SPAWALNICTWA

Mikrostruktura i skład chemiczny powłok ze stopów Inconel 625 i 686 napawanych metodą CMT na stali 16Mo3

Microstructure and chemical composition of Inconel 625 and 686 weld overlays deposited by CMT on 16Mo3 steel

Streszczenie

W artykule zaprezentowano wyniki badań mikrostruktury, składu chemicznego i właściwości mechanicznych napoin ze stopów Inconel 625 i 686 (NiCr22Mo9Nb i NiCr21Mo16W) nanoszonych na rury ze stali 16Mo3. Napoiny wykonano metodą Cold Metal Transfer (CMT). Badania przeprowadzono z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej (LM), skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM). Próbki poddano jakościowej i ilościowej analizie składu chemicznego techniką EDS. Dokonano oceny mikrosegregacji pierwiastków stopowych następującej podczas krzepnięcia napoiny. Dodatkowo wykonano pomiary twardości metodą Vickersa.

Słowa kluczowe: Inconel 625; Inconel 686; mikrosegregacja; technika CMT; skład chemiczny

Abstract

The paper presents results of the investigation of the microstructure, chemical composition and mechanical properties of Inconel 625 and 686 (NiCr22Mo9Nb and NiCr21Mo16W) weld overlays deposited on 16Mo3 steel. The weld overlays were made by Cold Metal Transfer (CMT) technique. Investigation were carried out using light microscopy (LM), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The samples were subjected to quantitative and qualitative chemical composition analysis with use of EDS. An evaluation of microsegregation of alloy elements during solidification of the weld overlay was performed. The investigation was supplemented by the hardness measurements (Vickers method).

Keywords: Inconel 625; Inconel 686; microsegregation; CMT technique; chemical composition

Wstęp

Stopy niklu są szeroko wykorzystywane w różnych dziedzinach przemysłu. Charakteryzują się dobrymi własnościami wytrzymałościowymi w podwyższonej temperaturze, dobrą odpornością na pełzanie i na korozję w wysokiej temperaturze. Mogą być stosowane w temperaturach sięgających 1300 °C oraz w środowisku zawierającym związki azotu, siarki i węgla. Dobór odpowiednich dodatków stopowych zapewnia odporność na różne rodzaje korozji co prowadzi do częstego stosowania stopów niklu, w szczególności tam, gdzie wymagana jest wysoka odporność na korozję [1,2]. Nikiel jest zdolny do rozpuszczania dużych ilości pierwiastków stopowych w porównaniu z innymi metalami, co stwarza warunki nie tylko do otrzymania specyficznych własności tych stopów, ale również umożliwia ich umocnienie roztworowe. Szerokie zastosowanie znalazły stopy niklu w urządzeniach energetycznych. W większości przypadków stosowane są stopy z grupy Inconel (625, 686 czy 718). Posiadają one bardzo dobre własności użytkowe i wyróżniają się odpornością na oddziaływanie środowiska korozyjnego w szerokim zakresie temperatur. Stopy te łączą w sobie wysoką żarowytrzymałość i dobrą żaroodporność oraz charakteryzują się dobrą spawalnością [3]. Badane w niniejszym artykule stopy 625 i 686 stosowane są jako napoiny pokrywające elementy kotłów do spalania odpadów.

Najczęściej do nanoszenia powłok stosuje się metody spawalnicze: gazowe, łukowe lub laserowe. Podstawowym kryterium jakim powinna sprostać naniesiona powłoka jest niska zawartość Fe. Zawartość Fe jest zależna od składu chemicznego zastosowanego stopu oraz stopnia przetopienia

Mgr inż. Paweł Petrzak; dr hab. inż. Kazimierz Kowalski, prof. nzw. AGH; dr inż. Magdalena Rozmus-Górnikowska – Akademia Górniczo-Hutnicza.

Autor korespondencyjny/Corresponding author: ppetrzak@agh.edu.pl

i rozpuszczalności materiału podłoża w napoinie. Zbyt duże stężenie Fe w naniesionej powłoce powoduje zmniejszenie odporności korozyjnej [4]. Alternatywą dla tradycyjnych metod spawalniczych jest metoda Cold Metal Transfer (CMT), która charakteryzuje się impulsowym podawaniem drutu. Niewątpliwą zaletą metody jest niewielka ilość ciepła wprowadzana do materiału podłoża co bezpośrednio wpływa na grubość warstwy przetopionej i ograniczenie udziału materiału podłoża, w szczególności Fe, w wykonywanych napoinach [5,6].

Podczas procesu krzepnięcia napoin dochodzi do mikrosegregacji składu chemicznego. Występuje wyraźna różnica w składzie chemicznym między dendrytami (komórkami) i obszarami międzydendrytycznymi. Zachodzące zjawisko może powodować tworzenie innych faz wtórnych w przestrzeniach międzydendrytycznych [7÷9]. Pierwiastkami, które charakteryzują się wysoką skłonnością do segregacji są Nb, Mo, Si i C [1,10,11]. Podczas krzepnięcia wypychane są do cieczy, coraz bardziej ją wzbogacając. Wraz z zakończeniem procesu krzepnięcia zawartość tych pierwiastków w przestrzeniach międzydendrytycznych może przekraczać średnią ich zawartość w stopie. Podwyższone stężenie pod koniec krzepnięcia w przestrzeniach międzydendrytycznych może powodować powstawanie węglików NbC oraz faz TCP (ang. topologically close-packed) [12÷14]. W stopach niklu występują fazy TCP, tj. faza Lavesa, μ, Ρ, σ.

W wielu publikacjach analizujących proces krzepnięcia stopów niklu [1,10,15] wykazano, że skłonność pierwiastków do segregacji w obszarze przestrzeni dendrytycznych i osi dendrytów jest zależna od parametru k poszczególnego pierwiastka. Parametrem k określa się równowagowy współczynnik rozdziału pierwiastka pomiędzy fazę stałą i ciekłą na froncie krzepnięcia. Współczynnik ten można wyznaczyć doświadczalnie z poniższej zależności:

$$k = C_s / C_0 \tag{1}$$

gdzie:

C_s – stężenie pierwiastka w rdzeniu dendrytu [%],

C₀ – średnie stężenie w analizowanym obszarze [%].

Wartość parametru k określa skłonność do segregacji analizowanego pierwiastka. Dla k < 1 pierwiastek wykazuje tendencję do segregacji do przestrzeni międzydendrytycznych. W przeciwnym przypadku gdy k > 1, występuje segregacja do rdzenia dendrytu. Pierwiastki, które charakteryzują się niską wartością współczynnika, wykazują silną tendencję do segregacji. W stopach na osnowie niklu pierwiastki o średnicy atomowej zbliżonej do atomu Ni, tj. Cr i Fe, charakteryzują się wartością współczynnika k zbliżoną do 1. Wartości współczynnika dla Mo i Nb są niższe od 1 i wynoszą według literatury [1] odpowiednio 0,80÷0,85 oraz 0,50. Wpływ na wartości współczynników Nb i Mo ma zawartość Fe w stopie. Zwiększona zawartość Fe powoduje zmniejszenie parametru k, co bezpośrednio wpływa na zwiększoną segregację Nb i Mo do przestrzeni międzydendrytycznych. Skłonność do segregacji podnosi krzem, którego zawartość powinna być ograniczona w stopie. Wolfram w stopach niklu charakteryzuje się wartścią parametru k zbliżoną do 1 co powoduje,że w ogóle nie segreguje podczas krzepnięcia.

Materiał i metodyka badań

Badania prowadzono na fragmentach rur kotłowych ze stali 16Mo3 napawanych stopami Inconel 625 i 686. Napoiny wykonano metodą Cold Metal Transfer. CMT jest odmianą metody GMAW (ang. *Gas Metal Arc Welding*). Zastosowana metoda wyróżnia się sposobem podawania drutu oraz pełną automatyzacją procesu. Pozwala to w pełni kontrolować proces, dzięki czemu uzyskuje się wysoką powtarzalność. Skład chemiczny drutów zastosowanych do napawania oraz materiału podłoża przedstawiono w tablicy I.

Proces napawania prowadzono w atmosferze gazowej: 70% Ar i 30% He. Parametry procesu podano w tablicy II. Podczas procesu rury były chłodzone wodą przepływającą wewnątrz rur.

Natężenie prądu	170÷190 A		
Napięcie	15,1÷15,3 V		
Przepływ gazu	17 l/min		
Szybkość podawania drutu	0,7÷0,8 m/min		
Prędkość obrotowa rury	4 obr/min		
Średnica ściegu	2,8 mm		
Energia liniowa	0,31÷0,34 kJ/mm		

 Tablica II. Parametry napawania

 Table II. Parameters of overlay welding

Do badań mikrostruktury i składu chemicznego przygotowano zgłady metalograficzne z fragmentów napawanych rur. Zgłady wykonane zostały z przekroju równoległego do osi napawanej rury i prostopadłego do napawanej powierzchni. Wyszlifowane i wypolerowane zgłady trawiono dwustopniowo. Podłoże wytrawiono w odczynniku kwasu azotowego (nital 3%), a napoiny wytrawiono elektrolitycznie w 10% roztworze CrO₃ przy napięciu 2 V i czasie 15 s.

Zmiany mikrostruktury i składu chemicznego obserwowano za pomocą mikroskopu świetlnego Axio Imager M1m firmy Zeiss, mikroskopu skaningowego FEI Inspect S50 oraz mikroskopu transmisyjnego JEOL, JEM 2010. Na przygotowanych próbkach wykonano ilościową i jakościową analizę składu chemicznego za pomocą spektroskopii promieniowania rentgenowskiego z dyspersją energii (EDS).

 Tablica I. Skład chemiczny drutów do napawania (według producenta) i materiału podłoża (według normy PN-EN 10028-2:2010)

 Table I. Chemical composition of wires (according to manufacturer) and substrate (according to PN-EN 10028-2:2010)

Materiał	Zawartość składników stopowych, %								
dodatkowy do napawania	Nb	w	Мо	Cr	Fe	С	Mn	Si	Ni
Inconel 625	3,46	-	9,45	23,20	0,30	0,12	0,40	0,40	reszta
Inconel 686	-	4,31	15,00	20,14	0,07	0,01	0,34	0,03	reszta
16Mo3	-	-	0,25÷0,35	0,30	reszta	0,12÷0,20	0,40÷0,90	0,35	0,30

Analiza obejmowała podstawowe pierwiastki wchodzące w skład napoin: Nb, W, Mo, Cr, Fe i Ni. Dokonano oceny mikrosegregacji pierwiastków stopowych występującej podczas krzepnięcia napoiny. Analizę wykonano wzdłuż linii prostej, prostopadle do kierunku krzepnięcia.

Pomiary twardości wykonano metodą Vickersa stosując obciążenie 9,8 N. Odciski wykonywano na przekroju podłoża i naniesionych powłok. Pomiary wykonano w 3 liniach w celu zachowania odpowiednich odległości między odciskami, co pozwoliło sumarycznie uzyskać pomiary w odległościach wynoszących 0,1 mm.

Wyniki i ich dyskusja

Napawane warstwy nie wykazywały niezgodności spawalniczych (pęknięć, pustek, przyklejeń itp.), a granice wtopienia pomiędzy materiałami rodzimymi i materiałami naniesionymi były równomierne. Materiał podłoża charakteryzował się mikrostrukturą ferrytyczno-perlityczną. Mikrostruktura strefy wpływu ciepła (SWC) charakteryzowała się dużym zróżnicowaniem i uzależniona była od temperatury w danym obszarze strefy. Na podstawie obserwacji i wcześniejszych badań stwierdzono bainityczny charakter mikrostruktury [9,14,16]. Grubość napawanych powłok wynosiła od 2,5 do 3,0 mm. Napoiny charakteryzowały się bardzo dobrą jakością połączenia z podłożem. Zastosowana technologia CMT, która jest mniej energetyczna w porównaniu z tradycyjnymi metodami spawalniczymi, pozwoliła uzyskać głębokość SWC nieprzekraczającą 0,6 mm. W napawanych fragmentach rur widoczne są wyraźne strefy (rys. 1): napoina, materiał rodzimy, strefa częściowego wymieszania oraz strefa wpływu ciepła. Wymienione obszary zaznaczono na rysunku przedstawiającym makrostrukturę warstwy napawanej ze stopu Inconel 686. Analogicznie strefy występują w napoinie ze stopu Inconel 625. Strefy o różnej mikrostrukturze występujące w napoinie zostały szczegółowo omówione we wcześniejszych pracach dotyczących procesów napawania stopów niklu [3,16].

Struktury naniesionych powłok charakteryzowały się budową komórkowo-dendrytyczną z kryształami równoległymi do kierunku odprowadzania ciepła (rys. 2). Proces krzepnięcia spowodował wyraźne różnice w składzie chemicznym pomiędzy rdzeniami dendrytów i przestrzeniami międzydendrytycznymi.



Rys. 1. Mikrostruktura napoiny z zaznaczonymi strefami (Inconel 686) (LM)

Fig. 1. Microstructure of weld overlay with marked zones (Inconel 686) (LM)



Rys. 2. Komórkowo-dendrytyczna mikrostruktura napoin (SEM) Fig. 2. Cellular-dendritic microstructure of weld overlays (SEM)

Analizy składu chemicznego napoin ze stopu 625 i 686 w postaci profili rozkładu pierwiastków przedstawiono na rysunku 3. W obydwu przypadkach zawartość Fe w strefie częściowego wymieszania jest wyraźnie większa niż w napoinie i maleje od granicy wtopienia do powierzchni naniesionej powłoki. Natomiast zawartość Mo, Cr, Ni, Nb i W zwiększa się od granicy wtopienia do powierzchni napoiny. Zwiększona zawartość Fe w strefie częściowego wymieszania jest spowodowana przetopieniem i rozpuszczeniem w napawanym materiale materiału podłoża. Zawartość Fe w strefie przetopionej nie przekraczała 2% dla napoiny ze stopu 625, a dla stopu 686 stężenie nie przekraczało wartości 1%. Niskie stężenie Fe w naniesionych powłokach jest wynikiem zastosowania metody CMT. Niska energetyczność metody pozwoliła zmniejszyć grubość warstwy przetopionej i tym samym ograniczyć wymieszanie materiału podłoża i nanoszonych powłok.

Na podstawie analizy składu chemicznego osi dendrytów oraz średniego składu napoiny w obszarze poddanym analizie, obliczono wartość równowagowego współczynnika rozdziału k. Wartości stężeń zostały uśrednione z 50 pomiarów, a wartości współczynnika określono dla głównych pierwiastków wchodzących w skład napoin. Tablica III przedstawia obliczone wartości równowagowego współczynnika rozdziału k dla obu stopów niklu.





Tablica III. Równowagowy współczynnik rozdziału dla stopówInconel 625 i 686

Analizowany	Wartość równowagowego współczynnika rozdziału pierwiastka k			
pierwiastek	Inconel 625	Inconel 686		
Nb	0,56	_		
W	_	1,01		
Мо	0,87	0,80		
Cr	1,04	0,98		
Fe	1,00	1,02		
Ni	1,03	1,05		

Table III. Partition coefficient for Inconel 625 and 686 alloys

Dla stopu Inconel 625 wartości równowagowego współczynnika rozdziału oszacowano dla Nb, Mo, Cr, Fe oraz Ni. Otrzymane wyniki przestawiają współczynnik k dla analizowanych pierwiastków w badanym stopie i wskazują na silną mikrosegregację podczas krzepnięcia. Współczynniki dla Nb i Mo wynosiły odpowiednio 0,56 oraz 0,87, co oznacza segregację pierwiastków do przestrzeni międzydendrytycznych. Natomiast wartości dla Cr, Fe i Ni były równe lub wyższe od 1. Oznacza to brak segregacji w przypadku Fe oraz wyższe stężenie Cr i Ni w rdzeniach dendrytów.

W przypadku stopu Inconel 686 współczynnik k obliczono podobnie jak powyżej dla Mo, Cr, Fe, Ni oraz w tym przypadku dla W, który zastępuje w tym stopie Nb. Wyniki wskazują, podobnie jak w stopie 625, na silną tendencję do segregacji Mo, którego współczynnik wynosi 0,80. Współczynnik dla Cr (0,98) również wskazuje na możliwość niewielkiej segregacji do przestrzeni międzydendrytycznych. Oszacowana wartość dla W wynosiła 1,01 co wskazuje na równomierne rozmieszczenie pierwiastka w analizowanym obszarze lub niewielką segregację do osi dendrytów. Powyższe zależności potwierdzają pomiary liniowe składu chemicznego pierwiastków. Na rysunku 4 przedstawiono rozkład pierwiastków uzyskany za pomocą analizy EDS. Analiza została wykonana na podstawie pomiarów 100 punktów rozmieszczonych wzdłuż linii prostej, prostopadle do osi dendrytów. Pionowe strzałki na wykresach wskazują obszar przestrzeni międzydendrytycznych. Wyniki analizy potwierdzają silną segregację Mo w obu typach stopu i Nb w przypadku stopu 625, do przestrzeni międzydendrytycznych.



Rys. 4. Profile zawartości Mo, Cr, Fe, Ni, Nb (dla stopu Inconel 625) oraz W (dla stopu Inconel 686) w napoinie

Fig. 4. Concentration profiles of Mo, Cr, Fe, Ni, Nb (Inconel 625) and W (Inconel 686) in weld overlay

Mikrosegregacja występująca w stopach Inconel powoduje powstawanie licznych wydzieleń faz w przestrzeniach międzydendrytycznych, czyli w obszarach wzbogaconych w Nb, Mo i Cr. Rysunek 5 przedstawia mikrostruktury napoin z wyraźnie widocznymi wydzieleniami w przestrzeniach międzydendrytycznych. W stopie Inconel 625 obszar przestrzeni międzydendrytycznych jest wzbogacony w Nb i Mo, czego wynikiem jest powstanie dużych skupisk wydzieleń. W stopie 686 Nb zostaje zastąpiony przez W, który nie ulega segregacji i jego stężenie jest równe w całej objętości napoiny. W tym przypadku wydzielenia powstają przy dużym udziale Mo i Cr, które wykazują się tendencją do segregacji międzydendrytycznej. Tworzące się wydzielenia możemy podzielić na dwa typy. Pierwszy typ to wydzielenia wydłużone i owalne, wzbogacone w Nb, Mo oraz Cr. Na podstawie analizy składu chemicznego i dostępnej literatury [9,10,14,17,18] zostały zidentyfikowane jako prawdopodobnie fazy TCP. Drugim typem wydzieleń są wydzielenia o kanciastym kształcie, które zidentyfikowano jako węgliki typu MC, które może tworzyć Nb oraz węgliki typu M₂₃C₆, które mogą powstawać przy udziale Cr, Mo i W.



Rys. 5. Wydzielenia w przestrzeniach międzydendrytycznych (SEM i TEM) **Fig. 5.** Precipitations in interdendritic spaces (SEM and TEM)

<u>1 µm</u>

2<u>00 nm</u>

Inconel 686

500 nm

Inconel 686

200 nm



Wyniki pomiarów twardości w funkcji odległości od linii wtopienia przedstawiono na rysunku 6. Twardość materiału podłoża mieściła się w zakresie 175÷190 HV1. W strefie wpływu ciepła twardość sukcesywnie rosła do wartości 260÷280 HV1. Napoina ze stopu Inconel 686 charakteryzowała się wyższą twardością niż ta wykonana ze stopu Inconel 625. Twardość dla stopu 686 wynosiła 270÷280 HV1, a dla stopu 625 wartość ta wynosiła 260÷270 HV1.

Rys. 6. Rozkłady twardości na przekroju napoiny stopów Inconel 625 i 686

Fig. 6. Hardness distributions on the weld overlay cross sections for Inconel 625 and 686 alloys

Podsumowanie

Naniesione powłoki wykazywały wysoką jakość wykonania, nie posiadały niezgodności spawalniczych. Grubość powłok wynosiła od 2,5 do 3,0 mm. Mikrostruktura miała charakter komórkowo-dendrytyczny. Zawartość Fe w strefie przetopionej nie przekraczała 2% dla stopu 625 oraz 1% dla stopu 686. Otrzymane wyniki wskazują na silną mikrosegregację. W stopie 625 Nb i Mo silnie segregują do przestrzeni międzydendrytycznych. Natomiast w stopie 686 segregację wykazują Mo i Cr, a W nie wykazuje tendencji do segregacji. Mikrosegregacja występująca w stopach Inconel powoduje powstawanie licznych wydzieleń faz w przestrzeniach międzydendrytycznych. Napoina ze stopu Inconel 686 charakteryzowała się wyższą twardością niż ta wykonana ze stopu Inconel 625.

Praca finansowana przez Akademię Górniczo-Hutniczą (11.11.110.295)

Literatura

- J. N. DuPont, J. C. Lippold, S. D. Kiser. Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys, John Villey & Sons, New Jersey 2009.
- [2] B. Mikułowski: Stopy żaroodporne i żarowytrzymałe. Wyd. AGH, Kraków 1997.
- [3] J. Kusiński, M. Blicharski, Ł. Cieniek, S. Dymek, M. Rozmus-Górnikowska, M. Solecka, K. Faryj: Struktura i właściwości powłok ze stopów Inconel 625 i 686 napawanych metodą CMT na rury i ściany szczelne kotłów energetycznych, Inżynieria Materiałowa 6 (208), 2015, s. 363-367.
- [4] E. M. Zahrani, A. M. Alfantazi: Hot corrosion of Inconel 625 overlay weld cladding in smelting off-gas environment, Metallurgical and Materials Transactions 44A, 2013, pp. 4671-4699.
- [5] C. G. Pickin, S. W. Williams, M. Lunt: Characterisation of the cold metal transfer (CMT) process and its application for low dilution cladding, Journal of Materials Processing Technology 211, 2011, pp. 496-502.
- [6] J. Bruckner. Metoda CMT rewolucja w technologii spawania, Przegląd spawalnictwa 7-8, 2009, s. 24-28.
- [7] M. Rozmus-Górnikowska, M. Blicharski, J. Kusiński, L. Kusiński, M. Marszycki: Influence of boiler pipe cladding techniques on their microstructure and properties, Archives of metallurgy and materials, 4 (58), 2013, pp. 1093-1096.
- [8] J. Adamiec: High temperature corrosion of power boiler components cladded with nickel alloys, Materials characterization 10 (60), 2009, pp. 1093-1099.
- [9] P. Petrzak, K. Kowalski, M. Blicharski: Analysis of Phase Transformations in Inconel 625 Alloy during Annealing, Acta Physica Polonica A 4 (130), 2016, pp. 1041-1044.
- [10] J.N. DuPont: Solidification of an Alloy 625 Weld Overlay, Metallurgical and Materials Transactions A, 27A, 1996, pp. 3612-3620.

- [11] V. Shankar, K. Bhanu Sankara Rao, S.L. Mannan: Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy, Journal of Nuclear Materials 2-3 (288), 2001, pp. 222-232.
- [12] S.W. Banovic, J.N. DuPont, A.R. Marder. Dilution and microsegregation in dissimilar metal weld between upper austenitic stainless and nickel base alloys, Science and Technology of Welding and Joining 7 (6), 2002, pp. 374-383.
- [13] H.M. Tawancy, N.M. Allam: Effect of NiaNb precipitation on the corrosion resistance of Inconel alloy 625, Metrology, Journal of Materials science letters 9, 1990, pp. 343-347.
- [14] M. Solecka, P. Petrzak, A. Radziszewska: The Microstructure of Weld Overlay Ni-Base Alloy Deposited on Carbon Steel by CMT Method, Solid State Phenomena 231, 2015, pp. 119-124.
- [15] C.C. Silva, H.C. de Miranda, M.F. Motta, J.P. Farias, C.R.M. Afonso, A.J. Ramirez: New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay, Journal of Materials Research and Technology 3 (2), 2013, pp.228-237.
- [16] M. Rozmus-Górnikowska, M. Blicharski, J. Kusiński: Influence of weld overlaying methods on microstructure and chemical composition of Inconel 625 boiler pipe coatings, Kovove Materialy, 3 (52), 2014, pp. 141-147.
- [17] M. Rozmus-Górnikowska, M. Blicharski: Microsegregation and Precipitates in Inconel 625 Arc Weld Overlay Coatings on Boiler Pipes, Archives of metallurgy and materials, 4 (60), 2015, pp. 2599-2605.
- [18] C.C. Silva, C.R.M. Afonso, A.J. Ramirez, M.F. Motta, H.C. de Miranda, J.P. Farias: Assessment of microstructure of alloy Inconel 686 dissimilar weld claddings, Journal of Alloys and Compounds 684, 2016, pp. 628-642.