

TESIS DOCTORAL

Elaine Armelin

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NUEVAS POLIESTERAMIDAS:
ESTUDIO DE SUS PROPIEDADES**

Barcelona, Enero del 2002.

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS
INDUSTRIALES DE BARCELONA

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CATALUÑA

***SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NUEVAS POLIESTERAMIDAS:
ESTUDIO DE SUS PROPIEDADES***

Memoria presentada por **Elaine Aparecida Armelin** para optar al grado de Doctor en Ciencias.

Trabajo realizado en el Departamento de Ingeniería Química de la Universidad Politécnica de Cataluña, bajo la dirección del **Dr. Jordi Puiggali Bellalta**.

Barcelona, Enero del 2002.

ÍNDICE

<i>Agradecimientos</i>	<i>i</i>
<i>Abreviaturas</i>	<i>iii</i>
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. Polímeros biodegradables de uso comercial.....	1
1.2. Acerca de la biodegradabilidad.....	9
1.3. Estructura química y degradación.....	11
1.4. Poliesteramidas.....	13
1.5. Estructura cristalina de polímeros sintéticos.....	16
1.5.1. <i>Poliamidas</i>	16
1.5.2. <i>Poliésteres</i>	22
1.5.3. <i>Poliesteramidas</i>	25
1.6. Determinación de la estructura cristalina.....	28
1.6.1. <i>Compuestos modelo</i>	28
1.6.2. <i>Análisis conformacional</i>	30
2. OBJETIVOS	31
3. MATERIALES Y MÉTODOS	33
3.1. DISOLVENTES Y REACTIVOS.....	33
3.2. SÍNTESIS.....	33
3.2.1. <i>Síntesis de compuestos modelo</i>	33
3.2.2. <i>Síntesis de polímeros</i>	34
3.2.2.1. <i>Polimerización interfacial</i>	34
3.2.2.2. <i>Polimerización térmica</i>	35
3.3. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA.....	36
3.3.1. <i>Evaluación del peso molecular</i>	36
3.3.1.1. <i>Determinación de la viscosidad intrínseca</i>	37
3.3.1.2. <i>Cromatografía de permeación en gel</i>	38
3.3.2. <i>Espectroscopía infrarroja</i>	39
3.3.3. <i>Espectroscopía de resonancia magnética nuclear</i>	40
3.3.4. <i>Análisis térmico</i>	41
3.3.4.1. <i>Calorimetría diferencial de barrido</i>	42
3.3.4.2. <i>Análisis termogravimétrico</i>	43

3.3.4.3. Ensayos termodinamomecánicos.....	43
3.3.5 Solubilidad.....	44
3.4. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL.....	45
3.4.1. Microscopía electrónica.....	45
3.4.1.1. Morfología cristalina.....	49
3.4.1.2. Difracción de electrones.....	51
3.4.2. Difracción de rayos X.....	56
3.4.3. Compuestos modelo.....	60
3.4.3.1. Obtención de monocristales.....	60
3.4.3.2. Recogida de datos.....	62
3.4.3.3. Resolución y refinamiento de la estructura.....	64
3.5. CÁLCULOS COMPUTACIONALES.....	65
3.5.1. El programa PCSP.....	67
3.5.2. El programa CERIUS.....	67
3.6. PROPIEDADES.....	68
3.6.1. Propiedades mecánicas.....	68
3.6.2. Degradación.....	69
4. RESULTADOS.....	71
4.1. <i>Poliesteramidas secuenciales basadas en glicina, dioles y diácidos: poliesterificación térmica frente a la poliamidación interfacial. Caracterización de polímeros conteniendo unidades rígidas.....</i>	<i>73</i>
4.2. <i>Comparación de los resultados de degradación entre poliesteramidas derivadas de 1,4-butanodiol, ácido sebácico y α-aminoácidos, y poliésteres relacionados.....</i>	<i>93</i>
4.3. <i>Estudio de la degradabilidad de poliesteramidas derivadas de los α-aminoácidos glicina y L-alanina, conteniendo una proporción variable de grupos amida y éster.....</i>	<i>125</i>
4.4. <i>Estudio de la degradabilidad de poliesteramidas relacionadas con los nylons y los poliésteres alifáticos 6 10 y 12 10.....</i>	<i>141</i>
4.5. <i>Estudio de compuestos modelo de poliesteramidas regulares derivadas de glicina y unidades de tereftálico u oxálico.....</i>	<i>159</i>
4.6. <i>Estudio de la estructura cristalina de los poliésteres 6 10 y 12 10.....</i>	<i>181</i>
5. CONCLUSIONES.....	223
6. BIBLIOGRAFÍA.....	227