

**OPTIMASI METODE EKSTRAKSI DENGAN *WET PEROXIDE OXIDATION*
(WPO) UNTUK IDENTIFIKASI MIKROPLASTIK JENIS *POLYAMIDE* (PA)**

SKRIPSI

*Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar
Sarjana Sains(S.Si)*



**PRAMADHANI
NIM.19036031/2019**

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2023**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Optimasi Metode Ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) untuk Identifikasi Mikroplastik Jenis *Polyamide* (PA)

Nama : Pramadhani
NIM : 19036031
Program Studi : Kimia NK
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 7 November 2023

Mengetahui:
Kepala Departemen

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing



Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001



Prof. Dr. Indang Dewata, M.Si
NIP. 1965118 199102 1 003

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

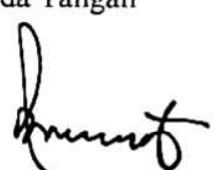


Nama : Pramadhani
NIM : 19036031
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

OPTIMASI METODE EKSTRAKSI DENGAN *WET PEROXIDE OXIDATION (WPO)* UNTUK IDENTIFIKASI MIKROPLASTIK JENIS *POLYAMIDE (PA)*

Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di Depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 3 November 2023

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
Ketua	: Prof. Dr. Indang Dewata, M.Si	 _____
Anggota	: Dr. Desy Kurniawati, M.Si	 _____
Anggota	: Ananda Putra, M.Si., Ph.D	 _____

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Pramadhani
NIM : 19036031
Tempat/Tanggal Lahir : Pekanbaru/10 November 2000
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : **Optimasi Metode Ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation (WPO)* untuk Identifikasi Mikroplastik Jenis *Polyamide (PA)***

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran didalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi in, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, 7 November 2023
Yang menyatakan



Pramadhani
NIM: 19036031

Optimasi Metode Ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) untuk Identifikasi Mikroplastik Jenis *Polyamide* (PA)

Pramadhani

ABSTRAK

Identifikasi Mikroplastik dapat dilakukan dengan metode ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) menggunakan Hidrogen Peroksida dan katalis Fe(II) sebagai bahan utamanya, banyaknya mikroplastik yang mencemari lingkungan perairan salah satunya mikroplastik Poliamida yang banyak digunakan di kehidupan sehari-hari. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dari suatu metode identifikasi mikroplastik yaitu metode ekstraksi dengan WPO. Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah poliamida berupa nilon 6,6 yang dibuat menjadi ukuran mikroplastik lalu dilakukan proses perendaman selama lebih dari sebulan dengan membiarkan pengotor organik menutupinya agar menyamakan dengan kondisi di lingkungan. Penentuan Kondisi optimum WPO yaitu Variasi Suhu pengovenan (70 oC, 80 oC, 90oC, 100oC dan 110 oC), Variasi Konsentrasi Katalis Fe(II) (0,025 M, 0,05 M, 0,075 M, 0,1 M, dan 0,125 M) dan Variasi Suhu pemanasan reaksi WPO (30oC, 45oC, 60oC, 75oC, dan 90oC). Pada Hasil Penelitian diperoleh Kondisi Optimum Suhu Pengovenan yaitu 90 oC dengan menghasilkan massa mikroplastik sebanyak 0,8989 gr, dan 0,1 M untuk katalis Fe(II) 1.1045 gr, dan suhu pemanasan 75 oC sebanyak 1,5473 gr. Karakterisasi menggunakan mikroskop mendapati bentuk serat poliamida nilon adalah fiber dan karakterisasi FTIR mendapati adanya puncak N-H yang berintensitas tinggi pada sampel rendaman, Serta banyaknya Pengotor-pengotor lainnya sesuai hasil XRF yang sudah dihilangkan pada sampel kondisi optimum yang sudah bersih dari pengotor-pengotornya.

Kata Kunci: Mikroplastik, Poliamida, Nilon 6,6, Ekstraksi, *Wet Peroxide Oxidation* (WPO), Katalis Fe(II), Hidrogen Peroxida.

Optimization of the Extraction Method with Wet Peroxide Oxidation (WPO) for Identification of Microplastic Types of Polyamide (PA)

Pramadhani

ABSTRACT

Identification of microplastics can be done using the extraction method with Wet Peroxide Oxidation (WPO) using Hydrogen Peroxide and Fe (II) catalyst as the main ingredients. Many microplastics pollute the aquatic environment, one of which is polyamide microplastics which are widely used in everyday life. This research aims to determine the optimum conditions for a microplastic identification method, namely the extraction method with WPO. In this study, the sample used was polyamide in the form of nylon 6.6 which was made into microplastic size and then soaked for more than a month by allowing organic impurities to cover it to match the conditions in the environment. Determination of the optimum conditions for WPO, namely variations in oven temperature (70°C, 80°C, 90°C, 100°C and 110°C), variations in Fe (II) catalyst concentration (0.025 M, 0.05 M, 0.075 M, 0.1 M, and 0.125 M) and variations in heating temperature for the WPO reaction (30°C, 45°C, 60°C, 75°C, and 90°C). In the research results, the optimum oven temperature condition was 90 °C, producing a microplastic mass of 0.8989 gr, and 0.1 M for the Fe catalyst (II) 1.1045 gr, and a heating temperature of 75 °C as much as 1.5473 gr. Characterization using a microscope found that the shape of the nylon polyamide fiber was fiber and FTIR characterization found that there was a high intensity N-H peak in the soaked sample, as well as the number of other impurities according to the XRF results. has been removed in the optimum condition sample which is clean from impurities.

Keywords: Microplastics, Polyamide, Nylon 6,6, Extraction, Wet Peroxide Oxidation (WPO), Fe (II) Catalyst, Hydrogen Peroxide.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya ucapkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga Penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul **”Optimasi Metode Ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) Identifikasi Mikroplastik Jenis *Polyamide* (PA) “**

Selesainya Penulisan Skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang sangat berarti dari berbagai pihak sehingga pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih yang tulus kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Indang Dewata, M.Si selaku pembimbing sekaligus penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya Skripsi ini.
2. Ibu Dr. Desy Kurniawati, S.Si., M.Si selaku dosen pembahas
3. Bapak Ananda Putra, S.Si., M.Si., Ph.D selaku dosen pembahas
4. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D selaku Kepala Departemen Kimia, dan Bapak Edi Nasra, S.Si., M.Si selaku Sekretaris Departemen Kimia FMIPA UNP
5. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia FMIPA UNP
6. Kedua Orang tua penulis yang telah memberikan semangat serta doa dan dorongan kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian

Penulis menyadari bahwa Skripsi ini ,masih jauh dari kesempurnaan.Untuk itu,Penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak.Atas masukan dan saran yang diberikn penulis ucapkan terimakasih.

Padang,20 Oktober 2023

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Identifikasi Masalah.....	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Rumusan Masalah.....	5
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Mikroplastik.....	7
B. Poliamida (PA).....	9
C. Metode Ekstraksi WPO (Wet Peroxide Oxidation).....	12
D. Mikroskopi.....	13
E. Fourier Transform Infrared (FT-IR).....	14

F. X-Ray Fluorescence (XRF).....	17
BAB III METODE PENELITIAN.....	20
A. Waktu dan Tempat Penelitian	20
B. Objek Penelitian.....	20
C. Variabel Penelitian.....	20
D. Alat dan Bahan.....	20
E. Prosedur Kerja Penelitian.....	21
1. Pembuatan Larutan.....	21
2. Preparasi PA (<i>Polyamide</i>)	22
3. Penentuan Kondisi Optimum Suhu Pengovenan.....	23
4. Penentuan Kondisi Optimum Katalis Fe (II).....	25
5. Penentuan Kondisi Optimum Suhu Pemanasan Reaksi WPO.	28
7. Karakterisasi senyawa PA dalam sampel menggunakan FTIR.....	30
8. Karakterisasi senyawa PA dalam sampel menggunakan XRF.....	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	32
A. Penentuan Kondisi Optimum Metode Ekstraksi Wet Peroxide Oxidation (WPO)	32
1. Kondisi Optimum Variasi Suhu Pengovenan.....	34
2. Kondisi Optimum Konsentrasi Katalis Fe(II)	36

3. Kondisi Optimum Suhu Pemanasan Reaksi	37
4. Uji Kondisi Optimum dengan Variasi Volume	39
B. Karakterisasi.....	40
1. Uji Mikroskop	40
2. Karakterisasi FT-IR.....	41
3. Karakterisasi XRF	44
BAB V PENUTUP.....	47
A. Kesimpulan	47
B. Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Mikroskop Cahaya	14
Gambar 2. Seperangkat Alat FT-IR	16
Gambar 3. Struktur dan Puncak Gugus Fungsi FT-IR	17
Gambar 4. Prinsip Kerja XRF	19
Gambar 5. Sampel Air Rendaman PA dan Mikroplastik Hasil Ekstraksi WPO	32
Gambar 6. Proses Reaksi WPO	33
Gambar 7. Proses Pemisahan Densitas	34
Gambar 8. Grafik Hasil Variasi Suhu Pengovenan	35
Gambar 9. Grafik Hasil Variasi Konsentrasi Katalis Fe (II)	37
Gambar 10. Grafik Hasil Variasi Suhu Pemanasan	38
Gambar 12. Hasil Uji Volume Berbeda	39
Gambar 13. Hasil Mikroskop Perbesaran 40x dan 100 x	40
Gambar 14. Hasil FTIR Sampel Nilon Murni Sebelum Perendaman	42
Gambar 15. Hasil FTIR Nilon Setelah Perendaman dan ada pengotor	42
Gambar 16. Hasil FT-IR Nilon Kondisi Optimum	43
Gambar 17. Hasil Split Garis FT-IR	44

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Jenis-jenis poliamida dan strukturnya.....	12
Tabel 2. Pembagian panjang gelombang pada radiasi inframerah.....	17
Tabel 3. Variasi suhu pengovenan sampel air PET.....	23
Tabel 4. Variasi Konsentrasi Katalis Fe(II)	26
Tabel 5. Variasi suhu pemanasan reaksi WPO	29
Tabel 6. Hasil Massa Mikroplastik dengan variasi Suhu Pengovenan	35
Tabel 7. Hasil Massa Mikroplastik dengan variasi Konsentrasi Fe(II).....	36
Tabel 8. Hasil Massa Mikroplastik dengan variasi Suhu Pemanasan.....	38
Tabel 9. Hasil Uji Kondisi Optimum dengan Variasi Volume	39
Tabel 10. Perbedaan Hasil FT-IR Sebelum , Sesudah direndam serta Setelah WPO.	43
Tabel 11. Perbandingan Hasil XRF Tiga sampel Mikroplastik PA	46

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Limbah Plastik merupakan sampah sintetis sulit terurai, sampah plastik yang dibuang ke lingkungan akan berakhir di lautan. Laju sampah plastik yang mencemari laut mencapai 60-80% dari total jumlah sampah di laut, partikel plastik membutuhkan waktu lama untuk terurai dan bertahan lama di lingkungan laut. Selama ini, jumlah limbah ini semakin meningkat dan terakumulasi di perairan. Sampah plastik akan terurai dalam kurun waktu yang lama menjadi mikroplastik (partikel plastik < 5 mm). Ukurannya yang sangat kecil memungkinkan mikroplastik tanpa sengaja tertelan oleh organisme laut. Organisme yang menumpuk mikroplastik dalam jumlah besar akan menyumbat proses pencernaan, menyebabkan gangguan pencernaan dan berujung pada kematian (Dewata, 2021).

Mikroplastik merupakan partikel kecil plastik, biasanya memiliki ukuran mulai dari 5 mm kebawah, ditemukan di berbagai matriks lingkungan (atmosfer, tanah, air tawar dan laut). Mikroplastik ditemukan di pantai dan di perairan dalam, air tawar dan sedimen laut di permukaan maupun di bawah permukaan (Li et al., 2021). Selama dekade terakhir, partikel-partikel mikroplastik di sistem laut dan air tawar menjadi masalah yang muncul. mikroplastik telah ditemukan di sebagian besar perairan besar (laut, laut, danau, dan sungai (Marine Debris Program, 2015).

Di Indonesia kini keberadaan mikroplastik sangat mencuri perhatian, berdasarkan penelitian (Jambeck et al., 2015) dalam publikasinya, menjelaskan bahwa Indonesia termasuk negara kedua yang menghasilkan limbah plastik terbesar

di dunia. Indonesia membuang limbah plastik sebanyak 0.48 sampai 1.9 juta ton tiap tahun.

Sebuah studi baru-baru ini menunjukkan bahwa Indonesia berada di urutan kedua sebagai penyumbang sampah plastik terbesar di dunia setelah China. Mikroplastik bahkan hadir di kawasan murni sedimen laut dalam Sumatera Barat pada kedalaman lebih dari 2000 meter (Asadi et al., 2019).

Keberadaan dan akumulasi mikroplastik di perairan cukup mengkhawatirkan karena berbagai alasan, terutama karena tertelan oleh organisme air. Mikroplastik dapat menyerap senyawa beracun dan bioakumulasi, termasuk polutan organik dan logam. Setelah tertelan, polutan yang terserap dapat diangkut ke organ masing-masing. Sejauh mana konsumsi menimbulkan risiko toksisitas tidak diketahui. Untuk lebih memahami efek mikroplastik, sebagian besar penelitian berfokus pada pengukuran kelimpahan mikroplastik di lingkungan perairan (Hidalgo-Ruz et al., 2013).

Cemaran Mikroplastik tidak hanya ada di sedimen dan biota saja, tetapi sampel perairan juga banyak mengandung mikroplastik menurut beberapa hasil penelitian. Dalam penelitian (Hidalgo-Ruz et al., 2013) dijelaskan bahwa dalam sedimen dan air dapat ditemukan pula mikroplastik berupa fragment, fiber, serta film.

Plastik PA (*Polyamide*) merupakan polimer yang tersusun dari monomer amida yang tergabung dengan ikatan peptida. Poliamida merupakan suatu serat (*Fiber*) yang dapat berupa serat alami (*Natural Fiber*) dan buatan (*Synthetic Fiber*). Bentuk poliamida alami yaitu protein, seperti wol dan sutera. Poliamida dapat dibuat secara pabrikasi melalui polimerisasi atau sintesis (fase padat). Contoh poliamida buatan

diantaranya nilon, aramid dan sodium poli(aspartat). Poliamida biasanya digunakan dalam industri tekstil, otomotif, karpet, alat tangkap perikanan dan pakaian olahraga karena memiliki sifat kuat dan daya tahan yang bagus (Parodi et al., 2018).

Penggunaan Poliamida dalam aplikasi plastik sudah ada sejak komersialisasi awal polimer ini. Aplikasi pertama poliamida diperkenalkan oleh DuPont pada tahun 1938 dari nilon-6.6 untuk serat sikat gigi. Meskipun aplikasi serat dengan cepat menang, penggunaan poliamida sebagai plastik terus berkembang sejak tahun 1950-an dan diperkirakan mencapai lebih dari 25% dari total penggunaan poliamida pada tahun 2000, setara dengan 165 juta ton per tahun. Permintaan pada tahun 2003 adalah 1,7 106 ton. Poliamida adalah yang pertama dan masih merupakan plastik rekayasa terbesar dan terpenting. Kombinasi sifat mekanik dan termal memungkinkannya digunakan untuk penggunaan akhir yang sangat spesifik (Palmer & Updated by Staff., 2005).

Penelitian sebelumnya yang mengidentifikasi Poliamida sudah dilakukan, tetapi menggunakan metode titrimetri oksidasi basah asam kromik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa karbon organik Poliamida dapat ditentukan secara akurat dengan oksidasi dikromat Poliamida yang lengkap dengan meningkatkan suhu menjadi 135~140C, masih banyaknya material organik yang mengganggu dalam identifikasi mikroplastik poliamida, sehingga diharapkan adanya alternatif pada penelitian selanjutnya (Fan et al., 2022).

Penelitian mengenai analisis keberadaan mikroplastik telah banyak dilakukan, dengan berbagai macam metoda. Metoda tersebut antara lain glikolisis, hidrolisis, alkoholisis, dan aminolisis. Setiap Metoda memiliki kekurangan dan

kelebihan, yaitu menggunakan bahan yang lebih berbahaya, mahal, dan peralatan yang digunakan cukup banyak (Dewata, 2021).

Metoda Ekstraksi dengan Digesting WPO menurut (Marine Debris Program, 2015) adalah metode sederhana yang dapat dilakukan dan kuat analisisnya tanpa memerlukan peralatan yang luas, dan untuk menjelaskan metode yang dapat dengan mudah diadopsi oleh kelompok orang di seluruh dunia, metode ini dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi mikroplastik menggunakan berbagai metrik, termasuk per potong, per massa, atau per volume. Mempertimbangkan metrik penting untuk membandingkan hasil dengan peneliti lain dengan kondisi optimum jenis plastik yang berbeda dan terspesifik.

Berdasarkan uraian diatas maka penulis melakukan penelitian dengan judul” **Optimasi Metode Ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) untuk Identifikasi Mikroplastik Jenis *Polyamide* (PA) “**

B. Identifikasi Masalah

1. Penggunaan plastik yang berlebihan dapat menimbulkan bahaya bagi Lingkungan.
2. Plastik sangat sukar di dekomposisi secara alami sehingga limbah plastik akan menumpuk.
3. Ukurang Mikroplastik yang sangat kecil sehingga memungkinkan untuk masuk ke tubuh dan menimbulkan penyakit.

C. Batasan Masalah

1. Kondisi Optimum yang akan diuji pada penelitian ini adalah Suhu Oven, Konsentrasi Katalis, dan Suhu Pemanasan.

2. Identifikasi Bentuk Partikel Mikroplastik Jenis PA (Poliamida) dengan mikroskop.
3. Analisa Gugus Fungsi dan Komponen unsur Mikroplastik PA dilakukan menggunakan instrumen, Mikroskop Stereo, *Fourier Transform-Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan *X-Ray Fluorecence* (XRF).

D. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi Suhu Oven, Konsentrasi Katalis, dan Suhu Pemanasan terhadap mikroplastik jenis PA yang teridentifikasi dengan perlakuan WPO?
2. Bagaimana bentuk Mikroplastik PA (*Polyamide*)?
3. Bagaimana Gugus fungsi, komposisi unsur dan bentuk Mikroplastik PA yang dianalisis menggunakan Mikroskop, FTIR dan XRF?

E. Tujuan Penelitian

- a. Mendapatkan Kondisi Optimum Suhu Oven, Konsentrasi Katalis, dan Suhu Pemanasan pada identifikasi mikroplastik PA dengan metode WPO.
- b. Mengetahui bentuk mikroplastik PA (*Polyamide*) dengan Mikroskop.
- c. Mengetahui Gugus fungsi dan komposisi unsur Mikroplastik PA yang dianalisis menggunakan mikroskop, FTIR dan XRF.

F. Manfaat Penelitian

1. Bagi masyarakat diharapkan dapat digunakan sebagai salah satu informasi tentang dampak pencemaran mikroplastik di lingkungan dan sumber informasi dalam memilih makanan yang tercemar limbah mikroplastik, serta

diperolehnya suatu Metode Identifikasi Mikroplastik yang tersebar di Lingkungan.

2. Diharapkan dapat digunakan sebagai bahan pertimbangan untuk penelitian lanjutan mengenai penanganan mikroplastik.
3. Diharapkan dapat menjadi acuan bagi penetapan kebijakan tentang masalah lingkungan.