ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59463— 2021/ IEC TS 62607-4-6: 2018

Производство нанотехнологическое

КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Часть 4-6

Наноматериалы электродные для устройств накопления электрической энергии. Определение содержания углерода методом инфракрасной спектроскопии

(IEC TS 62607-4-6:2018, Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-6: Nano-enabled electrical energy storage — Determination of carbon content for nano-enabled electrode materials, infrared absorption method, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Национальной ассоциацией производителей источников тока «РУСБАТ» (Ассоциация «РУСБАТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 4, и Федеральным государственным унитарным предприятием «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 044 «Аккумуляторы и батареи»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2021 г. № 299-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу IEC TS 62607-4-6:2018 «Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 4-6. Накопители электрической энергии на наноматериалах. Определение содержания углерода в электродных наноматериалах методом инфракрасного поглощения» (IEC TS 62607-4-6:2018 «Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-6: Nano-enabled electrical energy storage — Determination of carbon content for nano-enabled electrode materials, infrared absorption method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© IEC, 2018 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2021

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения, обозначения и сокращения 1
3.1 Термины и определения 1
3.2 Обозначения и сокращения 2
4 Реактивы и материалы 2
4.1 Испытательный газ 2
4.2 Газ-носитель 2
4.3 Плавни 2
4.4 Сертифицированные эталонные материалы 2
5 Оборудование 3
5.1 Аналитические весы 3
5.2 Устройство для изготовления образцов 3
5.3 Анализатор для определения содержания углерода 3
5.4 Муфельная печь 3
5.5 Тигли 3
6 Метод испытания 3
6.1 Сущность метода 3
6.2 Подготовка проб и изготовление образцов 4
6.3 Подготовка оборудования к испытанию 4
6.4 Холостой опыт 4
6.5 Калибровка анализатора 4
6.6 Проведение испытания 4
6.7 Результат испытания 4
7 Повторяемость метода 5
8 Протокол испытания 5
Приложение А (справочное) Пример проведения испытания 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 10
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Производство нанотехнологическое

КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Часть 4-6

Наноматериалы электродные для устройств накопления электрической энергии. Определение содержания углерода методом инфракрасной спектроскопии

Nanomanufacturing. Key control characteristics. Part 4-6. Electrode nanomaterials for electric energy storage devices. Determination of carbon content by infrared spectroscopy

Дата введения — 2022—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт является частью серии стандартов IEC 62607, распространяется на электродные наноматериалы, применяемые для изготовления устройств накопления электрической энергии, и устанавливает метод инфракрасной спектроскопии (ИК-спектрометрии) для определения содержания углерода. Метод применяют для определения массовой доли углерода в диапазоне от 0,001 % до 100 % в электродных наноматериалах.

На основе результатов, полученных с применением метода, установленного в настоящем стандарте, потребитель сможет принять решение о пригодности электродного наноматериала для применения и выбрать электродный наноматериал с подходящим содержанием углерода.

Настоящий стандарт устанавливает требования к подготовке проб и изготовлению образцов, к испытательному оборудованию и процедурам проведения испытания, а также содержит пример проведения испытания (см. приложение А).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

IEC TS 62607-4-2:2016, Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-2: Nano-enabled electrical energy storage — Physical characterization of cathode nanomaterials, density measurement (Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 4-2. Накопление электроэнергии с использованием наноматериалов. Физические характеристики катодных наноматериалов, измерение плотности)

ISO/TS 80004-1:2010, Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms (Нанотехнологии. Словарь. Часть 1. Основные термины)

3 Термины, определения, обозначения и сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ISO/TS 80004-1, а также следующий термин с соответствующим определением.

Издание официальное

ИСО и МЭК ведут терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- Электропедия МЭК, которая размещена на http://www.electropedia.org/;
- платформа онлайн-просмотра ИСО, которая размещена на gost.e-ecolog.ru.

3.1.1 **электродный наноматериал** (electrode nanomaterial): Материал, содержащий фракцию наноматериала и применяемый в устройстве накопления электрической энергии, функциональные или рабочие характеристики которого достигнуты за счет применения нанотехнологий, например литий-ионный аккумулятор или суперконденсатор [3].

[IEC TS 62607-4-3:2015, статья 3.1.1]

Примечание — В настоящем стандарте термин применим к материалам в форме порошка, применяемых в качестве сырья (например, LCO, NCA, NCM и LFP) без каких-либо добавок (например, углеродных наноматериалов, таких как технический углерод (ТУ), углеродные нанотрубки или волокна) или органического связующего (например, ПВДФ или SBR).

3.2 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения:

ИК (IR) — инфракрасная область спектра;

ПВДФ (PVDF) — поливинилиденфторид;

ТУ (CB) — технический углерод;

LFP — литированный фосфат железа, $LiFePO_4$;

SBR — бутадиен-стирольный каучук;

LCO — литированный оксид кобальта, $LiCoO_2$;

NCA — литированный оксид никель кобальт алюминия, Li $(N_{ix}Co_yAl_{1-x-y})$ O_2;

NCM — литированный оксид никель кобальт марганца, Li $(Ni_xCo_yMn_{1-x-y})$ O_2.

4 Реактивы и материалы

4.1 Испытательный газ

Для испытания применяют кислород (O_2) чистотой не менее 99,5 % об. (V_i/V_{tot}).

Примечание — В испытании кислород используют для реакции окисления углерода в испытуемом электродном наноматериале.

4.2 Газ-носитель

В качестве газа-носителя применяют кислород (O_2) или инертный газ [азот (N_2), или аргон (Ar)] чистотой не менее 99,5 % об. (V_i/V_{tot}).

Примечание — Газ-носитель используют для пропускания диоксида углерода (CO_2) через аналитический блок анализатора. В качестве газа-носителя применяют испытательный газ или другой газ (в зависимости от модели прибора).

4.3 Плавни

Для испытания применяют плавни из вольфрама (W), олова (Sn) и чистого железа (Fe) с известным низким содержанием углерода менее 0,0008 % масс. (m_i/m_{tot}). Размер частиц плавня — приблизительно 420—840 мкм (20—40 меш).

Примечание — Применение плавней из вольфрама — обязательное требование, применение плавней из других металлов необязательно, так как их используют в качестве ускорителей реакции окисления при необходимости.

4.4 Сертифицированные эталонные материалы

Для испытания применяют сертифицированные эталонные материалы из стали, железа или углеродные материалы. Содержание углерода в сертифицированных эталонных материалах должно быть таким же как в испытуемом электродном наноматериале или более.

5 Оборудование

5.1 Аналитические весы

Для измерений применяют аналитические весы точностью 0,001 г.

5.2 Устройство для изготовления образцов

Для изготовления образцов применяют устройство для прессования порошка, состоящее из двух частей: пресс-формы и лабораторного пресса.

5.3 Анализатор для определения содержания углерода

Для испытания применяют высокочастотный (ВЧ) анализатор, пригодный для сжигания проб и последующего измерения поглощения в инфракрасной области спектра при пропускании образовавшегося диоксида углерода. Анализатор, как правило, состоит из трех частей: аналитического блока, аналитических весов и компьютера. Аналитический блок состоит из высокочастотной индукционной печи (далее — печь), инфракрасной ячейки и системы газоснабжения. Рекомендуемые рабочие параметры анализатора для определения содержания углерода приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Рекомендуемые рабочие параметры анализатора для определения содержания углерода

Рабочий параметр	Значение параметра
Испытательный газ: кислород (O_2)	Чистота не менее 99,5 %
Давление кислорода на входе	0,35—0,40 МПа
Газ-носитель: кислород (O_2) или инертный газ (Ar/N_2)	Чистота не менее 99,5 %
Давление газа-носителя на входе	0,25—0,30 МПа
Расход испытательного газа	3,0—4,0 л/мин
Расход газа-носителя	1,0—2,0 л/мин
Мощность печи	5 кВА
Продолжительность испытания	30—60 с

5.4 Муфельная печь

Для испытания применяют муфельную печь, обеспечивающую температуру нагрева (1200 ± 50) °С.

5.5 Тигли

Для испытания применяют керамические тигли (например, из оксида алюминия и диоксида циркония) с вольфрамовой оболочкой с платиновым или кварцевым покрытием с содержанием углерода менее 0,002 %. Перед каждым испытанием тигли прокаливают в муфельной печи в течение 8 ч при температуре (1000 ± 50) °С, затем их извлекают из печи и помещают в эксикатор для охлаждения в атмосфере, не содержащей влаги.

6 Метод испытания

6.1 Сущность метода

Образец сжигают в потоке кислорода в присутствии плавня при температуре свыше 1000 °С в печи, при этом углерод превращается в диоксид углерода CO_2. Далее полученный диоксид углерода фильтруют, высушивают и выполняют измерения. Сигнал измерения поглощения диоксида углерода в ИК-области спектра регистрируют при длине волны 4,26 мкм (см. схему газового пути и диаграмму светового пути в приложении А). Электронный сигнал измерения поглощения преобразуется в цифровое отображение содержания диоксида углерода в процентах (%).

6.2 Подготовка проб и изготовление образцов

6.2.1 Высушивание

Пробу испытуемого электродного наноматериала высушивают при температуре 105 °С в течение 2 ч (при испытании легковоспламеняющихся электродных наноматериалов следует соблюдать соответствующие меры безопасности). Далее пробу помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

6.2.2 Прессование

Отвешивают пробу заданной массы, затем, используя устройство для прессования порошка, сжимают ее. Следует убедиться, что полученный образец имеет форму цилиндра и сохраняет форму при взятии его пинцетом (см. IEC TS 62607-4-2:2016, пункт 5.1.3).

6.3 Подготовка оборудования к испытанию

После включения электропитания выдерживают определенный интервал времени, рекомендованный изготовителем оборудования, для стабилизации каждой единицы оборудования.

6.4 Холостой опыт

Проводят холостой опыт по той же методике и с теми же количествами всех реактивов, которые используют для проведения испытания, но без испытуемого наноматериала.

a) Используя мерную ложку, помещают в тигель требуемое количество вольфрамового плавня в соответствии с рекомендациями изготовителя оборудования (как правило, 1,5—2,0 г). Помещают тигель в печь и выполняют измерение.

b) Выполняют три измерения в соответствии с 6.4a).

c) Используют среднее значение результатов холостого опыта для нулевой регулировки прибора в соответствии с требованиями изготовителя и рассчитывают критерии приемлемости результатов холостого опыта.

Полученное значение должно соответствовать критериям приемлемости результатов, установленным для холостого опыта. Если полученное значение не соответствует установленным критериям, то холостой опыт повторяют.

6.5 Калибровка анализатора

a) Сертифицированный эталонный материал массой 0,1 г помещают в тигель. Добавляют в тигель требуемое количество плавня из вольфрама в соответствии с рекомендациями изготовителя оборудования (как правило, 1,5—2,0 г) и тщательно перемешивают. Помещают тигель в печь и выполняют измерение.

b) Выполняют три измерения в соответствии с 6.5a). Полученное значение должно соответствовать критериям приемлемости результатов, установленным для калибровки оборудования. Если полученное значение не соответствует установленным критериям, то калибровку оборудования проводят заново.

c) По результатам трех измерений выполняют калибровку анализатора.

6.6 Проведение испытания

a) Часть полученного после прессования образца массой 0,1 г помещают в тигель. Добавляют требуемое количество плавня из вольфрама в соответствии с рекомендациями изготовителя оборудования (как правило, 1,5—2,0 г) в тигель.

b) Содержание тигля тщательно перемешивают, после чего помещают тигель в печь и выполняют измерение.

c) Регистрируют полученный результат в протоколе и повторяют измерение еще два раза.

6.7 Результат испытания

Результатом испытания является среднее арифметическое значение результатов измерений, выполненных на всех образцах испытуемого электродного наноматериала. Содержание углерода в испытуемом электродном наноматериале выражают в процентах (%).

7 Повторяемость метода

Независимые результаты двух испытаний, полученные одним и тем же методом на идентичных испытуемых наноматериалах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим одно и то же испытательное оборудование, за короткий промежуток времени, не должны отличаться более чем на 5 % по содержанию углерода.

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) используемый метод и ссылку на настоящий стандарт;

b) результаты испытания;

c) любые особенности, отмеченные во время проведения испытания;

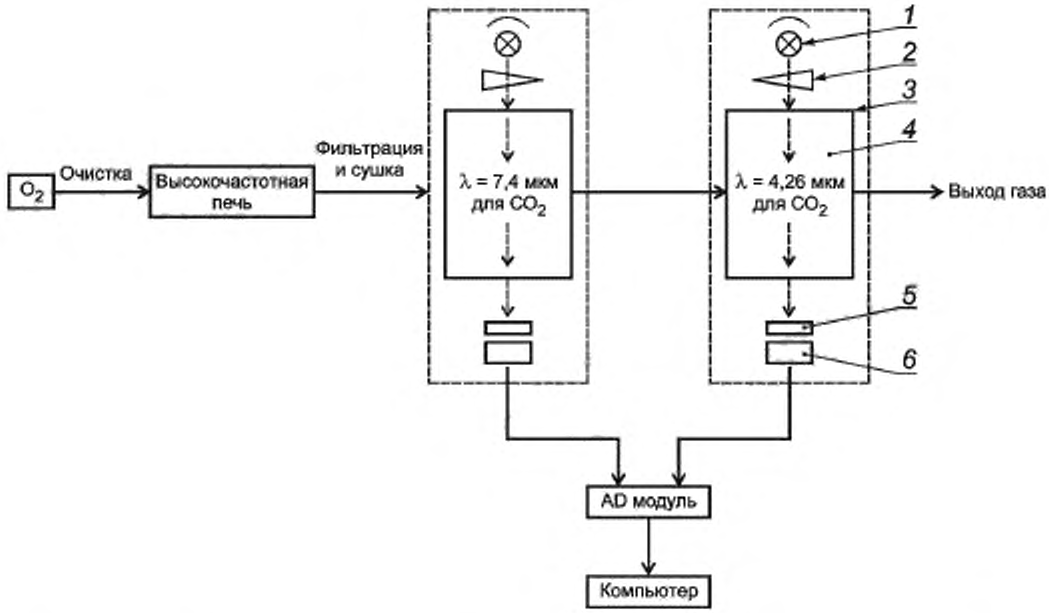
d) любые операции, не указанные в настоящем стандарте, которые могут повлиять на результаты испытания.

Приложение А
(справочное)

Пример проведения испытания

А.1 Схема пути прохождения газа и света при проведении испытания

На рисунке А.1 приведена схема пути прохождения газа и света (пунктирная рамка) при проведении испытания по определению содержания углерода в электродном наноматериале.



1 — источник микроинфракрасного излучения; *2* — модулирующий вращающийся диск; *3* — инфракрасные окна; *4* — ИК-ячейка; *5* — светофильтр, *6* — ИК-детектор

Рисунок А.1 — Схема пути прохождения газа и света (пунктирная рамка) при проведении испытания по определению содержания углерода в электродном наноматериале

Образец сжигают в потоке кислорода до образования CO_2. Газ-носитель, содержащий CO_2, пропускают через ИК-ячейку и измеряют поглощение инфракрасного излучения при длине волны 4,26 мкм CO_2 (см. рисунок А.1). Поглощение инфракрасного излучения CO_2 соответствует закону Бера, выражаемому следующей формулой:

$$I = I_0 \exp(-\alpha PL), \quad (А.1)$$

где I_0 — интенсивность света на входе в вещество;

I — интенсивность света, прошедшего слой вещества;

α — показатель поглощения, $м^{-1} \cdot Па^{-1}$;

P — парциальное давление CO_2, Па;

L — длина поглощающей ячейки, м.

А.2 Изготовление образцов и проведение испытания по определению содержания углерода

Процедуры изготовления образцов и проведения испытания по определению содержания углерода в электродном наноматериале приведены на рисунке А.2.

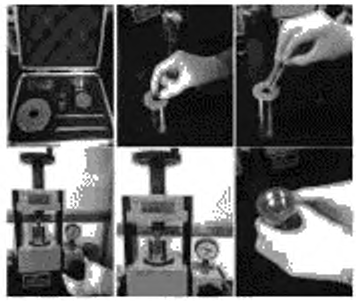
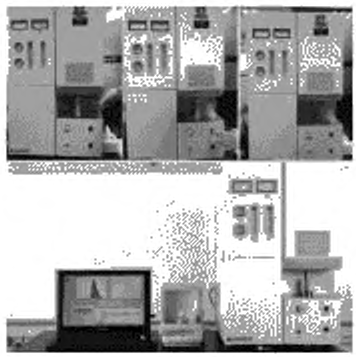
Этап	Иллюстрация	Описание
A		Используя устройство для прессования порошка, сжимают испытуемую пробу. Следует убедиться, что полученный образец имеет форму цилиндра и сохраняет форму при взятии его пинцетом
B		Часть полученного образца массой 0,1 г помещают в тигель. Добавляют требуемое количество плавня из вольфрама в соответствии с рекомендациями изготовителя оборудования (как правило, 1,5—2,0 г)
C		После тщательного перемешивания содержимого тигля его помещают в печь и выполняют измерение. Результаты измерения регистрируют в протоколе

Рисунок А.2 — Процедуры изготовления образцов и проведения испытания по определению содержания углерода в электродном наноматериале

А.3 Результаты испытаний по определению содержания углерода в электродных наноматериалах

Результаты испытаний серии образцов идентичных электродных наноматериалов с содержанием углерода от 1,30 % до 100 %, полученные в условиях повторяемости, т.е. проведены в одной лаборатории, одним оператором, на одном и том же оборудовании с одинаковыми рабочими параметрами и процедурой калибровки за короткий промежуток времени, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты испытаний серии образцов идентичных электродных наноматериалов с содержанием углерода от 1,30 % до 100 %, полученные в условиях повторяемости

Электродный наноматериал	Масса образца, г	Содержание углерода, %	Среднее значение, %	Абсолютное отклонение, %	Относительное отклонение, %	Стандартное отклонение, %
А-1	0,1184	1,30	1,30	0	0	0,00577
	0,1381	1,30		0	0	
	0,1102	1,31		0,01	0,77	
А-2	0,0966	19,53	19,50	0,03	0,15	0,06083
	0,0962	19,43		−0,07	−0,36	
	0,0956	19,54		0,04	0,21	
А-3	0,0582	49,60	49,66	−0,06	−0,12	0,10392
	0,0553	49,60		−0,06	−0,12	
	0,0477	49,78		0,12	0,24	
А-4	0,0275	60,10	60,01	0,09	0,15	0,38734
	0,0201	60,35		0,34	0,57	
	0,0225	59,59		−0,42	−0,70	
А-5	0,0213	87,97	88,79	−0,82	−0,92	1,33770
	0,0218	90,34		1,55	1,75	
	0,0212	88,08		−0,71	−0,80	
А-6	0,0212	99,74	98,75	0,99	1,00	1,36722
	0,0101	97,19		−1,56	−1,58	
	0,0185	99,32		0,57	0,58	

В испытаниях использованы по три образца каждого электродного наноматериала. Результат испытания — среднее арифметическое значение результатов трех измерений. Как видно из таблицы А.1, отклонения значений, полученных по результатам определения содержания углерода в одной лаборатории, составляет менее 2 %.

Результаты испытаний серии образцов двух идентичных электродных наноматериалов с содержанием углерода 1,20 % и 12,80 %, полученные в разных лабораториях при одинаковых рабочих параметрах оборудования и условиях испытаний, приведены в таблице А.2.

Таблица А.2 — Результаты испытаний серии образцов двух идентичных электродных наноматериалов с содержанием углерода 1,20 % и 12,80 %, полученные в разных лабораториях

Электродный наноматериал	Масса образца, г	Содержание углерода, %	Среднее значение, %	Абсолютное отклонение, %	Относительное отклонение, %	Стандартное отклонение, %	Источник данных
В-1	0,1037	1,21	1,21	0,00	0,41	0,00837	Лаборатория 1
	0,1048	1,21		0,00	0,41		
	0,1046	1,21		0,00	0,41		
	0,1035	1,19		−0,02	−1,24		Лаборатория 2
	0,1014	1,20		−0,01	−0,41		
	0,1028	1,21		0,00	0,41		

Окончание таблицы А.2

Электродный наноматериал	Масса образца, г	Содержание углерода, %	Среднее значение, %	Абсолютное отклонение, %	Относительное отклонение, %	Стандартное отклонение, %	Источник данных
В-2	0,1033	12,86	12,84	0,02	0,19	0,02881	Лаборатория 1
	0,1009	12,86		0,02	0,19		
	0,1032	12,84		0,00	0,04		
	0,1042	12,85		0,01	0,12		Лаборатория 2
	0,1025	12,79		−0,05	−0,35		
	0,1003	12,81		−0,03	−0,19		

Как видно из таблицы А.2, отклонения значений, полученных по результатам определения содержания углерода в разных лабораториях, составляет менее 5 %.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального и межгосударственного стандарта
IEC TS 62607-4-2:2016	IDT	ГОСТ Р 59461—2021/IEC TS 62607-4-2:2016 «Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 4-2. Наноматериалы катодные для устройств накопления электрической энергии. Определение плотности»
ISO/TS 80004-1	IDT	ГОСТ ISO/TS 80004-1—2017 «Нанотехнологии. Часть 1. Основные термины и определения»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] Zhang S.S. Sulfurized carbon: a class of cathode materials for high performance lithium/sulfur batteries[J]. Front. Energy Res, 2013, 1(10) (Чжан С. С. Сульфированный углерод: класс катодных материалов для высокоэффективных литий-серных батарей)

[2] Lin N., Zhou J., Wang L. et al. Polyaniline-assisted synthesis of Si@ C/RGO as anode material for rechargeable lithium-ion batteries[J]. ACS applied materials & interfaces, 2014, 7(1): 409-414 (Лин Н. Чжоу Дж. Ван Л. и др. Синтез Si @ C/RGO с использованием полианилина в качестве анодного материала для литий-ионных аккумуляторов)

[3] IEC TS 62607-4-3 Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-3: Nano- enabled electrical energy storage — Contact and coating resistivity measurements for nanomaterials (Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 4-3. Накопители электрической энергии с использованием наночастиц. Измерения удельного контактного сопротивления и сопротивления покрытия для наноматериалов)

УДК 621.355.9, 544.5:006.354 ОКС 07.120

Ключевые слова: производство нанотехнологическое, контроль основных характеристик, наноматериалы электродные, содержание углерода, устройства накопления электрической энергии, метод инфракрасной спектроскопии

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 27.04.2021. Подписано в печать 13.05.2021. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л 1,86. Уч.-изд. л 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru