



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0081198  
(43) 공개일자 2017년07월11일

- |  |  |
|--|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)<br/>C08J 3/12 (2006.01) C08G 65/40 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류<br/>C08J 3/12 (2013.01)<br/>C08G 65/4012 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2017-7014438</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2015년10월29일<br/>심사청구일자 없음</p> <p>(85) 번역문제출일자 2017년05월26일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2015/057926</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2016/089509<br/>국제공개일자 2016년06월09일</p> <p>(30) 우선권주장<br/>62/074,205 2014년11월03일 미국(US)</p> | <p>(71) 출원인<br/>알케마 인코포레이티드<br/>미국 펜실베이니아주 19406 킹 오브 프리시아 퍼스트 애비뉴 900</p> <p>(72) 발명자<br/>스파르 티모씨 에이.<br/>미국 위스콘신주 54630 게일스빌 실버 크릭 로드 더블류17878</p> <p>페디시니 안젤로<br/>미국 펜실베이니아주 19446 랜스데일 위사이컨 애비뉴 728</p> <p>(74) 대리인<br/>장훈</p> |
|--|--|

전체 청구항 수 : 총 24 항

(54) 발명의 명칭 중합체 플레이크 및 분말의 밀도 증가 방법

(57) 요약

본 개시내용은, 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형에 사용하기 위한, 개선된 폴리(아릴렌 에테르 케톤) 분말에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

*C08G 2650/40* (2013.01)

*C08J 2371/00* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

제1 폴리(아릴렌 에테르 케톤)(PAEK) 분말 또는 PAEK 분말의 제1 혼합물을 압착시킴으로써 형성된 시트를 세분하여, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물을 형성하는 단계

를 포함하며; 여기서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경, 및 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경을 갖는 비-압착된 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물에 비해, 적어도 9% 더 큰 벌크 밀도를 갖는 것인, 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 제2 분말 또는 분말의 혼합물의 입자 크기는 약 250 미크론 내지 약 2000 미크론인 방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 제2 분말 또는 분말의 혼합물의 입자 크기는 약 10 미크론 내지 150 미크론인 방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서, 상기 시트는 약 500 psi 이상의 압력에서 압착되는 것인 방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 상기 PAEK는 폴리에테르케톤(PEKK)인 방법.

#### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 제2 분말 또는 분말의 혼합물의 벌크 밀도는  $0.30 \text{ g/cm}^3$  이상인 방법.

#### 청구항 7

제1항에 있어서, 상기 제2 분말 또는 분말의 혼합물의 벌크 밀도는  $0.32 \text{ g/cm}^3$  이상인 방법.

#### 청구항 8

제1항에 있어서, 상기 제2 분말 또는 분말의 혼합물의 벌크 밀도는  $0.36 \text{ g/cm}^3$  이상인 방법.

#### 청구항 9

제1항에 있어서, 상기 압착은 롤 압착에 의한 것인 방법.

#### 청구항 10

PAEK 또는 PAEK의 혼합물을 포함하며, 250 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경 및  $0.3 \text{ g/cm}^3$  초과 및 0.3 미크론 이하의 벌크 밀도를 갖는 분말.

#### 청구항 11

제10항에 있어서,  $0.3 \text{ g/cm}^3$  초과 및  $0.90 \text{ g/cm}^3$  미만의 벌크 밀도를 갖는 분말.

#### 청구항 12

제10항에 있어서,  $0.32 \text{ g/cm}^3$  이상의 벌크 밀도를 갖는 분말.

#### 청구항 13

제10항에 있어서, 상기 PAEK는 PEKK인 분말.

#### 청구항 14

제10항에 있어서, 추가의 유동 조제 또는 첨가제를 실질적으로 갖지 않는 분말.

#### 청구항 15

PAEK 또는 PAEK의 혼합물을 포함하며, 10 미크론 내지 약 150 미크론의 중앙값 입경 및  $0.3 \text{ g/cm}^3$  이상의 벌크 밀도를 갖는 분말.

#### 청구항 16

제15항에 있어서, 약 45 미크론 내지 약 55 미크론의 중앙값 입경을 갖는 분말.

#### 청구항 17

제15항에 있어서, 상기 PAEK는 PEKK인 분말.

#### 청구항 18

제15항에 있어서, 추가의 유동 조제 또는 첨가제를 실질적으로 갖지 않는 분말.

#### 청구항 19

제10항의 분말을 세분하는 단계를 포함하는, 제15항의 분말의 제조 방법.

#### 청구항 20

10 미크론 내지 150 미크론의 중앙값 입경 및  $0.30 \text{ g/cm}^3$  이상의 벌크 밀도를 갖는 PAEK 분말 또는 PAEK의 혼합물의 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형으로부터 물품을 제조하는 단계를 포함하는 방법.

#### 청구항 21

제20항에 있어서, 벌크 밀도가  $0.32 \text{ g/cm}^3$  초과인 방법.

#### 청구항 22

제20항에 있어서, 상기 중앙값 입경은 45 미크론 내지 55 미크론인 방법.

#### 청구항 23

제20항에 있어서, 상기 방법은 레이저 소결을 포함하는 것인 방법.

#### 청구항 24

제20항의 방법에 의해 제조된 물품.

### 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 개시내용은, 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형에 사용하기 위한, 개선된 폴리(아릴렌 에테르 케톤)(PAEK) 분말, 특히 폴리에테르케톤(PEKK) 분말에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 폴리(아릴렌 에테르 케톤)(PAEK)은 높은 열기계적 특성을 갖는 고성능 물질이다. 이들 중합체는 고온, 기계적 및 화학적 응력을 견딜 수 있고, 항공기술, 해양 굴착, 자동차, 및 의료 기기 분야에서 유용하다. 이들 중합체

의 분말은 성형, 압출, 압축, 스피닝, 또는 레이저 소결에 의해 가공될 수 있다.

[0003] 레이저 소결은, 분말의 층을 레이저를 사용하여 물체의 단면에 상응하는 위치에서 선택적으로 소결시키는 것인, 물체의 형성을 위한 적층 제조 방법(additive manufacturing process)이다. PAEK 분말은 레이저 소결 방법을 사용하는 고성능 물체 형성에 특히 잘 적합화되지만, 생성된 물체는 거친 외관 및 텍스처를 갖는 경향이 있다. 기계적 특성과 같은 고성능 특징을 최대화하면서, 보다 평활한 외관 및 텍스처를 갖는 PAEK-기재의 물품 형성 방법이 필요하다.

## 발명의 내용

### 과제의 해결 수단

[0004] 본 개시내용은, 제1 폴리(아릴렌 에테르 케톤)(PAEK) 분말 또는 PAEK 분말의 제1 혼합물을 압착시킴으로써 형성된 시트를 세분하여, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물을 형성하는 단계를 포함하며; 여기서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경, 및 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경을 갖는 비-압착된 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물에 비해, 적어도 9% 더 큰 벌크 밀도를 갖는 것인, 방법에 관한 것이다. 또한, 이들 방법에 따라 제조된 분말, 뿐만 아니라 이들 분말을 사용하여 제조된 물품이 기재된다. 방법은 특히 폴리에테르케톤(PEKK) 분말의 제조에 적합하다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0005] 개시된 조성물 및 방법은 하기 상세한 설명을 참조로 하여 보다 쉽게 이해될 수 있다. 개시된 조성물 및 방법은 본원에 기재된 및/또는 나타난 구체적 조성물 및 방법으로 제한되지 않고, 본원에서 사용되는 용어는 단지 예로서 특정 구현예를 설명하기 위한 것이며 청구된 조성물 및 방법을 제한하도록 의도되지 않음을 이해하여야 한다.

[0006] 특정 수치의 언급은, 문맥에서 명백히 달리 기재되지 않는 한, 적어도 그 특정 값을 포함한다. 값의 범위로 표현된 경우, 또 다른 구현예는 하나의 특정 값으로부터 및/또는 기타 다른 특정 값까지를 포함한다. 또한, 범위로 진술된 값의 언급은 그 범위 내의 각각 및 모든 값을 포함한다. 모든 범위는 포함적(inclusive)이고, 조합가능하다.

[0007] 값이 선행사 "약"의 사용에 의해 대략적으로 표현된 경우, 특정 값은 또 다른 구현예를 형성함을 이해할 것이다.

[0008] 용어 "약"이 수치 범위, 컷오프, 또는 구체적 값과 관련하여 사용된 경우, 이는 언급된 값이 나열된 값으로부터 10%만큼까지 달라질 수 있음을 나타내기 위해 사용된다. 본원에서 사용되는 많은 수치가 실험적으로 측정됨에 따라, 당업자는, 이러한 측정이 상이한 실험 사이에서 차이가 있을 수 있고 종종 그러할 것임을 이해하여야 한다. 본원에서 사용되는 값은 이러한 내재적 변동에 의해 부당하게 제한되는 것으로 고려되어서는 안된다. 따라서, 용어 "약"은 특정된 값으로부터  $\pm 10\%$  이하의 변동,  $\pm 5\%$  이하의 변동,  $\pm 1\%$  이하의 변동,  $\pm 0.5\%$  이하의 변동, 또는  $\pm 0.1\%$  이하의 변동을 포함하기 위해 사용된다.

[0009] 명확히 하기 위해 별도의 구현예와 관련하여 본원에 기재된 개시된 조성물 및 방법의 특정 특징은 또한 단일 구현예에서 조합되어 제공될 수 있음을 인지하여야 한다. 역으로, 간단히 하기 위해 단일 구현예와 관련하여 기재된 개시된 조성물 및 방법의 다양한 특징은 또한 별도로 또는 임의의 하위조합으로 제공될 수 있다. 본원에서 언급되는 모든 간행물, 특허 출원, 특허 및 기타 다른 참조문헌은 전체가 참조로 포함된다.

[0010] 본 발명의 PAEK 분말로부터 보다 평활한 외관 및 텍스처, 및 보다 높은 인장 강도를 갖는 레이저 소결된 물체가 제조될 수 있다. 이들 물체는, 이전에 사용된 또는 당업계에 기재된 것에 비해 더 높은 벌크 밀도를 갖는, PAEK 분말, 또는 PAEK 분말의 혼합물의 사용에 의해 달성될 수 있다.

[0011] 따라서, 개시내용은, 제1 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제1 혼합물을 압착시킴으로써 형성된 시트를 세분하여, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물을 형성하는 단계를 포함하는 방법에 관한 것이다. 이들 방법에 따르면, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경, 및 대조군 분말, 즉 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경을 갖는 비-압착된 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물에 비해, 적어도 9% 더 큰 벌크 밀도를 갖는다.

[0012] 일부 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값

입경, 및 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경을 갖는 비-압착된 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물에 비해, 9% 내지 200% 더 큰, 9% 내지 150% 더 큰, 9% 내지 100% 더 큰, 9% 내지 75% 더 큰, 9% 내지 50% 더 큰, 9% 내지 40% 더 큰, 9% 내지 35% 더 큰, 9% 내지 30% 더 큰, 9% 내지 25% 더 큰, 또는 9% 내지 20% 더 큰 벌크 밀도를 갖는다. 바람직한 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경, 및 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경을 갖는 비-압착된 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물에 비해, 적어도 9%, 10%, 11%, 12%, 13%, 14%, 15%, 16%, 17%, 18%, 19%, 20%, 21%, 22%, 23%, 24%, 25%, 26%, 27%, 28%, 29%, 30%, 31%, 32%, 33%, 34%, 35%, 36%, 37%, 38%, 39%, 40%, 41%, 42%, 43%, 44%, 45%, 46%, 47%, 48%, 49%, 50%, 51%, 52%, 53%, 54%, 55%, 56%, 57%, 58%, 59%, 60%, 61%, 62%, 63%, 64%, 65%, 66%, 67%, 68%, 69%, 70%, 71%, 72%, 73%, 74%, 또는 75% 더 큰 벌크 밀도를 갖는다.

[0013] 폴리(아릴렌 에테르 케톤)(PAEK) 중합체는 폴리(에테르에테르에테르케톤)(PEEEK), 폴리(에테르에테르케톤)(PEEK), 폴리(에테르케톤)(PEK), 폴리(에테르케톤 에테르케톤케톤)(PEKEKK), 및 폴리(에테르케톤케톤)(PEKK) 중합체를 포함한다. PEKK 중합체가 특히 바람직하다. 본 발명에서 사용하기 위한 중합체는, 반복 단위로서, 케톤-케톤 결합의 2 개의 상이한 이성질체 형태를 포함할 수 있다. 이들 반복 단위는 하기 화학식 I 및 II로 표시될 수 있으며,

[0014] [화학식 I]

[0015] -A-C(=O)-B-C(=O)-

[0016] [화학식 II]

[0017] -A-C(=O)-D-C(=O)-

[0018] 상기 식에서, A는 p,p'-Ph-O-Ph 기이고, Ph는 페닐렌 라디칼이고, B는 p-페닐렌이고, D는 m-페닐렌이다. 통상적으로 중합체 중의 테레프탈로일:이소프탈로일(T:I) 비율로서 언급되는 화학식 I:화학식 II 이성질체 비율은, 중합체의 총 결정도가 달라지도록 선택될 수 있다. T:I 비율은 통상적으로 50:50 내지 90:10으로, 일부 구현예에서는 60:40 내지 80:20으로 달라진다. 예를 들어 80:20과 같은 보다 높은 T:I 비율은, 예를 들어 60:40과 같은 보다 낮은 T:I 비율에 비해 더 높은 결정도를 제공한다. 바람직한 T:I 비율은 80:20, 70:30, 및 60:40을 포함하며, 60:40이 특히 바람직하다. 상이한 T:I 비율을 갖는, PEKK 중합체를 포함한 PAEK 중합체의 혼합물도 또한 개시내용의 범주 내에 있다.

[0019] PAEK 분말의 혼합물이 또한 본 개시내용에서의 사용에 고려된다. 예를 들어, 분말은 분말의 50 중량% 초과, 바람직하게는 분말의 80 중량% 초과를 나타내는 PEKK를 또 다른 PAEK 중합체, 예를 들어, PEEK, PEEK, PEK, 또는 PEKEKK, 또는 이들의 혼합물과 조합하여 포함할 수 있다.

[0020] PAEK 분말, 또는 분말의 혼합물은, 예를 들어 미국 특허 3,065,205; 3,441,538; 3,442,857; 3,516,966; 4,704,448; 4,816,556; 및 6,177,518에 기재된 방법에 의해 얻어질 수 있으며; 상기 미국 특허는 본원에 참조로 포함되어 있다. 이들은, 적절한 경우, 하나 이상의 첨가제, 예컨대 충전제, 특히 무기 충전제, 예컨대 카본 블랙, 탄소 또는 비-탄소 나노튜브, 밀링된 또는 비-밀링된 섬유, 안정화제(광-안정화제, 특히 UV-안정화제, 및 열-안정화제), 유동-촉진제, 예컨대 실리카, 또는 광학 증백제, 염료 또는 안료, 또는 이들 충전제 및/또는 첨가제의 조합을 포함할 수 있다. 일부 구현예에서, PAEK 분말은 20 wt.%까지, 바람직하게는 10 wt.%까지 첨가제를 포함할 수 있다. 바람직한 구현예에서, PEKK 분말을 포함한 PAEK 분말은 첨가제를 실질적으로 갖지 않거나 또는 첨가제를 갖지 않는다. 예를 들어, 이러한 구현예에서, PAEK 분말 또는 PEKK 분말은, 5 wt.% 이하, 바람직하게는 4 wt.% 이하, 3 wt.% 이하, 2 wt.% 이하, 또는 1 wt.% 이하의 첨가제를 포함한다. 본 개시내용에 사용하기에 적합한 중합체는 아르케마(Arkema)에 의해 공급된다.

[0021] 본 개시내용의 바람직한 방법에서, 제1 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제1 혼합물로부터 형성된 시트는 약 500 psi 이상의 압력에서 압착된다. 일부 구현예에서, 압력은 약 500 psi 내지 약 1500 psi이다. 다른 구현예에서, 압력은 약 500 psi 내지 약 1100 psi이다. 또 다른 구현예에서, 압력은 약 800 psi 내지 약 1100 psi이다. 예시적 구현예에서, 압력은 약 500 psi, 600 psi, 700 psi, 800 psi, 900 psi, 1000 psi, 1100 psi, 1200 psi, 1300 psi, 1400 psi, 또는 1500 psi이다. 바람직한 압착 방법은, 당업계에 공지된 롤 압착이다. 본원에서 사용되는 바와 같이, "시트"는, 0.5 cm 이하, 예를 들어, 약 0.5 cm, 약 0.4 cm, 약 0.3 cm, 또는 약 0.2 cm의 두께로 압착된 실질적으로 연속적인 물질을 지칭한다.

[0022] 개시내용의 하나의 바람직한 방법에서, 제1 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제1 혼합물로부터 형성된 시트는 PAEK를 연화시키기에는 충분하지만 용융시키지는 않는 온도에서 압착된다. 일부 구현예에서, 온도는 실온 내지 Tg

초과 플러스 30℃, 또는 실온 내지 200℃, 또는 실온 내지 160℃이다. 다른 구현예에서, 특히 PEKK의 경우, 온도는 실온 내지 200℃, 또는 바람직하게는 약 실온 내지 160℃이다. 이들 구현예에서는, 압착 동안 및 세분 전에 고온이 유지되고/유지되거나 변수로서 조정된다. 예를 들어, 이는 압착 동안 또는 물질(분말 또는 펠릿)의 예열 동안 물을 가열함으로써 달성될 수 있다.

[0023] 개시내용에 따르면, 시트를 세분하여 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물을 형성한다. 본원에서 사용되는 바와 같이, "세분"은 개시내용의 시트를 분말로 전환시키는 방법을 지칭한다. 바람직한 세분 방법은 분쇄 및 에어 밀링을 포함한다. 개시내용에 따르면, "세분"은 하나 이상의 세분 반복을 포함한다. 일부 구현예에서, 세분은 2 회의 세분 반복을 포함한다. 이들 구현예에서는, 시트를 제1 반복에서 세분하여 특정 중앙값 입자 크기를 갖는 분말을 형성한다. 이어서, 이들 분말을 제2 반복에서 세분하여 보다 작은 중앙값 입자 크기를 갖는 분말을 형성한다. 즉, 개시내용은 시트에 대해 직접 수행되는 세분 단계를 포함한다. 추가로, 개시내용은 시트의 세분에 의해 이전에 제조된 분말에 대해 수행되는 세분 단계를 포함한다.

[0024] 본원에서 사용되는 바와 같이, "분말"은 PAEK 또는 PAEK의 혼합물의 작은 입자, 예를 들어 과립, 플레이크, 또는 펠릿으로 구성된 물질을 지칭한다. 분말 입자는 약 2000 미크론 이하, 바람직하게는 약 10 미크론 내지 약 2000 미크론의 중앙값 입경(D50)을 갖는다. 보다 바람직하게는, 분말 입자는 10 미크론 내지 150 미크론, 예를 들어, 10 미크론 내지 100 미크론, 25 미크론 내지 75 미크론, 40 미크론 내지 60 미크론, 또는 45 미크론 내지 55 미크론의 중앙값 입경을 갖고, 약 50 미크론이 특히 바람직하다. 대안적으로, 분말 입자는 약 250 미크론 내지 약 2000 미크론, 예를 들어, 400 미크론 내지 1500 미크론의 중앙값 입경을 갖는다.

[0025] 중앙값 입경은 당업계에 공지된 방법, 예를 들어, 레이저 회절 또는 표준화된 메쉬 스크리닝 및 분급을 사용하여 측정할 수 있다. 바람직한 구현예에서는, 표준화된 메쉬 스크리닝 및 분급을 사용하여 약 250 미크론 내지 약 2000 미크론의 평균 입경을 갖는 입자의 중앙값 입경을 측정한다. 약 250 미크론보다 작은 입자의 입자 크기는 바람직하게 레이저 회절을 사용하여 측정한다. 바람직한 레이저 회절 기기는 말베른 마스터사이저(Malvern Mastersizer) 1000이다.

[0026] 개시내용에 따르면, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물의 벌크 밀도는  $0.30 \text{ g/cm}^3$  이상, 예를 들어,  $0.30 \text{ g/cm}^3$  초과,  $0.31 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.32 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.33 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.34 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.35 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.36 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.37 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.38 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.39 \text{ g/cm}^3$  이상, 또는  $0.40 \text{ g/cm}^3$  이상이다. 바람직하게, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물의 벌크 밀도는  $0.30 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ , 예를 들어,  $0.31 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ 이다. 일부 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물의 벌크 밀도는  $0.30 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.50 \text{ g/cm}^3$  또는  $0.30 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.40 \text{ g/cm}^3$ 이다. 가장 바람직하게는, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물의 벌크 밀도는  $0.30 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.31 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.32 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.33 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.34 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.35 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.36 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.37 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.38 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.39 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.40 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.41 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.42 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.43 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.44 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.45 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.46 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.47 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.48 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.49 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.50 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.51 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.52 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.53 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.54 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.55 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.56 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.57 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.58 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.59 \text{ g/cm}^3$ , 또는  $0.60 \text{ g/cm}^3$ 이다. 본원에서 사용되는 바와 같이, 당업계에서 또한 "외관 밀도"로서 언급되는 "벌크 밀도"는 ASTM D1895를 사용하여 측정할 수 있다(이는 본 개시내용의 출원 시점에 사실상 가장 최근의 표준임).

[0027] 특히 바람직한 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은 약 250 미크론 내지 2000 미크론의 중앙값 입자 크기 및  $0.30 \text{ g/cm}^3$  초과, 예를 들어,  $0.31 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.32 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.33 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.34 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.35 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.36 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.37 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.38 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.39 \text{ g/cm}^3$  이상, 또는  $0.40 \text{ g/cm}^3$  이상의 벌크 밀도를 갖는다. 특정 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은 약 250 미크론 내지 2000 미크론의 중앙값 입자 크기 및  $0.30 \text{ g/cm}^3$  초과 및  $0.90 \text{ g/cm}^3$  이하, 예를 들어,  $0.31 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.32 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.33 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.34 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.35 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ , 또는  $0.36 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ 의 벌크 밀도를 갖는다.

[0028] 다른 바람직한 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은 약 10 미크론 내지 150 미크론의 중



양값 입자 크기 및  $0.30 \text{ g/cm}^3$  이상, 예를 들어,  $0.31 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.32 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.33 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.34 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.35 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.36 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.37 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.38 \text{ g/cm}^3$  이상,  $0.39 \text{ g/cm}^3$  이상, 또는  $0.40 \text{ g/cm}^3$  이상의 벌크 밀도를 갖는다. 특정 구현예에서, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은 10 미크론 내지 150 미크론, 25 미크론 내지 75 미크론, 40 미크론 내지 60 미크론, 또는 45 미크론 내지 55 미크론의 중앙값 입자 크기, 및  $0.30 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ , 예를 들어,  $0.31 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.32 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.33 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.34 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ ,  $0.35 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ , 또는  $0.36 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ 의 벌크 밀도를 갖는다.

[0029] 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 제1 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제1 혼합물을 압착시킴으로써 형성된 시트를 세분하여 제조되지 않은 분말에 비해, 개선된 유동 특성을 갖는다. 예를 들어, 제2 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 제2 혼합물은, 대조군 분말, 즉 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물을 압착시킴으로써 형성된 시트를 세분하여 제조되지 않은 것들에 비해, 개선된 유입성(pourability), 보다 낮은 기본 유동 에너지, 보다 우수한 유동을 갖고/갖거나, 케이킹에 대해 보다 저항성이다. 또한 분말 유동성으로서 언급되는 다양한 분말 유동 특성은, 레오미터, 예컨대 FT4™ 분말 레오미터(프리만 테크놀로지(Freeman Technology, 미국 뉴저지주 메드포드))를 사용하여 분석할 수 있다.

[0030] 개시내용에 따른 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물은 열가소성 응용물에 직접 사용될 수 있다. 대안적으로, 개시내용에 따른 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물은, 열가소성 응용물에 사용되기 전에, 예를 들어, 혼합에 의해, 추가로 가공될 수 있다.

[0031] 개시내용에 따른 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물은 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형 등의 응용에서 특히 유용하다. 이와 같이, 개시내용은 또한, 10 미크론 내지 150 미크론의 중앙값 입경 및  $0.30 \text{ g/cm}^3$  이상의 벌크 밀도를 갖는 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물의 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형으로부터 물품을 제조하는 것을 포함하는 방법을 포함한다. 예를 들어, 이들 PAEK 분말 및 PAEK 분말의 혼합물은 개시내용에 따라 제조될 수 있다. 개시내용의 분말의 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형에 의해 제조된 물품이 또한 고려된다.

[0032] 개시내용의 PAEK 분말 또는 PAEK 분말의 혼합물의 특히 바람직한 응용은 레이저 소결 응용이다. 레이저 소결 응용은 적층 제조 방법에서 유용하다. 이들 방법은 당업계에 자체 공지되어 있다. 예를 들어, 문헌[O.G. Ghita et al., J. Materials Processing Tech. 214 (2014) 969-978]; U.S. 7,847,057; 미국 특허 출원 공개 번호 2008/258330; 2009/017220; 2009/312454; 2005/0207931; 2007/0267766; 2008/0152910을 참조하며, 이들은 본원에 참조로 포함되어 있다. 특히 유용한 PAEK 분말 또는 PEKK 분말, 또는 PAEK와 PEKK 분말의 혼합물은, 10 미크론 내지 100 미크론, 25 미크론 내지 75 미크론, 40 미크론 내지 60 미크론, 또는 45 미크론 내지 55 미크론의 중앙값 입경(약 50 미크론이 가장 바람직함)을 갖는 것들을 포함한다. 이들 분말은 본원에 기재된 바와 같이  $0.30 \text{ g/cm}^3$  이상, 예를 들어,  $0.30 \text{ g/cm}^3$  내지  $0.90 \text{ g/cm}^3$ 의 벌크 밀도를 가질 것이다.

[0033] 개시내용의 분말의 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형에 의해 제조된 물품은, 개시내용의 방법에 따라 제조되지 않은 대조군 분말을 사용하여 제조된 물품에 비해, 개선된 인장 강도를 가질 것이다. 개시내용의 분말의 레이저 소결, 분말 코팅, 압축 성형, 또는 이송 성형에 의해 제조된 물품은, 개시내용의 방법에 따라 제조되지 않은 대조군 분말을 사용하여 제조된 물품에 비해, 개선된 외관 특성, 예를 들어 개선된 평활성 및/또는 텍스처를 가질 것이다.

[0034] 예를 들어, 개시내용의 분말의 레이저 소결에 의해 제조된 물품은 개선된 표면 조도 특성을 가질 것이다. "표면 조도"는  $Ra(\mu\text{m})$ 를 사용하여 정량화될 수 있고, 이는 당업계에 공지된 표면 조도 시험 장치, 예를 들어, 미투토요 서프테스트(MITUTOYO SURFTEST) SJ-201을 사용하여 측정할 수 있다. 표면 조도의 개선은 또한 가시적으로 확인할 수 있다.

[0035] 하기 실시예는 본원에 기재된 조성물, 방법, 및 특성을 예시하기 위해 제공된 것이다. 실시예는 단지 예시적인 것이며, 개시내용을 그에 제시된 물질, 조건, 또는 방법 파라미터로 제한하는 것으로 의도되지 않는다.

[0036] **실시예**



[0037] 실시예 1

[0038] 대략 100 lb/hr의 PAEK 분말(케스탄(KEPSTAN)<sup>®</sup> 6003PF 중합체, 입자 크기 약 100 마이크론 내지 2000 마이크론, 아르케마(Arkema))을 표 1에 제시된 조건을 사용하여 롤 압착시켰다.

표 1

[0039]

셋팅	대조군	시험							
		1	2	3	4	5	6	7	8
롤 압력 (psi)		800	800	800	1100	1100	1100	1100	1100
롤 힘 (lb/lin.ft)		7436	7436	7436	10224	10224	10224	10224	10224
롤 갭 (인치)	0.022	0.040	0.04-0.057	0.043-0.057	0.040-0.053	0.043-0.049	0.043	0.043-0.049	0.037-0.047
롤 속도 (rpm)		8	8	8	9	18	9	18	9
VFS 속도 (rpm)		275	325	325	325	325	325	325	325
HFS 속도 (rpm)		20	20	20	26	52	28	52	28
로터 속도 (rpm)		-	2000	2200	2200	2200	2200	2200	2200
스크린 크기 (인치)		-	0.187	0.125	0.125	0.125	0.125	0.125	0.125
스크린 유형		-	원형	원형	원형	원형	원형	원형	원형
롤 % 로드	72	97	97	83	117-135	114	100	108	95-114
VFS % 로드	56	63	63	63	67	67	63	63	63
HFS % 로드	56	63	63	63	63	63	63	63	63
밀 % 로드	30	0	30	30	32	32	30	30	30
진행 시간 (분:초)		0:30	2:00	2:05	2:00	2:00	2:00	13:00	2:00
가공된 양 (lb)		0.7	2.6	2.5	4.2	7.7	3.6	58	4.3
제조 속도 (lb/hr)		79	77	73	125	232	108	268	130
생성물 온도 (°F)		113	87	85	97	107	101	128	96

[0040] 압착된 시트를 표 2에 따라 분쇄하였다. 생성된 분말의 벌크 밀도를 또한 표 2에 제시하였다.

표 2

입자 크기 분포(% 보유량)

메쉬	마이크론	대조군	시험						
			2	3	4	5	6	7	8
10	2000	1.6	4.2	0.2	0.4	0.6	0.8	0.4	0.2
14	1410	23.5	20.1	12.0	10.9	13.9	7.4	9.2	11.4
20	840	31.6	43.0	44.4	38.9	39.2	17.3	36.1	36.4
40	420	12.4	17.9	20.6	22.4	20.4	34.1	23.6	17.1
60	250	11.6	8.0	11.4	12.9	11.9	19.1	14.6	10.9
-60	250	19.3	6.8	11.4	14.5	14.1	21.3	16.0	24.0
벌크 밀도 (g/cm <sup>3</sup> )		0.30	0.36	0.37	0.40	0.40	0.41	0.40	0.40

[0041]

- [0042] 실시예 2
- [0043] 실시예 1로부터의 분말을 45 미크론 내지 100 미크론의 평균 입자 직경을 갖는 분말로 추가로 밀링하였다. 이 분말은  $0.30 \text{ g/cm}^3$ 의 벌크 밀도를 가졌다.
- [0044] 실시예 2A
- [0045] 비-압착된 캡스탄<sup>®</sup> 6003PF 중합체를 45 미크론 내지 100 미크론의 평균 입경을 갖는 분말로 밀링하였다. 이 분말은  $0.275 \text{ g/cm}^3$ 의 벌크 밀도를 가졌다.