

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7657707号
(P7657707)

(45)発行日 令和7年4月7日(2025.4.7)

(24)登録日 令和7年3月28日(2025.3.28)

(51)国際特許分類 F I
 B 2 9 B 13/02 (2006.01) B 2 9 B 13/02
 B 2 9 B 7/10 (2006.01) B 2 9 B 7/10

請求項の数 25 (全18頁)

(21)出願番号	特願2021-500720(P2021-500720)	(73)特許権者	500307340
(86)(22)出願日	令和1年7月9日(2019.7.9)		アーケマ・インコーポレイテッド
(65)公表番号	特表2021-530375(P2021-530375 A)		アメリカ合衆国19406ペンシルベニア州キング・オブ・プロシア、ファースト・アベニュー900
(43)公表日	令和3年11月11日(2021.11.11)		900 First Avenue, King of Prussia, Pennsylvania 19406 U.S.A.
(86)国際出願番号	PCT/US2019/040958	(74)代理人	110000523
(87)国際公開番号	WO2020/014197		アクシス国際弁理士法人
(87)国際公開日	令和2年1月16日(2020.1.16)	(72)発明者	ドニ・ジル・ユズ
審査請求日	令和4年6月24日(2022.6.24)		フランス国27120フォンテーヌ・ス・ジュイ、リュ・デュ・ロゼ12
審査番号	不服2024-6762(P2024-6762/J1)	(72)発明者	ブノワ・ブリュレ
審査請求日	令和6年4月19日(2024.4.19)		フランス国27170ポーモン-ル-ロ
(31)優先権主張番号	62/696,390		最終頁に続く
(32)優先日	平成30年7月11日(2018.7.11)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)		

(54)【発明の名称】 ポリマー粉末の熱処理のための方法及び装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

ポリアリールエーテルケトン(PAEK)を含む、半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末の熱処理方法であって：

容器の内部領域内に収容される前記粉末を、前記ポリマーの最高融点の結晶形態の熔融温度よりも低い温度に加熱するステップと；

前記容器内の前記加熱された粉末を前記容器に対して運動させるために、前記容器を運動させるステップと、
を含む方法。

【請求項2】

前記粉末が、ポリエーテルケトンケトン(PEKK)を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記粉末がポリエーテルケトンケトン(PEKK)を含み、前記加熱するステップが、230 ~ 295に前記粉末を加熱するステップを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

前記加熱するステップが、前記ポリマーのガラス転移温度(Tg)よりも高い温度に前記粉末を加熱するステップを含む、請求項1~3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】

混合要素を通過するように前記粉末を運動させるステップ、又は前記粉末を通過するようにコンパクトな形状を有する混合要素を運動させるステップのいずれかをさらに含む、請

求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 6】

前記容器内に配置されたふるいを通過するように前記粉末を運動させるステップと、前記ふるいを前記容器とともに回転させるステップとをさらに含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記容器の第 1 の軸のまわりの 1 つの回転方向に前記容器を回転させるステップをさらに含む、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記容器の前記第 1 の軸のまわりの 2 つの異なる回転方向に前記容器を回転させるステップをさらに含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項 9】

前記容器の前記第 1 の軸のまわりの第 1 の回転方向に前記容器を回転させるステップと、前記容器が 1 回転に到達する前に、前記第 1 の回転方向とは反対の第 2 の回転方向に前記容器を回転させるステップとをさらに含む、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

前記第 1 の軸に対して垂直である前記容器の第 2 の軸のまわりに前記容器を回転させるステップをさらに含む、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

前記第 1 及び第 2 の軸のまわりに前記容器を同時に回転させるステップをさらに含む、請求項 10 に記載の方法。

20

【請求項 12】

前記容器をオープン内に配置するステップをさらに含む、請求項 1 ~ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

前記容器が回転成形ユニットの一部を形成する、請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 14】

前記容器の運動中に前記容器の内面から集塊を除去するステップをさらに含む、請求項 1 ~ 13 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 15】

ポリアリールエーテルケトン (PAEK) を含む、半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末を熱処理するための装置であって：

前記粉末を、前記ポリマーの最高融点の結晶形態の熔融温度よりも低い温度に加熱するための加熱装置と；

前記加熱装置によって発生する熱に曝露する容器であって、前記粉末を収容するための内部領域を画定する容器と；

前記容器内の前記粉末を前記容器に対して運動させるための、前記容器の運動手段と、を含む、装置。

【請求項 16】

40

前記容器の運動によって前記容器内の前記粉末をふるい分けするために前記容器に配置されるふるい、又は前記容器の運動によって前記粉末に接触するための前記容器内に配置された、コンパクトな形状を有し、前記容器内で独立して運転するように構成される混合要素のいずれかをさらに含む、請求項 15 に記載の装置。

【請求項 17】

前記装置が、前記容器の運動によって前記容器内の前記粉末を解凝集させるために前記容器内に配置された有孔パネルであるふるいをさらに含む、請求項 15 に記載の装置。

【請求項 18】

前記運動手段が、前記容器を回転させるように構成されるモーターシャフトであり、前記モーターシャフトが直接又は間接のいずれかで前記容器に取り付けられる、請求項 15

50

～ 17 のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 19】

前記運動手段が、前記容器を回転させるために前記容器に接触して配置されるモーター付きローラーである、請求項 15～18 のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 20】

前記容器が円筒管である、請求項 15～19 のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 21】

前記容器が箱形である、請求項 15～19 のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 22】

前記加熱装置がオープンであり、前記容器が前記オープン内に配置される、請求項 15～21 のいずれか一項に記載の装置。

10

【請求項 23】

前記加熱装置が発熱体であり、前記発熱体が、前記容器に接続されるか、又は前記容器の一部である、請求項 15～21 のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 24】

前記装置が回転成形ユニットである、請求項 15～23 のいずれか一項に記載の装置。

【請求項 25】

前記容器の内面から集塊を除去するための手段をさらに含む、請求項 15～24 のいずれか一項に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、ポリアリールエーテルケトン（PAEK）ポリマーなどの半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末の熱処理のための方法及び装置に関する。

【背景技術】

【0002】

Arkema に付与された米国特許第 9,587,107 号明細書（その開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される）に記載されるように、選択的レーザー焼結（SLS）プロセスでは、ポリマー粉末の床を予熱チャンパー中で予熱し、次に焼結チャンパー中で薄い層として分布させ、そこでレーザーを使用して床の特定の部分を加熱して、ポリマー粉末の一部をあらかじめ決定されたパターンで選択的に焼結させる。これに続いて、床中に第 2 の層を形成し、その第 2 の層中の材料を再び加熱し、あるパターンで選択的に焼結させる。同時に、第 2 の層は、第 1 の層の焼結部分への融合も起こる。このような連続的な層形成及び焼結によって三次元部品を形成することができ、これは次に焼結していない粉末床から取り出される。このような方法の態様は、例えば、米国特許第 7,847,057 号明細書（その開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される）にも記載されている。

30

【0003】

SLS プロセスの前の予備的な熱処理ステップによって、粉末のより均一な溶融が得られ、粉末の流動性が改善され、高温における粉末の取り扱いを必要とする用途における摩耗率が低下することが示されている。熱処理プロセスは、例えば、米国特許出願公開第 20160108229A1 号明細書及び米国特許出願公開第 20160122527A1 号明細書、並びに米国特許出願第 15/830,100 号明細書（これらの開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される）に記載されている。米国特許第 9,580,551 号明細書（その開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される）には、SLS プロセスの有効性及び製品の品質を改善するための熱処理方法が記載されている。

40

【0004】

熱処理プロセスは従来技術において開示される場合もあるが、大規模の製造量で熱処理を行うことが可能な設備に関する開示は比較的少ない。例えば、米国特許第 9,587,

50

107号明細書などに記載されるようなSLSプロセスに使用するために熱処理されるポリマー粉末の予備的熱処理ステップのための方法及び装置が以下に記載される。

【0005】

伝導によって熱を伝達する必要があり、ポリマー及び空気の両方が低い熱伝導率を有するので、静的オープンにおける熱処理の実施によって問題及び欠点が生じる。外層が断熱層として機能するので、バッチサイズを増加させると、この熱伝達はさらに困難になる。ある厚さを超えると、すべての粉末の加熱は不可能になる場合がある。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0006】

一般に、本発明は、容器内部のある特定の温度（又は一連の複数の特定の温度若しくは温度勾配）における半結晶性又は結晶化可能なポリマー（例えば、PAEK）粉末の熱処理プロセスを行うための方法及び装置である。容器の高温の内面上で、好ましくは実質的に絶え間なく、より好ましくは絶え間なく粉末が移動又は運動するように、この容器は（例えば、回転、循環、部分的な回転、部分的な循環、振動など）によって運動し、それによって粉末の均一又はより均一な加熱が行われ、容器表面上での固まり、凝集、及び/又は固着も回避される。これによって、例えばSLSプロセスにおけるさらなる処理及び使用が可能となる熱処理された粉末がより大きいパーセント値又はより多い量でも得られる。

【0007】

静的オープンと比較すると、回転オープンでは、オープンの高温表面上に粉末が繰り返し接触することによって、より効率的で均一な熱伝達が保証される。結果として、粉末の熱処理時間を実質的に短縮することができ、バッチサイズを増加させることができる。これら両方の要因によって、生産性が改善される。さらに、過熱及び凝集物の形成の危険性は減少する。

【0008】

一実施形態では、本発明は、粉末形態であり多形であってよい、半結晶性又は結晶化可能なポリマーを熱処理するための装置を提供する。この装置は、粉末の最高融点の結晶形態の熔融温度よりも低い温度に粉末を加熱するための加熱装置と；加熱装置によって発生する熱に曝露する容器であって、粉末を収容するための内部領域を画定する容器と；容器内の粉末を容器に対して運動させるための、容器の運動手段とを含む。

【0009】

本発明の別の実施形態は、粉末形態である半結晶性又は結晶化可能なポリマー（多形ポリマーを含む）の熱処理方法を提供する。この方法は、容器の内部領域内に収容される単形又は多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を、粉末の最高融点の結晶形態の熔融温度よりも低い温度に加熱するステップと；容器内の加熱された半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を容器に対して運動させるために、容器を運動させるステップとを含む。

【0010】

PAEKの場合、熱処理は、好ましくは約230 ~ およそ $T_m - 10$ までの温度で行われ、 T_m は最高融点の多形又は結晶相の融点である。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】本発明の第1の代表的な実施形態による、概略的に示される、半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を熱処理するための装置の等角図を示している。

【図2A】本発明の第2の代表的な実施形態による、概略的に示される、半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を熱処理するための別の装置の断面側面図を示している。

【図2B】線2B - 2Bに沿って得られた図2Aの装置の断面側面図である。

【図3】回転成形装置を用いた半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末の熱処理の典型的な温度プロファイルを示している。

【発明を実施するための形態】

10

20

30

40

50

【 0 0 1 2 】

図 1 は、本発明の第 1 の代表的な実施形態による、概略的に示される、半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を熱処理するための装置 1 0 の等角図を示している。装置 1 0 は、一般に、加熱装置 1 2 と、加熱装置 1 2 によって加熱される粉末を収容するための容器 1 4 と、容器 1 4 内部に配置され、少なくとも部分的に粉末（図示せず）中に埋没するグリッド又はふるい 1 6 などの混合要素と、容器 1 4 の運動手段 1 8 とを含む。

【 0 0 1 3 】

加熱装置 1 2 は、熱を発生させ、その熱に容器 1 4 及びその内容物を曝露するための機構である。加熱装置 1 2 は、容器 1 4 が中に配置されるオープンであってよい。或いは、加熱装置 1 2 は、容器 1 4 に接続される又は容器 1 4 の一部である発熱体であってよい。別の代案として、容器 1 4 は、循環する高温油（又はその他の流体）を用いて加熱することができる。加熱装置 1 2 は、当業者に周知のあらゆる従来の加熱機構であってよく、図示され説明されるものに限定されるものではない。例えば、加熱装置は、抵抗加熱のプロセスで電気を熱に変換する発熱体を含むことができ、又はこれは循環する場合もある高温油を含むことができる。

10

【 0 0 1 4 】

容器 1 4 は、中空管又は円筒などのあらゆる形状を有する容器であり、その中に粉末が収容される。容器 1 4 のサイズ及び形状は変動しうることを理解すべきである。容器 1 4 は、その長手方向軸 A（本明細書では回転軸とも呼ばれる）のまわりを回転するように構成される。容器 1 4 は、熱伝導性材料、特に例えばグレード 3 1 6 L 又は 9 0 4 などのステンレス鋼などの金属又は金属合金から構成されてよい。容器 1 4 の末端は、（図示されるように）開放されているか、又は閉じているかのいずれかであってよい。取り外し可能なリッドクローザ（図示せず）を容器 1 4 の一方の開放端の上に取り外し可能に取り付けることができる。容器 1 4 は、操作中の汚染又は粉末の放出を防止するために閉鎖系であってよい。別の実施形態によると、容器 1 4 は、ガス（例えば、窒素などの不活性ガス）が容器 1 4 を通過して流れるように構成することができる。容器 1 4 は、取り外し可能又は永続的のいずれかで装置 1 0 内に搭載することができる。

20

【 0 0 1 5 】

混合要素は、粉末が通過できる孔、細孔、又は開口部を有する有孔板であるふるい 1 6 を含むことができる。或いは、ふるい 1 6 は、横方向に分割される部材を有するラック、すなわち、従来のオープンラックなどの形態で提供することができる。ある実施形態によると、複数のふるいを容器内部に配置することができる。ふるい 1 6 の開口部のサイズ及び形状はさまざまであってよい。ふるい 1 6 は、例えばステンレス鋼（グレード 3 1 6 L 又は 9 0 4 など）又は別の金属若しくは金属合金などの熱伝導性材料から構成されてよい。或いは、ふるい 1 6 は、例えば、コンパクトな形状（球、立方体、円筒形など）を有し、容器内での独立した運動が可能であり、金属又はセラミックのいずれかで構成される複数の混合要素に置き換えてもよい。別の代案として、ふるい 1 6 は、全くなくてもよい。

30

【 0 0 1 6 】

本発明の一態様によると、ふるい 1 6 が容器 1 4 とともに回転するように、ふるい 1 6 が容器 1 4 に連結する。本発明の別の態様によると、静止したふるい 1 6 に対して容器 1 4 が回転するように、ふるい 1 6 は固定された場所（例えば、加熱装置 1 2 上）に連結される。本発明のさらに別の態様では、ふるい 1 6 は、容器 1 4 とは反対方向に運動又は回転することができる。

40

【 0 0 1 7 】

本発明の一態様によると、容器 1 4 は、容器表面から粉末の集塊又は固まりを除去するための手段 1 7 を含む。手段 1 7 は、例えばスクレーパー、ブラシ、ワイヤブラシ、ナイフ、又はパドルであってよい。静止した手段 1 7 に対して容器 1 4 が回転するように、手段 1 7 は固定された場所（例えば、加熱装置 1 2 上）に連結することができる。

【 0 0 1 8 】

容器 1 4 を運動させるか、又は例えば回転させる 1 つの手段 1 8 は、図示されるように

50

ローラーの形態で提供される。ローラーは、容器 14 を回転させるために容器 14 の外周に係合する（回転方向の 1 つを示す矢印を参照されたい）。ローラー 18 は、容器 14 が両方の回転方向に回転するように構成することができる。ローラー 18 は、ローラー 18 を回転させるためのモーター（又はその他の動力装置）のギヤ又は出力軸に接続することができる。或いは、容器 14 をモーターに直接接続することができ、ローラー 18 は、容器 14 の回転を可能にする受動装置であってよい。容器 14 の回転を可能にするローラー 18 から離れた位置で、受動ローラー 20 も容器 14 の外周に係合する。

【0019】

容器 14 内の粉末の温度を直接又は間接のいずれかで検出するために、温度センサー 19 を容器 14（又は加熱装置 12）の内部に配置することができる。

10

【0020】

加熱装置 12、運動手段 18、及び温度センサー 19 は、コントローラー/プロセッサ 20 に直接又は間接的に接続される。コントローラー/プロセッサ 20 は、加熱装置 12 及び運動手段 18 の動作を制御するように構成される。コントローラー/プロセッサ 20 は、温度センサー 19 からの信号を受信するように構成される。コントローラー/プロセッサ 20 に操作命令を送信するために、ディスプレイ又はキーパッドなどのユーザーインターフェース 21 が、コントローラー/プロセッサ 20 に直接又は間接的に接続される。

【0021】

半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を熱処理するための装置 10 の代表的な操作方の 1 つによると、最初に容器 14 に、PAEK 粉末などの半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末が投入される。次に容器 14 をカバー（図示せず）によって閉じることができる。好ましくは、粉末は、容器 14 の容積の約 10 ~ 70 パーセントの間を占めることができる。より好ましくは、粉末は、容器 14 の容積の約 20 ~ 60 パーセントの間を占めることができる。より好ましくは、粉末は、容器 14 の容積の約 30 ~ 50 パーセントの間を占めることができる。或いは、粉末は、容器 14 の容積の約 50 % 以下を占めることができる。

20

【0022】

次にコントローラー/プロセッサ 20 によって、加熱装置 12 及び運動手段 18 を作動させる。作動すると、加熱装置 12 によって、粉末の組成によって左右されるあらかじめ決定された温度まで容器 14 内の粉末が加熱される。これを加熱するステップと呼ぶ場合がある。米国特許第 9,587,107 号明細書に記載されるように、あらかじめ決定された加熱温度は、ポリマーの最高融点の結晶形態の熔融温度よりも 20 度低い、好ましくは 10 度低い、より好ましくは 5 度低い温度値、又はポリマーの 2 つの結晶相の 2 つの融点の間の温度値であってよい。例えば、あらかじめ決定された加熱温度は、250、又は 260、又は 270、又は 275、又は 280、又は好ましくは 285 であってよい。

30

【0023】

運動手段 18 は、(i) 連続的に 1 つの回転方向、又は (ii) 往復若しくは揺動方式（例えば、ある回転方向に 1 回転未満、及び反対の回転方向に 1 回転未満、又は 1 回転若しくは 1 回転を超えて定期的に反転させる）のいずれかで、軸 A のまわりに容器 14 を回転させる。往復運動の別の一例として、容器 14 は、ある回転方向に 2 又は 3 回転だけ回転させ、次に反対の回転方向に 2 又は 3 回転だけ回転させることができる。これを回転又は運動ステップと呼ぶ場合がある。容器 14 の回転によって、容器 14 中の粉末の運動及び循環が起こり、これによって粉末の実質的に均一又は均質な加熱が促進され、粉末がより迅速に加熱され、粉末中のホットスポットが防止又は制限される。ふるい 16（又は混合要素）によって、形成された凝集物を分離でき、粉末が混合され、それによって粉末の均一性及び性質が改善される。容器 14 の運動及び重力のために、粉末は、容器 14 の加熱された内面に対して運動する。したがって、容器 14 が軸 A のまわりを回転するとき、粉末の粒子は運動し、容器 14 の加熱された内面上の同じ場所にとどまることはない。

40

50

粉末がふるい116を通過するとき、ふるい116は、粉末中の凝集物の形成を制限するか実質的に防止するかのいずれかであり、及び/又は形成される凝集物を分離する。

【0024】

開始温度(例えば、室温)からあらかじめ決定された温度まで粉末が加熱される第1の時間の間、加熱及び回転のステップは典型的には同時に行われる。この第1の時間は、15分を超え10時間未満、好ましくは6時間未満、より好ましくは5時間以下、より好ましくは3時間以下、さらにより好ましくは、30分を超え2時間未満であってよい。あらかじめ決定された温度に到達した後、目標温度を ± 5 (すなわち、目標温度の ± 5 の範囲内)、又は好ましくは ± 3 で維持しながら、加熱及び回転のステップは第2の時間の間続けることができる。この第2の時間は、少なくとも少なくとも1分~7時間、好ましくは1分~約6時間、より好ましくは少なくとも1時間~約5時間、さらにより好ましくは少なくとも約1時間~約4時間であってよい。別の一実施形態では、第2の時間は、少なくとも120分以上であってよい。粉末があらかじめ決定された温度まであらかじめ決定された時間の間十分加熱された後、熱処理された粉末は、場合により冷却され、容器114から取り出される。得られたポリマー粉末は、例えば米国特許第9,587,107号明細書などに記載されるような選択的レーザー焼結に使用できる状態である。

10

【0025】

好ましい一実施形態では、容器及び/又は生成物は冷却されてもよく、冷却時間及び速度は、例えば、強制空気、散水、又は油、水、若しくは空気などの流体が循環するジャケットを用いて制御されてもよい。好ましくは、生成物が冷却される時、及び冷却ステップ中は、回転が維持される。制御パラメーターの1つである冷却時間は、一般に、できる限り短くされ、例えば、40分未満、好ましくは30分未満、より好ましくは20分未満、さらにより好ましくは10分未満である。

20

【0026】

図2A及び2Bは、本発明の第2の代表的な実施形態による、概略的に示される、半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末113を熱処理するための別の装置110を示している。装置110は、一般に、加熱装置112と、加熱装置112によって加熱される粉末を収容するための容器114と、容器114内部に配置され、少なくとも部分的に粉末中に埋没するグリッド又はふるい116と、容器114を軸Bのまわりで運動させる(例えば、回転させる)手段118と、容器114を軸Cのまわりで運動させる(例えば、回転させる)手段119とを含む。容器114と、加熱装置112並びに手段118及び119とは、従来の回転成形装置であってよい。適切な回転成形機械は、Ferry Industries, Inc.によって供給されている。回転成形装置は、ConocoPhillipsに付与された米国特許第3,474,165号明細書(その開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される)に記載されている。

30

【0027】

加熱装置112は、熱を発生させて容器114をその熱に曝露するための機構である。加熱装置112は、容器114が中に配置されるオープンであってよい。或いは、加熱装置112は、容器114に接続される又は容器114の一部である発熱体であってよい。加熱装置112は、当業者に周知のあらゆる従来の加熱機構であってよく、図示され説明されるものに限定されるものではない。

40

【0028】

容器114は、粉末が中に収容される中空の箱形容器である。容器114は、取り外し可能な蓋114'を有する。以下により詳細に記載されるように、容器114は、軸B及びCのまわりを回転するように構成される。容器114は、例えばグレード316L又は904などの熱伝導性ステンレス鋼から構成される。容器114は、操作中の汚染又は粉末の放出を防止するために閉鎖系である。

【0029】

ふるい116は、粉末が通過できる孔、細孔、又は開口部を有する有孔板であってよい。或いは、ふるい116は、横方向に分割される部材を有するラック、すなわち、従来の

50

オープンラックなどの形態で提供することができる。ふるい116の開口部のサイズ、形状、及び数は、さまざまであってよい。ふるい116は、例えばグレード316L又は904などの熱伝導性ステンレス鋼から構成されてよい。ふるい116は、容器114の2つの対向する内部のコーナーの間に延在することができ、容器114に対して実質的に固定される。ふるい116は、容器114に対してわずかの量で移動できる場合があり、又は容器114内の同じ場所に固定される場合もある。或いは前述のように、ふるい116を金属球又は類似の物体に置き換えてもよい。別の代案として、ふるい116は全くなくてもよい。

【0030】

容器114を軸Bのまわりで運動させる手段118は、(場合により)図示されるように容器114の底部に(直接又は間接のいずれかで)接続されるシャフトを有するモーターである。手段118は、軸Bのまわりの両方の回転方向に容器114が回転するように構成することができる。

10

【0031】

容器114を軸Cのまわりで運動させる手段119は、(場合により)図示されるように容器114の側面に(直接又は間接のいずれかで)接続されるシャフトを有するモーターである。手段119は、軸Cのまわりの両方の回転方向に容器114が回転するように構成することができる。同時に軸B及びCの両方のまわりを容器114が回転するように手段118及び119を同時に操作できるように、手段118が容器114を回転させるときに、手段119は手段118も回転させる(又はその逆である)。

20

【0032】

手段118及び119は、図示され説明されるものとは異なっていてよい。代案の1つとして、手段118及び119の一方を省略することができる。別の代案として、軸B及びCに対して垂直である第3の軸のまわりに容器を回転させるための、容器の第3の運動手段を設けることができる。さらに別の代案として、手段118及び/又は119は、回転の代わりに、それぞれ軸B及びCに沿って往復方式で容器114を振盪(又は振動)させることができる。別の手段は、軸B及びCに対して垂直である第3の軸に沿って往復方式で容器114を振盪(又は振動)させることができる。

【0033】

容器114内の粉末113の温度を直接又は間接のいずれかで検出するために、温度センサー123を容器114(又は加熱装置112)の内部に配置することができる。

30

【0034】

加熱装置112、手段118及び119、並びに温度センサー123は、コントローラー/プロセッサー120に直接又は間接的に接続される。コントローラー/プロセッサー120は、加熱装置112並びに手段118及び119の動作を制御するように構成される。コントローラー/プロセッサー120は、温度センサー123からの信号を受信するように構成される。コントローラー/プロセッサー120に操作命令を送信するために、ディスプレイ又はキーパッドなどのユーザーインターフェース121が、コントローラー/プロセッサー120に直接又は間接的に接続される。

【0035】

40

半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を熱処理するための装置110の代表的な操作方法の1つによると、最初に容器114にポリマー粉末113が投入される。前述のように、粉末は容器114の全容積未満を占めることができる。次に、コントローラー/プロセッサー120によって、加熱装置112並びに手段118及び119を作動させる。作動すると、装置110に関する前述の説明のように、加熱装置112によって、粉末の組成によって左右されるあらかじめ決定された温度まで容器114内の粉末が加熱される。粉末の溶融、凝集、又は融着が回避される又は最小限となるように、温度が制御される。

【0036】

加熱プロセス中、手段118は、(i)連続的に1つの回転方向、又は(ii)往復若しくは揺動方式(例えば、ある回転方向に1回転未満、及び反対の回転方向に1回転未満

50

)のいずれかで、軸Bのまわりに容器114を回転させる。同様に、手段119は、(i)連続的に1つの回転方向、又は(ii)往復若しくは揺動方式(例えば、ある回転方向に1回転未満、及び反対の回転方向に1回転未満)のいずれかで、軸Cのまわりに容器114を回転させる。手段118及び119は、同時に作動させる場合も、させない場合もある。これを回転又は運動ステップと呼ぶ場合がある。

【0037】

容器114が回転すると、容器114中の粉末によって、粉末粒子の運動及び循環が起こり、これによって粉末の実質的に均一又は均質な加熱が促進され、粉末中のホットスポットが防止され、又は実質的に制限される。ふるい116(又は混合要素)によって、形成された凝集物を分離でき、粉末が混合され、それによって粉末の均一性及び性質が改善される。粉末は、容器114の加熱された内面に対して運動する。したがって、容器114が軸B及びCのまわりを回転するとき、粉末の粒子は運動し、容器114の加熱された内面上の同じ場所にとどまることはない。粉末がふるい116を通過するとき、ふるい116は、粉末中の凝集物の形成を制限するか、若しくは実質的に防止し、又は形成されうる凝集物を分離する。

10

【0038】

加熱及び回転のステップは、典型的には、装置10に関して前述したように行われる。

【0039】

容器及び/又は生成物は冷却されてもよく、冷却時間及び速度は、例えば、強制空気、散水、又は油、水、若しくは空気などの流体が循環するジャケットを用いて制御されてもよい。好ましくは、生成物が冷却されるとき、及び冷却ステップ中は、回転が維持される。制御パラメータの1つである冷却時間は、一般にできる限り短くされ、例えば、40分未満、好ましくは30分未満、より好ましくは20分未満、さらにより好ましくは10分未満である。

20

【0040】

装置110の試験中、粉末はあらかじめ決定された温度(例えば約285)に約90分で到達し、容器114の加熱された表面上で粉末が連続的に移動するため、粉末の温度は実質的に均一であることが分かった。なんらかの理論によって束縛しようとするものではないが、容器114の回転によって、容器114の加熱された内面に接触する粉末の層が常に新しくなり、そのため粉末の新しい層で、容器114の加熱された表面上の粉末の古い層が常に置き換えられると考えられる。熱処理の温度範囲は、好ましくは制限され、維持され、制御されるので、粉末温度の均一性は重要である。特に、熱処理の温度範囲の最高温度を超えると、粉末の溶解及び凝集が起こった。対照的に、本発明の教示による効果的な熱処理によって、所望の改質された結晶構造が実現された。

30

【0041】

図3は、回転成形装置を用いたポリマー粉末の熱処理の典型的な温度プロファイルを示している。この図は、粉末が約275の目標温度に到達するために約100分を要することを示している。

【0042】

本発明を実施するにあたって、比較例の項で以下に記載される別の周知の装置と比較すると、装置10及び110は、半結晶性又は結晶化可能なポリマー粉末を熱処理するための商業的に実現可能な装置であることを発見した。

40

【0043】

本明細書に記載の種類の装置及び方法は、多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマーなどの、半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末と関連した使用に有用である。本発明は、本明細書に記載の特定の好ましい実施形態に限定されるものではなく、容器に対して容器中の粉末を動かす手段を有するあらゆる容器をさらに含む。

【0044】

本発明と関連して使用できるポリマーは、多形の半結晶性ポリマー、及び/又はポリマーのガラス転移温度よりも高い温度にさらされると半結晶性になることができるポリマー

50

を含む。本明細書において使用される場合、用語「多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマー」は、ポリマーが1つ又は2つ以上の結晶形態で存在することができること、及びポリマーが、結晶性である及び/又は熱処理によって1つ以上の結晶性領域を形成可能である1つ以上の領域を有することを意味する。

【0045】

本発明の種々の態様によると、ポリアリールエーテルケトン(PAEK)ポリマーの粉末を使用してよい。例えば、このようなPAEKポリマー粉末は、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリエーテルケトンケトン(PEKK)、ポリエーテルケトン(PEK)、ポリエーテルエーテルケトンケトン(PEEKK)、ポリエーテルピフェニルエーテルケトン(PEDEK)、及びポリエーテルケトンエーテルケトンケトン(PEKKEKK)からなる群から選択されるポリマーの粉末であってよい。国際公開第2015/124903号パンフレットに開示されるようなPEEK-PEDEKなどのポリアリールエーテルケトンのブレンド又は混合物又はコポリマーを本発明の範囲内で使用することもできる。本発明による装置又は本発明による方法を用いた熱処理が有益となりうる別の多形ポリマーとしては、ポリアミド11(PA11)、ポリアミド12(PA12)、及びポリフッ化ビニリデン(PVDF)のホモポリマー及びコポリマーが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

10

【0046】

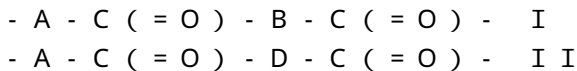
本発明による装置又は方法は、PEEK(ポリエーテルエーテルケトン)及びPEK(ポリエーテルケトン)などの1つの結晶形を有するポリマー材料にも適用可能である場合があり、この場合、高温における処理によって、結晶ラメラの直線的な結晶化度が増加し、DSCによって観察されるような最終生成物の溶融温度及び/又は溶融ピークの形状に直接的な方法で影響が生じる(Iso 11357に記載されるような第1の加熱中)。

20

【0047】

本発明は、ポリエーテルケトンケトン(PEKK)の場合に特に有用である。ポリエーテルケトンケトンは、当技術分野において周知であり、そのそれぞれの開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される以下の特許に記載の方法などのあらゆる適切な重合技術を用いて調製することができる：米国特許第3,065,205号明細書、米国特許第3,441,538号明細書、米国特許第3,442,857号明細書、米国特許第3,516,966号明細書、米国特許第4,704,448号明細書、米国特許第4,816,556号明細書、及び米国特許第6,177,518号明細書。PEKKポリマーは、それらが多くの場合に2つの異なる異性体繰り返し単位を含むという点で、一般的な種類のPAEKポリマーとは異なる。これらの繰り返し単位は、以下の式及びII:

30



で表すことができ、式中、Aはp, p' - Ph - O - Ph - 基であり、Phはフェニレン基であり、Bはp - フェニレンであり、及びDはm - フェニレンである。ポリエーテルケトンケトン中の一般にT:I比と呼ばれる式I:式IIの異性体比は、ポリマーの全体の結晶性が変化するように選択される。T:I比は、一般に50:50~100:0で変動し、幾つかの実施形態では60:40~80:20、又は55:45~90:10で変動する。80:20などのより大きなT:I比では、60:40などのより小さいT:I比と比較すると、より高い結晶化度が得られる。ある実施形態によると、本発明により処理される粉末は、約60:40、又は約70:30、又は約80:20、又は約50:50のT:I比を有するPEKK粉末である。

40

【0048】

適切なポリエーテルケトンケトンは、種々のブランド名で幾つかの商業的供給源から入手可能である。例えば、ポリエーテルケトンケトンは、ArkemaによりKEPSTAN(登録商標)ポリマーのブランド名で販売されている。特定のT:I比を有するポリマーの使用に加えて、ポリエーテルケトンケトンの混合物を使用することができる。

【0049】

50

本発明において使用される粉末は、合成によって直接製造することができ、又は粉碎、エアミル粉碎、噴霧乾燥、凍結乾燥、若しくは微粉末への直接溶融加工などの種々の方法によって製造することができる。好ましくは、粉末が最初に製造され、熱処理が行われる。熱処理方法及びこの方法によって製造される粉末は、任意の特定の粒度に限定されるものではない。粉末の粒度は、個別の用途の必要性に基づいて、熱処理方法の前又は後に調節することができる。一般に、本発明に有用な粉末は、0.002ミクロン～0.1メートル、より好ましくは0.01ミクロン～1.0mmの間のメジアン体積平均粒度/直径を有することができる。選択的レーザー焼結(SLS)に使用する場合、15～150ミクロンのメジアン体積平均粒度/直径が好ましい場合があり、より好ましくは30～75ミクロンであってよい。「メジアン体積平均粒度」及び「メジアン体積平均粒径」は、本明細書において同義で使用される。

10

【0050】

本発明のある非限定的な態様によると、PEKKフレークを粉碎すると、ISO13320:2009などの当技術分野において周知のレーザー光散乱方法を用いて乾燥粉末を用いて測定して約10ミクロン～約150ミクロンの間のメジアン体積平均粒径を有するPEKK粉末が生成される。本明細書において使用される場合、「粉末」は、PEKKの小さな粒子から構成される材料を意味することができる。PEKK粉末は、約10、20、30、40、50、60、70、80、90、100、110、120、130、140、又は約150ミクロンのメジアン体積平均粒度を有することができる。好ましい態様では、PEKK粉末は約30ミクロン～約100ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する。別の好ましい態様では、PEKK粉末は約50ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する。

20

【0051】

本発明のある非限定的な態様によると、種々の構造の多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマーは、高温での粉末の流動が必要な用途においてより良好な粉末の取り扱い及び耐久性を得るために、結晶の融点又は溶融ピークの形状が上昇する、低下する、又は調節されるように熱処理することができる。多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマーは、結晶化を誘発する、及び/又は結晶性ポリマーが別の熱力学的により安定な結晶形に変換されるように熱処理することができる。

【0052】

非限定的な一実施形態では、ポリマーは、少なくとも2つの結晶形態を有することができるポリエーテルケトンケトン(PEKK)を含む。この実施形態では、PEKKは最初に非晶質であるが、熱処理を行うと、少なくとも一部のPEKKが、少なくとも1つの結晶形態に変換され、この形態が少なくとも部分的に、より高融点の結晶形態に変換可能となる、ということが可能である。次に熱処理ステップで、ポリマー組成物を、最高融点の結晶形態の融点よりも低く、別の結晶形態の溶融範囲内又はそれより高い温度に、ポリマー組成物中の別の結晶形態に対して最高融点の結晶形態の含有量を増加させる時間の間曝露することによって、より高融点の結晶形態の含有量を増加させることができる。

30

【0053】

さらに別の実施形態では、1つの結晶形のポリエーテルケトンケトンの含有量を増加させる方法であって、より低融点の結晶形のポリエーテルケトンケトンの溶融範囲又はそれより高い温度であって、より高融点の結晶形のポリエーテルケトンケトンの融点よりも低い温度において、別の結晶形のポリエーテルケトンケトンを含むポリマー組成物を熱処理するステップを少なくとも含む、方法が提供される。この実施形態でも、出発ポリエーテルケトンケトンは最初に非晶質であるが、熱処理によって、少なくとも一部のポリエーテルケトンケトンが、1つ又は両方の別の結晶形に変換されることが可能である。

40

【0054】

限定するものではないが、選択的レーザー焼結、回転成形、及び粉末コーティングなどのポリマー粉末を変換するためのあらゆる適切な方法又は周知の方法を用いて、本発明による装置又は本発明による方法を用いて熱処理された粉末を、有用な物品又は物品上のコ

50

ーティングに変換することができる。

【 0 0 5 5 】

発明例 1：図 1 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PL PEKK 粉末（Arkema, Inc. の製品）。充填：容器の容積の約 30 %。

【 0 0 5 6 】

方法：室温において容器にポリマー粉末を充填した。充填した容器をオープン中に入れた。オープンの設定点温度を 293 で固定した。293 の設定点温度によって、285 でのポリマー粉末の熱処理が行われた。設定温度（293）には 2 時間後に到達し、続いて 3 時間維持した。容器は、10 rpm の一定回転で動かした。粉末を充填した容器を次にオープンから取り出し、次にパルス空気で冷却した。この段階中、容器の回転を維持した。処理された粉末は、後に使用する前にふるいにかけることができる。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 50 ± 3 ミクロンであった。

10

【 0 0 5 7 】

発明例 2：図 1 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PL PEKK 粉末。充填：容器の約 10 %。

【 0 0 5 8 】

方法：室温において容器にポリマー粉末を充填した。充填した容器をオープン中に入れた。オープンの設定点温度を 293 で固定した。293 の設定点温度によって、285 で粉末の熱処理が行われた。設定温度（293）には 2 時間以内に到達し、続いて 3 時間維持した。容器は、10 rpm の一定回転で動かした。粉末を充填した容器をオープンから取り出し、次にパルス空気で冷却した。この段階中、容器の回転を維持した。処理された粉末は、後に使用する前にふるいにかけることができる。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 50 ± 3 ミクロンであった。

20

【 0 0 5 9 】

発明例 3：図 1 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PL PEKK 粉末。充填：容器の容積の約 50 %。

30

【 0 0 6 0 】

方法：室温において容器にポリマー粉末を充填した。充填した容器をオープン中に入れた。オープンの設定点温度を 293 で固定した。293 の設定点温度によって、285 でのポリマー粉末の熱処理が行われた。設定温度（293）には 2 時間以内に到達し、続いて 3 時間維持した。容器は、10 rpm の一定回転で動かした。粉末を充填した容器をオープンから取り出し、次にパルス空気で冷却した。この段階中、容器の回転を維持した。処理された粉末は、後に使用する前にふるいにかけることができる。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 50 ± 3 ミクロンであった。

【 0 0 6 1 】

発明例 4：図 1 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PL PEKK 粉末。充填：容器の約 55 %。

40

【 0 0 6 2 】

方法：室温において容器にポリマー粉末を充填した。充填した容器をオープン中に入れた。オープンの設定点温度を 293 で固定した。293 の設定点温度によって、285 でのポリマー粉末の熱処理が行われた。設定温度（293）には 2 時間後に到達し、続いて 5 時間維持した。容器は、10 rpm の一定回転で動かした。粉末を充填した容器を次にオープンから取り出し、次にパルス空気で冷却した。この段階中、容器の回転を維持した。処理された粉末は、後に使用する前にふるいにかけることができる。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 50 ± 3 ミクロンであった。

50

【 0 0 6 3 】

発明例 5：図 1 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PL PEKK 粉末（Arkema, Inc. の製品）。充填：容器の容積の約 30%。

【 0 0 6 4 】

方法：室温において容器にポリマー粉末を充填した。充填した容器をオープン中に入れた。オープンの設定点温度を 281 で固定した。281 の設定点温度によって、275 でのポリマー粉末の熱処理が行われた。設定温度（281）には 2 時間後に到達し、続いて 3 時間維持した。容器は、10 rpm の一定回転で動かした。粉末を充填した容器を次にオープンから取り出し、次にパルス空気で冷却した。この段階中、容器の回転を維持した。処理された粉末は、後に使用する前にふるいにかけることができる。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 50 ± 3 ミクロンであった。

10

【 0 0 6 5 】

発明例 6：図 1 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 70 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PEKK 粉末（Arkema, Inc. の製品）。充填：容器の容積の約 30%。

【 0 0 6 6 】

方法：室温において容器にポリマー粉末を充填した。充填した容器をオープン中に入れた。オープンの設定点温度を 293 で固定した。293 の設定点温度によって、285 でのポリマー粉末の熱処理が行われた。設定温度（293）には 2 時間後に到達し、続いて 3 時間維持した。容器は、10 rpm の一定回転で動かした。粉末を充填した容器を次にオープンから取り出し、次にパルス空気で冷却した。この段階中、容器の回転を維持した。処理された粉末は、後に使用する前にふるいにかけることができる。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 70 ± 5 ミクロンであった。

20

【 0 0 6 7 】

発明例 7：図 2 A 中に示されるようなオープン中に配置される回転可能な容器

材料：約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K e p s t a n（登録商標）6002 PL 粉末。

【 0 0 6 8 】

装置：431 × 431 × 675 mm³ の寸法を有する 4.76 mm の 304 ステンレス鋼でできた平行六面体のチャンバーを用いた STP Lab 40 Rotomolder。

30

【 0 0 6 9 】

方法：図 2 B 中に示されるようにチャンバー中に対角状に配置されるステンレス鋼グリッドとともに、20 kg のポリマー粉末をチャンバー中に入れた。粉末が占める体積は、チャンバーの全容積の約 4.2% であった。オープン温度を 285 に設定した。チャンバーをオープン中に入れ、図 2 A 中に示されるような 2 つの軸のまわりに連続的に回転させた。型の内部の粉末の温度はロトログ（rotolog）で監視し、記録した。図 3 中に示されるように、約 2 時間後、粉末は 285 ± 3 の目標温度に到達し、次に粉末をさらに 3 時間この温度で維持した。図 3 は、粉末温度を示す曲線を平滑にするために修正してあることに留意されたい。次にチャンバーをオープンから取り出し、強制空気をを用いて冷却した。取り出すと、粉末は、260 ミクロンにおけるふるい分けで粉末から容易に分離可能な凝集物を 15% 未満で有する易流動性の粉末であった。これらの凝集物は、弱い圧力を加えると容易に破壊できて微粉末に戻ることが分かった。チャンバーの壁の上に破片 / 集塊 / 溶解生成物は見られなかった。こうして得られた粉末のメジアン体積平均粒度を測定すると約 50 ± 3 ミクロンであった。

40

【 0 0 7 0 】

比較例：以下の各比較例の試験中に、約 50 ミクロンのメジアン体積平均粒度を有する K E P S T A N（登録商標）6002 PL ポリマー粉末を使用した。

【 0 0 7 1 】

50

比較例 1：循環空気オープン

広範な試験後、循環空気オープンの効率及び生産性は低いことが分かった。粉末の熱伝達係数が低いため、一度に粉末の薄層のみが処理され、そのためプロセスが遅くなりすぎて許容できない。一例では、厚い 5 cm の粉末層は、粉末の内部温度がオープンの温度（例えば、285）に到達するまでに約 7 時間を要した。

【0072】

比較例 2：スクリーノアジテーターノ攪拌装置

米国特許出願公開第 20120364697 号明細書（その開示全体があらゆる目的で参照により本明細書に援用される）などの一部の従来技術の参考文献は、粉末を循環させるために攪拌装置を粉末中に埋没させる可能性に言及している。粉末が収容される容器は静止したままであることに言及している。比較試験において、この方法では、粉末の不均一な加熱及びホットスポットが生じ、それによって、溶融したポリマー、装置の壁上の付着物（したがって熱伝達過程が遅くなる）、凝集した粉末、及び熱処理された粉末中の塊が生じ得ることが分かった。

【0073】

比較例 3：流動床

流動床ヒーターでは、粉末は容器内に収容され、容器の外壁が加熱される。同時に、気流中に固体を浮遊させるのに十分速い速度で、気体（空気など）が容器に通される。比較試験において、粉末を流動化させるのに必要な空気の量では、粉末が容器を出る前に粉末があらかじめ決定された熱処理温度に到達できないことが分かった。

【0074】

比較例 4：パドル乾燥機

パドル乾燥機は、加工塊に熱を加えるか又は熱を除去する、機械的攪拌を行う間接熱伝達装置である。パドル乾燥機は、粉末及び顆粒の間接的な乾燥、加熱、冷却、低温殺菌、結晶化、及び反応に使用することができる。操作中、容器及びパドルが加熱され、粉末が容器中に分配される。比較試験において、少なくとも部分的には、パドル乾燥機の内部に配置される粉末の凝集によって形成される断熱層のために、粉末は、あらかじめ決定された熱処理温度（目標温度の 285 ではなく、例えば 260）には到達しないことが分かった。

【0075】

比較例 5：振動熱処理ユニット

振動熱処理ユニットでは、電流によってらせん管の振動と加熱との両方が起こる。粉末は管の底部開口部に導入され、振動によって、粉末は加熱されたらせん管の内部に移送され、加熱され、管の底部開口部から出る。比較試験において、粉末は、らせんの中に詰まり始め、上部開口部から出ることができないことが分かった。

【0076】

本発明の態様

本発明の種々の説明的な態様は以下のようにまとめることができる：

態様 1：多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末の熱処理方法であって：

容器の内部領域内に収容される粉末を、ポリマーの最高融点の結晶形態の溶融温度よりも低い温度に加熱するステップと；

容器内の粉末を容器に対して運動させるために、容器を運動させるステップと、を含む方法。

【0077】

態様 2：粉末が、ポリアリールエーテルケトン（PAEK）、より好ましくはポリエーテルケトンケトン（PEKK）、最も好ましくは約 60：40 の T：I 比を有するポリエーテルケトンケトン（PEKK）を含む、態様 1 の方法。

【0078】

態様 3：粉末がポリエーテルケトンケトン（PEKK）を含み、加熱するステップが、PEEK 粉末を 230 ~ 295 又は 260 ~ 290 の温度に加熱するステップを

10

20

30

40

50

含む、態様 2 の方法。

【 0 0 7 9 】

態様 4 : 熱処理された粉末をレーザー焼結するステップをさらに含む、態様 1 ~ 4 のいずれかの方法。

【 0 0 8 0 】

態様 5 : 加熱するステップが、ポリマーのガラス転移温度 (T g) よりも高い温度に粉末を加熱するステップを含む、態様 1 ~ 4 のいずれかの方法。

【 0 0 8 1 】

態様 6 : 容器内に配置されたふるいを通過するように粉末を運動させるステップ、又は粉末を通過するようにコンパクトな形状を有する混合要素を運動させるステップのいずれかをさらに含む、態様 1 ~ 5 のいずれかの方法。

10

【 0 0 8 2 】

態様 7 : 容器内に配置されるふるいを通過するように粉末を運動させるステップと、容器とともにふるいを回転させるステップとをさらに含む、態様 1 ~ 6 のいずれかの方法。

【 0 0 8 3 】

態様 8 : 容器の第 1 の軸のまわりの 1 つの回転方向に容器を回転させるステップをさらに含む、態様 1 ~ 7 のいずれかの方法。

【 0 0 8 4 】

態様 9 : 容器の第 1 の軸のまわりの 2 つの異なる回転方向に容器を回転させるステップをさらに含む、態様 1 ~ 8 のいずれかの方法。

20

【 0 0 8 5 】

態様 1 0 : 容器の第 1 の軸のまわりの第 1 の回転方向に容器を回転させるステップと、容器が 1 回転に到達する前に、第 1 の回転方向とは反対の第 2 の回転方向に容器を回転させるステップとをさらに含む、態様 1 ~ 9 のいずれかの方法。

【 0 0 8 6 】

態様 1 1 : 第 1 の軸に対して垂直である容器の第 2 の軸のまわりに容器を回転させるステップをさらに含む、態様 1 ~ 1 0 のいずれかの方法。

【 0 0 8 7 】

態様 1 2 : 第 1 及び第 2 の軸のまわりに容器を同時に回転させるステップをさらに含む、態様 1 1 の方法。

30

【 0 0 8 8 】

態様 1 3 : 容器をオープン中に配置するステップをさらに含む、態様 1 ~ 1 2 のいずれかの方法。

【 0 0 8 9 】

態様 1 4 : 容器が回転成形ユニットの一部を形成する、態様 1 ~ 1 3 のいずれかの方法。

【 0 0 9 0 】

態様 1 5 : 容器の運動中に容器の内面から集塊を除去するステップをさらに含む、態様 1 ~ 1 4 のいずれかの方法。

【 0 0 9 1 】

態様 1 6 : 多形の半結晶性又は結晶化可能なポリマーの粉末を熱処理するための装置であって：

40

粉末を、ポリマーの最高融点の結晶形態の溶融温度よりも低い温度に加熱するための加熱装置と；

加熱装置によって発生する熱に曝露する容器であって、粉末を収容するための内部領域を画定する容器と；

容器内の粉末を容器に対して運動させるための、容器の運動手段と、を含む、装置。

【 0 0 9 2 】

態様 1 7 : 容器の運動によって容器内の粉末をふるい分けするために容器内に配置されるふるいをさらに含む、態様 1 6 の装置。

50

【 0 0 9 3 】

態様 18：ふるいが有孔パネルである、態様 17 の装置。

【 0 0 9 4 】

態様 19：運動手段が、容器を回転させるように構成されるモーターシャフトであり、モーターシャフトが直接又は間接のいずれかで容器に取り付けられる、態様 16 ~ 18 のいずれかの装置。

【 0 0 9 5 】

態様 20：運動手段が、容器を回転させるために容器に接触して配置されるモーター付きローラーである、態様 16 ~ 19 のいずれかの装置。

【 0 0 9 6 】

態様 21：容器が円筒管である、態様 16 ~ 20 のいずれかの装置。

【 0 0 9 7 】

態様 22：容器が箱形である、態様 16 ~ 20 のいずれかの装置。

【 0 0 9 8 】

態様 23：加熱装置がオープンであり、容器がオープン内に配置される、態様 16 ~ 22 のいずれかの装置。

【 0 0 9 9 】

態様 24：加熱装置が発熱体であり、発熱体が容器に接続される、態様 16 ~ 22 のいずれかの装置。

【 0 1 0 0 】

態様 25：装置が回転成形ユニットである、態様 16 ~ 24 のいずれかの装置。

【 0 1 0 1 】

態様 26：容器の内面から集塊を除去するための手段をさらに含む、態様 16 ~ 25 のいずれかの装置。

【 0 1 0 2 】

本明細書において、明確で簡潔な明細書を書くことを可能にする方法で実施形態を記載してきたが、実施形態は、本発明を逸脱せずに種々の組み合わせ又は分離が可能であることを意図しており、そのように認識されるであろう。例えば、本明細書に記載のすべての好ましい特徴は、本明細書に記載される本発明のすべての態様に適用可能であることを認識されるであろう。

【 0 1 0 3 】

特定の実施形態を参照しながら本明細書において本発明を例示し説明してきたが、示された詳細に本発明が限定されることを意図するものではない。むしろ、請求項の同等物の意図及び範囲の中で、本発明から逸脱することなく、詳細において種々の修正を行うことができる。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- ジェ、シュマン・デ・モン、1
(72)発明者 ナディーヌ・デクレマー
フランス国27170ボーモンテル、コート・ダルクール18
- (72)発明者 ジェローム・パスカル
フランス国27410グランシェン、ル・ブロン
- (72)発明者 ブルース・クレイ
アメリカ合衆国19512ペンシルベニア州ボイヤータウン、ロングビュー・ロード6
- 合議体
審判長 檀本 英吾
審判官 井口 猶二
審判官 植前 充司
- (56)参考文献 国際公開第17/116885号(WO, A1)
特表平09-508315号公報(JP, A)
特開平11-286555号公報(JP, A)
特表2013-543457号公報(JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
B28B 7/06- 7/20
B29B 13/02
B29C 41/04