

**OPTIMASI TEKNIK PREPARASI SAMPEL PADA PENENTUAN
KADAR ETILENA DI DALAM KOPOLIMER BLOK
POLIPROPILENA**
*(The Optimization of Sample Preparation Technique in Ethylene Content Determination
in Polypropylene Block Copolymer)*

*Agus Malik Ibrahim¹, Ihsan Safari², & Heny Hindriani¹

¹ Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon

² PT Tri Polyta Indonesia

E-mail/telp: sezhomalik@gmail.com /08176318313

ABSTRAK

Sesuai dengan tuntutan konsep kualitas, kandungan komonomer etilena pada polipropilena jenis kopolimer blok harus dianalisis dengan akurat dan presisi, agar hasil polimer yang didapatkan sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan, karena tinggi-rendahnya kandungan komonomer tersebut mempengaruhi kekuatan mekanik polipropilena jenis kopolimer blok. Penelitian ini bertujuan mendapatkan metode preparasi sampel yang memberikan hasil analisis paling akurat dan presisi untuk penentuan kadar etilena di dalam polipropilena jenis kopolimer blok. Kadar etilena dalam kopolimer blok polipropilena dibagi dalam 3 parameter, yaitu: kadar total etilena pada kopolimer (Et), kadar etilena pada *ethylene propylene rubber*/EPR (Ec), dan kadar EPR pada kopolimer (Fc). Sampel polipropilena jenis kopolimer blok yang digunakan berbentuk resin (serbuk), dan berasal dari produk salah satu perusahaan polimer di Cilegon dengan grade BI 9,0 GA. Penelitian ini menghasilkan kesimpulan bahwa dari kelima taraf faktor yang digunakan, teknik preparasi sampel yang memberikan hasil optimal adalah taraf faktor ke-5 (resin polipropilena diubah menjadi bentuk film terlebih dahulu, baru kemudian dilakukan proses pemanasan dan pendinginan).

Kata kunci: polipropilena, etilena, kopolimer blok

ABSTRACT

In accordance with the demands of the concept of quality, the ethylene comonomer content of polypropylene block copolymer species must be accurately and precisely analyzed, in order that the polymer yield obtained is in accordance with the desired specification, since the high content of the comonomer affects the mechanical strength of polypropylene block copolymer type. The objective of this research is to obtain sample preparation method which gives the most accurate and precise analysis result for the determination of ethylene content in polypropylene block copolymer. Ethylene content in polypropylene block copolymer is divided into 3 parameters, namely: total ethylene content in copolymer (Et), ethylene content on ethylene propylene rubber/EPR (Ec), and EPR content in copolymer

(Fc). The polypropylene block copolymer type is used in the form of resin (powder), and comes from the product of one of the polymer companies in Cilegon with grade BI 9.0 GA. This research concludes that from the five factors used, the sample preparation technique that gives the optimum result is the 5th factor (polypropylene resin is converted to film form first, then the process of heating and cooling).

Key words: polypropylene, ethylene, block copolymer

1. PENDAHULUAN

Perkembangan dunia industri saat ini berjalan dengan pesatnya. Hal ini menyebabkan tuntutan terhadap kualitas dan daya saing produk yang dihasilkan, demi mempertahankan kepercayaan konsumen dan pangsa pasar. Hal tersebut ditambah lagi dengan persaingan dari para kompetitor yang secara alamiah pasti akan terjadi.

Aplikasi atau penggunaan produk-produk polimer digunakan oleh orang banyak, baik di negara Indonesia, maupun di dunia. Masyarakat pengguna, tentu akan mencoba memahami dan melakukan pemilihan terhadap barang mana yang paling dapat memuaskan kebutuhan dan keinginannya, hal ini berarti masyarakat akan melakukan pertimbangan berdasarkan kualitas suatu produk. Oleh karena itu, peningkatan mutu dan pemuasan kebutuhan konsumen merupakan hal yang wajib dilakukan dalam upaya memenangkan persaingan tersebut.

Polimer diartikan *International of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), sebagai suatu zat yang terbentuk dari molekul-molekul yang besar yang cirinya terdiri dari banyak pengulangan dari satu atau beberapa jenis atom-atom atau kelompok atom (disebut monomer atau unit penyusun) yang dihubungkan satu sama lain secara kovalen yang jumlahnya cukup untuk menyusun serangkaian sifat yang tetap dan tidak akan berubah secara nyata dengan adisi atau pemindahan satu atau beberapa unit penyusun (Hernandez *et al.*, 2000). Selain polimer, dikenal juga istilah kopolimer, yaitu polimer yang tersusun dari dua atau lebih tipe monomer yang berbeda. Salah satu contoh polimer adalah polipropilena yang merupakan jenis kopolimer blok karena tersusun atas propilena sebagai monomer utama, dan etilena sebagai komonomer.

Polipropilena, karena sifat mekanisnya yang kuat menunjukkan perkembangan

industri yang pesat sejak diperkenalkan ke pasaran pada tahun 1965. Banyak upaya telah dilakukan untuk memperbaiki ketangguhan polipropilena, di antaranya memperkenalkan elastomer dengan kopolimerisasi diakui yang paling efektif (Song *et al.*, 2009). Kopolimer blok menempati area penelitian yang luas karena mereka menawarkan berbagai macam kemungkinan dalam komposisi arsitektur, ukuran, dan kimia (Smart *et al.*, 2008). Aplikasi polipropilena jenis kopolimer blok adalah untuk dibuat menjadi suatu barang yang memiliki kekuatan mekanik yang tinggi, contohnya untuk *battery casing* (accu), otomotif, perabot rumah tangga, dan bahan elektronika, karena sifatnya yang tangguh dan tidak mudah pecah pada temperatur rendah. Sesuai dengan tuntutan konsep kualitas tersebut, maka kandungan komonomer etilena pada polipropilena jenis kopolimer blok harus dianalisis dengan akurat dan presisi, agar hasil polimer yang didapatkan sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan, karena besar kecilnya kandungan komonomer tersebut berpengaruh terhadap kekuatan mekanik polipropilena jenis kopolimer blok. Parameter kekuatan mekanik polipropilena diantaranya kekuatan tarik, kekuatan tumbukan, kekuatan ayun, dan kelenturan. Penyisipan unit-unit etilena ke dalam polipropilena akan mengacaukan struktur isotaktik yang akan menghasilkan penurunan titik leleh, meningkatkan kejernihan, meningkatkan ketahanan terhadap bahan kimia, fleksibilitas yang baik, dan kekuatan tumbukan yang lebih baik (Butler dan Veazey, 1992).

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

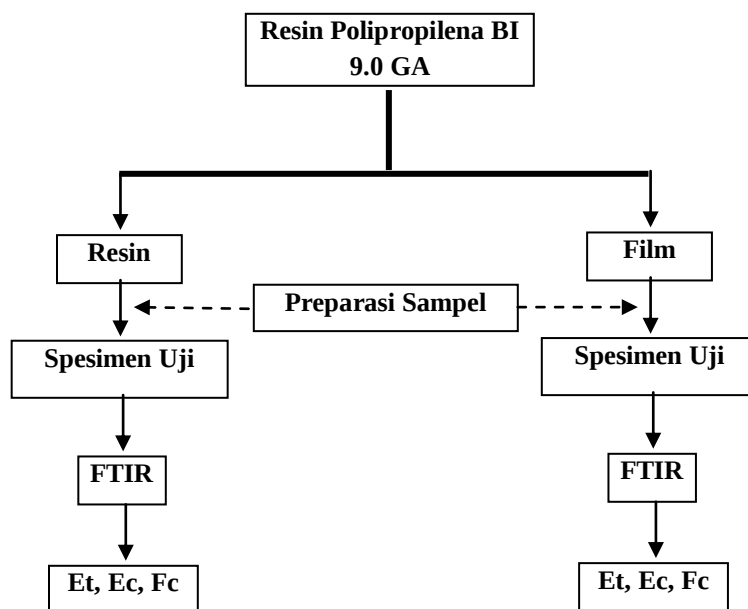
Peralatan yang digunakan adalah *cast film extruder* Killion, pembawa cetakan dengan pegangan kayu, *baking plate stainless steel*, cetakan 4 lubang dengan ukuran 30 x 60 x 0,5 mm, aluminium foil, *hydraulic press machine* dengan *double press*, gunting, dan *Fourier transform infra red spectrometer* (FTIR) BIORAD.

Bahan yang digunakan adalah resin polipropilena grade BI 9,0 GA dan es batu.

B. Metode

Prosedur Secara Umum

Prinsip dasar dalam teknik preparasi sampel yang dilakukan pada penelitian ini mengacu pada prosedur yang dikembangkan oleh *Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc, and Shell Company*. Secara umum, percobaan yang dilakukan adalah dengan membentuk resin kopolimer blok polipropilena menjadi spesimen uji, kemudian kadar etilena (Et, Ec, dan Fc) yang ada pada spesimen uji kopolimer blok polipropilena diukur dengan alat *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Khusus pada taraf faktor ke-5 (P_5), resin polipropilena diubah terlebih dahulu menjadi bentuk lembaran film, kemudian dibuat spesimen uji FTIR.



Gambar 1. Diagram alir percobaan secara umum

Taraf Faktor 1 (P_1)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan aluminium foil dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas

dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1 menit 20 detik (80 detik).

Taraf Faktor 2 (P₂)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan *aluminium foil* dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel kemudian dipotong-potong dan diaduk supaya homogen. Dilakukan kembali langkah 1, 2, 4, dan 5 terhadap sampel yang telah dipotong-potong tadi.

Taraf Faktor 3 (P₃)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan *aluminium foil* dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel kemudian dipotong-potong dan diaduk supaya homogen. Dilakukan kembali langkah 1, 2, dan 4 terhadap sampel yang telah dipotong-potong. Dilakukan pendinginan dengan mencelupkan cetakan berisi sampel ke air.

Taraf Faktor 4 (P₄)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan *aluminium foil* dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1

menit 20 detik (80 detik). Sampel kemudian dipotong-potong dan diaduk supaya homogen. Dilakukan kembali langkah 1, 2, dan 4 terhadap sampel yang telah dipotong-potong. Dilakukan pendinginan dengan cara mencelupkan cetakan yang berisi sampel ke air yang ditambahkan es batu.

Taraf Faktor 5 (P₅)

Ekstrusi film memiliki prinsip yang sama dengan ekstrusi pellet. Namun, pada ekstrusi film, *die* (lubang kecil tempat keluarnya polimer) yang digunakan berbentuk pipih. Lelehan polimer yang keluar dari *die* ditarik oleh *rollers* dan polimer didinginkan dengan mengalirkan udara pada film di *rollers* tersebut. Udara yang diberikan akan mempengaruhi kristalisasi polimer pada film, sedangkan kecepatan *rollers* dapat diatur untuk memperoleh ketebalan film yang diinginkan. Ketebalan film dapat juga ditentukan dengan mengatur kecepatan lelehan polimer yang keluar dari *die*. Semakin cepat putaran *roller*, film yang dihasilkan akan semakin tipis, dan sebaliknya semakin lambat lelehan polimer keluar dari *die*, ketebalan film akan semakin besar. Kondisi film *extruder* diatur sebagai berikut:

Temperatur <i>zone 1</i> : 215 °C	Temperatur <i>Adaptor</i> : 230 °C
Temperatur <i>zone 2</i> : 230 °C	Temperatur <i>Die</i> : 230 °C
Temperatur <i>zone 3</i> : 230 °C	Ketebalan film : 100 μ

Dilakukan *flushing* untuk membersihkan bagian dalam *extruder* dengan menggunakan resin polipropilena sisa. Dilakukan *flushing* kembali dengan menggunakan resin sampel. Putaran *rollers* diatur agar memperoleh ketebalan sesuai dengan yang diinginkan. Resin dimasukkan melalui *hopper*. Film yang dihasilkan digulung sesuai keperluan.

Pengolahan Data

Rancangan percobaan yang digunakan pada penelitian ini adalah rancangan acak sempurna dengan model tetap, karena penelitian ini termasuk ke dalam eksperimen faktor tunggal dan memiliki beberapa taraf. Rancangan acak sempurna adalah rancangan dimana perlakuan dikenakan sepenuhnya secara acak kepada unit-unit eksperimen, atau sebaliknya (Sudjana, 1982). Kebenaran hipotesis diuji melalui uji ANAVA. Jika harga F_{hitung} lebih

besar dari F_{tabel} selanjutnya akan dilakukan uji rata-rata sesudah ANAVA, dengan metode uji rentang Newman-Keuls.

Penentuan Presisi dan Akurasi (ASTM E2586 – 16)

Penentuan presisi dan akurasi dihitung berdasarkan nilai *Z score* dan koefisien variansi (KV). Kedua metode tersebut mengacu pada metode *ASTM methods testing for the mechanical properties testing of polypropylene characterization testing*. Taraf faktor yang memiliki *Z score* paling mendekati 0 adalah teknik preparasi sampel yang menghasilkan hasil analisis paling akurat.

$$Z \text{ Score} = \frac{(\text{Nilai rata – rata satu taraf faktor}) - (\text{Nilai rata – rata total})}{\text{Nilai standar deviasi total}}$$

Koefisien variansi (KV) adalah suatu nilai yang menunjukkan rasio kesalahan standar (penyimpangan) suatu variabel dari nilai variabel yang sebenarnya. Nilai koefisien variansi digunakan untuk menentukan tingkat presisi (kedekatan satu data dengan data yang lain/ketelitian) pada satu taraf faktor. Taraf faktor yang memiliki nilai koefisien variansi paling kecil adalah teknik preparasi sampel yang menghasilkan hasil analisis paling presisi pada penentuan kadar etilena di dalam kopolimer blok polipropilena.

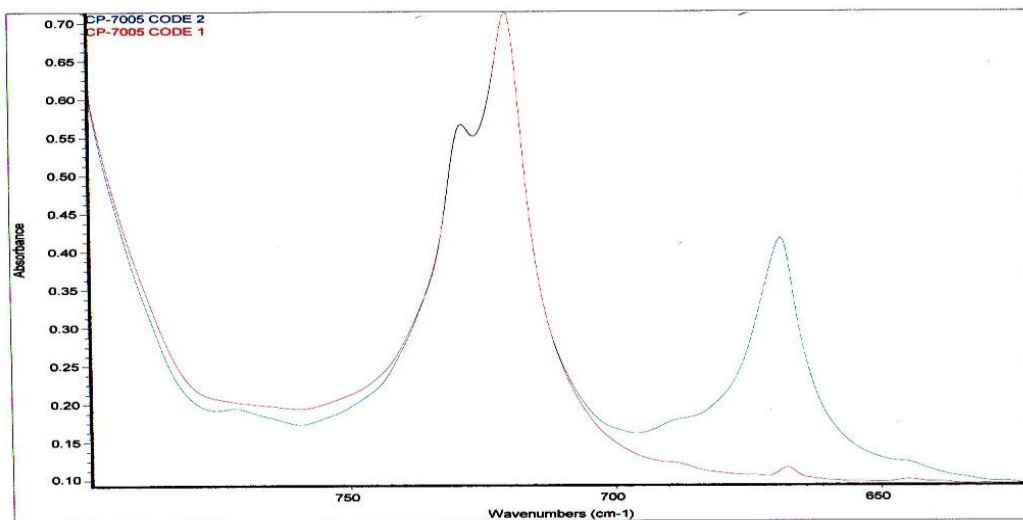
$$KV = \frac{\text{Standar deviasi} \times 100}{\text{Nilai rata – rata}}$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran dengan FTIR

FTIR adalah instrumen analisis yang dapat digunakan baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Penggunaan secara kuantitatif misalnya dalam penentuan kadar Et, Ec, dan Fc di dalam kopolimer blok polipropilena. Dalam penentuan kuantitatif, fungsi FTIR dibantu oleh sebuah program yang dinamakan “*Grimsby-Short*”. Program *grimsby-short* ini membantu menerjemahkan makna dari puncak-puncak (*peak-peak*) yang ditampilkan oleh FTIR melalui kalkulasi/perhitungan dari program tersebut menjadi nilai dalam % berat. Ciri khas dari polipropilena jenis kopolimer blok adalah jika dianalisis menggunakan FTIR,

akan memunculkan *peak* pada area bilangan gelombang 720–735 cm^{-1} . Contoh *peak* kopolimer blok polipropilena ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 2. *Peak* yang dihasilkan dari analisis kopolimer blok polipropilena

Dilihat dari bentuk fisiknya, spesimen uji yang didapat dari hasil pendinginan dengan media air (taraf faktor ke-3, ke-4, dan ke-5) lebih jernih daripada yang didapat melalui pendinginan dengan mesin (taraf faktor ke-1 dan ke-2). Kejernihan spesimen uji ini menunjukkan tingkat keteraturan dalam kristalisasi polimer. Spesimen uji yang jernih berarti susunan kristalnya kurang rapat sehingga akan memudahkan dalam pengukuran dengan FTIR karena jumlah sinar infra merah yang melewati spesimen uji akan lebih banyak daripada spesimen uji yang susunan kristalnya rapat. Kristalisasi merupakan proses fisik yang penting dalam ilmu polimer. Untuk bahan polimer semikristalin seperti polipropilena, kristalisasi terbukti menjadi faktor kunci untuk sifat mekanik akhir (Song *et al.*, 2009).



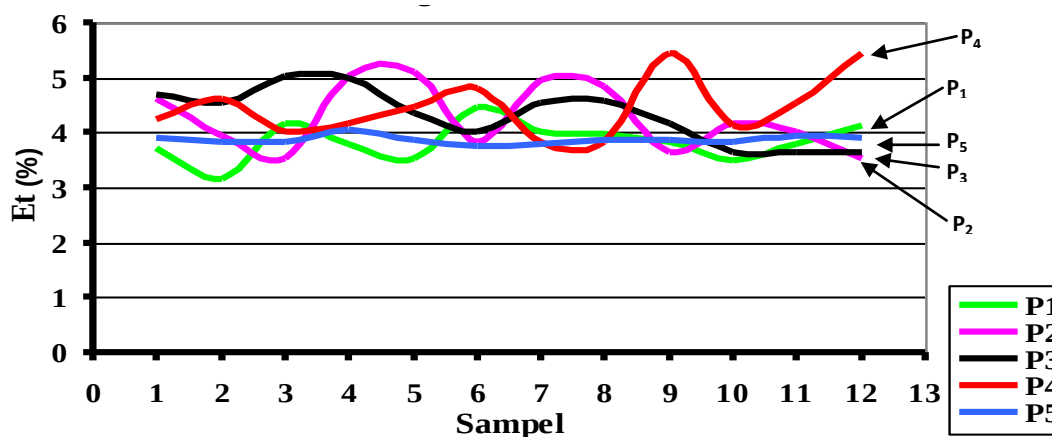
Gambar 3. Spesimen uji kopolimer blok polipropilena

Olefin block copolymer (OBC) telah banyak mendapat perhatian karena polimer ini memiliki beberapa sifat yang sangat diinginkan. Peneliti polimer mewujudkan satu pendekatan untuk memperluas penggunaan poliolefin, dengan mengendalikan mikrostrukturnya, yaitu orientasi dan distribusi komonomer di sepanjang polimer *backbone* (Descour, 2013). Campuran kopolimer berbasis propilena dapat memiliki kinerja mekanik yang lebih baik dari campuran kopolimer yang berbasis etilena (Lin *et al.*, 2011). Salah satu fitur yang paling menarik dari kopolimer blok polipropilena adalah kemampuan untuk merakit diri menjadi struktur nano dengan berbagai morfologi seperti bola, silinder, struktur *bicontinuous*, lamella, dan lain-lain. Studi terperinci baik dari eksperimen maupun pemodelan teoritis telah mengungkapkan bahwa sifat morfologi ditentukan oleh faktor-faktor termasuk parameter interaksi (χ), derajat polimerisasi (N), dan fraksi volume (f), serta arsitektur molekuler. Karena fitur unik ini kopolimer blok polipropilena telah menarik perhatian besar-besaran sebagai elastomer termoplastik, sistem penghantaran obat, litografi, bahan mesopori, dan di banyak area lainnya (Feng *et al.*, 2017).

Kadar Total Etilena pada Kopolimer Blok Polipropilena (Et)

Kadar total etilena yang dihasilkan pada taraf faktor yang ke-5 adalah yang paling stabil di antara taraf faktor yang lain. Data Et dengan nilai paling rendah diperoleh pada data ke-2 taraf faktor ke-1, dan data dengan nilai yang tertinggi diperoleh dari data ke-12

pada taraf faktor ke-4. Gambar 4 dan Tabel 1 menunjukkan perbandingan Et dari kelima taraf faktor.



Gambar 4. Grafik perbandingan Et dari 5 taraf faktor

Tabel 1. Perbandingan data Et dari 5 taraf faktor

Nilai	Kadar total etilena (%)				
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	P ₅
Minimum	3,15	3,53	3,63	3,83	3,74
Maksimum	4,45	5,09	5,04	5,45	4,06
Jumlah	45,91	51,21	51,86	53,54	46,37
Banyak pengamatan	12	12	12	12	12
Rata-rata	3,83	4,27	4,32	4,46	3,86
Rata-rata total	4,15				
Std Deviasi	0,35	0,61	0,50	0,55	0,08
Std deviasi total	0,51				
KV	9,15	14,23	11,65	12,26	2,08
Z Score	-0,63	0,23	0,34	0,61	-0,55

Berdasarkan Tabel 1 di atas dapat dilihat bahwa taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Et pada kopolimer blok polipropilena paling presisi adalah taraf faktor ke-5, karena nilai koefisien variansinya paling kecil di antara taraf faktor yang lain, yaitu 2,08. Urutan tingkat presisi kelima taraf faktor dari yang kurang presisi ke yang paling presisi untuk penentuan Et adalah:

Taraf faktor	P ₂	P ₄	P ₃	P ₁	P ₅
KV	14,23	12,26	11,65	9,15	2,08


 Semakin Presisi

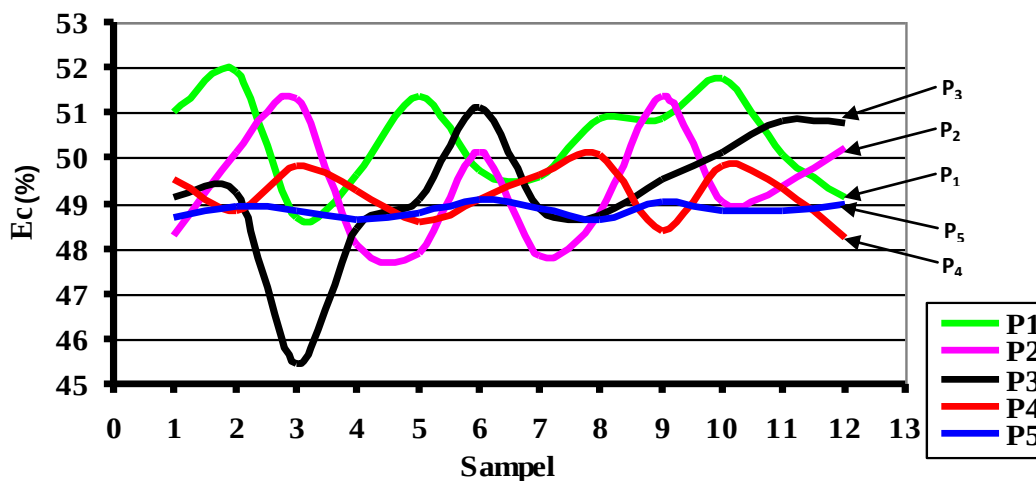
Taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Et pada kopolimer blok polipropilena paling akurasi adalah taraf faktor ke-2, karena nilai Z scorenya paling mendekati 0 di antara taraf faktor yang lain, yaitu 0,23. Urutan tingkat akurasi kelima taraf faktor dari yang kurang akurat ke yang paling akurat untuk penentuan Et adalah:

Taraf faktor	P ₁	P ₄	P ₅	P ₃	P ₂
Z score	-0,63	0,61	-0,55	0,34	0,23


 Semakin Akurat

Kadar Etilena pada EPR (Ec)

Hampir serupa dengan grafik dari perbandingan Et, dari grafik terlihat juga bahwa data Ec yang dihasilkan pada taraf faktor yang ke-5 adalah yang paling stabil di antara taraf faktor yang lain. Nilai paling rendah diperoleh pada data ke-3 taraf faktor ke-3, dan data dengan nilai yang tertinggi diperoleh dari data ke-2 pada taraf faktor ke-1. Gambar 5 dan Tabel 2 menunjukkan perbandingan Ec dari kelima taraf faktor.



Gambar 5. Grafik perbandingan Ec dari 5 taraf faktor

Tabel 2. Perbandingan data Ec dari 5 taraf faktor

Nilai	Kadar etilena pada EPR (%)				
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	P ₅
Minimum	48,69	47,82	45,45	48,25	48,62
Maksimum	51,93	51,34	51,12	50,08	49,07
Jumlah	604,54	592,37	591,24	590,64	586,09
Banyak pengamatan	12	12	12	12	12
Rata-rata	50,38	49,36	49,27	49,22	48,84
Rata-rata total	49,41				
Std Deviasi	1,06	1,26	1,49	0,60	0,14
Std deviasi total	1,12				
KV	2,11	2,55	3,03	1,21	0,29
Z Score	0,86	-0,04	-0,13	-0,17	-0,51

Berdasarkan Tabel 2 di atas dapat dilihat bahwa taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Ec pada kopolimer blok polipropilena paling presisi adalah taraf faktor ke-5, karena nilai koefisien variansinya paling kecil di antara taraf faktor yang lain, yaitu 0,29. Urutan tingkat presisi kelima taraf faktor dari yang kurang presisi ke yang paling presisi untuk penentuan Ec adalah:

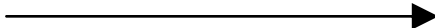
Taraf faktor	P ₃	P ₂	P ₁	P ₄	P ₅
KV	3,03	2,55	2,11	1,21	0,29



Semakin Presisi

Taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Ec pada kopolimer blok polipropilena paling akurasi adalah taraf faktor ke-2, karena nilai Z scorenya paling mendekati 0 di antara taraf faktor yang lain, yaitu -0,04. Maka urutan tingkat akurasi kelima taraf faktor dari yang kurang akurat ke yang paling akurat untuk penentuan Ec adalah:

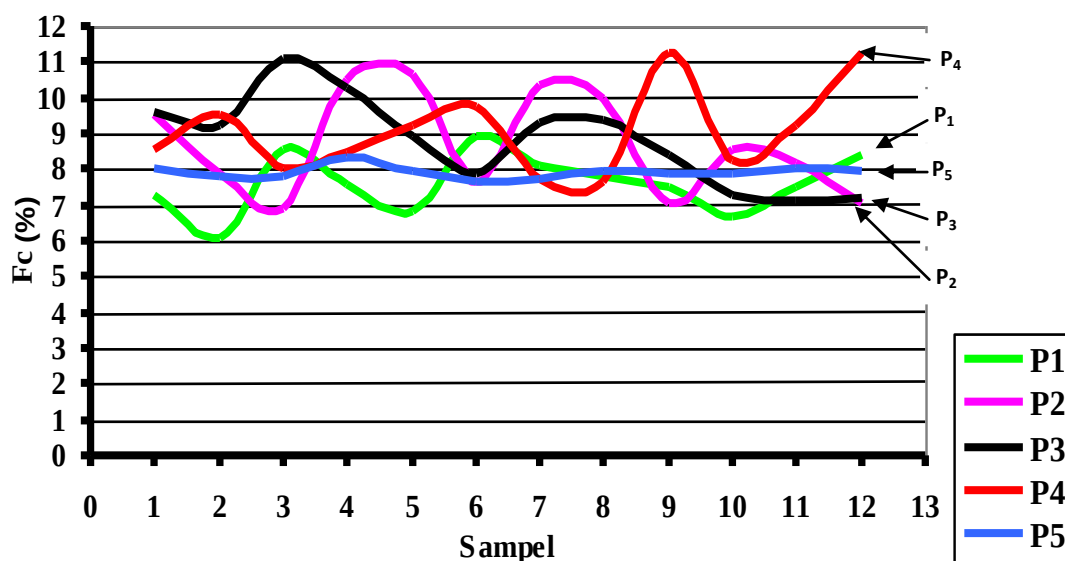
Taraf faktor	P ₁	P ₅	P ₄	P ₃	P ₂
Z score	0,86	-0,51	-0,17	-0,13	-0,04



Semakin Akurat

Kadar Ethylene-Propylene Rubber (EPR) Kopolimer Blok Polipropilena (Fc)

Ketangguhan benturan polipropilena dapat diperbaiki dengan penambahan elastomer seperti EPR. Peningkatan ketangguhan ini dicapai dengan mengorbankan kekakuan dan karakteristik kekuatan, karena penggabungan elastomer menjadi polipropilena menyebabkan pengurangan modulus dan tegangan hasil (Hernandez *et al.*, 2008). Hampir serupa dengan grafik dari perbandingan Et dan Ec, dari grafik terlihat juga bahwa data Fc yang dihasilkan pada taraf faktor yang ke-5 adalah yang paling stabil di antara taraf faktor yang lain. Nilai Fc paling rendah diperoleh pada data ke-2 taraf faktor ke-1, dan nilai yang tertinggi diperoleh dari data ke-12 pada taraf faktor ke-4. Gambar 6 dan Tabel 3 menunjukkan perbandingan Fc dari kelima taraf faktor.



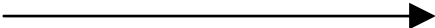
Gambar 6. Grafik perbandingan Fc dari 5 taraf faktor

Tabel 3. Perbandingan data Fc dari 5 taraf faktor

Nilai	Teknik Preparasi Sampel				
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	P ₅
	Fc (%)	Fc (%)	Fc (%)	Fc (%)	Fc (%)
Minimum	6,06	6,88	7,14	7,66	7,62
Maksimum	8,96	10,63	11,09	11,25	8,34
Jumlah	91,28	104,13	105,68	108,92	94,93

Banyak pengamatan	12	12	12	12	12
Rata-rata	7,61	8,68	8,81	9,08	7,91
Rata-rata total	8,42				
Std deviasi	0,83	1,44	1,27	1,22	0,18
Std deviasi total	1,19				
KV	10,90	16,61	14,37	13,41	2,26
Z Score	-0,68	0,22	0,33	0,56	-0,42

Berdasarkan Tabel 3 di atas dapat dilihat bahwa taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Fc pada kopolimer blok polipropilena paling presisi adalah taraf faktor ke-5, karena nilai koefisien variansinya paling kecil di antara taraf faktor yang lain, yaitu 2,26. Urutan tingkat presisi kelima taraf faktor dari yang kurang presisi ke yang paling presisi untuk penentuan Fc adalah:

Taraf faktor	P₂	P₃	P₄	P₁	P₅
KV	16,61	14,37	13,41	10,90	2,26
					
Semakin Presisi					

Taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Fc pada kopolimer blok polipropilena paling akurasi adalah taraf faktor ke-2, karena nilai Z scorenya paling mendekati 0 di antara taraf faktor yang lain, yaitu 0,22. Maka urutan tingkat akurasi kelima taraf faktor dari yang kurang akurat ke yang paling akurat untuk penentuan Fc adalah:

Taraf faktor	P₁	P₄	P₅	P₃	P₂
Z score	-0,68	0,56	-0,42	0,33	0,22
					
Semakin Akurat					

Berdasarkan pembahasan tentang taraf faktor mana yang yang memberikan hasil penentuan kadar etilena paling akurat dan presisi ternyata tidak bisa didapatkan dalam satu paket teknik preparasi. Jika lebih mengutamakan presisi dari hasil-hasil penentuan maka sebaiknya digunakan teknik preparasi taraf faktor ke-5, sedangkan jika lebih

mengutamakan akurasi hasil-hasil penentuan maka sebaiknya digunakan teknik preparasi taraf faktor ke-2.

Analisis Variansi Untuk Rancangan Acak Sempurna

Hasil uji ANAVA menunjukkan bahwa semua nilai F hitung lebih besar dari F tabel, yang artinya bahwa kelima teknik preparasi sampel berbeda nyata baik dari pengukuran Et, Ec, maupun Fc-nya. Tabel 4, 5, dan 6 menunjukkan hasil uji ANAVA untuk Et, Ec, dan Fc. Tahap selanjutnya adalah melakukan uji rata-rata sesudah ANAVA dengan menggunakan uji Newman-Keuls.

Tabel 4. ANAVA untuk data Et

Sumber variasi	Derajat kebebasan (dk)	Jumlah kuadrat-kuadrat (JK)	Rata-rata jumlah kuadrat-kuadrat (RJK)	F		
				Hitung	Tabel	
					0,05	0,01
Rata-rata	1	1.032,44	1.032,44	4,67	2,54	3,68
Antar perlakuan	4	3,92	0,98			
Kekeliruan eksperimen	55	11,55	0,21			
Jumlah	60	1.047,91				

Tabel 5. ANAVA untuk data Ec

Sumber variasi	Derajat kebebasan (dk)	Jumlah kuadrat-kuadrat (JK)	Rata-rata jumlah kuadrat-kuadrat (RJK)	F		
				Hitung	Tabel	
					0,05	0,01
Rata-rata	1	146.508,56	146.508,56	3,70	2,54	3,68
Antar perlakuan	4	15,83	3,96			
Kekeliruan eksperimen	55	58,61	1,07			
Jumlah	60	146.583				

Tabel 6. ANAVA untuk data Fc

Sumber variasi	Derajat kebebasan (dk)	Jumlah kuadrat-kuadrat (JK)	Rata-rata jumlah kuadrat-kuadrat (RJK)	F		
				Hitung	Tabel	
					0,05	0,01
Rata-rata	1	4249,41	4249,41	3,98	2,54	3,68

Antar perlakuan	4	18,81	4,70
Kekeliruan eksperimen	55	64,68	1,18
Jumlah	60	4332,9	

Uji Lanjutan Newman-Keuls

Uji lanjutan Newman-Keuls untuk Et menunjukkan bahwa teknik preparasi sampel yang paling berbeda nyata adalah taraf faktor ke-1 dan ke-4, untuk Ec ke-1 dan ke-5, serta untuk Fc adalah ke-1 dan ke-4, serta ke-1 dan ke-3. Berarti teknik preparasi sampel/taraf faktor yang paling berbeda nyata adalah teknik preparasi sampel taraf faktor ke-1. Artinya, jika teknik preparasi sampel taraf faktor pertama digunakan pada penentuan kadar etilena di dalam kopolimer blok polipropilena, akan menghasilkan hasil analisis yang berbeda nyata dari teknik preparasi sampel yang lainnya. Tetapi paling berbeda nyata disini bukan berarti teknik preparasi ini adalah yang optimal, karena berdasarkan penghitungan *Z score* dan koefisien variansi (KV), teknik preparasi sampel taraf faktor ke-5 adalah yang menghasilkan hasil analisis optimal. Jika ditinjau dari segi waktu memang taraf faktor ke-1 merupakan teknik preparasi sampel yang paling singkat dan paling sederhana untuk dilakukan, tetapi pada penelitian ini tidak menghiraukan faktor waktu/kecepatan pengerjaan, melainkan benar-benar mencari keoptimalan hasil analisis dari 5 taraf faktor.

4. KESIMPULAN

Teknik preparasi sampel yang memberikan hasil paling presisi adalah taraf faktor ke-5 (resin polipropilena dijadikan film terlebih dahulu, baru kemudian dilakukan proses pemanasan dan pendinginan). Teknik preparasi sampel ke-5 memiliki nilai koefisien variansi (KV) 2,08 untuk Et; 0,29 untuk Ec; dan 2,26 untuk Fc. Teknik preparasi sampel yang memberikan hasil paling akurat adalah taraf faktor ke-2 (resin polipropilena dipress panas dan dingin dengan mesin, kemudian dihomogenkan kembali, dan dipress panas dan dingin kembali dengan mesin). Teknik preparasi sampel ke-2 memiliki *Z Score* 0,23 untuk Et; -0,04 untuk Ec; dan 0,22 untuk Fc. Teknik preparasi sampel yang optimal, dengan mempertimbangkan tingkat presisi dan tingkat akurasi adalah taraf faktor ke-5, yang

memiliki tingkat presisi tertinggi, dan tingkat akurasi ke-3 (untuk Et), ke-4 (untuk Ec), dan ke-3 (untuk Fc).

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 1998. Material Safety Data Sheet PT. Tri Polyta Indonesia: Propilena.
- Anonim. 1998. Material Safety Data Sheet PT. Tri Polyta Indonesia: Etilena.
- ASTM D3900-05a. Rubber-Determination of Ethylene Units in Ethylene-Propylene Copolymers (EPM) and in Ethylene-Propylene-Diene Terpolymers (EPDM) by Infrared Spectrometry.
- ASTM E2586 – 16. Standard Practice for Calculating and Using Basic Statistics.
- Butler TI, & Veazey EW. 1992. Film Extrusion Manual. Atlanta: Tappi Press.
- Descour CD. 2013. Olefin block copolymers: synthesis and dissection. [Tesis]. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven. DOI: 10.6100/IR759135.
- Feng H, Lu X, Wang W, Kang NG, & Mays JW. 2017. Block Copolymers: Synthesis, Self-Assembly, and Applications. *Polymers* 2017 (9) 1– 31. DOI: 10.3390/polym9100494.
- Hernández M, Ichazo MN, González J, Albano C, & Santana, O. 2008. Impact Behavior Of Polypropylene/Styrene-Butadiene-Styrene Block Copolymer Blends. *Acta Microscopica* (17) 66 – 71.
- Hernandez RJ, Selke, Susan EM, & Cutler JD. 2000. *Plastics Packaging: Properties, Processing, Applications, and Regulations*. Munich: Hanser Publishers.
- Lin Y, Marchand GR, Hiltner A, & Baer E. 2011. Adhesion of olefin block copolymers to polypropylene and high density polyethylene and their effectiveness as compatibilizers in blends. Elsevier. *Polymer* (52) 1635 - 1644. DOI: 10.1016/j.polymer.2011.02.012.
- Smart T, Lomas H, Massignani M, Merino MVE, Perez LR, & Battaglia G. 2008. Block copolymer nanostructures. *Nanotoday* (3) 38 – 46.1.

- Song S, Feng, J, Wu P, & Yang Y. 2009. Shear-Enhanced Crystallization in Impact-Resistant Polypropylene Copolymer: Influence of Compositional Heterogeneity and Phase Structure. *Macromolecules* 2009, 42, 7067 - 7078. DOI: 10.1021/ma9004764.
- Sudjana. 1982. Desain dan Analisis Eksperimen. Bandung: Tarsito.