

**Lời nói đầu**

**TCVN 7895 : 2008** hoàn toàn tương đương với EN 14112 : 2003.

**TCVN 7895 : 2008** do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC28/SC5  
*Nhiên liệu sinh học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường  
Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Dẫn xuất dầu và mỡ – Este metyl axit béo (FAME) – Xác định độ ổn định oxy hoá (phép thử oxy hoá nhanh)**

*Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) –  
Determination of oxidation stability (accelerated oxidation test)*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ ổn định oxy hoá của este metyl axit béo (FAME) tại 110 °C.

### **2 Thuật ngữ và định nghĩa**

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

#### **2.1**

##### **Chu kỳ cảm ứng (induction period)**

Thời gian tính từ thời điểm bắt đầu đo đến thời điểm khi sự tạo thành các sản phẩm oxy hoá bắt đầu tăng nhanh.

#### **2.2**

##### **Độ ổn định oxy hoá (oxidation stability)**

Chu kỳ cảm ứng được xác định theo qui trình qui định của tiêu chuẩn này. Độ ổn định oxy hoá được biểu thị theo giờ.

### **3 Nguyên tắc**

Thổi dòng không khí sạch qua mẫu đã làm nóng đến nhiệt độ qui định. Trong quá trình oxy hoá, hơi bốc lên cùng không khí đi qua bình chứa nước đã được khử khoáng, hoặc nước cất, bình này có điện cực để đo dẫn điện. Điện cực được nối với dụng cụ đo và ghi. Hệ thống thiết bị sẽ chỉ ra điểm cuối của chu kỳ cảm ứng khi độ dẫn điện bắt đầu tăng nhanh. Hiện tượng tăng nhanh là do sự phân ly của các axit cacboxylic dễ bay hơi sinh ra trong quá trình oxy hoá và được nước hấp thụ.

### **4 Thuốc thử**

Nếu không có qui định khác, chỉ dùng các loại thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích, và nước cất hoặc nước đã khử khoáng.

## TCVN 7895 : 2008

**4.1 Rây phân tử**, có bộ hiển thị độ ẩm, kích thước lỗ là 0,3 mm. Có thể sấy khô rây phân tử trong tủ sấy ở nhiệt độ 150 °C và làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

**4.2 Aceton.**

**4.3 Dung dịch kiểm làm sạch thủy tinh trong phòng thí nghiệm.**

**4.4 Glycerin.**

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thông thường và các thiết bị sau:

### 5.1 Thiết bị xác định độ ổn định oxy hoá

Xem sơ đồ trên Hình 1 và Hình 2.

**CHÚ THÍCH** Có thể sử dụng thiết bị bán sẵn thương hiệu Rancimat model 743, của methrom AG, Herisau, Thụy sĩ.

**5.1.1 Bộ lọc không khí**, gồm ống được lắp giấy lọc ở hai đầu và làm đầy bằng rây phân tử (4.1), ống được nối với đầu hút của bơm.

**5.1.2 Bơm có màng ngăn khí**, có thể điều tiết tốc độ dòng bằng 10 l/h kết hợp với thiết bị tự động hoặc thủ công kiểm soát tốc độ dòng với sai số lớn nhất là  $\pm 1,0$  l/h so với giá trị cài đặt.

**5.1.3 Bình phản ứng**, bằng thủy tinh borosilicat, được nối với nắp làm kín.

Nắp làm kín này được lắp với ống dẫn khí vào và ra. Phần hình trụ dưới miệng bình, nên hẹp hơn vài centimet để làm tan sự sinh bọt. Có thể sử dụng các dụng cụ ngăn bọt (ví dụ: vòng thủy tinh).

**5.1.4 Cuvet đo kín**, dung tích khoảng 150 ml, có ống dẫn khí vào kéo dài xuống đến đáy trong cuvet. Cuvet này có các lỗ thông gió trên đỉnh.

**5.1.5 Điện cực**, để đo độ dẫn điện với dải đo từ 0  $\mu\text{S}/\text{cm}$  đến 300  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , thẳng theo kích thước của cuvet đo (5.1.4).

**5.1.6 Dụng cụ đo và ghi**, gồm:

- a) bộ khuếch đại;
- b) bộ ghi nhận các tín hiệu của từng điện cực (5.1.5).

**5.1.7 Thyristor và nhiệt kế tiếp xúc**, có vạch chia 0,1 °C hoặc loại Pt 100 để đo nhiệt độ của khối gia nhiệt, đồng thời có các chi tiết kèm theo để nối rơle và bộ điều chỉnh nhiệt độ, nhiệt kế có thang đo nhiệt độ từ 0 °C đến 150 °C.

**5.1.8 Khối gia nhiệt, bằng nhôm đúc, có thể điều chỉnh nhiệt độ đến  $(150 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$ .** Khối này có các lỗ chứa các bình phản ứng (5.1.3), và có lỗ để lắp nhiệt kế (5.1.7).

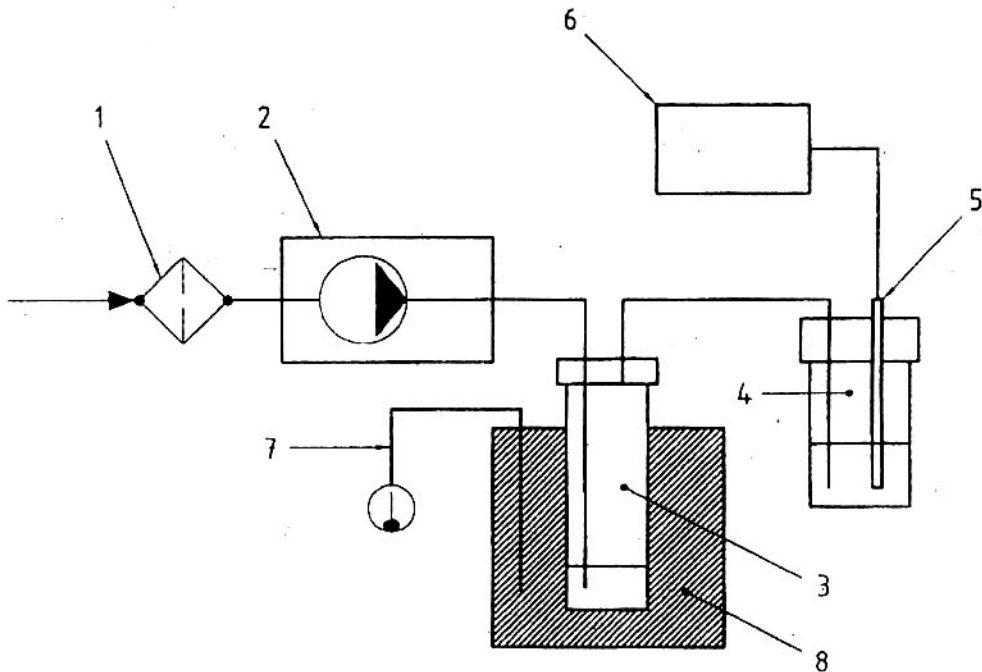
Ngoài ra có thể sử dụng bể ổn nhiệt, chứa loại dầu phù hợp với nhiệt độ đến  $150 ^\circ\text{C}$ , và có thể điều chỉnh chính xác đến  $0,1 ^\circ\text{C}$ .

**5.2 Nhiệt kế đã hiệu chuẩn và chứng nhận, hoặc loại Pt 100 với dải nhiệt độ đến  $150 ^\circ\text{C}$ , có vạch chia  $0,1 ^\circ\text{C}$ .**

**5.3 Pipet đo (hai pipet), dung tích 50 ml và 5 ml.**

**5.4 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ đến  $(150 \pm 3) ^\circ\text{C}$ .**

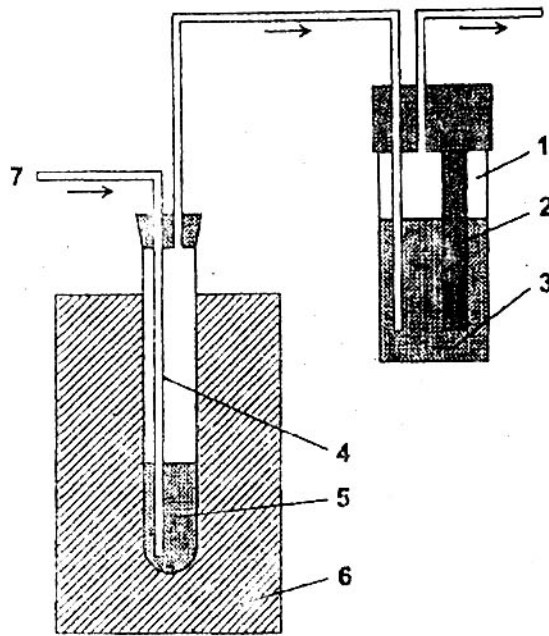
**5.5 Ống nối, mềm làm bằng vật liệu trung tính [polytetrafluoetylen (PTFE) hoặc silicon].**



#### CHÚ DẪN

- 1 Bộ lọc không khí (5.1.1)
- 2 Bơm có màng ngăn khí có bộ kiểm soát tốc độ dòng (5.1.2)
- 3 Bình phản ứng (5.1.3)
- 4 Cuvet đo (5.1.4)
- 5 Điện cực (5.1.5)
- 6 Dụng cụ đo và ghi (5.1.6)
- 7 Thyristor và nhiệt kế tiếp xúc (5.1.7)
- 8 Khối gia nhiệt (5.1.8)

**Hình 1 – Sơ đồ thiết bị thử**



**CHÚ DẪN**

- 1 Bình đo
- 2 Điện cực
- 3 Dung dịch đo
- 4 Bình phản ứng
- 5 Mẫu
- 6 Khối gia nhiệt
- 7 Không khí

**Hình 2 – Sơ đồ khối gia nhiệt, bình phản ứng và cuvet đo**

**6 Lấy mẫu**

Điều quan trọng là phòng thí nghiệm phải nhận được mẫu đại diện thực sự, mẫu không bị hỏng hoặc bị thay đổi trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

Tiêu chuẩn này không qui định về lấy mẫu, tuy nhiên khuyến cáo lấy mẫu theo TCVN 2625 (EN ISO 5555) [2]. Bảo quản mẫu trong vùng tối, nhiệt độ khoảng 4 °C.

**7 Chuẩn bị đo**

**7.1 Chuẩn bị mẫu thử**

Để việc chuẩn bị mẫu không ảnh hưởng đến kết quả thử, cần theo đúng các bước tiến hành sau. Dùng pipet lấy một lượng mẫu cần thiết từ khoảng giữa của mẫu đã được làm đồng nhất kỹ.

**CHÚ THÍCH** Tiến hành phân tích mẫu ngay sau khi chuẩn bị xong.

## 7.2 Chuẩn bị thiết bị

### 7.2.1 Quy trình làm sạch

Dùng aceton rửa các bình phản ứng, cuvet đo và các ống dẫn ít nhất ba lần để tẩy các cặn hữu cơ càng sạch càng tốt. Sau đó tráng bằng nước vòi.

Lấy dung dịch kiểm làm sạch dụng cụ thủy tinh trong phòng thí nghiệm đổ đầy vào các bình và lắp các ống dẫn đầu vào. Sau đó bảo quản các bình ở nhiệt độ 70 °C trong thời gian ít nhất là 2 h.

Tráng kỹ các bình, ống dẫn đã làm sạch bằng nước vòi, cuối cùng tráng bằng nước cất hoặc nước đã khử khoáng. Sau đó làm khô trong tủ sấy ở nhiệt độ 110 °C trong thời gian ít nhất là 1 h.

CHÚ THÍCH 1 Nếu sử dụng các bình phản ứng loại dùng một lần thì không cần áp dụng quy trình làm sạch trên.

CHÚ THÍCH 2 Kiểm tra độ sạch của bình: Dùng nước cất cho chảy vào các bình sạch trong 6 h dưới điều kiện thử nghiệm như nhau, kiểm tra về sự thay đổi của độ dẫn điện, nếu thấy có thay đổi thì phải làm sạch lại. Các bình đạt yêu cầu kiểm tra thì tháo nước đi và đưa vào tủ sấy làm khô.

### 7.2.2 Xác định sự hiệu chỉnh nhiệt độ

Sự chênh lệch giữa nhiệt độ thực của mẫu và nhiệt độ của khối gia nhiệt được gọi là hiệu chỉnh nhiệt độ  $\Delta T$ . Sử dụng đầu dò nhiệt độ đã hiệu chuẩn ngoại để xác định  $\Delta T$ .

Trước khi xác định  $\Delta T$  cần bật khối gia nhiệt để đạt đến nhiệt độ qui định.

Cho 5 g dầu chịu nhiệt vào bình phản ứng. Cắm đầu dò nhiệt độ vào qua nắp bình phản ứng. Dùng các kẹp dài để giữ đầu dò cách xa đầu không khí vào và đầu dò phải chạm đáy bình phản ứng.

Đưa toàn bộ bình vào khối gia nhiệt và nối với nguồn cấp không khí.

Tính  $\Delta T$  khi nhiệt độ đo được không thay đổi:

$$\Delta T = T_{khối} - T_{đầu dò}$$

trong đó

$\Delta T$  là "hiệu chỉnh nhiệt độ"  $\Delta T$ ;

$T_{khối}$  là nhiệt độ của khối gia nhiệt;

$T_{đầu dò}$  là nhiệt độ đo được trong bình phản ứng.

Hiệu chỉnh nhiệt độ của khối:

$$T_{khối} = T_{qui định} + \Delta T$$

Sau khi hiệu chỉnh thì nhiệt độ đo được trong bình phản ứng phải bằng nhiệt độ qui định.

## 8 Cách tiến hành

8.1 Lắp đặt thiết bị theo Hình 1. Nếu sử dụng thiết bị bán sẵn thì áp dụng hướng dẫn của nhà sản xuất.

**8.2** Lắp bơm có màng ngăn khí (5.1.2) và điều chỉnh lưu lượng chính xác đến 10 l/h. Sau đó tắt bơm. Các thiết bị bán sẵn có thể tự động kiểm soát lưu lượng cài đặt.

**8.3** Dùng thyristor và nhiệt kế (5.1.7) hoặc dùng bộ kiểm soát điện tử đưa nhiệt độ khối gia nhiệt (5.1.8) đến nhiệt độ mong muốn (thông thường là 110 °C, xem 7.2.2). Trong chu kỳ thử, phải duy trì nhiệt độ này không đổi trong khoảng  $\pm 0,1$  °C.

Nếu cần có thể cho một chút glycerin (4.4) vào các hốc của khối gia nhiệt để cải thiện việc truyền nhiệt.

Nếu sử dụng bể ổn nhiệt (5.1.8) thì cũng đưa bể đến nhiệt độ quy định và kiểm tra theo cách nêu trên.

**8.4** Dùng pipet đo (5.3) lấy 50 ml nước cất hoặc nước khử khoáng cho vào các cuvet đo (5.1.4).

**CHÚ THÍCH** Tại nhiệt độ cao hơn 20 °C, các axit cacboxylic bay hơi có thể bay ra khỏi nước trong cuvet đo, điều này dẫn đến sự giảm độ dẫn điện của dung dịch. Phản đường cong tăng nhanh của độ dẫn điện sẽ có hình dạng khác đi, do vậy không xác định được đường tiếp tuyến của đoạn này (xem tài liệu tham khảo [2]).

**8.5** Sử dụng dụng cụ đo điện thế hiệu chuẩn kiểm tra các điện cực (5.1.5) và điều chỉnh các tín hiệu, sao cho chúng nằm trên trục 0 của giấy ghi.

Đặt tốc độ giấy ghi là 10 mm/h và tần suất đo tại mỗi điểm đo là 20 s. Đặt giá trị đo bằng 200  $\mu$ S/cm tại kết quả lớn nhất bằng 100 %.

Nếu không điều chỉnh được tốc độ giấy ghi là 10 mm/h, mà là 20 mm/h thì phải báo cáo điều này

**CHÚ THÍCH** Các thiết bị bán sẵn có thể có các số liệu trên PC.

**8.6** Dùng pipet (5.3) lấy 3,0 g mẫu đã chuẩn bị (xem điều 7.2), cân chính xác đến 0,01 g và cho vào bình phản ứng (5.1.3).

**8.7** Bật bơm có màng ngăn khí (5.1.2) và đặt lại lưu lượng chính xác bằng 10 l/h. Dùng ống mềm (5.5) nối các ống dẫn không khí vào và ra với các bình phản ứng và các cuvet đo.

**8.8** Đặt các bình phản ứng có nắp đậy kín (5.1.3) vào các hốc đã bố trí trong khối gia nhiệt hoặc trong bể ổn nhiệt (5.1.8) đã đạt đến nhiệt độ quy định.

Cần thực hiện các bước chuẩn bị 8.7 và 8.8 càng nhanh càng tốt. Sau đó phải bắt đầu ngay việc tự động ghi các số liệu hoặc ghi lại thời gian mà các phép đo bắt đầu thể hiện trên giấy ghi.

**8.9** Kết thúc phép đo khi tín hiệu đạt 100 % thang đo, thường là 200  $\mu$ S.

**8.10** Trong quá trình đo cần thực hiện các điều chú ý sau:

- kiểm tra việc cài đặt lưu lượng kế và điều chỉnh khi cần để đảm bảo lưu lượng ổn định;
- kiểm tra màu của rây phân tử (4.1) của bộ lọc không khí và phải lắp lại các phép đo khi rây phân tử thay đổi màu trong quá trình đo. Nên thay rây phân tử trước mỗi lần thực hiện.

## 9 Tính toán (đánh giá)

### 9.1 Tính toán (đánh giá) thủ công

Vẽ đường tiếp tuyến dọc theo phần tăng ban đầu của đường cong. Vẽ đường tiếp tuyến dọc theo phía trên phần tăng nhanh của đường cong (xem chi tiết trên Hình A.1, Phụ lục A). Nếu không thể vẽ được đường tiếp tuyến, cần thực hiện lại việc xác định.

Xác định độ ổn định oxy hóa theo thời gian tại điểm mà hai đường cắt nhau (thời gian cảm ứng).

### 9.2 Tính toán (đánh giá) tự động

Thiết bị mua sẵn có thể tự động tính chu kỳ cảm ứng bằng cách dùng cực đại của đạo hàm bậc hai (chi tiết xem Hình A.1c, Phụ lục A).

Biểu thị độ ổn định oxy hóa theo giờ, làm tròn đến 0,1 h.

**CHÚ THÍCH** Ví dụ các đường cong độ dẫn điện được thể hiện trên Hình A.1, đường cong này tăng rất nhanh, có thể là kết quả của nhiệt độ dung dịch trong cuvet đo quá cao, làm cho axit cacboxylic bay hơi từ dung dịch đó (xem tài liệu tham khảo [3]).

## 10 Độ chụm

Phép thử nghiệm liên phòng được tổ chức ở Châu Âu năm 2000 với sự tham gia của 8 phòng thử nghiệm, tiến hành đo 8 mẫu, tại nhiệt độ 110 °C, và đưa ra các kết quả thống kê như nêu trong Phụ lục B. Các giới hạn về độ lặp lại và độ tái lập thu được trong phép thử có xác suất là 95 %.

### 10.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ, độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp thử, trên cùng vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác trên cùng thiết bị thử, trong một khoảng thời gian ngắn, không được vượt các giá trị dưới đây:

$$r = 0,09 \cdot X + 0,16$$

Nếu sự chênh lệch vượt giá trị qui định thì loại cả hai kết quả và thực hiện hai phép thử mới đơn lẻ.

### 10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ, thu được do những người thao tác khác nhau, sử dụng cùng một phương pháp thử, trên cùng vật liệu thử, ở các phòng thử nghiệm khác nhau, trên các thiết bị khác nhau, không được vượt các giá trị dưới đây:

$$R = 0,26 \cdot X + 0,23$$



## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- tất cả các thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã áp dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- nhiệt độ thực hiện phép xác định;
- tất cả các thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc các thao tác tự ý, và các thông tin chi tiết có thể ảnh hưởng (các) kết quả của phép thử;
- nếu các kết quả thu được đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng.

**Phụ lục A**  
(tham khảo)

**Tóm tắt phương pháp và các ví dụ về đường cong độ dẫn điện  
và xác định thời gian cảm ứng**

Trong nhiều năm qua, nhiều phương pháp thử xác định độ ổn định oxy hóa của dầu và mỡ đã được xây dựng. Các phương pháp này được xây dựng trên cơ sở đánh giá độ hấp thụ oxy của dầu và mỡ (ở trạng thái lỏng) khi tiếp xúc với không khí.

Có thể đo trực tiếp độ hấp thụ oxy bằng thiết bị Warburg hoặc xác định gián tiếp qua việc xác định chỉ số peroxit hoặc các sản phẩm phân ly của peroxit trong quá trình oxy hóa.

Trong số các phương pháp xác định trực tiếp, phương pháp oxy hoạt tính là cũ nhất. Phương pháp này dựa trên giá trị peroxit trong quá trình sục khí vào mẫu tại 98,7 °C và xác định thời gian thực hiện cho đến khi chỉ số peroxit đạt 100 mmol (oxy hoạt tính trên 2 kg). Phép thử nhanh độ ổn định được rút ra từ phương pháp này. Các phép xác định này rất tốn thời gian và không thể là phương pháp tự động.

Trong phương pháp này, quá trình oxy hóa chia thành hai giai đoạn:

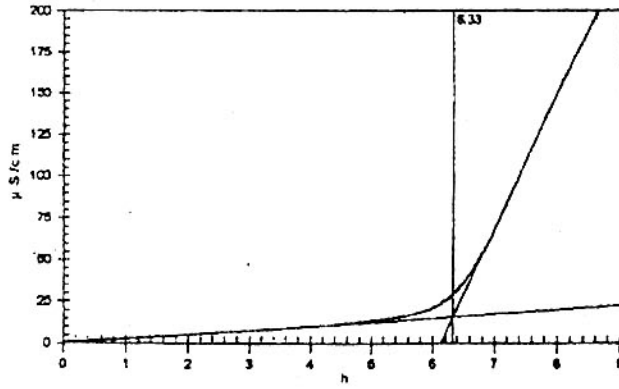
- a) giai đoạn thứ nhất (chu kỳ cảm ứng) được đặc trưng bằng sự phản ứng oxy chậm, lúc đó các peroxit được tạo thành;
- b) giai đoạn thứ hai (giai đoạn mùi và vị ôi) được đặc trưng bằng phản ứng nhanh, lúc đó không chỉ các peroxit được tạo thành mà sau đó các peroxit này bị phân ly do ảnh hưởng của nhiệt độ cao. Trong quá trình này, các sản phẩm như aldehyt, keton và các axit ít béo được tạo thành. Các sản phẩm này sinh ra các mùi, vị lạ.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp định độ dẫn điện của các sản phẩm phân ly của các axit dễ bay hơi tách ra (chủ yếu là axit formic và axit acetic) sinh ra trong quá trình oxy hóa.

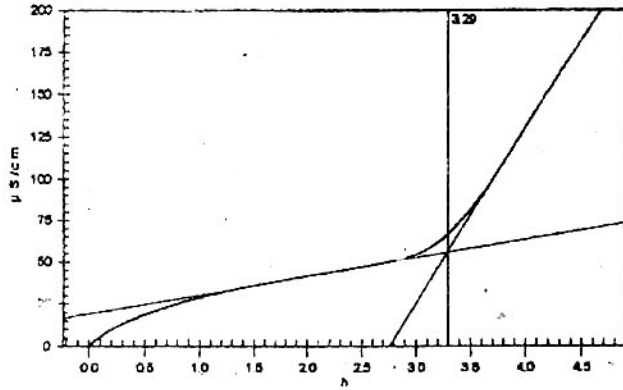
Qui trình này được công bố năm 1974 (xem tài liệu tham khảo [4]). Phương pháp xác định điện thế tự động được công bố năm 1972 (xem tài liệu tham khảo [5]).

Từ đường cong độ dẫn điện, xác định thời gian cảm ứng theo thời gian cảm ứng nhận được khi sử dụng AOM (Active Oxygen Method), với điều kiện là phép xác định được thực hiện dưới cùng nhiệt độ như nhau. Các đường cong có thể có các dạng khác nhau. Ví dụ các đường cong được nêu trên Hình A.1 (lấy từ tài liệu tham khảo [6]).

Phương pháp tính toán thủ công

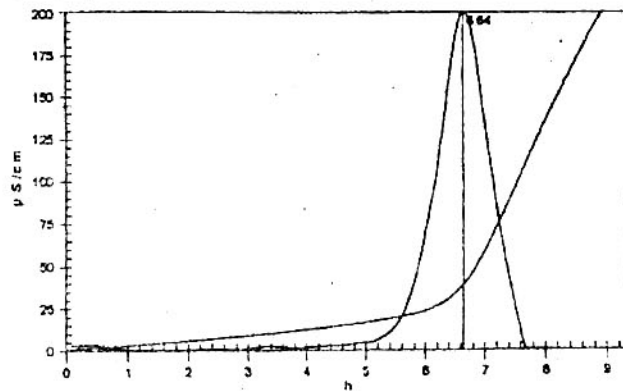


Hình A.1 a)



Hình A.1 b)

Phương pháp tính toán tự động



Hình A.1 c)

Hình A.1 – Các ví dụ về đường cong độ dẫn điện

**Phụ lục B**

(tham khảo)

**Các kết quả thử nghiệm liên phòng**

Chương trình thử nghiệm hợp tác của Châu Âu có 8 phòng thử nghiệm của 5 quốc gia tham gia, đã tiến hành thử trên 8 mẫu:

- Mẫu 1: hỗn hợp FAME được chuẩn bị từ hỗn hợp dầu hạt cải dầu và dầu hướng dương (không chưng cất, đã lưu một tháng);
- Mẫu 2: dầu dãn FAME (không chưng cất, đã lưu một tháng);
- Mẫu 3: phân đoạn dầu cọ (C16-C18) FAME (đã chưng cất, đã lưu một tháng);
- Mẫu 4: dầu hạt cải FAME số 3 của nhà sản xuất (không chưng cất, đã lưu một tháng);
- Mẫu 5: dầu hạt cải FAME số 2 của nhà sản xuất (đã chưng cất, đã lưu một tháng);
- Mẫu 6: dầu hướng dương FAME (chưng cất, đã lưu hai tháng);
- Mẫu 7: dầu hạt cải FAME số 1 của nhà sản xuất (không chưng cất, đã lưu hai tháng);
- Mẫu 8: dầu hạt cải FAME – bảo quản trong bồn (đã lưu bốn tháng);

Chương trình thử nghiệm do CEN TC 307/WG1 thực hiện năm 2000, các kết quả thu được đã được phân tích bằng phương pháp thống kê theo EN ISO 4259 [7], có độ chụm như nêu trong Bảng B.1.

**Bảng B.1 – Độ ổn định ôxy hóa nhiệt**

Mẫu	1	2	3	4	5	6	7	8
Số phòng thử nghiệm tham gia	8	8	8	8	8	8	8	8
Số phòng thử nghiệm tham gia sau khi loại	7	7	7	6	6	7	6	7
Giá trị trung bình (h)	5,42	8,48	0,92	5,64	1,20	2,90	4,87	0,97
Độ lệch chuẩn lặp lại	0,21	0,36	0,09	0,06	0,03	0,31	0,10	0,06
Độ lệch chuẩn tái lập	0,36	0,71	0,16	0,44	0,08	0,34	0,63	0,14
Giới hạn độ lặp lại, $r$	0,69	1,22	0,29	0,20	0,11	1,02	0,35	0,20
Giới hạn độ tái lập, $R$	1,20	2,39	0,52	1,53	0,29	1,14	2,17	0,46

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 6763 (EN ISO 6886) Dầu mỡ động vật và thực vật. Xác định khả năng chịu oxy hoá (thử oxy hoá nhanh).
- [2] TCVN 2625 (EN ISO 5555) Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu
- [3] DE MAN, J.M. FAN TIE and DE MAN, L.J. *Am. Oil Chem. Soc.*, 64, 1987, p.993.
- [4] HADORN, H. and ZURCHNER, K. *Duetsche Lebens. Rundschau*, 70, 1974, p.57.
- [5] PARDUN, H. and KROLL, E. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 74, 1972, p.366.
- [6] VAN OOSTEN, C. W., POOT, C and HENSEN, A.C. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 83, 1981, p.133.
- [7] EN ISO 4259 Petroleum products – Determination an application of precision data in relation to methods of test (ISO 4259 : 1992/Cor 1:1993).
-