XXII Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia Geotécnica
XI Simpósio Brasileiro de Engenheiros Geotécnicos Jovens
24 a 28 de agosto de 2026 – Brasília/DF
DOI: 10.47094/COBRAMSEG2026.6/31

Desenvolvimento laboratorial de geomembrana de PEAD para incorporação de nanopartículas

Fernanda Harumy Gomes Ohira
Mestranda, Universidade de São Paulo (USP), São Carlos, Brasil, fernandaharumy@usp.br

Fernando Luiz Lavoie
Professor Doutor, Universidade de São Paulo (USP), São Carlos, Brasil, fernando.lavoie@usp.br

Marcelo Aparecido Chinelatto
Professor Doutor, Universidade de São Paulo (USP), São Carlos, Brasil, mchinelatto@sc.usp.br

Viviane Tavares de Moraes
Professora Doutora, Instituto Mauá de Tecnologia (IMT), São Paulo, Brasil, viviane.moraes@maua.br

Guilherme Wolf Lebrão
Professor Doutor, Instituto Mauá de Tecnologia (IMT), São Paulo, Brasil, guinet@maua.br

RESUMO: Geomembranas de polietileno de alta densidade (PEAD) são amplamente empregadas como barreiras em sistemas de proteção ambiental, tendo sua durabilidade condicionada à formulação, ao processamento e às condições de exposição. Este trabalho valida, em escala laboratorial, um procedimento para replicar geomembranas de PEAD, estabelecendo condição de referência para posterior incorporação de nanopartículas à base de grafeno. Utilizaram-se resina DOW MDPE NG6895 e masterbatch comercial contendo negro de fumo e antioxidantes, processados em extrusora dupla rosca, com posterior peletização e prensagem térmica com e sem secagem prévia. As placas produzidas foram caracterizadas em laboratório quanto a espessura, densidade, tração, teor e dispersão de negro de fumo, DSC e tempo de indução oxidativa Std-OIT, com comparação sistemática à norma GRI-GM13. Ambas as condições de secagem atenderam aos requisitos normativos com densidade, teor e dispersão de negro de fumo adequados, resistência à tração e Std-OIT superiores aos valores mínimos. A prensagem úmida apresentou alongamento na ruptura mais elevado, dispersão de negro de fumo mais homogênea e indicadores ligeiramente superiores de cristalinidade e estabilidade oxidativa, consolidando-se como condição preferencial para a produção laboratorial de geomembranas de PEAD.

PALAVRAS-CHAVE: geomembranas PEAD, prensagem térmica, nanocompósitos poliméricos.

ABSTRACT: High-density polyethylene (HDPE) geomembranes are widely employed as barriers in environmental protection systems, with durability governed by formulation, processing conditions, and field exposure. This study validates, at laboratory scale, a procedure to replicate HDPE geomembranes, establishing a reference condition for the subsequent incorporation of graphene-based nanoparticles. DOW MDPE NG6895 resin and a commercial masterbatch containing carbon black and antioxidants were processed in a co-rotating twin-screw extruder, followed by pelletization and thermal pressing with and without prior drying. The resulting sheets were characterized for thickness, density, tensile properties, carbon black content and dispersion, DSC, and standard oxidative-induction time (Std-OIT), with systematic comparison to GRI-GM13. Both drying conditions met specification requirements, with suitable density, carbon black content and dispersion, and tensile and Std-OIT values above the minimum limits. Wet pressing yielded higher elongation at break, more homogeneous carbon black dispersion, and slightly superior indicators of crystallinity and oxidative stability, consolidating this route as the preferred laboratory condition for HDPE geomembrane production.

KEYWORDS: HDPE geomembranes, thermal pressing, polymer nanocomposites.

1 INTRODUÇÃO

Geossintéticos desempenham funções críticas de reforço, separação, drenagem e barreira em engenharia geotécnica (Bueno *et al.*, 2015). Geomembranas de polietileno de alta densidade (PEAD) destacam-se como barreiras primárias em proteção ambiental, combinando resistências química, mecânica, baixa permeabilidade e custo-benefício competitivo (Rowe; Sangam, 2002). A durabilidade dessas geomembranas depende da formulação, do processamento fabril e das condições de exposição em campo (temperatura, agentes químicos, tensões mecânicas, radiação UV; Rowe; Sangam, 2002). Para assegurar desempenho mínimo em longo prazo, a norma GRI-GM13 (GRI, 2025) estabelece limites para espessura, propriedades de tração, teor de negro de fumo e tempo de indução oxidativa (OIT), os quais têm sido tomados como referência em estudos de durabilidade (Lavoie *et al.*, 2020). Ensaios de envelhecimento acelerado mostram consumo de antioxidantes e perda de resistência ao *stress cracking* em lixiviados agressivos, motivando o uso de reforços nanoestruturais em geomembranas de PEAD (Lavoie *et al.*, 2020; Dolez *et al.*, 2016).

Nesse cenário, nanocargas vêm sendo investigadas como alternativa para ajustar propriedades mecânicas, térmicas e de barreira de polímeros utilizados em geossintéticos. Grafeno e óxido de grafeno (GO) oferecem rigidez, resistência à tração e propriedades de barreira superiores em baixos teores (0,1–2% m/m), atuando como nucleantes que elevam cristalinidade e módulo (Papageorgiou *et al.* 2017). No PEAD, Jafari *et al.* (2021) verificaram maior estabilidade térmica até 2,1% m/m de grafeno; Luz *et al.* (2025) produziram geogrelhas PEAD-grafeno com teor de 0,01% m/m, obtendo dispersão superior, cristalinidade aumentada e incremento de aproximadamente 4,3° no ângulo de atrito em cisalhamento com areia. Em conjunto, esses resultados indicam que pequenas adições de nanocargas à base de grafeno podem modificar de forma relevante o comportamento de produtos em PEAD, inclusive geossintéticos (Papageorgiou *et al.*, 2017; Jafari *et al.*, 2021; Luz *et al.*, 2025; Dolez *et al.*, 2016).

Apesar dos avanços em compósitos de PEAD com nanocargas, a maioria dos estudos foca em propriedades de materiais ou produtos específicos, sem descrever protocolos laboratoriais consolidados para gerar geomembranas de referência compatíveis com a GRI-GM13. Essa lacuna dificulta isolar o efeito de nanopartículas, pois diferenças de processamento podem mascarar os ganhos associados exclusivamente à formulação daqueles decorrentes de variações de processamento ou de qualidade de fabricação (Lavoie *et al.*, 2020; Dolez *et al.*, 2016; Luz *et al.*, 2025; Jafari *et al.*, 2021; Papageorgiou; Kinloch; Young, 2017).

Nesse contexto, este trabalho objetiva replicar geomembranas de PEAD em escala laboratorial por meio de rotas de prensagem térmica úmida (sem secagem prévia) e seca (com secagem prévia). Os resultados de espessura, densidade, tração, teor e dispersão de negro de fumo, DSC e OIT foram comparados aos critérios mínimos de referência estabelecido pela GRI-GM13 (GRI, 2025).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Utilizou-se resina de polietileno da Dow Chemical (DOW MDPE NG 6895), frequentemente aplicada na produção de geomembranas, com densidade de 0,939 g/cm³ (ASTM D 792), resistência à tração no escoamento de 19 MPa e na ruptura de 30 MPa, alongamento na ruptura >800% (ASTM D 638), dureza Shore D 63 (ASTM D 2240), resistência ao stress cracking >3000 h/F50 (ASTM D 1693) e tempo de indução à oxidação (OIT) >110 min a 200 °C (ASTM D 3895).

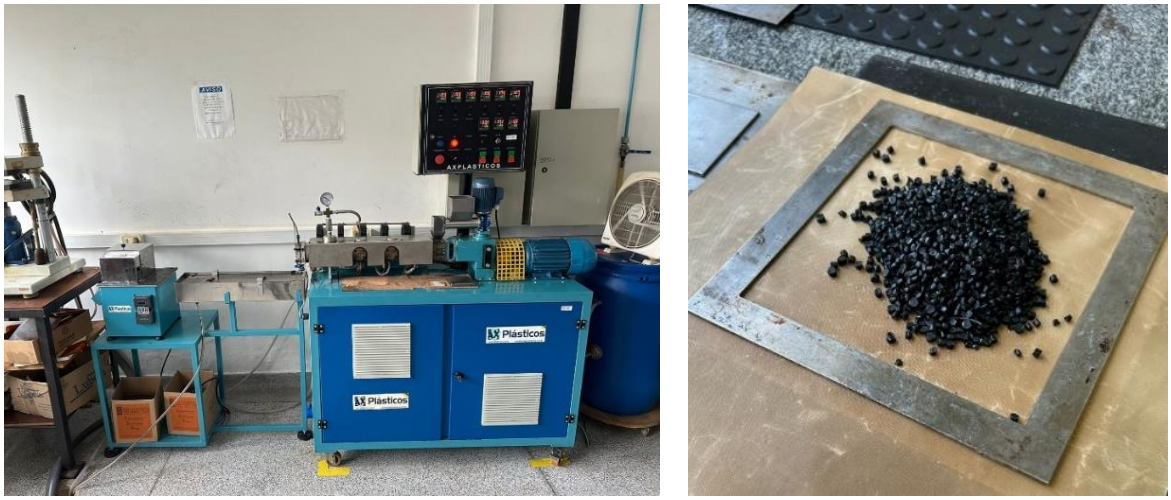
Para proteção da resina, empregou-se o concentrado de aditivos comercial PE-PR 926, contendo negro de fumo, antioxidantes primários e secundários, termoestabilizantes e polietileno de baixa densidade (PEBD) como resina veículo, com teor de negro de fumo entre 48–52% (ASTM D 1603), índice de fluidez de 30 g/10 min (P-AM-2246) e estabilidade térmica e à luz comprovadas segundo normas DIN.

2.2 Métodos

2.2.1 Processamento (extrusão e prensagem)

As misturas de resina de polietileno e concentrado de aditivos foram processadas em extrusora dupla rosca co-rotacional interpenetrante (AX Plásticos, Figura 1a), com vazão de 0,985 kg/h, rotação de 100 rpm e perfis de temperatura entre 160 e 210 °C, garantindo fusão completa e mistura homogênea.

O extrudado foi resfriado e picotado em pellets, posteriormente conformados em placas planas em molde metálico de 3,2 mm e 10 × 10 cm por prensagem térmica a 165–175 °C (Figura 1b). Foram avaliadas duas rotas: (i) úmida, com prensagem direta dos pellets (Figura 2a); e (ii) seca, com secagem prévia em estufa a 80 °C por 8 h seguida de prensagem nas mesmas condições (Figura 2b).



(a) (b)

Figura 1. (a): Extrusora dupla rosca; (b): Material extrudado e picotado em molde da prensa térmica.



(a) (b)

Figura 2. Amostras resultantes prensadas: (a) úmida e (b) seca.

2.2.2 Caracterização de materiais

As placas obtidas foram ensaiadas em laboratório acreditado pelo programa GAI-LAP do Geosynthetic Accreditation Institute, assegurando rastreabilidade metrológica e conformidade com normas ASTM e ISO. A caracterização incluiu espessura (ASTM D 5199), densidade (ASTM D 792), tração (ASTM D 6693), teor e dispersão de negro de fumo (ASTM D 1603, ASTM D 5596), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e tempo de indução à oxidação Std-OIT (ASTM D 3895), com comparação sistemática à especificação GRI-GM13.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com base nos resultados de espessura, foi possível identificar o parâmetro de valores mínimos exigidos pela GRI-GM13 para cada amostra. A GRI-GM13 é uma norma americana amplamente adotada no Brasil para controle de fabricação de geomembranas de PEAD modernas, uma vez que estabelece limites mínimos normativos, métodos de ensaio padronizados e frequências de amostragem para propriedades físicas, mecânicas e de caracterização de aditivos do material.

3.1 Espessura e Densidade

A amostra prensada úmida apresentou espessura média de 2,553 ± 0,056 mm e a seca, 1,950 ± 0,038 mm, valores compatíveis com espessuras nominais de 2,50 e 2,00 mm, respectivamente. As densidades médias foram de 0,949 e 0,947 g/cm³, ambas superiores ao limite mínimo de 0,94 g/cm³, indicando manutenção da classificação como PEAD e ausência de influência relevante do teor de umidade na estrutura molecular do polímero. Os resultados são expressos na Tabela 2.

Tabela 2. Valores de propriedades das amostras úmida e seca vs. Valores mínimos exigidos pela GRI-GM13.

Propriedade	Norma	Amostra Úmida	Especificação da GM-13	Amostra Seca	Especificação da GM-13
Espessura - mm	ASTM D 5199	2,553 (0,056)	2,50	1,950 (0,038)	2,00
Densidade - g/cm³	ASTM D 792	0,949 (0)	0,940	0,947 (0,001)	0,940
Resistência à Tração no Escoamento - kN/m	ASTM D 6693	38,79	37	47,82	29
Alongamento no Escoamento - kN/m		14,98	12	14,85	12
Resistência à Tração na Ruptura - %		61,88	67	56,13	53
Alongamento na Ruptura - %		771,02	700	637,09	700
Teor de negro de fumo - %	ASTM D 1603	2,67 (0,09)	2,0-3,0	2,83 (0,08)	2,0-3,0
Dispersão do negro de fumo	ASTM D 5596	9 na Categoria e 1 na Categoria 2	9 na Categoria 1 ou 2 e 1 na Categoria 3	7 na Categoria e 3 na Categoria 2	9 na Categoria 1 ou 2 e 1 na Categoria 3
Tempo de indução oxidativa (OIT)	ASTM D 3895	183,76 (0,87)	>100	176,08 (3,11)	>100

3.2 Ensaio de Tração

As amostras foram submetidas a ensaios de tração para avaliar o desempenho mecânico das geomembranas, considerando os parâmetros de tensão e alongamento nos pontos de escoamento e ruptura. Os valores de resistência variam em função da espessura do material, por serem expressos em kN/m, enquanto os valores de alongamento permanecem independentes dessa característica. Os resultados obtidos, juntamente com os valores mínimos exigidos pela especificação GRI-GM13, estão apresentados na Tabela 2, ao passo que o comportamento típico das curvas de força versus alongamento pode ser observado na Figura 3.

As curvas da amostra úmida (preto) mostram o perfil clássico de geomembranas de PEAD, com escoamento bem definido, longo patamar pós-escoamento e ruptura em alto alongamento. As curvas da amostra seca (cinza) seguem padrão similar, porém rompem em menor deformação e com forças ligeiramente

menores na fase final. Embora a resistência à tração na ruptura da amostra úmida esteja abaixo do limite GRI-GM13, sua ductilidade superior - com alongamento na ruptura de 771% (comparado aos 637% da seca e mínimo normativo de 700%) e maiores valores de resistência à tração pós-escoamento - assegura maior capacidade de acomodação de recalques diferenciais e deformações de subleito. Esse comportamento é determinante em aplicações geotécnicas que priorizam integridade funcional sobre resistência última absoluta.

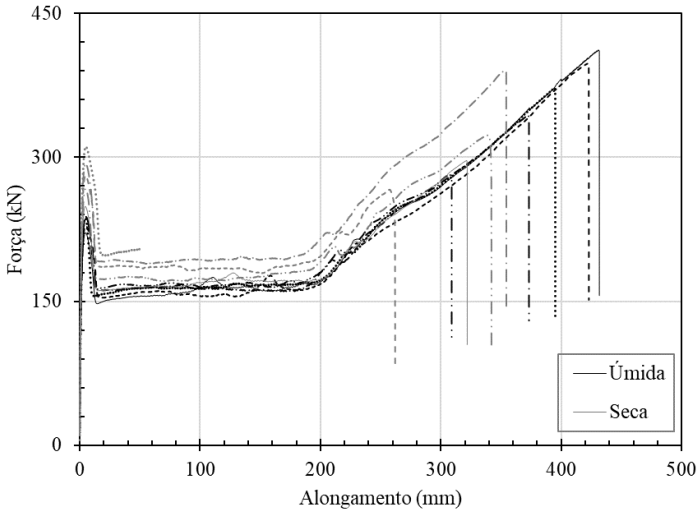


Figura 3. Gráfico do ensaio de tração para as amostras prensadas úmida e seca.

3.3 Negro de fumo

3.3.1 Teor de Negro de Fumo

Os teores médios de negro de fumo apresentados na Tabela 2 estão na faixa de 2 a 3%, conforme exigido pela especificação GRI-GM13, comprovando a precisão na dosagem do concentrado de aditivos tanto para as amostras prensadas úmidas quanto secas. Esses valores garantem plena conformidade com os requisitos técnicos essenciais para conferir resistência prolongada à radiação ultravioleta (UV) às geomembranas.

3.3.2 Dispersão de Negro de Fumo

A dispersão do negro de fumo foi avaliada conforme os critérios da GRI-GM13, que estabelecem que, em 10 campos microscópicos, pelo menos 9 devem ser classificados como Categoria 1 ou 2 - aglomerados esféricos predominantemente menores que 35 µm (Categoria 1) ou 75 µm (Categoria 2) - sendo no máximo 1 campo permitido na Categoria 3 (<175 µm). Essa exigência assegura proteção eficiente da matriz polimérica sem prejudicar as propriedades mecânicas do material.

A amostra prensada úmida demonstrou dispersão excelente, com 9/10 campos na Categoria 1 e apenas 1/10 na Categoria 2, enquanto a prensada seca alcançou 7/10 na Categoria 1 e 3/10 na Categoria 2. As duas amostras satisfizeram integralmente os critérios da GRI-GM13, todavia a condição úmida apresentou maior homogeneidade e consistência, mostrando-se maior tendência para aplicações em geomembranas onde a uniformidade do negro de fumo impacta diretamente a durabilidade em serviço.

3.4 Calorimetria diferencial de varredura (DSC)

As curvas de DSC são fundamentais para caracterizar a morfologia e a estabilidade térmica de geomembranas de PEAD, revelando diferenças induzidas pelo processamento nos picos de fusão e no comportamento exotérmico (Figura 4: duas curvas pretas [prensada úmida]; duas curvas cinzas [prensada seca]).

A amostra prensada úmida apresentou pico de fusão bem definido em aproximadamente 132 °C, com entalpia de fusão mais elevada, indicando grau de cristalinidade ligeiramente superior e maior preservação da estrutura típica do PEAD. Já a amostra prensada seca mostrou transição menos nítida e entalpia inferior, sugerindo menor ordenação cristalina, possivelmente associada ao histórico térmico adicional imposto pela etapa de secagem em estufa.

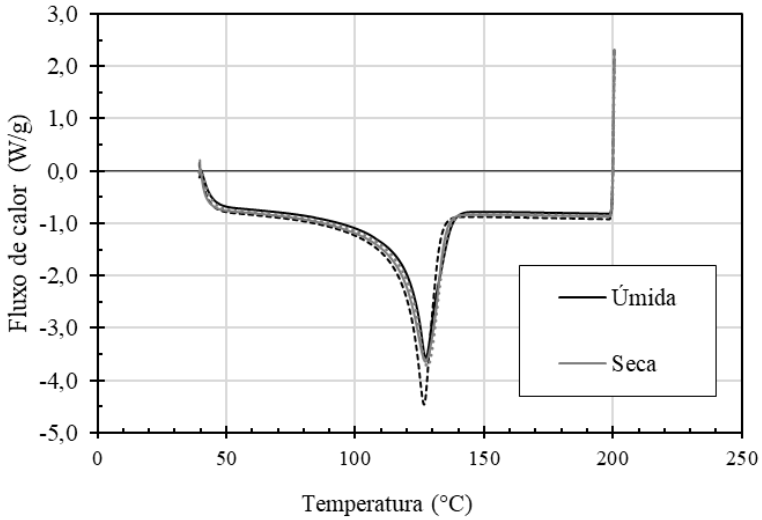


Figura 4. Curvas das amostras prensadas úmida e seca de DSC.

3.5 Tempo de indução oxidativo (Std-OIT)

A especificação GRI-GM13 exige um Std-OIT mínimo de 100 minutos (ASTM D 3895) a 200 °C, requisito essencial para assegurar capacidade antioxidante suficiente nas geomembranas de PEAD durante toda a vida útil projetada (Figura 5).

Ambas as rotas de processamento superaram amplamente esse limite, com a amostra prensada úmida alcançando 183,76 ± 0,87 min (curva preta) e a prensada seca, 176,08 ± 3,11 min (curva cinza) - margens de 84% e 76% acima do mínimo, respectivamente. Esses valores confirmam a eficácia do concentrado de aditivos em fornecer antioxidantes primários e secundários que protegem a matriz polimérica contra degradação termo-oxidativa. A amostra úmida destaca-se pelo platô de indução mais extenso antes da oxidação exotérmica, indicando menor consumo de estabilizantes durante a prensagem térmica.

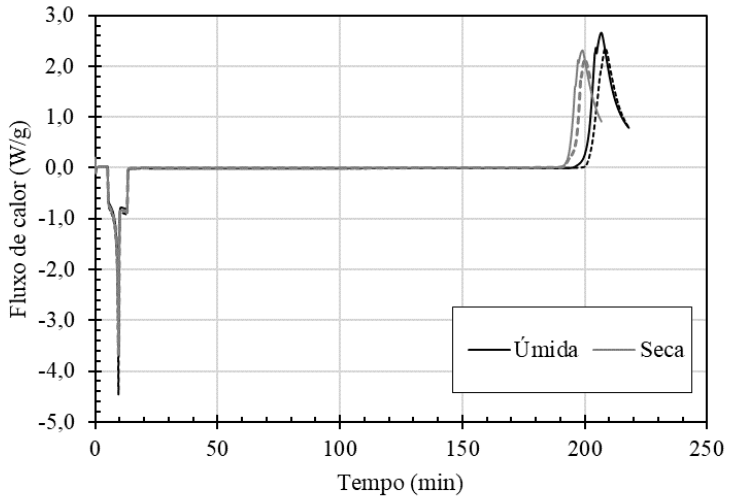


Figura 5. Curvas das amostras prensadas úmida e seca de OIT.

A amostra prensada seca apresenta início de oxidação um pouco mais precoce, possivelmente devido a maior exposição térmica ou perda de voláteis no condicionamento prévio. Essa diferença complementa os resultados de DSC, reforçando que a condição úmida preserva melhor a integridade estrutural e antioxidante do PEAD.

Em síntese, a prensagem térmica úmida se mostra a rota mais adequada, entre as avaliadas, para a produção de geomembranas de PEAD destinadas à incorporação de óxido de grafeno, apresentando desempenho sistematicamente favorável nos ensaios de tração - com alongamento na ruptura econsequente ductilidade superior que compensa a resistência na ruptura ligeiramente inferior-, dispersão de negro de fumo, DSC e Std-OIT. Esse conjunto de resultados, relevante para soldabilidade, acomodação de deformações e durabilidade em campo, respalda a escolha da rota úmida como condição de referência para estudos futuros de reforço com nanopartículas.

4 CONCLUSÃO

Este estudo objetivou estabelecer um procedimento laboratorial para a produção de geomembranas de PEAD em laboratório. Utilizou-se uma formulação industrialmente representativa, composta por resina de polietileno DOW MDPE NG6895 e concentrado de aditivos comercial contendo negro de fumo e antioxidantes, processada por extrusão em dupla rosca, peletização e conformação por prensagem térmica em duas condições distintas: úmida (sem secagem) e seca (com secagem em estufa). As geomembranas produzidas foram caracterizadas em laboratório e os resultados obtidos foram comparadas limites estabelecidos pela GRI-GM13 (GRI, 2025).

Ambas as rotas atenderam aos requisitos normativos e preservaram as características essenciais do PEAD, evidenciadas por densidade $\geq 0{,}94$ g/cm³, teores adequados e boa dispersão de negro de fumo, além de desempenho mecânico e de estabilidade oxidativa compatíveis, majoritariamente, com geomembranas comerciais.

A rota de prensagem úmida destacou-se pelo alongamento na ruptura superior a 700%, pela maior homogeneidade na dispersão de negro de fumo, pelo indicativo de cristalinidade ligeiramente mais elevada nas curvas de DSC e pelo tempo de indução à oxidação marginalmente maior em relação à rota seca. Em contraste, o condicionamento prévio em estufa resultou em pequena redução de ductilidade, entalpia de fusão menor e Std-OIT um pouco mais baixo, efeitos compatíveis com a exposição térmica adicional.

Dessa forma, a prensagem térmica úmida se consolida, no contexto deste estudo, como rota preferencial para a replicação laboratorial de geomembranas de PEAD destinadas à incorporação de nanopartículas, em especial de óxido de grafeno. A metodologia proposta fornece uma base experimental reprodutível, na qual variações futuras de composição e teor de nanocargas poderão ser avaliadas com menor influência do método de produção adotado, contribuindo para a avaliação das características e propriedades de geomembranas nanorreforçadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM International (2020). ASTM D 1603 *Standard Test Method for Carbon Black Content in Olefin Plastics.*

ASTM International (2021). ASTM D 1693 *Standard Test Method for Environmental Stress-Cracking of Ethylene Plastics.*

ASTM International (2025). ASTM D 5199 *Standard Test Method for Measuring the Nominal Thickness of Geosynthetics.*

ASTM International (2021). ASTM D 5596 *Standard Test Method for Microscopic Evaluation of the Dispersion of Carbon Black in Polyolefin Geosynthetics.*

ASTM International (2022). ASTM D 638 *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.*

ASTM International (2025). ASTM D 6693 *Standard Test Method for Determining Tensile Properties of Nonreinforced Polyethylene and Nonreinforced Flexible Polyolefin Geomembranes.*

ASTM International (2020). ASTM D 792 *Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement.*

ASTM International (2019). ASTM D 3895 *Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry*.

Bueno, B. S.; Lotti, C. L. Matérias-Primas. In: *Manual Brasileiro de Geossintéticos*, 2. ed., Vertematti, J. C., Coord. São Paulo: Blucher, 2015. Cap. 2, p. 31-46.

Dolez, P. I.; Ragoubi, N.; David, E.; Weltrowski, M. Reduction in HDPE Geomembrane Thermal Expansion using Nanoclay Particles. *Adv. Mater. TechConnect Briefs*, v. 1, p. 296, 2016.

DIN (1984). DIN 53388 *Testing of Plastics and Elastomers; Light Exposure in Open Air Under Glass*.

DIN (1988). DIN 53772 *Testing of Colouring Materials in Thermoplastics - Determination of Thermal Stability by Injection Moulding.*

DIN (1990). DIN 53775 *Testing of Colouring Materials in Plastics; Testing of Colouring Materials in Plasticized Polyvinyl Chloride (PVC-P) Materials; Determination of Heat Stability in an Oven.*

Drexler, K. E. (1981) Molecular engineering: an approach to the development of general capabilities for molecular manipulation. *Proc. Natl. Acad. Sci*., v. 78, p. 5275-5278.

Firoozi, A. A.; Naji, M.; Dithinde, M.; Firoozi, A. A. (2021) A review: influence of potential nanomaterials for civil engineering projects. *Iran. J. Sci. Technol. Trans. Civ. Eng*., v. 45, p. 2057-2068. DOI: <https://doi.org/10.1007/s40996-020-00474-x.>.

GRI (2025). GRI-GM13 *Test Methods, Test Properties and Testing Frequency for High Density Polyethylene (HDPE) Smooth and Textured Geomembranes*.

Jafari, I. et al. (2021) Thermal Degradation Kinetics and Modeling Study of Ultra High Molecular Weight Polyethylene (UHMWP)/Graphene *Nanocomposite. Molecules*, v. 26, p. 1597. DOI:< https://doi.org/10.3390/molecules26061597>.

Lavoie, F. L.; Kobelik, M.; Valentin, C. A.; Silva, J. L. (2020) Durability of HDPE Geomembranes: An Overview. *Quím. Nova*, v. 43, p. 656-667. DOI:< https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170540.>

Li, W.; Konsta-Gdoutos, M.; Shi, X.; Sobolev, K.; Shah, S. P. (2022) Editorial: Intelligent Concrete, New Functionalities and Nanotechnology. *Front. Mater*., v. 9. DOI:< https://doi.org/10.3389/fmats.2022.854580.>.

Luz, P. A. C. et al. (2025) High-density polyethylene-graphene polymer nanocomposites used as geogrids. *Polym*. Compos. DOI:< https://doi.org/10.1002/pc.70305.>.

Mansouri, I.; Esmaeili, E. (2016) Nanotechnology applications in the construction industry. In: Khitab, A.; Anwar, W., Eds. *Advanced research on nanotechnology for civil engineering applications*. Hershey, PA: IGI Global, 2016. p. 30. DOI:< https://doi.org/10.4018/978-1-5225-0344-6.ch004.>.

Papageorgiou, D. G.; Kinloch, I. A.; Young, R. J. (2017) Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites. *Prog. Mater. Sci.*, v. 90, p. 75-12. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.07.004>.

PETROBRAS (2013) N-2246: *Operation of Onshore and Offshore Gas Pipelines*.

Rowe, R. K.; Sangam, H. P. (2002) Durability of HDPE geomembranes. *Geotext. Geomembr*., v. 20, p. 77-95. DOI: <https://doi.org/10.1016/S0266-1144(02)00005-5>.

Taha, M. R. (2018) Recent developments in nanomaterials for geotechnical and geoenvironmental engineering. *MATEC Web Conf.*, v. 149, 02004.