(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента

2020.04.13

(21) Номер заявки

201690662

(22) Дата подачи заявки

2014.11.14

(51) Int. Cl. *C22B 3/30* (2006.01) **C22B 3/04** (2006.01) **C22B 3/00** (2006.01) **C22B 23/00** (2006.01)

(54) СПОСОБ И УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ НИКЕЛЯ И КОБАЛЬТА ИЗ НИКЕЛЕВЫХ ЛАТЕРИТОВ И РАСТВОРОВ ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ НИКЕЛЕВОГО

(31) 20136132

(32) 2013.11.15

(33) FI

(43) 2016.08.31

(86) PCT/FI2014/050864

(87)WO 2015/071547 2015.05.21

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:

ОУТОТЕК (ФИНЛЭНД) ОЙ (FI)

(72) Изобретатель: Лайтала Ханну (FI)

(74)Представитель:

Поликарпов А.В., Соколова М.В., Путинцев А.И., Черкас Д.А., Игнатьев **A.B.** (RU)

WO-A1-2005073416 (56)

CHENG C.Y. ET AL.: "Recovery of nickel and cobalt from laterite leach solutions using direct solvent extraction: Part 1 - selection of a synergistic SX system", HYDROMETALLURGY, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CY. AMSTERDAM, NL, vol. 104, no. 1, 1 July 2010 (2010-07-01), pages 45-52, XP027125358, ISSN: 0304-386X [retrieved on 2010-07-01], the whole document

DITTRICH C. ET AL.: "Separation and Purification of Base Metals from Bio-leach Solutions by Solvent Extraction (SX)", WORLD OF METALLURGY - ERZMETALL, GDMB - MEDIENVERLAG, CLAUSTHAL-ZELLERFELD, DE, vol. 62, no. 6, 1 November 2009 (2009-11-01), pages 372-375, XP001557638, ISSN: 1613-2394, the whole document

CHENG ET AL.: "Solvent extraction of nickel and cobalt with synergistic systems consisting of carboxylic acid and aliphatic hydroxyoxime" HYDROMETALLURGY, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CY. AMSTERDAM, NL, vol. 84, no. 1-2, 1 October 2006 (2006-10-01), pages 109-117, XP027884172, ISSN: 0304-386X [retrieved on 2006-10-01], the whole document

CHENG C.Y. ET AL.: "Recovery of nickel and cobalt from laterite leach solutions using direct solvent extraction", HYDROMETALLURGY, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CY. AMSTERDAM, NL, vol. 104, no. 1, 1 July 2010 (2010-07-01), pages 53-60, XP027125359, ISSN: 0304-386X [retrieved on

2010-07-01], the whole document BARNARD K.R. ET AL.: "Hydroxyoxime stability and unusual cobalt loading behaviour in the LIX 63 Versatic 10 tributyl phosphate synergistic system under synthetic laterite conditions", HYDROMETALLURGY, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CY. AMSTERDAM, NL, vol. 109, no. 1, 9 May 2011 (2011-05-09), pages 29-36, XP028267177, ISSN: 0304-386X, DOI: 10.1016/J.HYDROMET.2011.05.004 [retrieved on 2011-05-15], the whole document

Изобретение относится к способу и установке для извлечения никеля и кобальта экстракцией оксимом из не содержащего алюминия и железа раствора выщелачивания, получаемого при кислотном выщелачивании никелевого латерита. Способ осуществляют при рН от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°С. В качестве предварительных этапов способ также может включать кислотное выщелачивание никелевого латерита и удаление алюминия и железа. Кроме того, способ может включать извлечение никеля и кобальта из раствора, содержащего никель и кобальт, полученного при экстракции оксимом.

Область техники

Настоящее изобретение относится к способу и установке для отделения никеля и кобальта от никелевых латеритов и растворов выщелачивания никелевого латерита, в частности из кислотных растворов выщелачивания никелевого латерита.

Уровень техники

Никелевые латериты содержат никель в типичных количествах приблизительно от 1 до 2%. Растворы выщелачивания содержат кобальт в типичных количествах от 0,1 до 1 г/л. Основными примесями являются железо (Fe), алюминий (Al), марганец (Mn) и магний (Mg). Содержание примесей в растворах выщелачивания никелевого латерита обычно составляет от нескольких граммов на 1 л до нескольких десятков граммов на 1 л.

Способы экстракции растворителем на основе оксима представляют собой один из вариантов отделения примесей и извлечения никеля и кобальта из растворов выщелачивания, получаемых при гидрометаллургической обработке никелевых латеритов.

В US 4193969 рассмотрен способ извлечения никеля и кобальта из растворов, получаемых при кислотной обработке, с помощью органического экстрагента, содержащего α-гидроксиоксим и сульфоновую кислоту. Применение такой комбинации экстрагирующих агентов позволяет извлекать никель и кобальт по отдельности и, таким образом, отделять друг от друга. Величина рН растворов, получаемых при кислотной обработке, составляет менее 4. Такие растворы обычно выбирают из высококонцентрированных кислотных растворов выщелачивания, получаемых при гидрометаллургической обработке руд, содержащих никель и/или кобальт.

В US 2006/0263282 А1 рассмотрен способ извлечения никеля и кобальта из латеритных руд, содержащих никель и кобальт. Способ включает обжиг подаваемой руды в восстановительной атмосфере, выщелачивание восстановленной руды аэрируемым раствором карбоната аммония, содержащим аммиак, и извлечение никеля и кобальта экстракцией аммиачным растворителем, методами осаждением или ионным обменом. Экстрагирующий агент для экстракции растворителем может представлять собой оксим, такой как оксим 2-гидрокси-5-трет-нонилацетофенона. Никель и кобальт экстрагируют одновременно.

Одним из недостатков рассмотренных выше способов экстракции оксимом является то, что органический экстрагирующий реагент (оксим) имеет тенденцию к разложению в описанных условиях осуществления способа. Это приводит к понижению выходов экстракции целевых металлов. Разложение оксима также повышает эксплуатационные расходы.

Сущность изобретения

Таким образом, задача настоящего изобретения состоит в создании способа и установки для осуществления способа, подходящих для устранения указанных выше недостатков. Задачи изобретения могут быть реализованы при помощи способа и установки, которые характеризуются тем, что указано в независимых пунктах формулы изобретения. Предпочтительные воплощения изобретения раскрыты в зависимых пунктах формулы изобретения.

В основе изобретения лежит принцип одновременной экстракции никеля и кобальта из не содержащих алюминия и железа кислотных растворов выщелачивания никелевого латерита в определенных условиях осуществления способа.

Краткое описание графических материалов

Ниже изобретение рассмотрено более подробно на примере предпочтительных воплощений со ссылками на прилагаемые графические материалы, в которых:

на чертеже представлена блок-схема одного из примеров воплощения изобретения, на которой также показаны этапы предварительной обработки, представляющие собой выщелачивание никелевого латерита и удаление железа и алюминия, и этап дополнительной обработки, представляющий собой извлечение никеля и кобальта.

Подробное описание изобретения

Изобретение относится к способу извлечения никеля и кобальта из не содержащего алюминия и железа кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита путем проведения экстракции раствора выщелачивания оксимом при рН от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°C, с получением раствора, содержащего никель и кобальт.

Исходный материал для экстракции оксимом представляет собой не содержащий алюминия и железа кислотный раствор выщелачивания никелевого латерита. В контексте настоящего изобретения не содержащий алюминия и железа раствор выщелачивания никелевого латерита означает раствор, получаемый при кислотном выщелачивании никелевого латерита, в котором содержание алюминия составляет
менее $0,01\ \Gamma/\pi$ и содержание железа составляет менее $0,01\ \Gamma/\pi$.

Экстрагирующий агент, применяемый в способе согласно изобретению, представляет собой оксим, растворенный в не смешивающемся с водой органическом растворителе. Оксим обычно выбирают из гидроксиоксимов. Гидроксиоксим представляет собой соединение, содержащее группу оксима и гидроксильную группу. Предпочтительно гидроксигруппа находится в α - или β -положении, более предпочтительно в β -положении по отношению к группе оксима. Обычно в способе согласно изобретению гидро-

ксиоксим представляет собой алифатический или ароматический, предпочтительно ароматический, гидроксиоксим. Подходящий гидроксиоксим представляет собой альдоксим или кетоксим или их смесь, предпочтительно альдоксим.

Предпочтительно применяют а-гидроксиоксимы, которые могут быть представлены формулой

где R и R' представляют собой органические углеводородные радикалы, такие как алифатические или алкиларильные радикалы, а R" может быть выбран из водорода и органических углеводородных радикалов, таких как алифатические и алкиларильные радикалы. Предпочтительно R и R' представляют собой моно- или полиненасыщенные углеводородные радикалы или разветвленные алкильные радикалы, содержащие примерно от 6 до 20 атомов углерода. Предпочтительно R и R' представляет собой одинаковые радикалы. Алкильные радикалы предпочтительно присоединены к атомам углерода, замещенным -ОН и =NOH группами, через вторичный атом углерода. Моно- и полиненасыщенные углеводородные радикалы могут быть выбраны из гептенила, октенила, деценила и октадеценила, а также алкилзамещенных радикалов, таких как, например, этилоктадеценил. Примерами моно- и полиалкилзамещенных насыщенных углеводородных радикалов являются этилгексил, диэтилгептил, бутилдецил, бутилгексадецил, этилбутилдецил и бутилциклогексил. Конкретными примерами подходящих α-гидроксиоксимов являются 5,8-диэтил-7-гидроксидодекан-6-оксим, 19-гидроксигексатриконта-9,27-диен-18-оксим и 5,10-диэтил-8-гидрокситетрадекан-7-оксим.

Предпочтительно ароматический гидроксиоксим согласно настоящему изобретению имеет формулу (I)

где R1 представляет собой H или C_{1-6} алкил, предпочтительно H или CH_3 , и R2 представляет собой C_{7-15} алкил.

Примеры подходящих альдоксимов включают ароматические альдоксимы, такие как 5-нонилсалицилальдоксим (например, Acorga M5640 или LIX860N), или 5-додецилсалицилальдозим (например, LIX860). Примеры подходящих кетоксимов включают ароматические кетоксимы, такие как оксим 2гидрокси-5-нонилацетофенона (например, LIX84), оксим 1-(5-нонил-2-гидроксифенил)(фенил)этан-1-она (например, LIX65N), оксим (5-додецил-2-гидроксифенил)(фенил)метанона (LIX 65).

Обычно гидроксим выбран из группы, состоящей из 5,8-диэтил-7-гидроксидодекан-6-оксима, 19-гидроксигексатриконта-9,27-диен-18-оксима, 5,10-диэтил-8-гидрокситетрадекан-7-оксима, 5-нонил-салицилальдоксима, 5-додецилсалицилальдозима, оксима 2-гидрокси-5-нонилацетофенона, оксима 1-(5-нонил-2-гидроксифенил)(фенил)этан-1-она и оксима (5-додецил-2-гидроксифенил)-(фенил)метанона.

Для проведения экстракции оксим растворяют в не смешивающемся с водой органическом растворителе, который может быть выбран из алифатических и ароматических углеводородов, таких как бензол, толуол, ксилол, нефтяное топливо и керосин. Количество оксима в не смешивающемся с водой органическом растворителе предпочтительно составляет от 2 до 50%, более предпочтительно от 2 до 15 мас.% от общей массы органической фазы.

Экстракцию оксимом выполняют при рН от 4 до 5,5. В этом диапазоне рН никель и кобальт отделяют от других металлов, присутствующих в растворе выщелачивания, таких как марганец и магний. Никель и кобальт одновременно экстрагируются органической фазой; однако в этих условиях магний и марганец не экстрагируются органической фазой.

Температура при экстракции оксимом составляет менее 100°C, обычно от 30 до 50°C, предпочтительно от 35 до 45°C.

При экстракции оксимом согласно настоящему изобретению оксим не подвергается разложению или окислению, поскольку при экстракции отсутствуют окислители (такие как перманганат), и температура также является относительно низкой.

После экстракции оксимом получают органический раствор, содержащий никель и кобальт, а также неорганический раствор, содержащий загрязняющие металлы, такие как марганец и магний. Органический раствор и неорганический раствор отделяют друг от друга традиционными способами.

В одном из воплощений настоящего изобретения способ включает один или более дополнительных этапов извлечения никеля и кобальта из органического раствора, содержащего никель и кобальт, получаемого при экстракции оксимом. Обычно никель и кобальт извлекают из содержащего их органического раствора в водную фазу. Это может быть выполнено традиционными способами. В одном из предпочтительных воплощений изобретения извлечение включает одновременное осаждение никеля и кобальта в виде осадка смешанных гидроксидов под действием таких химических реагентов, как CaO, Ca(OH)₂, Ca-

 CO_3 , NaOH, Na $_2CO_3$, MgO. При осаждении получают очень чистый осадок гидроксидов, содержащий только никель и кобальт. Осаждение выполняют путем повышения pH раствора. После этого никель и кобальт могут быть по отдельности выделены из осадка смешанных гидроксидов, например, дополнительной экстракционной обработкой растворителем и электролитическими способами.

В другом воплощении способа согласно изобретению способ дополнительно включает этап предварительной обработки, состоящей в удалении железа и алюминия из кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита перед проведением экстракции оксимом. Удаление железа и алюминия может быть выполнено осаждением химическими реагентами, такими как известь. Никель, кобальт и другие металлы, такие как марганец и магний, остаются в растворе выщелачивания, в то время как алюминий и железо осаждаются в остатке выщелачивания. После удаления железа и алюминия получают не содержащий алюминия и железо. Не содержащий алюминия и железа раствор выщелачивания и остаток выщелачивания отделяют друг от друга традиционными способами отделения твердого вещества от жидкости.

В дополнительном воплощении способа согласно изобретению способ включает дополнительный этап предварительной обработки, состоящий в выщелачивании никелевого латерита кислотой перед удалением железа и алюминия. Кислотное выщелачивание может быть осуществлено, например, с помощью серной кислоты.

Другое дополнительное воплощение изобретения относится к способу выделения никеля и кобальта из никелевого латерита, включающему:

- (а) кислотное выщелачивание никелевого латерита с получением раствора выщелачивания, содержащего никель, кобальт и другие металлы, выбранные из марганца, магния, железа и алюминия;
- (b) удаление алюминия и железа из раствора выщелачивания с получением раствора, содержащего никель, кобальт и другие металлы, выбранные из марганца и магния;
- (c) экстракцию никеля и кобальта оксимом из раствора, полученного при выполнении этапа (b), при рН в интервале от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°C с получением раствора, содержащего никель и кобальт; и
 - (d) извлечение никеля и кобальта из раствора, содержащего никель и кобальт.

Этап (b) удаления алюминия и железа и может быть выполнен, например, осаждением, как описано выше. Кроме того, этап (d) извлечения никеля и кобальта может быть выполнен осаждением, как указано выше.

Изобретение также относится к установке для извлечения никеля и кобальта из не содержащего алюминия и железа кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита. Установка включает экстракционное устройство, предназначенное для получения раствора, содержащего никель и кобальт, из не содержащего алюминия и железа кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита экстракцией оксимом при рН в интервале от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°C.

В одном из воплощений установки согласно изобретению после экстракционного устройства установлено устройство для извлечения, предназначенное для извлечения никеля и кобальта из раствора, содержащего никель и кобальт.

В еще одном воплощении установки согласно изобретению перед экстракционным устройством установлено разделительное устройство, предназначенное для удаления алюминия и железа из кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита, с получением не содержащего алюминия и железа кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита.

В другом воплощении установки согласно изобретению перед разделительным устройством установлено устройство для выщелачивания, предназначенное для кислотного выщелачивания никелевого латерита, с получением кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита.

Изобретение также относится к установке для удаления никеля и кобальта из никелевого латерита, включающей:

- (а) устройство для выщелачивания, предназначенное для кислотного выщелачивания никелевого латерита с получением раствора выщелачивания, содержащего никель, кобальт и другие металлы, выбранные из марганца, магния, железа и алюминия;
- (b) разделительное устройство, предназначенное для удаления алюминия и железа из раствора, полученного в устройстве (a), с получением раствора выщелачивания, содержащего никель, кобальт и другие металлы, выбранные из марганца и магния;
- (c) экстракционное устройство, предназначенное для экстракции никеля и кобальта оксимом из раствора, полученного в устройстве (b), при рН в интервале от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°C, с получением раствора, содержащего никель и кобальт; и
- (d) устройство для извлечения, предназначенное для извлечения никеля и кобальта из раствора, содержащего никель и кобальт, полученного в устройстве (c).

В одном из воплощений установки согласно изобретению разделительное устройство (b) включает средства отделения алюминия и железа осаждением.

В другом воплощении установки согласно изобретению устройство (с) для извлечения включает средства извлечения никеля и кобальта осаждением.

Ниже изобретение рассмотрено с помощью чертежа, на котором представлен пример воплощения способа согласно настоящему изобретению, а также выщелачивание никелевого латерита и удаление железа и алюминия в качестве этапов предварительной обработки, и извлечение никеля и кобальта в качестве этапа последующей обработки.

На чертеже показано, что никелевый латерит 5 вводят в операцию 10 выщелачивания. Используемый в качестве исходного материала никелевый латерит содержит целевые металлы - никель (Ni) и кобальт (Co), а также такие примеси, как марганец (Mn), магний (Mg), железо (Fe) и алюминий (Al). Выщелачивание представляет собой кислотное выщелачивание с использованием серной кислоты. При выщелачивании получают раствор выщелачивания, содержащий Ni, Co, Mn, Mg, Fe и Al, а также твердый остаток выщелачивания. Раствор выщелачивания и остаток выщелачивания отделяют друг от друга в операции отделения твердого вещества от жидкости (не показана на чертеже).

Раствор выщелачивания, содержащий Ni, Co, Mn, Mg, Fe и Al, затем подают на этап удаления железа и алюминия (этап 20 удаления Fe и Al), которое представляет собой осаждение известью. При осаждении получают осадок, содержащий Fe и Al, и не содержащий алюминия и железа раствор, содержащий Ni, Co, Mn и Mg. Осадок, содержащий Fe и Al, и не содержащий алюминия и железа раствор, содержащий Ni, Co, Mn и Mg, разделяют в операции отделения твердого вещества от жидкости (не показан на чертеже).

Не содержащий алюминия и железа раствор, содержащий Ni, Co, Mn и Mg, подают на этап экстракции, в котором никель и кобальт экстрагируют оксимом (экстракция 30 оксимом). Экстракцию оксимом обычно проводят с помощью 5-нонилсалицилальдоксима при рН примерно 5,0 и при температуре примерно 40°С. После экстракции оксимом получают органическую фазу, содержащую Ni и Co, и неорганическую фазу, содержащую Mn и Mg. Органическую фазу и неорганическую фазу разделяют традиционными способами (не показано на чертеже). Ni и Co выделяют из органической фазы в водную фазу (не показано на чертеже).

Водную фазу, содержащую Ni и Co, затем подают на этап извлечения никеля и кобальта (этап 40 извлечения Ni и Co). Извлечение Ni и Co выполняют путем осаждения с помощью Ca(OH)₂, MgO или NaOH с образованием смешанного осадка, содержащего никель и кобальт (осадок 50 Ni, Co). Осадок, содержащий Ni и Co, отделяют от оставшегося раствора способами отделения твердого вещества от жидкости (не показаны на чертеже).

Остаток выщелачивания, полученный при выщелачивании 10, включающий содержащий Fe и Al осадок, полученный при удалении 20 Fe и Al, неорганическую фазу, содержащую Mn и Mg, полученную при экстракции 30 оксимом, и раствор, полученный при извлечении 40 Ni и Co, объединяют и отправляют в отходы (отходы 60).

В схеме способа, представленной на чертеже, технологический поток, содержащий никель и кобальт (органическую фазу, содержащую Ni и Co), подаваемый на операцию осаждения никеля и кобальта (осаждение 40 Ni и Co), представляет собой относительно концентрированный раствор (10 м³/ч, 1000 кг/ч Ni). Это приводит к тому, что осаждение после экстракции оксимом оказывается экономичным, маломасштабным и простым, поскольку в этом способе необходимо обрабатывать относительно малые объемы технологических растворов.

Кроме того, применение технологической схемы, представленной на чертеже, позволяет сводить к минимуму потери металлов, в результате чего общий выход извлечения Ni и Co после проведения этапа выщелачивания и последующего этапа осаждения Ni и Co составляет более 95%.

После извлечения 40 осаждением Ni и Co могут быть извлечены по отдельности, например, различными способами экстракции растворителем или электролитическими способами.

Специалистам понятно, что дальнейшее развитие техники может изменять методику реализации изобретательского замысла. Изобретение и его воплощения не ограничены рассмотренными выше примерами и могут быть изменены в пределах объема защиты, ограниченного прилагаемой формулой изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

- 1. Способ извлечения никеля и кобальта из не содержащего алюминия и железа кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита, отличающийся тем, что раствор выщелачивания подвергают экстракции ароматическим гидроксиоксимом, растворенным в несмешивающемся с водой органическом растворителе, при рН в интервале от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°С, с получением раствора, содержащего никель и кобальт, причем никель и кобальт одновременно экстрагируют из указанного раствора выщелачивания.
- 2. Способ по п.1, отличающийся тем, что температура экстракции находится в диапазоне от 30 до 50° C, предпочтительно от 35 до 45° C.
- 3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что ароматический гидроксиоксим выбран из 5нонилсалицилальдоксима, 5-додецилсалицилальдоксима, оксима 2-гидрокси-5-нонилацетофенона, оксима ма 1-(5-нонил-2-гидроксифенил)(фенил)этан-1-она и оксима (5-додецил-2-гидроксифенил)(фе-

нил)метанона.

- 4. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что способ включает дополнительный этап извлечения никеля и кобальта из раствора, содержащего никель и кобальт, полученного при экстракции ароматическим гидроксиоксимом.
 - 5. Способ по п.4, отличающийся тем, что извлечение никеля и кобальта включает осаждение.
- 6. Способ по п.5, отличающийся тем, что указанное осаждение выполняют как осаждение гидроксидов.
- 7. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что способ дополнительно включает этап предварительной обработки, состоящий в удалении алюминия и железа из кислотного раствора выщелачивания никелевого латерита перед экстракцией ароматическим гидроксиоксимом.
- 8. Способ по п.7, отличающийся тем, что удаление железа и алюминия выполняют путем осаждения.
 - 9. Способ по п.8, отличающийся тем, что осаждение проводят путем добавления извести.
- 10. Способ по любому из предшествующих пунктов, отличающийся тем, что способ включает дополнительный этап предварительной обработки, состоящей в выщелачивании никелевого латерита кислотой перед удалением алюминия и железа.
- 11. Способ выделения никеля и кобальта из никелевого латерита, отличающийся тем, что способ включает:
- (а) кислотное выщелачивание никелевого латерита с получением раствора выщелачивания, содержащего никель, кобальт и другие металлы, выбранные из марганца, магния, железа и алюминия;
- (b) удаление алюминия и железа из раствора выщелачивания с получением раствора, содержащего никель, кобальт и другие металлы, выбранные из марганца и магния;
- (c) одновременную экстракцию никеля и кобальта ароматическим гидроксиоксимом, растворенным в несмешивающемся с водой органическом растворителе, из раствора, полученного на этапе (b), при рН в интервале от 4 до 5,5 и при температуре менее 100°C, с получением раствора, содержащего никель и кобальт; и
 - (d) извлечение никеля и кобальта из раствора, содержащего никель и кобальт.
 - 12. Способ по п.11, отличающийся тем, что этап (b) выполняют путем осаждения.
 - 13. Способ по п.11 или 12, отличающийся тем, что этап (d) выполняют путем осаждения.

