

## 열간금형 공구강의 복합열처리 특성에 관한 연구

金榮熙 · 金度暉

동아대학교 공과대학 금속공학과

### Combined Heat Treating characteristics of Hot Work Tool Steel

Y. H. Kim, D. K. Kim

Department of Metallurgical Engineering, Dong-A University, Busan 604-714

#### ABSTRACT

This study has been conducted to develop the combined heat treating technique of gas carburising - gas nitriding and gas carburising to improve the hot working performance of type H3 hot work tool steel. Case depth and carbides coarsening were increased with increasing carburising temperature and time, respectively. Surface hardness showed decreasing tendency with increasing 2nd tempering temperature after carburising treatment. After carburising, 2nd treatment at 500 to 600 was chosen according to a hardness demand of final product. High temperature tempering resistance showed more excellent quality during such carburising-nitriding or carburising than complex treatment as after conventional hardening.

#### 1. 서론

정밀기계, 산업용기계는 점점 고정밀화, 고기능화가 요구되며, 그 사용환경도 때로는 고진공, 고온, 고부식등 가혹한 분위기일 수도 있어, 이러한 조건에 대응할 수 있는 소재의 고품질화를 위한 표면 개질 기술은 표면에 다른 물질을 피복하거나, 소재의 표면 조직이나 구조를 변경하여 보다 고도의 기능을 부여하는 기술이다.

금형강에 적용되는 침탄표면개질법은 부품 표면에 탄소농도를 높게 침투시키고, 구상 혹은 피상, 망상 등의 탄화물을 생성시켜 경도를 높이는 방법으로 마모 및 마멸에 대한 저항성을 향상시켜, 피팅 발생을 방지하며, 회전굽힘특성과 피로 강도에 대한 수명을 개선한다.<sup>1)</sup>

일반적으로 열간단조금형은 퀴칭, 템퍼링 혹은 퀴칭-템퍼링 후 가스 질화처리를 하여 사용하는 경우가 대부분이지만, Souchard<sup>2)</sup> 등은 열간 금형 공구강에 플라즈마 침탄 처리를 실시하여 열간단

조시에 응착마멸, 점착 및 마찰마모를 상당히 줄일 수 있으며, 이를 스텐리스강, 티타늄합금, 합금탄소강 및 중저탄소강의 열간 단조시에 만족스러운 효과를 얻을 수 있었다.

현재 적용되고 있는 금형강의 수명 향상을 위한 표면개질기술로서는, 확산에 의한 표면 경화법으로 질화 및 질화침탄 등의 저온처리법과 열화학적으로 보라이드를 형성시키는 보로나이징, 탄화물과 질화물을 피복 확산시키는 TD공법 등의 고온 처리법이 적용된다. 또한 코팅에 의한 표면경화법으로는 복잡한 형상의 부품에도 적용할 수 있는 PVD 저온처리법과 열화학적인 반응에 의해 표면에 TiC, TiN 층을 피복시키는 CVD법과 PCVD 고온 처리법이 적용되고 특수한 경우에 경질크롬도금이 적용되기도 한다.

본 연구에서는 탄화물 형성원소들이 다량 함유된 STD 61 금형강에 과잉침탄을 실시하여 표면에 형성된 탄화물이 열간단조금형의 열마모저항 및 열피로 저항성의 향상에 미치는 영향을 조사

하기 위해, 적정 침탄 온도 및 시간과 템퍼링 조건을 설정하고, 질화 및 질화침탄 복합처리 조건을 설정한 다음, 침탄 온도, 시간, 2차 템퍼링 온도, 질화 및 질화침탄시간에 따른 경화깊이, 표면과 심부의 경도특성, 생성된 탄화물의 크기, 형상 및 고온특성 등을 조사하여 열간금형공구강의 복합열처리 특성을 검토하고자 한다.

## 2. 실험방법

### 2.1 시료

본 실험에 사용된 시료는 STD 61 시판용 열간금형공구강의 각재(20mm×20mm)를 두께 10mm로 절단하여 표면을 연마후 시료로 사용하였으며, 그 화학조성은 X-선 형광분석기(X-ray fluorescence analyzer, 일본 Rigaku 사제)로 분석한 결과 Table 1과 같다.

## 2.2. 열처리

### 2.2.1 가스침탄 및 냉각

침탄온도 및 유지시간에 따른 미세조직 및 경도 특성을 고찰하기 위하여 N<sub>2</sub> 분위기의 550°C로 유지된 핏트형로에서 30분간 유지 후 승온하여 다음 850°C에서 30분간 유지 후 침탄온도까지 급속히 가열하여 980~1020°C의 온도구간에서 유지시간을 1~4시간 동안 침탄을 실시한 다음 1025°C에서 40분간 오스테나이트화한 다음 공냉하였다. 가스침탄시 사용된 로는 가스가 하부에서 주입되도록 특수제작된 핏트형로이며, 침탄처리중 노내의 탄소포텐셜은 O<sub>2</sub>분석기(O<sub>2</sub> sensor, 일본, CP950)를 사용하여 1.0%가 자동 유지되게끔 설치하였으며, 온도측정은 디지털 멀티미터(digital multimeter, Takeda사, model 6855)를 사용하였으며 온도의 정확도는 ±3°C 이내로 유지하였다.

### 2.2.2 템퍼링

침탄 및 일반경화처리된 시편을 540°C에서 1시

간 1차 템퍼링을 실시하고 2차 템퍼링은 540°C, 590°C 및 620°C에서 각각 1시간동안 유지한 다음 공냉하였다.

### 2.2.3 가스질화

침탄 및 퀴칭 처리후 1차 및 2차 템퍼링 처리된 시편을 가스침탄 처리후 질화 처리의 복합열처리 특성을 규명하기 위해 30%NH<sub>3</sub>와 70%N<sub>2</sub> 혼합가스 분위기를하에서 질화처리를 하였다. 혼합가스의 총유량은 1m<sup>3</sup>/hr로 일정하게 유지하였고, 가스질화처리중 분해된 NH<sub>3</sub>양은 암모니아 분석기(ammonia analyzer, model SB 200-002-12953, England)에 의해 측정하였다.

### 2.2.4 가스질화침탄

침탄 및 퀴칭 처리후 1차 및 2차 템퍼링 처리된 시편을 가스 침탄 처리후 가스질화침탄의 복합열처리 특성을 규명하기 위해 사용된 분위기 가스는 총유량을 1m<sup>3</sup>/hr로 일정하게 유지하고, 40%NH<sub>3</sub> - 5%CO<sub>2</sub> - 55%N<sub>2</sub>의 혼합가스를 사용하였다.

## 2.3. 현미경 조직시험

열처리된 시편의 표면 및 내부의 미세조직은 연마 및 정마를 거쳐 5% 나이탈로 부식한 시편을, 광학현미경(optical microscope, Nikon NEC-5)으로 관찰하였다.

## 2.4. 경도시험

퀴칭 및 침탄처리후 복합열처리에 따른 경도변화를 알아보기 위하여 연마 및 정마 후 미소 비커스 경도기(micro vickers hardness tester, Matsuzawa)를 사용하였으며, 표면경도는 표면으로부터 20 $\mu$ m 깊이에서 5번 측정된 평균치를 평균 경도값으로 하였으며, 역시 내부경도도 5번 측정된 값의 평균치를 내부 경도값으로 설정하였다.

Table 1. Chemical composition of specimen (wt. %)

C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	V	Al
0.35	0.43	0.024	0.019	0.96	0.11	5.00	1.23	1.05	0.02

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1. 침탄특성

과잉침탄법은 탄화물 형성원소들이 다량 함유된 강의 표면층의 마르텐사이트기지에 미세한 구상 탄화물을 형성시켜 증으로서 열마모저항을 향상시키는 방법으로 종래의 가스침탄보다 분위기 중 탄소의 함량을 높게 하여 탄화물을 석출시키는 것이 특징이다. 또한 과잉침탄법은 합금강에서만 사용할 수 있고 Cr, Mo 및 V과 같이 탄화물 형성원소들이 많이 함유되어 있어야 한다.<sup>1)</sup>

로내 가스 분위기와 시편계면에서 탄소의 흡착 거동은 합금성분에 의해 많은 영향을 받으며<sup>2)</sup>, Schmidt<sup>4)</sup>는 Cr과 Si이 다량 함유된 강에서는 침탄시 강의 표면에 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 SiO<sub>2</sub> 산화막을 형성하여 탄소의 흡착을 방해한다고 주장하였다. 이런 요소들을 최소화하기 위하여 가스침탄로에서 별도로 하거나 예열의 단계로 공기 중에서 800~900°C사이의 온도로 가열하는 예비산화처리를 한다.

Fig. 1은 980°C, 1000°C 및 1020°C에서 각각 1, 2 및 4시간 침탄처리후의 전침탄깊이를 나타낸 그림으로 침탄온도 및 침탄시간이 증가함에 따라 침탄깊이는 증가하며, 특히 2시간 동안 침탄처리한 경우 980°C에서는 1.1mm, 1000°C에서는

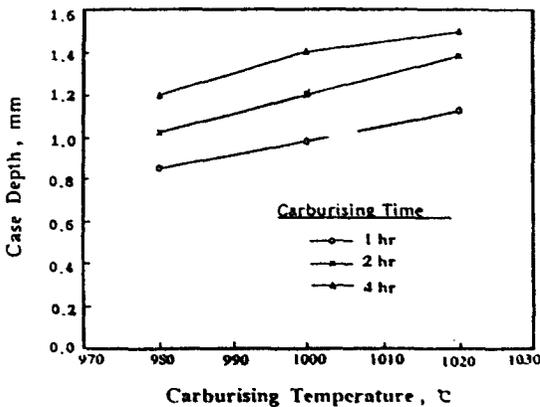


Fig. 1 Relationship between carburising temperature and case depth in STD 61. Showing the effect of carburising time on the case depth.

1.23mm, 그리고 1020°C에서는 1.38mm로 깊이는 깊게 되었다.

Fig. 2는 980°C, 1000°C 및 1020°C에서 2시간동안 각각 침탄처리한 시편을 540°C에서 1시간 동안 1차 템퍼링후, 2차 템퍼링온도를 540°C, 590°C 및 620°C로 변화시켜 1시간 처리하였을 때 나타나는 표면 및 내부의 경도를 나타낸 그림으로 침탄온도가 증가함에 따라 탄화물의 생성과 마르텐사이트 내에 탄소 및 합금원소들의 고용이 증가되어 표면경도 및 내부 경도는 증가하며,<sup>5)</sup> 2차 템퍼링온도가 증가됨에 따라 탄화물의 성장으로 인해 마르텐사이트 내의 탄소가 감소하여 표면 경도 및 내부 경도는 감소하였다.

침탄 처리후 1차 및 2차 템퍼링 후의 경도분포 곡선을 Fig. 3에 나타내었다. 1000°C에서 2시간 침탄처리한 경우 표면의 잔류오스테나이트의 생성으로 인해 0.4mm 깊이까지는 경도가 낮게 나타나고, 0.4~0.8mm부근에서는 침탄에 의한 마르텐사이트 경화부로 Hv 800 이상의 높은 경도값을 나타내었고 그 이후 탄소의 확산에 의한 탄소농도의 감소에 따라 경도가 감소함을 보이며, 침탄

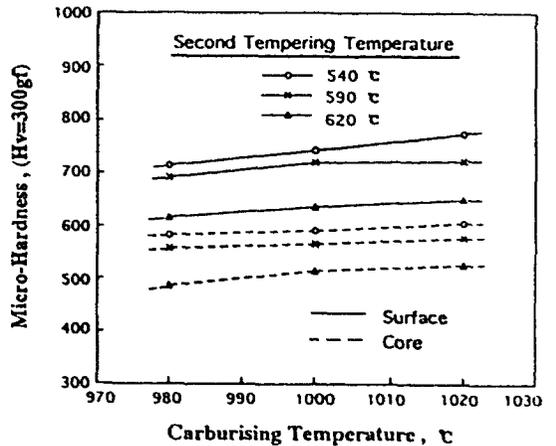


Fig. 2 Relationship between overcarburising temperature and hardness. Showing the effect of second tempering temperature on the surface and core hardness. First tempered at 540°C for 1hr and second tempered at three different temperature for 1hr after carburising for 2hr.

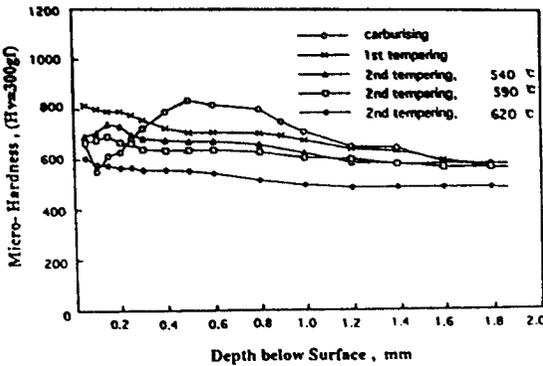


Fig. 3 Hardness variations as a function of the depth below surface. First tempered at 540°C for 1hr after carburising at 1000°C for 2hr.

처리후 540°C에서 1시간 1차 템퍼링한 경우는 표면의 잔류 오스테나이트가 템퍼드 마르텐사이트로 변태되면서 표면경도는 증가(810 Hv)하였으며, 0.3~1.0mm사이의 마르텐사이트 경화부에는 탄화물의 석출 및 성장으로 경도는 감소함을 나타내었다.

Honeycombe<sup>6)</sup>는 템퍼링시 V, Mo, W, Cr 및 Ti 등을 포함한 강은 합금탄화물이 마르텐사이트 안에 선택적 결정의 하비면(habit plane)에 디스크나 침상의 매우 미세한 상으로 형성된다고 하였으며, 600°C에서 템퍼링시 Cr을 함유한 강에서 일어나는 탄화물 석출은



이며, 단 Mo을 함유한 강에서는



의 탄화물 석출이 지배적이고, V는 Mo<sub>2</sub>C의 미세 분산을 안정화시키고, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> 입자 분포의 조대화물 느리게 함으로써, 이들 미세한 탄화물의 분산은 높은 온도에서 경도와 크리프 저항을 좋게 한다고 하였다.

### 3.2 가스 침탄후 가스 질화 특성

가스침탄 표면처리후 가스질화 복합 열처리할

실시하면 질화처리한 것과 침탄처리한 것의 이중 압축응력이 작용하여(550~600MPa + 250~300MPa) 피로특성 개선에 크게 영향을 미치며 표면경도와 마모저항이 증가한다.<sup>2)</sup>

Fig. 4는 1000°C에서 2시간 침탄처리후 1차 및 2차 템퍼링을 540°C, 590°C에서 각각 1시간 동안 처리한 후, 530°C에서 15, 30 및 45시간 가스 질화처리한 조직의 광학 현미경 사진이다. 질화시간이 증가됨에 따라서 화합물층은 두꺼워지며, 일반 경화처리(퀵칭)후 질화를 15시간 처리한 (a)는 합금질화물에 의해 경화된 질화층과 기지조직과의 뚜렷한 경계를 보이는 반면, 침탄후 질화처리한 (b), (c) 및 (d)에서는 뚜렷한 질화층 경계는 나타나지 않지만 탄화물과 질화물에 의해 생성된 경화층의 깊이가 훨씬 깊다는 것을 알 수 있다.

1000°C에서 2시간 침탄처리된 시편을 1, 2차 템퍼링을 540°C에서 각각 1시간씩 처리한 후, 질화 시간을 15, 30 및 45시간 처리하였을 때의 경도분포곡선을 Fig. 5에 나타내었다. 질화처리시간이 증가함에 따라 표면부의 경도는 약간 증가하였으며, 경화깊이도 증가함을 나타내었다. 침탄의 영향으로 표면으로부터의 1.2mm까지 다소 완만한 경도분포의 경화층을 얻을 수 있었다.

Fig. 6은 일반경화처리한 시편과 1000°C에서 2시간 침탄한 시편을 530°C에서 45시간 질화처리하였을 때의 경도분포곡선으로, 침탄후 질화처리한 것은 침탄처리시 합금원소들이 탄화물을 형성하여 질화처리시 질화물을 형성하는 원소(Cr, Mo 및 V 등)들이 감소하므로<sup>3)</sup> 표면경도가 960 Hv로 일반경화후 질화처리한 시편의 1130 Hv보다 낮지만, 경화깊이는 1.2mm로 일반경화처리후 질화한 경우에 비해 깊다는 것을 알 수 있다.

Fig. 7은 1000°C에서 2시간 침탄처리후 1차 템퍼링을 540°C에서 1시간처리하고 2차 템퍼링 온도 및 질화 시간을 변화시켰을 때의 경도분포곡선으로, 질화 시간이 증가됨에 따라 탄소는 질소에 의해 내부로 확산되므로 표면의 탄화물이 질화물로 변화되어 표면경도는 증가하고<sup>4)</sup>, 2차 템퍼링 온도가 540°C, 590°C 및 620°C로 증가됨에 따라 30시간 질화한 경우에 표면 경도는 955 Hv,

Fig. 4 Optical micrographs of the cross section of nitrided at 530°C. Carburised at 1000°C for 2hr ; first and second tempered at 590°C for 1hr.  
(a) conventional hardening-15hr  
(b) 15hr (c) 30hr (d) 45hr

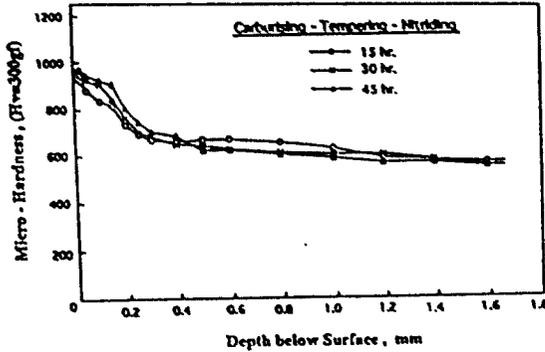


Fig. 5 Influence of nitriding time on the hardness profile of overcarburised and nitrided specimen. Carburised at 1000°C for 2hr ; tempered at 540°C for 1hr ; nitrided at 530°C.

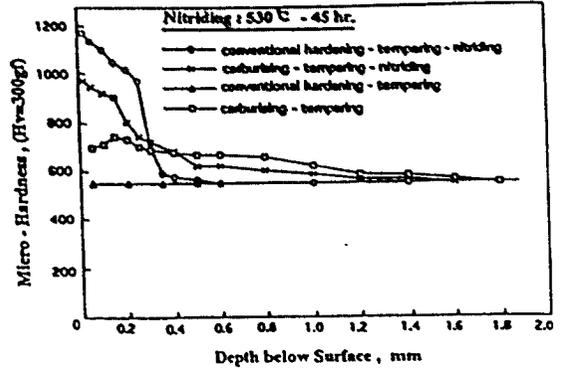


Fig. 6 Influence of nitriding time after conventional hardening and overcarburising. Carburised at 1000°C for 2hr ; first and second tempered at 540°C for 1hr ; nitrided at 530°C for 45hr.

930 Hv 및 840 Hv로 감소하며, 이것은 템퍼링 온도의 증가에 따라 탄화물의 석출 및 성장이 촉진되어 질화물 형성원소가 감소하여 표면경도가 감소하는 것으로 사료된다.

Fig. 8은 침탄온도 및 2차 템퍼링 온도가 높을수록 질화처리후 표면경도가 감소함을 나타낸다. 이

것은 높은 온도에서 형성된 탄화물들이 조대하여 가스질화 동안 분해되기보다는 질화물로 대치되어 성장하는 한편 표면층에 형성된 질화층의 성장에 의해 경도값은 감소한다고 사료된다.

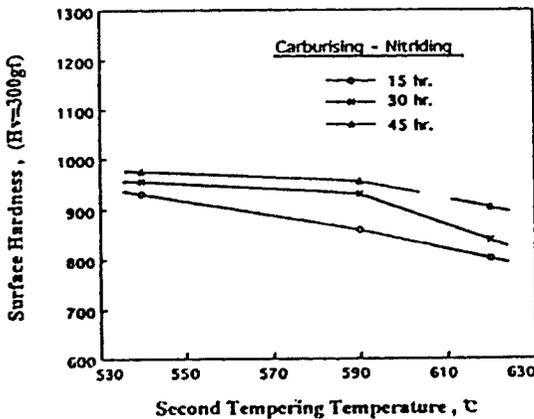


Fig. 7 Relationship between surface hardness of gas overcarburised surface layer and second tempering temperatures. Carburised at 1000°C for 2hr ; first tempered at 540°C for 1hr ; nitrided at 530°C.

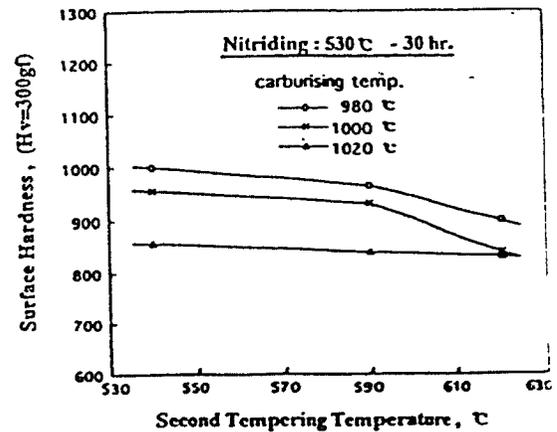


Fig. 8 Relationship between surface hardness of gas overcarburised surface layer second tempering temperatures. Carburised for 2hr ; first tempering at 540°C for 1hr ; second tempering time 1hr ; nitriding at 530°C for 30hr.

Fig. 9 Optical micrographs of the cross section of nitrocarburised at 570°C. Carburised at 1000°C for 2hr ; first and second tempered at 590°C for 1hr.  
 (a) conventional hardening - 4hr (b) 2hr (c) 4hr (d) 8hr

### 3.3 가스 침탄후 가스 질화침탄 특성

Fig. 9는 침탄처리후 1차 및 2차 템퍼링을 590°C에서 각각 1시간 처리후 570°C에서 2, 4및 8시간 동안 각각 질화침탄처리했을 때의 표면조직으로서, 일반경화처리후 4시간 질화침탄처리한 (a)는

질화침탄층의 경계가 뚜렷하고, 질화침탄층 경화 두께가 침탄처리후 4시간 처리한 경우에 비해 확산 깊이가 얇음을 알 수 있다. 이것은 Cr, Mo 및 V과 같은 합금원소들은 질탄화물 형성이 용이하므로 표면에 질소와 탄소의 농도를 증가시켜 확산

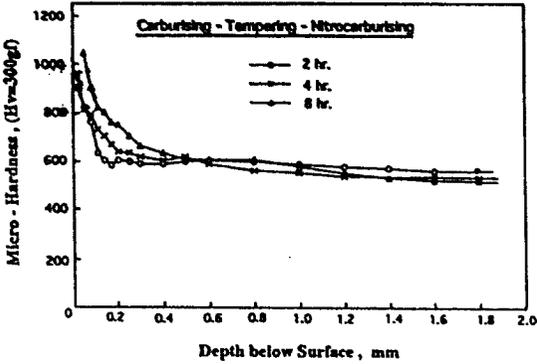


Fig. 10 Influence of nitrocarburising time on the hardness profile of gas overcarburised and nitrocarburised. Carburised at 1000°C for 2hr ; tempered at 540°C for 1hr ; nitrocarburised at 570°C

깊이는 얇아지며, 침탄시 이들 합금원소들이 탄화물을 형성하여, 질탄화물을 형성할 수 있는 합금원소가 감소하여 표면의 질소농도는 감소하고 확산깊이는 증가한 것으로 사료된다. 침탄처리후 질화침탄처리한 (b), (c) 및 (d)에서는 경계는 뚜렷하지 않지만 침탄의 영향으로 깊은 경화층을 나타내었다.

질화침탄층 중 표면에 형성된 ε화합물층은 안정한 Fe<sub>2-3</sub>(N,C) 혹은 Fe<sub>2-3</sub>(N,C,O)으로 다른 합금원소(M)가 존재하면 ε화합물층은 (Fe,M)<sub>2-3</sub>(N,C) 혹은 (Fe,M)<sub>2-3</sub>(N,C,O)가 될 것이다. 이때 표면으로부터의 경도분포는 Fig. 10과 같으며, 처리시간이 2, 4 및 8시간으로 증가함에 따라 표면경도는 905 Hv, 957 Hv 및 1024 Hv로 증가하고, 경화층깊이 또한 0.17mm, 0.30mm 및 0.40mm로 증가하였다.

Fig. 11은 일반 경화처리한 시편과 침탄처리한 시편을 570°C에서 4시간 질화침탄처리 하였을 때, 침탄 처리후 질화침탄처리하는 것이 침탄시 합금원소들이 열적 안정성을 가진 탄화물을 형성하여, 질화침탄처리시 질탄화물을 형성하는 Cr, Mo 및 V 등이 감소하여 Fig. 11에서 보는 바와 같이, 표면경도가 957 Hv로 일반경화처리후 질화침탄처리한 시편의 1155 Hv보다 낮지만, 경화층깊이는

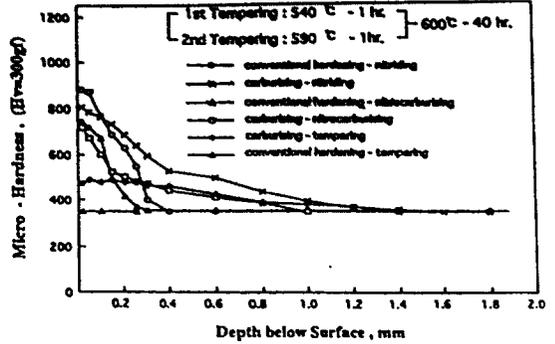


Fig. 11 Influence of nitrocarburising after conventional hardening and overcarburising. Carburised at 1000°C for 2hr ; tempered at 540°C for 1hr ; nitrocarburising at 570°C for 4hr.

2.0mm로 깊은 경화층을 나타낸다.

### 3.4 복합 열처리에 의한 고온 특성

열간금형강의 복합열처리한 시편의 열적 안정성을 고찰하기 위하여 Fig. 12에서 보는 바와 같이 일반경화처리된 시편과 침탄처리된 시편을 530°C에서 30시간 가스질화처리 및 570°C에서 4시간 질화침탄처리를 한 후 각각 600°C에서 40시간 유지하였다. 여기서 600°C는 일반적으로 열간단조시

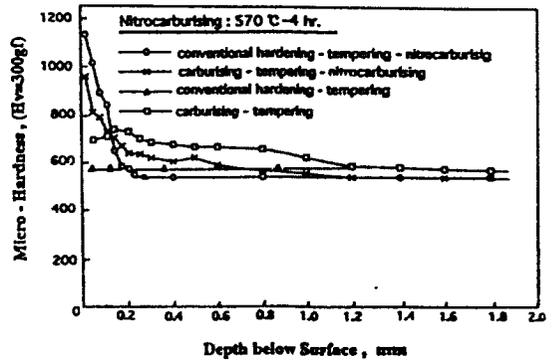


Fig. 12 Influence of surface modification method for life time gain. Carburised at 1000°C for 2hr ; nitrided at 350°C for 30hr ; nitrocarburised at 570°C for 4hr.

금형의 최표면의 온도와 유사한 조건을 설정한 것으로서 질화처리한 것이 질화침탄처리한 것보다 열적안정성이 높아 표면경도가 높으며, 침탄처리후 질화한 것이 일반 경화처리후 질화한 것보다 탄화물의 형성으로 질화물 형성원소들이 감소하여 표면경도가 낮게 나타나고, 이는 질화물 형성원소들이 침탄으로 인해 대부분이 탄화물로 존재하고 있음을 의미한다. 이때 나타나는 각 처리 조건별 경도감소를 Table. 2에 나타내었다. 일반 경화처리후 질화처리하여 600°C에서 40시간 유지한 것은 표면 경도가 1136 Hv에서 881 Hv로 255 Hv정도 감소하였으며, 침탄후 질화처리한 것은 127 Hv 정도 감소하여 침탄후 질화처리한 것은 열적 안정성이 일반경화처리후 질화처리한 것보다 2배정도 우수한 것으로 나타났다. 또한 질화침탄처리 조건에서도 일반경화처리후 질화침탄한 것은 426 Hv 정도 감소하였으며, 침탄후 질화침탄처리한 것은 143 Hv 정도 감소하여 약 3배 정도 고온특성이 우수하였으며, 침탄후 템퍼링한 상태가 일반경화처리후 템퍼링한 상태보다 100 Hv 정도 높은 경도특성을 나타내어 침탄으로 형성된 표면의 탄화물이 고온에서 높은 열적 안정성을 가지는 것으로 생각된다.

Table 2. Influence of surface modification method for life time gain.

Time	Surface(Core)hardness, Hv					
	Q-N	Q-N·C	C-N	C-N·C	C-T	Q-T
(A) As-Znd Tempered	1136 (556)	1168 (524)	932 (553)	858 (524)	666 (560)	560
(A)+20hr (600°C)	919 (383)	894 (386)	846 (379)	782 (383)	487 (380)	380
(A)+40hr (600°C)	881 (350)	742 (356)	805 (353)	715 (350)	473 (356)	356

#### 4. 결론

STD 61 열간금형공구강에 열적 내구성을 향상시키기 위한 가스침탄-가스질화 및 가스침탄-가스질화침탄의 복합열처리특성을 규명하기 위한 금속학적 연구로부터 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 침탄온도 및 시간이 증가할수록 침탄층 깊이는 증가하며, 또한 형성된 탄화물의 조대화가 촉진된다.
2. 침탄 후 2차 템퍼링 온도가 높을수록 질화 및 질화침탄처리 후의 표면 경도는 감소하는 경향을 보이며, 동일한 2차 템퍼링 온도에서 질화 및 질화침탄처리 시간이 증가할수록 경화층은 깊고 표면경도는 높게 나타난다.
3. 침탄 후 최종 제품의 요구 경도값에 따라 500~620°C의 템퍼링 온도를 임의로 설정할 수 있으며, 이때 표면층의 경도는 기지조직보다 100 Hv~150 Hv 정도 높다.
4. 고온 템퍼링 저항성은 침탄-질화 및 침탄-질화 침탄 처리한 것이 일반 경화 처리한 후 질화 및 질화침탄 처리한 것보다 우수한 특성을 나타낸다.

#### 참고문헌

1. Kern R.F. : Supercarburising, Heat Treating, 18, No. 10, 1986, 36.
2. J.P. Souchard, P. Jaequot and M. Buvron : Plasma Overcarburising of Chromium Steels for Hot-Working and Wear Applications, Heat Treatment of Metal, (1992,) 49.
3. D.P. Davis, Duplex Hardening : an Advanced Surface Treatment Technique Combining Nitriding and Carburising, Heat Treatment of Metals, (1991, 4) 97.
4. Schmidt M.L. : Pre-oxidation prior to gas carburising : theory and its effect on pyrowear 53 alloy, Carburising : Processing and Performance, ASM International, (1989) 83.
5. V.V. Popov and M.I. Gol'dshtein, Dissolution of Carbides and Nitrides during Austenitizing of Steels, Translated from Metallovedenie : Termicheskaya Obrabotka Metallov, No. 7 (1997, 7) 5.
6. R.W.K. Honeycombe, structure and Strength of Alloy Steels(Birmingham : Silk & Terry Ltd.), 1991, 4.