

TiC 基サーメットの高温押出しおよび押込みについて

仁 木 栄 次
小 原 嗣 朗
正 藤 和 男

Hot Extrusion of Titanium Carbide Base Cermet

By

E. NIKI, S. KOHARA and K. MASATO

Abstract: Various factors of hot extrusion of titanium carbide base cermets (40-60%Ni and 30%Ni-10%Cr-10%Co) were investigated. The optimum temperature of hot extrusion of presintered tablets of cermet is 1400 to 1450°C. The grain size and shape of titanium carbide in the extruded cermets are almost dependent on the sintering conditions of the tablet, and the effect of the extrusion is very slight.

The hot extrusion decreases the porosity and increases the strength of cermet. Solution and precipitation of carbon in cermet from the graphite container and die was practically negligible.

An apparatus for hot extrusion of cermet was designed as to obtain the elemental data during extrusion.

The measured pressure during extrusion did not depend on extrusion velocity, but on extrusion temperature in the case of same composition.

Both container and die were made also by hot pressing of mixed powder of graphite and bakelite.

概 要

主として 50% 結合材を含む TiC 基サーメットについて、液相の存在する高温度における、押込みないし押出しの可能性を検討し、二、三の物理的、機械的性質および顕微鏡組織を調べた。また押出しに関しては、特にこのような目的のための押出機を試作し、一部の基礎的な実験を行なった。

緒 言

サーメットの製造法には、従来、冷間プレス—焼結法 [1] [3], ホットプレス法 [2] [4] [5] およびインフィルトレーション法 [6]~[8] 等があるが、少なくとも、これらはいずれも金属相が多い場合には適当でないばかりか、長棒状ないしやや複雑な形状のものを精度よく作ることが困難である。冷間プレス—焼結法では稠密化がホットプレス法その他に劣り、かつ

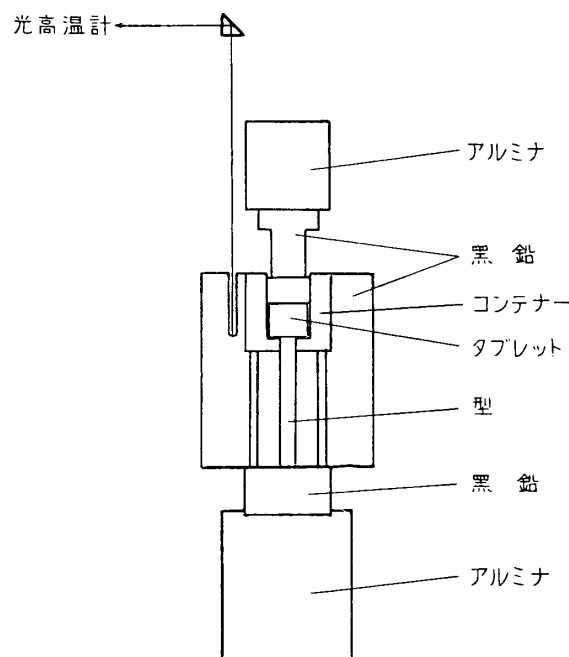
焼結中の形状変化が著しい。ホットプレス法ではしみ出し等のため、金属相を50%程度以上にすることが出来ない。インフィルトレーション法でも他の理由により同様なことが考えられる。

ホットプレス法において、結合材金属相のしみ出しは、温度および組成を一定とすれば、ダイスとパンチとの工作上的精度とホットプレス圧力に依存する[2]、ここで若しダイスの一端に、しみ出しに比して十分大きな孔を開ければ、圧力はそこから材料を押し出すことによって開放され、かつ実際に押し出される材料にかかる圧力はかなり小さいものとなる筈である。従って押し出される材料は孔の大きさとの関連において、いわゆるしみ出しとは本質的に異なり、金属相と炭化物相との量的関係をそれ程変えることなく、押し出すことが出来ると期待される。このように本法は液体における金属相の粘性的流動を利用して成形および空孔の除去を行なうことに着目したもので、サーメットの製造法としては全く新しい方法である。

最近、種々な酸化物およびTiCを含むNi-Cr合金について押し出しを行なった例が報告された[9]が、これは硬質相の量も17.5 vol.%、温度も2000°Fと本法に較べて低く、従って液相は存在することなく、本法とは方法において本質的に異なるものである。

実験方法

押し込みおよび角棒の押し出しに用いた装置は、前にホットプレスに関する研究[5]に使用したのと同じものであり、これを本実験の目的に従って、内部を多少改変したものである。その内部は第1図に示した。コンテナ中にタブレットを装填し、図のように組合せて装置



第1図 押し込みダイス組合せ

内に入れる。ロータリーポンプによって内部を排気するか、アルゴンを送入して中性雰囲気とし、電源を入れて出来るだけ急速に所定の温度とする。その温度で1分間保持したのち、電源を切って、型の中へ押込む（または押出す）。

写真1に示したものは、押出しに関する基礎的実験を行なうために、当研究室で設計し東

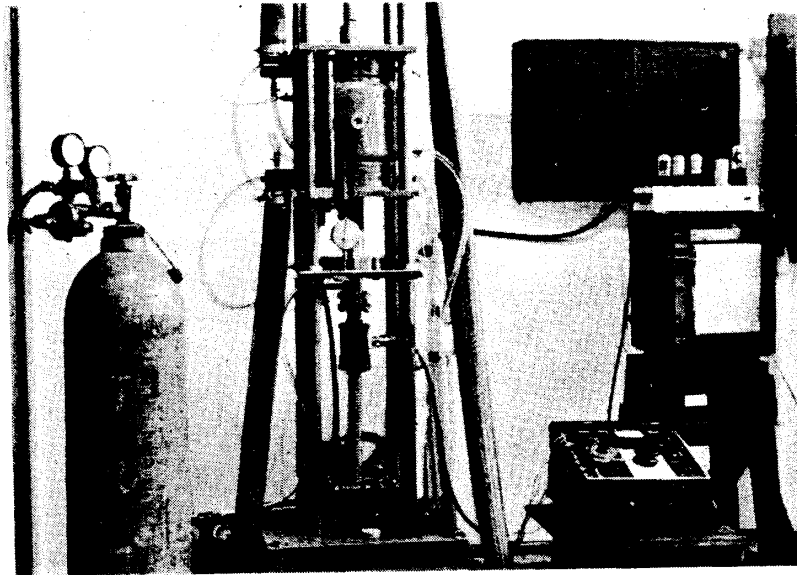
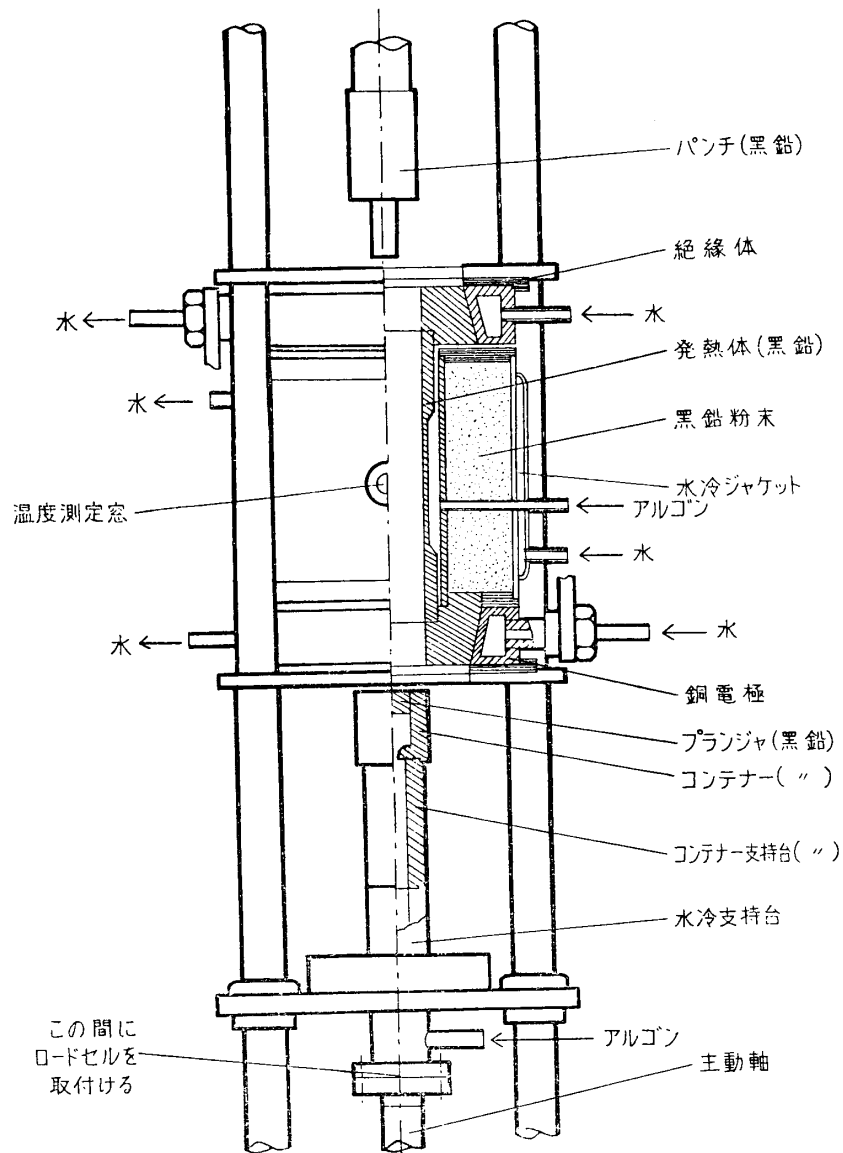


写真1. 押出機および圧力記録計

亜精機工業株式会社に製作を依頼したものである。その詳細は第2図に示す。加熱は黒鉛の発熱体によって行なわれ、電源は25 KVAのトランスである。圧力は下部に設置されたモーターによって主動軸に伝える。主動軸の進行する速度は、モーターと直結された無段変速機によって自由に変えることができる。圧力の測定は、主動軸に取りつけた容量2tonのロードセルによって行なった。圧力をかけることによってロードセルに生じた歪量を歪計によって検出し、これを増幅して記録計に入れ、圧力の変化を記録した。温度は炉の横腹に発熱体を通して開けられた孔から光高温計によって直接コンテナーまたはダイスの表面温度を測定した。加熱および押出しの全操作中、主動軸上部および炉体背面に設けられた孔からアルゴンを導入して雰囲気を中性に保った。

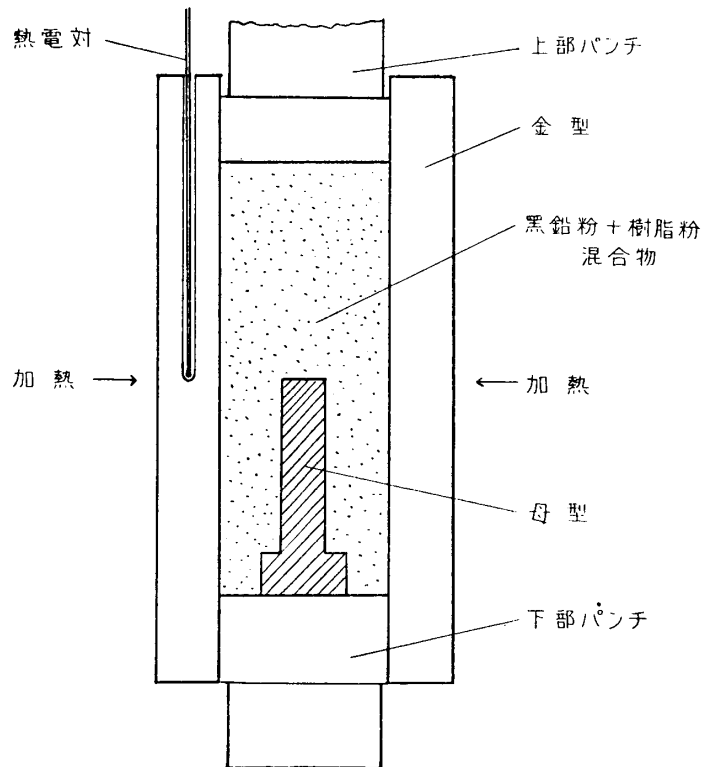
押出し等を行なうためには予めタブレットを焼成しておく必要があるが、それは次のようにして行なった。原料粉末は市販のものを用い、50 TiC-50 Ni および 50 TiC-30 Ni-10 Co-10 Cr の割合にそれぞれメタノールを加えて100時間ボールミルした。（ただし縦押込みに使用したものは60~40 TiC-40~60 Ni, 20時間、乾式である。）スチールのボールミルを使用している関係上、長時間混合物中にはかなりのFeが混入すると考えられるので、50 TiC-30 Ni-10 Co-10 Cr, 100時間混合物について分析した所、3~4%のFeを検出した。まず混合粉末20~30gを1 ton/cm²の圧力で圧縮し、25 mmφの短円柱状コンパクトを作り、真空中で、目的によって1250~1350°C×0.5~3 hr. 焼結し、タブレットとした。焼結後のタブレットの寸法は、焼結条件によって25~20 mmφである。焼結際の温度の上昇



第2図 押し機主要部

率は、1000~1200°C までは 450~500°C/hr. それ以上は 150°C/hr. (縦押し込みに使用したものは 250°C/hr.) である。

このようにして予め焼結したタブレットをコンテナに入れ、前述の装置および方法により、所定の高温において、ダイス中に押し込みまたはダイスより押し出すわけであるが、このような高温において、ダイス等の材質として適当な材料は、現在の所、黒鉛をおいて他にない。これらはホットプレスの場合と同様に消耗品であるため次のようにして製造し使用した。黒鉛粉末とベークライト粉末とを 85:15 の重量比に秤り取り、ボールミルで 16 hr. 混合して原料とする。これを所定の寸法形状の中子 (コンテナおよびダイス孔またはダイキャビティーの母型) を有する金型中に入れ、160~200°C, 200 kg/cm² でホットプレスした



第3図 黒鉛型のホットプレス

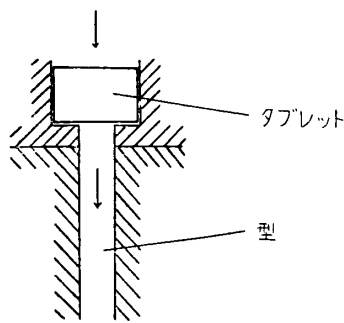
(第3図参照) のち黒鉛粉末中に埋めて、 700°C に加熱して樹脂を焼き飛ばす。これによって多数の同形物を容易に作る事ができ、かつ一度使用したのも再び粉砕し再生することができる。

物理的および機械的性質を測定するための試片は、すべて表面層を #200 ダイヤモンドポリリッシャーによって削り取った。曲げ試験はストレインゲージ (Shinkoh Type S21) を貼付したものは4点荷重法。それ以外は普通の3点荷重法によった。引張り試験は 30 ton 万能試験機を 0.6 または 1.5 ton のレンジで用い、チャック部に若干の工夫をしたが、他軸方向の力を完全に除去することはできなかった。(サーメットのような脆性材料ではこれが敏感に影響するので結果はあまりかんばんしかなかった。) 硬度はビッカースまたはロックウェル (Aスケール) 硬度計によった。密度 (嵩比重) および気孔率の測定は、一般に窯業製品について行なわれている方法 [10] によった。

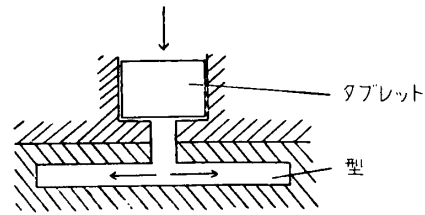
顕微鏡組織を観察するための試片は、ダイヤモンドカッターによって観察しようとする断面を出し、ダイヤモンドペーストで研磨した。エッチングは行なっておらず、倍率は撮影フィルム面においていずれも 480 倍である。

実験結果および考察

押込みについて 第4図に示すように、加える圧力の方向と押込まれる材料の流れる主軸の方向が平行の場合を縦押込み、第5図に示すように垂直の場合を横押込みとする。実物は



第4図 縦押込み



第5図 横押込み

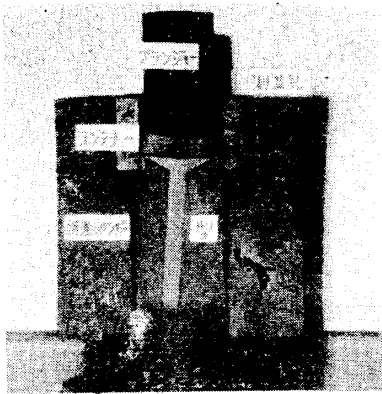


写真2. 縦押込み

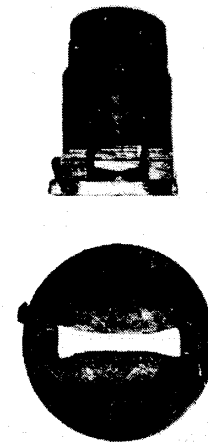


写真3. 横押込み

それぞれ写真2および3に示す。

まず縦押しによって、押込温度と加工性の問題を検討した。このように多量の固相を含み、かつ金属相が液相となって存在する場合には、液相の粘性的流動を利用して加工を行なうのであるが、ここで重要な点は固相と液相とを含めた材料全体としてのチクソトロピー性である。これは一切の反応を考えなければ、固相と液相の存在比および液相の粘度がこれを決定する主な因子であると考えられる。液相の粘度は温度に依存するから、押込みの温度を変えて、一定の圧力によって、同一条件で焼結した同形のタブレットを一定の型に押込んで、その時押込まれた材料の長さを各温度について測定し、その長さの比をとって加工性を表わす指標とした。材料の組成は50 TiC-50 Niとし、温度はTiC-Ni状態図[11][12]および仁木等[13]のTiC-Niの焼結過程の研究によって一応1300°C附近以上で液相が存在すると考えられるので、1260, 1300, 1350, 1400および1450°Cの各温度で行なった。その結果は第1表に示す通りである。第6図には他の結果と共に図示した。タブレットの焼結条件は真空中1350°C×1hr., 寸法は20mmφであり、ダイキャピティは8mm×4mmの矩形断面を有する棒状である。雰囲気は真空(1~5×10⁻¹mmHg), 圧力は最大300kg/cm²である。

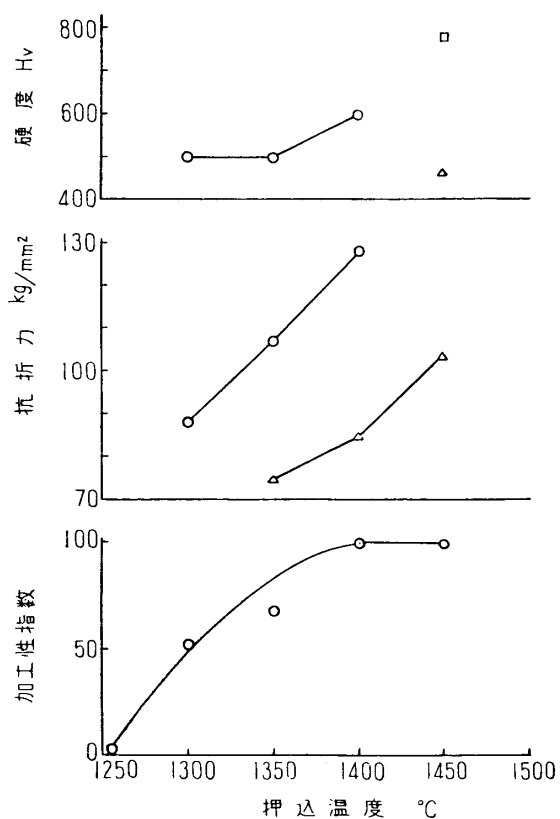
第1表 押込温度と加工性

押込温度, °C	1260	1300	1350	1400	1450
押込長さ, mm	1	30	42	57	57
	—	25	30	50	50
平均	1	27.5	36	53.5	53.5
加工性指数	1.9	54.4	67.3	100	100

なお、上記のものについて抗折力および硬度を測定し、押込温度が押込材の機械的性質におよぼす影響を調べた。その結果は40% Ni および60% Ni のものと共に第6図に示す通りであり、押込温度が高くなるに従って増加する傾向にある。これは加工性の結果と相まって、空孔との関連において説明することができると考えられる。ここで抗折力は4点荷重法、硬度はビッカース硬度計を用いた。押込温度を1400°Cとし、タブレットの焼結条件を変えた場合については第7図にその結果を示す。ここで行ったのは50% Ni については1350°C および1550°C 焼結、60% Ni については1250°C および1350°C 焼結のそれぞれ

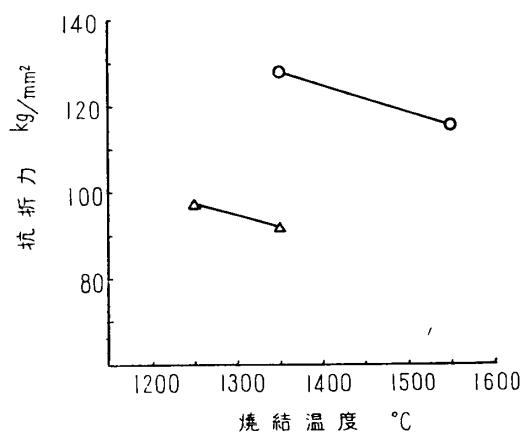
2件のみであるが、両者を比較すれば、いずれも低温焼結のものがやや優れている。このことについては後に述べる押出しについてやや詳しく検討した。

押込材の顕微鏡組織は押込む前のそれと共に写真4に示す。この中で(a)と(b)は共に1350°C 焼結のタブレットをそれぞれ1350°C と1400°C との異なる温度で押込んだものの組織であるが、TiCの粒形および



第6図 押込温度と加工性、抗折力および硬度の関係

□ 40% Ni, ○ 50% Ni, △ 60% Ni

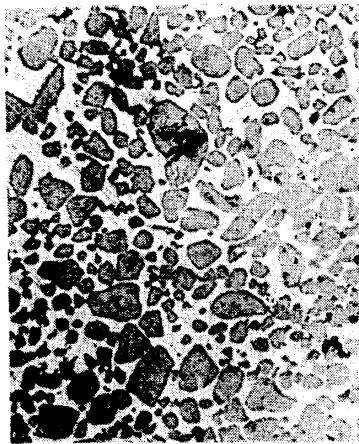


第7図 タブレットの焼結温度と抗折力

○ 50% Ni, 押込温度 1400°C

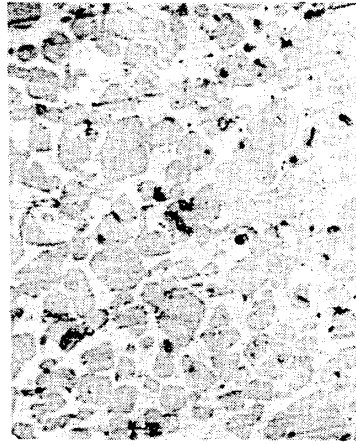
△ 60% Ni, 押込温度 1450°C

び粒度に顕著な差は認められない。(c)と(d)は1550°C焼結のタブレットについて、押し込む前(c)と1400°Cで押し込んだもの(d)、(e)と(f)は1350°C焼結のタブレットについて、押し込む前(e)と1450°Cで押し込んだもの(f)である。これらの写真によればTiC粒子の形および大きさは、タブレットの焼結条件によって殆んど左右され、押し込みによる影響は少ないと云うことが云える。



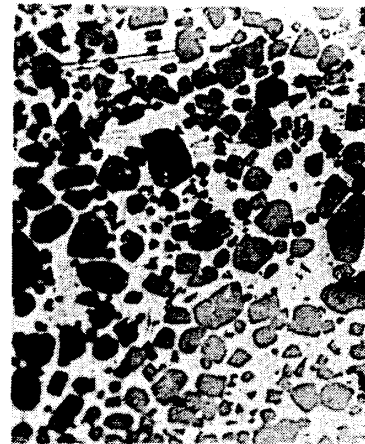
(a)

タブレットの焼結温度：1350°C
押し込み温度：1350°C



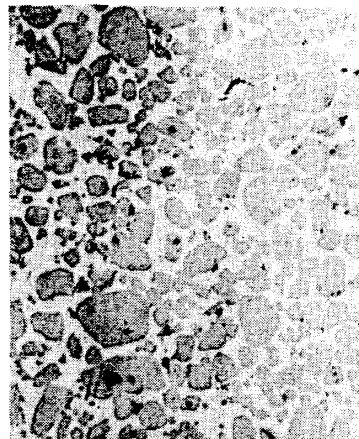
(c)

1550°C 焼結のまま



(e)

1350°C 焼結のまま



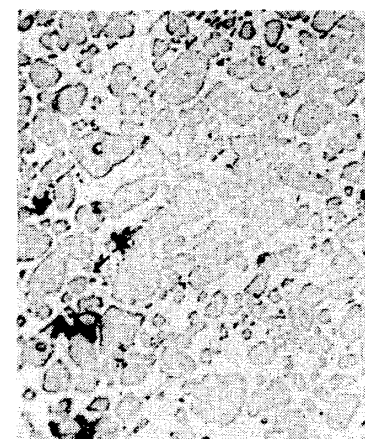
(b)

タブレットの焼結温度：1350°C
押し込み温度：1400°C



(d)

タブレットの焼結温度：1550°C
押し込み温度：1400°C



(f)

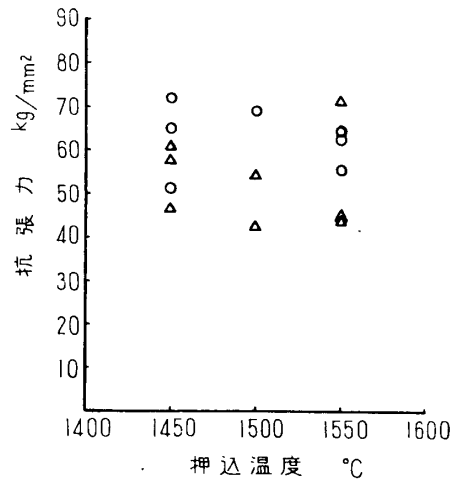
タブレットの焼結温度：1350°C
押し込み温度：1450°C

写真4. 顕微鏡組織に対する押し込み温度およびタブレットの焼結条件の影響 (50% Ni)

次に横押し込みによって写真3のような引張試片の形状の押し込み材を調製し、かつこれについて引張試験を行なった。この目的は(1)押し込みによる成形の可能性を確かめることと、(2)縦押し込みの場合と同様に、押し込み温度の影響およびタブレットの焼結条件の影響を更に検討するにあった。結論を先にすれば、(1)については、押し込み温度1450°Cから1550°Cまでの範囲内で成功したが、顕微鏡検査の結果(写真は省略)は縦押し込みの場合と異なり、送入口附近

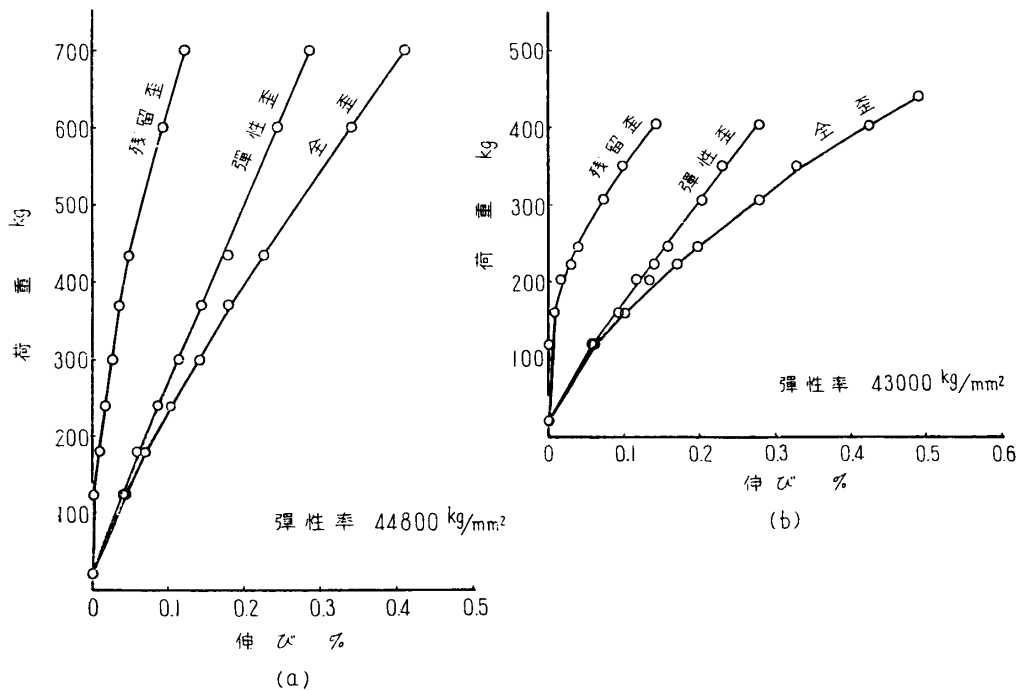
と端部との間に多少の組織的变化が観察された。即ち送入口付近の TiC 粒子の粒間距離と端部におけるそれとを比較すると、前者よりも後の方が大きくなっており、かつ端部の型壁に近い部分に黒鉛の析出が認められるものがあった。これはアルゴン中よりも真空中においてやや著るしかった。このようなことは、縦押し込みや後述の押し出しの場合には見られなかったことで、その原因の一つは、横押し込みが他の二者に較べて高い温度を要するためと考えられる。しかしこれは送入口およびその付近の相対的大きさおよび形状と型材等を検討することにより、必ずしも避け得られないものではないと考えられる。(2) については(1) について述べたことと、チャックの不全のため結果に可成りのばらつきを生じ、はっきりした結論を導くことができなかつたので、第8図に結果のみ示すだけとする。

第9図および第10図は、上述の押し込みによって得たサーメットについて、ストレインゲージを貼付して試験した結果である。第9図(a) は曲げ試験による荷重—伸び線図の一例であり、試片は50% Ni、



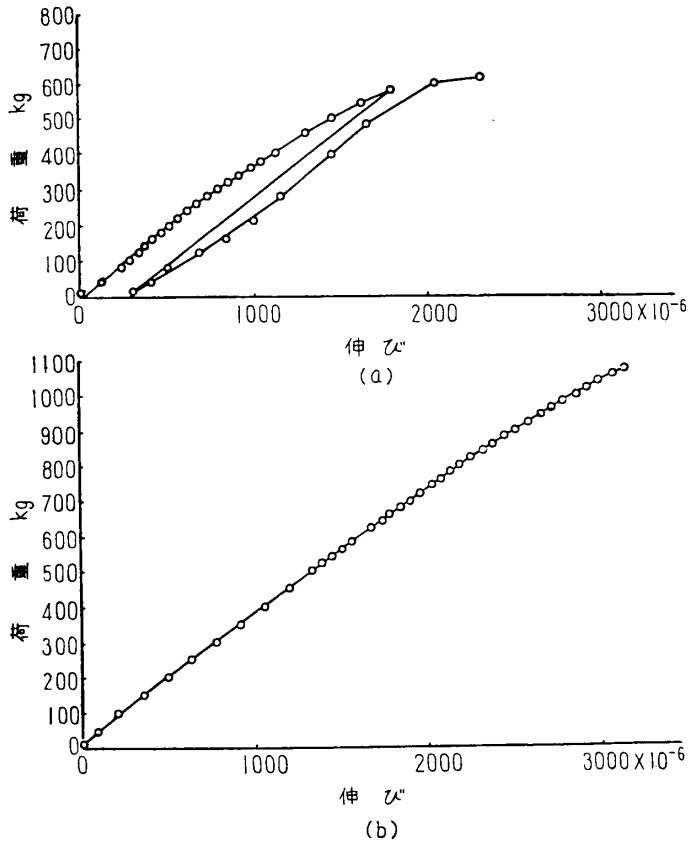
第8図 押し込み温度と抗張力

○ 50% Ni, 1300°C×1 hr. 焼結
△ 50% Ni, 1350°C×0.5 hr. 焼結



第9図 曲げ試験による荷重—伸び線図

(a) 50% Ni, 1300°C 焼結—1400°C 押し込み, 断面積 7.8×3.2 mm²
(b) 60% Ni, 1250°C 焼結—1450°C 押し込み, 断面積 7.1×2.6 mm²



第10図 引張試験による荷重—伸び線図

- (a) 50% Ni, 1300°C×1 hr. 焼結—1450°C 押込, 断面積 $5.5 \times 1.7 \text{ mm}^2$
 (b) 50% Ni, 1350°C×0.5 hr. 焼結—1550°C 押込, 断面積 $5 \times 3 \text{ mm}^2$

1350°C×1 hr. 焼結, 1400°C 押込材である. 同 (b) は同じく 60% Ni, 1250°C×1 hr. 焼結, 1450°C 押込材である. 第10図 (a) および (b) は引張試験によるもので, それぞれ 50% Ni, 1300°C×1 hr. 焼結, 1450°C 押込材および 50% Ni, 1350°C×0.5 hr. 焼結, 1550°C 押込材について行なったものであり, (a) では特に一度 580 kg まで引張った後基本荷重にもどし, 再び引張った場合の挙動をも併せて示してある. 曲げ試験によって得た弾性率は, 50% Ni サーメットについては 11 個の試片の平均値で 37100 kg/mm^2 , 60% のそれについては 5 個の試片の平均値で 38200 kg/mm^2 , であった. 引張試験によって得た弾性率の値は 12 個の試片の平均値で 34200 kg/mm^2 であった.

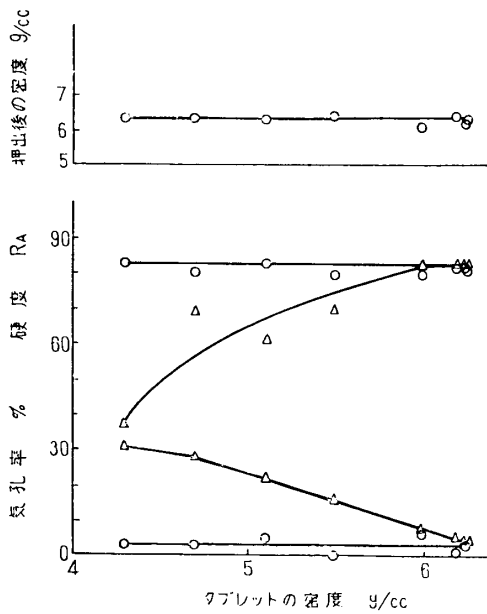
押出しについて 前述の縦押

込みと同様にして, かつ型を短くし, 型を通してその外部へも同一断面を有する材料を押出すことができれば, 長棒状の材料を得るためには有用である. ここで目的としたことは主として (1) 押出し前後における材料の物理的および機械的性質の変化と, それに関連して最適なタブレットの条件を求めること, および (2) 押出しの温度および速度と圧力の関係, 押出し中における圧力の変化等を調べることである.

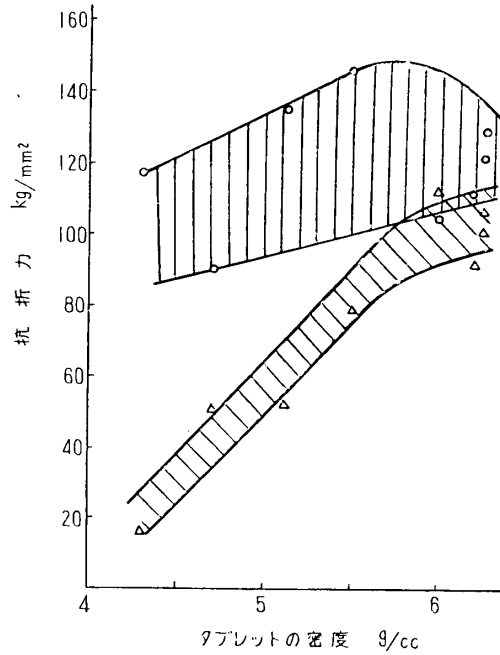


写真 5. 角棒押出材の一例 (50 TiC-30 Ni-10 Cr-10 Co)

(1) については 50 TiC-30 Ni-10 Cr-10 Co 組成のタブレットを用い、1250~1350°C×0.5~3 hr. の範囲で8つの条件を選び焼結した。これを1400~1450°C で真空中で押し出し、適当な長さ切断して試片(押し出し後の試片)とした。実際の押し出材の写真を写真5に示す。又比較のため、これと同一の断面を有する試片をタブレット焼結の際に同時に焼結して押し出し前の試片とした。これらについて密度、気孔率、硬度および抗折力を測定し比較したものが第2表および第11, 12図である。なお、ここでは硬度はロックウェルAスケールを用い、抗折力は3点荷重法によった。第11, 12図では押し出し前の材料の焼結状態を表わすタブレットの密度を横軸にとり、その他の測定値を縦軸にとってプロットしたものである。



第11図 押し出し前後の密度、硬度および気孔率
50 TiC-30 Ni-10 Co-10 Cr
○ 押し出し後 △ 押し出し前

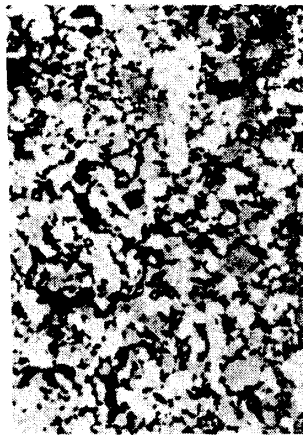


第12図 押し出し前後の抗折力
50 TiC-30 Ni-10 Co-10 Cr
○ 押し出し後 △ 押し出し前

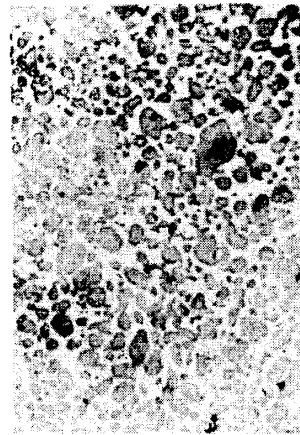
第2表 押し出し前後の物理的、機械的性質

タブレットの焼結条件		密度 g/cc		気孔率 %		硬度 RA		抗折力 kg/mm ²	
温度 °C	時間 hr.	前	後	前	後	前	後	前	後
1250	2	4.30	6.34	31.2	2.8	37.3	83.1	16.0	117.8
1280	3	5.11	6.20	21.7	5.0	61.2	82.8	52.2	135.3
1300	1	4.70	6.34	28.0	2.8	69.3	80.1	51.1	90.2
"	2	6.19	6.45	5.1	1.2	82.0	81.8	92.0	111.3
"	3	5.48	6.53	16.0	-0.1	69.7	80.2	79.1	146.2
1350	0.5	6.25	6.34	4.2	2.8	82.3	80.9	107.3	128.9
"	1	6.22	6.32	4.7	3.1	82.5	82.1	101.3	121.8
"	2	5.99	6.11	8.2	6.3	82.1	79.7	112.7	103.9

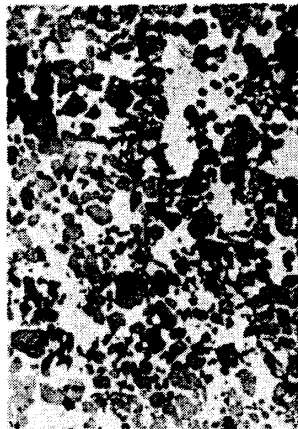
これによれば、タブレットの焼結がすでに比較的良いもの（密度6以上）では殆んど変化しないか、あるいは抗折力および密度は増加（押し前に較べてそれぞれ20%および2%）



(a) 1250°C×2 hr. 焼結



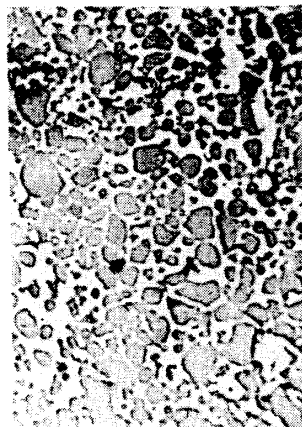
(b) (a) の押し後



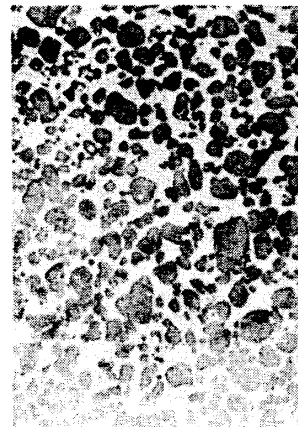
(c) 1300°C×2 hr. 焼結



(d) (c) の押し後



(e) 1350°C×0.5 hr. 焼結



(f) (e) の押し後

写真 6. 押し前後の顕微鏡組織の比較 (50 TiC-30 Ni-10 Cr-10 Co)
(a) (c) (e) はタブレット, (b) (d) (f) は押出材 (押し温度: 1400~1450°C)

前後)し、気孔率は減少するが硬度は多少(1%前後)減少する傾向がある。他の場合はいずれも増加(気孔率は減少)し、抗折力で2~7倍、密度および硬度では20~50%近く増加する。又いずれの場合でも、押出した材料の密度、硬度は概ね等しくなり、それぞれ6.32 g/cc および 81.3 RA を示した。(平均値)

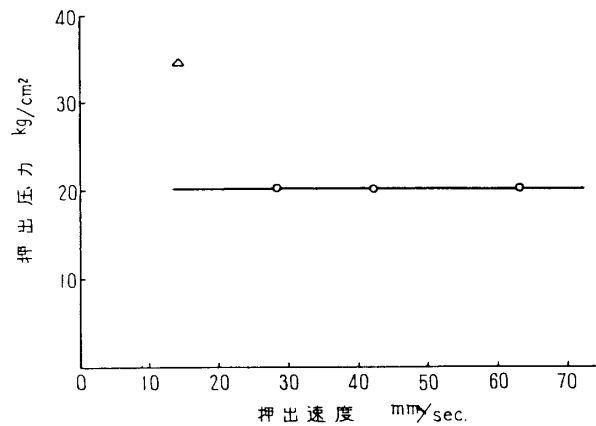
押出し前後の組織の顕微鏡写真は、写真6に示したが上記の事実とよく対応する組織を示している。

これまでの実験では装置の関係上、押出圧力として最大値を便宜上用いてきたが、この値はあまり意味を持たない。押出し中に実際に材料にかかる圧力を知ることは条件をより定量的に掌握するために必要なことである。押出し中の圧力は、材料の組成を一定とすれば、押出温度および速度との関連において決まると考えられる。

(2) について行なった実験は、これらの関係を明らかにし、液相存在下の押出しに関する基礎的なデータを得るために行なったものであるが、実験が未だその緒についたばかりなので、云わば中間的な報告である。

装置は写真1および第2図に示したもので、その説明は初めに行なった。タブレットは横押込みに使ったものと同じ50 TiC-50 Ni のものを1330°C×0.5 h. 焼結したものである。タブレットは20.5 mmφ、ダイス孔は5.5 mmφである。このものについて押出温度1450°Cで押出速度を28, 42, 63 mm/sec および1380°Cで14 mm/sec と変化させて、圧力との関係を見たものが第13図である。これによれば材料の組成が一定ならば、押出圧力は押出

温度に依存し速度には関係ないと云えるようである。押出し中の圧力の変化は写真7に実際の記録紙の写真によってその一例を示したように、特長ある4段の波形を示す。スタートと同時にわずかに上がる第1段は装置自身のフリクションによるものであり、それに引き続いてプランジャーの進行と共に徐々に上昇する第2段は、プランジャーとコンテナ壁との間のわずかな空隙に材料がしみ込むために増加する、プランジャーとコンテナ壁との間のフリクションの増加が重なったものであり、更に急上昇して定常値に達する第3段、最後にプランジャーがダイス面とぶっかるために上昇する第4段から成ると考えられる。その後圧力がさがっているのは、モーターを逆転させてプランジャーを抜いたためである。このことから第13図に用いた圧力の値は第3段波の示す値を用いた。しかしながら、圧力曲線に対する上記のような考察は、第1段および第4段に関するものを除いては不明な点が多く、極めて暫定的なものであるが、いずれにしても実験を行なった全ての場合に共通して同様の波形を示し、何れもプランジャーがほぼ9 mm 進行したときに定常値を示す第3段波が表われるので、圧力の絶対値としてはともかく、少なくとも相対的变化を見



第13図 押出速度と圧力(50% Ni)
押出圧力はプランジャ 9 mm 進行時の値
○ 1450°C 押出 △ 1380°C 押出

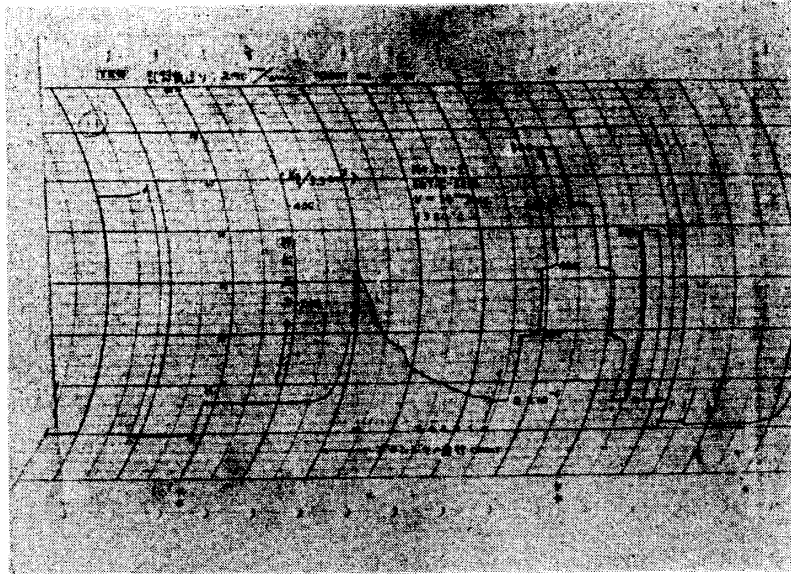


写真7. 押し中の圧力変化(記録紙の一例)

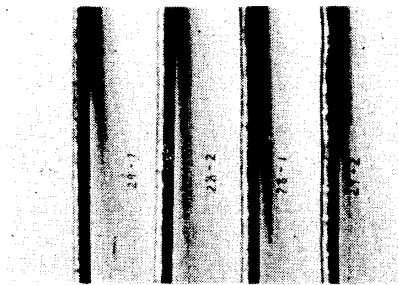


写真8. 押し材の直線性に対する押し速度の影響

持つ平行部をもたせることによって防ぐことができると考えられる。このことは写真5でわかる通り、前述の角棒の押しではダイス孔の長さが比較的長かったために、このような節を生じることがなかったことから云える。

るパラメーターとしてこの値をとることに大きな誤りはないと考えられる。

写真8および写真9は、実際に押ししたサーメットの写真である。写真8において向って右から押し温度 1380°C で速度 14 mm/sec, および温度 1450°C で速度 28 mm/sec, 42 mm/sec, および 63 mm/sec の各条件である。これによれば、押し速度が速い程直線性がよくなっている。なおいずれのものにも、周期的な節が見えるが、これはダイス孔にある程度の長さを



写真9. 押し材一例

(50 TiC-50 Ni, 1330°C×0.5 hr. 焼結-1450°C 押し)

総 括

以上実験した範囲内において結論をまとめれば、

- (1) 40~60% Ni および 30 Ni-10 Cr-10 Co を含む TiC 基サーメットは 1400~1450°C で押しあるいは押し込みによって加工成形することができる。
- (2) TiC の粒形および粒度はタブレットの焼結条件によって殆んど決まり、押し等

よる影響は少ない。

- (3) タブレット中に存在する空孔は、押出し等によってよく除かれる。
- (4) タブレットはあまりよく焼結したものよりも、多少不足ぎみのものが良い。
- (5) 押出しによって、新たに組織中に黒鉛を析出することはない。
- (6) 押出し等によって性質がより優れることはあっても、少なくとも劣化することはない。

い。

- (7) 組成が一定の場合、押出圧力は温度にのみ依存し、速度には依存しない。
- (8) 押出速度は、14~63 mm/sec. の範囲では、速い程良い。
- (9) 押出し等に使用するダイス等は、黒鉛粉と樹脂粉とをホットプレスして造ることができる。

(日本金属学会第48回 [1961] および第50回大会 [1962] に発表した)

1962年5月7日, 材料部

文 献

- [1] C. G. Goetzel: Treatise on Powder Metallurgy, Vol. II, Interscience Pub. Inc. New York (1950) 96.
- [2] C. G. Goetzel: Treatise on Powder Metallurgy, Vol. I, 485; Vol. II, 106.
- [3] 梶山, 鈴木: 日本金属学会誌, 24, (1960), 689.
- [4] 梶山, 鈴木: 日本金属学会誌, 24, (1960), 618; 622.
- [5] 仁木, 小原, 田尻: 航研集報, 1, (1959), 372.
- [6] H. Blumenthal, R. Silverman: J. Metals, 8, (1956), 977.
- [7] C. G. Goetzel, J. B. Adamec: Metal Progress, 70, [6], (1956), 101.
- [8] 門間, 須藤: 日本金属学会誌, 24, (1960), 158.
- [9] E. Gregory, C. G. Goetzel: Trans. AIME, 212, (1958), 868.
- [10] 窯業協会: 窯業工学ハンドブック, 3版 (昭30) 59; 78.
- [11] R. Steinitz: J. Metals, 5, (1953), 891.
- [12] E. R. Stover, J. Wulff: Trans. AIME, 215, (1959), 127.
- [13] 仁木, 小原, 田尻, 立沢: 窯協, 69, (1960), 169.