МИНИСТЕРСТВО ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Министра
_____ В.Ф.Костин
_____ марта 1996г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ КОЛОНОЧНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ СО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ ОКОНЧАНИЕМ.

ПНД Ф 14.1:2.62—96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Москва 1996г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.01.03.032/2004 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 1 заседания НТС ФГУ «ФЦАМ» МПР России от 03.03.2004 г.).***

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений содержаний нефтепродуктов в природных и очищенных сточных водах методом колоночной хроматографии со спектрофотометрическим окончанием при массовых концентрациях нефтепродуктов от 0,02 до 2,0 мг/дм^3.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ других классов, устраняются в ходе анализа (п.9).

1. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения массовой концентрации нефтепродуктов основан на извлечении нефтепродуктов из анализируемых вод органическим растворителем, отделении от полярных соединений других классов колоночной хроматографией на оксиде алюминия и количественном определении по интенсивности светопоглощения в ультрафиолетовой области спектра.

2. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости)σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости),σ_R, %
от 0,02 до 0,025 вкл.	48	14	19
св. 0,025 до 0,25 вкл.	40	11	16
св. 0,25 до 2,0 вкл.	24	8	10

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, оборудование и материалы:

3.1. Средства измерений, вспомогательное оборудование

Спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 270$ нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Вентилятор комнатный типа ВН10-УЧ, ГОСТ 7402.

Термометр КШ-14/23, ТУ 25-2021.007-88.

ГСО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице, ГСО 7117

3.2. Посуда

Воронка ВД-1; 3-1000 ХС, ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-1000, ГОСТ 1770.

Мензурка 100, ГОСТ 1770.

Колба КН-50, ГОСТ 19908.

Стаканчики для взвешивания (бюксы), ГОСТ 25336.

Пробирки 2-5,

10-0, 1 ХС, ГОСТ 1770

Стакан НН-50;

100, ГОСТ 19908.

Колбы 2-25-2, ГОСТ 1770.

Пипетки мерные с делениями 0,1 $см^3$, 4(5)-2-1(2);
6(7)-1-5(10);
3-1-50, **ГОСТ 29227**[@].

Бутыли с притертыми пробками для отбора проб.

Колонка с оксидом алюминия.

3.3. Реактивы

Гексан, ТУ 6-09-3375.

Углерод четыреххлористый, ГОСТ 20288.

Хлороформ, **ГОСТ 20015**[@].

Алюминий оксид, ТУ 6-09-3916.

Натрий сернокислый, ГОСТ 4166.

Кислота соляная, ГОСТ 3118.

Кислота серная, ГОСТ 4204.

Все реактивы должны быть квалификации не ниже х.ч.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

4.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой спектрофотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра.

6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5)°С;

атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм.рт.ст);

относительная влажность (80±5) %;

напряжение сети (220±10) В;

частота переменного тока (50 ±1) Гц.

7. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями [@]**ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб"**[@].

7.1. Пробы воды для параллельных определений отбирают в отдельные стеклянные емкости с притертыми пробками. Пробу для одного определения используют полностью. Если определение нефтепродуктов в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2-4 $см^3$ экстрагента (четыреххлористый углерод, хлороформ) на 1 $дм^3$ воды. Законсервированные пробы могут храниться в течение двух недель.

При определении нефтепродуктов методом колоночной хроматографии со спектрофотометрическим окончанием объем пробы должен составлять 1 $дм^3$.

7.2. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

цель анализа, предполагаемые загрязнители;

место, время отбора;

номер пробы;

должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

8.1. Подготовка прибора

8.1.1. Подготовку спектрофотометра к работе проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора.

8.1.2. Колонка с оксидом алюминия представляет собой стеклянную трубку длиной 10 см и диаметром 0,7-1,0 см с оттянутым нижним концом диаметром 0,1 см. В трубку помещают стеклянную вату слоем 0,5 см, затем 2-3 см слоя оксида алюминия (приблизительно 1 г) и снова стеклянную вату. В качестве колонки можно использовать обычную пипетку, градуированную на 10 $см^3$. Слоя оксида алюминия в 2-3 см достаточно для поглощения 50-100 мг полярных соединений. Оксид алюминия в колонке меняют после каждой пробы. Использованный оксид алюминия можно регенерировать промыванием его четыреххлористым углеродом или хлороформом, испарением растворителя и последующим прокаливанием при 300-400°С в течение 4 ч.

8.2. Приготовление градуировочного раствора нефтепродуктов

Готовят из нефтепродуктов, выделенных из серии проанализированных проб.

Для этого, после завершения эксперимента, экстракты объединяют, порциями переносят во взвешенный стакан емкостью 50 $см^3$ и испаряют гексан под вентилятором. Навеску 0,01 г выделенных таким образом "чистых" нефтепродуктов растворяют в гексане в мерной колбе на 100 $см^3$.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг нефтепродуктов.

Если выделенные из исследуемой воды нефтепродукты не используются сразу, а сохраняются то, возможно, их окисление, и тогда для приготовления градуировочного растворов необходима их очистка. Для этого 1 г нефтепродуктов растворяют в 20 $см^3$ гексана, пропускают последовательно через две колонки с 2 г оксида алюминия каждая, промывая колонки 2-3 раза порциями гексана по 5 $см^3$.

Прошедший через вторую колонку раствор собирают в стаканчик (бюкс), гексан испаряют под вентилятором. После полного испарения гексана стаканчик взвешивают на аналитических весах до достижения постоянной массы.

8.3. Построение градуировочного графика

Для работы удобно иметь два градуировочных графика, т.к. содержание нефтепродуктов в очищенных сточных и природных водах колеблется от сотых долей мг/$дм^3$ до целых мг/$дм^3$.

Для построения первого градуировочного графика в градуировочные пробирки вносят 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 $см^3$ градуировочного раствора нефтепродуктов (п.8.2), доводят объем до 5 $см^3$ гексаном, перемешивают. Масса нефтепродуктов в полученных растворах равна 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 мг.

Для построения второго градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ вносят 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ градуировочного раствора нефтепродуктов (п.8.2) и доводят объем до метки гексаном, перемешивают. Масса нефтепродуктов в полученных растворах равна 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0 мг.

Через 0,5 часа замеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны λ=270 нм в кюветах с толщиной слоя 10 мм согласно инструкции по эксплуатации прибора. В качестве раствора сравнения используют гексан. Берут средний результат оптической плотности из трех измерений.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации.

Строят градуировочный график в координатах оптическая плотность-масса нефтепродуктов в мг.

Построение градуировочного графика возможно с использованием ГСО 7117 в соответствии с инструкцией по применению.

8.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при смене основных реактивов, но не реже одного раза в месяц. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \le 1{,}96\sigma_{R_л},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации нефтепродуктов в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов в образце для градуировки;

$\sigma_{R_л}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_л} = 0{,}84\,\sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график

9. УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе органических веществ других классов, устраняются в ходе анализа: одни остаются нерастворимыми в гексане, другие (фенолы, нафтеновые кислоты) сорбируются оксидом алюминия.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и очищенных сточных вод выполняют следующие операции:

1 дм^3 исследуемой пробы воды (точно фиксированный объем), содержащей 0,02-2,0 мг нефтепродуктов, переносят в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3-4 и экстрагируют порцией 20 см^3 четыреххлористого углерода или хлороформа в течение 10 минут.

(Склянку, в которой находилась проба, ополаскивают растворителем, который используется для экстракции).

После расслоения фаз (через 10 мин.) экстракт сливают в колбу емкостью 50 см^3. Экстракт высушивают сульфатом натрия, который добавляют в количестве, необходимом для полного поглощения влаги. Обезвоженный экстракт сливают, не допуская попадания влаги, в стакан емкостью 50 см^3, заполнив его на 3/4 объема. Стакан с экстрактом помещают в вытяжной шкаф на расстоянии 50-60 см от вентилятора и испаряют растворитель. Колбу промывают двумя порциями (по 3 см^3) растворителя, который переносят в тот же стакан. Растворитель испаряют до объема экстракта 0,5 см^3, после чего испарение продолжают без вентилятора.

Остаток в стакане, после полного испарения растворителя, растворяют в 5 см^3 гексана. Полученный раствор осторожно, избегая потерь, пропускают через колонку с оксидом алюминия, собирая элюат в мерную колбу на 25 см^3. Стакан и колонку промывают четырьмя порциями гексана по 5 см^3.

Уровень жидкости в колонке до прибавления последней порции гексана не должен опускаться ниже верхней границы слоя оксида алюминия. Объем элюата в колбе доводят до метки гексаном, перемешивают.

Через 0,5 часа замеряют оптическую плотность элюата на спектрофотометре. Содержание нефтепродуктов находят по второму градуировочному графику.

При содержании нефтепродуктов < 0,1 мг/дм^3 используют первый градуировочный график. Для этого весь элюат количественно переносят в стакан емкостью 50 см^3, испаряют гексан до объема 2-3 см^3 и количественно переносят в градуированную пробирку. Доводят гексаном объем до 5 см^3 и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание нефтепродуктов X (мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{M \cdot 1000}{V},$$

где M - масса нефтепродуктов, найденная по градуировочному графику, мг;

V-объем исследуемой пробы, дм^3.

За результат анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot (X_1 + X_2)/200 \qquad (1)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,02 до 0,025 вкл.	39
св. 0,025 до 0,25 вкл.	31
св. 0,25 до 2,0 вкл.	22

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ПНД Ф 14.1:2.62-96 *@Внесены дополнения и изменения согласно протокола № 23 заседания НТК ФГУ "ЦЭКА" МПР России от 30 мая 2001 г.*

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,02 до 0,025 вкл.	53
св. 0,025 до 0,25 вкл.	45
св. 0,25 до 2,0 вкл.	28

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$,

где $X_{ср}$ – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

– способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются образцы, полученные путем внесения таблетки ГСО 7117 (или аналогичного ему по метрологическим характеристикам) состава нефтепродуктов в дистиллированную воду. Приготовление образца и расчет значения содержания нефтепродуктов в образце производится в точном соответствии с Приложением 2 к свидетельству о метрологической аттестации ГСО 7117. Подготовленный образец анализируют в точном соответствии с настоящей методикой. Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | C_{ср} - C |$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации нефтепродуктов в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (1) раздела 11;

С – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле.

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224

Факс: (3432) 502-117
Телефон: (3432) 502-295
E-mail: pasova@uniim.ru

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia

Fax: (3432) 502-117
Phone: (3432) 502-295
E-mail: pasova@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.11.033 / 2004
CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации нефтепродуктов в природных и очищенных сточных водах методом колоночной хроматографии со спектрофотометрическим окончанием,*

разработанная *ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г. Москва),*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %
от0.02 до 0.025 вкл	48	14	19
св.0.025 до 0.25вкл	40	11	16
св. 0.25 до 2.0 вкл.	24	8	10

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от0.02 до 0.025 вкл	39	53
св.0.025 до 0.25вкл	31	45
св. 0.25 до 2.0 вкл.	22	28

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в приложении к настоящему свидетельству на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 02.02.200

научной работе И.Г. Добролюбский

gost.e-ecolog.ru