

**DEGRADASI TERMAL POLIETILEN DENGAN VARIASI  
KONFIGURASI RANTAI, LAMA WAKTU DEGRADASI,  
DAN INPUT GAS NITROGEN**

**TESIS**



**Diajukan oleh :  
Johannes P. Hutapea  
0606000951**

**PROGRAM PASCASARJANA ILMU MATERIAL  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS INDONESIA  
JAKARTA  
2008**

## LEMBAR PERSETUJUAN

TESIS INI TELAH DISETUJUI OLEH :

Dr. Emil Budianto  
Pembimbing

Dr. Bambang Soegijono  
Ketua Sidang

Dr. Azwar Manaf  
Penguji

Dr. Muhammad Hikam  
Penguji

Dr. Budhy Kurniawan  
Penguji

Dr. Bambang Soegijono  
Kepala Program Magister Ilmu Material  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Indonesia

Tanggal 10 Juli 2008

## ABSTRAK

Pada *extrusion coating*, polietilen dipergunakan sebagai perekat, dengan cara degradasi termal yang dilanjutkan oksidasi oleh oksigen. Dalam penelitian ini dipelajari pengaruh jenis rantai polietilen (antara LDPE, *Low Density Polyethylene* dan LLDPE, *Linear Low Density Polyethylene*) terhadap degradasi termal, pengaruh lama waktu tinggal polietilen di dalam *extruder* terhadap degradasi rantainya, dan pengaruh dari input gas nitrogen ke *hopper extruder*. Pengaruh dari ketiga kondisi tersebut di atas dipelajari dengan alat *Infra Red*, *Differential Scanning Calorimetry*, dan uji tarik. Semakin lama LDPE berada di dalam *extruder* maka konsentrasi gugus alkohol dan karbonil juga semakin meningkat. Berbeda dengan LLDPE yang terlihat hanya peningkatan konsentrasi gugus alkohol. Ini terjadi karena LDPE memiliki lebih banyak percabangan dibandingkan LLDPE. Pengaruh dari input gas nitrogen ke *hopper extruder* tidak memperlihatkan perubahan konsentrasi gugus alkohol dan karbonil. Dengan *Differential Scanning Calorimetry* dapat diketahui bahwa degradasi termal memberikan kesempatan bagian amorfus dari polietilen untuk tersusun lebih teratur (kristalinitas bertambah). Dari uji tarik dapat dipelajari perubahan sifat mekanik yang terjadi. Baik pada LDPE maupun LLDPE dapat dilihat penurunan persen perpanjangan, *stress at break*, dan *stress at yield*, dengan nilai masing-masing yang lebih tinggi untuk LLDPE.

## ABSTRACT

In *extrusion coating*, polyethylene was used as adhesive, by thermal degradation and followed by oxygen oxidation. In this research, we studied the effect of polyethylene chain (between LDPE, *Low Density Polyethylene* and LLDPE, *Linear Low Density Polyethylene*) to thermal degradation, the effect of polyethylene resident time in the extruder, and the effect of input nitrogen gas to hopper extruder. The effects of that conditions were studied with *Infra Red Spectroscopy (IR)*, *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*, and tensile strength. As long as LDPE in the extruder, then the alcohol and carbonyl groups also increased. But it was different with LLDPE, it can only increased the carbonyl groups, since LDPE has many chain branching. Input nitrogen gas did not make different to alcohol and carbonyl groups concentration. From DSC known that thermal degradation give chance to amorphus region of polyethylene to be ordered. From tensile test we studied that thermal degradation decreased the mechanical properties of polyethylene.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan berkat dan rahmat dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan tesis dengan judul :

**“Degradasi Termal Polietilen dengan Variasi Konfigurasi Rantai,  
Lama Waktu Degradasi, dan Input Gas Nitrogen”**

Selama pengerjaan penelitian dan penulisan tesis ini, penulis banyak mendapat bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan penghargaan dan terima kasih yang tak terhingga kepada :

1. Bapak DR. Emil Budianto, selaku pembimbing yang telah membimbing dan memberikan saran-sarannya selama penelitian.
2. Seluruh Panitia Penguji tesis ini, yang telah memberikan arahan dan saran untuk kesempurnaan tesis ini.
3. Rekan-rekan di PT. DNP Indonesia yang telah banyak membantu dan memberikan saran-saran serta dukungan dalam pengerjaan penelitian hingga penulisan.
4. Kedua orang tua saya, ayahanda Rusli Hutapea dan ibunda Nelly Siregar, atas dukungan dan bantuannya selama studi.
5. Adik, kakak, dan abang : Delia Marpaung, Elisabeth Hutapea, dan Sahat Matondang.
6. Seluruh staf pengajar Program Magister Ilmu Material FMIPA-UI.
7. Rekan-rekan Ilmu Material angkatan 2006
8. Dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Akhir kata, untuk perbaikan dan pengembangan penelitian ini, penulis menerima kritik dan saran serta masukan-masukan.

Jakarta, Juli 2008

Penulis

Johannes P. Hutapea

## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PERSETUJUAN</b>	i
<b>ABSTRAK</b>	ii
<b>KATA PENGANTAR</b>	iii
<b>DAFTAR ISI</b>	iv
<b>DAFTAR TABEL</b>	vi
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	vii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	ix
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	
I.1. Latar Belakang	1
I.2. Rumusan Masalah	2
I.3. Tujuan Penelitian	2
I.4. Manfaat penelitian	2
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1. Pembentukan polietilen	
II.1.1. Mekanisme reaksi polimerisasi dan Sistem polimerisasi.	3
II.1.2. Polimerisasi Polietilen Bercabang	6
II.1.3. Polimerisasi Polietilen Linier	8
II.2. Morfologi dan Kristalisasi	8
II.2.1. Suhu transisi gelas	10
II.2.2. Kekristalan	10
II.3. Aplikasi polietilen dalam <i>Extrusion Coating</i>	12
II.4. Degradasi yang terjadi pada polietilen	14
II.5. Karakterisasi polimer	
II.5.1. Spektroskopi <i>Infra Red</i>	17
II.5.2. <i>Differential Scanning Calorimetri (DSC)</i>	20
II.5.3. Kekuatan Mekanik	22
II.5.4. <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	26

### **BAB III. PERCOBAAN**

III.1. Skema Penelitian	27
III.2. Parameter mesin <i>extruder</i> saat pengambilan sampel.	28
III.3. Material yang dipergunakan sebagai sampel.	28
III.4. Cara pengambilan sampel.	29
III.5. Pemeriksaan Infra Red (IR)	30
III.6. Pemeriksaan Differensial Scanning Calorimetri (DSC)	31
III.7. Pemeriksaan Tensile Strength	32
III.8. Pemeriksaan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	33

### **BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

IV.1. Perubahan Kimia	
IV.1.1. Perbandingan perubahan kimia : jenis rantai polietilen yang berbeda.	34
IV.1.2. Perbandingan perubahan kimia dengan variabel lama waktu tinggal.	37
IV.1.3. Perbandingan perubahan kimia dengan variabel laju alir gas nitrogen.	41
IV.2. Perubahan transisi termal	
IV.2.1. Perubahan transisi termal polietilen rantai bercabang (LDPE)	45
IV.2.2. Perubahan transisi termal polietilen rantai linier (LLDPE)	48
IV.3. Perubahan sifat mekanik	
IV.3.1. Persen perpanjangan	49
IV.3.2. <i>Stress at break</i>	50
IV.3.3. <i>Stress at yield</i>	52
IV.3.4. <i>Modulus young</i>	54

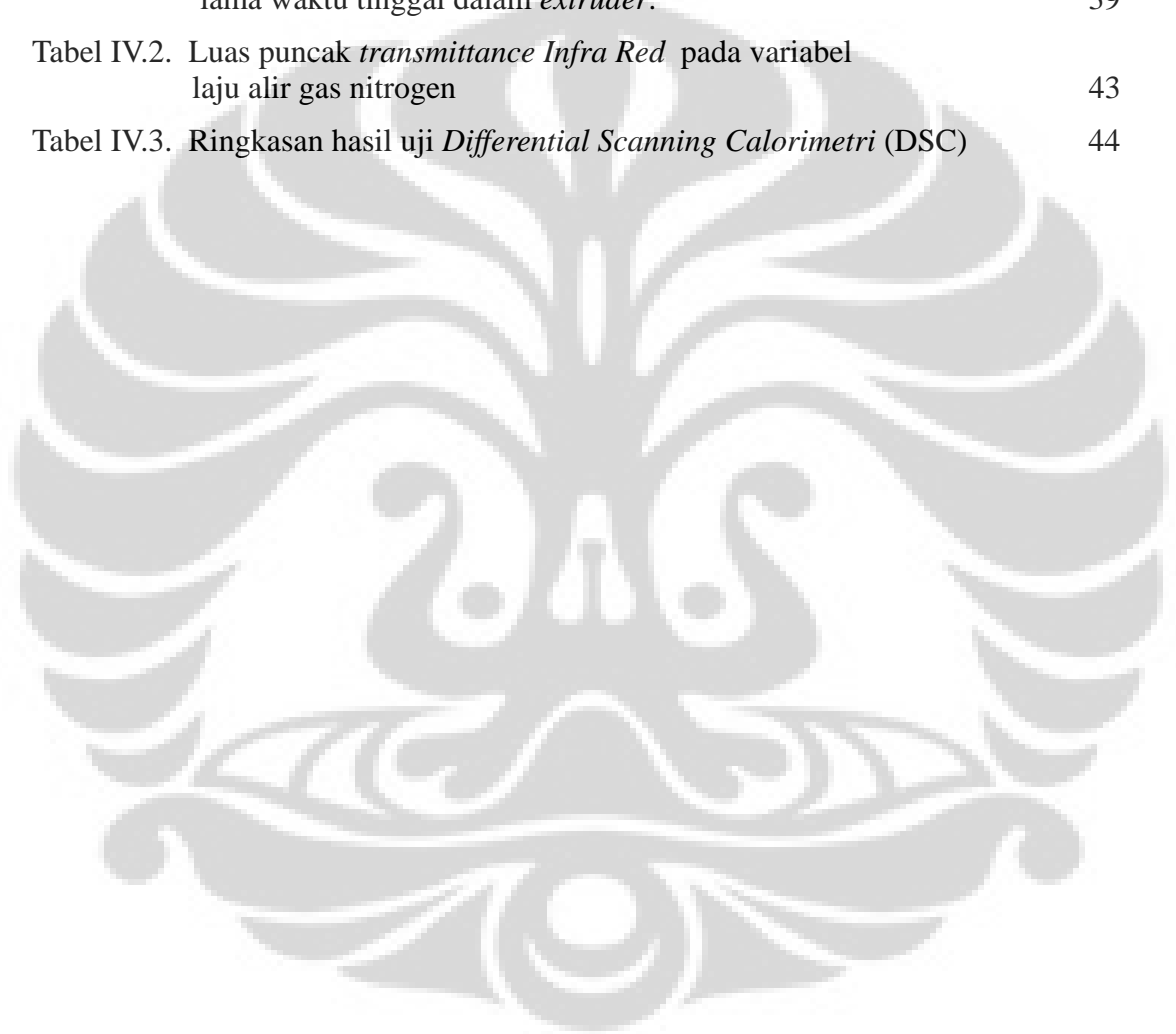
### **BAB V. KESIMPULAN** 56

### **DAFTAR ACUAN** 57

### **LAMPIRAN**

## DAFTAR TABEL

Tabel II.1.	Perbedaan mekanisme reaksi polimerisasi <i>step reaction</i> dengan <i>chain reaction</i>	3
Tabel II.2.	Sistem polimerisasi homogen dan heterogen	5
Tabel III.1.	Material yang dipergunakan sebagai sampel	28
Tabel III.2.	Jenis dan Jumlah Sampel Percobaan	30
Tabel IV.1.	Luas puncak <i>transmittance Infra Red</i> pada variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> .	39
Tabel IV.2.	Luas puncak <i>transmittance Infra Red</i> pada variabel laju alir gas nitrogen	43
Tabel IV.3.	Ringkasan hasil uji <i>Differential Scanning Calorimetri (DSC)</i>	44



## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1.	Kurva perbedaan <i>chain polymer</i> dengan <i>step polymer</i>	4
Gambar II.2.	Model semikristalin polimer	11
Gambar II.3.	Skema struktur spherulite	12
Gambar II.4.	Skema Spektrometer Infra Red yang sederhana	19
Gambar II.5.	Skema tempat sampel alat DSC	20
Gambar II.6.	Termogram DSC	21
Gambar II.7.	Kelakuan tegangan tarik perpanjangan yang khas	24
Gambar II.8.	Kurva umum tegangan tarik perpanjangan	25
Gambar III.1.	Cara pengambilan sampel	29
Gambar IV.1.	Grafik puncak <i>transmittance</i> sinar <i>Infra Red</i> dengan variabel lama waktu tinggal (gambar A dan C pada gugus alkohol, gambar B dan D pada gugus karbonil)	35
Gambar IV.2.	Grafik puncak <i>transmittance</i> sinar <i>Infra Red</i> dengan variabel laju alir gas nitrogen (gambar A dan C pada gugus alkohol, gambar B dan D pada gugus karbonil)	36
Gambar IV.3.	Cara menghitung luas puncak <i>transmittance</i>	38
Gambar IV.4.	Grafik luas puncak <i>transmittance Infra Red</i> pada variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> .	39
Gambar IV.5.	Grafik luas puncak <i>transmittance Infra Red</i> pada variabel laju alir gas nitrogen.	43
Gambar IV.6.	Grafik temperatur leleh hasil uji <i>Differential Scanning Calorimetri (DSC)</i>	45
Gambar IV.7.	Gambar SEM sampel LDPE variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> 0.5 jam	47
Gambar IV.8.	Gambar SEM sampel LDPE variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> 2.0 jam	47
Gambar IV.9.	Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam Extruder pada % perpanjangan	49
Gambar IV.10.	Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke extruder pada % perpanjangan	49
Gambar IV.11.	Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> pada <i>stress at break</i> (gf/mm <sup>2</sup> ).	51
Gambar IV.12.	Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke <i>extruder</i> pada <i>stress at break</i> (gf/mm <sup>2</sup> ).	51
Gambar IV.13.	Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> pada <i>stress at yield</i>	53
Gambar IV.14.	Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke <i>extruder</i> pada <i>stress at yield</i>	53



Gambar IV.15. Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> pada <i>Modulus young</i> .	54
Gambar IV.16. Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke <i>extruder</i> pada <i>Modulus young</i>	55



## DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Grafik DSC sampel A, pelet LDPE, sebelum masuk *extruder coating*
- Lampiran 2 Grafik DSC sampel D, film LDPE, setelah 2 jam, dengan *screw speed* 5 RPM, input gas N<sub>2</sub> 15 NL/min.
- Lampiran 3 Grafik DSC sampel E, film LDPE, setelah 2 jam, dengan *screw speed* 5 RPM, tanpa input gas N<sub>2</sub>
- Lampiran 4 Grafik DSC sampel B, pelet LLDPE, sebelum masuk *extruder coating*
- Lampiran 5 Grafik DSC sampel C, film LLDPE setelah 2 jam, dengan *screw speed* 5 RPM, input gas N<sub>2</sub> 15 NL/min.
- Lampiran 6 Grafik *transmittance infra red* pada sampel LDPE, dengan variabel lama waktu degradasi termal.
- Lampiran 7 Grafik *transmittance infra red* pada sampel LLDPE, dengan variabel lama waktu degradasi termal.
- Lampiran 8 Grafik *transmittance infra red* pada sampel LDPE, dengan variabel laju alir gas nitrogen.
- Lampiran 9 Grafik *transmittance infra red* pada sampel LLDPE, dengan variabel laju alir gas nitrogen.

# BAB I

## PENDAHULUAN

---

### I.1. Latar Belakang

Polimer olefin termoplastik, jenis LDPE (*Low Density Polyethylene*) dan LLDPE (*Linear Low Density Polyethylene*) biasanya banyak dipergunakan dalam industri kemasan. Di samping itu LDPE dan LLDPE dapat juga dipergunakan sebagai perekat antar 2 lembaran material lainnya. Proses ini dikenal dengan *Extrusion Coating*. Agar polietilen tersebut dapat berfungsi sebagai perekat maka temperatur leleh proses diatur sangat tinggi dengan tujuan memperbanyak pemutusan rantai polietilen. Selanjutnya ujung-ujung rantai polimer tersebut akan dioksidasi oleh oksigen membentuk gugus-gugus karbonil (CHO); gugus karbonil inilah yang menimbulkan daya ikat terhadap lembaran material lainnya. Pada saat proses *extrusion coating* berlangsung, ada kalanya proses/mesin harus dihentikan, misalnya saat perubahan spesifikasi pesanan. Ketika mesin berhenti, *screw extruder* harus tetap jalan pada temperatur yang sama, dengan kecepatan putar *screw* minimal. Saat mesin akan kembali bekerja, hal pertama yang harus dilakukan adalah menguras *barrel extruder* untuk membersihkan polietilen, sampai diperoleh lembaran film polietilen yang bersih/jernih bebas dari bintik-bintik. Untuk mengurangi bintik-bintik ini dipasang alat generator gas nitrogen dengan cara *Pressure Swing Adsorption* dan gas dialirkan ke *feeder extruder*.

## I.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang diuraikan di atas, maka permasalahan yang timbul adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh jenis polietilen (bercabang dan linier) terhadap degradasi termal?
2. Seberapa besar pengaruh waktu berhenti mesin terhadap karakteristik polietilen yang keluar *extruder* ?
3. Seberapa efektif gas nitrogen yang dialirkan ke *feeder extruder* dapat mengurangi bintik-bintik yang terlihat pada film polietilen keluar *dies*?

## I.3. Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh percabangan rantai polimer polietilen (LLDPE dan LDPE) terhadap degradasi termal.
2. Mempelajari pengaruh *screw speed*/lama waktu tinggal terhadap degradasi LDPE dan LLDPE di dalam *extruder* (pada temperatur proses).
3. Mempelajari pengaruh input gas Nitrogen (di *feeder extruder*) terhadap degradasi LDPE dan LLDPE.

## I.4. Manfaat Penelitian

1. Dalam bidang akademik : memperoleh tambahan informasi ilmiah mengenai degradasi termal polietilen khususnya pada proses *extrusion coating*.
2. Dalam bidang industri : memperoleh data karakteristik polietilen terhadap variasi lama waktu mesin berhenti dan data karakteristik polietilen terhadap variasi input gas nitrogen.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1. Pembentukan polietilen

##### II.1.1. Mekanisme Reaksi Polimerisasi dan Sistem polimerisasi.

Ada 2 hal penting dalam mempelajari pembentukan polimer, yaitu "mekanisme reaksi polimerisasi" dan "sistem polimerisasi".

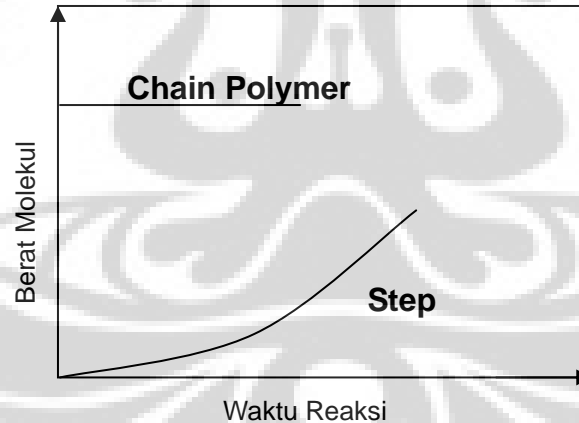
Mekanisme reaksi polimerisasi dibagi menjadi 2 kelompok, yaitu mekanisme polimerisasi *step reaction* (kondensasi) dan *chain reaction* (adisi). Polietilen merupakan hasil polimerisasi dengan mekanisme adisi. Pada polimerisasi adisi tidak dihasilkan molekul kecil. Berbeda dengan mekanisme kondensasi dimana hasil reaksi juga dihasilkan reaksi samping dengan ukuran molekul yang kecil.<sup>1,2</sup>

Tabel II.1. Perbedaan mekanisme reaksi polimerisasi *step reaction* dengan *chain reaction*.<sup>1,2</sup>

No.	Mekanisme : <i>chain reaction</i>	<i>step reaction</i>
1	Hanya <i>growth reaction</i> yang menambahkan <i>repeating unit</i> , satu per satu ke rantai polimer.	dua molekul yang ada dapat bereaksi
2	Selama reaksi berlangsung, konsentrasi monomer menurun dengan <i>steady</i> .	Di awal <i>step reaction</i> , monomer sudah habis.
3	Berat molekul polimer berubah sedikit demi sedikit selama reaksi berlangsung.	Selama reaksi berlangsung, berat molekul polimer meningkat dengan <i>steady</i> .
4	Waktu reaksi yang lama tidak akan mempengaruhi berat molekul	Waktu reaksi yang lama sangat penting untuk mendapatkan berat molekul yang besar.
5	Campuran reaksi hanya mengandung monomer, polimer, dan $10^{-8}$ bagian <i>growing chain</i> .	Pada setiap tingkat reaksi, berbagai jenis molekul ada di campuran reaksi.

Dari gambar II.1. di bawah, dapat dilihat salah satu perbedaan utama dari kedua mekanisme reaksi polimerisasi :

- ketika *Chain Reaction* diinisiasi maka molekul-molekul monomer bertambah dengan cepat ke *reactive end group* dari rantai polimer yang sedang bertumbuh sampai terminasi dan menjadi tidak reaktif. Pada saat pertumbuhan atau masa propagasi, ribuan unit monomer bertambah satu setiap saat dalam jangka waktu yang kurang dari 1 detik, sehingga pada setiap tahap dari *Chain Polymerization* : pada campuran reaksi hampir seluruhnya hanya terdiri dari 2 spesies yaitu monomer dan molekul yang sangat besar.
- Pada *Step Reaction*, setiap pasang dari molekul dapat saling bereaksi.



Gambar II.1. Kurva perbedaan *chain polymer* dengan *step polymer*

Sistem Polimerisasi dibagi menjadi 2 kelompok yaitu homogen dan heterogen :

Tabel II.2. Sistem polimerisasi homogen dan heterogen.<sup>1</sup>

<b>Tipe</b>	<b>Keuntungan</b>	<b>Kerugian</b>
<b><u>Homogen</u></b>		
<i>Bulk (batch type)</i>	Kontaminasi minimum	Sangat eksotermik, pada konversi yang tinggi : distribusi berat molekul yang lebar
<i>Bulk (continuous)</i>	Kontrol panas lebih baik, distribusi berat molekul yang sempit.	Membutuhkan pengadukan, pemisahan, <i>recycle</i> .
Larutan	Panas polimerisasi cepat terdispersi dan dapat dikontrol.	Biaya tambahan untuk pelarut; sulit untuk menghilangkan pelarut dengan sempurna; dapat terjadi transfer rantai dengan pelarut
<b><u>Heterogen</u></b>		
Suspensi	Panas polimerisasi dapat dikontrol; polimer didapat dalam bentuk butiran dan bisa dipakai langsung	Membutuhkan pengadukan yang kontinu, pencucian dan pengeringan juga dibutuhkan
Emulsi	Polimerisasi berlangsung cepat dan memberikan berat molekul yang besar dengan distribusi yang sempit.	Kontaminasi dengan pengemulsi.

Polimerisasi polietilen dengan sistem *bulk* lebih sulit dibanding dengan sistem larutan, karena reaksi polimerisasi monomer vinil sangat eksotermik dan juga

bermasalah untuk perpindahan panas karena di awal reaksi, viskositas membesar, yang mengakibatkan kemungkinan terjadinya lokalisasi area *hot spot*.<sup>1,2</sup>

Polimerisasi polietilen dengan sistem larutan lebih menguntungkan karena panas hasil reaksi dapat dipindahkan (dapat dikontrol), yaitu dengan me-*reflux* solvent. Tetapi ada kerugian dengan sistem larutan ini yaitu pelarut harus dipilih dengan tepat untuk mencegah *chain transfer*.<sup>1,2</sup>

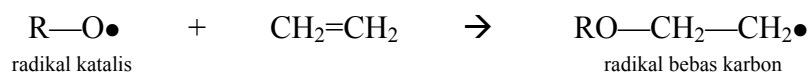
### II.1.2. Polimerisasi Polietilen Bercabang

Jenis polietilen yang diproduksi secara komersial pertama sekali adalah polietilen bercabang, yang diproduksi pada tekanan tinggi. Polietilen diperoleh dari polimerisasi monomer gas etilen (titik didih  $-104\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Gas etilen diperoleh dari *Catalytic Cracking* hidrokarbon. Proses polimerisasi etilen dilakukan pada tekanan 1000 – 3000 atm dan temperatur  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ .<sup>1</sup>

Ada beberapa cara mendapatkan polietilen. Pertama sekali polietilen diperoleh dengan katalis inisiator radikal bebas. Katalis ini mempunyai ikatan yang lemah, yang mudah dipecah oleh panas dan memberikan radikal bebas. Salah satu jenis katalis yang biasa digunakan adalah peroksida-peroksida organik. Ikatan tunggal O—O sangat lemah, dan jika dipanaskan, ikatan ini pecah, dan dihasilkan satu elektron tunggal pada masing-masing oksigen.<sup>3</sup>

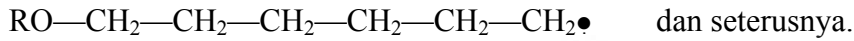
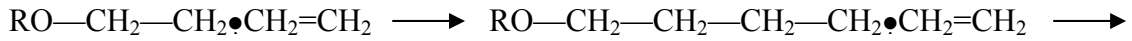


Radikal dari katalis bereaksi pada ikatan ganda dua karbon-karbon dari monomer etilen:

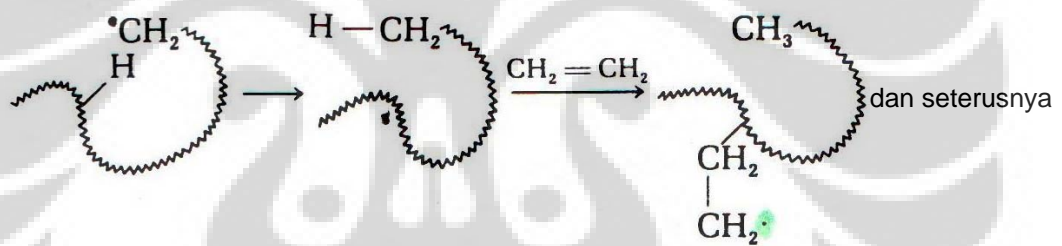




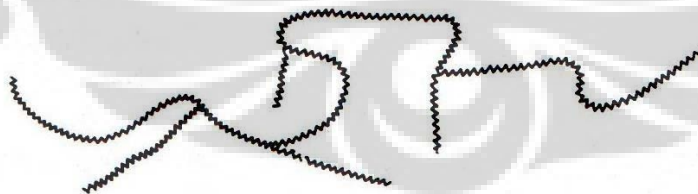
Hasilnya adalah radikal bebas karbon, yang beradisi pada molekul etilena lain secara berkelanjutan :



Rantai karbon terus tumbuh memanjang sampai terjadi reaksi penghentian rantai, melalui penggabungan 2 radikal. Pada saat pertumbuhan rantai karbon ini, yang terbentuk bukan hanya satu rantai karbon yang panjang. Tetapi rantai polimer yang tumbuh dapat mengambil satu atom hidrogen dari ekornya, yang menyebabkan percabangan rantai.<sup>3</sup>



Dan akhirnya terbentuk molekul raksasa dengan rantai-rantai panjang maupun pendek.<sup>3</sup>



Derajat percabangan, berat molekul dan sifat-sifat lain dari struktur polietilen dapat dikendalikan melalui pemilihan katalis dan kondisi reaksi. Polimerisasi radikal bebas biasanya dilakukan di bawah tekanan tinggi.<sup>3</sup>

### II.1.3. Polimerisasi Polietilen Linier

Polimerisasi dengan katalis *Ziegler-Natta* memberikan hasil polimer yang lebih linear. Dalam polimerisasi ini, sistem katalis *Ziegler-Natta* berfungsi menjadi sebuah kompleks koordinasi antara katalis, *growing chain*, dan monomer yang akan bereaksi. Oleh karena itu proses ini dinamakan polimerisasi adisi koordinasi. Beberapa kombinasi senyawa logam transisi dan senyawa organo logam mempolimerisasi gas etilen pada suhu dan tekanan rendah untuk memberikan polietilen yang memiliki struktur linier. Dengan katalis *Ziegler-Natta* diperoleh polietilen dengan struktur yang lebih teratur sehingga memungkinkan penyusunan rantai yang lebih rapat dan tingkat kekristalan yang tinggi. LLDPE (Linear Low Density Polyethylene) yang merupakan salah satu polimer hasil katalis *Ziegler-Natta*, adalah kopolimerisasi etilena dan 1-butena (dengan sedikit jumlah 1-heksana dan 1-alkana-1-alkena untuk mengvariasikan kerapatan). LLDPE sangat menarik, karena untuk memproduksinya diperlukan jauh lebih sedikit energi dibandingkan LDPE.<sup>1,2</sup>

### II.2. Morfologi dan Kristalisasi

Morfologi polimer adalah struktur, susunan, dan bentuk fisik dari molekul polimer. Morfologi polimer berhubungan dengan struktur kimia polimer tersebut. Pada umumnya terdapat 2 morfologi polimer yaitu amorfus dan kristal. Amorfus adalah suatu keadaan fisik yang dicirikan oleh ketidakteraturan di antara molekul-molekulnya. Sementara kristal adalah suatu keadaan fisik yang teratur. Karena polimer tidak pernah mencapai kekristalan 100%, maka lebih praktis mengkategorikan polimer sebagai amorfus dan semikristal. Keadaan amorfus dapat digambarkan (dalam skala molekul) menyerupai gulungan spagetti yang sudah dimasak, perbedaan utama antara keadaan

amorfus padat dan cair adalah : dalam keadaan padat gerak molekul dibatasi sampai ke daerah vibrasi yang sangat pendek dan rotasi, sedangkan dalam keadaan cair terdapat gerakan segmen yang luas atau kebebasan konformasi yang timbul dari rotasi di seputar ikatan-ikatan kimia. Untuk dapat menggambarkan keadaan amorfus dengan tepat perlu mempertimbangkan panjang ikatan, sudut ikatan, konformasi rantai dan belitan-belitan rantai. Ketika suatu polimer amorfus mencapai derajat kebebasan rotasi tertentu, maka polimer tersebut dapat dideformasi. Bila sudah terdapat kebebasan yang cukup, maka molekul-molekul polimer tersebut dapat mengalir melampaui molekul lainnya. Oleh karena itu keadaan amorfus ini sangat penting bagi para kimiawan untuk mendesain molekul-molekul agar sesuai dengan aplikasi di industri. Agar suatu polimer dapat berdeformasi atau mengalir maka memerlukan penerapan suatu gaya. Ketika gaya dikenakan kepada polimer, maka molekul-molekulnya cenderung kembali ke posisi mula-mula dan stabil, proses ini disebut dengan relaksasi. Dengan kata lain, cairan amorfus ini memperlihatkan suatu kualitas elastis tertentu. Elastisitas ini timbul karena molekul-molekulnya dikacaukan susunannya secara termodinamik. Jika gaya tersebut dikenakan secara tetap dan sedikit demi sedikit maka molekul mengalir dengan tidak dapat balik. Karena belitan rantai dan efek gesekan maka cairan yang mengalir tersebut akan menjadi sangat kental, sifat ini disebut dengan *viscoelastis*. Sifat ini penting dalam ekstrusi polimer. Saat polimer ditekan melewati lubang *dies* maka leburan polimer yang muncul keluar *dies* akan lebih besar dibanding dengan lebar *dies*, keadaan ini disebut dengan *die swell* (pengeremukan die).<sup>1,2</sup>

### II.2.1. Suhu Transisi Gelas

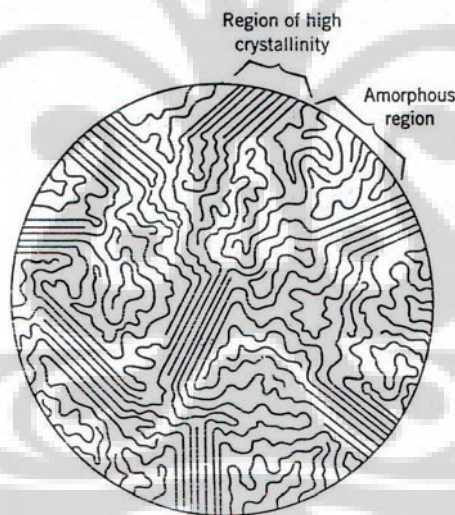
Ketika suatu material amorfus dipanaskan, energi kinetik molekulnya bertambah, Namun geraknya masih dibatasi sampai vibrasi dan rotasi daerah pendek sepanjang polimer tersebut mampu mempertahankan struktur gelas. Ketika suhu lebih dinaikkan lagi, maka muncul suatu batas dimana terjadi suatu perubahan yang jelas; dimana polimer melepaskan sifat-sifat gelas yang kaku dan cenderung menjadi lebih elastis. Suhu pada saat berlangsungnya fenomena ini disebut suhu transisi gelas ( $T_g$ ), istilah lainnya adalah suhu transisi order kedua, untuk membedakannya dari suhu transisi order pertama termodinamik dari peleburan.  $T_g$  dari suatu polimer dapat berubah dengan waktu karena faktor-faktor "pematangan" seperti berlangsungnya oksidasi atau ekspos ke sinar ultraviolet. Semakin tinggi berat molekul maka ujung-ujung rantainya semakin sedikit yang menyebabkan volume bebasnya menjadi lebih kecil. Transisi gelas merupakan karakteristik dari keadaan amorfus, yang masih hadir dengan tingkat bervariasi dalam polimer-polimer semikristal. Dalam polimer-polimer yang sangat kristal, transisi gelas sangat sulit untuk dideteksi karena material amorfus yang hadir jumlahnya relatif kecil; meskipun demikian bagian-bagian amorfus ini menjalani transisi gelas.<sup>1,2</sup>

### II.2.2. Kekristalan

Polimer yang memiliki struktur dengan sedikit atau tanpa percabangan rantai akan memberi struktur kristal, artinya rantai polimer dapat tersusun dengan baik. Namun demikian perlu dipahami bahwa istilah kekristalan dalam material polimer berbeda dengan istilah kekristalan dalam senyawa-senyawa dengan berat molekul rendah. Kristalisasi dapat ditimbulkan oleh peregangan suatu sampel polimer pada

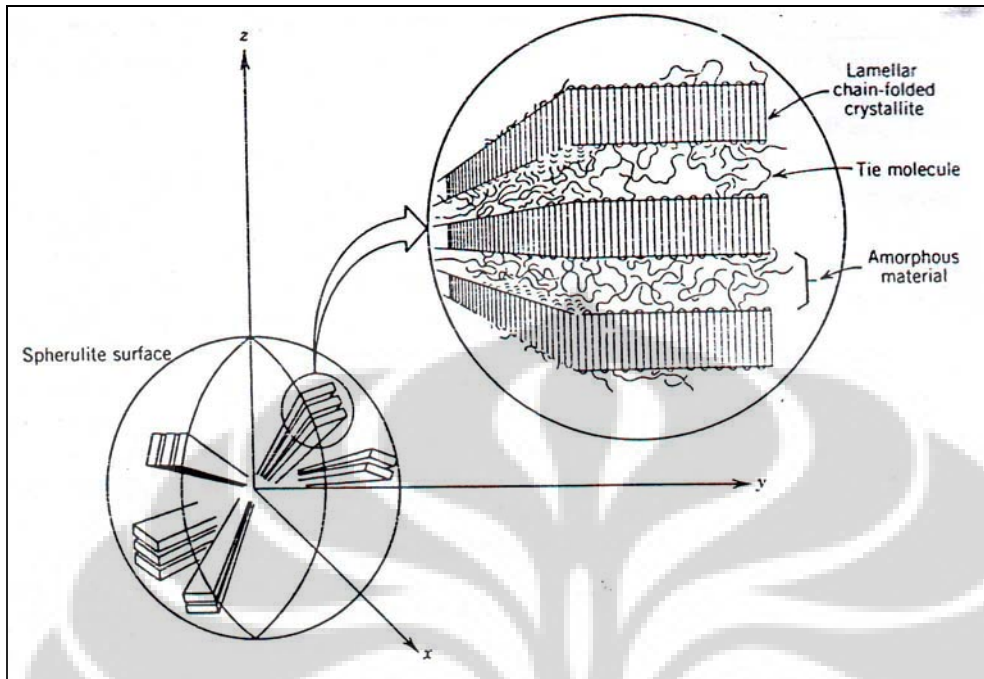
suhu di atas suhu transisi gelasnya, proses ini disebut *drawing*. *Drawing* dapat dibayangkan sebagai sebagai aktifitas penarikan untuk menghilangkan kekusutan-kekusutan dari rantai-rantai polimer dengan merentangkan rantai-rantai tersebut untuk mendapatkan pengepakan yang lebih teratur dan rapat. Proses *drawing* ini banyak dipergunakan di industri untuk memperbaiki sifat-sifat mekanik dari film dan serat. Metode ini memungkinkan kebebasan vibrasi dan rotasi molekul-molekul polimer untuk mereorientasi diri ke dalam suatu morfologi kristal.<sup>1</sup>

Daerah-daerah kristal saling dihubungkan oleh daerah-daerah amorfus, seperti yang dapat kita lihat pada gambar model *fringed-micelle* di bawah ini:



Gambar II.2. Model semikristalin polimer.<sup>4</sup>

Polimer yang terkristalisasi dari proses pelelehan akan membentuk *spherulite*. *Spherulite* terbentuk/tumbuh dari bentuk *sphere* (bulat). *Spherulite* terdiri dari kumpulan lipatan rantai kristalit (*lamellae*) dengan ketebalan kira-kira 10 nm, seperti yang dilukiskan pada gambar di bawah ini :



Gambar II.3. Skema struktur spherulite.<sup>4</sup>

Dari gambar II.3. di atas diperlihatkan kristal dengan bentuk *lamellar* (lipatan rantai) dipisahkan oleh segmen *amorfus*. *Tie-chain molecules* bertindak sebagai penghubung antara *lamellae* terdekat ke segmen *amorfus*.<sup>2,4</sup>

Pada polimer dengan rantai linear, kristalisasi dapat dengan mudah terjadi karena tidak ada penghambat bagi rantai polimer untuk dapat tersusun rapi. Tetapi pada polimer dengan percabangan yang banyak akan mengganggu tersusunnya rantai polimer, sehingga kristalisasi sulit dicapai.

### II.3. Aplikasi Polietilen dalam *Extrusion Coating*

Polimer olefin termoplastik, jenis LDPE dan LLDPE sangat banyak dipergunakan dalam industri kemasan. LDPE dan LLDPE dapat dipergunakan sebagai perekat antar 2 lembaran material lainnya. Proses ini dikenal dengan *Extrusion Coating*. Agar polietilen tersebut dapat berfungsi sebagai perekat maka temperatur leleh proses

diatur sangat tinggi, dengan tujuan memperbanyak pemutusan rantai polimer. Ujung-ujung rantai polietilen yang terbentuk akan dioksidasi oleh oksigen. Oksidasi ini menghasilkan gugus-gugus karbonil (CHO). Gugus karbonil ini menimbulkan daya ikat terhadap lembaran material lainnya, sehingga dapat dipergunakan sebagai pengganti adhesive.

Sebagai material yang digunakan dalam industri kemasan, polietilen diolah dengan proses termal (pemanasan), misalnya pada proses *film blowing*, *sheet extrusion*, dan *extrusion coating*. Jika polietilen digunakan sebagai material kemasan makanan maka harus diperhatikan tidak ada senyawa dari polietilen yang mengganggu isi kemasan, misalnya berbau dan merubah rasa. Dalam pengolahan polietilen dipergunakan temperatur yang tinggi yang mengakibatkan terjadinya degradasi polietilen. Degradasi dari molekul-molekul polietilen tersebut berhubungan dengan Stress Thermal yang berkombinasi dengan stress mekanik yang terjadi selama proses di dalam ekstruder. Asap yang dilepaskan polietilen di *die extruder* terdiri dari produk-produk hasil reaksi degradasi yang mengandung aldehid, keton, dan asam karboksilat. Senyawa-senyawa hasil dari reaksi degradasi tersebut memiliki bau yang sangat khas, berpotensi menyebabkan bau dan rasa.<sup>5</sup>

Dari beberapa hasil penelitian terdahulu telah diinvestigasi tentang Degradasi *Thermo-oxidative* dari Polietilen, dimana mekanisme yang terjadi melibatkan pembentukan Radikal-radikal Alkil (R●) yang terjadi melalui pemutusan ikatan kovalen, dilanjutkan reaksi dengan oksigen membentuk hidroperoksida (ROOH) :



Dekomposisi dari hidroperoksida menghasilkan produk-produk *oxygenated*. Produk-produk *oxygenated* dapat berupa alkohol, aldehid, keton, asam karboksilat, dan

ester.<sup>5</sup>

Dalam proses extrusion coating, degradasi dari polietilen terjadi di dalam *barrel extruder* dan pada lelehan film panas polietilen yang keluar *dies*. Lembaran film polietilen yang keluar dari *dies extruder* akan teroksidasi oleh oksigen yang terkandung dalam udara, oksidasi dengan oksigen ini mulai terjadi pada saat lelehan polietilen keluar dari *dies* sampai titik *quenching* (yaitu lelehan polietilen menyentuh media pendingin). Jarak polietilen keluar dari *dies* sampai ke titik *quenching* ini disebut “air-gap”.<sup>5</sup>

Di dalam *barrel extruder*, degradasi polietilen terjadi karena *Stress Thermo-mechanical* dan oksidasi yang disebabkan oleh kehadiran oksigen di lelehan polietilen. Pada temperatur tertentu, awal dari degradasi tergantung dari jenis polietilen yang digunakan dan desain *screw extruder*. Ada 2 jenis reaksi yang dapat terjadi di dalam *barrel extruder* yaitu *chain scission* dan *cross linking*. Proporsi terjadinya kedua reaksi ini di dalam *barrel extruder* dipengaruhi oleh jenis polietilen yang digunakan. Jenis polietilen yang bercabang banyak (LDPE) akan menghasilkan lebih banyak radikal-radikal dibandingkan dengan jenis polietilen linier (LLDPE = *Linear Low Density Polyethylene*). Hal ini disebabkan karena LDPE memiliki lebih banyak titik percabangan dibanding LLDPE. Semakin banyak titik percabangan akan memberikan lebih banyak pula ujung rantai  $-CH_3$ . Hidrogen-hidrogen pada  $-CH_3$  ini adalah target dari terbentuknya banyak radikal (autooksidasi).<sup>5</sup>

#### II.4. Degradasi Polietilen

##### ➤ Reaksi ikat silang

Salah satu reaksi yang paling penting pada polimer adalah ikat silang. Pada



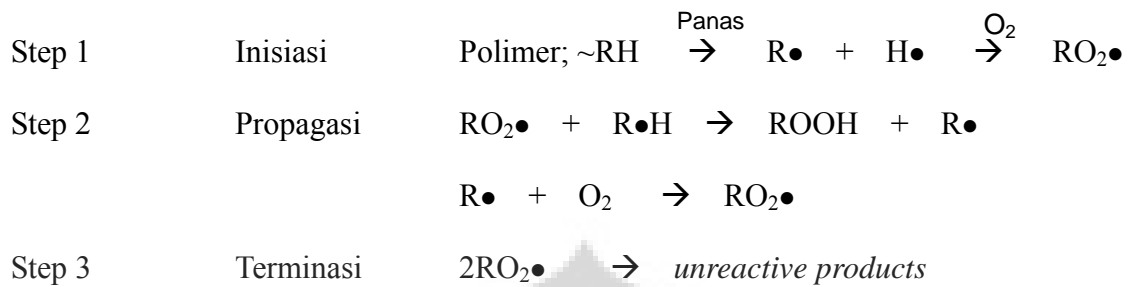
kondisi *shear* (pergerakan antar lapisan/layer) dan temperatur tertentu, molekul-molekul polimer bergerak bebas dan meluncur (*slide*) antar lapisan. Namun dapat pula terjadi yang sebaliknya yaitu molekul-molekul terhubung bersama oleh ikat silang. Terjadinya ikatan kovalen ikat silang akan menghalangi pergerakan antar molekul polimer. Agar molekul polimer yang sudah terikat silang ini dapat mengalir bebas kembali maka temperatur atau kondisi *shear* (gesekan) harus mencukupi untuk merusak ikatan kovalen ikat silang tersebut. Polietilen yang dipergunakan sebagai pembungkus kabel listrik, sebelumnya diikat silang dahulu dengan penambahan inisiator radikal bebas.<sup>6</sup>

➤ Degradasi Oksidatif

Degradasi diartikan sebagai menurunnya sifat fisika dari polimer, sebagai contoh : polietilen ketika berada di temperatur yang sangat tinggi dan dengan hadirnya oksigen akan mengakibatkan polietilen tersebut menjadi rapuh. Perubahan fisis ini adalah hasil kombinasi dari pemutusan oksidatif dan kristalisasi segmen-segmen rantai yang tersusun acak dari suatu polimer semikristalin.<sup>6</sup>

Mekanisme dari Auto-oxidation

Oksidasi termal dari suatu poliolefin terjadi oleh sebuah mekanisme 3 langkah autokatalitik yang melibatkan reaksi-reaksi rantai radikal, sebagai berikut :

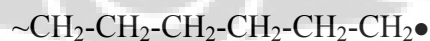


Degradasi dimulai ketika sistem polimer mengabsorb cukup energi untuk membentuk sebuah radikal peroksida  $\text{RO}_2\bullet$ , yang cukup reaktif untuk menarik atom hidrogen dari sebuah rantai polimer yang menghasilkan gugus hidroperoksida  $\text{ROOH}$  dan radikal polimerik  $\text{R}\bullet$ , yang selanjutnya dengan cepat  $\text{R}\bullet$  bereaksi dengan oksigen menghasilkan radikal peroksida lainnya dan siklus reaksi ini berulang sampai terjadi terminasi. Produk hidroperoksida juga terurai oleh termal membentuk lebih banyak radikal-radikal bebas yang mempercepat laju oksidasi :

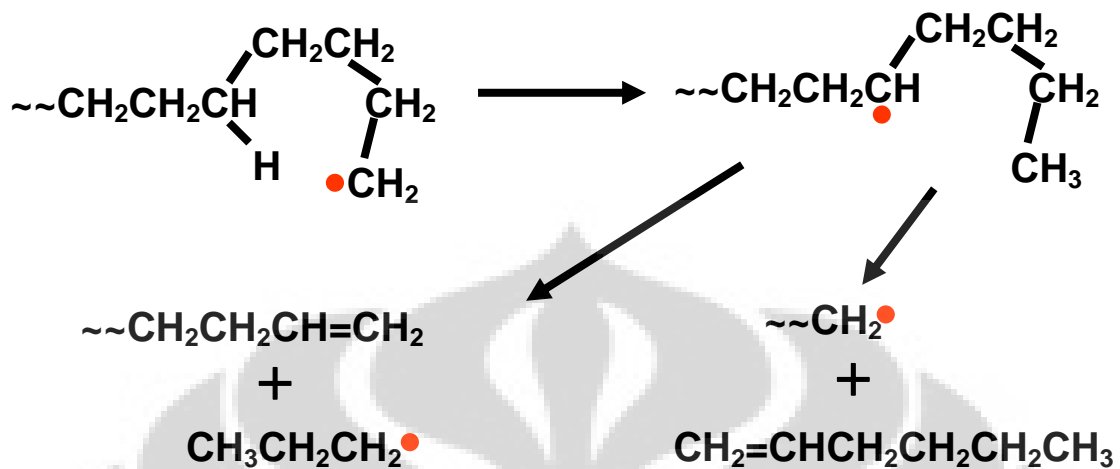


➤ Degradasi Termal dengan *Random Scission*

Pada struktur polietilen, jika diberi panas yang cukup maka atom Hidrogen akan terlepas, membentuk radikal :



radikal polietilen ini sangat reaktif karena radikalnya saja terdiri dari atom karbon dengan 2 atom Hidrogen. Ini mengakibatkan terjadinya mekanisme “backbiting” pada antar molekul.



## II.5. Karakterisasi polimer

### II.5.1. Spektroskopi *Infra Red*

Definisi Spektroskopi adalah suatu cara analisa jenis molekul dengan metoda bagaimana molekul-molekul tersebut menyerap radiasi yang diberikan. Ada 4 jenis spektroskopi yang banyak dipergunakan dalam mempelajari kimia organik yaitu Spektroskopi *Infra Red*, Spektroskopi *Ultraviolet*, *Nuclear Magnetic Resonansi*, dan Spektroskopi Massa.

Molekul-molekul organik menyerap radiasi elektromagnetik dalam bentuk paket-paket energi (kuanta). Absorpsi hanya dapat terjadi jika ukuran paket radiasi yang diberikan sesuai dengan senyawa yang sedang diinvestigasi.

Energi yang diserap menyebabkan terjadinya beberapa jenis gerakan elektronik atau mekanik di dalam molekul tersebut, proses ini disebut eksitasi. Energi untuk melakukan gerakan ini terkuantisasi. Oleh karena itu sebuah molekul dapat mengalami

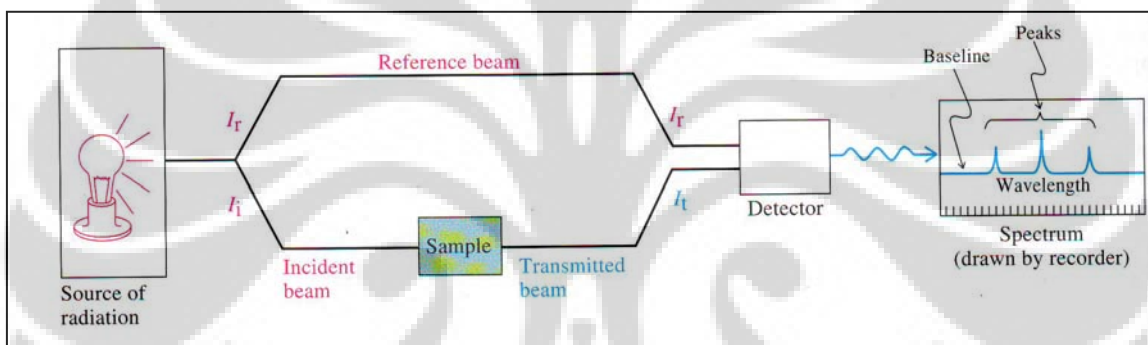
berbagai jenis eksitasi dan setiap jenis gerakan membutuhkan jumlah energi tertentu. Sebagai contoh, Sinar X yang merupakan radiasi energi tinggi dapat mempromosikan elektron-elektron dari kulit atom bagian dalam ke kulit atom luar, perubahan ini disebut transisi elektronik yang membutuhkan energi lebih dari  $300 \text{ kcal mol}^{-1}$ . Radiasi Ultraviolet dan Sinar Tampak mengeksitasi elektron-elektron kulit valensi yaitu dari “*a filled bonding molecular orbital*” ke “*unfilled antibonding*” yang membutuhkan energi  $40 - 300 \text{ kcal mol}^{-1}$ . Radiasi *Infra Red* mengakibatkan eksitasi vibrasi pada ikatan-ikatan dari suatu senyawa ( $\Delta E$  sekitar  $2 - 10 \text{ kcal mol}^{-1}$ ). Kuanta dari radiasi gelombang mikro menyebabkan terjadinya rotasi ikatan ( $\Delta E$  sekitar  $10^{-4} \text{ kcal mol}^{-1}$ ). Terakhir gelombang radio dapat merubah arah “nuclear magnetism” di dalam suatu medan magnet ( $\Delta E$  sekitar  $10^{-6} \text{ kcal mol}^{-1}$ )

*Infra red* spektroskopi adalah salah satu metode untuk mengidentifikasi ikatan-ikatan kimia dan gugus-gugus fungsi lainnya. Yaitu dengan mengukur eksitasi vibrasi dari atom-atom di sekeliling ikatan yang menghubungkan atom-atom tersebut. Posisi dari garis-garis absorpsi *Infra Red* tergantung pada tipe gugus fungsi yang diperiksa, dan spektra *Infra Red* secara keseluruhan merupakan sidik jari yang unik dari suatu molekul tertentu.

Absorpsi cahaya *Infra Red* menyebabkan vibrasi molekul. Perbedaan Spektroskopi *Infra Red* dengan 2 spektroskopi lainnya yaitu NMR dan UV.

- NMR (Nuclear Magnetic Resonance) menggunakan gelombang radio yang merubah nuclear spin searah dengan medan magnet ( $\Delta E$  sekitar  $10^{-6} \text{ kcal mol}^{-1}$ ).
- UV (Ultra Violet) menggunakan energi cahaya yang lebih tinggi yang mengakibatkan elektronik transisi ( $\Delta E$  sekitar  $40 - 300 \text{ kcal mol}^{-1}$ ).

- Pada energi cahaya yang sedikit lebih rendah dari radiasi sinar tampak akan menyebabkan eksitasi vibrasi dari ikatan-ikatan dari suatu molekul. Spektrum elektromagnetik ini disebut range infra red. Range medium dari infra red adalah yang paling bermanfaat dalam kimia organik. Absorpsi infra red dinyatakan dengan panjang gelombang (*wavelength*) yaitu 2.5 – 16.7 micron meter, atau kebalikannya : bilangan gelombang (*wavenumber*) yaitu 600 – 4000  $\text{cm}^{-1}$  (energi sekitar 1 - 10  $\text{kcal mol}^{-1}$ ).



Pada gambar di atas dapat kita lihat Spektrometer Infra Red yang sederhana

Gambar II.4. Skema Spektrometer Infra Red yang sederhana.<sup>7</sup>

Eksitasi vibrasi dapat dibayangkan dengan sederhana, 2 atom, A dan B, yang dihubungkan oleh sebuah ikatan dimana beban berat atom A dan B berada pada sebuah “per” yang ditarik dan ditekan pada frekuensi tertentu.<sup>7</sup>



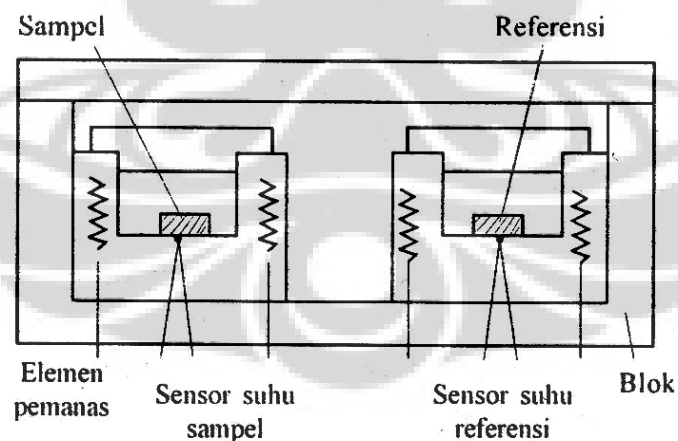
Pada gambar di atas, frekuensi vibrasi dari kedua atom A dan B tergantung dari kekuatan ikatan antara atom A – B dan juga tergantung pada berat atom.

Setiap ikatan dari suatu molekul memperlihatkan hanya satu peak absorpsi Infra Red, padahal dalam kenyataannya sebuah interpretasi dari keseluruhan *spectrum*

*infra red* adalah lebih kompleks, karena molekul-molekul yang menyerap Infra Red tidak hanya mengalami stretching, tetapi juga berbagai gerakan bending, atau pun kombinasi keduanya. Intensitas absorpsi Vibrasi Bending adalah yang paling lemah, dan peaknya bertimpa dengan absorpsi lainnya.<sup>7</sup>

### II.5.2. Differential Scanning Calorimetry (DSC)

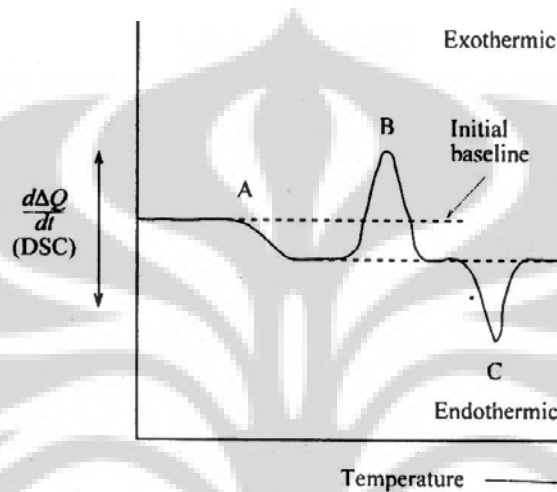
Differential Scanning Calorimetry adalah suatu teknik untuk mempelajari perubahan yang terjadi pada polimer ketika dipanaskan. DSC dipergunakan dalam penelitian-penelitian kuantitatif terhadap transisi termal polimer. Sampel polimer dan sebuah benda referensi dipanaskan dalam atmosfer nitrogen, dan selanjutnya transisi-transisi termal yang terjadi yang terjadi pada sampel polimer tersebut dideteksi dan diukur. Sampel polimer diletakkan dalam wadah aluminium yang sangat kecil (*crucible*).<sup>1</sup>



Gambar II.5. Skema tempat sampel alat DSC.<sup>1</sup>

Wadah dengan bahan emas dan grafit dipakai jika temperatur uji mencapai

800 °C. Ukuran sampel bervariasi dari sekitar 0,5 mg sampai 10 mg. Keuntungan alat DSC adalah area-area *peak* termogram berhubungan langsung dengan perubahan entalpi dalam sampel, sehingga dapat dipakai untuk pengukuran kapasitas panas.<sup>1</sup>



Gambar II.6. Termogram DSC.<sup>7</sup>

Gambar II.6. di atas adalah suatu termogram DSC, dengan titik A adalah suhu transisi gelas, ada penurunan *baseline*, yang berarti sampel membutuhkan lebih banyak panas. Ini terjadi karena polimer yang telah melewati titik transisi glass akan memiliki kapasitas panas yang lebih besar. Setelah melewati transisi glass, maka mobilitas rantai polimer semakin besar, dengan menaikkan temperatur (memberi panas) polimer memiliki energi yang cukup untuk bergerak dan menata belitan rantai menjadi lebih teratur, ini dinamakan kristalisasi. Ketika sampel polimer telah terkristalisasi, maka sampel akan mengeluarkan panas, B adalah titik tengah dari peak kristalisasi tersebut dan dinamakan titik temperatur kristalisasi. Karena pada area peak ini polimer mengeluarkan panas, maka kristalisasi disebut transisi eksotermik.<sup>7</sup>

Pemberian panas membuat polimer terkristalisasi, apabila pemberian panas

dilanjutkan maka polimer akan mulai meleleh, rantai polimer akan dapat bergerak dengan bebas. Ketika kristal polimer meleleh, polimer harus menyerap panas yang cukup untuk melelehkan semua kristal polimer yang ada, sehingga proses temperatur *leleh* disebut transisi endotermik (titik C).

### II.5.3. Kekuatan Mekanik

Uji tarik yang sederhana, dapat memberikan sifat-sifat mekanik yang penting dari suatu polimer. Kemiringan kurva pada grafik Stress vs Strain memberikan Sifat Mekanik Modulus Young atau kekakuan dari polimer. Jika uji tarik dilakukan pada Polietilen bercabang, maka polietilen tersebut akan meluluh/yield dan necking (membentuk leher). Berbeda dengan polistiren (polimer yang bersifat rapuh) akan langsung putus pada elongasi rendah.

Pada polietilen, dimana terbentuk necking saat uji tarik, maka segment kristal akan tersusun kembali dan rantai-rantai molekul bergeser satu dengan yang lain sesuai dengan arah tarikan (terorientasi).

Setiap polimer memiliki gugus ujung yang berbeda-beda. Polimer dengan berat molekul rendah, gugus-gugus ujung secara signifikan mempunyai kontribusi ke seluruh struktur dan hal ini terlihat dari sifat-sifat fisik yang berubah seperti kerapatan, indeks refraksi, dan absorpsi spektroskopi; yang bervariasi dengan berat molekul. Ketika mencapai berat molekul tertentu, misalnya 15.000, konsentrasi gugus-gugus ujung menjadi bisa diabaikan dan sifat-sifat fisik tersebut menjadi tetap, dan tidak bergantung dengan kenaikan berat molekul yang lebih lanjut. Tetapi hal ini tidak berlaku pada sifat mekanik. Sifat mekanik bergantung pada gaya-gaya antar molekul. Sifat mekanik jauh lebih bergantung pada berat molekul untuk daerah berat molekul



yang sangat lebar, meskipun juga mendatar pada akhir spektrum berat molekul yang lebih tinggi. Untuk polietilen dimana gaya-gaya dispersi bertanggung jawab terhadap sifat-sifat mekanik, pendataran sifat mekanik terjadi pada berat molekul yang relatif tinggi (di atas  $10^5$ ), sedangkan polimer-polimer yang sangat polar seperti poliamida, pendataran bisa terjadi pada berat molekul serendah 20.000 sampai 50.000.

Sifat mekanik pada dasarnya mengacu pada seberapa besar tegangan yang akan ditahan oleh suatu sampel sebelum sampel tersebut rusak.

- Kekuatan tarik mengacu pada ketahanan terhadap tarikan
- Kekuatan kompresif adalah kebalikan dari kekuatan tarik, yaitu suatu ukuran sampai dimana suatu sampel bisa ditekan sebelum rusak.
- Kekuatan flexur adalah ukuran dari ketahanan terhadap patahan ketika suatu sampel ditekuk.
- Kekuatan impak adalah ukuran dari keuletan, bagaimana suatu sampel akan menahan pukulan stress yang tiba-tiba, seperti pukulan palu
- Fatigue (kelelahan) adalah ukuran bagaimana suatu sampel bisa menahan suatu aplikasi berulang dari tegangan tarik, fleksur, atau kompresif.

Kekuatan tarik diukur dengan menarik sekeping polimer dengan dimensi yang seragam.

Tegangan tarik,  $\sigma$ , adalah gaya yang diberikan ke sampel,  $F$ , dibagi dengan luas penampang sampel,  $A$ ; yaitu

$$\sigma = F / A$$

Perpanjangan tarik (elongation),  $\varepsilon$  adalah perubahan panjang sampel dibagi dengan panjang awal :

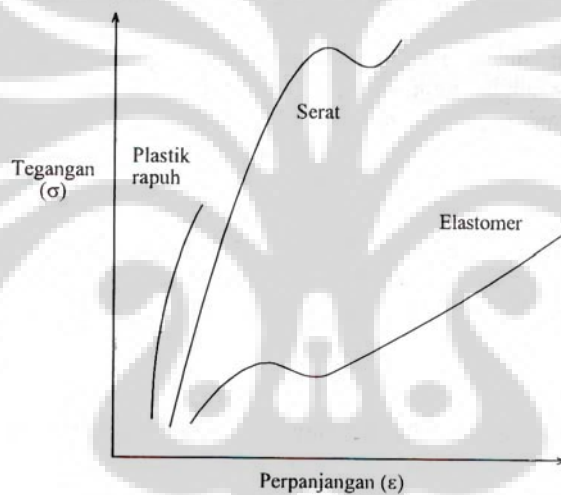
$$\varepsilon = \Delta l / l$$

Perbandingan tegangan tarik terhadap perpanjangan tarik disebut Modulus tarik,  $E$ , yang merupakan ukuran ketahanan terhadap tegangan tarik.

$$E = \sigma / \varepsilon$$

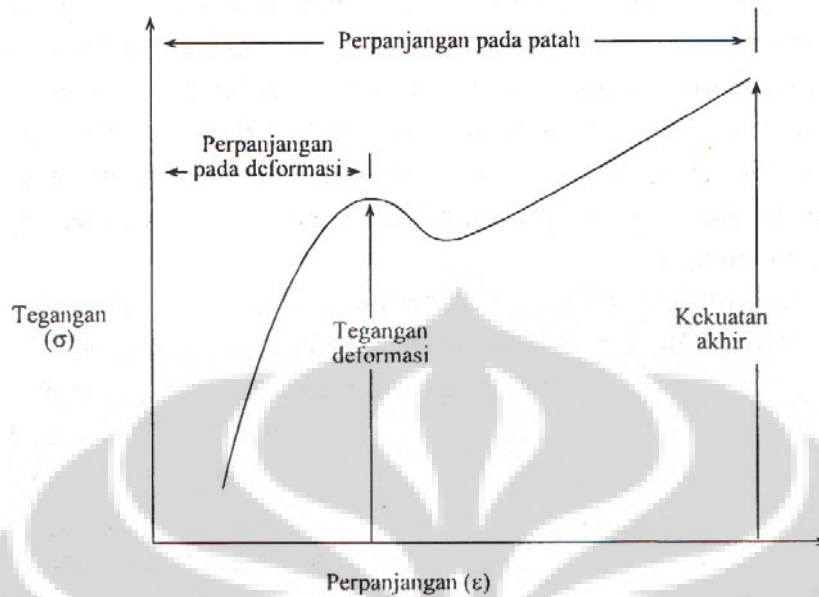
Karena perpanjangan tidak berdimensi, maka modulus mempunyai satuan yang sama dengan tegangan.

Untuk membedakan antara serat, plastik, dan elastomer, sering dinyatakan dengan kurva tegangan perpanjangan seperti yang terlihat pada



Gambar II.7. Kelakuan tegangan tarik perpanjangan yang khas.<sup>1</sup>

Plastik dan serat sama-sama memperlihatkan suatu gradien yang curam (modulus tinggi), tetapi serat bisa mempertahankan tegangan yang lebih besar sebelum putus (akhir kurva). Elastomer pada mulanya memiliki modulus yang rendah, tetapi sekali teregang maka modulusnya naik tajam. Suatu kurva tegangan perpanjangan yang umum untuk plastik seperti polietilen yang memperlihatkan berbagai elemen kelakuan tarik dapat kita lihat pada gambar II.8.



Gambar II.8. Kurva umum tegangan tarik perpanjangan.<sup>1</sup>

Awalnya modulus tinggi, sampai mencapai suatu titik dimana plastik tersebut *yield* atau berdeformasi. Sebelum titik deformasi tersebut, perpanjangan bersifat dapat balik. Pada titik deformasi/*yield* telah diaplikasikan tegangan yang cukup untuk membuat molekul-molekul terurai dan dapat bergerak satu sama lain, dan perpanjangan selanjutnya bersifat tidak dapat balik. Akhirnya sampel tersebut patah. Kelakuan tarik polimer yang dijelaskan di atas (bentuk kurva tegangan-perpanjangan) tergantung pada morfologi awal polimer. Jika polimer tersebut amorfus atau mempunyai tingkat kekristalan yang rendah, dengan penerapan tegangan dapat menaikkan kekristalannya, yang berakibat menaikkan modulus.<sup>1</sup>

Jika dari kurva tegangan – perpanjangan, suatu polimer memperlihatkan titik *yield* dan mengalami perpanjangan sampai putus, *ultimate tensile strength*-nya akan meningkat sejalan dengan meningkatnya berat molekul. Morfologi ternyata sangat penting dalam menentukan mekanikal propertis dari polimer kristalin. Baik kekuatan tarik maupun mekanisme putus dari suatu polimer dipengaruhi oleh beberapa faktor

seperti ukuran *spherulite* dan struktur *interlamellar*.<sup>2</sup>

Polimer dengan ukuran tekstur *spherulite* yang kecil dan halus cenderung putus pada perpanjangan yang lebih panjang, dibandingkan dengan ukuran tekstur *spherulite* yang besar dan kasar akan putus pada perpanjangan yang lebih pendek.<sup>2</sup>

#### II.5.4. Scanning Electron Microscopy (SEM)

*Scanning Electron Microscopy* merupakan alat instrumentasi yang dipergunakan untuk mempelajari mikro struktur permukaan polimer. Pada SEM, seberkas sinar electron meng-*scan* permukaan sampel yang bersifat konduktif. Jika berkas elektron tersebut menumbuk sampel, maka akibat interaksi antara elektron dengan material akan diemisikan sinyal-sinyal elektron sekunder (*secondary electrons*), elektron terpantul (*backscattered electrons*), *Auger electrons*, sinar-x karakteristik (*characteristic x-ray*), dan foton. Yang paling penting adalah elektron sekunder. Sinyal tersebut bervariasi sebagai akibat dari perbedaan topografi permukaan ketika berkas elektron tersebut meng-*scan* permukaan sampel. Emisi elektron sekunder terakumulasi pada volume di sekitar permukaan sampel di mana berkas elektron menumbuk sehingga memberikan bayangan dengan resolusi yang sangat tinggi. Penampakan tiga dimensi dari bayangan yang diperoleh berasal dari kedalaman yang besar yang bisa ditembus oleh medan SEM seperti juga efek bayangan dari elektron sekunder. Sinyal-sinyal yang lainnya berguna pada keperluan karakterisasi yang lain seperti energi *dispersive x-ray analyzer* untuk menghasilkan informasi kualitatif dan kuantitatif tentang komposisi.<sup>8</sup>

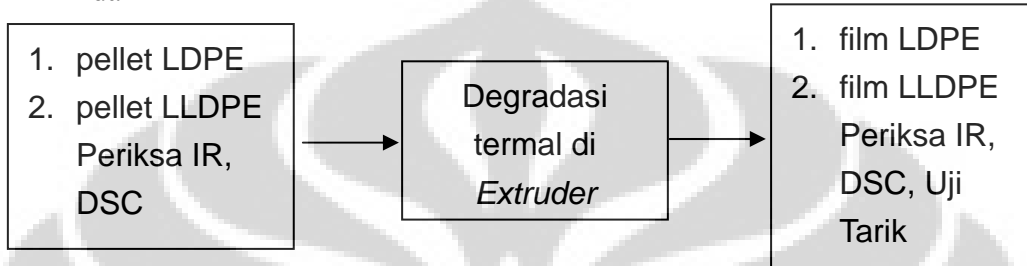
### BAB III

### PERCOBAAN

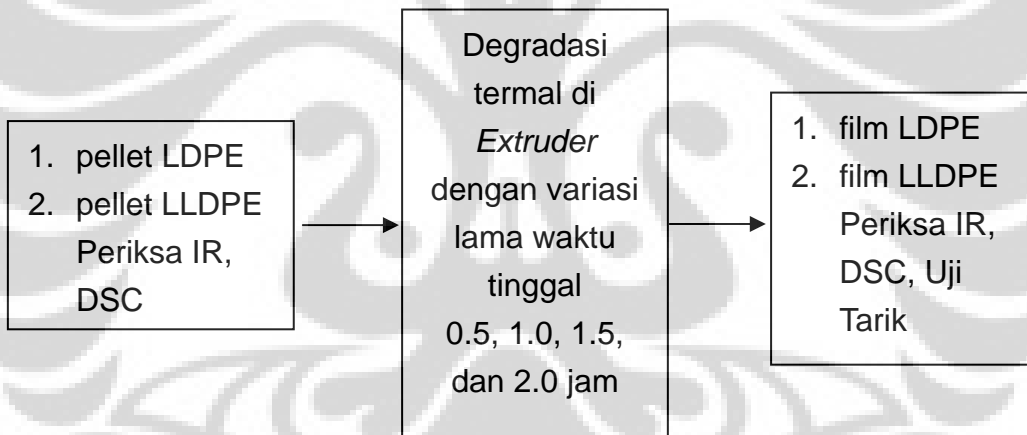
Skema Penelitian :

1. Pengaruh percabangan rantai polietilen terhadap degradasi termal, antara

LLDPE dan LDPE

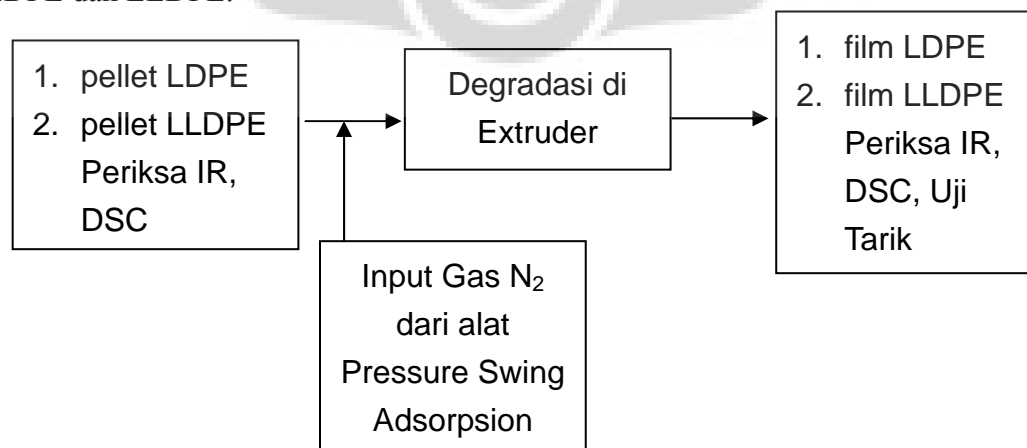


2. Pengaruh lama waktu tinggal terhadap degradasi LDPE dan LLDPE



3. Pengaruh input gas Nitrogen ke *Hopper Extruder* terhadap degradasi

LDPE dan LLDPE.



### III.2. Parameter Mesin *Extruder* Saat Pengambilan Sampel.

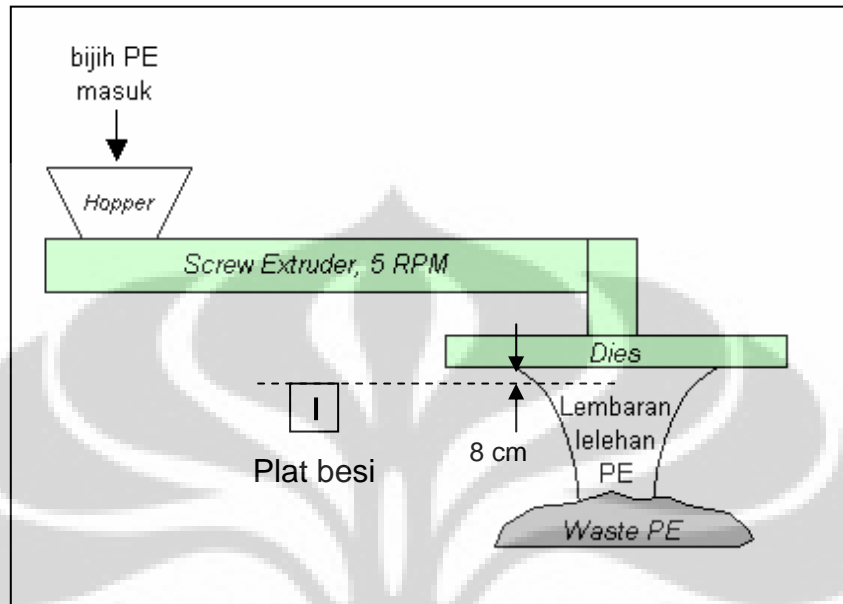
- Kecepatan putar *screw extruder* = 5 putaran per menit
- Temperatur *extruder* = 330 °C untuk LPDE  
280 °C untuk LLDPE

### III.3. Material yang dipergunakan Sebagai Sampel.

Tabel III.1. Material yang dipergunakan sebagai sampel.

<b>Jenis rantai</b>	Bercabang, LDPE	Linear, LLDPE
<b>Nama polietilen</b>	<i>Cosmothene L 420</i>	Ultzex 15100 C
<b>Nama pabrik polietilen</b>	<i>The Polyethylene Company, tpc, Singapore</i>	<i>Prime Polymer, Jepang</i>
<b>No. Lot polietilen</b>	VAX 666	072236
<b>Densitas</b>	0.914 gr/cm <sup>3</sup>	0.918 gr/cm <sup>3</sup>
<b>Melt Flow Rate</b>	3,5 gr/10 menit	11 gr/10 menit

### III.4. Cara Pengambilan Sampel.



Gambar III.1. Cara pengambilan sampel

Sampel diambil dari lembaran lelehan film panas yang keluar dari *die extruder*, dengan cara menempelkan plat besi berukuran  $10 \times 10 \text{ cm}^2$  ke permukaan lelehan film tersebut. Tangan mempergunakan sarung tangan khusus penahan panas sebagai pelindung dari panas lelehan polietilen karena temperatur lelehan film sangat tinggi, yaitu temperatur film LPDE  $330 \text{ }^\circ\text{C}$  dan LLDPE  $280 \text{ }^\circ\text{C}$ . Plat besi ditempel dilelehan film pada jarak 8 cm dari *dies*. Kemudian lelehan film polietilen yang membeku dan menempel pada plat besi dipotong dengan gunting yang bersih. Dari setiap variabel diambil 3 lembar sampel dan dibungkus dengan aluminium foil. Keseluruhan sampel berjumlah 12, seperti yang dijelaskan pada tabel di bawah ini.

Tabel III.2. Jenis dan Jumlah Sampel Percobaan.

Variabel	LDPE (rantai bercabang)				LLDPE (rantai linier)			
Lama waktu degradasi termal	0.5 jam	1.0 jam	1.5 jam	2.0 jam	0.5 jam	1.0 jam	1.5 jam	2.0 jam
No.sampel	Sampel 1	Sampel 2	Sampel 3	Sampel 4	Sampel 5	Sampel 6	Sampel 7	Sampel 8
Laju alir gas N <sub>2</sub>	25 NL/min	15 NL/min	0 NL/min		25 NL/min	15 NL/min	0 NL/min	
No.sampel	Sampel 9	Sama dengan Sampel 4	Sampel 10		Sampel 11	Sama dengan Sampel 8	Sampel 12	

### III.5. Pemeriksaan *Infra Red* (IR)

Tujuan pemeriksaan sinar *Infra Red* adalah untuk mengetahui perubahan kimiawi (gugus fungsi) yang terjadi pada sampel polietilen setelah degradasi termal. Pemeriksaan dilakukan dengan mempergunakan Spektroskopi *Infra Red* (*Japan Spectroscopies Co. Ltd.*), tipe mIR (middle frekuensi dengan wavenumber 4000 – 650 cm<sup>-1</sup>), penekan (*Shinto Metal Industries, Ltd.*) : untuk merubah bijih polietilen menjadi berbentuk lembaran, pengukur ketebalan film, kertas tisu pembersih, alkohol, dan lembaran aluminium foil.

Sampel polietilen yang masih berbentuk bijih polietilen akan dirubah bentuknya menjadi lembaran film dengan cara menekan bijih polietilen. Agar diperoleh sampel yang bersih maka permukaan penekan dibersihkan dengan alkohol dan kertas tisu. Biji polietilen diletakkan pada plat penekan, lalu piston dipompa secara perlahan-lahan



sampai jarum penunjuk tekanan menunjukkan angka 20 ton. Setelah biji polietilen berubah bentuk menjadi lembaran, tekanan piston dilepas perlahan-lahan, sampel yang diperoleh dibungkus dengan aluminium foil supaya tidak terkontaminasi.

Untuk sampel yang telah mengalami degradasi termal, waktu keluar dari *die extruder* sudah berbentuk lembaran. Dari 12 sampel yang telah diperoleh dalam bentuk lembaran, terlebih dahulu dilakukan pengukuran ketebalan lembaran. Untuk sampel lembaran yang berasal dari biji polietilen dicari lembaran dengan ketebalan 300  $\mu\text{m}$ , sedangkan untuk sampel lembaran yang telah mengalami degradasi termal dicari lembaran dengan ketebalan 70  $\mu\text{m}$ . Pemastian ketebalan sampel dilakukan dengan alat pengukur ketebalan film yang memiliki ketelitian 1  $\mu\text{m}$ . Pengukuran *transmittance* sinar *Infra Red* dilakukan dengan range *wavenumber* 4000 – 650  $\text{cm}^{-1}$ . Setting parameter pengukuran *Infra Red* adalah *Scanning Time* 5 menit dan *gain* di angka 10.

### III.6. Pemeriksaan *Differential Scanning Calorimetric* (DSC)

Tujuan pemeriksaan *Differential Scanning Calorimetric* adalah untuk mempelajari perubahan sifat termal setelah polietilen mengalami degradasi termal di dalam *extruder*. Pemeriksaan DSC dilakukan dengan mempergunakan alat uji *Differential Scanning Calorimetric*, komputer dengan program aplikasi *Mettler Toledo Star System*, *Crucible* 40  $\mu\text{l}$ , dan timbangan analitik.

Percobaan dimulai dengan menimbang sampel dengan berat sekitar 10 mg. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam *crucible* dengan ukuran 40  $\mu\text{l}$  yang selanjutnya dimasukkan ke alat *Differential Scanning Calorimetric*. Analisa termal dilakukan dengan program *Mettler Toledo Star System*, temperatur diprogram *heating*, *cooling*, *heating* (40°C → 150°C → 50°C → 170°C), dengan kecepatan pemanasan

dan pendinginan 10°C/min, sebagai purge gas digunakan gas nitrogen dengan kecepatan alir 50 ml/min. Dari hasil pengukuran DSC diperoleh grafik jumlah energi yang diserap/dilepas dengan dengan *range* temperatur 40°C – 170°C dan temperatur leleh polietilen.

### III.7. Pemeriksaan *Tensile Strength*

Tujuan pemeriksaan *tensile strength* adalah untuk mempelajari perubahan sifat mekanik setelah sampel polietilen mengalami degradasi termal. Pemeriksaan *tensile strength* menggunakan alat uji tarik *Shimadzu AG-1 500N*, komputer dengan program *Trapezium*, pengukur ketebalan film, penggaris, dan pisau pemotong.

Percobaan dimulai dengan memotong sampel lebar 15 mm dan panjang 100 mm, dengan posisi panjang searah dengan *dies extruder*. Film yang akan diuji tarik terlebih dahulu diukur ketebalannya untuk memastikan tebal film tersebut 70 µm dengan mempergunakan alat pengukur ketebalan dengan ketelitian 1 µm. Kemudian sampel dijepit pada *grip* atas dan bawah alat Uji tarik *Shimadzu AG-1 500N*. Jarak *grip* atas dan bawah diatur 20 mm. Sebelum film diuji tarik, terlebih dahulu diaktifkan Program *Trapezium* yang terdapat pada komputer yang terhubung dengan alat Uji tarik *Shimadzu AG-1*. Kemudian pada aplikasi program komputer *Trapezium* diketik data nama sampel, lebar sampel, tebal sampel, dan jarak *grip*. Uji tarik dimulai dengan meng-klik *Start* pada aplikasi program komputer *Trapezium*, kecepatan tarik adalah 50 mm/min. Dari hasil pengukuran diperoleh: grafik *stress vs strain*, angka *yield strength*, angka *tensile strength at break*, angka *elongation at break*, dan angka *modulus young*.

### III.8. Pemeriksaan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Tujuan pemeriksaan *Scanning Electron Microscope* adalah untuk mempelajari perubahan *micro* struktur permukaan polietilen setelah degradasi termal. Pemeriksaan SEM dilakukan dengan mempergunakan alat SEM – EDX JEOL 5310 LV, yang terdiri dari : pembangkit elektron (*electron gun*) dengan filamen sebagai pengemisi elektron (sumber iluminasi), sistem lensa elektromagnetik yang dapat diberi muatan untuk memfokuskan berkas elektron yang dihasilkan filament, sistem *scan* untuk menguraikan berkas elektron terfokus pada permukaan sampel, detektor yang merubah informasi interaksi antara berkas elektron dengan permukaan sampel terjadi sinyal listrik, konektor ke pompa vakum, dengan sistem pendingin SEM dengan menggunakan evaporator nitrogen, *fine coater* permukaan sampel.

Sampel yang sudah berbentuk lembaran polietilen dipotong menjadi berukuran  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  dengan mempergunakan gunting bersih. Kemudian potongan sampel dilekatkan pada dudukan sampel SEM dengan mempergunakan *double tape*. Selanjutnya dimasukkan ke dalam alat *Fine Coater*. Di dalam alat ini permukaan sampel polietilen diberi lapisan tipis emas, agar uap emas dapat menempel pada polietilen, unit *coating* tersebut dilengkapi dengan pemberian *plasma* di permukaan sampel yang dilanjutkan dengan menguapkan logam emas, sehingga terbentuk lapisan tipis emas di atas permukaan sampel. Setelah permukaan sampel berlapis emas, sampel dimasukkan ke dalam *chamber* SEM dan *chamber* ditutup rapat. *Chamber* divakum sampai angka vakum menunjukkan angka 90. Kemudian mikro struktur permukaan polietilen di-*scan* sampai diperoleh gambar dan pembesaran yang sesuai.

## Bab IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

---

#### IV.1. Perubahan kimia

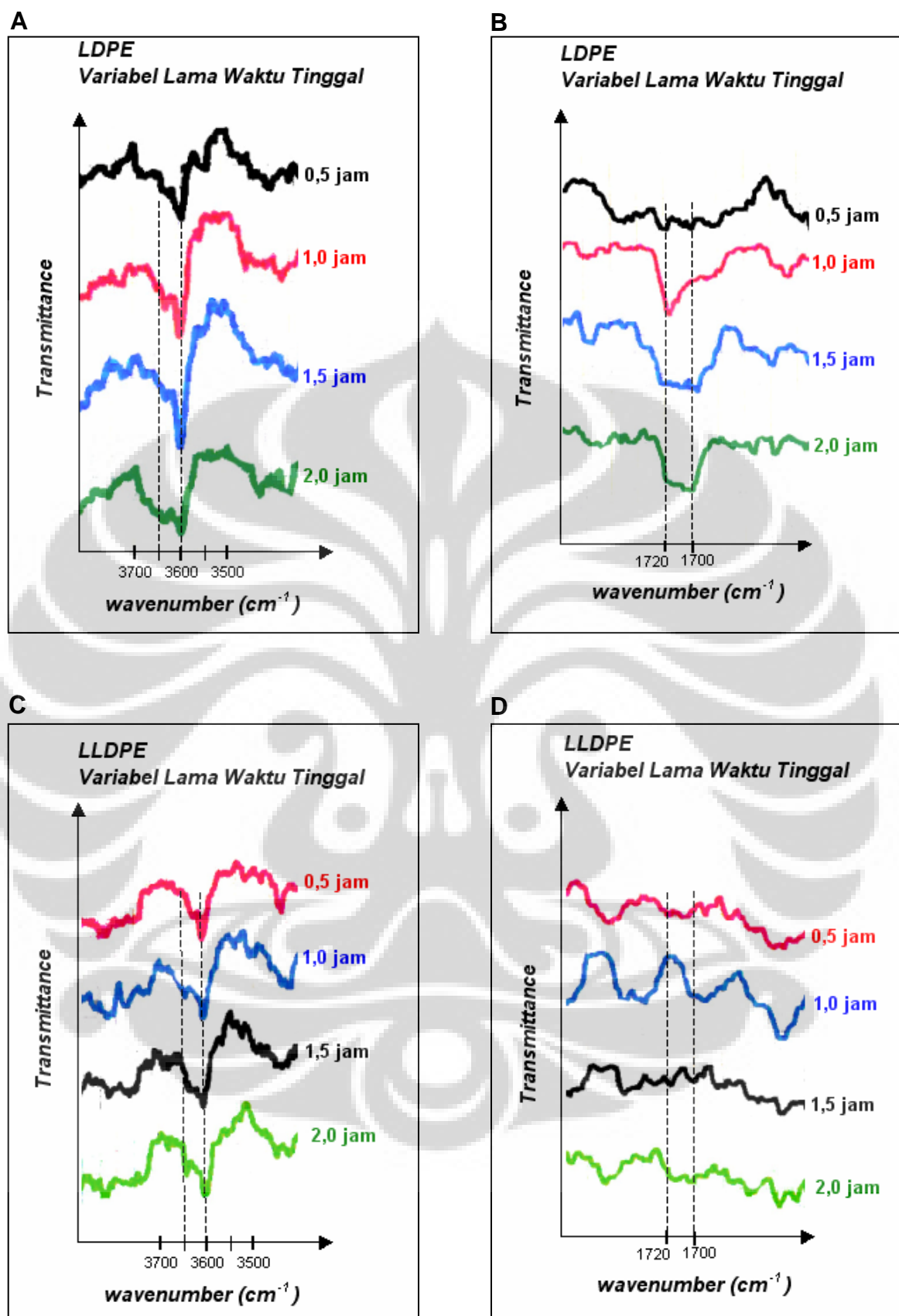
Perubahan kimia dari sampel polietilen yang telah mengalami degradasi termal di dalam *extruder* dapat dipelajari dengan pemeriksaan *infra red*. Frekuensi *infra red* yang dipergunakan berada dalam area menengah (mIR, *middle Infra Red*), dengan *wavenumber* 4000 – 650  $\text{cm}^{-1}$ . Sampel polietilen mulai disinari *infra red* dengan frekuensi yang paling rendah, *wavenumber* 4000  $\text{cm}^{-1}$  dan dalam waktu 5 menit *wavenumber* mencapai 650  $\text{cm}^{-1}$ . Setiap sampel dipastikan memiliki tebal yang sama (70  $\mu\text{m}$ ) dengan tujuan agar puncak-puncak gelombang *transmittance infra red* yang diperoleh dapat saling dibandingkan untuk mempelajari perubahan kimia yang terjadi.

##### IV.1.1. Perbandingan perubahan kimia : jenis rantai polietilen yang berbeda.

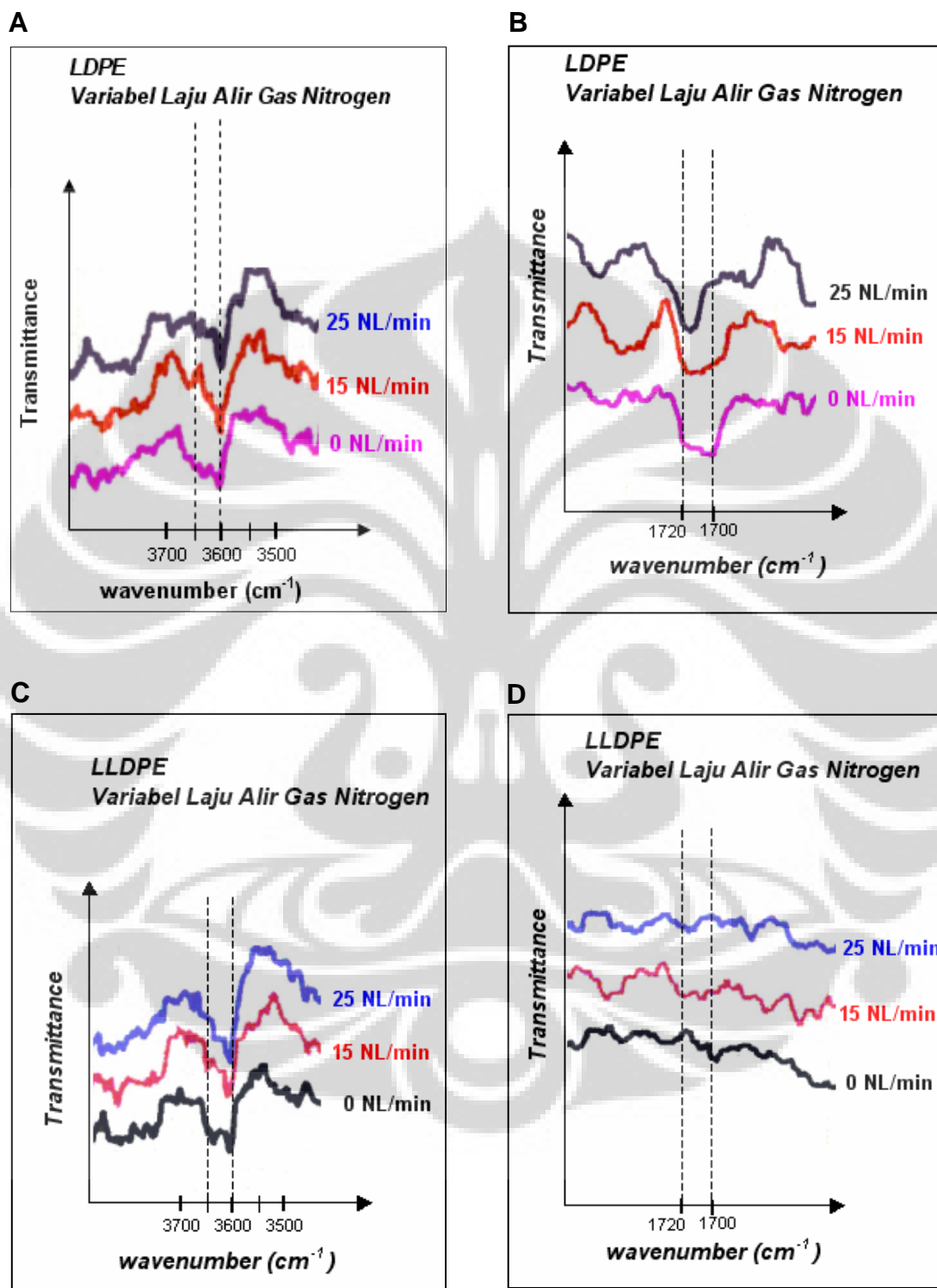
Rantai LDPE memiliki lebih banyak percabangan dibandingkan dengan rantai LLDPE. Titik percabangan ini memiliki reaktifitas yang lebih besar dibanding titik ikatan  $\sim\text{CH}_2-\text{CH}_2\sim$ .<sup>9</sup> Dari teori pemutusan ikatan C—C yang menjadi radikal, diketahui urutan stabilitas radikal Alkil adalah sebagai berikut :



Stabilitas radikal akan semakin meningkat dari primer ke sekunder ke tertier, dan sebaliknya energi yang dibutuhkan untuk membentuknya semakin menurun. Pemutusan ikatan C—C menjadi radikal tersier membutuhkan lebih sedikit energi dari pada radikal sekunder. Radikal metil sangat sulit diperoleh. Struktur alkil radikal distabilisasi oleh delokalisasi elektron, yaitu orbital p di pusat radikal overlap dengan ikatan  $\sigma$  C—H yang ada di sekitarnya.<sup>2</sup>



Gambar IV.1. Grafik puncak *transmittance* sinar *Infra Red* dengan variabel lama waktu tinggal (gambar A dan C pada gugus alkohol, gambar B dan D pada gugus karbonil)



IV.2. Grafik puncak *transmittance* sinar *Infra Red* dengan variabel laju alir gas nitrogen (gambar A dan C pada gugus alkohol, gambar B dan D pada gugus karbonil)

Dari gambar IV.1.A dan C, yaitu pada *wavenumber*  $3650-3600\text{ cm}^{-1}$ , terlihat puncak *transmittance* yang lebih dalam pada polietilen rantai bercabang (LDPE) dibandingkan pada rantai linear (LLDPE). Puncak *transmittance* yang lebih dalam berarti energi yang diberikan sinar *infra red* lebih banyak diserap oleh sampel LDPE yang sudah terdegradasi termal tersebut. Energi yang diserap ini menggetarkan sampel molekul LDPE. Puncak pada *wavenumber*  $3650-3600\text{ cm}^{-1}$  memperlihatkan ketika sampel LDPE mengalami degradasi termal maka terbentuk gugus alkohol.<sup>10</sup>

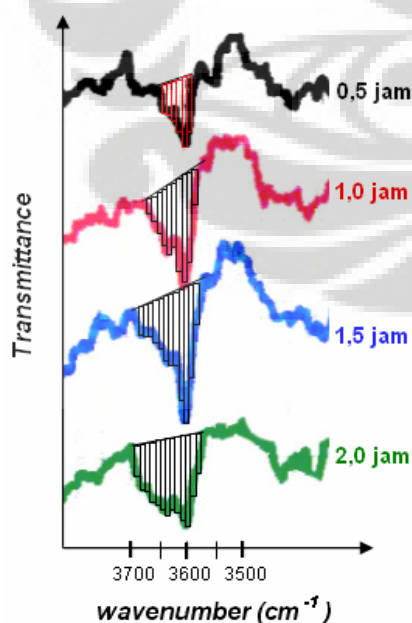
Dari gambar IV.1.B, yaitu pada *wavenumber*  $1720-1700\text{ cm}^{-1}$ , terlihat puncak *transmittance* pada sampel polietilen bercabang (LDPE). Sementara pada gambar IV.1.D, tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan pada rantai linear (LLDPE). Puncak *transmittance* pada *wavenumber*  $1720-1700\text{ cm}^{-1}$  adalah puncak vibrasi C=O, dengan gugus aldehyd pada *wavenumber*  $1720\text{ cm}^{-1}$  dan gugus asam karboksilat pada *wavenumber*  $1700\text{ cm}^{-1}$ .<sup>10</sup> Pada LLDPE tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan karena LLDPE hanya memiliki sedikit titik percabangan, sehingga energi sinar *infra red* yang dilewatkan pada LLDPE hanya sedikit yang terserap gugus C=O, puncak menjadi tidak signifikan.

#### IV.1.2. Perbandingan perubahan kimia dengan variabel lama waktu tinggal

Dalam proses produksi *Extrusion Coating*, bijih polietilen dimasukkan ke dalam ekstruder dan akan keluar dalam bentuk lembaran lelehan panas dengan temperatur yang diharapkan homogen. Tetapi pada saat mesin harus berhenti karena ada perubahan spesifikasi produk atau saat mesin *trouble*, ulir ekstruder harus tetap berputar dengan kecepatan minimal (5 putaran per menit), ini dinamakan kondisi langsam. Kecepatan putar yang rendah membuat lelehan polietilen yang ada di dalam ulir

*extruder* tidak dapat *FIFO* (*first in first out*). Oleh karena itu semakin lama ulir *extruder* berada dalam kondisi langsung akan semakin banyak perubahan kimia yang terjadi pada polietilen tersebut. Pada penelitian ini dilakukan variabel lama waktu tinggal : 0.5 jam, 1.0 jam, 1.5 jam, 2.0 jam.

Dengan alat Spektroskopi *Infra Red*, dapat dilihat perubahan kimia yang terjadi. Dari gambar IV.1.A dan C, puncak *transmittance* terlihat pada *wavenumber* 3650-3600  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak *transmittance* pada *wavenumber* 3650-3600  $\text{cm}^{-1}$  diketahui adalah puncak yang dibentuk oleh gugus alkohol<sup>3</sup>. Perubahan konsentrasi alkohol dari keempat variabel lama waktu tinggal (0.5, 1.0, 1.5, dan 2.0 jam) dapat dibandingkan dengan menghitung luas puncak *transmittance*. Luas puncak *transmittance* dihitung dengan terlebih dahulu menghubungkan *baseline* antara 2 tepi puncak, seperti gambar IV.3. Luas puncak *transmittance* diperoleh dengan menghitung luas batang-batang kecil yang membentuk puncak tersebut. Ukuran panjang dan lebar batang tersebut sangat kecil sehingga dalam perhitungan membutuhkan bantuan komputer.



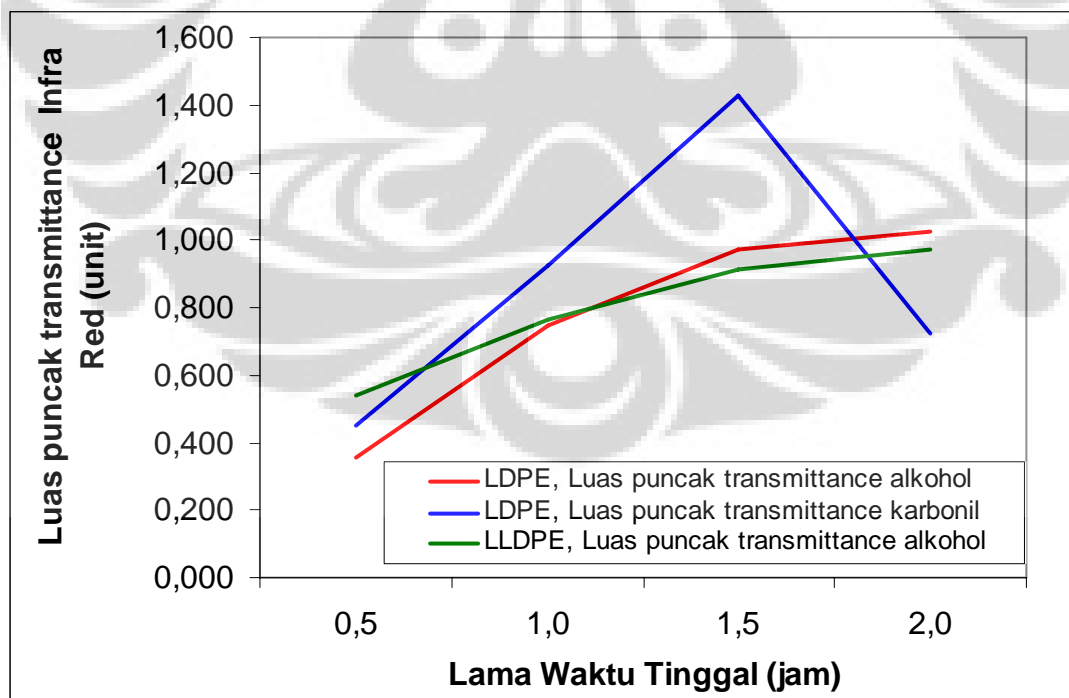
Gambar IV.3. Cara menghitung luas puncak *transmittance*



Hasil perhitungan luas puncak *transmittance* adalah sebagai berikut.:

Tabel IV.1. Luas puncak *transmittance Infra Red* pada variabel lama waktu tinggal dalam *extruder*.

Jenis polietilen	Variabel lama waktu tinggal dalam <i>extruder</i> (jam)	Luas puncak alkohol (unit <sup>2</sup> )	Luas puncak karbonil (unit <sup>2</sup> )
LDPE	0,5	0,354	0,452
	1,0	0,744	0,924
	1,5	0,974	1,426
	2,0	1,022	0,724
LLDPE	0,5	0,540	Tidak ada puncak <i>transmittance</i> yang signifikan.
	1,0	0,764	
	1,5	0,914	
	2,0	0,974	



Gambar IV.4. Grafik luas puncak *transmittance Infra Red* pada variabel lama waktu tinggal dalam *extruder*.

Dari gambar IV.4. dapat dilihat perubahan luas puncak *transmittance Infra Red* pada variabel lama waktu tinggal dalam *extruder*. Semakin lama waktu tinggal polietilen di dalam *extruder* maka luas puncak *transmittance* gugus alkohol juga akan semakin besar, yaitu untuk LDPE luas puncak *transmittance* 0.354 unit<sup>2</sup> menjadi 1.022 unit<sup>2</sup>, (masing-masing pada 0.5 jam dan 2 jam). Demikian pula untuk LLDPE luas puncak *transmittance* 0.540 unit<sup>2</sup> menjadi 0.974 unit<sup>2</sup>. Tetapi ada perbedaan untuk luas puncak *transmittance* gugus karbonil, yaitu pada LDPE dapat dilihat kecenderungan kenaikan luas puncak *transmittance* dari 0.452 unit<sup>2</sup> (setelah 0.5 jam) menjadi 1.426 unit<sup>2</sup> (setelah 1.5 jam). Walaupun luas puncak *transmittance* gugus karbonil pada LDPE setelah 2 jam terlihat turun (0.724 unit<sup>2</sup>), tetapi dari ketiga variabel lainnya (0.5, 1.0, 1.5 jam) data memperlihatkan luas puncak *transmittance* gugus karbonil (LDPE) cenderung naik. Sementara pada LLDPE tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan.

Pada LDPE, luas puncak *transmittance* gugus alkohol dan gugus karbonil secara bersamaan terlihat semakin besar sejalan dengan lama waktu tinggal dalam *extruder* yang semakin lama. Ini memperlihatkan LDPE memiliki banyak titik percabangan yang mudah mengalami pemutusan oksidatif.<sup>5</sup>

Dari gambar IV.1.B, yaitu pada *wavenumber* 1720-1700 cm<sup>-1</sup>, pada rantai bercabang (LDPE) dengan variabel lama waktu tinggal 0.5 jam tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan. Jika lama waktu tinggal diperbesar (1.0 jam) maka terlihat puncak *transmittance* di 1720 cm<sup>-1</sup>, jika lebih lama lagi hingga 2 jam terlihat puncak *transmittance* juga muncul di 1700 cm<sup>-1</sup>. Sementara pada gambar IV.1.D, yaitu pada sampel rantai linear (LLDPE) tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan. Pada variabel lama waktu tinggal 0.5 jam tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan karena dalam waktu 0.5 jam belum terdapat jumlah aldehid yang cukup untuk

memunculkan puncak *transmittance* yang signifikan. Artinya setelah 0.5 jam belum terjadi perubahan yang cukup berarti pada polietilen yang keluar *extruder* dengan kecepatan putar 5 RPM. Setelah 1 jam terlihat puncak *transmittance* di  $1720\text{ cm}^{-1}$  yang berarti sudah terdapat gugus aldehid, dan setelah 2 jam terlihat gugus asam karboksilat pada *wavenumber*  $1700\text{ cm}^{-1}$ .<sup>10</sup>

Pada LLDPE tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan karena LLDPE hanya memiliki sedikit titik percabangan, sehingga energi sinar *infra red* yang dilewatkan pada LLDPE hanya sedikit yang terserap gugus C=O, puncak menjadi tidak signifikan.

Pada polietilen terjadi degradasi *Thermo-oxidative*, dimana mekanisme yang terjadi melibatkan pembentukan Radikal-radikal Alkil (R●) yang terjadi melalui pemutusan ikatan kovalen, dilanjutkan reaksi dengan oksigen membentuk hidroperoksida (ROOH) :



Dekomposisi dari hidroperoksida menghasilkan produk-produk *oxygenated*. Produk-produk *oxygenated* dapat berupa alkohol, aldehid, dan asam karboksilat.<sup>5</sup>

#### IV.1.3. Perbandingan perubahan kimia dengan variabel laju alir gas nitrogen.

Pada proses *extrusion coating*, terjadi degradasi polietilen di dalam *extruder*. Untuk mengurangi oksidasi yang terjadi pada polietilen, mesin *extruder* dilengkapi dengan alat *Pressure Swing Adsorption* (PSA). Alat PSA ini mampu menghasilkan gas nitrogen yang diambil dari udara. Gas nitrogen tersebut selanjutnya dialirkan ke bagian *feeder extruder*. Oksigen yang terbawa udara saat bijih polietilen masuk ke *screw extruder* pada bagian *feeder*, diharapkan berkurang dengan adanya input gas nitrogen.

Pada penelitian ini, dipelajari pengaruh laju alir gas nitrogen terhadap degradasi termal polietilen di dalam ekstruder. Dari gambar IV.2.A dan C, yaitu pada *wavenumber* 3650-3600  $\text{cm}^{-1}$ , dapat dilihat pada grafik variabel laju alir gas nitrogen 25, 15, dan 0 NL/min, puncak *transmittance* terdapat pada 3600  $\text{cm}^{-1}$ . Perbedaan dapat dilihat pada puncak *transmittance* 3650  $\text{cm}^{-1}$ , yaitu dengan laju alir gas nitrogen 25 NL/min puncak belum terlihat jelas, tetapi jika laju alir gas nitrogen dikurangi hingga tidak ada sama sekali (0 NL/min) dapat dilihat puncak *transmittance* yang semakin jelas di 3650  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini terjadi LDPE dan LLDPE.

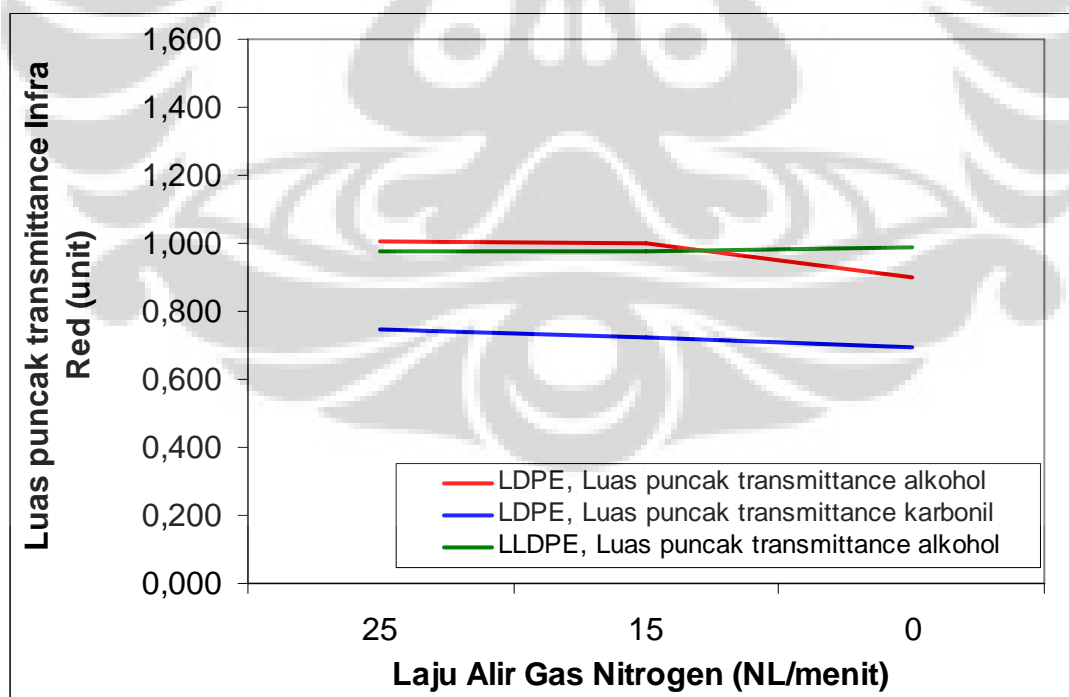
Dari gambar IV.2.B, yaitu pada *wavenumber* 1720-1700  $\text{cm}^{-1}$ , pada rantai bercabang (LDPE) dengan variabel laju alir gas nitrogen 25 NL/min sudah terlihat puncak *transmittance* yang signifikan di 1700  $\text{cm}^{-1}$ , karena waktu tinggal untuk semua variabel laju alir gas nitrogen dibuat sama yaitu setelah 2 jam di dalam ekstruder. Jika laju alir gas nitrogen diperkecil hingga 0 NL/min maka dapat dilihat puncak *transmittance* di 1700  $\text{cm}^{-1}$ .

Sementara pada gambar IV.2.D, yaitu pada sampel rantai linear (LLDPE) tidak terlihat puncak *transmittance* yang signifikan. Dengan variabel laju alir gas nitrogen yang semakin berkurang, dimulai dengan kapasitas maksimum alat PSA 25 NL/min sampai laju alir dihentikan 0 NL/min, terlihat tidak ada perbedaan jika dibanding dengan grafik puncak *transmittance* dengan variabel lama waktu tinggal. Pada percobaan dengan variabel lama waktu tinggal, feeder ekstruder tetap diinput gas nitrogen dengan laju medium 15 NL/min.

Perubahan konsentrasi gugus alkohol dan karbonil dapat dilihat dari perubahan luas puncak *transmittance infra red*.

Tabel IV.2. Luas puncak *transmittance Infra Red* pada variabel laju alir gas nitrogen.

Jenis polietilen	Variabel laju alir gas nitrogen ke <i>extruder</i>	Luas puncak alkohol (unit <sup>2</sup> )	Luas puncak karbonil (unit <sup>2</sup> )
LDPE	25	1,006	0,747
	15	1,002	0,724
	0	0,900	0,693
LLDPE	25	0,977	Tidak ada puncak <i>transmittance</i> yang signifikan
	15	0,974	
	0	0,986	



Gambar IV.5. Grafik luas puncak *transmittance Infra Red* pada variabel laju alir gas nitrogen.

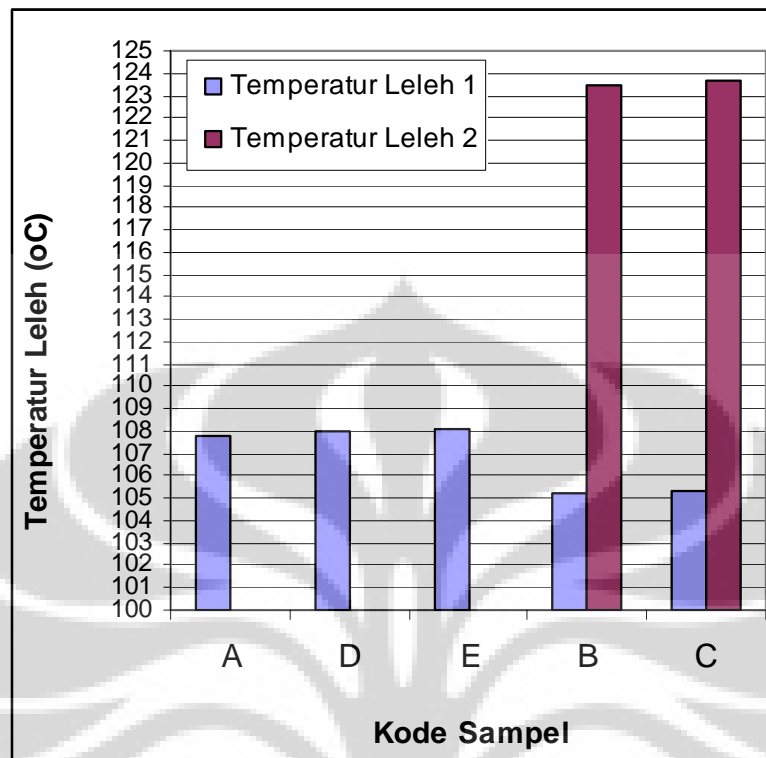
Dari gambar IV.5. di atas dapat dilihat bahwa penambahan gas nitrogen dari alat *Pressure Swing Adsorption* ke dalam *extruder* tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap degradasi termal polietilen (LDPE dan LLDPE). Seperti yang dapat dilihat pada gambar IV.5., grafik diperoleh mendatar.

#### IV.2. Perubahan transisi *thermal*

Ringkasan hasil uji *Differential Scanning Calorimetri* dapat dilihat pada table IV.3.

Tabel IV.3. Ringkasan hasil uji *Differential Scanning Calorimetri* (DSC)

Nama sampel	Penjelasan sampel	Tm <sub>1</sub> (°C)	Tm <sub>2</sub> (°C)	Berat sampel (mg)
A	Pelet LDPE, sebelum masuk <i>extruder coating</i> .	107.79	-	10.1
D	Film LDPE, setelah 2 jam, dengan <i>screw speed</i> 5 RPM, input gas N <sub>2</sub> 15 NL/min.	107.97	-	12.9
E	Film LDPE, setelah 2 jam, dengan <i>screw speed</i> 5 RPM, tanpa input gas N <sub>2</sub> )	108.14	-	13.7
B	Pelet LLDPE, sebelum masuk <i>extruder coating</i> .	105.20	123.42	16.2
C	Film LLDPE, setelah 2 jam, dengan <i>screw speed</i> 5 RPM, input gas N <sub>2</sub> 15 NL/min.	105.31	123.69	14.1



Gambar IV.6. Grafik temperatur leleh hasil uji *Differential Scanning Calorimetri* (DSC)

#### IV.2.1. Perubahan transisi termal polietilen rantai bercabang (LDPE)

Dari kelima grafik tersebut tidak terlihat temperatur gelas ( $T_g$ ), karena  $T_g$  dari polimer jenis poliolefin seperti polietilen sulit untuk dideteksi. Polimer dengan kristalinitas tinggi, adakalanya sulit untuk menentukan temperatur glassnya.<sup>1</sup> Ini disebabkan temperatur glass berhubungan dengan bagian *amorfus* dari polietilen tersebut. Pada saat temperatur polietilen dinaikkan ke temperatur *glass*-nya, maka bagian *amorfus* akan mulai dapat bergerak. Hal ini dapat dirasakan pada polietilen yang memiliki sifat elastis pada suhu kamar (25 °C). Polietilen bersifat elastis di suhu kamar, karena temperatur glass-nya diperkirakan sekitar -125°C sampai -65°C. Sifat elastisitas ini sangat jauh berbeda jika dibandingkan dengan material PET, Poly(ethylene terephthalate) merupakan jenis polimer yang banyak dipergunakan pada industri

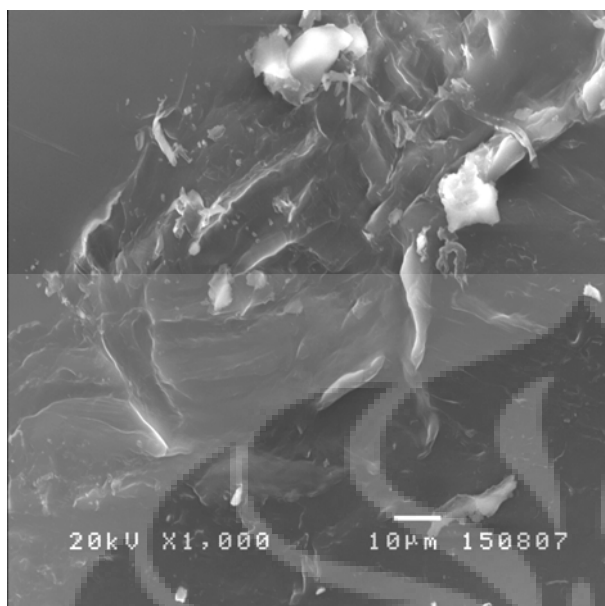
kemasan. PET memiliki temperatur glass  $69^{\circ}\text{C}$ .<sup>6</sup> Ini berarti bagian amorfus dari material PET pada suhu kamar ( $25^{\circ}\text{C}$ ) belum dapat bergerak sehingga PET terasa kaku (*stiff*).

Sampel A dibandingkan dengan D. Tidak terlihat perbedaan yang signifikan antara temperatur *leleh* dari sampel pelet LDPE sebelum masuk *extruder* coating ( $T_m = 107.79^{\circ}\text{C}$ ) dibandingkan dengan setelah 2 jam keluar *extruder*, screw speed 5 RPM, dengan input gas  $\text{N}_2$  15 NL/min ( $T_m=107.97^{\circ}\text{C}$ ).

Begitu pula dengan sampel A ( $T_m = 107.79^{\circ}\text{C}$ ) dibandingkan dengan E, yaitu film LDPE, setelah 2 jam, dengan screw speed 5 RPM, tanpa input gas  $\text{N}_2$  ( $T_m = 108.14^{\circ}\text{C}$ ), tidak terlihat perbedaan yang signifikan.

Kecenderungan temperatur leleh sampel  $A \rightarrow D \rightarrow E$  adalah semakin naik. Hal ini dapat dijelaskan bahwa peristiwa termal degradasi yang dialami oleh ketiga sampel ini memungkinkan bagian amorfus dari rantai polietilen untuk menyusun diri lebih teratur. Ini berarti kristalinitas bertambah, walaupun hanya sedikit.<sup>12</sup> Hal ini juga terlihat dengan munculnya bintik-bintik pada permukaan film polietilen yang keluar dies. Bintik-bintik ini adalah bagian dari rantai polietilen yang tersusun/terkristalisasi dengan baik. Mikrostruktur dari bintik-bintik tersebut jika dilihat dengan mempergunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah seperti gambar di bawah ini.





Gambar IV.7. Gambar SEM sampel LDPE variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* 0.5 jam



Gambar IV.8. Gambar SEM sampel LDPE variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* 2.0 jam

Gambar IV.7. dan gambar IV.8. adalah gambar dari sampel LDPE dengan variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* 0.5 jam dan 2 jam. Posisi sampel yang di-scan adalah bintik yang terdapat pada permukaan film LDPE.

Dengan membandingkan gambar IV.7. dengan gambar IV.8. dapat dilihat pada gambar IV.8. bahwa luas daerah kristal paling besar dapat dilihat dari jumlah *spherulite* (bercahaya terang hasil SEM). Proses kristalisasi dimulai dengan pembentukan inti oleh polietilen dimana semakin tinggi temperatur ekstrusi maka laju pembentukan inti dan pertumbuhan kristalinitas semakin besar.<sup>12</sup> Dari kedua gambar tersebut dapat dilihat bahwa semakin besar degradasi termal yang dialami polietilen maka daerah kristalin yang terbentuk semakin bertambah.

#### IV.2.2. Perubahan transisi termal polietilen rantai linier (LLDPE)

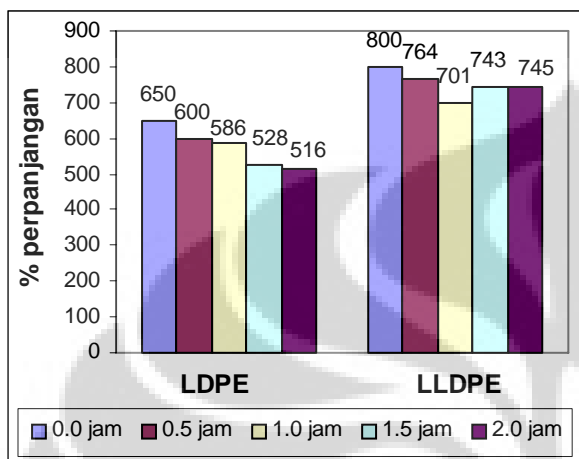
Dari tabel IV.3. dapat dilihat temperatur leleh LLDPE (sampel B → C) semakin naik,  $T_{m1} = 105.20\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 105.31\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan demikian pula dengan  $T_{m2} = 123.42\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 123.69\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Hanya perbedaannya pada LLDPE terdapat 2 titik temperatur leleh. Titik temperatur leleh  $T_{m1}$  adalah untuk rantai utama polietilen (*backbone*), sementara titik temperatur leleh  $T_{m2}$  adalah untuk rantai utama polietilen (*backbone*) yang telah ditempel *comonomer hexene* (C6). Titik temperatur leleh  $T_{m2}$  lebih tinggi dibanding  $T_{m1}$  karena *comonomer hexene* (C6) memberikan mikro struktur yang lebih teratur dibandingkan *backbone* polietilen. Polietilen dengan rantai pendek akan lebih mudah membentuk kristal dari pada polietilen berantai panjang, karena rantai panjang cenderung lebih mudah membentuk belitan-belitan rantai yang menghambat kristalisasi.<sup>11</sup>

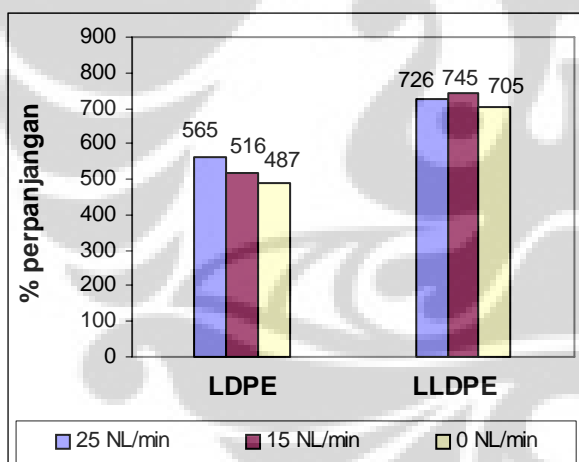
**IV.3. Perubahan sifat mekanik**

**IV.3.1. Persen perpanjangan**

Hasil uji sifat mekanik persen perpanjangan adalah sebagai berikut :



Gambar IV.9. Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam Extruder pada % perpanjangan



Gambar IV.10. Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke extruder pada % perpanjangan

Gambar IV.9. dan IV.10. melukiskan grafik perubahan persen perpanjangan dari polietilen rantai bercabang LDPE dan polietilen rantai linier LLDPE. Dari kedua grafik tersebut baik dari segi variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* maupun variabel laju alir gas nitrogen ke extruder terlihat bahwa LDPE memiliki persen

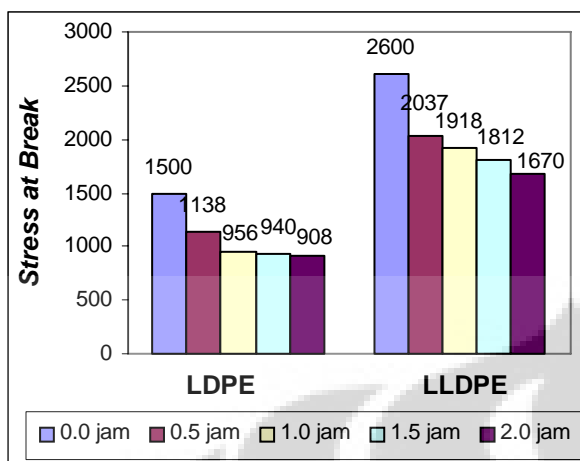
perpanjangan yang lebih kecil. Persen perpanjangan LDPE lebih kecil karena LDPE memiliki banyak percabangan, percabangan ini akan meminimalkan belitan-belitan rantai polietilen. Diketahui bahwa ikatan sekunder yang terjadi antara molekul rantai polietilen akan semakin besar jika panjang rantai molekul yang terlibat dalam belitan memberikan akumulasi ikatan dispersi yang besar.<sup>11,2</sup>

Gambar IV.9. memperlihatkan pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam ekstruder, yaitu setelah ekstruder berputar dengan kecepatan minimal 5 rpm selama 0.5 jam, 1.0 jam, 1.5 jam dan 2.0 jam. Semakin lama polietilen berada di dalam ekstruder yang disebabkan oleh kecepatan putar *screw* yang lambat (5 rpm) dapat dilihat persen perpanjangan cenderung semakin kecil. Pada LDPE sebelum masuk ekstruder diketahui persen perpanjangan 650%. Setelah 2 jam *screw extruder* berputar dengan kecepatan minimal 5 rpm, sampel memperlihatkan persen perpanjangan turun menjadi 516%. Begitu pula dengan LLDPE terlihat kecenderungan persen perpanjangan yang menurun. Temperatur proses *extrusion coating* cukup tinggi, > 280°C. Temperatur ini memberikan energi yang cukup untuk memutuskan rantai polietilen (*chain scission*).<sup>5</sup>

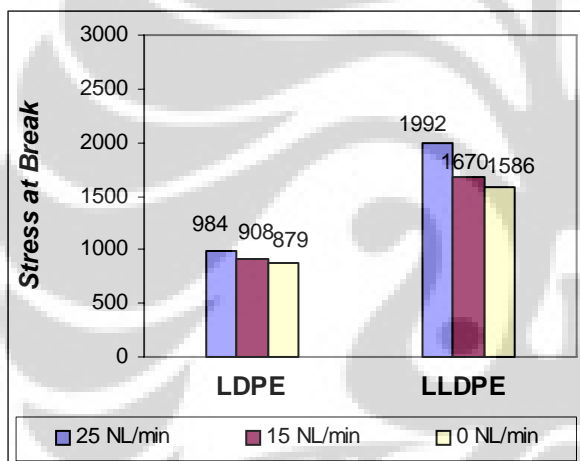
Gambar IV.10. memperlihatkan pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke ekstruder terhadap perubahan persen perpanjangan. Laju alir gas nitrogen dari alat Pressure Swing Adsorption (PSA) divariasikan mulai laju alir maksimum 25 NL/min, 15 NL/min, hingga 0 NL/min. Dari grafik LDPE dan LLDPE terlihat bahwa persen perpanjangan semakin menurun walaupun hanya sedikit.

### IV.3.2. *Stress at break*

*Stress at break* adalah stress tarikan ( $\text{gf/mm}^2$ ) yang mampu ditahan sampel saat putus. Gambar IV.11. dan IV.12. memperlihatkan *stress at break* pada sampel yang diuji.



Gambar IV.11. Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* pada *stress at break* (gf/mm<sup>2</sup>).



Gambar IV.12. Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke *extruder* pada *stress at break* (gf/mm<sup>2</sup>).

*Stress at break* sampel polietilen sebelum masuk ke *extruder* diketahui 1500 gf/mm<sup>2</sup> untuk LDPE dan 2600 gf/mm<sup>2</sup> untuk LLDPE. Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* pada *stress at break* terlihat semakin menurun karena adanya pemutusan ikatan selama di dalam *extruder* bertemperatur tinggi, 280°C untuk LLDPE dan 330°C untuk LDPE.<sup>5</sup>

Sementara itu, jika dilihat pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke *extruder* pada *stress at break* juga menurun, hanya penurunan tersebut sangat kecil. Artinya laju

alir gas nitrogen yang disetting maksimum dari Pressure Swing Adsorption (PSA), 25 NL/min dibandingkan dengan 0 NL/min, nilai *stress at break* juga mendekati kondisi 15 NL/min.

Kekuatan tarik polietilen dipengaruhi oleh belitan yang terjadi antar rantai molekul polietilen. Rantai polietilen yang memiliki banyak percabangan (LDPE) akan mengurangi terjadinya belitan tersebut. Sementara belitan rantai molekul polietilen yang banyak akan memberikan akumulasi ikatan dispersi yang selanjutnya akan memberikan kekuatan tarik yang besar.<sup>2</sup>

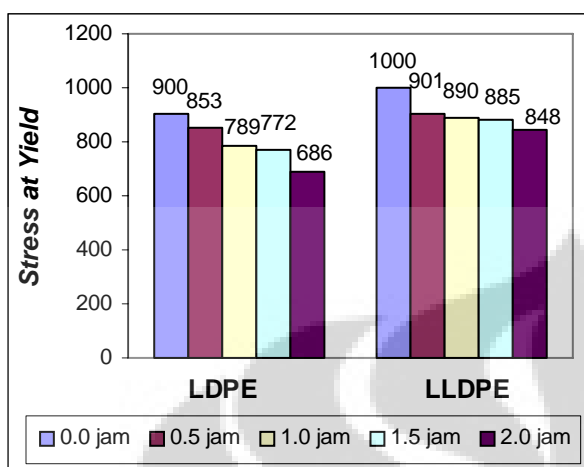
Secara umum jenis rantai polietilen dapat dibedakan dalam 2 kategori :

- Jenis rantai panjang dan pendek, rantai yang panjang akan memberikan banyak belitan sehingga menimbulkan kekuatan tarik yang besar. Rantai yang pendek akan membuat polietilen lebih kristalin, karena rantai yang pendek akan lebih mudah tersusun.
- Jenis rantai bercabang dan rantai linear, rantai bercabang seperti LDPE dan rantai linear seperti LLDPE. Rantai linear lebih mudah membentuk belitan.

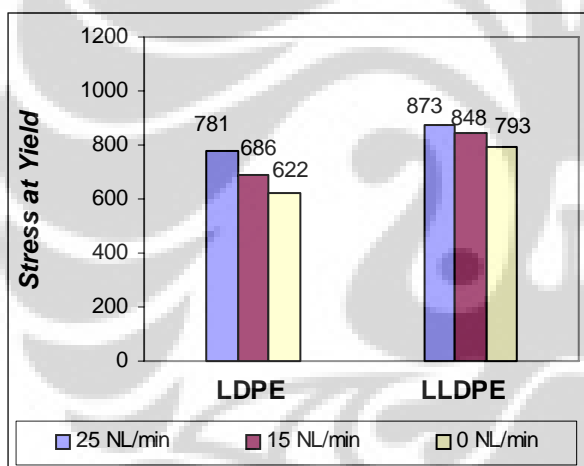
#### IV.3.3. *Stress at yield*

*Stress at yield* adalah stress tarikan ( $\text{gf/mm}^2$ ) dimana material mulai berdeformasi secara plastis. Deformasi plastis artinya perubahan bentuk yang terjadi pada material tidak akan dapat kembali lagi ke bentuknya semula. Sementara sebelum titik *stress at yield*, perubahan bentuk yang terjadi pada material (deformasi) masih dapat kembali lagi ke bentuk semula jika gaya yang diberikan kepadanya dilepaskan. Sebelum titik *stress at yield* material berdeformasi secara elastis, setelah titik *stress at yield* material berdeformasi secara plastis.<sup>1,2</sup>

Gambar IV.13. dan IV.14. memperlihatkan *stress at yield* pada sampel yang diuji.



Gambar IV.13. Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* pada *stress at yield*



Gambar IV.14. Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke *extruder* pada *stress at yield*

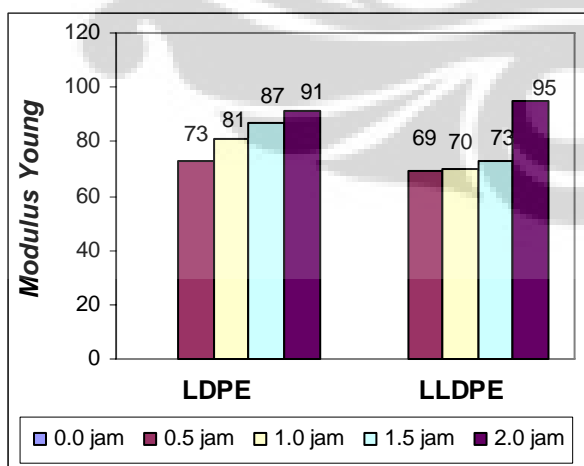
Dari Gambar IV.13. dapat dilihat pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* pada *stress at yield*, yang semakin menurun. Hal ini terjadi baik pada LDPE maupun pada LLDPE. Diketahui bahwa sifat elastis dari material polietilen berasal dari bagian amorfus. Pada saat polietilen mengalami degradasi termal di dalam *extruder*, maka bagian amorfus dari polietilen tersebut terjadi pergerakan antar molekul untuk menyusun diri lebih teratur. Sehingga bagian amorfus dari polietilen menjadi semakin sedikit. Akibatnya sifat elastisitas juga berkurang.<sup>2,4</sup>

Dari gambar IV.14. dapat dilihat pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke *extruder* pada *stress at yield*. Jika dibandingkan nilai *stress at yield* pada laju alir gas nitrogen 25 NL/min dengan 0 NL/min (dengan lama waktu tinggal 2 jam), LDPE memberikan nilai penurunan yang sedikit lebih besar (20.35%) dibanding LLDPE (9.16%). Pemberian nitrogen ke dalam *extruder* diharapkan mengurangi jumlah gas oksigen yang terbawa masuk untuk mengurangi termal oksidatif pada polietilen. Gas oksigen dalam panas yang tinggi akan menjadi radikal  $O\bullet$  yang selanjutnya dapat bereaksi dengan rantai polietilen. Termal oksidatif ini akan lebih terasa pada rantai bercabang LDPE. Karena titik percabangan memiliki reaktifitas yang lebih besar dibanding  $\sim CH_2-CH_2\sim$ .<sup>9</sup>

**IV.3.4. Modulus young**

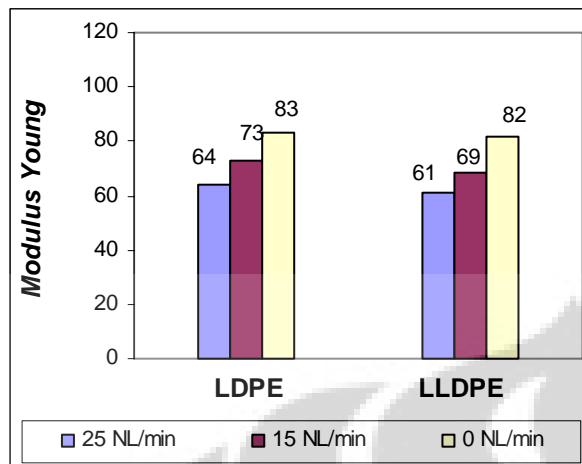
*Modulus young* adalah ukuran kekakuan suatu material. *Modulus young* diperoleh dari *slope*/kemiringan kurva *stress* terhadap *strain*, dengan satuan ( $gf/mm^2$ ).

Gambar IV.15. dan IV.16. memperlihatkan *Modulus young* pada sampel yang diuji.



Gambar IV.15. Pengaruh variabel lama waktu tinggal dalam *extruder* pada *Modulus young*.





Gambar IV.16. Pengaruh variabel laju alir gas nitrogen ke *extruder* pada *Modulus young*

Dari kedua grafik tersebut dapat dilihat nilai *Modulus young* yang semakin besar dengan bertambah besarnya variabel waktu tinggal dalam *extruder*. Pada saat polietilen mengalami degradasi termal di dalam *extruder*, maka bagian amorfus dari polietilen tersebut terjadi pergerakan antar molekul untuk menyusun diri lebih teratur. Sehingga bagian amorfus dari polietilen menjadi semakin sedikit. Akibatnya sifat elastisitas juga berkurang dan material semakin kaku.<sup>2,4</sup>

## BAB V

### KESIMPULAN

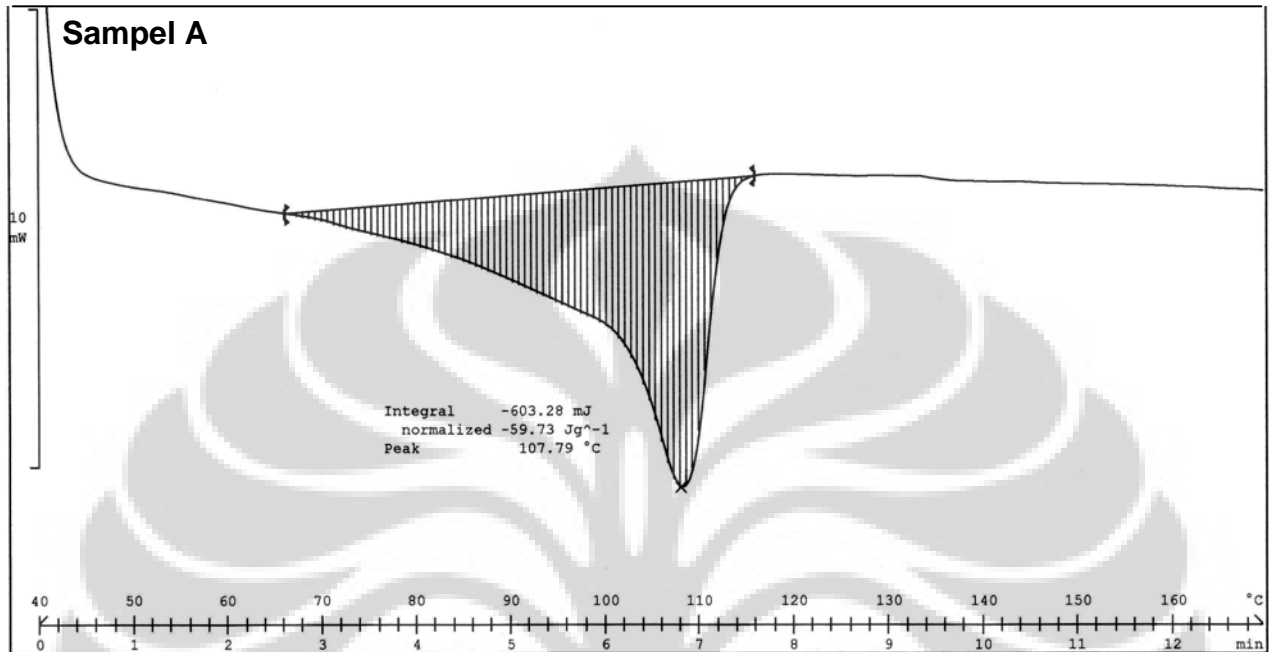
---

1. Jenis rantai polietilen (bercabang dan linier) sangat mempengaruhi degradasi termal polietilen. Rantai polietilen yang bercabang (LDPE) lebih mudah terdegradasi dan teroksidasi menjadi alkohol dan karbonil. Tetapi degradasi termal rantai polietilen yang linier hanya menghasilkan alkohol
2. Semakin lama waktu degradasi termal yang dialami polietilen maka terbentuk *oxygenated products* seperti aldehid dan asam karbositat. Dan juga semakin lama waktu degradasi termal maka memberikan waktu yang cukup bagi daerah amorfus polietilen untuk menata belitan rantai lebih teratur (lebih kristalin) yang terlihat dengan timbulnya bintik-bintik pada film.
3. Penambahan input gas nitrogen ke feeder ekstruder hanya memberikan sedikit pengaruh pada degradasi oksidasi polietilen.
4. Degradasi termal menurunkan sifat mekanik polietilen. Dari uji tarik diketahui adanya penurunan persen perpanjangan, *stress at break*, dan *stress at yield*. Degradasi termal juga membuat polietilen lebih kaku (*modulus young* meningkat).

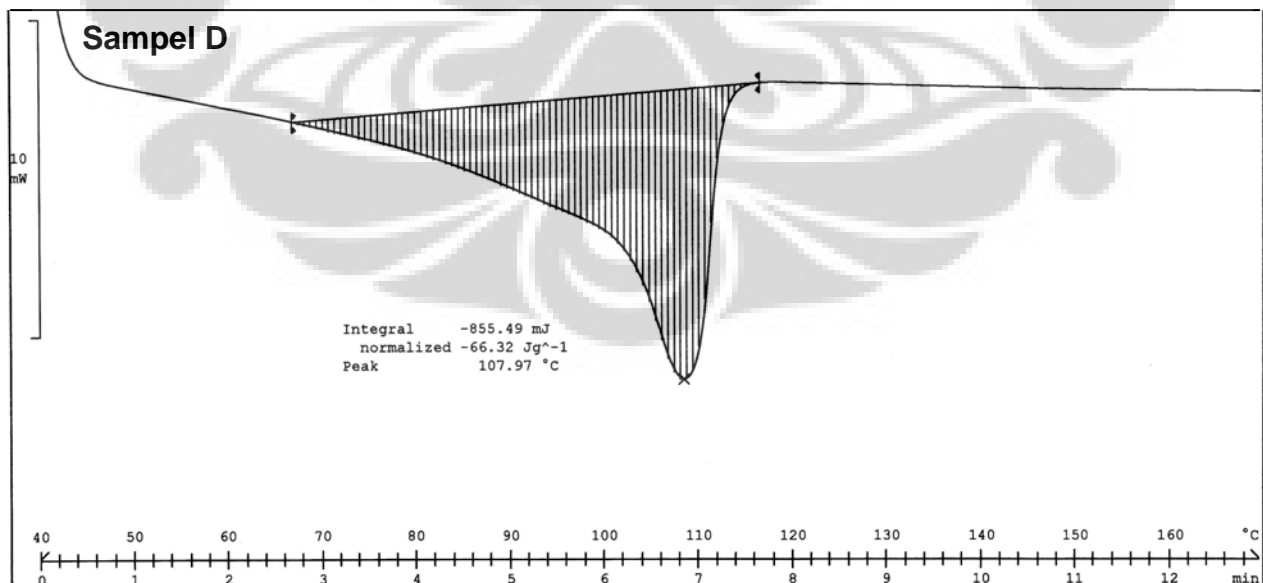
## DAFTAR ACUAN

1. Malcolm P. Stevens, Polymer Chemistry: An Introduction; 2001; 184
2. Billmeyer F.W., Text Book of polymer Science, 1984
3. Hart Harold; Sumihar; Kimia Organik; Erlangga; 1983;74-77
4. Callister William D., Material Science and Engineering, John Willey & Sons, 1997.
5. Andersson, T.;Wesslen, B; Journal App. Polymer Science; 2002
6. Bovey F.A., Macromolecules An Introduction to polymer Science; 1982; 8
7. Vollhardt, Organic Chemistry, structure and function; 2000; 95 – 100
8. Joseph I, Gold Steir at All, 1992, *Scanning Electron Microscopy and X- Ray Microanalysis, Second Edition*, Plenum Pres Newyork.
9. Craig I.H., Shyichuk A.V., Syrotynska I., Photo-Induced Scission and Crosslinking in LDPE, LLDPE, HDPE; Polymer Engineering and Science 2005; 579-587
10. Helmut Gunzler, IR Spectroscopy, 2006, 200 - 210.
11. Khokan Kanti Majumder, Graham Hobbs, Sati N. B, Molecular, Rheological, and Crystalline properties of LDPE in Blown Film Extrusion, Polymer Engineering and Science, Dec 2007.
12. Showa Denko – Chandra Asri Petrochemical Center, 1994, SDK *Slurry Phase HDPE process Technology manual for PT. Chandra Asri* Volume-2, Chapter 4.2, 4.3.
13. Carey, Francis; Organic Chemistry; McGraw Hill; 2003; 10 – 98
14. Olmsted John, Williams Gregory M.; Chemistry; John Wiley & Sons; 2006; 533-536
15. Williams C. Michael; DSC Evidence for Microstructure and Phase Transitions in Polyethylene melt at high temperature; Macromolecules; 2000; 33; 520 – 522
16. Tyuleneva N.K., Kalinina I.G., Shlyapnikov A; Oxidation of polyethylene with an uneven distribution of antioxidant; International Polymer Science and Technology; 2006; 7-9

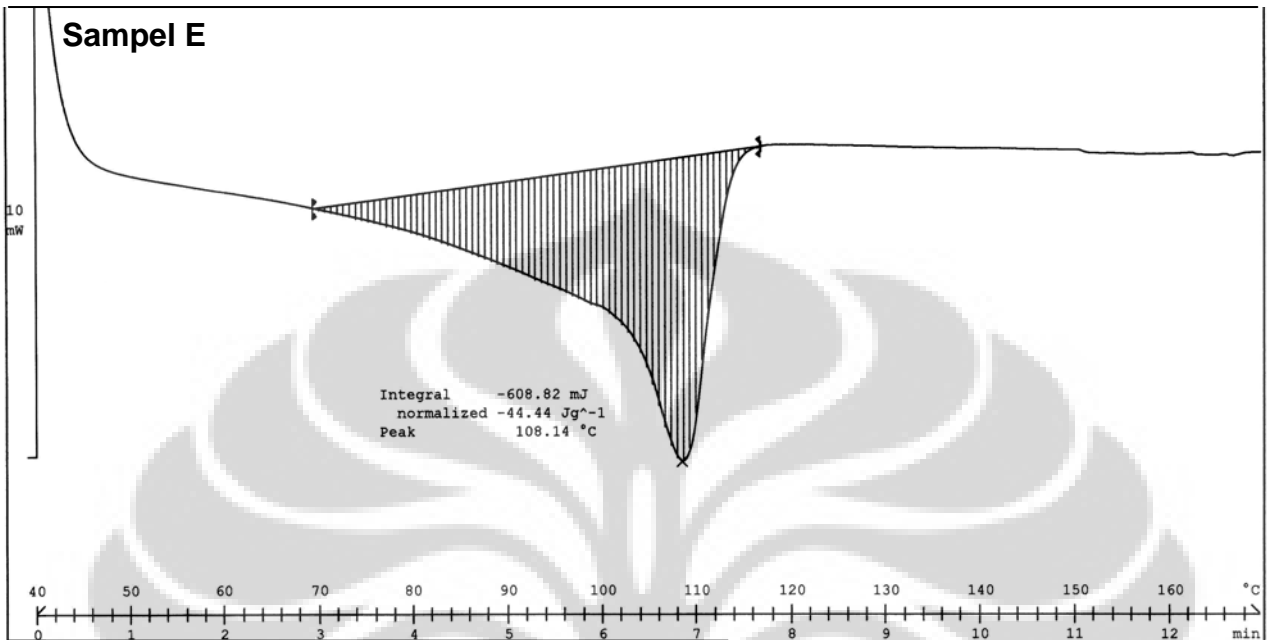
## LAMPIRAN



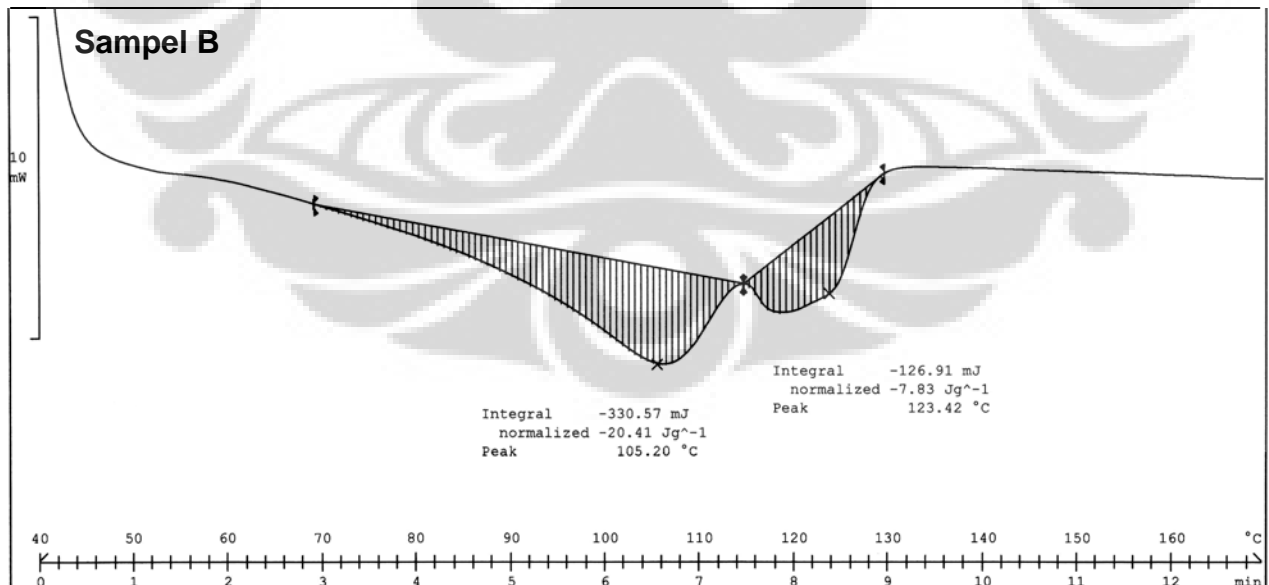
Lampiran 1.. Grafik DSC Sampel A, Pelet LDPE, sebelum masuk *extruder coating*.



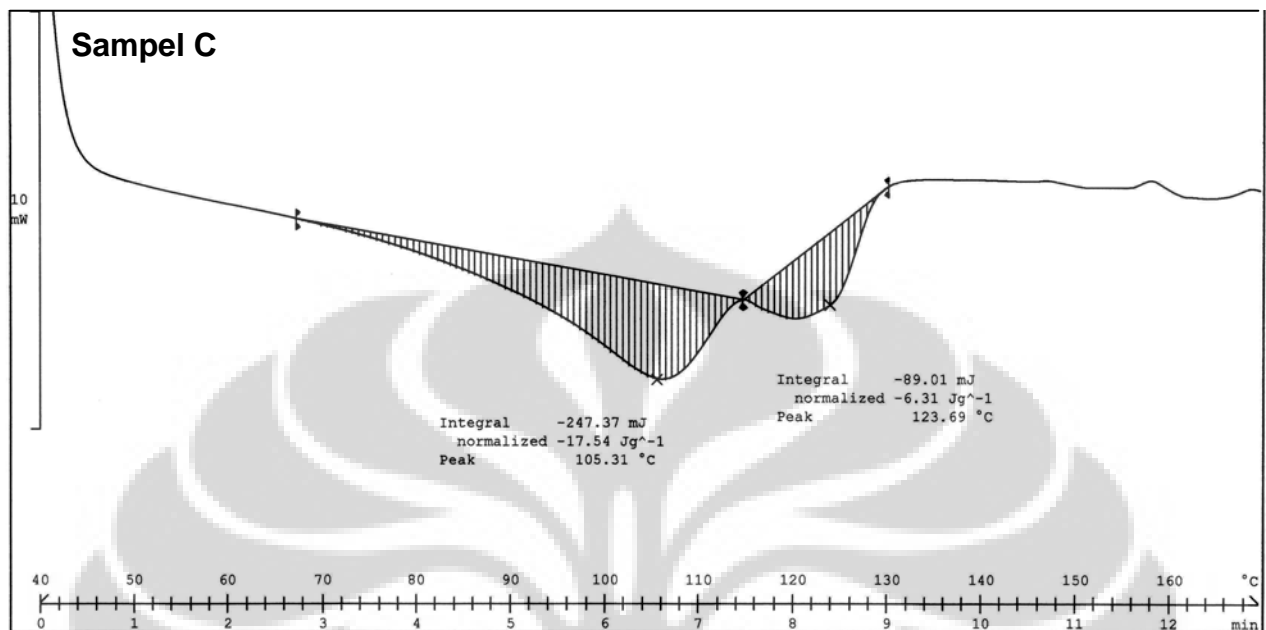
Lampiran 2. Grafik DSC Sampel D, Film LDPE, setelah 2 jam, dengan *screw speed* 5 RPM, input gas N<sub>2</sub> 15 NL/min.



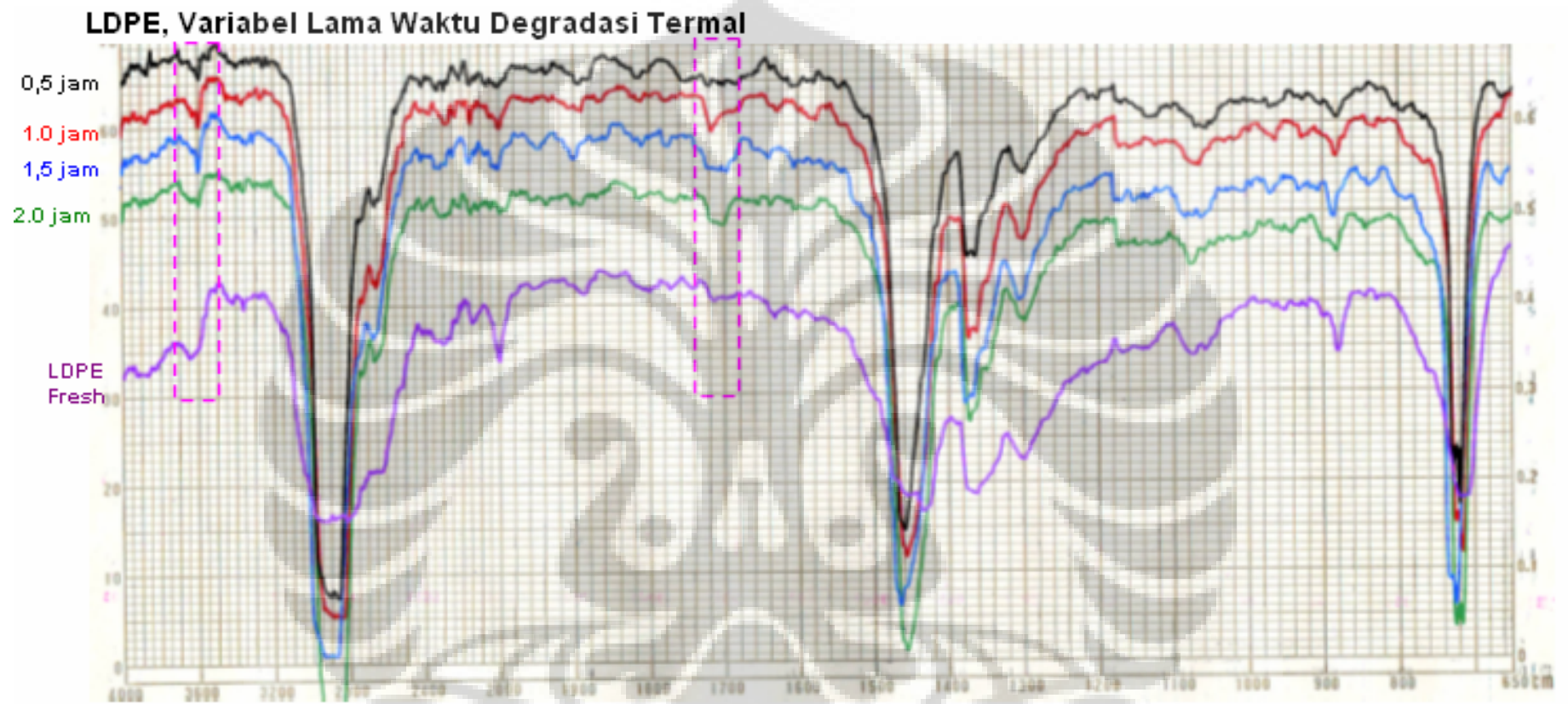
Lampiran 3. Grafik DSC Sampel E, Film LDPE, setelah 2 jam, dengan screw speed 5 RPM, tanpa input gas N<sub>2</sub>)



Lampiran 4. Grafik DSC Sampel B, Pelet LLDPE, sebelum masuk extruder coating.

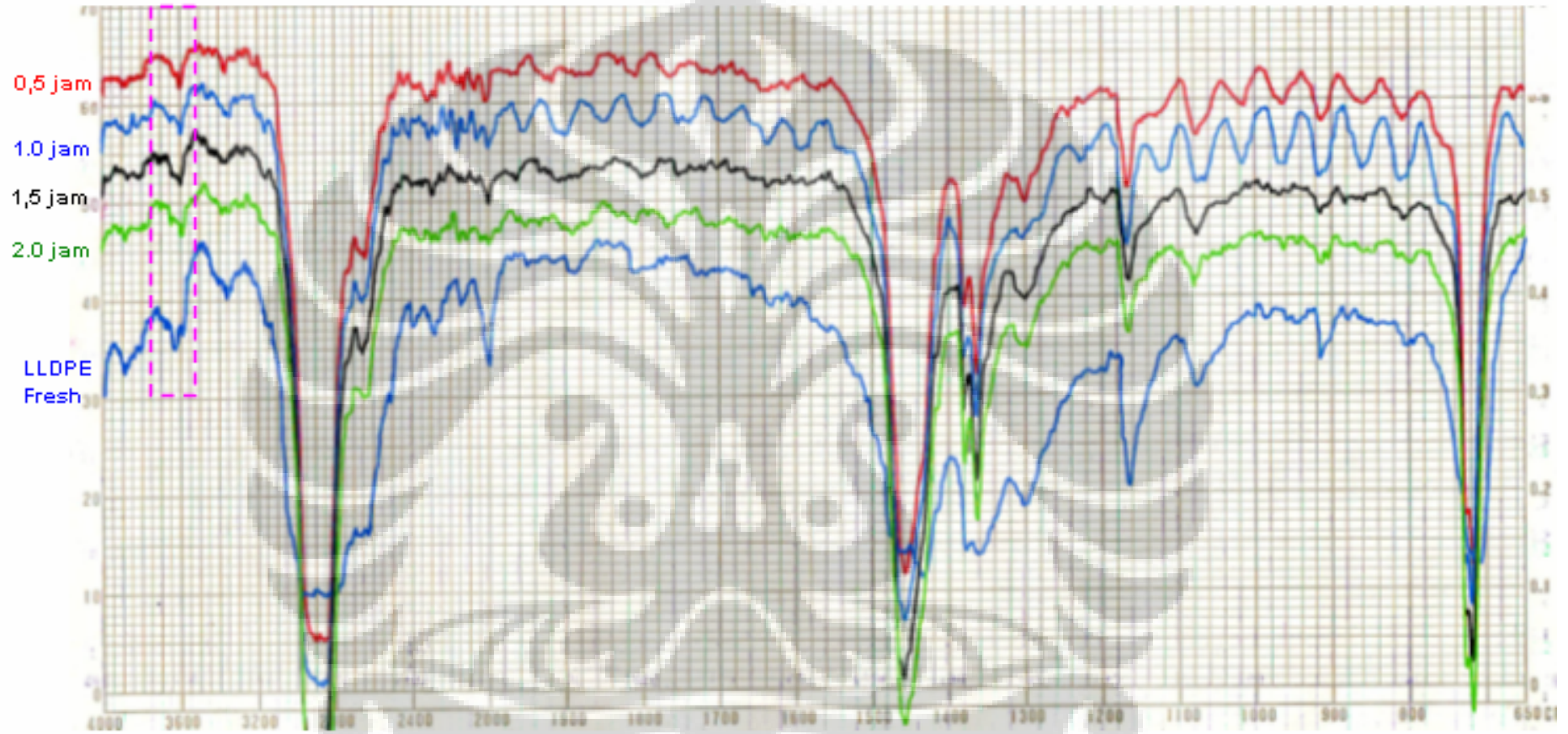


Lampiran 5. Grafik DSC Sampel C, Film **LLDPE** setelah 2 jam, dengan *screw speed* 5 RPM, input gas N<sub>2</sub> 15 NL/min.



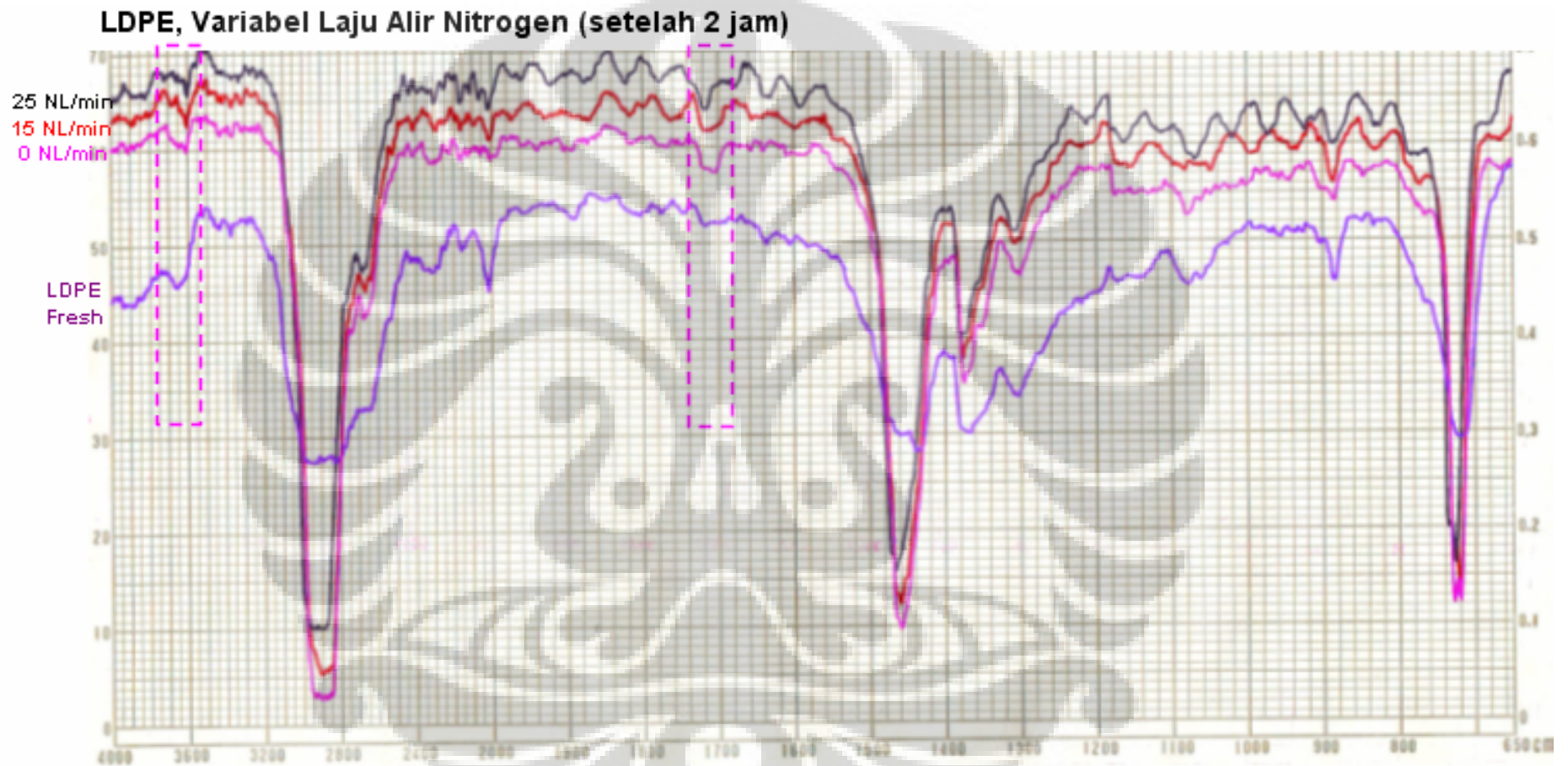
Lampiran 6 . Grafik *transmittance infra red* pada sampel LDPE, dengan variabel lama waktu degradasi termal.

### LLDPE, Variabel Lama Waktu Degradasi Termal



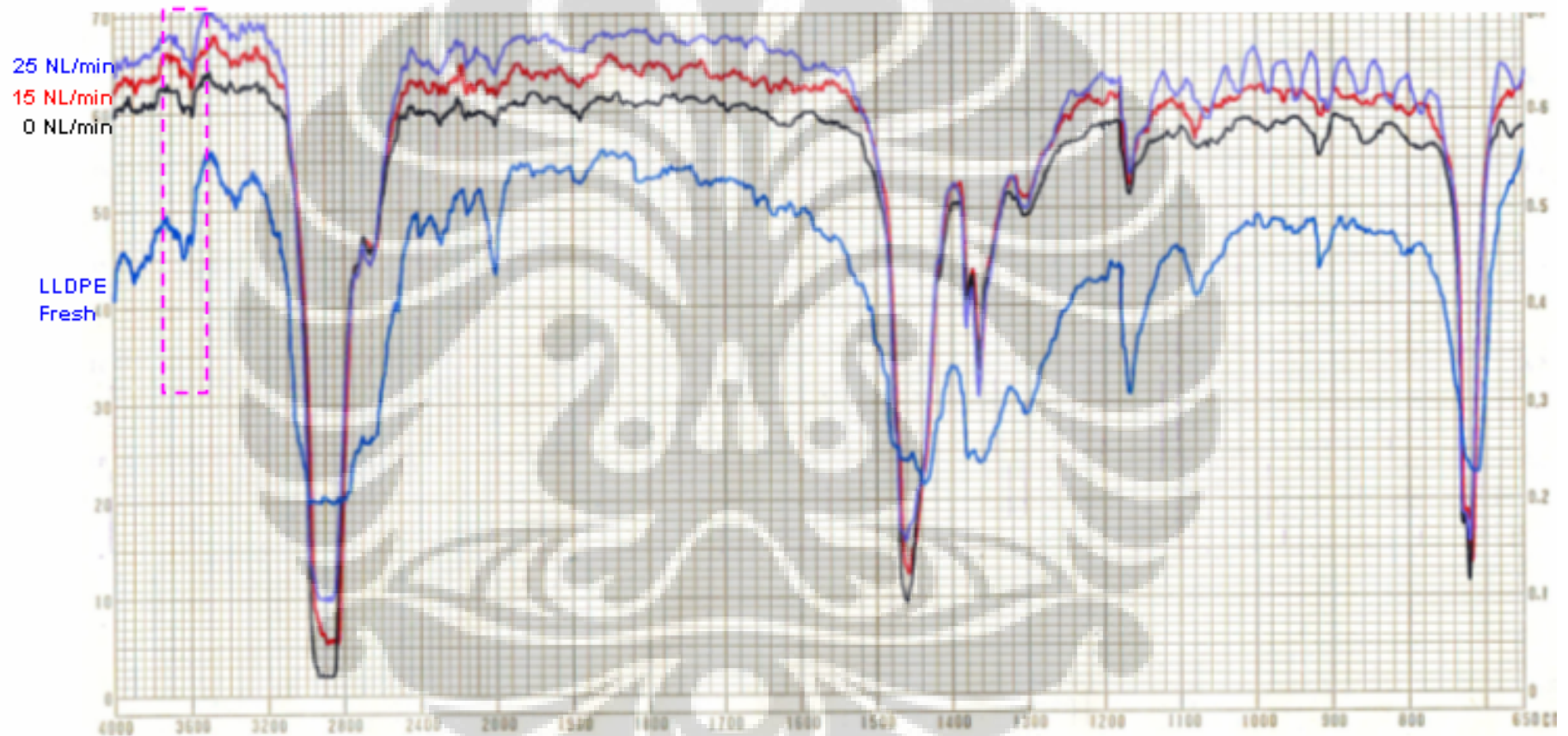
Lampiran 7 . Grafik *transmittance infra red* pada sampel LLDPE, dengan variabel lama waktu degradasi termal.





Lampiran 8 . Grafik *transmittance infra red* pada sampel LDPE, dengan variabel laju alir gas nitrogen.

### LLDPE, Variabel Laju Alir Nitrogen (setelah 2 jam)



Lampiran 9 . Grafik *transmittance infra red* pada sampel LLDPE, dengan variabel laju alir gas nitrogen.