартними похибками.

40 Фіг. 18 показує PSD P50 зразків, у яких концентрація Morwet™ не змінювалася. Представляється, що перемішування зразка затримує ріст часток. Між 0 і 1 днем розмір часток перемішаного зразка збільшився з 0,5 до 3 мікронів, тоді як розмір часток осілого зразка збільшився відразу після одержання до 3,5 мікрон (день 0). Це дозволяє припускати, що перемішування після приготування затримує осадження розчиненої сірки на існуючих частках, у такий спосіб затримуючи ріст часток.

45 Фіг. 19 показує середній проценти́лі PSD (P50, мкм) для тих зразків, де до обробок був доданий додатковий Morwet™ (у День 4) для досягнення загальної концентрації 5,0 %. При додаванні додаткової поверхнево-активної речовини не спостерігалось значної зміни розміру часток.

50 Приклад 5: Методи визначення ККМ дисперсії тонкоподрібненої сірки при різних концентраціях Triton X-405™ у водопровідній воді

Наступні дисперсії тонкоподрібненої сірки протестовані й контролювалися:

Концентрація поверхнево-активної речовини (% мас. Triton X-405™) у диспергуючому розчині	Тип води
1 %	водопровідна вода
1,5 %	водопровідна вода
2 %	водопровідна вода
5 %	водопровідна вода

Свіжі дисперсії тонкоподрібненої сірки одержують при 100 Гц із водопровідною водою при концентрації сірки близько 60 %. Зразки готують із різними концентраціями поверхнево-активних речовин і негайно відбирають, і визначають PSD після виготовлення. PSD визначають щогодини або щодня доти, поки розмір часток не стабілізувався.

5 Фіг. 20-24 показують 10^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) дисперсії тонкоподрібненої сірки, отриманої при 100 Гц із 1 %, 1,5 %, 2 % і 5 % Triton X-405TM протягом часу (години) з водопровідною водою.

10 Фіг. 20 показує, що 80^й-95^й процентиля розміру часток (мікрон) збільшився, при цьому 95^й процентиля збільшився з 6 до 30 мікронів через 24 години після приготування, а 80-й процентиля збільшився з 5 до 13 мікронів. Із частками меншого розміру не було відзначено значних змін. Це вказує на те, що ККМ нижче 1 % Triton X-405TM у водопровідній воді.

Фіг. 21 показує, що 70^й-95^й процентилі розміру часток (мікрони) збільшилися. 70^й процентиля розміру часток збільшився з 3 до 9 мікронів, а верхній 95^й процентиля розміру часток збільшився з 6 до 40 мікронів.

15 Фіг. 22 показує, що 50^й-95^й процентилі збільшилися, при цьому 95^й процентиля збільшився з 5 до 40 мікронів, а середнє значення (50-й процентиля) збільшилося з 3 до 11 мікронів.

Фіг. 23 показує, що 10^й-95^й процентилі розміру часток збільшилися. 10^й процентиля збільшився від менш 1 мікрона до 7 мікронів, а верхній 95^й процентиля розміру часток збільшився з 7 до 60 мікронів.

20 Спостережувані зміни в розмірі часток дозволяють припускати, що для зразків водопровідної води, що містять менше 1,5 % Triton X405TM, розміри часток значно не змінилися нижче 80^о процентиля. Між 1 % Triton X405TM і 2 % Triton X405TM збільшувалися тільки верхні процентилі розміру часток. При вмісті більше 2 % Triton X405TM більшість процентилей розміру часток значно збільшуються. Це дозволяє припустити, що ККМ для водопровідної води нижче 1 % Triton X405TM. Як і слід було сподіватися, ККМ для Triton X405TM у демінералізованій воді повинен бути нижче, чим у водопровідній воді.

Інтерпретація

Посилання в описі на "одне втілення", "втілення" і т.д. указують, що описане втілення може включати конкретний аспект, ознаку, структуру або характеристику, але не кожне втілення обов'язково включає цей аспект, ознаку, структуру або характеристику. Більше того, такі фрази можуть, але не обов'язково, відноситися до того самого втілення, яке згадується в інших частинах опису. Крім того, коли конкретний аспект, ознака, структура або характеристика описуються у зв'язку із втіленням, фахівець у даній області техніки може торкатися такого модуля, аспекту, ознаки, структури або характеристики, або зв'язати їх з іншими втіленнями, незалежно від того, описані вони чи ні в явному виді. Інакше кажучи, будь-який модуль, елемент або функція можуть бути об'єднані з будь-яким іншим елементом або функцією в різних втіленнях, якщо немає очевидної або внутрішньої несумісності, або вона спеціально виключена.

35 Слід зазначити, що формула винаходу може бути складена таким чином, щоб виключити будь-який необов'язковий елемент. Як такий, цей висновок призначений для того, щоб бути попередньою основою для використання виняткової термінології, такої як "винятково", "тільки" і таке інше, у зв'язку з викладенням елементів формули винаходу або використанням "негативного" обмеження. Терміни "переважно", "кращий", "віддають перевагу", "необов'язково", "може" і аналогічні терміни використовуються для вказівки на те, що елемент, що згадується, умова або етап є необов'язковою (не обов'язковим) ознакою винаходу.

45 Форми однини "один", "будь-який" і "цей" включають множину, якщо контекст явно не диктує інше. Термін "і/або" означає будь-який з елементів, будь-яку комбінацію елементів або всі елементи, з якими пов'язаний цей термін. Фраза "один або більше" легко зрозуміла фахівцеві в даній області техніки, особливо при читанні в контексті її використання.

50 Термін "близько" може відноситися до зміни в межах $\pm 5\%$, $\pm 10\%$, $\pm 20\%$ або $\pm 25\%$ від указанного значення. Наприклад, "близько 50" відсотків у деяких втіленнях може мати відхилення від 45 до 55 відсотків. Для цілочислових діапазонів термін "близько" може включати на одне або два цілі числа більше й/або менше зазначеного цілого числа на кожному кінці діапазону. Якщо в описі не зазначене інше, термін "близько" призначений для включення значень і діапазонів, близьких до наведеного значення або діапазону, які еквівалентні з погляду функціональності композиції або втілення.

55 Як буде зрозуміло фахівцеві в даній області техніки, для будь-яких і всіх цілей, зокрема, з погляду надання письмового опису, усі перераховані в заявці діапазони також охоплюють будь-які й усі можливі піддіапазони й комбінації піддіапазонів, а також окремі значення, що становлять діапазон, зокрема, цілочислові значення. Зазначений діапазон включає кожне конкретне значення, ціле, десяткове число або одиничний елемент у межах діапазону. Будь-

який зазначений діапазон можна легко розпізнати як досить описовий, що дозволяє розбити той самий діапазон щонайменше на рівні половини, третини, чверті, п'яті або десяті частини. У якості необмежуючого прикладу кожний обговорюваний у заявці діапазон можна легко розбити на нижню третину, середню третину й верхню третину і т.д.

Як також буде зрозуміло фахівцеві в даній області техніки, усі вирази, такі як "між", "до", "щонайменше", "більше", "менше", "більш ніж", "або більш" і т.п. включають перераховану кількість(а), і такі терміни відносяться до діапазонів, які згодом можуть бути розбиті на піддіапазони, як описано вище. У такий самий спосіб усі зазначені тут співвідношення також включають усі суб-співвідношення, що попадають у більш широке співвідношення.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб приготування тонкоподрібненої сірки, який включає стадії:

(а) визначення критичної концентрації міцелоутворення (ККМ) поверхнево-активної речовини у водному диспергуючому розчині;

б) приготування емульсії крапель рідкої сірки у водному диспергуючому розчині і додавання поверхнево-активної речовини з концентрацією, нижчою за її ККМ; і

(с) отвердження крапель рідкої сірки для одержання суспензії тонкоподрібненої сірки.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що концентрація поверхнево-активної речовини становить менше 75 або 50, або 40, або 30, або 20 % її ККМ.

3. Спосіб за п. 1 або 2, який **відрізняється** тим, що поверхнево-активна речовина включає аніонну поверхнево-активну речовину або неіоногенну поверхнево-активну речовину.

4. Спосіб за п. 3, який **відрізняється** тим, що поверхнево-активна речовина включає нафталінсульфонат або октилфенолетоксилат.

5. Спосіб за будь-яким із пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що концентрація поверхнево-активної речовини становить менше 0,75 % мас.

6. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що диспергуючий розчин готують із демінералізованої води.

7. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що включає додаткову стадію періодичного перемішування суспензії тонкоподрібненої твердої сірки.

8. Суспензія тонкоподрібненої сірки, отриманої способом за будь-яким із пп. 1-7, диспергована в розчині, який містить водний диспергуючий агент, що включає поверхнево-активну речовину в концентрації нижче 1,5 % мас. і нижче її ККМ.

9. Суспензія за п. 8, яка **відрізняється** тим, що середній або медіанний розмір часток тонкоподрібненої сірки становить менше 5 мкм або менше, і середній або медіанний розмір часток не збільшується протягом 7 днів.

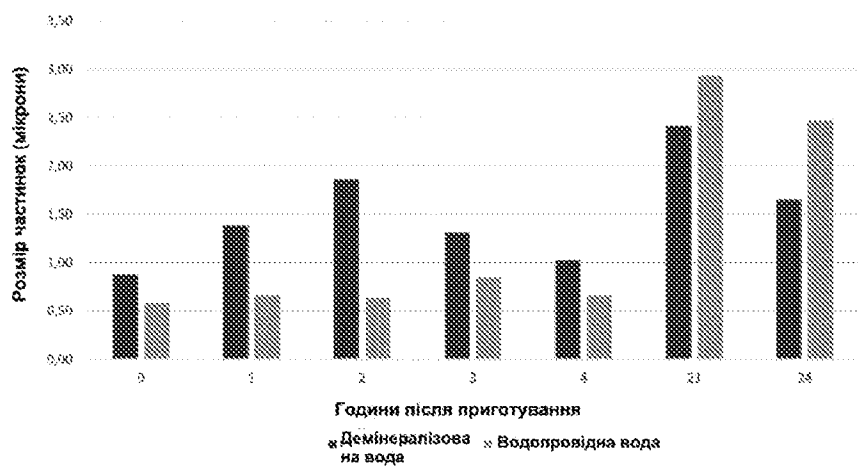
10. Суспензія за п. 8 або 9, яка **відрізняється** тим, що середній або медіанний розмір часток тонкоподрібненої сірки складає менше 50-го процентиля і не збільшується в часі.

11. Суспензія за будь-яким із пп. 8-10, яка **відрізняється** тим, що додатково включає сіль добрива, таку як сечовина - нітрат амонію (UAN), сульфат амонію або поліфосфат амонію (APP).

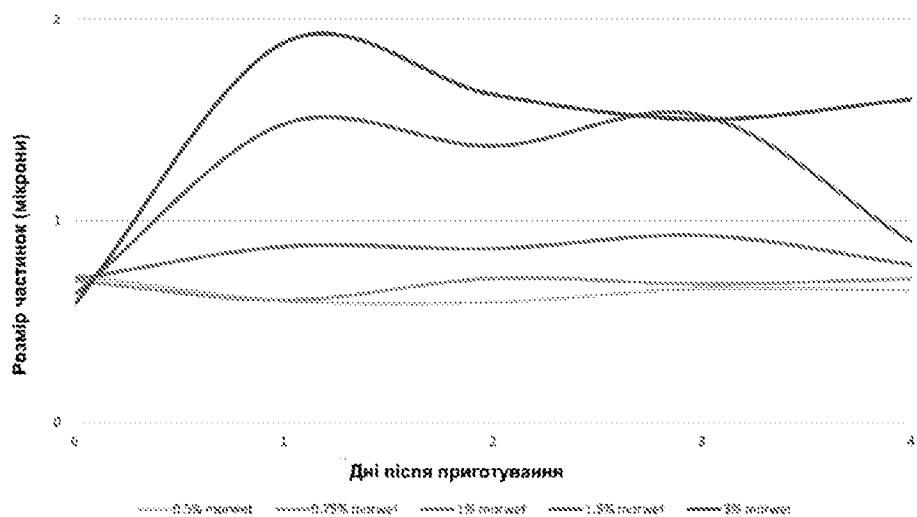
12. Суспензія за будь-яким із пп. 8-11, яка **відрізняється** тим, що додатково включає гербіцид, пестицид або фунгіцид.

13. Суспензія за будь-яким із пп. 8-12, яка **відрізняється** тим, що додатково включає суспендуючий агент, такий як полісахарид, такий як заміщений або незаміщений крохмаль, пектат, альгінат, карагенат, гуміарабік, гуарова камедь і ксантанова камедь або глина.

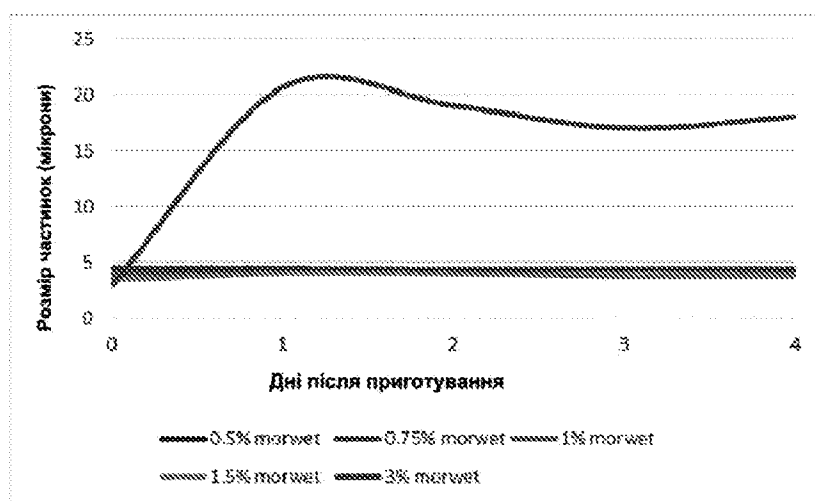
14. Суспензія за будь-яким із пп. 8-13, яка **відрізняється** тим, що розчин не містить солюбілізованої сірки.



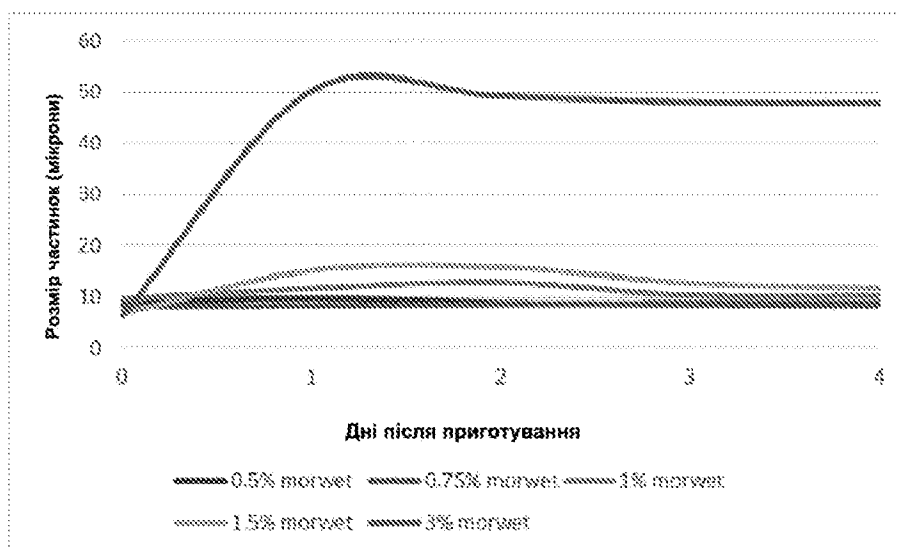
Фіг. 1



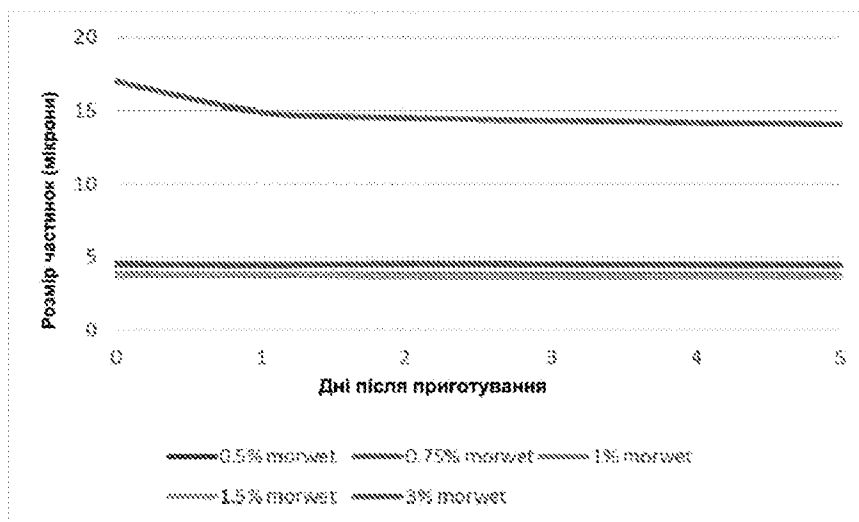
Фіг. 2



Фіг. 3



Фіг. 4



Фіг. 5

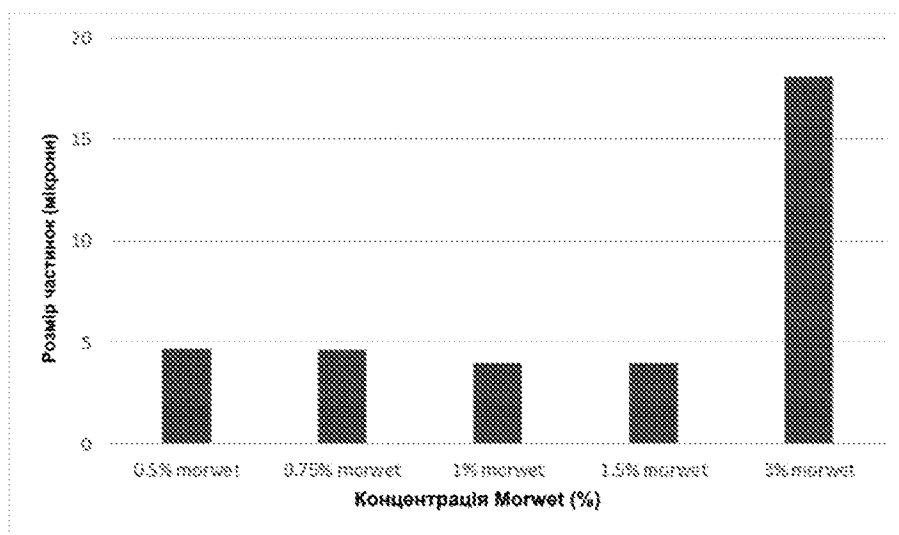


Fig. 6

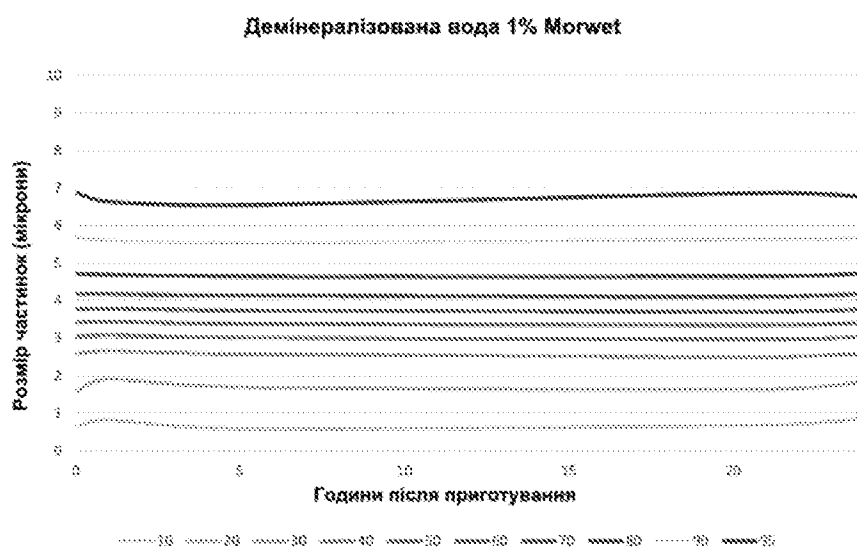
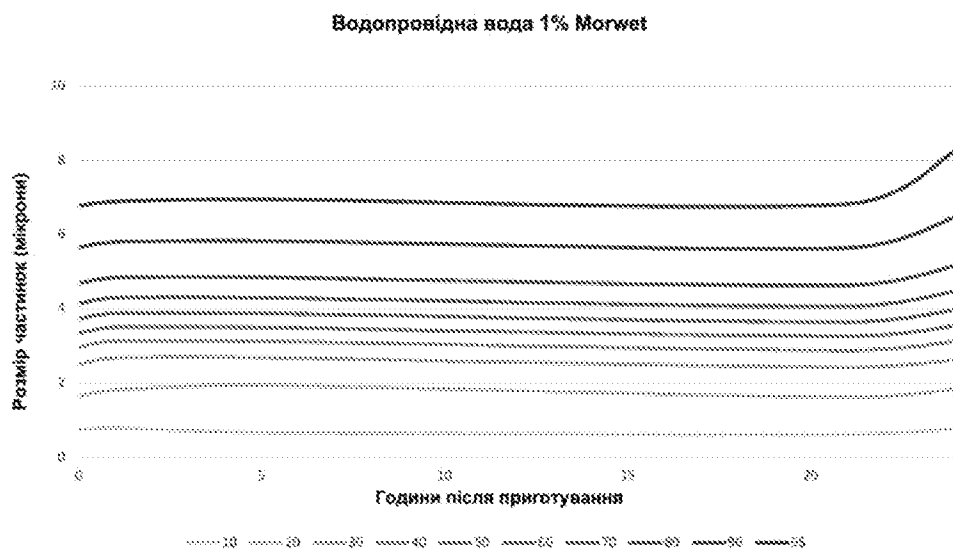
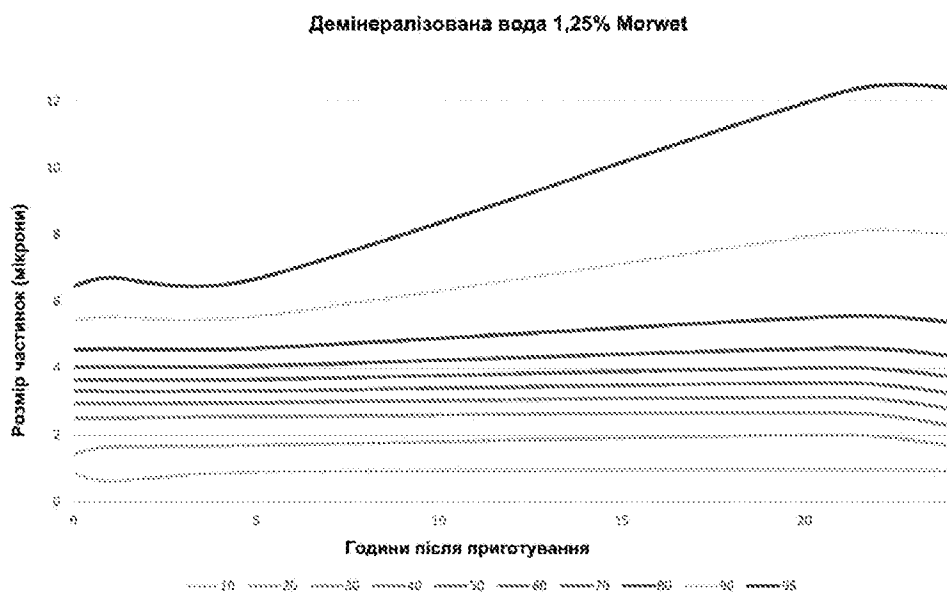


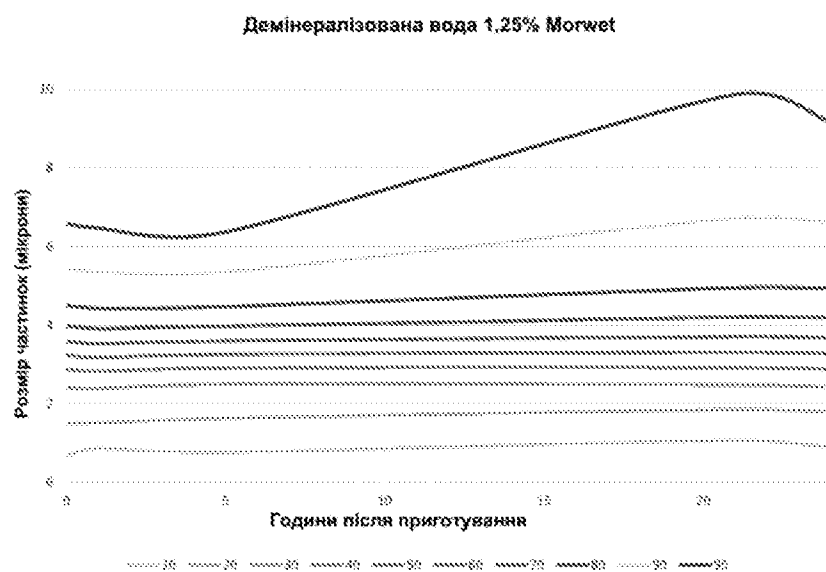
Fig. 7



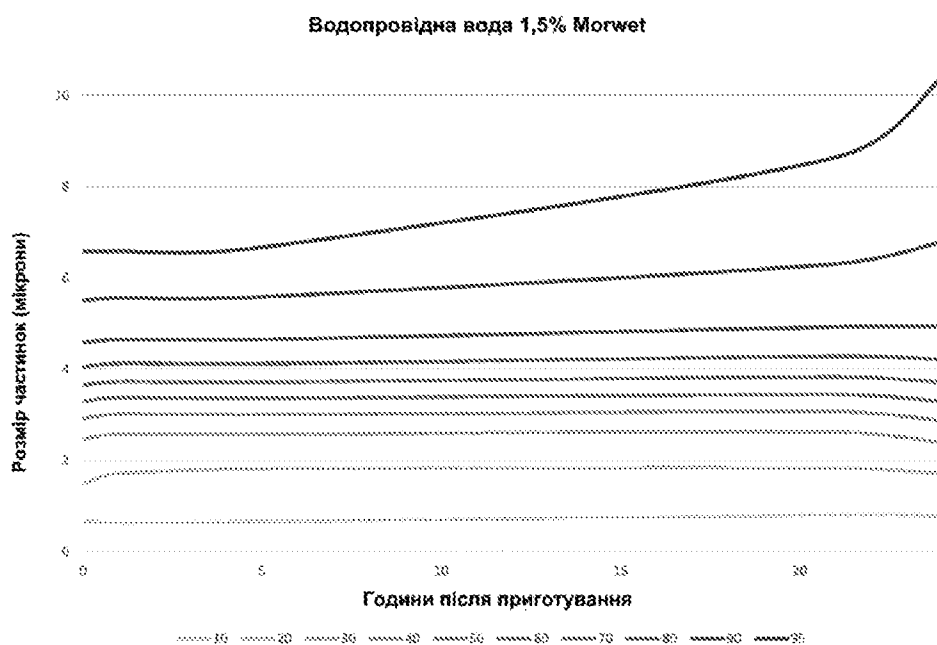
Фіг. 8



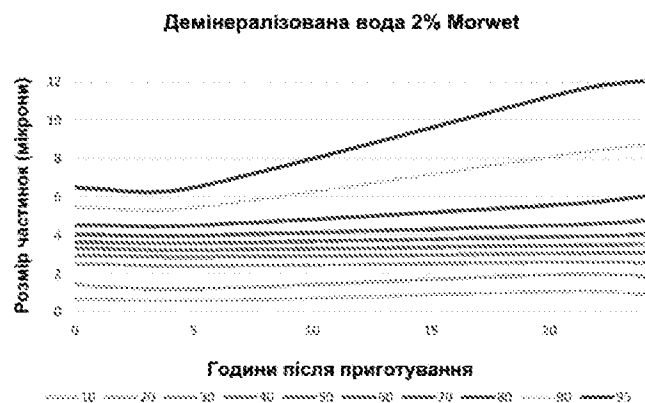
Фіг. 9



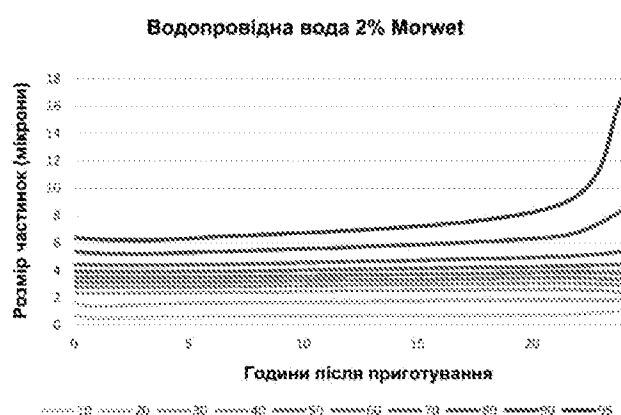
Фіг. 10



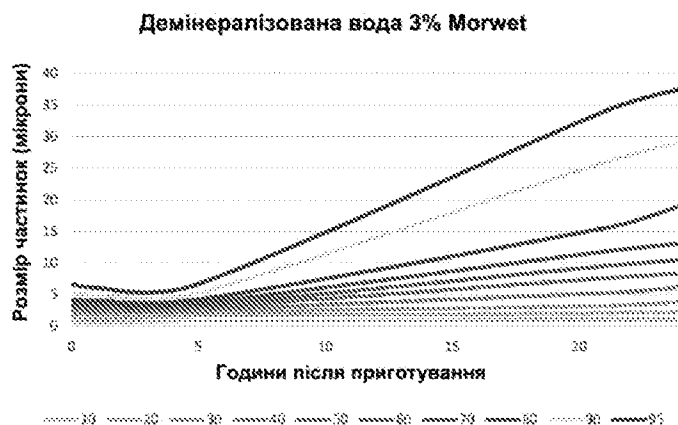
Фіг. 11



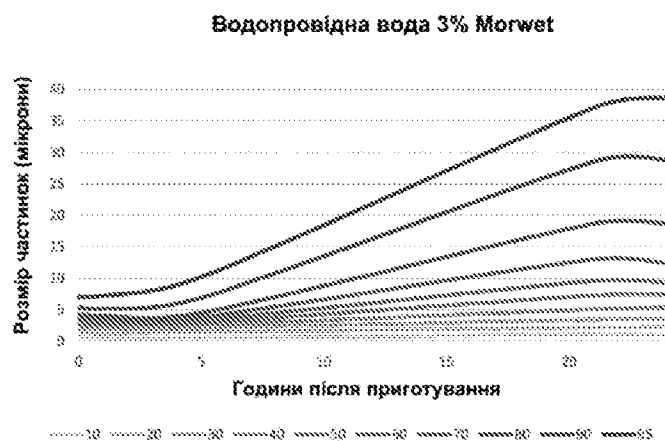
Фіг. 12



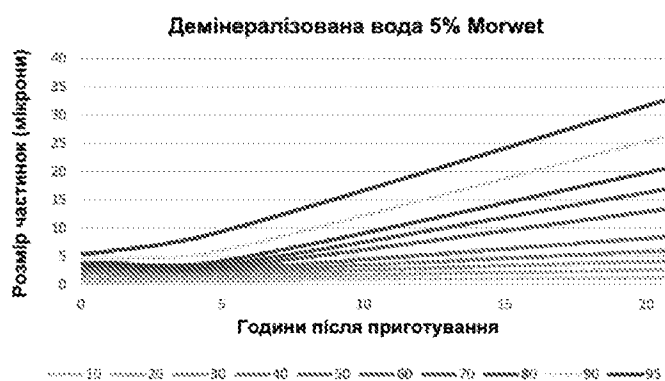
Фіг. 13



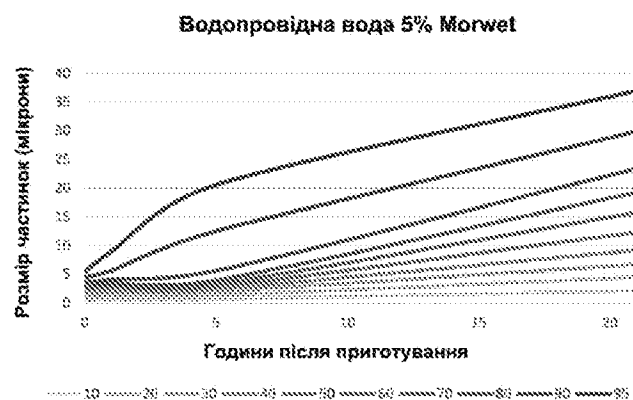
Фіг. 14



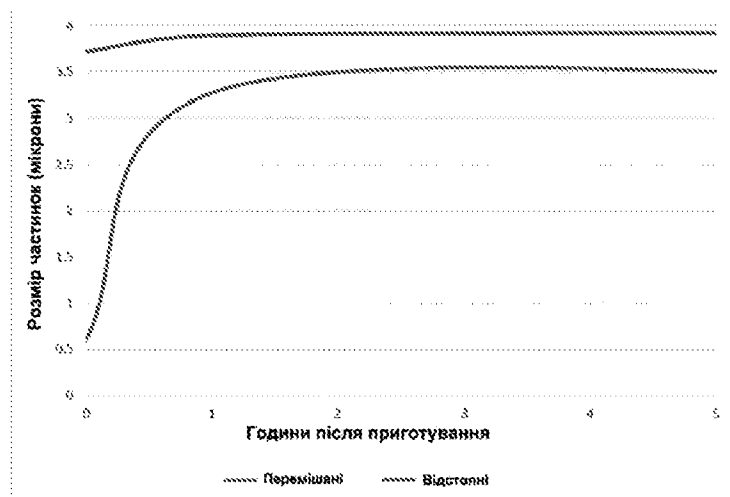
Фіг. 15



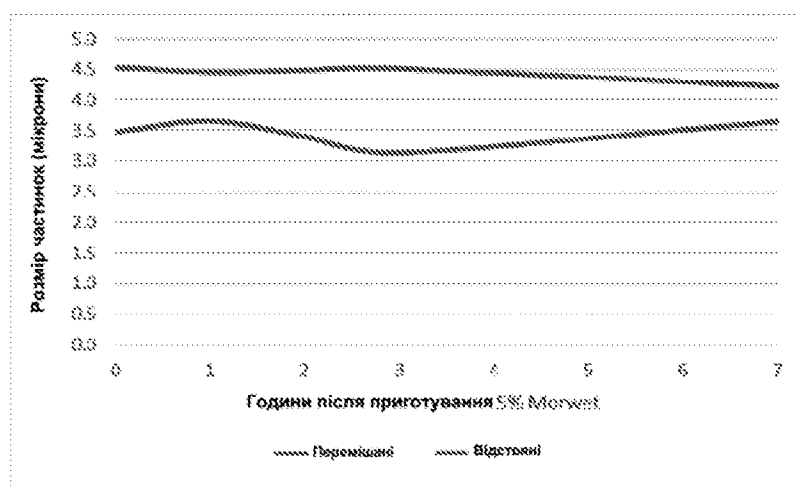
Фіг. 16



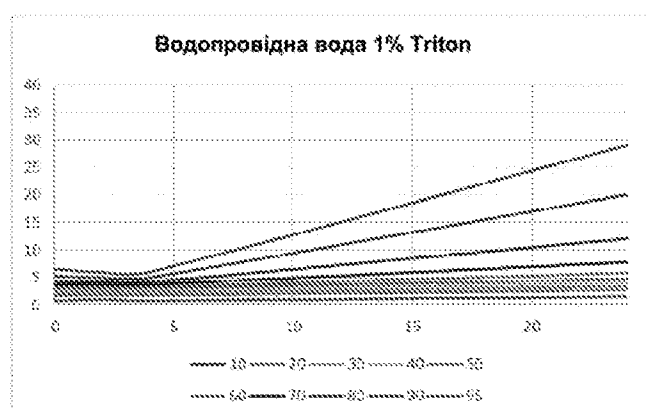
Фіг. 17



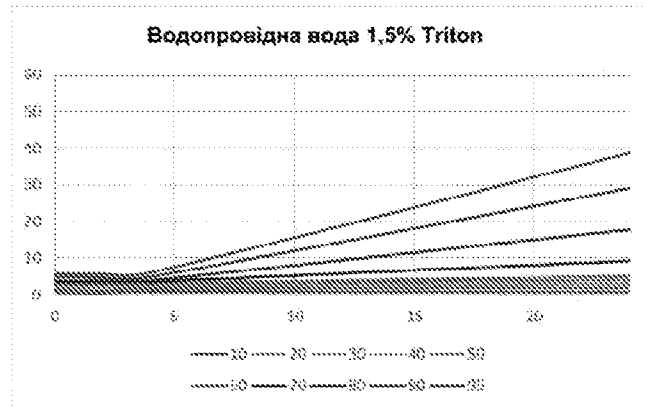
Фіг. 18



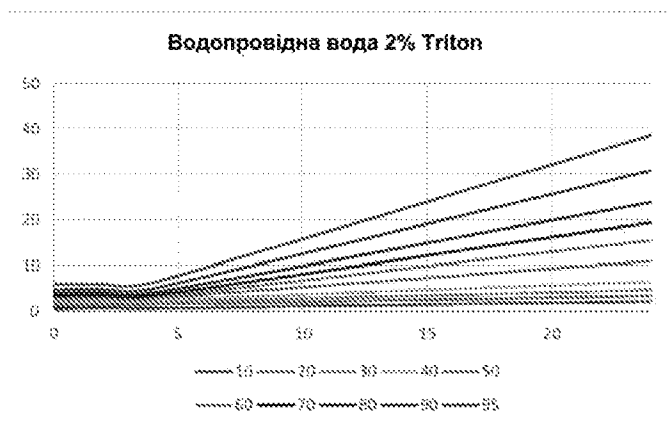
Фіг. 19



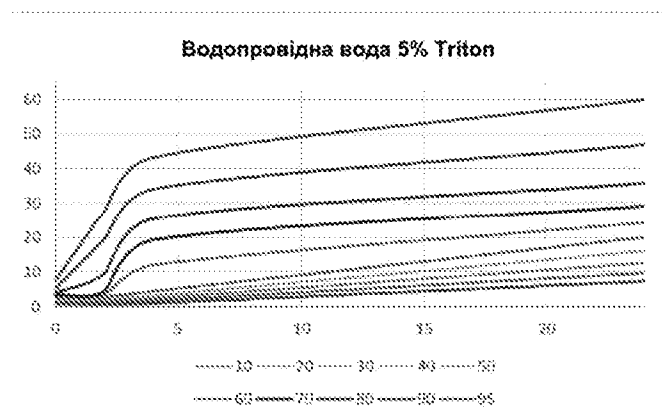
Фіг. 20



Фіг. 21



Фіг. 22



Фіг. 23