

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

Pramadhani<sup>1</sup>, Indang Dewata<sup>2</sup>

<sup>1,2,3</sup>Program Studi Kimia, Universitas Negeri Padang  
e-mail: [agispramadhani@gmail.com](mailto:agispramadhani@gmail.com)<sup>1</sup>, [indangdewata@fmipa.unp.ac.id](mailto:indangdewata@fmipa.unp.ac.id)<sup>2</sup>

### Abstrak

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, Ekstrasi, Wet Peroxide Oxidation (WPO), Katalis Fe(II),Hidrogen Peroxida.*

### Abstract

This study aims to determine the optimum conditions of a microplastic identification method, namely the extraction method with WPO. In this study, the sample used is polyamide in the form of nylon 6.6 which is made into microplastic size and then immersed for more than a month by letting organic impurities cover it to equalize with conditions in the environment. Determination of the optimum conditions of WPO is the variation of oven temperature (70 oC, 80 oC, 90 oC, 100 oC and 110 oC), variation of Fe(II) catalyst concentration (0.025 M, 0.05 M, 0.075 M, 0.1 M, and 0.125 M) and variation of WPO reaction heating temperature (30oC, 45oC, 60oC, 75oC, and 90oC). In the results of the study, the Optimum Condition of the Oven Temperature was obtained, namely 90 oC by producing a mass of microplastics as much as 0.8989 gr,

and 0.1 M for Fe (II) catalyst 1.1045 gr, and 75 oC heating temperature as much as 1.5473 gr. Characterization using a microscope found the shape of nylon polyamide fibers is fiber and FTIR characterization found the presence of high-intensity N-H peaks in the bath sample, as well as many other impurities according to the XRF results that have 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.*

## PENDAHULUAN

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 sendimen 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 sutra. Poliamida dapat dibuat secara pabrikan 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) ".

## METODE

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anlitik, Departemen Kimia dan Laboratorium Botani Departemen Biologi, dari bulan Juni-Agustus 2023. Objek penelitian menggunakan Plastik jenis PA (*Polyamide*) yaitu nilon sebagai objek untuk penentuan kondisi optimum Identifikasi plastik jenis PA(*Polyamide*) menggunakan metode WPO. Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah poliamida berupa nilon 6,6 yang dibuat menjadi ukuran mikroplastik lalu di lakukan proses perendaman selama lebih dari sebulan dengan membiarkan pengotor organik menutupinya agar menyamakan dengan kondisi di lingkungan. Prosedur kerja dalam penelitian ini terdiri dari delapan tahapan. Pertama, pembuatan Larutan. Kedua, Preparasi PA (*Polyamide*). *Ketiga*, Penentuan Kondisi Optimum Suhu Pengovenan. Keempat, Penentuan Kondisi Optimum Katalis Fe (II). Kelima, Penentuan Kondisi Optimum Suhu Pemanasan Reaksi WPO. Keenam, Pengujian Kondisi Optimum Pada sampel PA. Ketujuh, Karakterisasi senyawa PA dalam sampel menggunakan FTIR. Kedelapan, Karakterisasi senyawa PA dalam sampel menggunakan XRF.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Kondisi Optimum Variasi Suhu Pengovenan

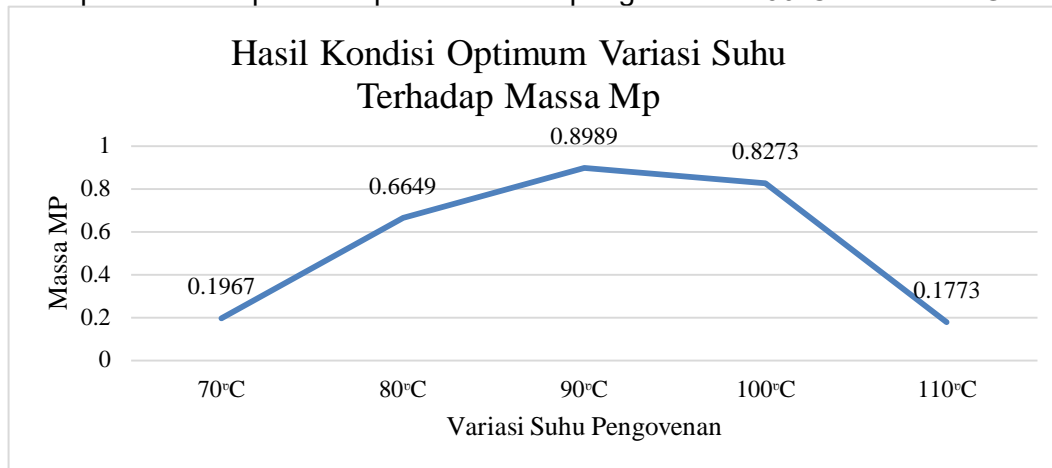
Suhu pengovenan sangat mempengaruhi hasil massa padatan total dari mikroplastik yang telah disaring, dimana suhu pengovenan berpengaruh terhadap penghilangan kadar air pada padatan sehingga memudahkan dalam proses identifikasi nantinya (Shim et al., 2017). Variasi Suhu Pengovenan dilakukan selama 24 jam sebagai kontrol untuk menentukan kondisi optimum suhu Pengovenan karna 24 jam merupakan waktu terbaik untuk melakukan proses WPO (Marine Debris Program, 2015).

Massa mikrolastik Poliamida (PA) yang didapatkan pada variasi suhu Pengovenan dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1 . Hasil Massa Mikroplastik dengan variasi Suhu Pengovenan**

No.	Volume Sampel PA (ml)	Suhu Oven (°C)	Massa Mikroplastik (gram)
1	250	70	0.1967
2	250	80	0.6649
3	250	90	0.8989
4	250	100	0.8273
5	250	110	0.1773

Setelah dibuatkan grafik analisisnya, maka dapat dilihat hasil terbanyak dari mikroplastik didapatkan pada suhu pengovenan 90°C sesuai Gambar 1.



**Gambar 1. Grafik Hasil Variasi Suhu Pengovenan**

Dari hasil grafik diketahui bahwa suhu optimum pengovenan sampel untuk mendapatkan mikroplastik PA adalah pada suhu 90°C, adanya kenaikan massa mikroplastik pada suhu 90°C dan terjadi penurunan pada suhu 100°C serta 110°C. Penurunan hasil massa mikroplastik ini disebabkan mikroplastik yang terkena panas berlebih selama 24 jam ikut rusak sehingga tidak dapat teridentifikasi lagi setelah di lakukan proses WPO (Munno et al., 2018).

## 2. Kondisi Optimum Konsentrasi Katalis Fe(II)

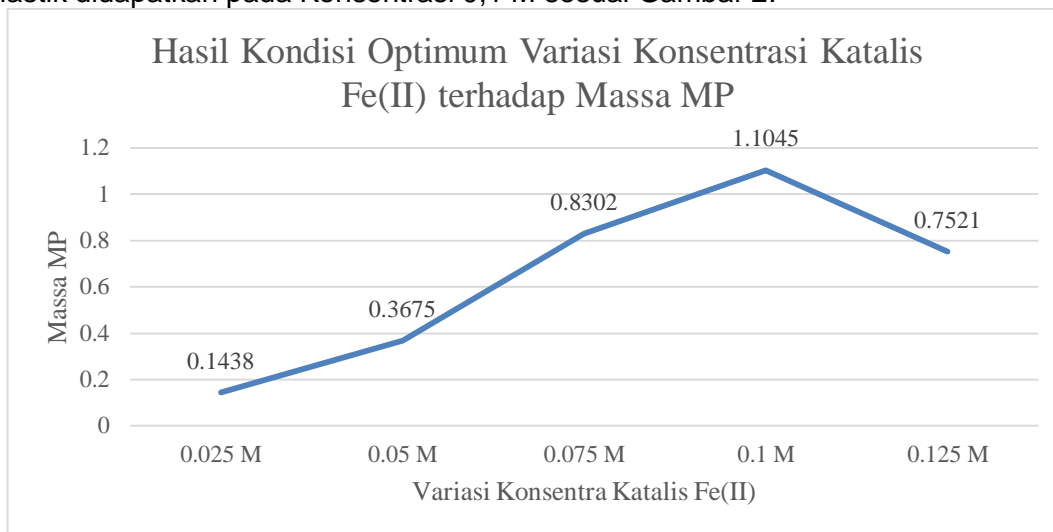
Pada Proses digesting menggunakan WPO, diperlukan adanya katalis untuk mempercepat reaksi hidrogen peroksida dalam menghancurkan pengotor-pengotor organik, peranan katalis Fe(II) adalah sebagai pengaktif Hidrogen Peroksida yang nantinya akan membantu memproduksi senyawa CO radikal yang dapat menghancurkan zat-zat pengotor organik yang ada pada mikroplastik. Variasi Konsentrasi Fe(II) dilakukan dengan menggunakan kondisi optimum suhu pengovenan dan kontrol volume sebanyak 20ml dikarenakan volume Hidrogen Peroksida yang dipakai 20 ml dimana perbandingan volume terbaik antara Katalis Fe(II) dengan Hidrogen Peroksida adalah 1:1 (Zobkov et al., 2020). Massa mikrolastik Poliamida (PA) yang didapatkan pada variasi Konsentrasi Katalis Fe(II) dapat dilihat pada Tabel 7.

**Tabel 2. Hasil Massa Mikroplastik dengan variasi Konsentrasi Fe(II)**

No.	Volume Sampel PA (ml)	Konsentrasi Fe (II)(M)	Massa Mikroplastik (gram)
1	250	0.025	0.1438
2	250	0.05	0.3675
3	250	0.075	0.8302
4	250	0.1	1.4045

5	250	0.125	0.7521
---	-----	-------	--------

Setelah dibuatkan grafik analisisnya, maka dapat dilihat hasil terbanyak dari mikroplastik didapatkan pada Konsentrasi 0,1 M sesuai Gambar 2.



**Gambar 2 .Grafik Hasil Variasi Konsentrasi Katalis Fe (II)**

Dari hasil grafik diketahui bahwa Konsentrasi Katalis Fe (II) dalam reaksi WPO untuk Identifikasi mikroplastik PA adalah pada konsentrasi 0,1 M, ditandai dengan adanya kenaikan massa mikroplastik yang teridentifikasi pada Konsentrasi 0,1 M dan terjadi penurunan yang drastis pada Konsentrasi lebih besar dari itu. Penurunan hasil massa mikroplastik ini disebabkan sudah terlalu berlebihnya jumlah Fe (II) yang ada didalam campuran WPO sehingga menjadikan mikroplastik terkotori oleh Fe (II) dan ikut mengendap saat pemisahan densitas oleh NaCl (Munno et al., 2018).

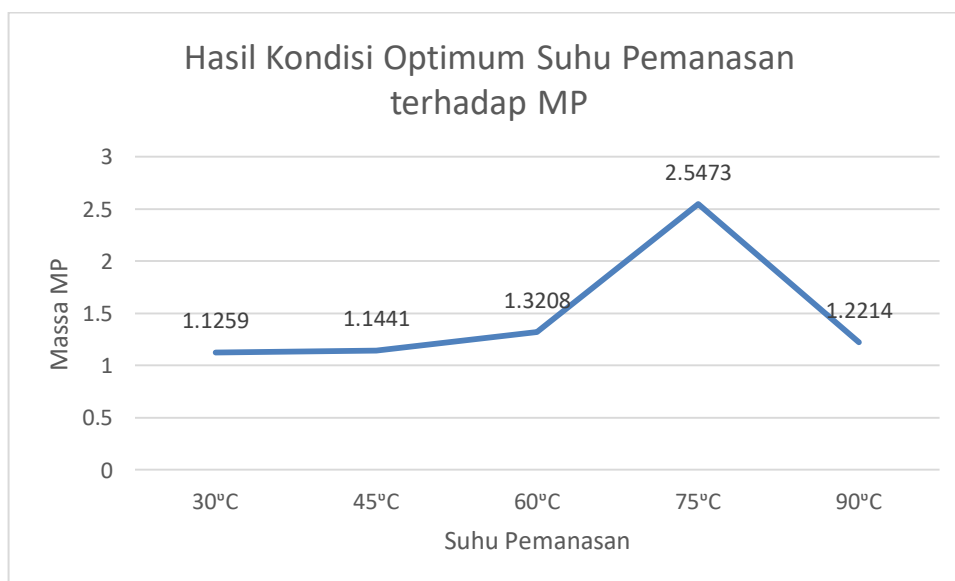
### **3. Kondisi Optimum Suhu Pemanasan Reaksi**

Proses Reaksi WPO Setelah dibiarkan bereaksi dengan sendirinya akan dilakukan pemanasan yang bertujuan untuk memastikan dan membantu CO radikal untuk menghancurkan pengotor organik dari plastik yang masih tersisa setelah reaksi spontannya sendiri, dengan adanya panas maka akan menambah percepatan reaksi yang terjadi pada campuran WPO. Massa mikrolastik Poliamida (PA) yang didapatkan pada variasi Suhu Pemanasan dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3 . Hasil Massa Mikroplastik dengan variasi Suhu Pemanasan**

No.	Volume Sampel PA (ml)	Suhu Pemanasan (°C)	Massa Mikroplastik (gram)
1	250	30	1.1259
2	250	45	1.1441
3	250	60	1.3208
4	250	75	2.5473
5	250	90	1.2214

Setelah dibuatkan grafik analisisnya, maka dapat dilihat hasil terbanyak dari mikroplastik didapatkan pada Suhu 75°C sesuai Gambar 6.



**Gambar 3 Grafik Hasil Variasi Suhu Pemanasan**

Dari hasil grafik diketahui bahwa dalam reaksi WPO untuk Identifikasi mikroplastik PA kondisi optimum suhu pemanasan reaksi adalah pada suhu 75°C ditandai dengan adanya kenaikan massa mikroplastik yang teridentifikasi pada Suhu tersebut dan terjadi penurunan yang drastis pada suhu yang lebih besar. Penurunan hasil massa mikroplastik ini disebabkan oleh terlalu tingginya suhu pemanasan pada campuran WPO yang menyebabkan mikroplastik rusak dan terurai sehingga tidak dapat teridentifikasi lagi serta ikut mengendap bersama pengotor-pengotor lainnya saat dilakukan pemisahan densitas (Pfohl et al., 2021).

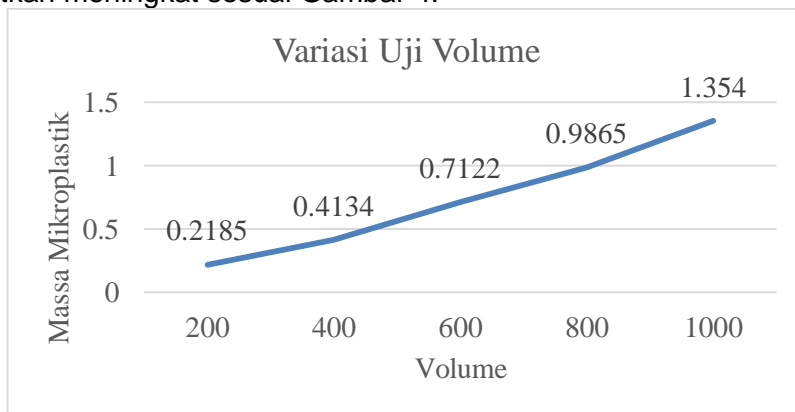
#### 4. Uji Kondisi Optimum dengan Variasi Volume

Uji menggunakan Variasi Volume berbeda bertujuan untuk memastikan berbanding lurusnya banyak sampel yang diambil dengan banyak mikroplastik yang didapatkan sekaligus menguji kondisi optimum yang sudah diperoleh. Massa mikroplastik Poliamida (PA) yang didapatkan pada variasi Volume Pemanasan dapat dilihat pada Tabel 4.

**Tabel 4. Hasil Uji Kondisi Optimum dengan Variasi Volume**

No.	Volume Sampel PA (ml)	Suhu Pengovenan (°C)	Konsentrasi Katalis Fe (II) (M)	Suhu Pemanasan (°C)	Massa Mikroplastik (gram)
1	200	90	0.1	75	0.2185
2	400	90	0.1	75	0.4134
3	600	90	0.1	75	0.7122
4	800	90	0.1	75	0.9865
5	1000	90	0.1	75	1.3540

Setelah dibuatkan grafik analisisnya, maka dapat dilihat hasil massa mikroplastik yang didapatkan meningkat sesuai Gambar 4.



**Gambar 4 .Hasil Uji Volume Berbeda**

Dari Grafik dapat dilihat Massa Mikroplastik yang didapatkan meningkat seiring banyaknya sampel yang diambil, hal ini mengungkapkan bahwa kondisi optimum yang diperoleh sudah bisa dikatakan optimum dikarenakan dapat banyak mengidentifikasi mikroplastik yang ada dalam sampel air.

#### SIMPULAN

Berdasarkan 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.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Asadi, M. A., Ritonga, Y. A. P., Yona, D., & Hertika, A. M. S. (2019). *Vertical distribution of microplastics in coastal sediments of bama resort, baluran national Park, Indonesia*. *Nature Environment and Pollution Technology*, 18(4), 1169–1176.
- Dewata, I. dan W. (2021). *Penentuan Limbah Mikroplastik Polyethylene Terephthalate Dengan Metode Glikolisis Dalam Air Laut di Kota Padang*. *Chemistry Journal*, 10.
- Fan, C., Huang, Y. Z., Lin, J. N., & Li, J. (2022). *Microplastic quantification of nylon and polyethylene terephth*
- Hidalgo-Ruz, V., Gutow, L., Thompson, R. C., & Thiel, M. (2012). *Microplastics in the marine environment: A review of the methods used for identification and quantification*. *Environmental Science and Technology*, 46(6), 3060–3075.
- Jambeck, J. R., Geyer, R., Wilcox, C., & Siegler, T. R. (2015). *debris causes fragmentation into particles that*. 380(5), 10–14.
- Li, Y., Zhang, Y., Chen, G., Xu, K., Gong, H., Huang, K., Yan, M., & Wang, J. (2021). *Microplastics in surface waters and sediments from Guangdong coastal areas, South China*. *Sustainability (Switzerland)*, 13(5).
- Marine Debris Program, N. (2015a). *Laboratory Methods for the Analysis of Microplastics in the Marine Environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments*. July.
- Palmer, R. J, &, & Updated by Staff. (2005). *Polyamides, Plastics*. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*.
- Parodi, E., Peters, G. W. M., & Govaert, L. E. (2018). *Structure-properties relations for Polyamide 6, Part 1: Influence of the thermal history during compression moulding on deformation and failure kinetics*. *Polymers*, 10(7).