

(19)日本国特許庁(JP)

## (12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7028403号

(P7028403)

(45)発行日 令和4年3月2日(2022.3.2)

(24)登録日 令和4年2月21日(2022.2.21)

(51)国際特許分類

F I

C 2 3 C 16/34 (2006.01)

C 2 3 C 16/34

C 2 3 C 16/36 (2006.01)

C 2 3 C 16/36

B 2 1 C 25/02 (2006.01)

B 2 1 C 25/02

Z

請求項の数 30 (全27頁)

(21)出願番号 特願2018-529639(P2018-529639)

(86)(22)出願日 平成28年12月7日(2016.12.7)

(65)公表番号 特表2019-504190(P2019-504190  
A)

(43)公表日 平成31年2月14日(2019.2.14)

(86)国際出願番号 PCT/EP2016/080153

(87)国際公開番号 WO2017/097863

(87)国際公開日 平成29年6月15日(2017.6.15)

審査請求日 令和1年5月9日(2019.5.9)

(31)優先権主張番号 62/263,964

(32)優先日 平成27年12月7日(2015.12.7)

(33)優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)

(73)特許権者 520266591

アイエイチアイ ベルネックス アーゲー  
スイス CH-4600 オルテン イン  
ダストリーシュトラッセ 211

(74)代理人 100079049

弁理士 中島 淳

(74)代理人 100084995

弁理士 加藤 和詳

(72)発明者 オージェ、 ミハエル

スイス国 8887 メルス メリビュン  
デンヴェーク 7

(72)発明者 ストラコフ、 フリスト

スイス国 4665 オフトリンゲン ゲ  
スリ 4

(72)発明者 パパジョージウ、 バシレイオス

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 コーティングされた押出工具

## (57)【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

長さを有するガイドチャネルを規定する表面と、

 $Me_{1-x}Al_xN$ 及び／又は $Me_{1-x}Al_xCN$  ( $Me$ は、金属であり、 $x$ は、 $Me$ 及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比であり、 $x$ の値は、 $0.78 \sim 0.92$ である)を含む少なくとも1つの層を含み且つ前記表面上に配置された化学蒸着

(CVD)コーティングと、

を含む押出工具であって、

前記コーティングは、厚さを有し、前記 $x$ の値は、前記厚さを通して変化し、それにより、前記コーティングの外表面における前記 $x$ の値は、中間厚さにおける前記 $x$ の値よりも高く、前記中間厚さにおける $x$ が $0.78 \sim 0.88$ であり、前記コーティングの前記外表面における $x$ が $0.85 \sim 0.92$ である、

押出工具。

## 【請求項2】

前記コーティングが、式 $Me_{1-x}Al_xCyN_{1-y}$ を有する金属アルミニウム炭窒化物組成物を含み、式中、 $y$ は、 $0.01 \sim 0.08$ である、請求項1に記載の工具。

## 【請求項3】

 $Me$ が、チタン、クロム、ジルコニウム、ハフニウム、及びバナジウムから選択される少なくとも1つである、請求項1又は請求項2に記載の工具。

## 【請求項4】

前記コーティングが、前記工具の表面の全体にわたって均一な厚さ又は実質的に均一な厚さを有する、請求項 1～請求項 3 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 5】

前記コーティングの外側領域の微小硬度が、前記コーティングの中間領域の微小硬度よりも低い、請求項 1～請求項 4 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 6】

前記コーティングの前記外表面が、 $2300\text{HV}0.025 \sim 2900\text{HV}0.025$ の微小硬度を有する、請求項 1～請求項 5 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 7】

前記コーティングの中間領域が、 $3000\text{HV}0.025 \sim 3600\text{HV}0.025$ の微小硬度を有する、請求項 1～請求項 6 のいずれか一項に記載の工具。

10

【請求項 8】

前記コーティングの結晶構造が、前記厚さを通して変化し、  
前記コーティングの前記外表面が、立方晶系結晶形及び六方晶系ウルツ鉱型結晶形の両方の混合相構造を含む、  
請求項 1～請求項 7 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 9】

前記コーティングの結晶構造が、前記厚さを通して変化し、  
前記コーティングの前記中間厚さが、立方晶系結晶形を含む、  
請求項 1～請求項 8 のいずれか一項に記載の工具。

20

【請求項 10】

前記厚さが、TiNを含む第一の層と、立方晶系相構造を含む前記中間厚さにおける第二の層と、立方晶系結晶形及び六方晶系ウルツ鉱型結晶形の両方の混合相構造を含む前記コーティングの前記外表面と、の 3 つの層を含む、請求項 1～請求項 9 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 11】

前記 CVD コーティング上に配置された第二の CVD コーティングをさらに含み、前記第二の CVD コーティングは、六方晶系ウルツ鉱型金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物を含むコーティング、BN を含むコーティング、 $\text{MoS}_2$  を含むコーティング、 $\text{WS}_2$  を含むコーティング、自己潤滑性コーティング、並びにこれらの任意の組み合わせから成る群より選択される、請求項 1～請求項 10 のいずれか一項に記載の工具。

30

【請求項 12】

前記コーティングが、工具ボディの表面に配置され、前記工具ボディは、鋼鉄組成物又はセラミック組成物で形成されている、請求項 1～請求項 11 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 13】

前記工具が、成形ダイ、押出ダイ、及びダイコンポーネントから選択される、請求項 1～請求項 12 のいずれか一項に記載の工具。

【請求項 14】

表面によって規定されたガイドチャネルを含む押出工具を提供することと、  
化学蒸着 (CVD) によって前記表面上に複数の前駆体材料を蒸着させ、それにより、 $\text{Me}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$  及び／又は  $\text{Me}_{1-x}\text{Al}_x\text{CN}$  (Me は、金属であり、x は、Me 及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比であり、x の値は、 $0.78 \sim 0.92$  である) を含む少なくとも 1 つの層を含むコーティングを前記表面上に形成することと、  
を含む、押出工具を形成する方法であって、  
前記コーティングは、厚さを有し、前記 x の値は、前記厚さを通して変化し、それにより、前記コーティングの外表面における前記 x の値は、中間厚さにおける前記 x の値よりも高く、前記中間厚さにおける x が  $0.78 \sim 0.88$  であり、前記コーティングの前記外表面における x が  $0.85 \sim 0.92$  である、

40

50

方法。

【請求項 15】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、水素、窒素、炭素、ハロゲン化アルミニウム化合物、ハロゲン化金属化合物、アンモニア、及び炭化水素から選択される複数の材料を蒸着させることを含む、請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、前記複数の前駆体材料のそれぞれを同時に蒸着させることを含む、請求項 14 又は請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、650℃～1050℃の温度を有する環境中で前記複数の前駆体材料を蒸着させることを含む、請求項 14～請求項 16 のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項 18】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、1mbar～60mbarの圧力を有する環境中で前記複数の前駆体材料を蒸着させることを含む、請求項 14～請求項 17 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 19】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、少なくとも20分間前記複数の前駆体材料を蒸着させることを含む、請求項 14～請求項 18 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 20】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、0.1L/分～250L/分の流量で前記複数の前駆体材料のうちの少なくとも1つを蒸着させることを含む、請求項 14～請求項 19 のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項 21】

前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、50g/時間～100g/時間の流量で前記複数の前駆体材料のうちの少なくとも1つを蒸着させることを含む、請求項 14～請求項 20 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 22】

前記コーティングの外側領域の微小硬度が、前記コーティングの中間領域の微小硬度よりも低い、請求項 14～請求項 21 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 23】

前記コーティングの前記外表面における前記xの値が、前記コーティングの前記中間厚さにおける前記xの値よりも高い、請求項 14～請求項 22 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 24】

Meが、チタン、クロム、ジルコニウム、ハフニウム、及びバナジウムから選択される少なくとも1つである、請求項 14～請求項 23 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 25】

水素が、10～250L/分の流量で供給され、

窒素が、0～30L/分の流量で供給され、

アンモニアが、0.2～5L/分の流量で供給され、

ハロゲン化アルミニウム化合物が、0.1～7L/分の流量で供給される、

請求項 14～請求項 24 のいずれか一項に記載の方法。

40

【請求項 26】

ハロゲン化金属化合物が、50g/時間～100g/時間の流量で提供され、前記ハロゲン化金属化合物は、ハロゲン化チタン化合物である、請求項 14～請求項 25 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 27】

ハロゲン化金属化合物が、0.1～7L/分の流量で提供され、前記ハロゲン化金属化合物は、ハロゲン化クロム化合物である、請求項 14～請求項 26 のいずれか一項に記載の方法。

50

## 【請求項 28】

前記コーティングが、 $10\text{ }\mu\text{m}/\text{時間} \leq \text{DR} \leq 2\text{ }\mu\text{m}/\text{時間}$ の蒸着速度（DR）で蒸着される、請求項 14～請求項 27 のいずれか一項に記載の方法。

## 【請求項 29】

請求項 1～13 のいずれか一項に記載の押出工具が得られる、請求項 14～請求項 28 のいずれか一項に記載の方法。

## 【請求項 30】

金属を押し出すための、請求項 1～請求項 13 のいずれか一項に記載の押出工具の使用。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

10

## 【0001】

関連出願の相互参照

本出願は、その全開示内容が参照により本明細書に援用される 2015 年 12 月 7 日に出願された米国仮特許出願第 62/263,964 号の優先権を主張するものである。

## 【0002】

本明細書は、押出工具全般に関し、より詳細には、表面処理をその上に有する押出工具に関する。

## 【背景技術】

## 【0003】

金属、金属合金、プラスチックなどの押出しに用いられるダイ及び／又は他の工具などの押出工具は、特定回数の使用後又は特定時間の経過後に押出工具を摩耗させる条件に晒される。こうなると、押出工具は、廃棄、及び／又は交換などを行う必要がある。そのような押出工具の望ましくない急速な摩耗に対するこれまでのソリューションには、コーティングを塗布して押出工具（又はその一部）を保護材料で封入することが含まれていた。過去に用いられた例示的な保護材料としては、鋼鉄又は超硬合金であった。

20

## 【0004】

多くの押出工具は、比較的高いアスペクト比を示すキャビティなどの 1 又は複数の凹み表面を有するように設計される。そのような工具の場合、保護コーティングの堆積に物理蒸着（PVD）技術を用いることは、PVD ノズル（又は他の塗布ツール）の「見通し線（line-of-sight）」内の領域のみがコーティングされる結果となり、有効に完全なコーティングが成されていない、又は少なくとも所望されるすべての領域には十分なコーティングが成されていない押出工具が得られる結果となる PVD 技術の「見通し線」による制限に起因して、困難又は不可能であり得る。このため、様々な化学蒸着（CVD）プロセスが、コーティングの塗布に用いられてきた。しかし、そのような CVD プロセスは、押出工具に対して所望される度合いの改善を提供することができない可能性がある。操作条件、押出される材料の種類、及び／又は他の因子に応じて、工具の耐用寿命の延長は、実現されないか、及び／又は CVD プロセスのコストに起因して合理的ではない可能性がある。

30

## 【0005】

したがって、コーティングされることが所望されるすべての表面が確実に実際にコーティングされる押出工具をコーティングする方法、さらには費用対効果の高い方法で CVD によって押出工具上にコーティングすることが可能であり、1 又は複数の既存の材料と比較して押出工具の動作寿命を延長する材料が求められている。

40

## 【0006】

以下の概要は、本開示に特有である革新的な特徴のいくつかの理解を促進するために提供されるものであり、完全に記述することを意図するものではない。本開示の様々な態様の完全な理解は、全明細書、請求項、図面、及び要約を全体として捉えることによって得ることができる。

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0007】

50

押出ダイなどの押出工具の動作寿命を延長することは、押出し製品の品質の向上、さらには工具の高価な交換の必要性の低減にとって最も重要である。したがって、本発明の目的は、以下の目的の1又は複数によって記載されるように、改善された特性を有する押出工具を提供することである。

【0008】

このため、目的は、非常に優れた工具寿命、高められた性能、及び／又はより低いコストを可能にする押出工具を提供することである。押出工具は、好ましくは、改善された硬度、摩擦係数、表面形態、及び／又は粗度を示すはずであり、したがって、押出し用途の状況において、向上された性能特性を有するはずである。さらにより好ましくは、本発明の目的は、制御及び調整された性能を有する押出工具の作製を可能にする目的で、コーティング特性を操作する可能性を提供することである。

10

【0009】

本発明の別の目的は、平滑だが耐摩耗性である表面、並びに／又は長い有効寿命及び高い幾何学的精度を有するコーティングされた押出工具を提供することである。

【0010】

本発明の更に別の目的は、上述の利点を有する押出工具を形成する方法を提供することである。さらに、別の目的は、コーティングされることが所望されるすべての表面が確実に実際にコーティングされる押出工具をコーティングするための方法、さらには費用対効果の高い方法でCVDによって押出工具上にコーティングすることが可能であり、1又は複数の既存の材料と比較して押出工具の動作寿命を延長する材料を提供することである。

20

【課題を解決するための手段】

【0011】

これらの目的は、提供される工具によって対処され、押出工具は、押出されるべき材料を通す、又はそうでなければ成形若しくは誘導することを意図するガイドチャネルを含み、ガイドチャネルは、長さを有し、表面によって規定され、表面は、表面の上に配置され、改善された工具性能を提供するコーティング、好ましくは、CVDコーティングを含む。提供されるコーティングは、 $Me_{1-x}Al_xN$ 及び又は $Me_{1-x}Al_xCN$ を含む少なくとも1つの層を含み、ここで、 $Me$ は、金属であり、 $x$ は、 $Me$ 及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比であり、コーティングは、厚さを有し、 $x$ の値は、厚さを通して変化し、それにより、コーティングの外表面における $x$ の値は、中間厚さにおける $x$ の値と異なっている。本明細書で用いられる場合、「中間厚さ」の用語は、コーティングの外表面と、コーティングが堆積されている表面に面している面であるコーティングの反対側の面と、の間のコーティングの厚さに沿った任意の点を意味する。コーティング中の $x$ の値を、その厚さ全体にわたって変化させることによって、工具性能の向上が実現される。

30

【0012】

ある態様では、コーティングは、コーティングの外表面における $x$ の値よりも低い中間厚さにおける $x$ の値を含む。所望により、中間厚さにおける $x$ は、 $0.78 \sim 0.88$ 、又はこれらの間のいずれの値若しくは範囲であってもよい。外表面における $x$ の値は、中間厚さにおける値よりも高い。所望により、コーティングの外表面における $x$ は、 $0.85 \sim 0.92$ である。ある態様では、コーティングは、コーティング材料として、 $Me_{1-x}Al_xN$ を含む。ある態様では、コーティングは、コーティング材料として、 $Me_{1-x}Al_xCN$ を含む。ある態様では、コーティングは、コーティング材料として、 $Me_{1-x}Al_xN$ 及び $Me_{1-x}Al_xCN$ の両方を含む。 $x$ の有効値 (operative values) は、 $Me_{1-x}Al_xN$ 及び $Me_{1-x}Al_xCN$ の両方に対して、個々に、又は合わせて適用可能である。コーティング組成物中の金属は、所望により、チタン、クロム、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、又はこれらの任意の組み合わせであってもよい。ある態様では、金属は、チタンである。所望により、コーティングは、アルミニウムに加えて、チタン及びクロムの両方を含む。

40

【0013】

50

提供されるコーティングは、微小硬度を有する。ピッカース法によって測定される微小硬度は、所望により、コーティングの厚さの全体又は厚さの一部にわたって変化する。ある態様では、コーティングの外表面は、中間厚さよりも低い微小硬度を有する。外表面をより軟質とすることにより、工具性能及び得られる押出し製品の品質を改善するコンフォーマル層が作り出されることが見出された。所望により、相対的により軟質であるコーティング外表面は、より硬質であるコーティング材料の中間厚さによって支持され、及び所望により、中間厚さまで摩耗してよい。所望により、コーティングの外表面は、 $2300\text{HV}0.025 \sim 2900\text{HV}0.025$ の微小硬度を有する。所望により外表面厚さに隣接してよい中間厚さは、所望により、 $3000\text{HV}0.025 \sim 3600\text{HV}0.025$ の微小硬度を有する。

10

#### 【0014】

ある態様は、コーティングの結晶形がコーティング厚さ全体にわたって変化するコーティングを含む。所望により、2つ以上の結晶形が厚さ中に存在し、それにより、厚さ全体にわたって1つの結晶形の相対量が変化する。所望により、厚さは、立方晶系結晶形、六方晶系ウルツ鉱型結晶形、又は立方晶系結晶形及び六方晶系ウルツ鉱型結晶形の両方を特徴とする。所望により、中間厚さは、立方晶系結晶形であるか、又は立方晶系結晶形を含む。所望により、外表面は、六方晶系ウルツ鉱型結晶形であるか、又は六方晶系ウルツ鉱型結晶形を含む。所望により、立方晶系結晶形に対する六方晶系ウルツ鉱型結晶形の相対量は、中間厚さよりもコーティング外表面の方が多い。

#### 【0015】

20

上記で述べたように、別の目的は、上記で又は本明細書の他所で述べる特徴のうちの1又は複数を有する、押出工具、所望により本明細書で提供される押出工具上にコーティングを形成する方法を提供することである。方法は、化学蒸着（CVD）プロセスに基づく。CVDは、不均一表面上、所望により、押出工具のガイドチャンネル上、所望により、押出工具の全表面又は実質的全表面上に、非常に優れた工具性能をもたらす結果となるコーティングを提供することができるが見出された。方法は、表面によって各々が規定された1又は複数のガイドチャンネルを含む押出工具を提供することを含む。表面は、所望により、他のガイドチャンネルと隣接しているか、又はそれらから実質的に分離されている。蒸着は、ガイドチャンネルの表面上にコーティングを形成させる。本明細書で述べる特徴を有するコーティングは、所望により、提供されるプロセスによって実現される。所望により、蒸着の工程は、複数の前駆体材料を蒸着することを含む。理解されるように、CVDコーティングの前駆体材料は、そのまま蒸着されるのではなく、典型的には、化学反応を起こして、実際に蒸着される材料を形成する。所望により、複数の材料は、水素、窒素、炭素、ハロゲン化アルミニウム化合物、ハロゲン化金属化合物、アンモニア、及び炭化水素から選択される。そのような蒸着により、1又は複数層の $\text{Me}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ 及び又は $\text{Me}_{1-x}\text{Al}_x\text{CN}$ を含むコーティングを作製することができ、ここで、Meは、金属であり、xは、Me及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比であり、コーティングは、厚さを有し、xの値は、厚さを通して変化し、それにより、コーティングの外表面におけるxの値は、中間厚さにおけるxの値と異なっている。ある態様では、複数の前駆体材料の蒸着は、複数の前駆体材料の各々を同時に蒸着することを含む。所望により、複数の前駆体材料の蒸着は、 $650^\circ\text{C} \sim 1050^\circ\text{C}$ の温度を有する環境中で行われる。所望により、前駆体材料の蒸着は、 $1\text{mbar} \sim 60\text{mbar}$ の圧力を有する環境中で行われる。蒸着の工程は、得られるコーティングの所望される厚さを調節するのに所望される時間にわたって行われてよい。所望により、複数の前駆体材料は、少なくとも20分間にわたって蒸着される。ある態様では、複数の前駆体材料の蒸着は、複数の前駆体材料のうちの少なくとも1つを、毎分 $0.1\text{リットル}(\text{l}/\text{分}) \sim 250\text{l}/\text{分}$ の流量で蒸着することを含む。所望により、複数の前駆体材料の蒸着は、複数の前駆体材料のうちの少なくとも1つを、毎時 $50\text{グラム}(\text{g}/\text{時間}) \sim 100\text{g}/\text{時間}$ の流量で蒸着することを含む。

30

40

#### 【0016】

50

本明細書で述べる態様のさらなる特徴及び利点は、以下に続く詳細な記述に示され、部分的には、その記述から当業者にとって容易に明らかとなるか、又は以下に続く詳細な記述、請求項、さらには添付の図面を含む本明細書で述べる態様を实践することによって認識される。

#### 【0017】

前述の全般的記述及び以下の詳細な記述はいずれも、様々な態様を記載しており、請求される主題の性質及び特徴を理解するための概要又は構想を提供することを意図するものであることは理解されたい。添付の図面は、様々な態様のさらなる理解を提供するために含まれており、本明細書に組み込まれ、本明細書の一部を成すものである。図面は、本明細書で述べる様々な態様を例示しており、記述と共に、請求される主題の原理及び作用を説明する役割を有する。

10

#### 【0018】

具体的には、上記で述べた目的に対する特定のソリューションとして、本発明は、添付の請求項で規定される押出工具及び方法を提供する。

#### 【発明の効果】

#### 【0019】

ここで、本明細書で述べる押出工具が、1又は複数の金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物コーティングでコーティングされていることは理解されたい。押出工具上のそのようなコーティングの結果として、他の押出工具と比較して向上された性能及び長い有効寿命を示すコーティングされた押出工具が得られる。コーティングされた押出工具は、さらに、他の押出工具と比較して、低い粗度特性及び／又は高い幾何学的精度を示し得る。

20

#### 【0020】

本発明に従う方法は、低下されたコーティング粗度、延長された動作寿命、より高い幾何学的精度を有し、並びに／又は製造工程数及び必要コストが低下されたコーティングされた押出工具を作製する可能性を提供する。さらに、本発明者らは、コーティングの組成を、より具体的には、そのアルミニウム含有量を改変することにより、その基本的結晶構造を六方晶から立方晶に変化させ、それにより、押出工具の性能特性を決定する硬度、摩擦係数、表面形態、及び粗度などのコーティングの特性に影響を与えることが可能であることを見出した。コーティング特性を操作することができることにより、制御及び調整された性能を有する押出工具を作製することが可能となる。

30

#### 【0021】

図面中に示される態様は、本質的に例示的及び代表的であり、請求項によって規定される主題を限定することを意図するものではない。図面は、必ずしも縮尺通りではない。例示的な態様の以下の詳細な記述は、同じ構造は同じ符号で示される以下の図面と合わせて読むことで理解され得る。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0022】

【図1A】図1Aは、本明細書で示され記載される1又は複数の態様に従うコーティングを備えた例示的な押出工具の長さ方向断面図を模式的に示す。

40

【図1B】図1Bは、本明細書で示され記載される1又は複数の態様に従う押出工具の表面上に作製された例示的な層の断面図を模式的に示す。

【図1C】図1Cは、本明細書で示され記載される1又は複数の態様に従う押出工具の表面上に作製された複数の例示的な層の断面図を模式的に示す。

【図2A】図2Aは、本明細書で示され記載される1又は複数の態様に従う例示的な立方晶構造を示す。

【図2B】図2Bは、本明細書で示され記載される1又は複数の態様に従う例示的な六方晶系ウルツ鉱型結晶構造を示す。

【図3】図3は、本明細書で示され記載される1又は複数の態様に従う例示的な立方晶窒化チタンアルミニウム (TiAlN) のX線回折 (XRD) スペクトルをグラフで示す。

50

【図 4】図 4 は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う例示的な混合（立方晶及び六方晶）TiAlN の XRD スペクトルをグラフで示す。

【図 5 A】図 5 A は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う立方晶 TiAlN の走査型電子顕微鏡画像の詳細な写真を示す。

【図 5 B】図 5 B は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う混合（立方晶及び六方晶）TiAlN の走査型電子顕微鏡画像の詳細な写真を示す。

【図 6】図 6 は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う立方晶 TiAlN の例示的なエネルギー分散型 X 線（EDX）スペクトルをグラフで示す。

【図 7】図 7 は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う窒化チタン（TiN）／立方晶 TiAlN 系の断面画像の詳細な写真を示す。

10

【図 8】図 8 は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う例示的な窒化クロムアルミニウム（CrAlN）の XRD スペクトルをグラフで示す。

【図 9】図 9 は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従う TiN／CrAlN 系の断面画像の詳細な写真を示す。

【図 10】図 10 は、本明細書で示され記載される 1 又は複数の態様に従うコーティングされたボディを形成する例示的な方法の流れ図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0023】

特定の態様の以下の記述は、本質的に単なる例示であり、当然様々であり得る本発明の範囲、その適用、又は使用を限定することを意図するものではまったくなく。本発明は、本明細書に含まれる限定されない定義及び専門用語に関連して記載される。これらの定義及び専門用語は、本発明の範囲又は実践を限定するものとして機能することを意図するものではなく、単に例示的及び記述的な目的で提示されるものである。プロセス又は組成物は、ある順序の個々の工程として、又は特定の材料を用いるものとして記載されるが、当業者であれば容易に理解されるように、本発明の記述が多くの方法で配列される複数の部分又は工程を含み得るように、工程又は材料は、交換可能であり得ることは理解される。

20

【0024】

様々な要素、成分、領域、層、及び／又はセクションを記載するために、「第一の」、「第二の」、「第三の」などの用語が本明細書で用いられ得るが、これらの要素、成分、領域、層、及び／又はセクションが、これらの用語によって限定されるべきではないことは理解される。これらの用語は、単に、1 つの要素、成分、領域、層、及び／又はセクションを別の要素、成分、領域、層、及び／又はセクションと区別するために用いられる。したがって、以下で考察される「第一の要素」、「成分」、「領域」、「層」、又は「セクション」は、本明細書における教示事項から逸脱することなく、第二の（又はそれ以外の）要素、成分、領域、層、又はセクションと称される可能性がある。

30

【0025】

本明細書で用いられる専門用語は、単に特定の態様を記載する目的のものであり、限定することを意図するものではない。本明細書で用いられる場合、単数形の「1 つの (a)」、「1 つの (an)」、及び「その (the)」は、文脈からそうでないことが明らかでない限り、「少なくとも 1 つの」を含む複数形を含むことを意図している。「又は」は、「及び／又は」を意味する。本明細書で用いられる場合、「及び／又は」の用語は、付随して列挙される項目の 1 又は複数のありとあらゆる組み合わせを含む。さらに、「含む (comprises)」及び／若しくは「含んでいる (comprising)」、又は「含む (includes)」及び／若しくは「含んでいる (including)」の用語は、本明細書で用いられる場合、記載される特徴、領域、整数、工程、操作、要素、及び／又は成分の存在を明示するが、1 若しくは複数の他の特徴、領域、整数、工程、操作、要素、成分、及び／若しくはこれらの群の存在又は追加を排除するものではないことも理解される。「又はその組み合わせ」の用語は、前に述べた要素のうちの少なくとも 1 つを含む組み合わせを意味する。

40

【0026】

特に断りのない限り、本明細書で用いられるすべての用語（技術的及び科学的用語を含む

50



）は、本開示が属する技術分野の当業者によって一般的に理解されるものと同じ意味を有する。さらに、一般的に用いられる辞書に定義されるものなどの用語は、該当する技術分野及び本開示の文脈におけるそれらの意味と一致する意味を有するものとして解釈されるべきであって、本明細書においてそのような明確な規定がない限りにおいて、理想化された又は過度に形式的な意味に解釈されるものではないことも理解される。

#### 【0027】

本開示は、主として金属、金属合金、セラミック、及び／又はプラスチックなどの押出しに用いるための押出工具の表面処理及び作製全般に関する。より詳細には、本開示は、式  $Me_{1-x}Al_xN$  を含む金属アルミニウム窒化物及び／又は式  $Me_{1-x}Al_xCN$  を有する金属アルミニウム炭窒化物でコーティングされた、好ましくは化学蒸着（CVD）によってコーティングされた押出工具に関し、式中、Meは、金属であり、xは、Me及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比である。コーティング層の組成は、異なる厚さのコーティングに特有の適合された特性が提供されるように、調節され得る。比較的軟質である外表面をコーティングに提供することにより、改善された押出工具性能を実現することが可能であることが見出された。このため、コーティング厚さ全体にわたって変化する適合された特性を有するコーティングが提供され、この場合、そのような特性は、組成、結晶構造、硬度、粗度、又はこれらの組み合わせであってよい。コーティングは、好ましくは、式  $Me_{1-x}Al_xN$  を含む金属アルミニウム窒化物及び／又は式  $Me_{1-x}Al_xCN$  を有する金属アルミニウム炭窒化物から本質的に成り、さらにより好ましくは、それらから成る。所望により、コーティング材料は、金属及びアルミニウムで形成されて、窒素及び／又は炭素原子が金属アルミニウム結晶格子中に埋め込まれていてよく、それによって、アルミニウムがドーブされた金属をベースとするコーティングとは区別することができる構造的に特有のコーティング材料が提供される。金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物の特定のコーティングが、本明細書の様々な態様で記載される。これらのコーティングは、部分的に若しくは全体として作用するか、又は少なくとも1つのコーティング特性について区別することができるコーティング外表面層に隣接する、所望により直接隣接する下層として作用し得る。押出工具又は他の所望されるボディを本明細書で述べる材料でコーティングする結果として、押出工具は、未コーティングの、又は他の材料でコーティングされた、又は類似の材料であるが異なる構造で存在する材料でコーティングされた押出工具と比較して、向上された性能、及び長い寿命を示し得る。例えば、本明細書で述べる材料でコーティングされた押出工具は、未コーティングの、又は他の材料でコーティングされた押出工具と比較して、低い粗度特性を示し得る。別の例では、本明細書で述べる材料でコーティングされた押出工具は、未コーティングの、又は他の材料でコーティングされた押出工具と比較して、硬質耐摩耗性コーティングの下層と組み合わせて、より軟質で耐摩耗性の低い表面を示し得る。結果として、本明細書で述べる材料でコーティングされた押出工具は、一般的に、長い有効寿命を有し得るものであり、高い幾何学的精度を示し得る。

#### 【0028】

1つの態様では、本発明は、CVDコーティングされた押出工具に関し、CVD技術を用いて、式  $Me_{1-x}Al_xN$  又は  $Me_{1-x}Al_xCN$  を有し、Me／Al比を変化させた金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物を含む新規なコーティングが作製される。コーティング中のMeは、Ti、Cr、Zr、Vなど、好ましくは、Ti及びCr、最も好ましくは、Tiであってよい。コーティング中の炭素含有量は、コーティング中の原子の総量に対して0～8％で変化し得る。コーティングは、単層として蒸着されてよく、又は層の組み合わせとして蒸着され、したがって、多層構造が形成されてもよい。コーティングの厚さは、1～49  $\mu m$ 、好ましくは、1～20  $\mu m$ 、最も好ましくは、1～10  $\mu m$ の範囲内であってよい。コーティング材料は、窒素及び所望により炭素原子が元素Me－Al格子中に埋め込まれたMe－Al固溶体（好ましくは、Ti－Al）をベースとして形成され、このことにより、アルミニウムがドーブされた金属をベースとするコーティングとは異なる。CVDコーティング技術により、Me及びAlのコー

10

20

30

40

50

ティング含有量を、好ましくは、 $x = 0.6 \sim 0.9$  で変化させることが可能となる。得られる組成変化により、基本的結晶構造を六方晶から立方晶に変化させ、それにより、押出工具の性能特性を決定する硬度、摩擦係数、表面形態、及び粗度などのコーティングの特性に影響を与えることが可能となる。コーティング特性を操作することができることにより、制御及び調整された性能を有する押出工具を作製することが可能となる。特に、本発明のこの態様は、以下の実施形態を提供する：

< 1 > 式： $Me_{1-x}Al_xCN$ の硬質コーティングが上に堆積された押出工具であり、式中、Meは、金属であり、xは、 $0.6 \sim 0.9$  の範囲内である。

< 2 > 炭素含有量が、 $0 \sim 8\%$  である、実施形態< 1 >に記載の押出工具。

< 3 > Meが、Ti、Cr、Zr、V、及びこれらの組み合わせから成る群より選択される、実施形態< 1 >に記載の押出工具。

< 4 > 前記硬質コーティングが、 $1 \sim 49 \mu m$ の範囲内の厚さを有する、実施形態< 1 >に記載の押出工具。

< 5 > 前記硬質コーティングが、単一層を含む、実施形態< 1 >～< 4 >のいずれか1つに記載の押出工具。

< 6 > 前記硬質コーティングが、複数の層を含む、実施形態< 1 >～< 5 >のいずれか1つに記載の押出工具。

< 7 > 前記硬質コーティングが、均一な組成である、実施形態< 1 >～< 6 >のいずれか1つに記載の押出工具。

< 8 > 前記硬質コーティングの組成が、その厚さに応じて変化する、実施形態< 1 >～< 5 >のいずれか1つに記載の押出工具。

< 9 > 前記硬質コーティングの上に配置された材料の第二のボディをさらに含む、実施形態< 1 >～< 8 >のいずれか1つに記載の押出工具。

< 10 > 材料の前記第二のボディが、前記硬質コーティングの硬度よりも低い硬度を有する、実施形態< 8 >に記載の押出工具。

< 11 > 薄膜堆積プロセスによって前記押出工具上に前記硬質コーティングを堆積させることを含む、実施形態< 1 >～< 8 >のいずれか1つに記載の押出工具を作製する方法。

< 12 > 前記薄膜堆積プロセスが、化学蒸着（CVD）である、実施形態11に記載の方法。

#### 【0029】

ここで、図を参照すると、図1は、いくつかの態様に従う全体として100と称する例示的な押出工具の長さ方向断面図を示す。押出工具100は、この開示によって限定されるものではなく、押出しによって様々な材料を成形する目的に用いられるものとして一般的に認識されているいかなるデバイス又はそのコンポーネントであってもよい。限定されない例として、押出工具100は、ダイ、ダイコンポーネント、及び／又はダイの特定の表面などであってよい。二つ割り押出ダイが示されるが、本開示は、単体構成の押出ダイ又は他の複数構成の押出ダイにも等しく適用可能である。

#### 【0030】

押出工具100は、例えば、押出工具の内部を形成する1又は複数の表面によって規定されたガイドチャンネルを含んでよい。ガイドチャンネルは、所望により実質的に対向している2つの側の間にあって、長さを有し、それにより、ガイドチャンネルの構成が、押出し材料をガイドチャンネルの形状に押出されるように誘導することができる手段を作り出す。図1Aに示される例示的な態様では、マンドレル115を形成するマンドレル部分105が備えられる。押出工具100はまた、例えば、マンドレル部分105と協働するダイボルス110も含んでよい。マンドレル部分105は、マンドレル115とダイボルス110の円筒状壁部120との間のマンドレル部分105上の1又は複数のガイドチャンネル125を含む複数の入口部を、マンドレル115の周囲に沿って形成してよい。加えて、ガイドチャンネル全体を形成する複数の内部押出し表面は、例えば、ダイボルス110の内側壁部130及び／又はマンドレル部分105の内側壁部135（これは、マンドレル115の内側壁部でもあってよい）などの、マンドレル部分105及び／又はダイボルス

10

20

30

40

50

110によって形成されてよい。このため、延性材料（例：熔融材料、液体材料、又は半液体材料など）は、ガイドチャンネル125を通して誘導され得る。好ましくは、ガイドチャンネルによって規定された表面は、押出工具の内部のキャビティであり、この場合、所望により、「見通し線」外である凹み表面の少なくとも一部、及び／又は表面は、2以上のアスペクト比によって規定され、アスペクト比は、キャビティの深さとその最も小さい断面寸法との間の比に相当する。

#### 【0031】

本明細書においてより詳細に述べるように、押出工具100は、その1又は複数の表面上にコーティングを備えていてよい。ある態様では、押出工具100は、すべての表面に、表面のうちの特定の1つが押出されるべき延性材料と接触するかどうかに関わらず、コーティングを備えていてよい。ある態様では、押出工具100は、押出されるべき延性材料と接触することになり得る表面のみにコーティングを備えていてもよく、それは、例えば、ガイドチャンネル125を規定する表面（例：マンドレル115、及び／又はダイボルス

10

タ110の円筒状壁部120）、及び／又は1若しくは複数の内表面（例：ダイボルス110の内側壁部130、及び／又はマンドレル部分105の内側壁部135）などである。

【0032】

様々な態様では、マンドレル部分105及び／又はダイボルス110は、対応する長期的耐熱性及び硬度保持性を有する高温鋼で構築されてよく、それは、例えば、熱間鋼又は一般的に知られている他の種類の鋼鉄などである。例えば、クロム（Cr）、モリブデン（Mo）、及び／又はバナジウム（V）合金などを有する鋼鉄組成物が用いられてよい。具体例としては、鋼鉄タイプ2344、及び／又は2367などが挙げられ得る。しかし、そのような組成物は、単なる例示であり、マンドレル部分105及び／又はダイボルス110は、本出願の範囲から逸脱することなく、他の材料（他の鋼鉄組成物又は非鋼鉄材料を含む）で構築されていてもよいことは理解されるべきである。

20

#### 【0033】

図1B及び1Cは、様々な態様に従う押出工具100の表面の1又は複数の提供されてよい例示的なコーティングを示す。例えば、図1Bに示されるように、押出工具100は、所望により部分的に又は全体としてガイドチャンネルの表面によって形成されて、コーティング107でコーティングされている表面106を有してよい。別の例では、図1Cに示されるように、押出工具100の表面106は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109でコーティングされていてもよい。押出工具100の表面106上に提供されるコーティングの数は、この開示によって限定されるものではなく、特定の表面がコーティングを有しないか、又は3つ以上のコーティングを有していてもよいことは理解されるべきである。さらに、図1Cでは、第一のコーティング108が表面106と接触するものとして、及び第二のコーティング109が第一のコーティング108と接触する（しかし、表面106とは接触しない）ものとして示されるが、本開示は、それに限定されない。例えば、第一のコーティング108及び第二のコーティング109は、互いに混合されて、表面106上に配置される単一層とされてもよい。別の例では、第一のコーティング108及び第二のコーティング109は、表面106のある部分が第一のコーティング108と接触し、表面106の他の部分が第二のコーティング109と接触するように、表面106上に分散されてもよい。

30

#### 【0034】

図1Cを参照すると、本発明に従うコーティングを押出工具に提供する場合、押出工具100の表面106は、硬質で耐摩耗性である第一のコーティング108の下層と組み合わせた、より軟質で耐摩耗性の低いトップ層（第二のコーティング109）によって作製され得る。例えば、そのようなトップ層は、上記で述べたコーティングの六方晶相（ $Me_{1-x}Al_xCN$ ）、又はBN、 $MoS_2$ 、 $WS_2$ などのコーティング、又は他の類似の自己潤滑性コーティングであり得る。好ましくは、そのようなトップ層は、六方晶系ウルツ鉱型金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物である上記で述べた式

40

50

Me<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N及び／又はMe<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>CNを有する成分；BN；MoS<sub>2</sub>；WS<sub>2</sub>；自己潤滑性コーティング；並びにこれらの任意の組み合わせから成る群より選択される成分を含む。そのようなトップ層は、好ましくは、前記の群から選択される成分から本質的に成り、さらにより好ましくは、前記群から選択される成分から成る。

【0035】

この手法の結果、上層が、素早く制御可能に摩耗してコンフォーマル表面を生成し、低い摩擦係数を与える押出工具が得られる。コーティングの硬質及び軟質の成分はいずれも、上記で述べた炭窒化金属をベースとしている。得られる平滑だが耐摩耗性であるコーティングされた押出工具は、長い有効寿命及び高い幾何学的精度の押出工具をもたらす。上記の例は、本発明の適用範囲を記載した処理に限定することを意図するものではなく、押出工具に対して実現可能である考え得る有益性のうちの1つを例示することを意図している。

10

【0036】

さらに、ある態様では、押出工具は、工具表面の全体、工具表面の実質的に全体、又は工具表面の所望される部分（例：ガイドチャネル）がコーティングされることも理解される。例えば、押出工具は、所望により、工具表面の90%以上、所望により、工具表面の99%以上がコーティングされる。ある態様では、ガイドチャネルの全体が、コーティングと接触している。

【0037】

図1Bを参照すると、コーティング107は、厚さTを有してよい。厚さTは、一般的に、コーティング107の表面106と接触している部分からコーティング107の最外部分まで伸びるコーティング107の寸法態様を意味する。本明細書で用いられる場合、厚さは、クーボン試験片に対するボールクレター（カロテスト）によって特定され、それにより、コーティング厚さは、得られたクレター画像の測定に基づいて算出することができる。ある態様では、厚さTは、本明細書においてより詳細に述べるように、特定の硬度及び耐摩耗特性を有するコーティングされた押出工具100が得られる特定の厚さであってよい。厚さTは、一般的に、この開示によって限定されるものではなく、いかなる厚さであってもよく、特に、本明細書で述べるように、コーティング107の様々な特性を提供するものとして認識され得る厚さであってよい。ある態様では、厚さTは、約1マイクロメートル（μm）～約100μmの範囲内であってよく、約1μm、約5μm、約10μm、約20μm、約30μm、約40μm、約50μm、約60μm、約70μm、約80μm、約90μm、約100μm、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の態様では、厚さTは、約1μm～約49μmの範囲内であってよい。別の特定の態様では、厚さTは、約1μm～約20μmの範囲内であってよい。別の特定の態様では、厚さTは、約1μm～約10μmの範囲内であってよい。好ましくは、厚さTは、2μm～100μm；より好ましくは、2μm～49μm、2μm～40μm、又は12～49μm；さらにより好ましくは、1μm～4.5μm、又は7.5～10.5μm、最も好ましくは、2μm～4.5μm、又は7.5～9.5μmの範囲内であってよい。

20

30

【0038】

コーティングは、所望により、工具表面の全体、工具表面の実質的に全体、又はガイドチャネルの表面などの工具表面の所望される領域にわたって、均一な厚さ、又は実質的に均一な厚さである。所望により、厚さは、工具表面又はそのガイドチャネル部分にわたって、50%以下で変化する。所望により、厚さは、40%以下、30%以下、20%以下、10%以下、5%以下、又は1%以下で変化する。このため、ある態様では、コーティングの厚さは、工具外表面、工具内表面、又はこれらの組み合わせにわたって、実質的に均一である。

40

【0039】

ここで図1Cを参照すると、第一のコーティング108及び第二のコーティング109は、組み合わせた厚さT'を有し得る。厚さT'は、一般的に、第一のコーティング108の表面106と接触している部分から第二のコーティング109の最外部分まで伸びる第一

50

のコーティング108及び第二のコーティング109の組み合わせの寸法態様を意味する。ある態様では、組み合わせた厚さ $T'$ は、本明細書においてより詳細に述べるように、特定の硬度及び耐摩耗特性を有するコーティングされた押出工具100が得られる特定の厚さであってよい。組み合わせた厚さ $T'$ は、一般的に、この開示によって限定されるものではなく、いかなる厚さであってよく、特に、本明細書で述べるように、第一のコーティング108及び第二のコーティング109の様々な特性を提供するものとして認識され得る厚さであってよい。ある態様では、組み合わせた厚さ $T'$ は、図1Bに関して述べたコーティング107の厚さ $T$ よりも大きくてよい。他の態様では、組み合わせた厚さ $T'$ は、図1Bに関して述べたコーティング107の厚さ $T$ と実質的に等しくてもよい。このため、第一のコーティング108及び第二のコーティング109の各々は、個別に、図1Bに関して述べたコーティング107ほど厚くなくてもよい。ある態様では、組み合わせた厚さ $T'$ は、約 $1\mu\text{m}$ ～約 $100\mu\text{m}$ の範囲内であってよく、約 $1\mu\text{m}$ 、約 $5\mu\text{m}$ 、約 $10\mu\text{m}$ 、約 $20\mu\text{m}$ 、約 $30\mu\text{m}$ 、約 $40\mu\text{m}$ 、約 $50\mu\text{m}$ 、約 $60\mu\text{m}$ 、約 $70\mu\text{m}$ 、約 $80\mu\text{m}$ 、約 $90\mu\text{m}$ 、約 $100\mu\text{m}$ 、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。表面106が3つ以上の層を含む態様において、3つ以上の層の組み合わせた厚さも、約 $1\mu\text{m}$ ～約 $200\mu\text{m}$ であってよく、約 $2\mu\text{m}$ 、約 $5\mu\text{m}$ 、約 $10\mu\text{m}$ 、約 $20\mu\text{m}$ 、約 $30\mu\text{m}$ 、約 $40\mu\text{m}$ 、約 $50\mu\text{m}$ 、約 $60\mu\text{m}$ 、約 $70\mu\text{m}$ 、約 $80\mu\text{m}$ 、約 $90\mu\text{m}$ 、約 $100\mu\text{m}$ 、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含むことは理解されるべきである。

【0040】

図1B及び1Cを再度参照すると、コーティング107（又は別の選択肢として、第一のコーティング108及び第二のコーティング109）は、硬度を示し得る。ある態様では、コーティング107（又は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109）の硬度は、コーティングされた押出工具100が本明細書で述べる特定の特性を有する結果となる特定の硬度であってよい。好ましくは、コーティング109の材料は、コーティング108の材料の硬度よりも低い硬度を有する。本明細書で用いられる場合、硬度は、ビッカース微小硬度 $HV0.025$ として規定される。ある態様では、コーティング107（又は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109）は、約 $1900HV0.025$ （EN ISO 6507-1:2006に従って、 $HV0.025$ レフアレンスブロックを用いたビッカース法によって測定）～約 $3900HV0.025$ の範囲内の微小硬度を有してよく、約 $1900HV0.025$ 、約 $2000HV0.025$ 、約 $2100HV0.025$ 、約 $2200HV0.025$ 、約 $2300HV0.025$ 、約 $2400HV0.025$ 、約 $2500HV0.025$ 、約 $2600HV0.025$ 、約 $2700HV0.025$ 、約 $2800HV0.025$ 、約 $2900HV0.025$ 、約 $3000HV0.025$ 、約 $3100HV0.025$ 、約 $3200HV0.025$ 、約 $3300HV0.025$ 、約 $3400HV0.025$ 、約 $3500HV0.025$ 、約 $3600HV0.025$ 、約 $3700HV0.025$ 、約 $3800HV0.025$ 、約 $3900HV0.025$ 、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の態様では、コーティング107（又は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109）は、約 $2600\pm300HV0.025$ ～約 $3300\pm300HV0.025$ の微小硬度を有してよい。所望により、工具表面に近い側の、所望により工具表面に直接隣接するコーティング、又は中間コーティングの上のコーティングは、約 $3300\pm300HV0.025$ の微小硬度を有する。所望により、コーティングの外表面上のコーティング層は、約 $2600\pm300HV0.025$ の微小硬度を有する。所望により、工具表面に近い側の、所望により工具表面に直接隣接するコーティング、又は中間コーティングの上のコーティングは、約 $3300\pm300HV0.025$ の微小硬度を有し、コーティングの外表面上のコーティング層は、約 $2600\pm300HV0.025$ の微小硬度を有する。

【0041】

コーティング107（又は別の選択肢として、第一のコーティング108及び第二のコー

10

20

30

40

50

ティング109)は、特定の粗度を示し得る。コーティング107(又は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109)の粗度は、コーティング107の外側端部(又は、第二のコーティング109の外側端部)から垂直方向に測定されるコーティング107(又は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109)の不規則性であると理解され得る。本明細書で用いられる場合、粗度は、Raとも称される5.6mmの長さにならって測定される平均表面粗度として定義され、ISO 4287:2010に従って特定される。ある態様では、コーティング107(又は、第一のコーティング108及び第二のコーティング109)の粗度は、約0.02µm~約0.8µmの範囲内であってよく、約0.02µm、約0.03µm、約0.04µm、約0.05µm、約0.06µm、約0.07µm、約0.08µm、約0.09µm、約0.1µm、約0.2µm、約0.3µm、約0.4µm、約0.5µm、約0.6µm、約0.7µm、約0.8µm、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。

10

#### 【0042】

コーティング107、108、109のいずれか1つは、式 $Me_{1-x}Al_xCN$ を有する金属アルミニウム炭窒化物組成物及び/又は式 $Me_{1-x}Al_xN$ を有する金属アルミニウム窒化物組成物を含んでよく、式中、Meは、金属を表し、Alは、アルミニウムを表し、Cは、炭素を表し、Nは、窒素を表す。変数xは、ゼロ(0)~1(1)の範囲内であり、Meとアルミニウムとの合計含有量に対するアルミニウムの原子比を表し、それにより、アルミニウム原子比は、約0.60~約0.92の範囲内であってよく、約0.60、約0.65、約0.70、約0.75、約0.76、約0.77、約0.78、約0.79、約0.80、約0.81、約0.82、約0.83、約0.84、約0.85、約0.86、約0.87、約0.88、約0.89、約0.90、約0.91、約0.92、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。所望により、xは、約0.78~約0.88である。所望により、xは、約0.85~0.92である。所望により、中間厚さにおいて、又はコーティング表面厚さ若しくは層より下のコーティング層において、xは、約0.78~約0.88である。所望により、コーティング表面は、0.85~0.92のx値を有する。所望により、中間厚さにおいて、又はコーティング表面厚さ若しくは層より下のコーティング層において、xは、約0.78~約0.88であり、コーティング表面は、0.85~0.92のx値を有する。

20

30

#### 【0043】

様々な態様では、コーティング材料又はコーティング材料の層は、式 $Me_{1-x}Al_xCyN_{1-y}$ の金属アルミニウム炭窒化物を含み、式中、yは、炭素から窒素の合計に対する炭素の比である。yに対する例示的な値は、所望により、0~0.08である。ある態様では、yは、約0~約0.08であり、約0、約0.01、約0.02、約0.03、約0.04、約0.05、約0.06、約0.07、約0.08、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。炭素含有量の特定に用いられ得るいくつかの異なる方法が存在する。本明細書で用いられる場合、炭素含有量は、エネルギー分散型X線分光法(EDX又はEDS)によって特定されてよい。

40

#### 【0044】

金属アルミニウム炭窒化物組成物及び/又は金属アルミニウム窒化物組成物の金属部分は、この開示によって限定されるものではなく、いかなる金属であってもよい。ある態様では、金属は、チタン(Ti)、クロム(Cr)、ジルコニウム(Zr)、ハフニウム(Hf)、又はバナジウム(V)などであってよい。本明細書においてより詳細に述べるように、金属は、その2成分対応物(例えば、窒化アルミニウム(AlN)及び窒化金属(MeN))の間の固溶体相として提供されてもよい。

#### 【0045】

ある態様では、コーティングは、窒化アルミニウム構造をベースとし、それにより、AlNマトリックス中のアルミニウムは、所望される量の金属によって部分的にランダムに置

50

き換えられてよく、ここで、量は、プロセス条件及び前駆体の初期濃度に依存し、その結果として、立方晶金属アルミニウム窒化物 2 1 0（図 2 A に示されるように）又は六方晶系ウルツ鉱型金属アルミニウム窒化物 2 2 0（図 2 B に示されるように）が得られる。アルミニウムの相対量（例：上記式中の  $x$ ）は、所望により、0.78～0.92 又はそれ以上に変化されてよく、それにより、得られる結晶構造が、六方晶系ウルツ鉱型（アルミニウムの量が高い方）から立方晶（アルミニウムの量が低い方）に変化し得る。結晶格子を変化させることにより、硬度、摩擦係数、粗度などの表面形態、又は得られるコーティングされた表面の最終性能特性を決定することになる他の特性などの得られるコーティングの特性に影響を与えることが可能となる。ある態様では、材料の構造は、立方晶系結晶形であるか、立方晶系結晶形を含む。ある態様では、構造は、六方晶系ウルツ鉱型結晶形であるか、又は六方晶系ウルツ鉱型結晶形を含む。ある態様では、コーティング中の 1 又は複数のコーティング又は領域（所望により、層）は、立方晶系結晶形及び六方晶系ウルツ鉱型結晶形の混合である。所望により、中間厚さは、コーティング厚さの外表面よりも低い相対量の六方晶系ウルツ鉱型結晶形を有し、それによって、六方晶系ウルツ鉱型結晶形を有する材料の量は、1 又は複数の中間厚さよりもコーティングの表面の方が高くなる。六方晶系ウルツ鉱型結晶形の量を増加させることによって、相対的に低い量の六方晶系ウルツ鉱型結晶形を有する中間厚さと比較して低い硬度を有する外表面が作製され得る。

【0046】

図 2 A において、立方晶金属アルミニウム窒化物 2 1 0 は、実質的に示されている通りに配列された金属原子 2 1 4 及びアルミニウム原子 2 1 2 を含む単位格子であり得る。図 2 B において、六方晶系ウルツ鉱型金属アルミニウム窒化物 2 2 0 は、独特の六方晶系ウルツ鉱型に配列されたアルミニウム原子 2 1 2 を伴う金属原子 2 1 4 を含む単位格子であり得る。いずれかの配列である  $Me_{1-x}Al_xN$  又は  $Me_{1-x}Al_xCN$  の形成については、本明細書において以下でより詳細に述べる。

【0047】

様々な態様では、立方晶金属アルミニウム窒化物 2 1 0 は、一般的に、X 線回折（XRD）によって、六方晶系ウルツ鉱型金属アルミニウム窒化物 2 2 0 と区別され得る。例えば、XRD プロットに示される様々なピークは、 $Me_{1-x}Al_xN$  又は  $Me_{1-x}Al_xCN$  が立方晶系結晶形 2 1 0 として、又は六方晶系ウルツ鉱型結晶形 2 2 0 として形成されたかどうかを示し得る。例えば、図 3 に示されるように、TiAlN コーティング材料を調べると、立方晶構造であることが分かる。対照的に、図 4 に示されるように、同様の TiAlN 材料が示されるが、立方晶と六方晶の混合構造として形成されている。

【0048】

図 5 A は、立方晶構造の TiAlN コーティングの SEM 画像を示しており、この材料の特有の表面構造が示される。対照的に、混合立方晶／六方晶 TiAlN 材料の微細構造は、図 5 B に示されるように、より丸みを帯びた外観を見せており、その結果として、減少された硬度及び減少された表面粗度を有する材料となる。

【0049】

本明細書でこれまでに述べたように、金属アルミニウム窒化物又は金属アルミニウム炭窒化物中の金属は、いかなる金属であってもよく、所望により、いかなる遷移金属であっても、又は遷移金属の組み合わせであってもよい。ある態様では、金属は、チタン（Ti）であってよく、又はチタンを含んでよい。このため、押出工具の表面上に堆積される化合物は、窒化チタンアルミニウム（TiAlN）、又は炭窒化チタンアルミニウム（TiAlCN）であってよい。図 5 A に示される例示的な TiAlN 材料を EDX によって調べ、得られたスペクトルを図 6 に示した。データから、元素金属及びアルミニウム組成として  $Ti_{16.03}Al_{83.97}$  の全体組成を有する材料であることが示される。例示的な TiAlN 材料によってコーティングされた表面を図 7 に示すが、材料の表面上が比較的均一なコーティングであり、コーティング厚さがおよそ 4  $\mu m$  であることが分かる。

【0050】

他の態様では、金属は、クロム（Cr）であってよく、又はクロムを含んでよい。このた

め、押出工具の表面上に堆積される化合物は、窒化クロムアルミニウム（CrAlN）、又は炭窒化クロムアルミニウム（CrAlCN）であってよい。例示的なCrAlN材料を、表面上にコーティングし、上記TiAlN材料に類似の方法によって研究した。XRDによる分析により（図8）、立方晶構造が明らかとなった。

#### 【0051】

ある態様では、相対的により軟質又はより耐摩耗性の低い材料の表面コーティングが、コーティングの表面上に積層されてもよい。表面コーティングは、所望により、限定されないが、BN、MoS<sub>2</sub>、WS<sub>2</sub>、又は他の類似の自己潤滑性コーティングの群から例示的に選択される材料のうちの1つである。表面コーティングの追加が、所望により、本明細書で述べる金属アルミニウム窒化物又は金属アルミニウム炭窒化物コーティングに加えて行われるか、又は類似の潤滑性層が材料表面に付加され得るように、コーティング材料中のAlの相対量によって表面特性が付与される。

#### 【0052】

様々な態様では、金属アルミニウム窒化物又は金属アルミニウム炭窒化物は、蒸着法によって形成されてよい。そのような形成は、化学蒸着（CVD）、物理蒸着（PVD）、又はその他によって達成されてよい。好ましくは、コーティングは、化学蒸着によって達成され、それは、そのようなプロセスが、見通し線の問題による制限を受けることがなく、特にガイドチャネルの表面上において、PVD法と比較して改善されたコーティングをもたらす結果となるからである。化学蒸着は、一般的に、押出工具を1又は複数の前駆体材料に曝露することを含み、前駆体材料は、押出工具の表面上において反応及び／又は分解して、そこに1又は複数のコーティングを生成する。本明細書で用いられる場合、「化学蒸着」は、例えば、低温化学蒸着（LT-CVD）、中温化学蒸着（MT-CVD）、及び高温化学蒸着（HT-CVD）などのその異なる種類も含む。図10は、1又は複数の態様に従う化学蒸着によって押出工具の表面上に1又は複数のコーティングを形成するための（例：コーティングされたボディを形成する）例示的なプロセスを示す。

#### 【0053】

工程1010において、コーティングされるべき1又は複数の表面を有する押出工具が提供されてよい。押出工具は、一般的に、完全に組み立てられていて、物体成形に用いることができる予め成形された押出工具、及び／又は1又は複数のさらなる組み立て／成形プロセスをさらに必要とする押出工具のコンポーネントを意味する。例えば、押出工具は、押出工具を使用可能とする前に成形しなければならない（例：切削、ボンディング、及び／又は互いに結合することなどによって）ある量の材料であってよい。すなわち、押出工具表面が、その上に1又は複数のコーティングを蒸着させる目的で提供され、その後続いて、最終成形工程を経て、押出工具が完全に組み立てられてもよい。別の例では、押出工具は、完全に組み立てられ、その後、1又は複数のコーティングをその上に蒸着させるために提供されてもよい。

#### 【0054】

工程1020において、前駆体材料が提供されてよい。例示的な前駆体材料としては、限定されないが、水素（H<sub>2</sub>）、窒素（N<sub>2</sub>）、ハロゲン化アルミニウム化合物、ハロゲン化金属化合物、アンモニア（NH<sub>3</sub>）、及び炭化水素が挙げられ得る。ハロゲン化金属の特定の例としては、限定されないが、塩化チタン（IV）（TiCl<sub>4</sub>）が挙げられ得る。炭化水素の好ましい例としては、限定されないが、メタン、エタン、エテン、及びエチンが挙げられ得る。

#### 【0055】

様々な態様では、工程1020に従って提供される前駆体材料は、互いに別々に提供されてよい。すなわち、各前駆体材料が、他の前駆体材料を含有する他のチャンバーなどとは別々であるチャンバーなどに含有されてよい。各チャンバーなどは、チャンバー中に含有される前駆体材料が排出される場合に、その流量を調節可能であるように、別々に制御可能であってよい。このため、前駆体材料は、各々、互いに独立して、他の前駆体材料の流量とは異なる流量で、押出工具材料に曝露されてよい。



## 【0056】

工程1030において、前駆体材料は、押出工具材料上に蒸着されてよい。すなわち、様々な前駆体材料を含有するチャンバーなどは、独立して制御されて、そこから特定量の前駆体材料を吐出してよく、それによって、様々な前駆体材料は、押出工具材料の1又は複数の表面と衝突し、所望により反応し、1又は複数のコーティングを形成する。

## 【0057】

様々な態様では、前駆体材料は、制御環境中で押出工具材料上に蒸着されてよい。すなわち、前駆体材料に曝露されるべき押出工具材料を含有する環境は、環境の温度を調節することによって、環境の圧力を調節することによって、及び／又は他の環境変数を調節することによって、制御されてよい。例えば、環境は、押出工具材料の周囲領域の温度が、約650℃～約1050℃の範囲内であるように調節されてよく、約650℃、約700℃、約750℃、約800℃、約850℃、約900℃、約950℃、約1000℃、約1050℃、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の温度は、約700℃～約750℃、所望により、約750℃であってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の温度は、約780℃であってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の温度は、約800℃であってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の温度は、約850℃であってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の温度は、約1020℃であってよい。

## 【0058】

コーティングプロセスのある態様では、環境は、押出工具材料の周囲領域の圧力が、約1ミリバール(mbar)～約60mbarであるように調節されてよく、約1mbar、約10mbar、約20mbar、約30mbar、約40mbar、約50mbar、約60mbar、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の圧力は、約5mbarであってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の圧力は、約8mbarであってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の圧力は、約10mbarであってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の圧力は、約20mbarであってよい。別の特定の態様では、押出工具材料の周囲領域の圧力は、約60mbarであってよい。特定の態様では、その組み合わせ、及び／又は押出工具材料に対して適する環境条件（温度及び／又は圧力などを含む）は、一般的に理解され得る。

## 【0059】

様々な態様では、前駆体材料は、ある継続時間にわたって押出工具材料上に蒸着されてよい。継続時間は、この開示によって限定されるものではなく、十分な量の前駆体材料を確実に蒸着させるため、及び／又は前駆体材料を確実に反応させて1又は複数のコーティングを押出工具材料上に形成させるためなどに適するいかなる継続時間であってもよい。例示的な継続時間としては、限定されないが、約20分間以上、所望により、30分間以上が挙げられる。ある態様では、継続時間は、約20分間から約360分間であり、約30分間、約60分間、約90分間、約120分間、約150分間、約180分間、約210分間、約240分間、約270分間、約300分間、約330分間、約360分間、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の態様では、継続時間は、約60分間であってよい。別の特定の態様では、継続時間は、約90分間であってよい。別の特定の態様では、継続時間は、約100分間であってよい。別の特定の態様では、継続時間は、約180分間であってよい。特定の態様では、その組み合わせ、及び／又は押出工具材料に対して適する他の継続時間は、一般的に理解され得る。

## 【0060】

様々な態様では、前駆体材料の各々が、ある流量で押出工具材料上に蒸着されてよい。流量は、この開示によって限定されるものではなく、十分な量の前駆体材料が確実に蒸着され、それによって、前駆体材料が確実に反応して、押出工具材料上に1又は複数のコーテ

イングが形成されること等に適するいかなる流量であってもよい。

【0061】

液体又は気体前駆体材料の例示的な流量は、約0.1リットル毎分(L/分)～約250 L/分の範囲内であってよく、約0.1 L/分、約0.5 L/分、約1 L/分、約2 L/分、約3 L/分、約4 L/分、約5 L/分、約10 L/分、約20 L/分、約30 L/分、約40 L/分、約50 L/分、約60 L/分、約70 L/分、約80 L/分、約90 L/分、約100 L/分、約150 L/分、約200 L/分、約250 L/分、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約0.1 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約0.2 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約0.5 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約0.7 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約0.85 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約1.0 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約1.1 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約1.2 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約2.0 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約5.0 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約6.0 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約20 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約45 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約46 L/分であってよい。別の特定の態様では、液体又は気体前駆体材料の流量は、約55 L/分であってよい。前駆体が水素(H<sub>2</sub>)である態様では、流量は、例えば、約10 L/分～約250 L/分の範囲内であってよく、約10 L/分、約25 L/分、約50 L/分、約75 L/分、約100 L/分、約125 L/分、約150 L/分、約175 L/分、約200 L/分、約225 L/分、約250 L/分、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。前駆体が窒素(N<sub>2</sub>)である態様では、流量は、例えば、約10 L/分～約30 L/分の範囲内であってよく、約0 L/分、約5 L/分、約10 L/分、約15 L/分、約20 L/分、約25 L/分、約30 L/分、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。前駆体がアンモニア(NH<sub>3</sub>)である態様では、流量は、例えば、約0.2 L/分～約5 L/分の範囲内であってよく、約0.2 L/分、約0.3 L/分、約0.4 L/分、約0.5 L/分、約0.6 L/分、約0.7 L/分、約0.8 L/分、約0.9 L/分、約1.0 L/分、約2.0 L/分、約3.0 L/分、約4.0 L/分、約5.0 L/分、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。前駆体が塩化アルミニウム(III)(AlCl<sub>3</sub>)である態様では、流量は、例えば、約0.1 L/分～約7 L/分の範囲内であってよく、約0.1 L/分、約0.2 L/分、約0.3 L/分、約1.0 L/分、約0.4 L/分、約0.5 L/分、約0.6 L/分、約0.7 L/分、約0.8 L/分、約0.9 L/分、約1.0 L/分、約2.0 L/分、約3.0 L/分、約4.0 L/分、約5.0 L/分、約6.0 L/分、約7.0 L/分、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。前駆体が塩化クロム(III)(CrCl<sub>3</sub>)である態様では、流量は、例えば、約0.1 L/分～約7 L/分の範囲内であってよく、約0.1 L/分、約0.2 L/分、約0.3 L/分、約1.0 L/分、約0.4 L/分、約0.5 L/分、約0.6 L/分、約0.7 L/分、約0.8 L/分、約0.9 L/分、約1.0 L/分、約2.0 L/分、約3.0 L/分、約4.0 L/分、約5.0 L/分、約6.0 L/分、約7.0 L/分、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲(両端の値を含む)をも含む。特定の態様では、前駆体材料、その組み合わせ、及び/又は押出工具材料に対して適する他の流量は、一般的に理解され得る。

【0062】

前駆体材料の例示的な流量は、毎時約50グラム（g／時間）～約100g／時間の範囲内であってよく、約50g／時間、約60g／時間、約70g／時間、約80g／時間、約90g／時間、約100g／時間、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の態様では、固体前駆体材料の流量は、約50g／時間であってよい。別の特定の態様では、固体前駆体材料の流量は、約52g／時間であってよい。別の特定の態様では、固体前駆体材料の流量は、約60g／時間であってよい。別の特定の態様では、固体前駆体材料の流量は、約90g／時間であってよい。前駆体が塩化チタン（IV）（ $\text{TiCl}_4$ ）である態様では、流量は、例えば、約10g／時間～約500g／時間の範囲内であってよく、約10g／時間、約20g／時間、約30g／時間、約40g／時間、約50g／時間、約60g／時間、約70g／時間、約80g／時間、約90g／時間、約100g／時間、約200g／時間、約300g／時間、約400g／時間、約500g／時間、又はこれらの値のいずれか2つの間のいかなる値若しくは範囲（両端の値を含む）をも含む。特定の前駆体材料、その組み合わせ、及び／又は押出工具材料に対して適する他の流量は、一般的に理解され得る。

【実施例】

【0063】

以下の表1～5は、様々な態様に従って押出工具上に前駆体材料を蒸着させるために用いられ得る様々な環境条件、継続時間、及び流量の例示的な例を提供する。

【0064】

【表1】

表1：TiAlN

|                        | TiAlN |
|------------------------|-------|
| 温度（℃）                  | 850   |
| コーティング時間（分）            | 90    |
| プロセス圧力（mbar）           | 20    |
| 質量流量（slm）              |       |
| $\text{H}_2$ （L／分）     | 55    |
| $\text{N}_2$ （L／分）     | 6     |
| $\text{AlCl}_3$ （L／分）  | 0.2   |
| $\text{TiCl}_4$ （g／時間） | 60    |
| $\text{NH}_3$ （L／分）    | 1.1   |

【0065】

【表2】

表2：TiAlN

|                        | TiAlN |
|------------------------|-------|
| 温度（℃）                  | 800   |
| コーティング時間（分）            | 60    |
| プロセス圧力（mbar）           | 10    |
| 質量流量（slm）              |       |
| $\text{H}_2$ （L／分）     | 46    |
| $\text{N}_2$ （L／分）     | 2     |
| $\text{AlCl}_3$ （L／分）  | 0.5   |
| $\text{TiCl}_4$ （g／時間） | 50    |
| $\text{NH}_3$ （L／分）    | 0.85  |

【0066】

10

20

30

40

50

【表 3】

表 3 : T i A l N

|                             | T i A l N |
|-----------------------------|-----------|
| 温度 (°C)                     | 7 8 0     |
| コーティング時間 (分)                | 1 0 0     |
| プロセス圧力 (m b a r)            | 8         |
| 質量流量 (s l m)                |           |
| H <sub>2</sub> (L/分)        | 2 0       |
| N <sub>2</sub> (L/分)        | 6         |
| A l C l <sub>3</sub> (L/分)  | 1         |
| T i C l <sub>4</sub> (g/時間) | 5 2       |
| NH <sub>3</sub> (L/分)       | 1. 1      |

10

【0 0 6 7】

【表 4】

表 4 : T i A l N

|                             | T i A l N |
|-----------------------------|-----------|
| 温度 (°C)                     | 7 5 0     |
| コーティング時間 (分)                | 1 0 0     |
| プロセス圧力 (m b a r)            | 5         |
| 質量流量 (s l m)                |           |
| H <sub>2</sub> (L/分)        | 5 5       |
| N <sub>2</sub> (L/分)        | 6         |
| A l C l <sub>3</sub> (L/分)  | 0. 2      |
| T i C l <sub>4</sub> (g/時間) | 9 5       |
| NH <sub>3</sub> (L/分)       | 0. 8 5    |

20

【0 0 6 8】

【表 5】

表 5 : C r A l N

|                            | C r A l N |
|----------------------------|-----------|
| 温度 (°C)                    | 1 0 2 0   |
| コーティング時間 (分)               | 1 8 0     |
| プロセス圧力 (m b a r)           | 6 0       |
| 質量流量 (s l m)               |           |
| H <sub>2</sub> (L/分)       | 4 5       |
| N <sub>2</sub> (L/分)       | 5         |
| A l C l <sub>3</sub> (L/分) | 0. 7      |
| C r C l <sub>3</sub> (L/分) | 0. 1      |
| NH <sub>3</sub> (L/分)      | 1. 2      |

30

【0 0 6 9】

図 6 は、例 3 からの条件を用いて蒸着させた立方晶 T i A l N コーティングの E D X スペクトルを示す。コーティング系は、厚さ約 1. 5 μm の第一の層 (T i N) 及び厚さ約 4. 5 μm の第二の層 (T i A l N) の 2 つの層を含む。コーティング微小硬度は、3 2 5 0 ± 2 5 0 H V 0. 0 2 5 (3 1. 8 ± 2. 4 G P a) であり、平均粗度は、0. 2 μm (R a) であった。このコーティングの外表面も、図 5 A に示す。

40

【0 0 7 0】

押出工具材料上に前駆体材料を蒸着させた結果として、押出工具は、本明細書で述べる様々な特性を示し、押出しのために使用され得る。

【0 0 7 1】

ここで、本明細書で述べる押出工具が、1 又は複数の金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物コーティングでコーティングされていることは理解されたい。

50

押出工具上のそのようなコーティングの結果として、他の押出工具と比較して向上された性能及び長い有効寿命を示すコーティングされた押出工具が得られる。コーティングされた押出工具は、さらに、他の押出工具と比較して、低い粗度特性、及び軟質で耐摩耗性の低い表面も示す。加えて、コーティングされた押出工具は、他の押出工具と比較して、高い幾何学的精度も示す。

【0072】

当業者であれば、請求される主題の趣旨及び範囲から逸脱することなく、本明細書で述べる態様に対して様々な改変及び変更が行われ得ることは明らかである。したがって、明細書は、本明細書で述べる様々な態様の改変及び変更を包含することを意図しており、そのような改変及び変更は、添付の請求項及びその均等物の範囲内に含まれる。

10

＜付記＞

＜1＞ 長さを有するガイドチャネルを規定する表面と、

$Me_{1-x}Al_xN$  及び／又は  $Me_{1-x}Al_xCN$  ( $Me$  は、金属であり、 $x$  は、 $Me$  及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比である) を含む少なくとも1つの層を含み且つ前記表面上に配置された化学蒸着 (CVD) コーティングと、  
を含む押出工具であって、

前記コーティングは、厚さを有し、前記  $x$  の値は、前記厚さを通して変化し、それにより、前記コーティングの外表面における前記  $x$  の値は、中間厚さにおける前記  $x$  の値とは異なっている、

押出工具。

20

＜2＞ 前記コーティングの前記外表面における前記  $x$  の値が、前記コーティングの前記中間厚さにおける前記  $x$  の値よりも高い、＜1＞に記載の工具。

＜3＞ 前記中間厚さにおける  $x$  が、0.78～0.88である、＜1＞又は＜2＞に記載の工具。

＜4＞ 前記コーティング厚さの前記外表面における  $x$  が、0.85～0.92である、＜1＞～＜3＞のいずれか一項に記載の工具。

＜5＞ 前記コーティングが、式  $Me_{1-x}Al_xC_yN_{1-y}$  を有する金属アルミニウム炭窒化物組成物を含み、式中、 $y$  は、0.01～0.08である、＜1＞～＜4＞のいずれか一項に記載の工具。

＜6＞  $Me$  が、チタン、クロム、ジルコニウム、ハフニウム、及びバナジウムから選択される少なくとも1つである、＜1＞～＜5＞のいずれか一項に記載の工具。

30

＜7＞ 前記コーティングが、前記工具表面の全体にわたって均一な厚さ又は実質的に均一な厚さを有する、＜1＞～＜6＞のいずれか一項に記載の工具。

＜8＞ 前記コーティングの外側領域の微小硬度が、前記コーティングの中間領域の微小硬度よりも低い、＜1＞～＜7＞のいずれか一項に記載の工具。

＜9＞ 前記コーティングの前記外表面が、2300HV<sub>0.025</sub>～2900HV<sub>0.025</sub>の微小硬度を有する、＜1＞～＜8＞のいずれか一項に記載の工具。

＜10＞ 前記コーティングの中間領域が、3000HV<sub>0.025</sub>～3600HV<sub>0.025</sub>の微小硬度を有する、＜1＞～＜9＞のいずれか一項に記載の工具。

＜11＞ 前記コーティング組成物の結晶構造が、前記厚さを通して変化し、

40

前記コーティングの前記外表面が、立方晶系結晶形及び六方晶系ウルツ鉱型結晶形の両方の混合相構造を含む、

＜1＞～＜10＞のいずれか一項に記載の工具。

＜12＞ 前記コーティング組成物の結晶構造が、前記厚さを通して変化し、

前記コーティングの前記中間厚さが、立方晶系結晶形を含む、

＜1＞～＜11＞のいずれか一項に記載の工具。

＜13＞ 前記厚さが、 $TiN$  を含む第一の層と、立方晶系相構造を含む前記中間厚さにおける第二の層と、立方晶系結晶形及び六方晶系ウルツ鉱型結晶形の両方の混合相構造を含む前記コーティング層の前記外表面と、の3つの層を含む、＜1＞～＜12＞のいずれか一項に記載の工具。

50

＜１４＞ 前記ＣＶＤコーティング上に配置された第二のＣＶＤコーティングをさらに含み、前記第二のＣＶＤコーティングは、六方晶系ウルツ鉱型金属アルミニウム窒化物及び／又は金属アルミニウム炭窒化物を含むコーティング、ＢＮを含むコーティング、 $MoS_2$ を含むコーティング、 $WS_2$ を含むコーティング、自己潤滑性コーティング、並びにこれらの任意の組み合わせから成る群より選択される、＜１＞～＜１３＞のいずれか一項に記載の工具。

＜１５＞ 前記コーティングが、工具ボディの表面に配置され、前記工具ボディは、鋼鉄組成物又はセラミック組成物で形成されている、＜１＞～＜１４＞のいずれか一項に記載の工具。

＜１６＞ 前記工具が、成形ダイ、押出ダイ、及びダイコンポーネントから選択される、＜１＞～＜１５＞のいずれか一項に記載の工具。

＜１７＞ 表面によって規定されたガイドチャネルを含む押出工具を提供することと、化学蒸着（ＣＶＤ）によって前記表面上に複数の前駆体材料を蒸着させ、それにより、 $Me_{1-x}Al_xN$ 及び／又は $Me_{1-x}Al_xCN$ （ $Me$ は、金属であり、 $x$ は、 $Me$ 及びアルミニウムの合計量に対するアルミニウムの原子比である）を含む少なくとも１つの層を含むコーティングを前記表面上に形成することと、

を含む、押出工具を形成する方法であって、前記コーティングは、厚さを有し、前記 $x$ の値は、前記厚さを通して変化し、それにより、前記コーティングの外表面における前記 $x$ の値は、中間厚さにおける前記 $x$ の値とは異なっている、

方法。

＜１８＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、水素、窒素、炭素、ハロゲン化アルミニウム化合物、ハロゲン化金属化合物、アンモニア、及び炭化水素から選択される複数の材料を蒸着させることを含む、＜１７＞に記載の方法。

＜１９＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、前記複数の前駆体材料のそれぞれを同時に蒸着させることを含む、＜１７＞又は＜１８＞に記載の方法。

＜２０＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、 $650^{\circ}C \sim 1050^{\circ}C$ の温度を有する環境中で前記複数の前駆体材料を蒸着させることを含む、＜１７＞～＜１９＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２１＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、 $1\text{ mbar} \sim 60\text{ mbar}$ の圧力を有する環境中で前記複数の前駆体材料を蒸着させることを含む、＜１７＞～＜２０＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２２＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、少なくとも２０分間、好ましくは、３０分間～３６０分間前記複数の前駆体材料を蒸着させることを含む、＜１７＞～＜２１＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２３＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、 $0.1\text{ L/分} \sim 250\text{ L/分}$ の流量で前記複数の前駆体材料のうちの少なくとも１つを蒸着させることを含む、＜１７＞～＜２２＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２４＞ 前記複数の前駆体材料を蒸着させることが、 $50\text{ g/時間} \sim 100\text{ g/時間}$ の流量で前記複数の前駆体材料のうちの少なくとも１つを蒸着させることを含む、＜１７＞～＜２３＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２５＞ 前記コーティングの外側領域の微小硬度が、前記コーティングの中間領域の微小硬度よりも低い、＜１７＞～＜２４＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２６＞ 前記コーティングの前記外表面における前記 $x$ の値が、前記コーティングの前記中間厚さにおける前記 $x$ の値よりも高い、＜１７＞～＜２５＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２７＞  $Me$ が、チタン、クロム、ジルコニウム、ハフニウム、及びバナジウムから選択される少なくとも１つである、＜１７＞～＜２６＞のいずれか一項に記載の方法。

＜２８＞ 水素が、 $10 \sim 250\text{ L/分}$ の流量で供給され、

窒素が、 $0 \sim 30\text{ L/分}$ の流量で供給され、

10

20

30

40

50

アンモニアが、 $0.2 \sim 5 \text{ L/分}$ の流量で供給され、

ハロゲン化アルミニウム化合物が、 $0.1 \sim 7 \text{ L/分}$ の流量で供給される、

<17>～<27>のいずれか一項に記載の方法。

<29> ハロゲン化金属化合物が、 $50 \text{ g/時間} \sim 100 \text{ g/時間}$ の流量で提供され、前記ハロゲン化金属化合物は、好ましくは、ハロゲン化チタン化合物であり、より好ましくは、 $\text{TiCl}_4$ である、<17>～<28>のいずれか一項に記載の方法。

<30> ハロゲン化金属化合物が、 $0.1 \sim 7 \text{ L/分}$ の流量で提供され、前記ハロゲン化金属化合物は、好ましくは、ハロゲン化クロム化合物であり、より好ましくは、 $\text{CrCl}_3$ である、<17>～<29>のいずれか一項に記載の方法。

<31> 前記コーティングが、 $10 \mu\text{m/時間} \leq \text{DR} \leq 2 \mu\text{m/時間}$ の蒸着速度 (DR) で蒸着される、<17>～<30>のいずれか一項に記載の方法。

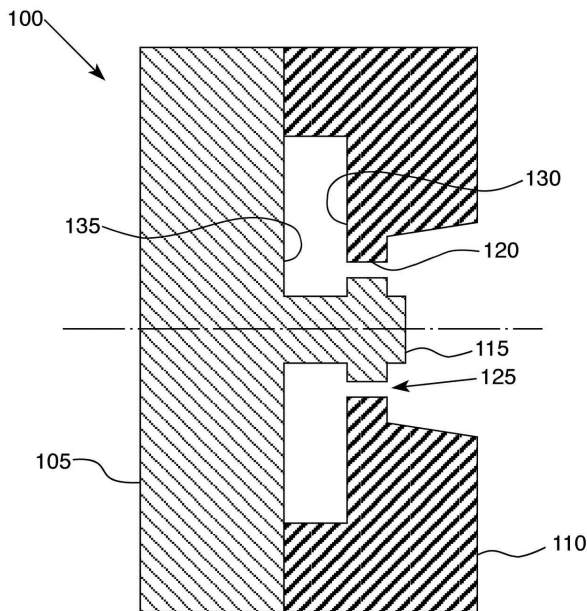
<32> <1>～<16>のいずれか一項に記載の押出工具が得られる、<17>～<31>のいずれか一項に記載の方法。

<33> <17>～<33>のいずれか一項に記載の方法によって得ることができる押出工具。

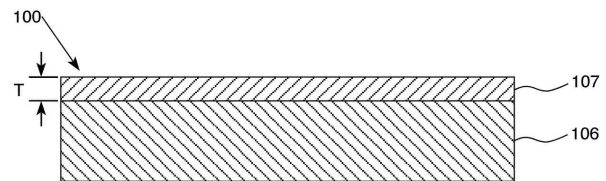
<34> 金属、特に、アルミニウム及びアルミニウム合金を押し出すための、<1>～<16>及び<33>のいずれか一項に記載の押出工具の使用。

【図面】

【図1A】



【図1B】



10

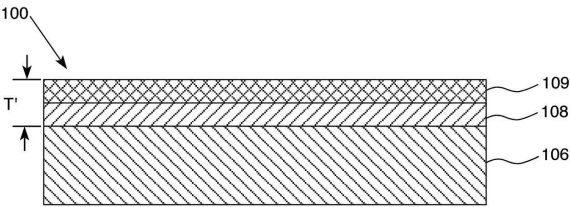
20

30

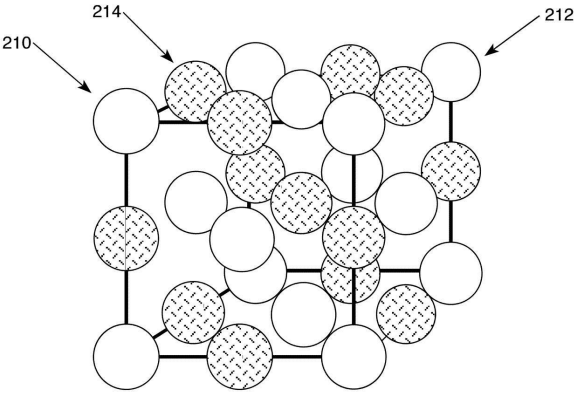
40

50

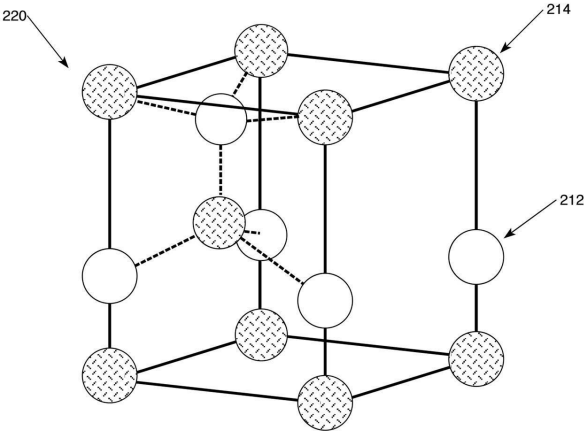
【図 1 C】



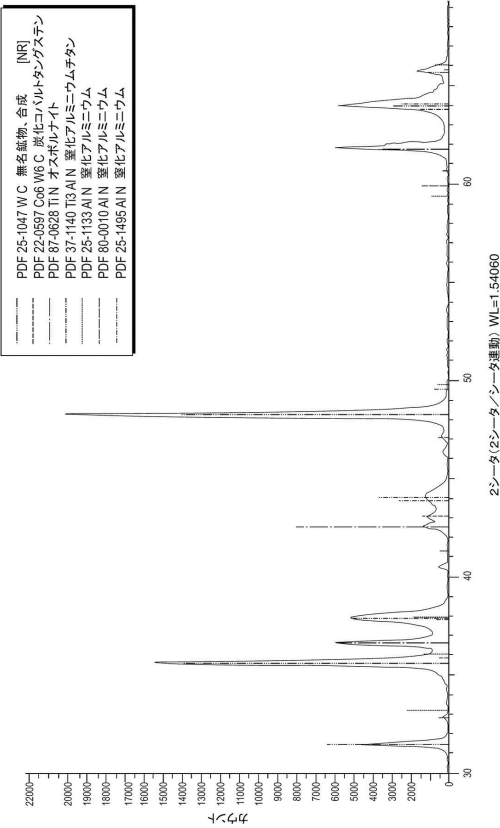
【図 2 A】



【図 2 B】



【図 3】



10

20

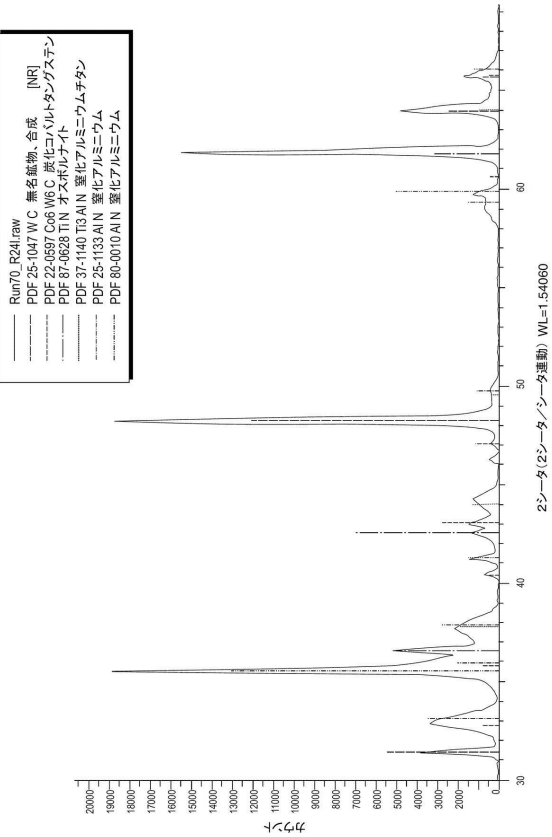
30

40

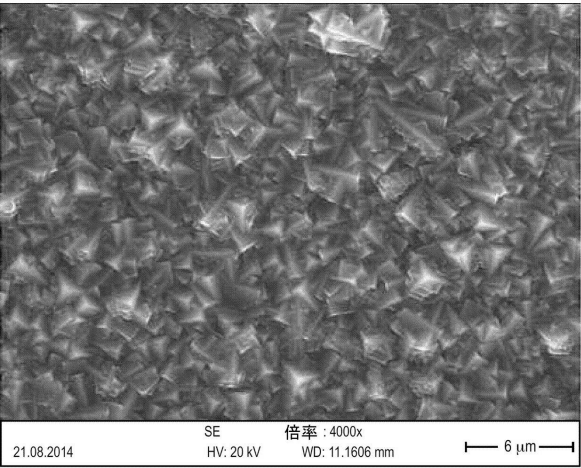
50



【図 4】



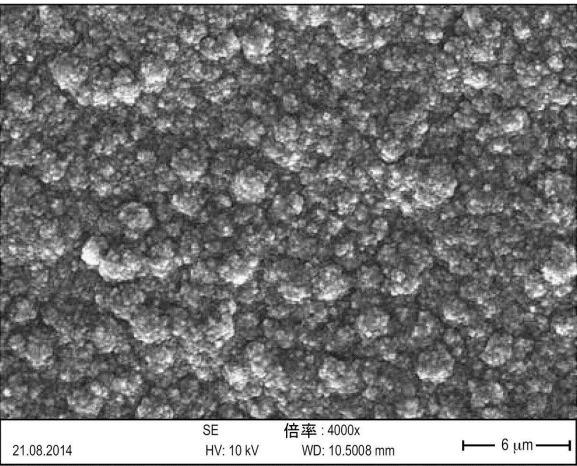
【図 5 A】



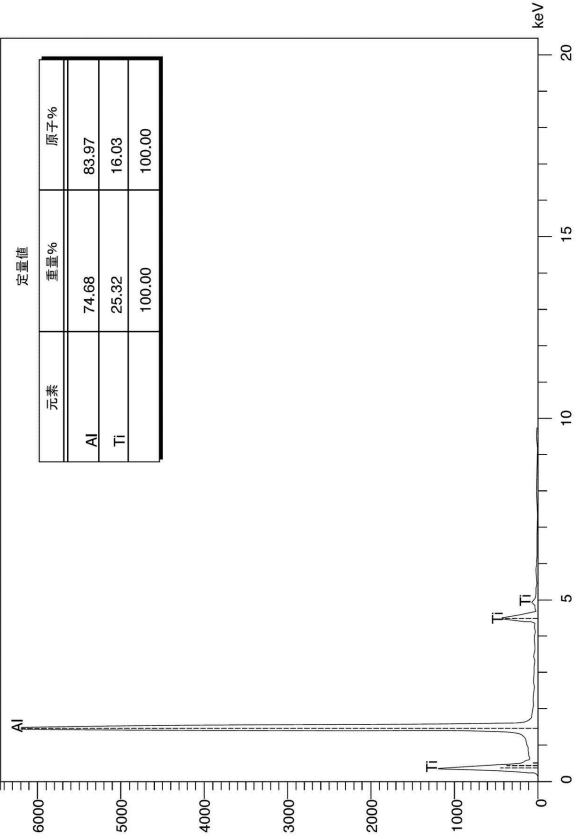
10

20

【図 5 B】



【図 6】

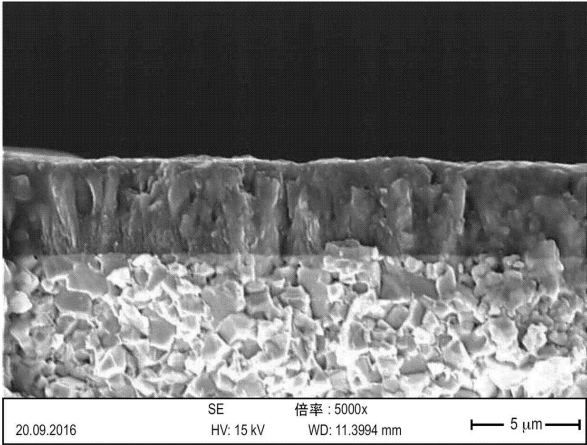


30

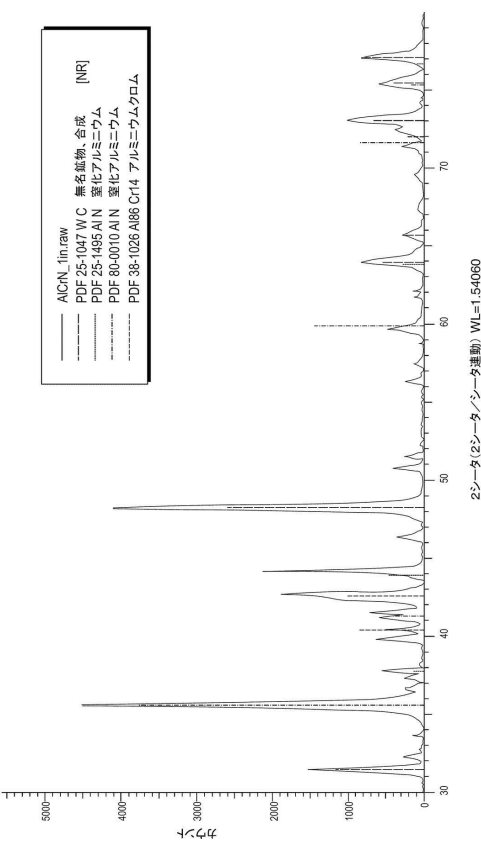
40

50

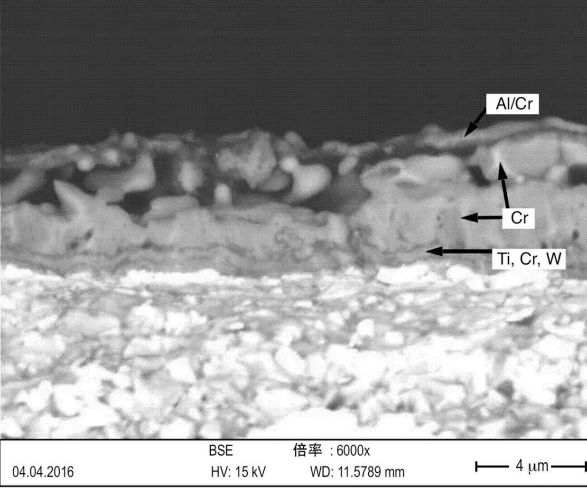
【図 7】



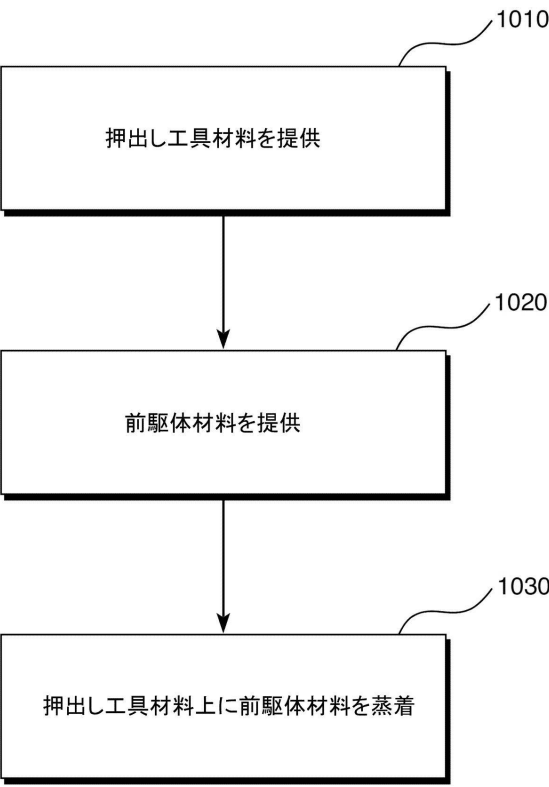
【図 8】



【図 9】



【図 10】



10

20

30

40

50

## フロントページの続き

- スイス国 4800 ツォフィンゲン ホッティガーガッセ 14エー  
(72)発明者 ヴォギアジス、 スタイリアノス  
スイス国 5745 ザフェンヴィル ベーレンボーデンシュトラッセ 7  
(72)発明者 リーバーマン、 ヴァル  
スイス国 6010 クリーンス シャッペヴェーク 1  
審査官 今井 淳一  
(56)参考文献 特開2004-237425 (JP, A)  
特開2014-097536 (JP, A)  
特開2006-291324 (JP, A)  
米国特許出願公開第2014/0147590 (US, A1)  
特開平07-188946 (JP, A)  
K.Kawata et al., Characterization of multilayer films of Ti-Al-O-C-N system prepared by pulsed d.c. plasma enhanced chemical vapor deposition, Thin Solid Films, 2001年, 390, pp .64-69  
(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)  
C23C 16/34  
C23C 16/36  
B21C 25/02