

**FILMS DE POLIPROPILENO Y COPOLÍMEROS PROPILENO-ETILENO:  
TRABAJO ESENCIAL Y TRABAJO PLASTICO DE FRACTURA EN TENSION PLANA**

<sup>1</sup>D. Ferrer-Balás, <sup>1</sup>M. Ll. Maspoch, <sup>1</sup>H. E. Ferrando, <sup>2</sup>O. O. Santana, <sup>2</sup>A. Gordillo  
<sup>1</sup>Dept. Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica (UPC). Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona.  
<sup>2</sup>Centre Català del Plàstic. C/Colom 114, 08222 Terrassa.  
 e-mail: dferrer@cmem.upc.es

**Resumen.** Se ha estudiado el comportamiento a fractura de films de un polipropileno homopolímero y dos copolímeros en bloque propileno-etileno (de contenido en etileno de 5 y 16% en peso) mediante el método del Trabajo Esencial de Fractura (EWF), siguiendo el protocolo de ensayo elaborado por el ESIS en 1993. Se realizaron los ensayos en probetas tipo DDENT (Deep Double Edge Notched Tension) obtenidas de un film de 90 $\mu$ m de espesor. Se analiza la influencia del contenido de etileno sobre los parámetros de fractura estudiados: trabajo esencial específico de fractura,  $w_e$ , y trabajo plástico específico de fractura,  $w_p$ . Para calcular el valor de  $w_p$ , se tuvo que determinar el factor de forma  $\beta$  de la zona de deformación plástica por medio de microscopía óptica. Se observó que al incrementar el contenido en etileno, ambos parámetros disminuyen, indicando que en estas condiciones de velocidad y temperatura no se detecta un incremento de tenacidad por el método EWF.

**Abstract.** The fracture behaviour of films of an homopolymer polypropylene and two propylene-ethylene block copolymers (with an ethylene-content of 5 and 16% in weight) has been studied by using the Essential Work of Fracture method (EWF), following the ESIS testing protocol of 1993. The tests were carried out on DDENT specimens (Deep Double Edge Notched Tension) obtained from a 90 $\mu$ m thick film. The influence of the ethylene content on the following fracture parameters is analysed: the specific essential work of fracture,  $w_e$ , and the specific plastic work of fracture,  $w_p$ . To calculate the latter value, the shape factor of the plastic deformation zone had to be determined by means of light microscopy. The results show that under the speed and temperature conditions used, an increase of the ethylene content does not produce a toughness improvement detectable by using the EWF method.

## 1. INTRODUCCION

como pueden ser los copolímeros propileno-etileno, de tipo bloque o al azar, así como mezclas de PP y otros sistemas poliméricos de carácter elastomérico (EPR, EPDM). Básicamente, se crean para mejorar sus propiedades de impacto y de fractura, sobre todo a temperaturas de alrededor de 0°C a las que el PP es frágil y sin embargo los copolímeros y las mezclas pueden ser dúctiles. La modificación de estas propiedades suele medirse por técnicas clásicas de impacto, que presentan el inconveniente de dar resultados que no son intrínsecos del material y que pueden depender de múltiples parámetros de ensayo. Además, las técnicas clásicas de la mecánica de la fractura elástica lineal no pueden aplicarse porque estos materiales no cumplen con sus requisitos.

En este contexto, se ha ido llevando a cabo en los últimos años una importante investigación sobre la técnica del Trabajo Esencial de Fractura (EWF), desarrollada inicialmente por Broberg [1], basada en la

Cada vez son más las aplicaciones en las que se usan materiales poliméricos como el polipropileno (PP) y sus derivados, teoría de la *post-yielding fracture mechanics* (PYFM). Las recientes contribuciones de diferentes grupos [2-11], muestran que el EWF puede ser una alternativa muy útil para estas aplicaciones.

## 2. TEORÍA

Según Broberg [1], cuando se somete una probeta de doble entalla (DDENT) a tracción, el trabajo total de fractura ( $W_f$ ) se puede dividir en dos términos: el Trabajo Esencial de Fractura ( $W_e$ ) y el Trabajo No Esencial de Fractura ( $W_p$ ). El primer término se asocia a la zona de proceso, siendo la energía necesaria para generar dos nuevas superficies, proporcional al área de ligamento ( $l_t$ ). El segundo es el trabajo consumido en la zona plástica externa a la zona de propagación, donde ocurren varios mecanismos de disipación de energía, y es proporcional al volumen de la zona plástica ( $\beta l^2 t$ ). Se esquematizan las dos zonas de disipación en la Figura 1.

$$W_f = W_e + W_p = w_e l t + \beta w_p l^2 t \quad (1)$$

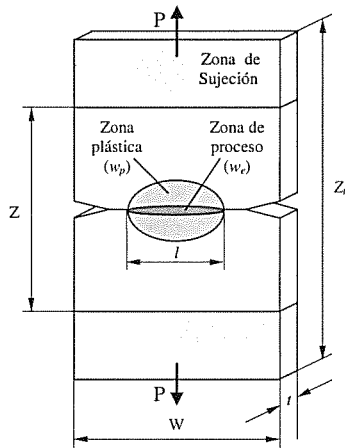


Figura 1. Geometría de la probeta tipo DDENT. Se representan las dos zonas de disipación de energía.

Donde  $w_e$  es el trabajo esencial específico (por unidad de área),  $w_p$  es el trabajo no esencial específico (por unidad de volumen),  $l$  la longitud de ligamento,  $t$  el espesor de la probeta y  $\beta$  un factor de forma relacionado con la geometría de la zona plástica. Dividiendo la relación 1 por el área de ligamento, se obtiene:

$$w_f = w_e + \beta w_p l \quad (2)$$

Lógicamente, el método experimental consiste en ensayar varias probetas con diferente longitud de ligamento y representar  $w_f$  en función de  $l$ . Teóricamente, se obtiene una relación lineal que permite determinar  $w_e$  (ordenada en el origen) y  $\beta w_p l$  (pendiente). Estos valores son intrínsecos del material siempre y cuando se respeten las condiciones que limitan en cuanto al valor máximo y mínimo de  $l$ :

$$l^* < l < W/3 \quad (3)$$

donde  $l^*$  es la longitud de ligamento mínima para garantizar condiciones de fractura en *tensión plana*, y  $W$  es la anchura de la probeta. Estas restricciones son sujeto de amplia discusión en la bibliografía [2-4,6,7,10,11], y no serán discutidas en este trabajo.

El valor de  $l^*$  se determina representando la tensión neta máxima ( $\sigma_{net} = P_{max}/lt$ ) en función de  $l$ , y se observa para qué valor de  $l$  el valor se desvía del valor teórico de  $1.15 \sigma_y$  predicho por Hill [12].

Para determinar  $w_p$ , es necesario conocer el valor de  $\beta$ , ya que de la regresión lineal se obtiene el término  $\beta w_p$ . Según el protocolo del ESIS [13], hay tres formas básicas de zona de proceso, esquematizadas en la Figura 2. Representando la variación de la altura de la zona plástica ( $h$ ) frente a  $l$ , y ajustando los valores a los

de una recta, podemos determinar  $\beta$  y, a su vez, calcular  $w_p$ .

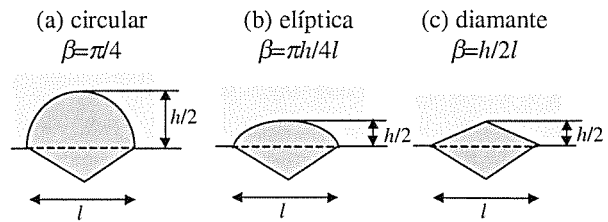


Figura 2. Distintas formas de la zona plástica y ecuaciones correspondientes del factor de forma  $\beta$ .

### 3. MATERIALES

Con el objetivo de estudiar conjuntamente los materiales y las posibilidades de la técnica del EWF, se escogieron tres polímeros comerciales de una misma familia pero con ductilidad diferente, suministrados por el Grupo Targor. Se trata de un grado PP homopolímero isotáctico (H) y dos grados de copolímero en bloque propileno-etileno, de contenido mayoritario en propileno (CA, CB). Se indican en la Tabla 1 sus propiedades básicas más importantes, según el fabricante, y puede observarse una evolución en sus propiedades a medida que aumenta el contenido en etileno. Destaca que el valor de Resiliencia al Impacto Charpy es mucho mayor en el caso del copolímero CB.

El material fue suministrado en forma de granza, y se transformó mediante extrusión-plana en films de un espesor de  $90 \mu\text{m}$ . Con el fin de normalizar la microestructura de los tres materiales, y evitar posibles influencias no deseadas del proceso de transformación, se sometieron los films obtenidos a un proceso de recocido en un horno de convección de aire, a una temperatura de  $120^\circ\text{C}$  durante 1h.

Tabla I. Propiedades básicas de los polímeros estudiados [14].

	H	CA	CB
Contenido etileno (%)*	0	6	16
MFI (g/10min)	6	6	8
E (MPa)	1500	1250	750
$\sigma_y$ (MPa)	35	26	17
Charpy (kJ/m <sup>2</sup> )	16	80	SR**
Charpy-ent (kJ/m <sup>2</sup> )	3.5	7	65

\* dato aproximado; \*\* sin rotura

### 4. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

#### 4.1. Ensayos de Tracción

Se troquelaron probetas "halterio" Tipo IV según norma ASTM 638-91, considerando un valor de  $l_0=60\text{mm}$ , y se ensayaron a tracción en una máquina universal de

ensayos Adamel Lhomargy equipada de una célula de carga de 100N, a una velocidad de desplazamiento de las mordazas de 2mm/min y a una temperatura de 23°C. Con el fin de minimizar el error experimental, el espesor fue medido para cada probeta en la zona central con un medidor de espesor de recubrimiento por inducción magnética (Neurtek) con una precisión de 1µm.

#### 4.2. Ensayos de Fractura

Con los mismos films, se prepararon probetas tipo DDENT, con las dimensiones siguientes:  $Z=W=60\text{mm}$ ,  $Z_t=90\text{mm}$ . (Figura 1). Para cada serie, se prepararon 24 probetas con  $1<l<20\text{mm}$ , siguiendo la distribución recomendada por el ESIS. Justo antes de cada ensayo, se afiló la entalla con una cuchilla de afeitar y se midió la longitud de ligamento real mediante una lupa binocular equipada con un micrómetro (precisión 1µm). Se realizaron los ensayos en el mismo equipo y en las mismas condiciones que los ensayos de tracción, y se registraron las curvas de carga-desplazamiento. Se calculó el Trabajo Total de Fractura ( $W_f$ ) como el área bajo dichas curvas.

#### 4.3. Determinación de $\beta$

Se midió el tamaño de zona plástica ( $h$ ) de cada probeta ensayada mediante la misma lupa binocular referida anteriormente, sumando el tamaño medido en cada mitad de probeta.

### 5. RESULTADOS Y DISCUSION

#### 5.1. Propiedades Mecánicas

En la Tabla II se indican los resultados obtenidos. Se aprecian ciertas discrepancias entre los valores de la Tabla I (según el fabricante) y los de la Tabla II, que se pueden atribuir a la diferencia del espesor y proceso de transformación de las probetas ensayadas. Los valores de catálogo se obtienen con probetas inyectadas de 3mm de espesor, mientras que los valores que hemos obtenido son propios de un film extruído de un espesor de 90µm. La diferencia en el proceso (y sus condiciones térmicas) y el espesor provoca una variación en la morfología del material (grado de cristalinidad, efectos de superficie), responsable de esta diferencia en las propiedades mecánicas [2].

Tabla II. Propiedades de tracción obtenidas ( $v=2\text{mm/min}$ ,  $t=90\mu\text{m}$ ).

	H	CA	CB
E (MPa)	1634 (71)	1372 (57)	1077 (70)
$\sigma_y$ (MPa)	20,45 (0,28)	17,20 (0,47)	-
$\epsilon_y$ (%)	1,63 (0,22)	1,68 (0,06)	-
$\sigma_{\text{max}}$ (MPa)	27,89 (0,29)	22,31 (0,91)	17,63 (0,25)
$\epsilon_{\text{max}}$ (%)	12,57 (2,03)	10,36 (1,33)	8,40 (0,92)

( ) desviación estándar; - no pudo definirse la cedencia

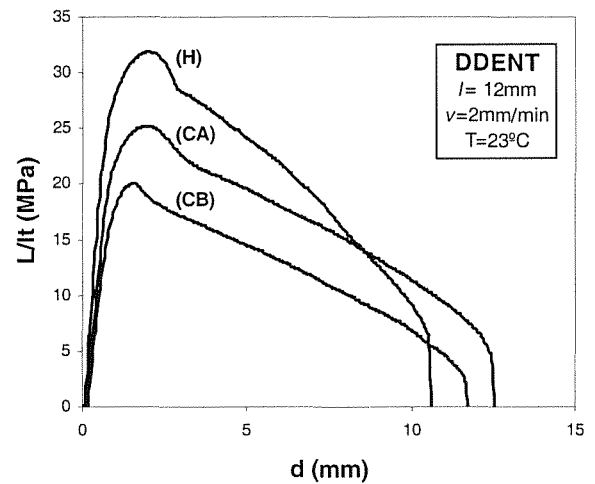


Figura 3. Forma de las curvas carga (normalizada)-desplazamiento obtenidas con las probetas DDENT de los diferentes materiales estudiados.

#### 5.2. Ensayos de Fractura

Los registros de carga vs. desplazamiento que se obtuvieron con las probetas DDENT se muestran en la Figura 3. Se pueden comparar las curvas obtenidas con tres probetas de los distintos materiales, con una misma longitud inicial entre entallas ( $l=12\text{mm}$ ). Para una mejor comparación, se ha normalizado la carga por la sección inicial de ligamento real ( $lt$ ) de cada probeta. Durante los ensayos, se observaron las cuatro fases de fractura, ampliamente comentadas en otros artículos [2,3,5,9], que caracterizan el comportamiento de algunos materiales: comportamiento elástico, cedencia del ligamento, inicio de la propagación de la grieta, y rotura final. El hecho que la deformación plástica total del ligamento sea previa al inicio de la propagación es un requisito básico de la teoría EWF [9].

El Trabajo Total de Fractura (área bajo la curva) consumido por los diferentes materiales indica el diferente gasto energético que requiere su rotura. Al comparar el caso de los materiales H y CA (Figura 3), podemos ver que aunque la forma de la curva es diferente, la energía total involucrada es del mismo orden. El CA, al ser menos resistente pero más dúctil que el H, tiene un nivel de carga menor pero un nivel de deformación mayor. Fijándonos ahora en el CB, se observa como un aumento del contenido de etileno no conlleva a un aumento de la deformación, y por lo tanto se reduce el trabajo de fractura.

La técnica del EWF permite dissociar las contribuciones del término energético global en un término esencial,  $w_e$  y uno plástico,  $w_p$ . Para ello, debe primero seleccionarse el rango de puntos válidos que se usan en la regresión. En la Figura 4 se ha representado la variación de la

tensión neta frente a  $l$ , y se observa que para longitudes de ligamento inferiores a  $l^*=5\text{mm}$ , el valor de  $\sigma_{\text{net}}$  aumenta, indicando que el estado de tensiones ya no es

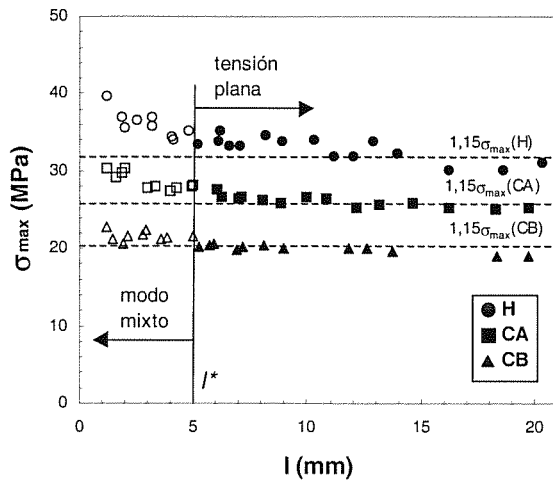


Figura 4. Diagrama de tensión neta máxima frente a  $l$  para la determinación del estado de tensiones (símbolos vacíos: modo mixto; símbolos llenos: tensión plana).

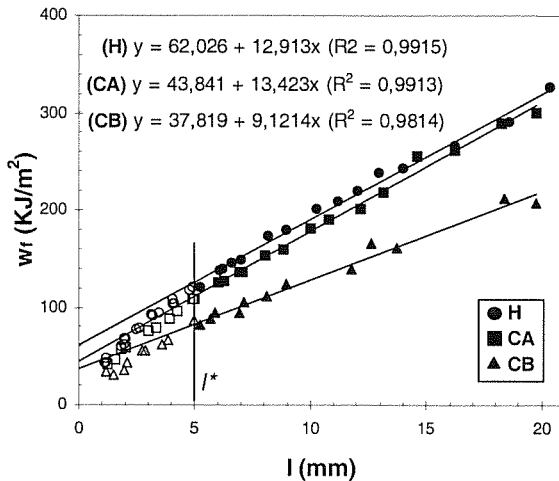


Figura 5. Diagrama de trabajo específico de fractura frente a la longitud de ligamento, con las regresiones de los puntos en tensión plana.

el de tensión plana pura sino un modo mixto entre tensión plana y deformación plana. Este resultado concuerda con los resultados de estudios anteriores [2,3]. El valor de la tensión neta de los puntos que se encuentran en tensión plana es bastante próximo al de  $1,15\sigma_{\text{max}}$  predicho por Hill [12], confirmando que efectivamente éste es el estado tensil del ligamento durante el proceso de fractura.

En la Figura 5 se han representado los valores de  $w_f$  frente a  $l$ , y con los valores de tensión plana (símbolos llenos) se han calculado las regresiones lineales por el método de los mínimos cuadrados, en las que  $w_e$  se obtiene por extrapolación en el eje de ordenadas, y  $\beta w_p$  corresponde a la pendiente. Se indican en la gráfica los valores obtenidos, así como el coeficiente de regresión

( $R^2$ ), que es muy elevado en los tres casos, indicando una reducida dispersión y por consiguiente un bajo error experimental. Se observa también como a medida que

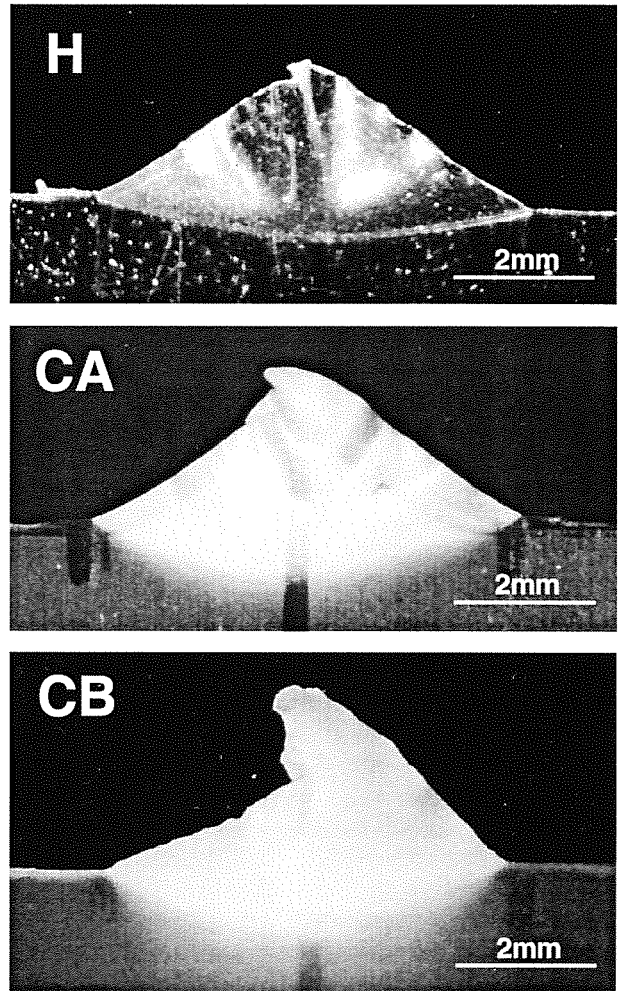


Figura 6. Fotografías de las zonas plásticas obtenidas para los tres materiales en probetas con una longitud de ligamento de 6mm.

nos acercamos del modo de deformación plana (símbolos vacíos), los puntos decaen por debajo de la recta de regresión, mostrando niveles energéticos inferiores.

### 5.3. Análisis de la Zona Plástica

En las fotografías de la Figura 6, se observa el aspecto de las zonas plásticas que se generaron alrededor del área de ligamento. Como puede verse en la Figura 7, es posible atribuir al área tanto una forma romboidal como elíptica. Aproximadamente, se obtiene un error en el área estimada del mismo orden que mediante una elipse (aunque éste sea por defecto en el rombo y por exceso en la elipse), básicamente por el hecho que si bien la forma real es redondeada en los extremos superior e inferior (como en una elipse), en los extremos laterales la forma termina en punta (como en un rombo). Así, en este trabajo se han calculado los valores considerando ambos casos. Considerando que la geometría de la zona

no depende de  $l$ , se tienen las relaciones teóricas siguientes:

$$h = 2\beta \cdot l \quad (\text{rombo}) \quad (4)$$

$$h = \pi/4 \cdot \beta \cdot l \quad (\text{elipse}) \quad (5)$$

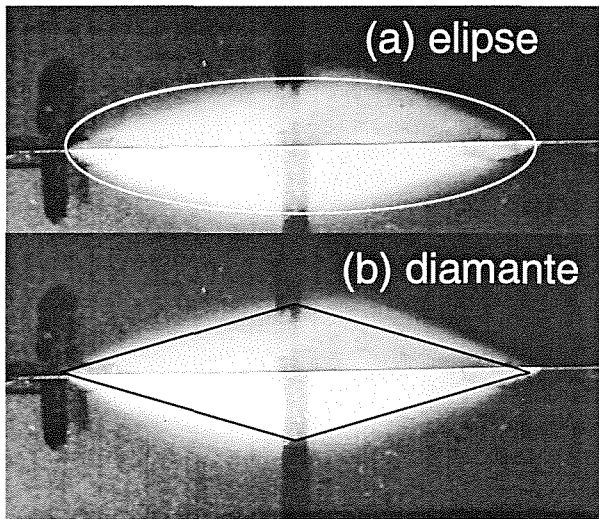


Figura 7. Aproximación de la misma zona plástica mediante (a) una elipse; (b) un rombo. La zona plástica corresponde al material CA, con  $l=6\text{mm}$  (se ha realizado un montaje para solapar la zona plástica de las dos mitades de la probeta).

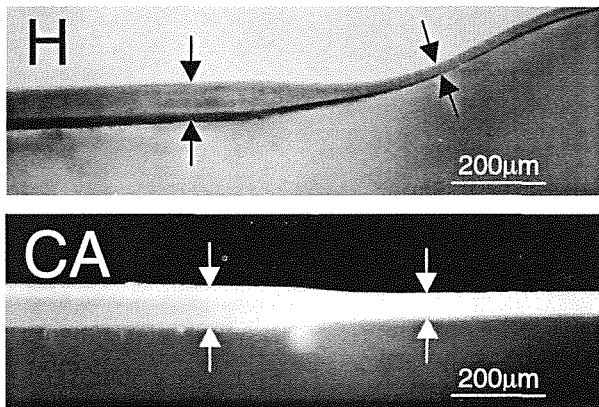


Figura 8. Secciones verticales de la zona del ligamento después de fractura. Se observa una estricción, que finaliza en el límite de la zona plástica.

Los límites de la zona plástica son muy evidentes para el homopolímero (H), ya que presenta una estricción muy bien definida. En la Figura 8 puede verse la sección de un corte vertical de la zona cercana al ligamento de este material después del ensayo, apreciándose sin ambigüedad el límite de la zona plástica. Los copolímeros CA y CB, a diferencia del homopolímero, presentan un emblanquecimiento muy aparente de la zona deformada plásticamente, más visible en el copolímero con más contenido de etileno (CB). Este incremento de la opacidad del material es aparente en los copolímeros ya que la heterogeneidad de su composición (bloques de unidades repetitivas de etileno y de propileno) produce un incremento de la dispersión de la luz. Ésta se acentúa cuando ocurre una

deformación, que causa la nucleación y crecimiento de defectos que alteran sus propiedades ópticas locales. Este fenómeno permite determinar el tamaño de la zona exterior de proceso. Mediante la observación de los cortes laterales (Figura 8) se ha podido comprobar como

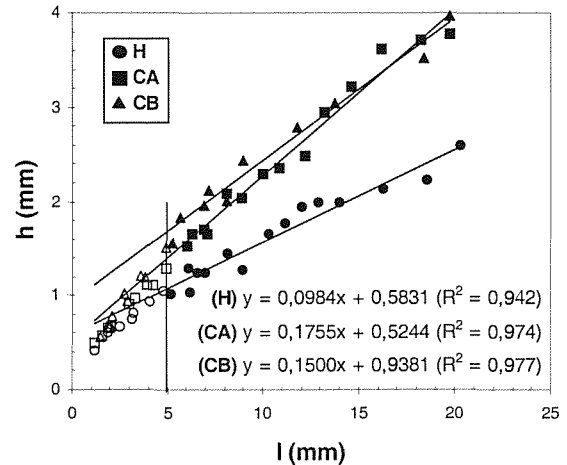


Figura 9. Diagrama de la altura de la zona plástica frente a la longitud de ligamento, para la determinación del factor de forma  $\beta$ .

el límite de la zona emblanquecida corresponde al límite de la estricción (aunque ésta sea menos evidente que en el H) y por lo tanto son comparables las dimensiones de las zonas plásticas medidas en los tres materiales.

En la Figura 9, se ha representado el valor de  $h$  frente a  $l$ . Si se cumplieran perfectamente las relaciones 4 ó 5, es evidente que los ajustes lineales de los puntos pasarían por el origen. Sin embargo, la ordenada en el origen de estas ecuaciones no es nada despreciable, indicando que la proporción entre  $h$  y  $l$  (proporcional a  $\beta$ ) no es constante, y que disminuye a medida que  $l$  aumenta, fundamentalmente para valores de  $l$  reducidos (modo mixto). A partir del valor de  $l^*$ , se observa que los puntos se pueden ajustar mejor a una recta. Para el cálculo de  $\beta$ , se han considerado las dos geometrías discutidas (ecuaciones 4 y 5) tomando el valor de la pendiente en este rango, que corresponde a los valores de tensión plana. Es evidente que, debido a la sobreestimación (elipse) y subestimación (rombo) del área plástica real, el valor de  $\beta$  y de  $w_p$  se encuentra comprendido entre los valores calculados, que se muestran en la Tabla III.

Tabla III. Parámetros de fractura de EWF obtenidos ( $v=2\text{mm/min}$ ,  $t=90\mu\text{m}$ ). El superíndice  $e$  o  $r$  indica el tipo de forma de la zona plástica considerado (elíptica o romboidal).

	H	CA	CB
$w_e$ (kJ/m <sup>2</sup> )	62,03	43,84	37,82
$\beta w_p$ (MJ/m <sup>3</sup> )	12,91	13,42	9,12
$\beta^e$ (-)	0,0492	0,0876	0,0750
$\beta^r$ (-)	0,0773	0,1378	0,1178
$w_p^e$ (MJ/m <sup>3</sup> )	262,46	153,06	121,60
$w_p^r$ (MJ/m <sup>3</sup> )	167,05	97,38	77,42

Los resultados obtenidos (Tabla III), indican que tanto el término esencial ( $w_e$ ) como el no esencial o plástico ( $w_p$ ) disminuyen al aumentar el contenido de etileno. Este resultado concuerda con los valores obtenidos para un film de polietileno lineal de baja densidad (LDPE) del mismo espesor (90 $\mu$ m), que representaría el otro extremo en cuanto a contenido en etileno, y con el que se obtuvieron los valores de  $w_e=24,26\text{kJ/m}^2$  y  $\beta w_p=5,061$  (no se pudo medir el tamaño de la zona plástica y por lo tanto determinar  $w_p$ ) [15]. Esto indica que, tanto a nivel de energía por unidad de nueva área de fractura generada ( $w_e$ ), como a nivel de trabajo plástico necesario para deformar una unidad de volumen alrededor de la zona de proceso ( $w_p$ ), se requiere tanta más energía como menor sea el contenido de etileno. Los dos parámetros denotan una clara caída al pasar del homopolímero a los copolímeros, que muestran valores relativamente similares entre ellos. Este hecho concuerda con el aspecto de las curvas de la Figura 4, en el que también se aprecia una similitud mayor entre CA y CB que entre H y CA.

## 6. CONCLUSIONES

En relación a la forma de la zona plástica obtenida, se ha observado que su geometría es intermedia entre la forma de la elipse y la del rombo, ambas propuestas por el ESIS[13]. Para una determinación más exacta de  $w_p$ , una buena opción consistiría en medir el área real por métodos de análisis de imagen. Sin embargo, siendo el ensayo EWF apreciado por su sencillez, un método más simple sería establecer en el protocolo una geometría intermedia, en forma de "ojo", que se ajustara mejor al caso real.

Por otro lado, los resultados encontrados sugieren que la copolimerización con etileno del polipropileno, si bien aumenta las propiedades de impacto, no produce un incremento de las propiedades de fractura medidas por EWF a baja velocidad y a temperatura ambiente. Así, y considerando la equivalencia tiempo-temperatura, sería interesante realizar estos ensayos a altas velocidades o, lo que puede ser equivalente, a una temperatura justo por debajo de la  $T_g$  del PP, pero por encima de la  $T_g$  del PE, por ejemplo a  $-10^\circ\text{C}$ . Es probable que el comportamiento del H sea frágil, mientras que el de CA y CB sea dúctil y por lo tanto se obtengan valores de fractura mayores para los copolímeros, concordando con los valores de impacto conocidos.

## 7. REFERENCIAS

- [1] Broberg K.B., "Critical review of some theories in fracture mechanics", *Int. J. Fract. Mech.*, 4, 11-19 (1968).
- [2] MasPOCH M.L., Ferrer D., Gordillo A., Santana O.O., Martínez A.B., "Effect of the specimen dimensions and the test speed on the fracture toughness

of iPP by the essential work of fracture (EWF) method", *J. Appl. Polym. Sci.*, en prensa.

- [3] Ferrer-Balas D., MasPOCH M.L., Martínez A.B., Santana O.O., "On the essential work of fracture method: energy partitioning of the fracture process in iPP films", *Polym. Bull.*, en prensa.
- [4] MasPOCH M.L., Santana O.O., Grando J., Ferrer D., Martínez A.B., "The essential work of fracture of a thermoplastic elastomer", *Polym. Bull.* 39, 249-255 (1997).
- [5] Mouzakis D.E., Gahleitner M., Karger-Kocsis J., "Toughness assessment of elastomeric polypropylene (ELPP) by the essential work of fracture method", *J. Appl. Polym. Sci.*, 70, 873-881 (1998).
- [6] Karger-Kocsis J., Czigány T., Moskala E.J., "Thickness dependence of work of fracture parameters of an amorphous copolyester", *Polymer*, 38, 4587-4593 (1997).
- [7] Karger-Kocsis J., Czigány T., Moskala E.J., "Deformation rate dependence of the essential and non-essential work of fracture parameters in an amorphous copolyester", *Polymer*, 39, 3939-3944 (1998).
- [8] Karger-Kocsis J., Czigány T., "On the essential and non-essential work of fracture of biaxial-oriented filled PET film", *Polymer*, 37, 2433-2438 (1996).
- [9] Karger-Kocsis J., "For what kind of polymer is the toughness assessment by the essential work concept straightforward?", *Polym. Bull.*, 37, 119-126 (1996).
- [10] Hashemi S., "Fracture toughness evaluation of ductile polymeric films" *J. Mat. Sci.*, 32, 1563-1573 (1997).
- [11] Wu J., Mai Y., "The essential fracture work concept for toughness measurement of ductile polymers", *Pol. Eng. Sci.*, 36, 2275-2288 (1996).
- [12] Hill R., "On discontinuous plastic states, with special reference to localized necking in thin sheets", *J. Mech. Phys. Solids*, 1, 19-30 (1952).
- [13] Gray A., "Testing protocol for essential work of fracture", ESIS TC-4 Group (1993).
- [14] Grupo TARGOR, especificación técnicas de los grados de polipropileno (1998).
- [15] Ferrer D., MasPOCH M.L., Santana O.O., Martínez A.B., "Caracterización mecánica de filmes de polietileno", *Rev. Plast. Mod.*, 74, 369-376 (1997).

## 8. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren expresar su agradecimiento al Grupo Targor por haber suministrado el material. D. Ferrer-Balas, agradece a la CICYT la concesión de una beca doctoral.