



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0719591-5 A2



(22) Data de Depósito: 28/11/2007
(43) Data da Publicação: 17/12/2013
(RPI 2241)

(51) Int.Cl.:
C08G 63/00

(54) Título: PARTÍCULAS ESTÁVEIS DE LACTÍDIO

(57) Resumo:

(30) Prioridade Unionista: 28/11/2006 EP 06 124934.8,
26/07/2007 EP 07 113211.2

(73) Titular(es): Purac Biochem B.V.

(72) Inventor(es): Sicco de Vos

(74) Procurador(es): Dannemann ,Siemens, Bigler &
Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007062917 de
28/11/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/065130de
05/06/2008

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PARTÍCULAS ESTÁVEIS DE LACTÍDIO"**.

A presente invenção refere-se a partículas de lactídio, mais especificamente a partículas de lactídio que são bastante estáveis para serem guardadas e transportadas na temperatura ambiente e que possuem uma
5 qualidade elevada o bastante para serem usadas como material de partida para o ácido poliláctico.

O esgotamento contínuo dos espaços destinados a aterro sanitário, o esgotamento das reservas de energia de fóssil, em particular do petróleo, a necessidade subsequente de utilização desses produtos e suas re-
10 lações com a produção de vários gases relacionados com os problemas do efeito estufa, novas formas de recursos renováveis de carbono e os problemas associados com a incineração de resíduos, levaram à necessidade do desenvolvimento de polímeros realmente biodegradáveis para serem utiliza-
15 dos como substitutos para os que não são biodegradáveis ou que são apenas parcialmente biodegradáveis, embalagens, revestimentos de papel e outras aplicações não relacionadas com a indústria médica, feitas de polímeros de origem petroquímica, daqui por diante referidos como "aplicações amplas". O uso do ácido láctico e lactídio para a produção de um polímero
20 biodegradável é bem conhecido na indústria médica. Como divulgado por Nieuwenhuis et al., (EU 5.053.485), tais polímeros foram usados para a realização de suturas, braçadeiras, placas ósseas e dispositivos de liberação controle biologicamente ativos, biodegradáveis. Será apreciado que os processos desenvolvidos para a produção de polímeros a serem utilizados na
25 indústria médica possuem técnicas incorporadas que correspondem à necessidade de alta pureza e biocompatibilidade no produto polimérico final.

Além disso, os processos foram projetados para produzir pequenos volumes de produtos com alto valor comercial agregado, com menor ênfase no custo de fabricação e nos rendimentos.

30 É conhecido que o ácido láctico sofre uma reação de condensação para formar o ácido poliláctico através de uma desidratação. Dorough reconheceu e divulgou na Patente US 1.995.970, que o ácido poliláctico re-

sultante é limitado a um polímero de baixo peso molecular de valor limitado, baseado em suas propriedades físicas, devido a uma reação de polimerização competitiva em que é gerado o dímero cíclico do ácido láctico, lactídio. Conforme a cadeia de ácido polilático se alonga, a taxa de reação de polimerização desacelera até que ela atinge a taxa da reação de polimerização, que efetivamente, limita o peso molecular dos polímeros de policondensação resultantes.

Desse modo, na maioria das publicações, nos processos para a produção do ácido polilático é descrito que primeiro é preparado um pré-polímero do ácido láctico, o dito pré-polímero sendo despolimerizado na presença de um catalisador para formar um lactídio bruto por uma reação de fechamento de anel, o dito lactídio bruto sendo posteriormente purificado e o lactídio sendo usado como material de partida para a preparação do ácido polilático pela polimerização por abertura de anel. Para o objetivo da presente descrição o termo ácido polilático e polilactídio é usado de modo alternável. É bem conhecido que o ácido láctico existe em duas formas que são enantiômeros óticos, indicados como ácido D-lático e ácido L-lático. O ácido D-lático, o ácido L-lático, ou as misturas dos mesmos podem ser polimerizadas para formar um peso molecular intermediário o ácido polilático que, depois da reação de fechamento de anel, gera lactídio tal como antes divulgado. Os lactídios (às vezes também referidos como dilactídios), ou o dímero cíclico do ácido láctico, podem possuir de uma três tipos de configurações esteroquímicas dependendo se é derivado de duas moléculas do ácido L-lático, ou duas moléculas do ácido D-lático ou uma molécula do ácido L-lático e uma molécula do ácido D-lático. Esses três dímeros são designados como L-lactídio, D-lactídio e meso-lactídio, respectivamente. Além disso, uma mistura 50/50 de L-lactídio e D-lactídio com um ponto de fusão de aproximadamente 126 °C é muitas vezes referida a na literatura como D,L-lactídio. A atividade ótica do ácido láctico ou do lactídio é conhecida por se alterar sob certas condições, com uma tendência para o equilíbrio na inatividade ótica, onde estão presentes quantidades iguais dos enantiômeros D e L. Conhece-se que concentrações relativas de enantiômeros D e L nos ma-

teriais iniciais, a presença de impureza ou catalisadores, temperaturas variadas, tempos de residência e pressões afetam a taxa de tal racemização. A pureza ótica do ácido láctico, ou do lactídio, é decisiva para a estereoquímica do ácido poliláctico obtido a partir da polimerização por abertura do anel do lactídio. Em relação ao ácido polilático, a estereoquímica e o peso molecular são os parâmetros-chave para qualidade do polímero.

Quando do preparo do ácido poliláctico para a indústria médica é usado muitas vezes o lactídio em forma de pó cristalino como o material de partida. Esses cristais, que estão comercialmente disponíveis há mais de 30 anos, são altamente higroscópicos e são empacotados sob inerte atmosfera em pacotes herméticos protegidos contra a umidade e guardados em freezer (temperatura abaixo de -12°C). Será claro que estas precauções não podem ser tomadas quando o ácido poliláctico é usado para aplicações amplas porque resultaria em um produto demasiado caro.

Em publicações decorendo os processos para a preparação do ácido poliláctico para aplicações amplas, os lactídios formados e purificados são diretamente alimentados na sua forma de líquido fundido em um reator de polimerização para formar o polilactídio. Ver por exemplo as Patentes EP 0.623.153 e EU 6.875.839. Pela conversão direta do lactídio recentemente preparado no ácido poliláctico, os efeitos negativos da instabilidade relativa do lactídio podem ser controlados minimizando o tempo de residência do lactídio no reator. Entretanto, esse processo necessita que a produção do lactídio e a produção do ácido polilático sejam combinadas, isso torna o processo bastante inflexível e cria uma barreira de entrada a novos produtores de ácido poliláctico, porque existe a necessidade de grandes investimentos em equipamentos. Em segundo lugar, como a qualidade do lactídio é decisiva para o peso molecular e a estereoquímica que podem ser obtidas no ácido poliláctico e o processo de fechamento do anel e de purificação necessitam de um controle estrito de temperatura, da pressão e do tempo de residência, essa é também a parte mais delicada do processo de produção de ácido poliláctico. O risco de fracasso nesta parte do processo alarga ainda mais a barreira para a entrada de novos produtores. Se novos produtores de ácido

poliláctico para aplicações amplas puderem ser simplesmente abastecidos de lactídio estável, de alta qualidade, essa carga de custos seria retirada deles e a substituição dos polímeros de base petroquímica por copolímeros a base de ácido láctico poderia realmente acontecer. Foi sugerido transportar o lactídio na sua forma fundida (os pontos de fusão do D-lactídio e do L-lactídio são 97°C). Juntamente com o fato de que esse tipo do transporte é caro, o transporte e o armazenamento do lactídio no estado fundido também são prejudiciais para a qualidade do lactídio porque a racemização, a hidrólise e as reações de polimerização são aceleradas nessas temperaturas. O mesmo problema ocorre no processo de conversão direta quando o tempo de residência do lactídio não é precisamente controlado.

Para esse fim, a presente invenção está direcionada a um método para a produção de partículas estáveis de lactídio, de alta qualidade, o dito método compreendendo submeter o lactídio fundido a um processo de floculação que eficazmente transforma o líquido lactídio fundido em um sólido grosso granulado. Encontrou-se que as partículas de lactídio, também referidas como os flocos, produzidas via o processo de floculação de acordo com a presente invenção são bastante estáveis, em termos de quimicamente estáveis contra a ocorrência de racemização, oxidação e hidrólise, para armazenamento e transporte na temperatura ambiente e podem ser prontamente usadas como material de partida para a produção do ácido poliláctico para aplicações amplas. As partículas estáveis do lactídio tem o significado de que quando armazenadas as partículas do lactídio possuindo um teor de ácido livre inicial de no máximo 5 meq/kg a 20 graus Celcius no ar, o teor de ácido livre ainda estará abaixo de 2.000 depois de 10 semanas do armazenamento.

Além disso, é encontrado que o método de floculação ou o processo de acordo com a presente invenção são um método rápido, barato e surpreendentemente eficiente para a produção de partículas estáveis de lactídio. Conhece-se que o pó cristalino de lactídio usado na indústria médica é produzido via a cristalização em solvente sendo, desse modo, pode ser atin- gida uma técnica com a alta pureza química que é necessária para as apli-

cações médicas. A cristalização em solvente é entretanto um processo muito caro, não ambientalmente amigável e complexo devido aos solventes que são usados. O processo de floculação de acordo com a presente invenção não tem essas desvantagens.

5 O presente processo de floculação também não inclui longos tempos de processamento e as demoradas etapas adicionais de secagem como é o caso, por exemplo, quando um processo de solificação de gotas de material fundido caindo em contracorrente com um fluxo de ar ascendente é usado para produzir partículas de lactídio. E também, os problemas, tais
10 como racemização, hidrólise e oxidação são evitados utilizando o processo de floculação de acordo com a presente invenção, que desse modo, resulta em partículas de lactídio de alta qualidade, significativamente mais elevada do que, por exemplo, as partículas de lactídio feitas via solificação de gotas de material fundido caindo em contracorrente com um fluxo de ar ascendente.
15 te.

Com o processo de floculação de acordo com a presente invenção, por exemplo, pode ser obtida uma taxa de produção, dependendo da temperatura do esfriamento e da velocidade de rotação do tambor, que foi, no mínimo, de duas a três vezes mais alta em comparação com um processo alternativo usado para produção de pastilhas de lactídio.
20 so alternativo usado para produção de pastilhas de lactídio.

Além disso, os flocos de lactídio resultantes exibem propriedades favoráveis que os fazem muito adequados a um processamento adicional. Encontrou-se, por exemplo, que os flocos do lactídio da presente invenção podem ser processados de modo relativamente rápido e fácil em uma
25 etapa subsequente adicional de fusão levando a curtos tempos de residência nessa etapa de fusão. Esses curtos tempos de residência oferecem a vantagem de que o risco da ocorrência de reações secundárias, levando, por exemplo, à formação de ácido láctico, de ácido lactoílático e de água, é significativamente reduzido e assim a pureza da alta qualidade do lactídio é conservada. Em combinação com os curtos tempos de residência necessários,
30 a temperatura do processo de fusão pode ser baixada, o que também é positivo, pois as reações secundárias supracitadas ocorrerão com menor proba-

bilidade. Além disso, as partículas de lactídeo produzidas através do presente processo de floculação são de fácil dispersão e assim uma menor solicitação mecânica é necessária para o dito processamento de homogenização. Isso também reduz o risco da ocorrência de quaisquer reações secundárias.

5 Os lactídeo usados no processo de floculação de acordo com a presente invenção estão na forma fundida, significando que todo o lactídeo na entrada do processo de solidificação está em uma temperatura acima o ponto de fusão do lactídeo. O processo de floculação com uma temperatura mais baixa do que o ponto de fusão do lactídeo, permite ao lactídeo fundido
10 solidificar na dita superfície e a retirada do lactídeo de aquela superfície. A dita superfície pode ser resfriada internamente ou externamente e isso pode ser produzido por vários meios conhecidos da pessoa versada.

Em uma modalidade preferida, o lactídeo solidificado cai da superfície sob a influência da gravidade e ser assim é removido da superfície.

15 Em outra uma modalidade preferida da presente invenção, os lactídeo solidificado na superfície entra em contato com um meio que retira ou raspa o lactídeo solidificado da dita superfície para coleta do produto.

O equipamento usado para o processo de floculação, ou pelo menos aquelas partes que entrarão em contato com o lactídeo, são preferi-
20 velmente fabricadas de material resistente à corrosão, tal como aço inoxidável. Além disso, para evitar a absorção de água das partículas de lactídeo, o processo de floculação é preferivelmente conduzida sob gás inerte ou atmosfera seca tal como sob nitrogênio ou ar seco.

O processo de floculação de acordo com a presente invenção
25 pode ser realizado com o equipamento convencional de tambor de floculação usado nos vários processos térmicos nas indústrias química e de alimento. Com o dito tambor de floculação, o lactídeo fundido se solidifica na superfície do tambor, e depois é removido da dita superfície por meio da gravidade ou por meio de algum tipo de dispositivo de raspagem.

30 São possíveis vários tipos de tambor de floculação. Alguns exemplos aqui são os tambores de floculação rotativos em que o tambor rotativo passa através de um lactídeo fundido em uma panela de mergulho em-

baixo do tambor, ou em que o lactídio fundido é "estendido" por cima do tambor rotativo por meio de, por exemplo, um rolo aplicador de superior. É naturalmente também possível aplicar o lactídio fundido no dito tambor de rotação por outros meios bem conhecidos da pessoa versada na técnica.

- 5 Um exemplo pode ser borrifar ou gotejar do lactídio fundido sobre a superfície do tambor.

Outro exemplo de um meio apropriado para uso no processo de floculação são a floculação em correia. Aqui o lactídio fundido pode ser aplicado sobre uma correia resfriada e móvel em vez de um tambor rotativo. O
10 lactídio solidifica e depois disso é removido por meio da gravidade ou por meio de algum tipo do dispositivo de raspagem.

Opcionalmente uma etapa de peneiramento pode ser realizada depois do processo de floculação para evitar a formação de pó durante o transporte e durante um processamento adicional para formar o polilactídio.

- 15 As partículas estáveis do lactídio podem ser formadas possuindo diferentes áreas superficiais por unidade de volume. As partículas podem ser obtidas com uma área superficial por unidade de volume entre 1.000 e 3.000 m^{-1} mas também até 10.000 m^{-1} . Foi encontrado que partículas de lactídio possuindo uma área superficial por unidade de volume de 3.000 a 10.000 m^{-1}
20 ¹ mostrou uma estabilidade química mais ideal para transporte e armazenamento e para uma etapa de processamento adicional de fusão ou outras etapas de processamento.

Tal como acima mencionado, a pureza ótica do lactídio é muito importante para a estereoquímica do ácido poliláctico que é obtido. Desse
25 modo, é preferido que o lactídio presente nas partículas de acordo com a invenção contenham mais do que 95 % em peso de D-lactídio ou L-lactídio, preferivelmente mais do que 98,5 % em peso de D-lactídio ou L-lactídio, mais preferivelmente mais do que 99,5 % em peso de D-lactídio ou L-lactídio.

- 30 O teor de água do lactídio é também um fator importante para a estabilidade das partículas de lactídio.

A contaminação por água ao final hidroliza o lactídio ao ácido

lático. Foi encontrado que se o teor de água estiver abaixo de 200 ppm, a estabilidade das partículas de lactídio, quando armazenado na temperatura ambiente em pacotes herméticos e à prova de vapor, é assegurada por vários meses. Preferivelmente, o teor de água está abaixo de 100 ppm porque esse teor aumenta mais a estabilidade e assim vida de armazenagem do lactídio. O teor de água do lactídio pode ser medido por meio de uma titulação de Karl-Fisher tal como será reconhecido pelo técnico.

Também o teor de ácido livre do lactídio (ácido láctico ou ácido lactoil láctico) é importante para a estabilidade e a qualidade do lactídio. A presença do ácido láctico e ou do ácido lactoil láctico no monômero de lactídio resultará em taxas reduzidas de polimerização na produção adicional de ácido polilático e em polímeros do ácido polilático de peso molecular limitado. Se o teor de ácido livre está abaixo de 50 miliequivalentes por quilograma de lactídio (meq.kg^{-1}) a estabilidade das partículas do lactídio quando armazenado na temperatura ambiente em pacotes herméticos e à prova de vapor é assegurada para vários meses. Preferivelmente, o teor ácido está abaixo de 20 meq.kg^{-1} porque isso também aumenta a estabilidade do lactídio. Mais preferivelmente o teor ácido está entre 0 e 10 meq.kg^{-1} e mais preferivelmente, o teor ácido livre é menor do que 5 meq.kg^{-1} . O teor de ácido livre pode ser medido por meio da titulação usando, por exemplo, metilato de sódio ou metilato de potássio em metanol sem água, como será evidente para o técnico. O lactídio usado como material de partida para o processo de conformação pode ter sido preparado por qualquer processo convencional de lactídio, tal como a remoção de água de uma solução de ácido láctico ou a reação de condensação de ésteres de lactato, seguidos por uma reação de fechamento de anel em um reator de lactídio com a ajuda de um catalisador. Opcionalmente o lactídio bruto é também purificado por, por exemplo, destilação e/ou cristalização antes do processo de conformação.

O reator de lactídio pode ser de qualquer tipo adequado que tenha sido projetado para aquecimento de materiais sensíveis. Um reator que pode manter uma espessura de filme uniforme, tal como um filme cadente ou um evaporador de filme fino agitado é o mais preferido, porque a forma-

ção de filme aumenta a taxa da transferência de massa. Quando a taxa da transferência de massa é aumentada, o lactídio pode se formar rapidamente e vaporizar-se e conforme o lactídio se vaporiza, mais lactídio é produzido conforme ditado pela reação de equilíbrio ácido polilático/lactídio. Opcional-

5 mente esses reatores de lactídio funcionam sob pressão reduzida tal como entre aproximadamente 1 mmHg e 100 mmHg. A temperatura da formação de lactídio é mantida entre 150 °C e 250 °C. Muitos catalisadores adequados são conhecidos, tais como óxidos metálicos, haletos metálicos, pó metálico, argila aniônica e os compostos organometálicos derivados de ácidos carbo-

10 xílicos ou assemelhados. Normalmente um catalisador de estanho (II) é usado para a formação de lactídio.

Estabilizadores podem também ser acrescentados ao reator de lactídio para facilitar a formação de lactídio e desfavorecer as reações degenerativas de ácido láctico e de lactídio. Os estabilizadores, tais como antioxi-

15 dantes, produzidos ou de ocorrência natural, podem ser usadas para reduzir o número de reações de degradação que ocorrem durante o processo do ácido polilático e a produção de lactídio. Os estabilizadores podem também reduzir a taxa da formação de lactídio durante esse processo. Desse modo, a produção eficiente de lactídio necessita de um projeto de um reator ade-

20 quado para uma severidade térmica mínima e um equilíbrio adequado entre o catalisador e qualquer uso dos estabilizadores de processo.

Diversos estabilizadores podem ser usados. O agente de estabilização pode incluir antioxidantes primários e/ou antioxidantes secundários. Os antioxidantes primários são aqueles que inibem as reações de propaga-

25 ção de radicais livres, tais como e não limitados a bisfenóis de alquilideno, alquil fenóis, aminas aromáticas, composto nitro e nitroso aromáticos e quinonas. Para evitar a formação de radicais livres secundários (ou prevenir) os antioxidantes degradam o hidroperóxido. Alguns exemplos não-restritivos de antioxidantes secundários incluem: fosfitos, sulfito orgânico, tioéteres, ditio-

30 carbamatos e ditiofosfatos. Os antioxidantes incluem composto tais como fosfitos de triálquila, misturas de fosfitos de alquila/arila, fosfitos de arila alquilados, fosfitos de arila estericamente impedidos, fosfitos espirocíclicos

alifáticos, fosfitos espirocíclicos estericamente impedidos, bifosfitos estericamente impedidos, hidroxifenil propionatos, hidroxibenzilas, bisphenóis alquilideno, alquil fenóis, aminas aromáticas, tioéteres, aminas impedidas, hidroquinonas e misturas dos mesmos. Preferivelmente, o composto contendo
5 o fosfito, o composto fenólico impedido, ou outros compostos fenólicos são usados como antioxidantes estabilizantes do processo. Mais preferivelmente, é usado o composto contendo fosfito. A quantidade de estabilizador de processo usado pode variar dependendo da pureza ótica desejada do lactídio resultante, da quantidade e do tipo de catalisador usado e das condições
10 dentro do reator de lactídio. Normalmente quantidades variando de 0,01 % a 0,3% em peso de estabilizador de processo podem ser utilizadas.

Ao lado de estabilizadores também podem ser usados a agentes de desidratação ou agentes anti-hidrólise. Esses agentes de desidratação favorecem a formação de lactídio. Além disso, eles podem ser usados em
15 uma etapa posterior do processo de produção para o ácido poliláctico bem como para prevenção de cisão de cadeia pela água. O composto baseado no peróxido pode ser usado com esta finalidade mas preferido são os compostos contendo a funcionalidade carbodiimida. O composto carbodiimida é um composto que tem um ou mais grupos carbodiimida em uma molécula e
20 também inclui um composto policarbodiimida. Como um composto monocarbodiimida incluído nos compostos de carbodiimida, podem ser exemplificados dicicloexil carbodiimida, diisopropil carbodiimida, dimetil carbodiimida, diisobutil carbodiimida, dioctila carbodiimida, difenil carbodiimida, naftil carbodiimida, etc. Em particular, industrialmente, são usados compostos facil-
25 mente disponíveis, tal como dicicloexil carbodiimida, diisopropil carbodiimida ou produtos como Stabaxol® da Rheinchemie.

É também possível acrescentar os estabilizadores de processo e agentes de desidratação supracitados ao lactídio em uma etapa posterior, tal que por exemplo antes da etapa de floculação e/ou depois da etapa de flocu-
30 lação. Se os estabilizadores forem acrescentados ao lactídio depois da floculação, os estabilizadores podem ser borrifados ou revestidos sobre os flocos de lactídio.

Temos também encontrado que a presença dos estabilizadores de processo e agentes de desidratação supracitados também aumenta a estabilidade das partículas do lactídio durante o armazenamento.

5 É naturalmente desejado ter tão pouco quanto material possível, a presença tais materiais como estabilizadores de processo e agentes de desidratação nas partículas do lactídio diferente de lactídio. Desse modo, a partícula de lactídio normalmente compreende mais do que 95 % em peso lactídio, preferivelmente mais do que 98,5% em peso lactídio, mais preferivelmente mais do que 99,5% em peso.

10 Dependendo do método de preparação e/ou de purificação do lactídio, o processo de floculação de acordo com a presente invenção pode ser combinado com a preparação e/ou purificação, ou não. Por exemplo, se o lactídio é obtido de uma destilação, faz sentido ligar diretamente a máquina de floculação à coluna de destilação porque os lactídio já estão na sua
15 forma fundida. Também, se a etapa final de purificação do lactídio compreender a cristalização por fusão, uma máquina de floculação pode ser diretamente ligado ao cristizador de fusão.

A invenção é também ilustrada por meio do seguinte exemplo não restritivo.

20 EXEMPLO 1.

Floculação de L-lactídio utilizando de um tambor de rotação em escala de laboratório.

L-lactídio fresco, por exemplo, o Purac® (<5 meq/Kg de ácido láctico livre) foi fundido utilizando um vaso agitado, aquecido por óleo. Posteriormente, o líquido com uma temperatura de entre 105 °C e 120 °C foi introduzido durante a floculação na panela de mergulho embaixo de um floculador de tambor rotativo possuindo uma área superficial de 0,75 m². O lactídio líquido foi dosado em uma taxa em que o nível do líquido permaneceu constante na panela de mergulho. Devido ao resfriamento interno do tambor, o
25 lactídio solidificou na superfície de tambor. A água de resfriamento do tambor rotativo foi mantida em uma temperatura entre 10 °C e 35 °C e a velocidade de rotação foi mantida entre 5 e 15 rpm. Além disso, a profundidade de
30

mergulho do tambor no lactídio fundido foi variada e o teste é feito em uma profundidade de mergulho entre 20 mm e 50 mm. Os flocos produzidos possuíram uma altura média de entre 0,3 e 0,7 mm, uma largura de 1 a 3 mm e um comprimento de 3 a 10 mm. A área superficial por unidade do volume variou entre 4.000 e 1.0000 m⁻¹. A densidade volumétrica ficou entre 500 e 600 kg/m³.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para a produção de partículas estáveis de lactídio compreendendo o contato de um fluxo contínuo do lactídio fundido com uma superfície possuindo uma temperatura mais baixa do que o ponto de fusão do lactídio, permitindo ao lactídio fundido solidificar-se na dita superfície e posteriormente extraindo o lactídio sólido como partículas de lactídio daquela superfície.

2. Método de acordo com reivindicação 1, em que a dita superfície é esfriada por meios externos ou internos.

3. Método de acordo com as reivindicações 1 ou 2, em que a dita remoção é feita por meio do contato da superfície com o lactídio solidificado com um dispositivo de raspagem.

4. Método de acordo com as reivindicações 1, 2 ou 3, em que o dito método é realizado com um floculador de tambor ou floculador de correia.

5. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, em que as partículas do lactídio obtidas são peneiradas.

6. Partícula de lactídio estável obtida pelo método de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores.

7. Partícula de lactídio estável possuindo uma área superficial por unidade de volume de 1.000 a 10.000 m⁻¹.

8. Partícula de lactídio estável de acordo com a reivindicação 7, possuindo de uma área superficial por unidade de volume de 1.000 a 3.000 m⁻¹.

9. Partícula de lactídio estável de acordo com a reivindicação 7, possuindo de uma área superficial por unidade de volume de 3.000 a 1.0000 m⁻¹.

10. Partícula de lactídio estável em que a partícula de lactídio compreende mais do que 95% em peso de lactídio, preferivelmente mais do que 98,5% em peso de lactídio, mais preferivelmente mais do que 99,5% em peso de lactídio.

11. Partícula de lactídio estável de acordo com a reivindicação 10, em que o lactídio presente na partícula contém mais do que 95% em peso de D-lactídio, preferivelmente mais do que 98,5% em peso de D-lactídio,

mais preferivelmente mais do que 99,5 % em peso de D-lactídio.

12. Partícula de lactídio estável de acordo com a reivindicação 11, em que o lactídio presente na partícula contém mais do que 95% em peso de L-lactídio, preferivelmente mais do que 98,5% em peso de L-lactídio, mais preferivelmente mais do que 99,5% em peso de L-lactídio.

13. Partícula de lactídio estável, em que o teor de água está abaixo de 200 ppm, preferivelmente abaixo de 100 ppm e mais preferivelmente abaixo de 50 ppm.

14. Partícula de lactídio estável, em que o teor ácido de láctico livre está abaixo de 50 milliequivalentes por quilograma de lactídio (meq.kg^{-1}), preferivelmente abaixo de 20 meq.kg^{-1} e mais preferivelmente entre 0 e 10 meq.kg^{-1} .

RESUMO

Patente de Invenção: "**PARTÍCULAS ESTÁVEIS DE LACTÍDIO**".

A presente invenção refere-se a um método para a produção de partículas estáveis de lactídio, mais especificamente partículas de lactídio
5 que são bastante estáveis para serem guardadas e transportadas na temperatura ambiente e terem uma qualidade bastante elevada para uso como material de partida para o ácido poliláctico. As partículas do lactídio são obtidas via um processo de floculação, compreendendo contactar um fluxo contínuo de lactídio fundido com uma superfície em que o lactídio se solidifica e
10 é posteriormente removido da dita superfície.