

CAPÍTULO III
MATERIALES

3. MATERIALES

En este capítulo, se presentan las principales características de los materiales que se han utilizado en la presente tesis. Para cada uno de ellos, se resumen las características más destacadas y se compilan los valores típicos de los parámetros mecánicos más importantes. Asimismo, se presenta también la información más destacada facilitada por el proveedor de las diferentes materias primas.

3.1. EL POLIPROPILENO ISOTÁCTICO

3.1.1. Generalidades

El polipropileno pertenece al grupo de las poliolefinas. Es uno de los polímeros más utilizados, con un consumo únicamente superado por el conjunto de los diferentes tipos de polietilenos, los cuales pertenecen también al grupo de las poliolefinas. La unidad repetitiva del polipropileno viene presentada esquemáticamente en la Figura 3.1.

Como se ha comentado en el apartado 1.1, las propiedades mecánicas del polipropileno dependen en gran parte de su estructura molecular, de su cristalinidad y del nivel de

orientación. Las propiedades del polipropileno pueden sufrir importantes variaciones, lo que vale al polipropileno de ser uno de los polímeros más versátiles del mercado, al mismo nivel que el poli(cloruro de vinilo).

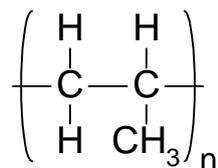


Figura 3.1. Unidad repetitiva del Polipropileno.

Debido a la presencia del grupo metilo, la molécula del PP puede tener varias configuraciones, a saber, isotáctica, sindiotáctica y atáctica. El polipropileno isotáctico es el grado de mayor interés del punto de vista industrial debido a sus mejores propiedades mecánicas, derivadas de su cristalinidad.

Como todos los polímeros semicristalinos, el polipropileno tiene dos temperaturas fundamentales: la temperatura de transición vítrea, T_g , la cual se sitúa típicamente alrededor de los 0°C, aunque se reportan variaciones de este valor entre -10°C [Maier, 1998] y +25°C [Varga, 1999], y la temperatura de fusión, T_m , la cual depende de la forma de la fase cristalina presente en el material.

En efecto, el polipropileno isotáctico es capaz de cristalizar en tres formas polimórficas [Turner-Jones, 1964]: la forma monoclinica, α , la forma hexagonal, β , y la forma triclinica, γ . También se ha reportado la existencia de una cuarta forma, denominada mesomórfica o esméctica, la cual consiste en un orden intermedio entre el cristal y la fase amorfa. Esta fase es metaestable y cristaliza en la fase α durante un recocido del PP a más de 70°C.

La forma α es la forma predominante en las piezas de polipropileno obtenidas en condiciones normales de moldeo. La unidad cristalina de esta forma se representa en la Figura 3.2. En el caso de polipropileno cristalizado a presión atmosférica y recocido en las condiciones adecuadas, la temperatura de fusión puede alcanzar los 180°C [Bruckner,

1999], aunque suelen reportarse valores de 162-168°C [Trotignon, 1996]. La densidad de la fase α es de 0.94 g/cm³.

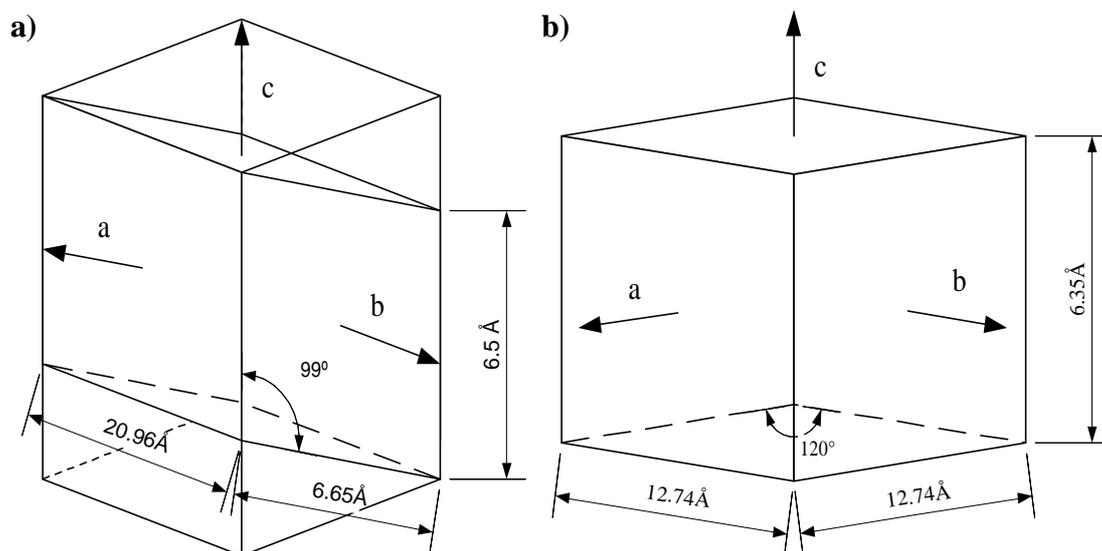


Figura 3.2. Unidad cristalográfica a) monoclinica del α -PP y b) hexagonal del β -PP.

La forma β del cristal de polipropileno aparece generalmente en bajas cantidades, en zonas donde existen una cizalla importante o un alto gradiente de temperatura. Sin embargo, se ha reportado que la incorporación de ciertos materiales, de naturaleza mineral u orgánica, puede resultar en una estructura puramente de tipo β [Jingjiang, 1990; Varga, 1999]. La forma β es inestable y suele transformarse en fase α durante el estiramiento del material a través de un proceso de fusión-recristalización. La densidad de la fase β es ligeramente inferior a la de la fase α ($\rho_\beta=0.92 \text{ g/cm}^3$).

Otro factor importante es la estructura de la macromolécula del polipropileno. En efecto, actualmente, la gran mayoría de los polipropilenos utilizados industrialmente no son homopolímeros sino copolímeros de polipropileno. Estos materiales son en realidad copolímeros etileno-propileno, con contenidos de etileno generalmente inferior al 15%. La utilización de estos copolímeros es particularmente interesante cuando se requiere una menor resistencia mecánica y térmica pero un mayor alargamiento y una mayor tenacidad.

3.1.2. Los polipropilenos ISPLEN PP-050 y PB140 de REPSOL

La denominación ISPLEN corresponde a los grados de polipropileno sin cargar, sintetizados y comercializados por Repsol Química S.A., tanto para los grados homopolímeros como copolímeros en bloque y copolímeros al azar, independientemente de la aplicación de las piezas fabricadas con estos materiales. En esta tesis, se ha utilizado un grado homopolímero, el ISPLEN PP-050, y un grado copolímero en bloque, el ISPLEN PB-140, con un 8% de etileno. La información comunicada por el proveedor respecto a estos grados comerciales viene presentada en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Propiedades de los grados de PP utilizados (información de REPSOL).

Material	MFI ⁽¹⁾ (g/10min)	ρ (g/ml)	T_{vicat} ⁽²⁾ (°C)	E_{flex} ⁽³⁾ (GPa)	Tracción ⁽⁴⁾		Resistencia Izod ⁽⁵⁾ (J/m)
					σ_y (MPa)	ϵ_y (%)	
PP-050	5.8	0.902	153	1.50	35	8	35
PB140	3.5	n.c. ⁽⁶⁾	151	1.15	28	10	100

⁽¹⁾ 230°C/2160g; ⁽²⁾ VST A/50C/h; ⁽³⁾ ISO-178; ⁽⁴⁾ 50 mm/min y 23°C; ⁽⁵⁾ ISO-180/1A 23°C;

⁽⁶⁾ No comunicado

Tanto el ISPLEN PP-050 como el ISPLEN PB-140 son grados recomendados para el moldeo por inyección, como se puede intuir al considerar los valores de su índice de fluidez (MFI). Al considerar las propiedades de estos dos grados, se puede decir que son unos grados muy comunes, razón por la cual el proveedor les destina para usos generales, añadiendo, sin embargo, una buena resistencia al impacto para el PB140.

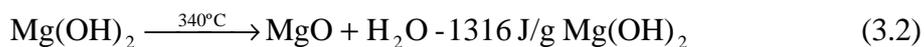
Finalmente, cabe destacar que, debido fundamentalmente a la sensibilidad del polipropileno a la degradación termooxidativa, los grados ISPLEN incorporan un estudiado sistema de aditivación que garantiza la protección del polímero durante la etapa de transformación.

3.2. LOS HIDRÓXIDOS DE MAGNESIO Y DE ALUMINIO

3.2.1. Generalidades

Los hidróxidos de aluminio, $\text{Al}(\text{OH})_3$, y de magnesio, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, pueden considerarse como cargas retardantes de llama de uso relativamente reciente. No obstante, no superan las grandes ventajas de los ignifugantes a base de halógenos, los cuales representaban la casi totalidad del mercado de los ignifugantes hasta la última década.

La acción ignifugante de los hidróxidos se basa en su descomposición térmica, la cual resulta en la liberación de vapor de agua y la formación del óxido correspondiente (Al_2O_3 o MgO), mediante las siguientes reacciones endotérmicas



La acción ignifugante de los hidróxidos de aluminio y de magnesio se debe por lo tanto a tres procesos diferentes:

- i) La energía disponible para la combustión se ve reducida debido a la absorción de energía por la reacción endotérmica.
- ii) Los gases combustibles de la fase gaseosa de la combustión son diluidos por el vapor de agua liberado.
- iii) La capa de óxido de aluminio o magnesio formado en la superficie del material aísla el sistema polimérico del calor y del oxígeno.

Los hidróxidos de aluminio o de magnesio presentan la gran ventaja de entrar en acción antes de la descomposición térmica del material polimérico, lo que ocurre entre 350 y 400°C para los termoplásticos más comunes [Troitzsch, 1990]. Esto permite limitar también la producción de humos. Este mecanismo se tiene que comparar con el de los ignifugantes halogenados, el cual se basa en la interrupción de la reacción de radicales libres que ocurre en la fase gaseosa entre los productos volátiles combustibles liberados

por el polímero y el oxígeno de la atmósfera. En este caso, se puede decir que el mecanismo de ignifugación requiere la descomposición del material, lo que genera una mayor producción de humos.

El hidróxido de aluminio, también llamado alúmina trihidratada (ATH), se produce por precipitación a partir de una solución de aluminato de sodio. Hasta hace poco tiempo, el ATH representaba el único ignifugante basado en hidróxido, debido a la incapacidad de obtener grados de hidróxidos de magnesio con unos reducidos tamaños de partículas y con una distribución de tamaños controlada. Sin embargo, la utilización del ATH para compuestos de polipropileno se ve limitada por su baja temperatura de descomposición térmica (190-200°C), la cual está muy cercana de las temperaturas comunes de procesamiento del PP (200-220°C).

Los grados tradicionales de hidróxidos de magnesio, o magnesia dihidratada (MDH), son generalmente obtenidos a partir de agua de mar y en origen eran destinados a usos farmacéuticos.

Uno de los aspectos más importantes de los hidróxidos de aluminio y de magnesio como carga mineral para plásticos es la morfología de sus partículas. En efecto, esta morfología es típicamente hexagonal laminar, lo que puede promover la orientación de la carga en el plástico. Sin embargo, también se han observado otros tipos de morfología, tanto con una menor relación de tamaños, caso de partículas pseudo-esféricas [Cook, 1998], como con una mayor relación de tamaños, con una forma de aguja [Jancar, 1989-a].

En la Tabla 3.2, se compilan los valores típicos de los parámetros mecánicos de los hidróxidos de aluminio y de magnesio encontrado en la literatura.

Tabla 3.2. Características de los hidróxidos de aluminio y magnesio.

Material	ρ (g/ml)	E (GPa)	G (GPa)
Al(OH) ₃	2.42 ⁽¹⁾	75 ⁽²⁾	---
Mg(OH) ₂	2.38 ⁽³⁾	64 ⁽³⁾	25 ⁽³⁾

⁽¹⁾ Información del proveedor; ⁽²⁾ [Liau, 1995-c]; ⁽³⁾ [Jancar, 1991].

A continuación, se describen los diferentes grados de hidróxido de aluminio y de magnesio utilizados durante la tesis. Todos los grados utilizados han sido grados comerciales suministrados por la empresa Martinswerk GmbH (Bergheim, Alemania), la cual utiliza la denominación comercial MAGNIFIN para los grados de hidróxido de magnesio y MARTINAL para los de hidróxido de aluminio.

3.2.2. Los grados MAGNIFIN de hidróxido de magnesio

Los grados de hidróxidos de magnesio comercializados por Martinswerk GmbH no provienen del agua de mar pero son obtenidos a partir de minerales según un proceso propiedad de MAGNIFIN Magnesiaprodukte Ges.mbH, el cual viene esquematizado en la Figura 3.3.

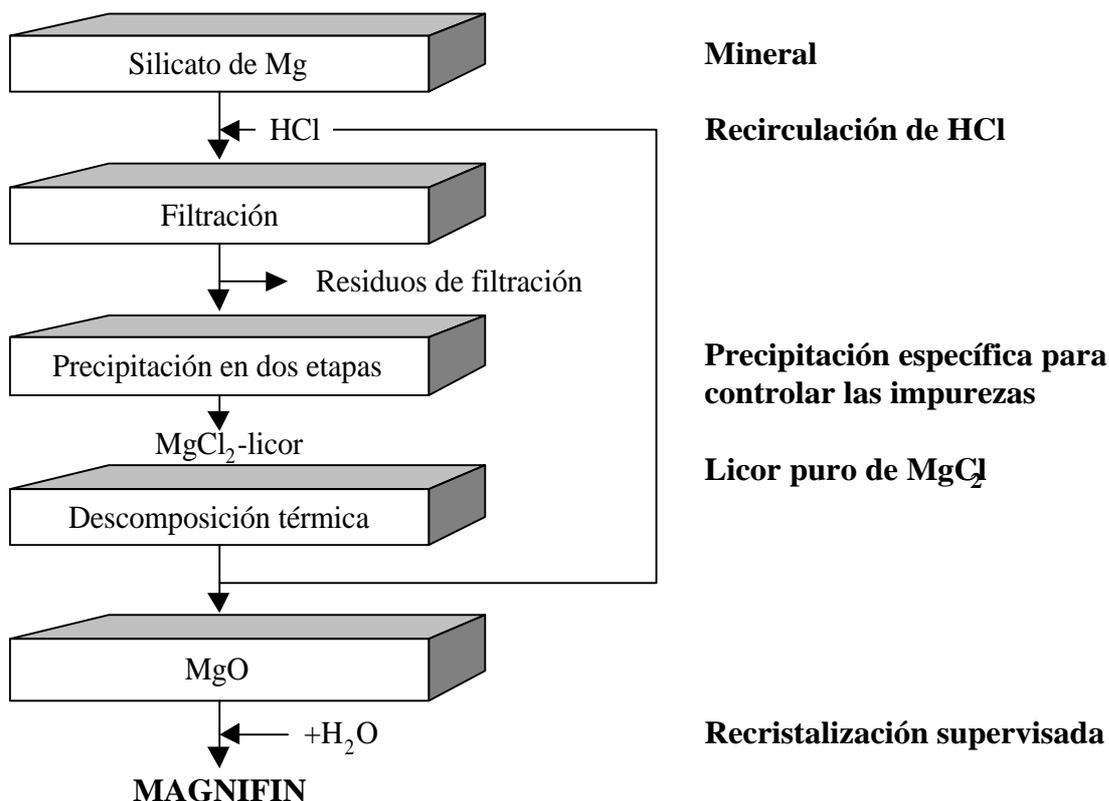


Figura 3.3. Proceso de obtención del MAGNIFIN.

Se han utilizados varios grados de *Magnifin* durante la tesis. Sin embargo, se puede considerar que el grado *Magnifin* H5 es la carga de referencia de este trabajo. Se trata de un grado de alta pureza, con un contenido de Mg(OH)₂ superior al 99.8%. El tamaño promedio de partículas es de 1.4 μm y la morfología es hexagonal laminar. El grado *Magnifin* H5 no lleva tratamiento superficial alguno. En la Tabla 3.3, se describe el contenido de impurezas del grado *Magnifin* H5, el cual es similar para los grados H5L y H5KV.

Tabla 3.3. Contenido de impurezas del *Magnifin* H5 (Datos del fabricante).

Componente	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	CaO	SiO ₂	NiO	Cr ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Cu
p.p.m.	<50	<50	<10	<50	<200	<50	<10	<1	<10

Sin embargo, los grados *Magnifin* H5L y H5KV son grados comerciales con tratamiento superficial preparados a partir del grado *Magnifin* H5. Los tratamientos superficiales utilizados están protegidos por varias patentes [USPatent, 1998; WOPatent, 1996]. Mediante extracción con disolvente y análisis por FTIR (Figura 3.4), se ha determinado la naturaleza de los recubrimiento: El *Magnifin* H5L lleva un recubrimiento en base a Etileno Vinil Acetato (EVA), el cual se caracteriza por la presencia de segmentos alifáticos lineales (picos en 1464, 1375 y 720 cm⁻¹) y de un grupo carbonilo (pico en 1740 cm⁻¹). El espectro obtenido para este tratamiento superficial es idéntico al espectro obtenido por Kim *et al.* para EVA [2001]. El *Magnifin* H5KV un recubrimiento de tipo silicona, lo que se pone de manifiesto por la presencia de enlaces Si-C (picos en 1062 y 802 cm⁻¹) y de enlaces Si-O-Si y Si-O-C (picos entre 1096 y 1023 cm⁻¹). Además, se precisó por parte del proveedor que el tratamiento superficial del grado H5KV es de tipo compacto. En este caso, la polimerización del material utilizado para el tratamiento ocurre en la superficie de la carga mineral, durante el recubrimiento. Por el otro lado, el tratamiento del grado H5L se realiza con un material polimerizado antes del recubrimiento, por lo que el contacto entre las partículas y el tratamiento superficial no es tan íntimo como el obtenido para el *Magnifin* H5KV.

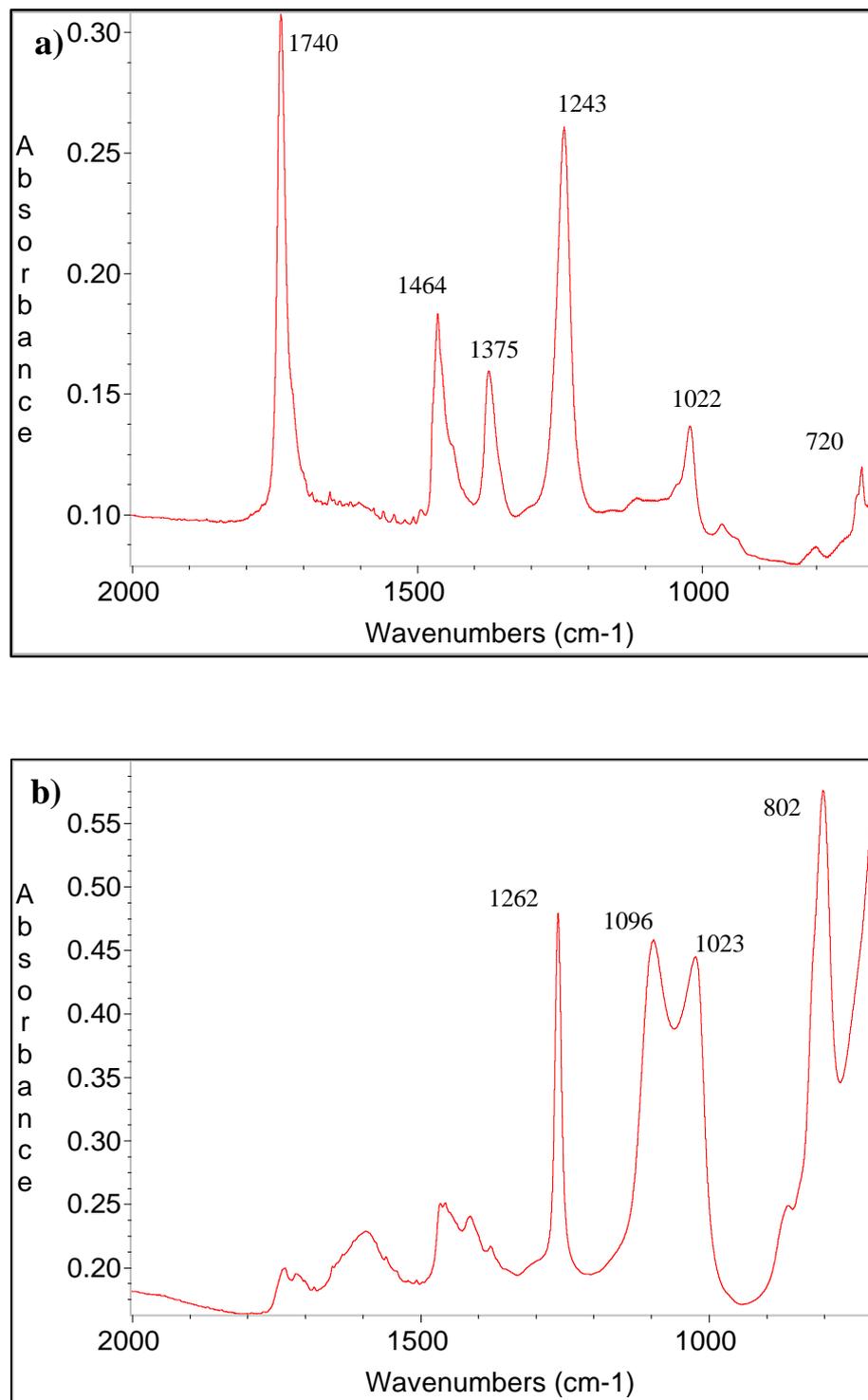


Figura 3.4. Espectros de absorción de Infrarrojos para los recubrimientos de las partículas de a) *Magnifin H5L* y b) *Magnifin H5KV*. La extracción se realizó mediante un extractor Soxhlet con acetato de etilo.

En la Figura 3.5, se muestra la morfología de los tres grados *Magnifin* utilizados observada mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Se puede observar que, a pesar del tratamiento superficial, la morfología de las partículas es idéntica y perfectamente hexagonal laminar.

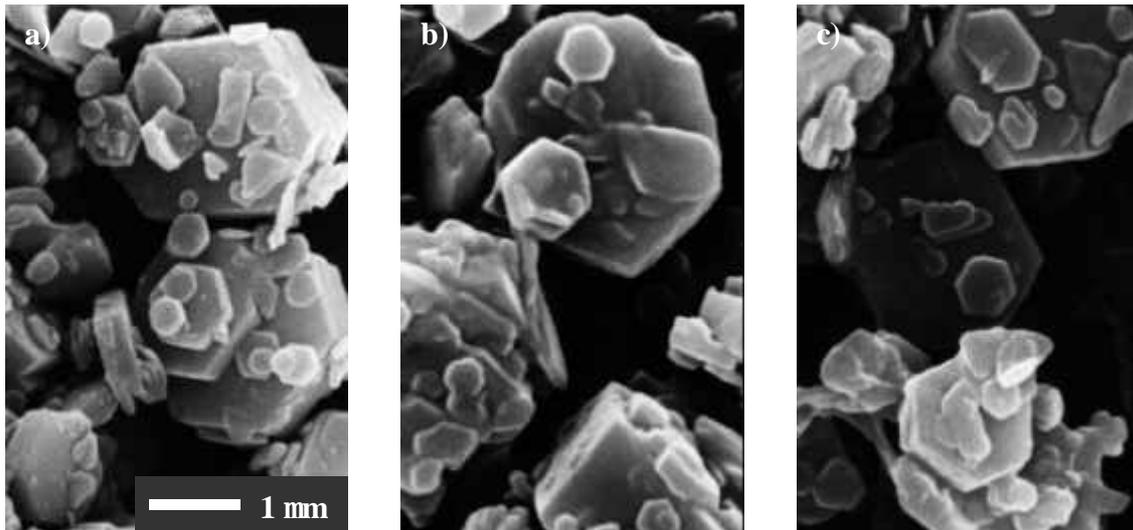


Figura 3.5. Morfología de las partículas de *Magnifin* a) H5, b) H5L y c) H5KV (x 10000).

3.2.3. Los grados MARTINAL de hidróxido de aluminio

Los grados MARTINAL de Martinswerk GmbH son grados sin tratamiento superficial. En el presente trabajo, se han utilizado los grados MARTINAL OL-104 y ON. El grado OL-104 tiene un tamaño promedio de partículas de $1.6 \mu m$ equivalente al grado de hidróxido de magnesio *Magnifin* H5 y una morfología hexagonal laminar no también definida como el H5, mientras que las partículas del MARTINAL ON tienen un tamaño promedio de $55 \mu m$, la cual se ve acompañada por una morfología globular debido a un crecimiento cristalino anormal. Estas morfologías de partículas pueden verse en la Figura 3.6. obtenida mediante SEM. Se puede observar que la morfología hexagonal laminar del *Martinal* OL-104 es mucho menos pronunciada que la del *Magnifin* H5.

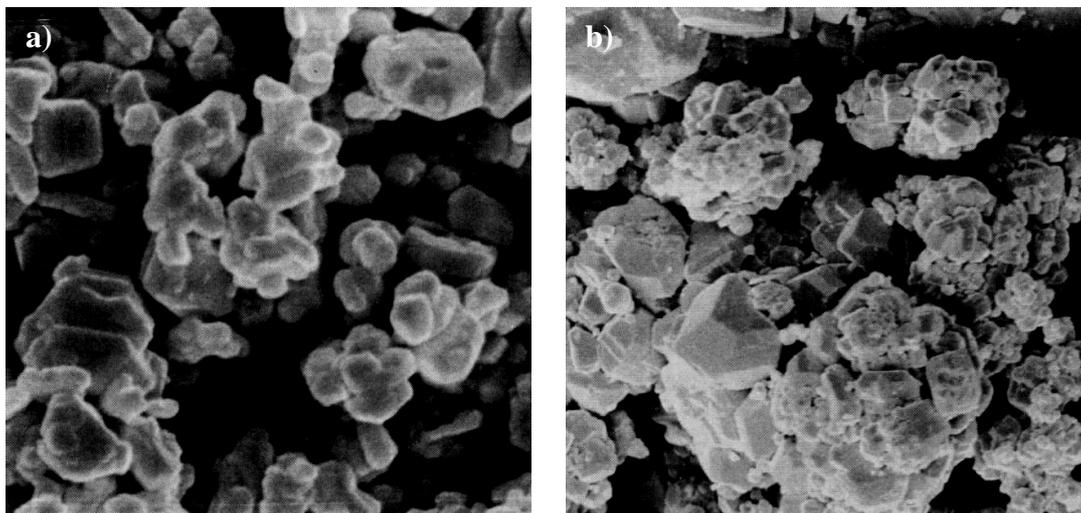


Figura 3.6. Morfología de las partículas de MARTINAL a) OL-104 y b) ON. Fotografías SEM facilitadas por Martinswerk GmbH. Se recuerdan que los tamaños promedio de partículas son de 1.6 μm para OL y 55 μm para ON.

En la Tabla 3.4, se presentan, de un modo comparativo, las características más relevantes de los tres tipos de partículas utilizados, independientemente del tratamiento superficial.

Tabla 3.4. Comparación de las características de los diferentes grados de carga mineral. Las características de los grados H5L y H5KV son similares a las del H5.

	MAGNIFIN H5	MARTINAL OL-104	MARTINAL ON
Tamaño de partículas (μm)	1.4	1.6	55.0
Area Superficial BET (m^2/g)	5	4	1
Dureza Mohs	2.5	2.5-3.0	2.5-3.0
Densidad (g/ml)	2.38	2.42	2.42
Perdida de peso durante la combustión (%)	31.0	34.5	34.5
Energía endotérmica de descomposición (J/g hidróxido)	1316	1051	1051

n.c.: No comunicado

Cabe destacar que, al nivel de la acción ignifugante de la carga mineral, el hidróxido de aluminio libera una mayor cantidad de vapor de agua, lo que genera una mayor dilución de los gases combustibles. Sin embargo, considerando la cantidad de energía absorbida durante la descomposición térmica de los hidróxidos, la reacción de descomposición del hidróxido de magnesio presenta la ventaja de una mayor endotermia.

Como se ha mencionado previamente, la distribución de tamaños de partículas es un parámetro tan importante como el tamaño promedio. La distribución de tamaño de partículas viene representada en la Figura 3.7 para los grados MAGNIFIN H5 y MARTINAL OL-104 y ON. Estos datos vienen facilitados por el proveedor.

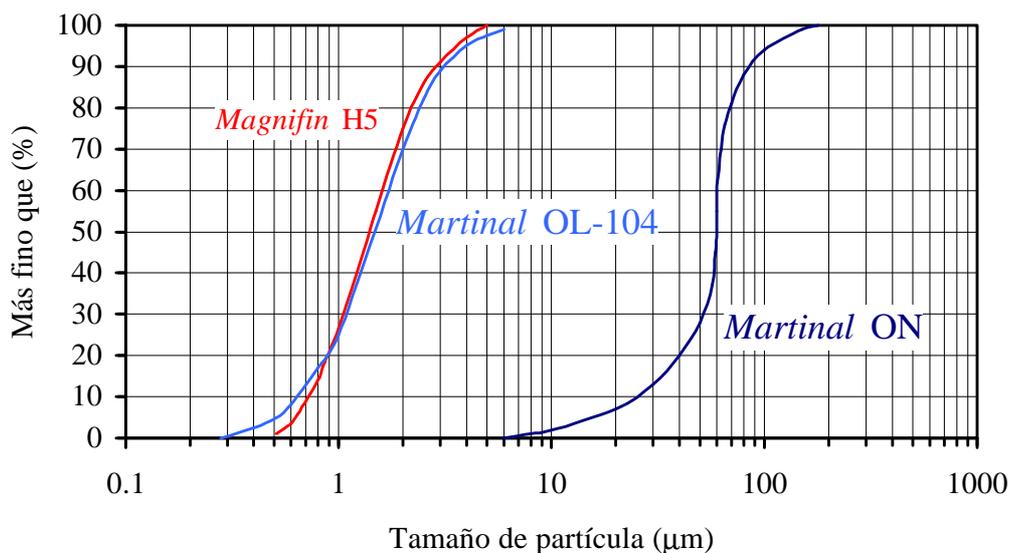


Figura 3.7. Distribución de tamaños de partículas.

La distribución de tamaño de partículas es relativamente estrecha, por lo que se considerará, a continuación, únicamente el tamaño promedio de partículas.

3.3. PREPARACIÓN DE LOS COMPUESTOS

El estudio de la influencia de la concentración de hidróxido sobre la estructura y las propiedades del polipropileno se ha realizado principalmente con el polipropileno homopolímero, ISPLEN PP050 y el hidróxido de magnesio sin tratar, *Magnifin* H5. Para ello, se ha preparado por extrusión una primera serie de materiales con concentraciones nominales del 0, 2, 10, 20, 40 y 60% en peso de esta carga mineral. Se notará que la concentración máxima de carga mineral se sitúa justo en el mínimo requerido para obtener una ignifugación completa del material.

Por otra parte, con el fin de estudiar el efecto de la naturaleza del hidróxido (magnesio o aluminio), el efecto de la morfología (tamaño y forma) y del tratamiento superficial de las partículas, se ha preparado una segunda serie de materiales con una concentración nominal del 40% en peso de diferentes grados de carga mineral, a saber, *Magnifin* H5, H5L y H5KV, y *Martinal* OL-104 y ON. Cabe destacar que el material cargado con 40% de *Magnifin* H5 pertenece también a la primera serie de materiales. En efecto, durante la presente tesis, y de un modo sistemático, se utilizan los resultados obtenidos para este material como punto de conexión entre las dos series.

Finalmente, se ha preparado una tercera serie de materiales basados en polipropileno copolímero en bloque ISPLEN PB-140. La carga utilizada ha sido el *Magnifin* H5L, el cual ha sido incorporado con concentraciones nominales del 0, 40 y 60% en peso. Estos materiales son más representativos de los materiales compuestos que se pueden utilizar a nivel industrial. Por esto, la finalidad de los materiales de esta serie es estudiar, de manera comparativa con la primera serie, la influencia de la presencia de hidróxido de magnesio sobre el comportamiento mecánico y la resistencia a la fractura de compuestos de polipropileno copolímero en bloque. Sin embargo, debido a la presencia de bloques de polietileno, no se estudió la influencia de la carga mineral sobre la estructura cristalina de este polipropileno.

La composición de los diferentes materiales preparados y la nomenclatura utilizada durante la tesis se presentan en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5. Materiales preparados.

<i>Material</i>	<i>Matriz</i>	<i>Carga mineral</i>	<i>Características Partículas</i>	<i>W_P (%)</i>
HPP	PP Homopolímero	---	---	0
H2H5		Mg(OH)₂ Magnifin H5	<i>d_p</i> =1.4 μm No tratadas	2
H10H5				10
H20H5				20
H40H5				40
H60H5				60
H40H5L				Mg(OH)₂ Magnifin H5L
H40H5KV		Mg(OH)₂ Magnifin H5KV	<i>d_p</i> =1.4 μm Tratamiento superficial de silicona	40
H40OL		Al(OH)₃ Martinal OL-104	<i>d_p</i> =1.6 μm; No tratadas Laminas Hexagonales	40
H40ON		Al(OH)₃ Martinal ON	<i>d_p</i> =55 μm; No tratadas Pseudo-esféricas	40
BPP	PP Copolímero En bloque	---	---	0
B40H5L		Mg(OH)₂ Magnifin H5L	<i>d_p</i> =1.4 μm Tratamiento superficial de EVA	40
B60H5L				60

La incorporación de la carga mineral dentro de las matrices poliméricas se ha realizado mediante una extrusora de doble husillo corrotatoria *Dr Collin ZK25*, de 25 mm de diámetro y con una relación longitud-diámetro de 24, similar a la que se enseña en la Figura 3.8. La hilera utilizada tiene una forma circular de 2 mm. El material extruído es refrigerado en el baño de agua y granceado para el posterior moldeo de probetas.

El cilindro de la extrusora está equipado de un puerto de desgasificación, el cual permite la evacuación del vapor de agua debido a la humedad de la granza o a la presencia de eventuales compuestos volátiles. Una correcta desgasificación asegura un material compuesto con bajo contenido de poros.

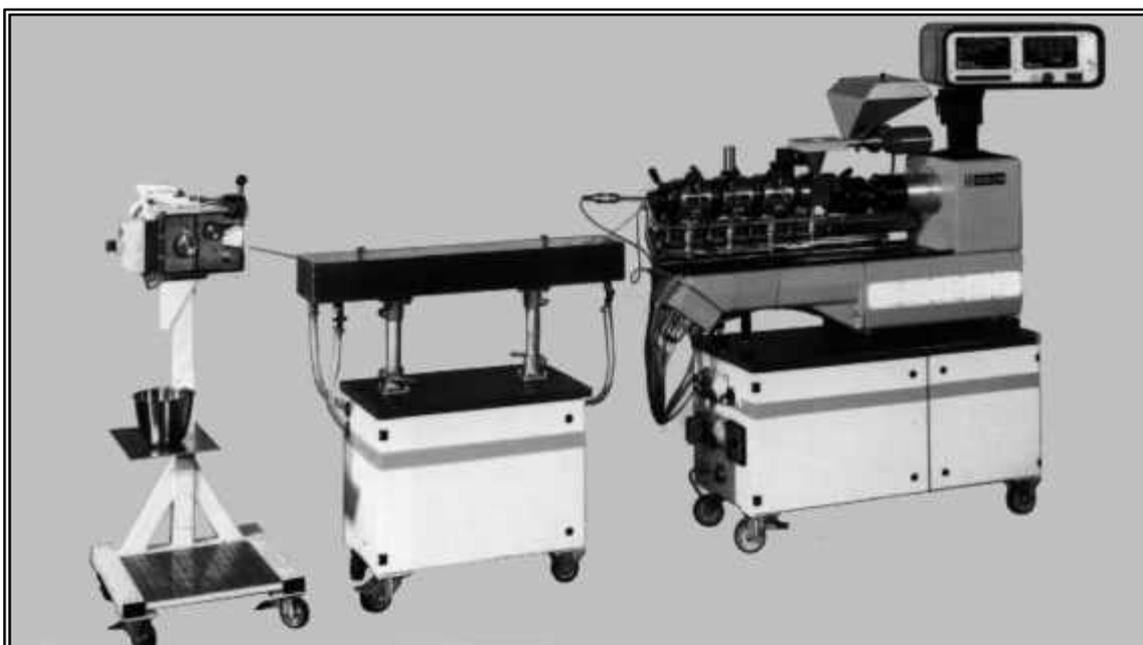


Figura 3.8. Línea de extrusión para la realización de las mezclas PP/carga mineral.

En las extrusoras de doble husillo corrotatorias, la dispersión de la carga mineral está asegurada por unos elementos de mezcla pura, llamados elementos amasadores. En el caso de la extrusora utilizada, la zona de mezcla está formada por unos elementos bilobares, tal y como se enseña en la Figura 3.9. Estos elementos realizan el amasado del material mediante un proceso repetitivo de dilatación-compresión. Para promover una alta

presión en esta zona de mezcla pura, los elementos siguientes del husillo tienen un paso con ángulo contrario que actúa como una barrera. De esta manera, el material está retenido en la zona de mezcla pura, promoviendo un aumento de presión en dicha zona, hasta que la presión le permita superar el movimiento contrario promovido por el paso con ángulo contrario. La eficacia de la mezcla dispersiva realizada con este tipo de extrusora de doble husillo corrotatoria es bien conocida. Ess y Hornsby [1987] han observado que, modificando la velocidad de giro de los husillos, el perfil de temperatura o la geometría de la zona de mezcla, se obtiene un grado similar de dispersión de partículas de $CaCO_3$ en una matriz de PP y que la mezcla dispersiva era efectiva en todas las condiciones utilizadas.

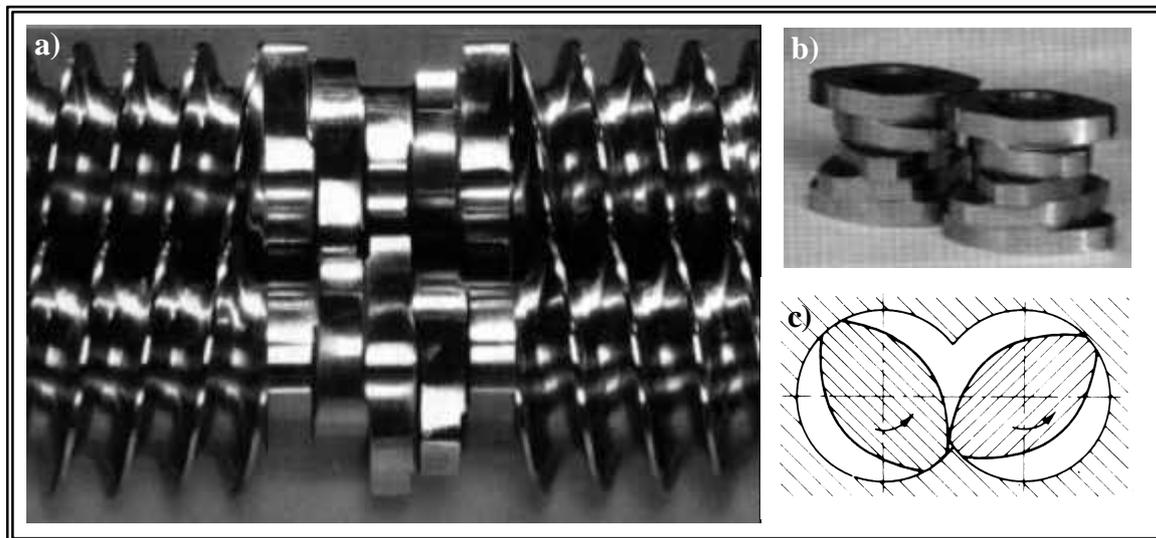


Figura 3.9. Elementos amasadores del husillo. a) Situación en el husillo; b) Vista en perspectiva; c) Esquema del proceso de amasado.

La dispersión de la carga mineral dentro de la matriz se ha realizado en dos etapas, debido a la falta de precisión de los dosificadores volumétricos utilizados. En un primer tiempo, se ha preparado un material altamente cargado cuyo contenido de carga mineral ha sido determinado a través del contenido de cenizas (ver Apartado 4.1.1). Se ha realizado entonces una dilución de esta primera mezcla para obtener el contenido de carga deseado. De este modo, todos los materiales cargados han sido procesados dos veces. Para obtener una misma historia térmica para todos los materiales, las dos matrices poliméricas han sido también extruídas antes de ser inyectados.

Para limitar la posible degradación del material asociado con las dos etapas de extrusión, la cual se ve también favorecida por la presencia de carga mineral, se ha utilizado una velocidad de giro del husillo muy baja, $v_{\text{husillo}} = 80$ r.p.m. El perfil de temperatura empleado ha sido el siguiente: 140 (entrada), 180, 190, 195, 200°C (boquilla).

Se puede notar que, en las últimas zonas de la extrusora, la temperatura del cilindro es muy próxima a la temperatura de descomposición térmica del hidróxido de aluminio. Sin embargo, considerando la Figura 3.10, donde viene representada la evolución del nivel de descomposición con el tiempo, para varias temperaturas, se puede asumir que, debido al corto tiempo de residencia del material dentro de la extrusora, no llega a descomponerse.

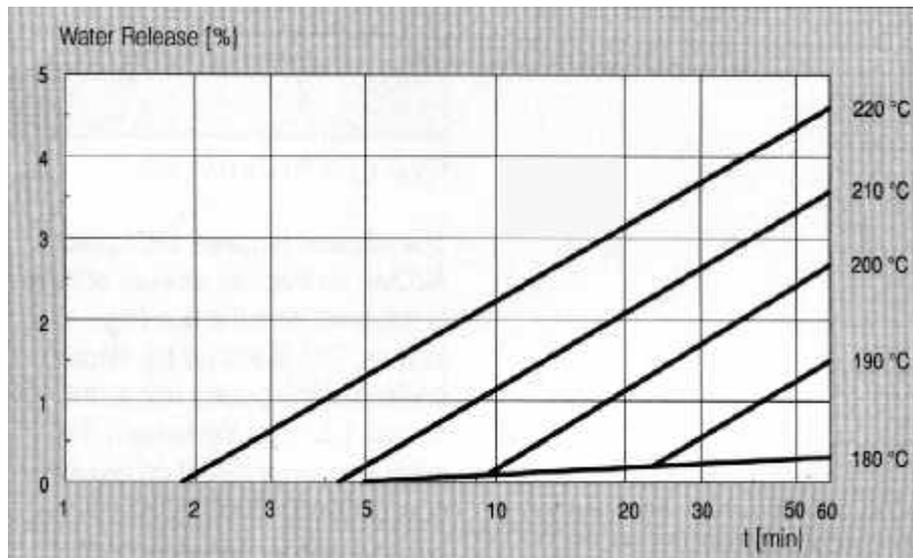


Figura 3.10. Evolución de la deshidratación del MARTINAL con el tiempo y la temperatura.

Como ejemplo, se muestra en la Figura 3.11, la superficie de fractura de una probeta preparada a partir del compuesto cargado con un 40% de H5. Se puede notar la ausencia de aglomerados. Se ha observado el mismo buen nivel de dispersión para todos los materiales preparados.

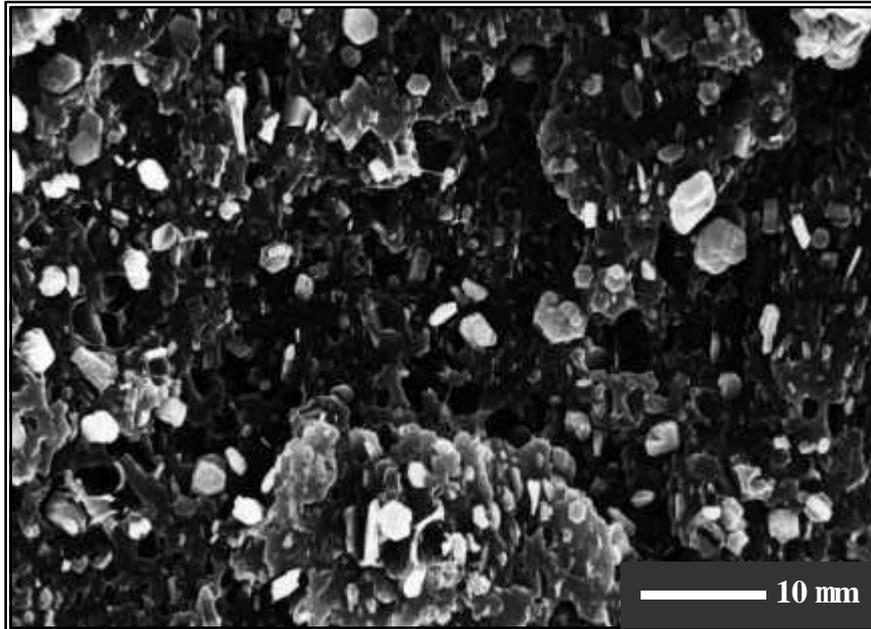


Figura 3.11. Fractografía del H40H5 tras ser fracturado en condiciones frías.

3.4. MOLDEO DE PROBETAS POR INYECCIÓN

A continuación, se describe la geometría de las probetas moldeadas así como las condiciones de transformación utilizadas.

Mediante moldeo por inyección, se han obtenido probetas normalizadas a partir de los diferentes materiales compuestos preparados. Para ello, se ha utilizado un molde de cuatro cavidades con diferentes geometrías: en forma de halterio, barra prismática fina (no utilizada), barra prismática gruesa y disco. Sin embargo, como la velocidad de llenado de cada cavidad depende de las propiedades del material [Morhain, 1996], se ha inyectado una sola probeta a la vez para asegurar unas condiciones de flujo similares para todos los materiales estudiados.

La geometría y las dimensiones de las diferentes probetas se presentan en la Figura 3.12.

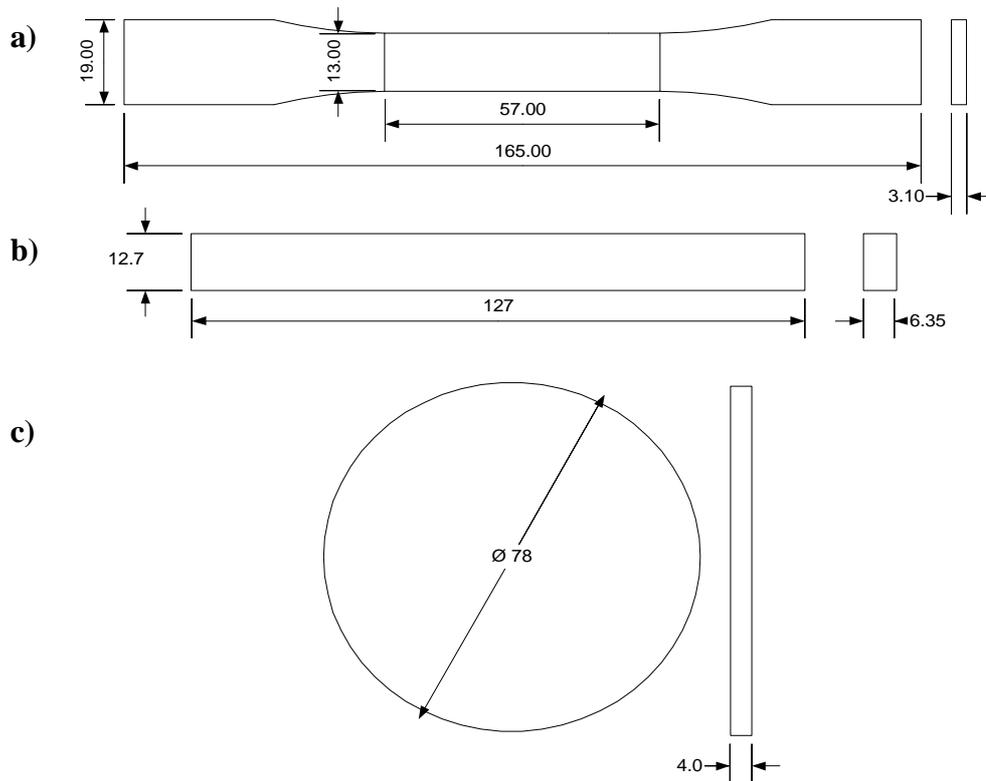


Figura 3.12. Geometría de las probetas inyectadas. a) Halterio; b) Barra prismática, c) Disco. Las dimensiones vienen dadas en mm.

El proceso de inyección se ha realizado con una máquina Mateu y Solé 440/90 de 90 toneladas de fuerza de cierre. Con el fin de no introducir ninguna variable adicional en el presente estudio, se ha probado utilizar las mismas condiciones de transformación para todos los materiales preparados. El perfil de temperatura utilizado ha sido el siguiente: 100 (entrada), 175, 190, 195, 200, 200°C (boquilla). La presión nominal de inyección ha sido de 100 MPa. La temperatura nominal del molde ha sido de 50°C.

Sin embargo, las diferentes propiedades de flujo en el estado fundido de los diferentes materiales preparados han implicado algunas modificaciones en estas condiciones de transformación. Para el material cargado con un 60% en peso de partículas de *Magnifin* H5 (H60H5), el alto contenido de partículas sin tratamiento superficial resulta en un aumento considerable de la viscosidad del material, por lo que se ha tenido que subir ligeramente las temperaturas del cilindro de la inyectora de unos 5°C en las últimas zonas.

Por otra parte, debido a la baja temperatura de descomposición térmica del hidróxido de aluminio ($\sim 200^\circ C$), se han reducido ligeramente las temperaturas del cilindro para la preparación de los materiales H40OL y H40ON. En efecto, el tiempo de residencia del material dentro del cilindro de la máquina de inyección es más elevado que durante el proceso de extrusión, por lo que, considerando la Figura 3.9, se entiende que la carga mineral es más susceptible de descomponerse durante la inyección. La posible descomposición del hidróxido de aluminio durante el proceso de inyección resultaría, además de unas complicaciones importantes del proceso, en la formación de poros en las probetas y en una reducción de la eficacia de la ignifugación, al haberse parcialmente descompuesto la carga ignifugante.

Después de la transformación por moldeo por inyección, todas las probetas fueron acondicionadas en una estufa durante 24h a una temperatura de $110^\circ C$, para favorecer en lo posible la relajación molecular.