

Optimasi Suhu Pemanasan Pada Metode Ekstraksi Dengan Wet Peroxide Oxidation (WPO) Untuk Identifikasi Mikroplastik Jenis Polyethylene Terephthalate (PET)

Putri Yulia¹, Indang Dewata²

^{1,2}Program Studi Kimia, Universitas Negeri Padang
e-mail: ptrylaaa@gmail.com¹, indangdewata@fmipa.unp.ac.id²

Abstrak

Mikroplastik merupakan sampah plastik yang mempunyai ukuran yang sangat kecil (<5 mm), dengan ukuran sekecil itu mikroplastik tersebar luas di lingkungan dan sangat berbahaya bagi makhluk hidup. Salah satu jenis mikroplastik yang paling umum adalah mikroplastik PET. PET merupakan plastik yang banyak digunakan dalam bahan kemasan makanan dan minuman, pembuatan serat poliester, film fotografi, serta kaset audio dan video. Penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan metode pemisahan mikroplastik PET dari air dengan memvariasikan suhu pemanasan 30°C, 45°C, 60°C, 75°C, 90°C pada metode ekstraksi dengan WPO. Identifikasi jenis polimer mikroplastik menggunakan Fourier Transform Inframerah Spektroskopi (FTIR). Hasil pemisahan mikroplastik PET menggunakan metode ini optimal pada suhu pemanasan 75°C. Hasil identifikasi menggunakan FTIR, gugus fungsi mikroplastik PET ditunjukkan dengan adanya gugus ester sebagai gugus utama pada serapan 1712 cm⁻¹, 1243 cm⁻¹, 1094 cm⁻¹.

Kata kunci: *Ekstraksi, WPO, Mikroplastik, PET, FTIR*

Abstract

Microplastics are plastic waste that have a very small size (< 5 mm), with such a small size microplastics are widely distributed in the environment and are very dangerous for living things. One of the most common types of microplastics is microplastics PET. PET is a plastic that is widely used in food and beverage packaging materials, making polyester fiber, photographic film, and audio and video cassettes. Microplastics PET are produced from the degradation process that occurs when PET plastic waste is in the water environment. This research aims to improve the method for separating PET microplastics from water by varying the heating temperature of 30°C, 45°C, 60°C, 75°C, 90°C in the extraction method with WPO. Identify the type of microplastic polymer using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The results of separating PET microplastics using this method are optimal at a heating temperature of 75°C. The results of identification using FTIR, the functional groups of PET

microplastics are shown by the presence of ester groups as the main groups at absorptions of 1712 cm^{-1} , 1243 cm^{-1} , 1094 cm^{-1} . (Sekretariat Kabinet Republik Indonesia, 2019)

Keywords : *Extraction, WPO, Microplastics, PET, FTIR*

PENDAHULUAN

Indonesia pernah dinobatkan sebagai kontributor pencemaran plastik di lautan terbesar kedua di dunia. Pemerintah telah menerbitkan Peraturan Presiden No. 83 Tahun 2018 tentang Penanganan Sampah Laut dengan tujuan untuk dapat mengurangi 70% sampah plastik di laut pada tahun 2025 (Sekretariat Kabinet Republik Indonesia, 2019). Beragam upaya mulai dilaksanakan Pemerintah Indonesia untuk melaksanakan penanganan sampah yang ada di laut termasuk sampah plastik.

Sampah plastik yang dihasilkan oleh aktivitas manusia pada akhirnya akan masuk ke wilayah perairan, terutama laut. Sampah plastik dapat ditemukan dalam fraksi ukuran yang berbeda. Mikroplastik merupakan sampah plastik yang mempunyai ukuran $<5\text{ mm}$ yang umumnya berasal dari degradasi atau pecahan plastik yang besar. Puing puing plastik besar yang terurai dapat berubah menjadi mikroplastik yang lebih kecil melalui proses degradasi di lingkungan laut. Sampah plastik berukuran besar terdegradasi menjadi ukuran kecil hingga ukuran mikroskopis melalui abrasi mekanis, radiasi UV, dan proses biologis. Plastik ketika terkena sinar matahari dan gelombang air laut akan mudah terdegradasi membentuk mikroplastik. Mikroplastik terbagi menjadi dua jenis yaitu mikroplastik primer dan mikroplastik sekunder. Mikroplastik primer merupakan partikel plastik yang sengaja diproduksi seperti untuk kebutuhan kosmetik atau serat pakaian sintesis, sedangkan mikroplastik sekunder merupakan hasil fragmentasi atau perubahan menjadi ukuran lebih kecil secara fisik tetapi molekulnya tetap sama berupa polimer (Azizah *et al.*, 2020).

Ada beberapa jenis polimer mikroplastik, salah satunya jenis *Polyethylene Terephthalate* (PET) yang paling umum dan banyak digunakan sebagai kemasan makanan dan minuman perbotolan, pembuatan serat poliester, film fotografi, serta kaset audio dan video (Imran *et al.*, 2010).

Mikroplastik adalah kontaminan yang tersebar luas dan hampir ada di semua lingkungan. Ukuran mikroplastik yang sangat kecil dan jumlahnya yang melimpah membuat mikroplastik menjadi polutan yang paling banyak ditemukan di perairan dan menyebabkan dampak buruk bagi pada ekosistem perairan bahkan juga manusia. Akumulasi mikroplastik dapat menimbulkan berbagai gangguan kesehatan seperti keracunan dan kanker. Mikroplastik mengandung berbagai zat aditif yang berbahaya bagi kesehatan karena plastik dapat menyerap bahan kimia berbahaya yang terlarut dalam air seperti *polychlorinated biphenyls* (PCBs), *polybrominated diphenyl ethers* (PBDEs) dan senyawa lainnya yang bersifat karsinogenik (Lusher *et al.*, 2017).

Mikroplastik yang cukup sulit terlihat dengan mata telanjang merupakan permasalahan global saat ini. Metode yang paling umum digunakan untuk mengidentifikasi mikroplastik adalah metode ekstraksi, karena secara konseptual lebih

murah dan sederhana. Oleh karena itu untuk mengidentifikasi mikroplastik jenis PET mengikuti metode yang telah dilakukan oleh Masura *et al* (2015) menggunakan metode ekstraksi dengan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) (Masura *et al.*, 2015).

Wet Peroxide Oxidation (WPO) merupakan proses digesting paling bagus dan banyak digunakan untuk mendegradasi kontaminan organik atau anorganik pada mikroplastik, dimana menggunakan campuran larutan hidrogen peroksida (H_2O_2) dan larutan Fe^{2+} atau disebut reagen fenton (Lesa *et al.*, 2021).

Pada penelitian ini akan dilakukan pengoptimasian suhu pemanasan pada proses WPO untuk mikroplastik jenis PET. Objek penentuan kondisi optimum menggunakan mikroplastik yang dibuat dari polimer sintetik standar dan bukan mikroplastik dari lingkungan (Jarosz *et al.*, 2022).

METODE

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Penelitian, Laboratorium Instrumen Departemen Kimia dan Laboratorium Botani Departemen Biologi, dari bulan Juni-Agustus 2023. Objek penelitian menggunakan plastik jenis *Polyethylene Terephthalate* (PET) sebagai objek penentuan kondisi optimum suhu pemanasan pada metode ekstraksi dengan WPO untuk identifikasi mikroplastik jenis PET. Pada penelitian ini sampel yang digunakan yaitu limbah botol plastik kemasan air mineral yang di preparasi menjadi mikroplastik jenis PET, lalu dilakukan proses perendaman lebih kurang 3 bulan di lingkungan terbuka untuk menyerupai kondisi mikroplastik yang dipreparasi dengan mikroplastik yang berada di lingkungan. Prosedur kerja dalam penelitian ini terdiri beberapa tahap yaitu, pembuatan larutan, preparasi mikroplastik PET, penentuan kondisi optimum suhu pemanasan, karakterisasi mikroplastik PET menggunakan FTIR dan XRF.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Preparasi Mikroplastik PET

Pada studi mikroplastik, para peneliti melakukan simulasi proses degradasi plastik untuk dapat diteliti lebih lanjut, proses ini disebut weathering. Proses ini untuk mempreparasi sampel yang semula berukuran besar (makroplastik) menjadi berukuran lebih kecil (mikroplastik) sehingga menyerupai ukuran yang ditemui pada sampel yang ada di lingkungan untuk penelitian lanjutan (Reza *et al.*, 2020).

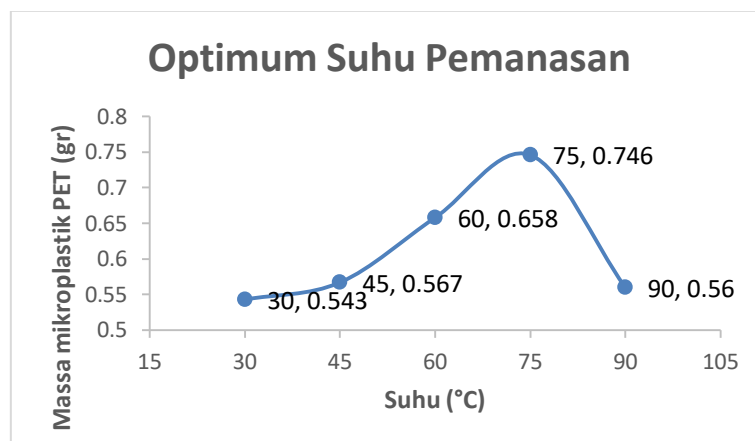
Pada penelitian ini mikroplastik jenis PET dibuat dari polimer sintetik yang berasal dari botol plastik air mineral. Polimer ini dipilih dari jenis yang paling populer dan banyak digunakan untuk pengemasan dan produksi bahan konstruksi (Plastic Europe 2020) serta yang paling sering diidentifikasi dalam sampel lingkungan (Jarosz *et al.*, 2022). Setelah dilakukan proses weathering didapatkan partikel mikroplastik jenis PET.

Partikel mikroplastik jenis PET kemudian dilakukan proses perendaman ke dalam air di lingkungan terbuka agar terkena sinar matahari, hujan dan lainnya untuk membuat kondisi mikroplastik lebih mirip dengan mikroplastik yang berasal dari lingkungan. Proses perendaman ini dilakukan lebih kurang selama 3 bulan. Proses pencampuran mikroplastik dengan air saja tidak cukup, karena situasinya masih tidak

sama dengan mikroplastik yang ada di lingkungan, dimana sifat fisiokimia berpotensi berubah (Jarosz *et al.*, 2022). Sehingga untuk membuat situasi mikroplastik lebih mirip dengan mikroplastik yang berada di lingkungan, mikroplastik didalam air harus memenuhi kriteria tertentu, yaitu memiliki waktu paruh setidaknya dua bulan di lingkungan perairan. Dalam proses perendaman memerlukan air sebagai mediana. Difusi air ke dalam matriks polimer dapat terjadi karena terjadinya penambahan molekul air ke polimer (hidrolisis) (Crawford & Quinn, 2017). Fragmentasi plastik di terjadi karena mekanisme yang berbeda baik secara individu atau bersama-sama, seperti fotodegradasi dan hidrolisis (Enfrin *et al.*, 2019).

2. Penentuan Kondisi Optimum Suhu Pemanasan

Variasi suhu pemanasan dilakukan untuk menentukan suhu optimum yang dibutuhkan pada saat proses pemanasan WPO untuk mendegradasi kontaminan organik atau anorganik dengan baik tanpa merusak polimer mikroplastik. Pada penelitian ini dilakukan variasi suhu pemanasan mulai dari suhu 30°C, 45°C, 60°C, 75°C, dan 90°C. Berikut grafik pengaruh suhu pemanasan pada saat proses WPO :



Gambar 1. Grafik Pengaruh Suhu Pemanasan

Massa mikroplastik PET yang didapatkan terhadap pengaruh variasi suhu pemanasan dapat dilihat pada table 1.

Tabel 1. Hasil Pengaruh Suhu Pemanasan

Sampel mikroplastik PET	Suhu (°C)	Massa (gr)
250 mL	30	0,543
	45	0,567
	60	0,658
	75	0,746
	90	0,56

Kondisi optimum didapatkan dari massa tertinggi yang diperoleh dari proses ekstraksi mikroplastik PET dengan WPO, dilakukan perhitungan massa mikroplastik PET yang dihasilkan dengan rumus :

$$W_{total} = W_2 - W_1$$

dimana,

W_1 : massa kertas saring kosong

W_2 : massa kertas saring yang berisi partikel mikroplastik

W_{total} : total massa partikel mikroplastik PET

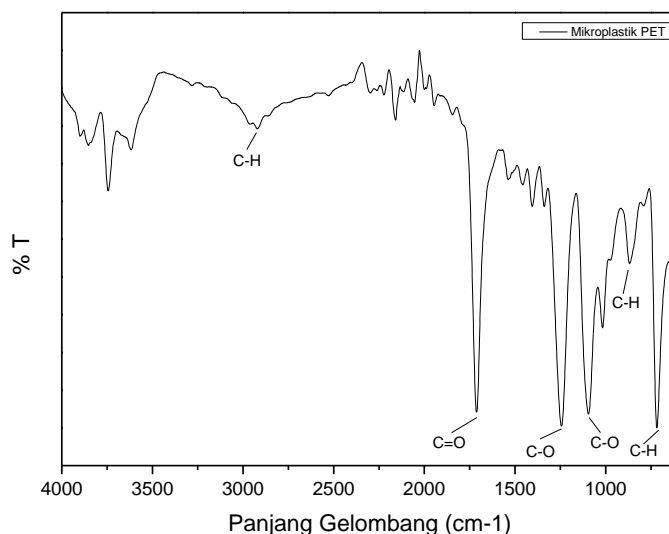
Berdasarkan grafik diatas dapat dilihat bahwa kapasitas jumlah partikel mikroplastik PET meningkat hingga mencapai titik optimumnya pada suhu 75°C dengan menghasilkan partikel mikroplastik PET paling banyak dengan massa 0,746 gram. Memisahkan PET secara efisien bisa diperoleh dengan mengontrol suhu dalam prosedurnya, karena pemanasan dapat mempengaruhi reaksi inisiasi dalam pembentukan radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) dan mempengaruhi reaksi dekomposisi H_2O_2 . Percobaan ini disimpulkan bahwa semakin tinggi temperatur, maka akan semakin cepat terjadinya degradasi kontaminan, karena dengan adanya kenaikan suhu maka dapat mempercepat reaksi dan efisiensi oksidasi naik dengan naiknya temperatur (Agustina & Amir, 2012).

Percepatan proses pada WPO dapat dilakukan dengan menaikkan suhu sehingga terbentuknya $\cdot\text{OH}$ dari H_2O_2 dan meningkatkan reaktivitas radikal ini terhadap kontaminan yang ada pada mikroplastik (Urbina suarez *et al.*, 2021). Pada suhu 90°C terjadi penurunan, hal ini dapat disebabkan karena larutan ini dapat mendidih hebat jika dipanaskan lebih dari suhu 75°C sehingga dapat merusak polimer mikroplastik (Masura *et al.*, 2015).

3. Uji FTIR

FTIR dapat menghasilkan identifikasi positif (analisis kualitatif) dari setiap jenis material (Dutta, 2017). Teknik ini sangat cocok untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam sebuah molekul mikroplastik. FTIR sangat akurat dalam mengidentifikasi jenis plastik yang ada dengan menghasilkan spektrum inframerah (IR) yang sangat spesifik yang mengandung pola pita yang berbeda (Crawford & Quinn, 2017). Polimer berbasis karbon mudah diidentifikasi dengan instrumen ini dan komposisi ikatan berbeda menghasilkan spektrum unik yang membedakan plastik lainnya (Shim *et al.*, 2017).

Identifikasi jenis polimer mikroplastik dapat menggunakan FTIR metode ATR (Seftianingrum *et al.*, 2023). Hasil karakterisasi didapatkan dengan menganalisis pergeseran panjang gelombang dari mikroplastik hasil dari kondisi optimum dengan rentang 4000-400 cm^{-1} dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



Gambar 2. Hasil uji FTIR

Tabel 2. Uji FTIR Mikroplastik PET

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)					
C-H alkana	C=O karbonil	C-O karboksilat		C-H aromatik	
2920,80	1712,16	1243,73	1094,80	868,29	717,50

Dari spektrum FTIR diatas terlihat jelas puncak serapan beberapa panjang gelombang yang merupakan khas polimer PET. Polimer PET ditunjukkan dengan adanya kelompok ester sebagai gugus utama. Diantaranya terdapat gugus karbonil C=O asam karboksilat pada bilangan gelombang 1712 cm⁻¹. Ikatan C-O pada gugus karboksilat ditunjukkan pada bilangan gelombang 1243 cm⁻¹ dan 1094 cm⁻¹. Kemudian ikatan C-H aromatik ditunjukkan pada bilangan gelombang 868 cm⁻¹ dan 717 cm⁻¹ (loakeimidis *et al.*, 2016). PET juga mempunyai ciri khas dengan sinyal intensitas sangat lemah yang terlihat pada wilayah spektrum 2920 cm⁻¹ yang mempresentasikan ikatan C-H (Crawford & Quinn, 2017).

Spektrum PET diatas menunjukkan kemiripan dengan spektrum PET yang dilaporkan loakeimidis *et al.*, 2016, hal ini menunjukkan bahwa modifikasi atau variasi tidak mempengaruhi puncak serapan pada PET, sehingga menunjukkan penambahan WPO terbukti tidak akan mengubah struktur asli dari PET (Trimastiya *et al.*, 2019). Spektrum yang telah dijelaskan demikian dapat dibuktikan sampel yang dipreparasi dari limbah kemasan botol air mineral merupakan mikroplastik jenis PET.

4. Uji XRF

Karakterisasi unsur dalam mikroplastik PET menggunakan XRF ini merupakan penelitian awal yang dapat memberikan informasi tentang jenis-jenis unsur material yang terdapat pada mikroplastik PET dengan mengetahui kandungan baik kandungan unsur maupun oksidanya. Analisa mikroplastik PET menggunakan XRF diperoleh hasil berupa persentase unsur penyusun masing-masing yang dilihat pada tabel dibawah ini.

Tabel 3. Uji XRF Mikroplastik PET

Mikroplastik PET	
Unsur	Konsentrasi (%)
Al	28,268
Si	13,514
P	22,586
Cl	0,346
Ca	17,451
Ti	0,36
Cr	0,2
Mn	0,123
Cu	0,075
Zn	0,146
Ba	1,296

Uji mikroplastik PET menggunakan XRF diperoleh hasil berupa persentase penyusun masing-masing yang dilihat pada tabel 3. Mikroplastik mengandung dua jenis bahan kimia yaitu :

1. Zat aditif atau bahan tambahan dan bahan baku polimer (monomer atau oligomer) yang berasal dari plastik
2. Bahan kimia yang diserap dari lingkungan sekitarnya.

Unsur yang didapatkan bisa berasal dari zat aditif maupun bahan kimia yang diserap dari lingkungannya (Campanale *et al.*, 2020).

XRF adalah teknik yang cocok untuk mengkarakterisasi keberadaan logam pada berbagai macam sampel, sehingga menghadirkan metodologi analisis untuk penentuan logam dalam kemasan makanan dan minuman (Yang *et al.*, 2010). Salah satu kegunaan utama logam adalah sebagai zat aditif dalam produk polimer plastik seperti :

1. Pewarna berbasis pigmen anorganik (Al, Cr, Mn)
2. Pengisi (Si)
3. Penstabil (Ti, Zn, Ba)
4. Tahan api (P, Cl)
5. Anti perekat (Ca)
6. Biosida (Cu)

dimana, selama proses produksi ditambahkan untuk meningkatkan sifat plastik. Zat aditif yang ditambahkan ke dalam produksi plastik tidak terikat secara kimia pada polimer plastik. Meskipun zat aditif ini memperbaiki sifat-sifat produk plastik, tapi banyak diantaranya

bersifat racun dan potensinya tinggi dalam mencemari air, tanah, dan udara (Campanale *et al.*, 2020).

SIMPULAN

Kondisi optimum yang didapatkan pada pengaruh suhu pemanasan pada saat proses WPO untuk mendegradasi kontaminan organik atau anorganik dengan baik tanpa merusak polimer mikroplastik PET adalah pada suhu 75°C. Karakterisasi menggunakan FTIR, mikroplastik PET ditunjukkan dengan adanya kelompok ester sebagai gugus utama. Diantaranya terdapat gugus karbonil C=O asam karboksilat, ikatan C-O pada gugus karboksilat dan ikatan C-H aromatik. Karakterisasi dengan XRF terdeteksi beberapa unsur logam yang terdapat pada mikroplastik PET, dimana logam pada mikroplastik PET merupakan zat aditif yang ditambahkan pada saat produksi polimer plastik sebagai penstabil plastik.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, T. E., & Amir, M. (2012). *Pengaruh Temperatur dan Waktu pada Pengolahan Pewarna Sintetis Fenton*. *Jurnal Teknik Kimia*, 18.
- Azizah, P., Ridlo, A., Suryono, C. A. (2020). *Mikroplastik pada Sedimen di Pantai Kartini Kabupaten Jepara Jawa Tengah*. *Journal of Marine Research*, 9(3), 326–332.
- Campanale, C., Massarelli, C., Savino, I., Locaputo, V., Uricchio, V. F. (2020). *A detailed review study on potential effects of microplastics and additives of concern on human health*. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(4).
- Crawford, C. B., & Quinn, B. (2017). *The emergence of plastics*. In *Microplastic Pollutants*.
- Dutta, A. (2017). *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. In *Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization* (Vol. 2). Elsevier Inc.
- Enfrin, M., Dumée, L. F., Lee, J. (2019). *Nano/microplastics in water and wastewater treatment processes – Origin, impact and potential solutions*. *Water Research*, 161, 621–638.
- Imran, M., Kim, B. K., Han, M., Cho, B. G., Kim, D. H. (2010). *Sub-and supercritical glycolysis of polyethylene terephthalate (PET) into the monomer bis(2-hydroxyethyl) terephthalate (BHET)*. *Polymer Degradation and Stability*, 95(9), 1686–1693.
- Ioakeimidis, C., Fotopoulou, K. N., Karapanagioti, H. K., Geraga, M., Zeri, C., Papanthassiou, E., Galgani, F., & Papatheodorou, G. (2016). *The degradation potential of PET bottles in the marine environment: An ATR-FTIR based approach*. *Scientific Reports*, 6 (October 2015), 1–8.
- Jarosz, K., Natkański, P., Michalik, M. (2022). *Microplastic Extraction from the Sediment Using Potassium Formate Water Solution (H₂O/KCOOH)*. *Minerals*, 12(2).

- Lesu, W. S., Ali, M., Rosariawari, F. (2021). *Proses Foto Fenton dalam Reaktor Resirkulasi untuk Menyisihkan Beban Pencemaran Lindi*. *Handbook of Rural Aging*, 6(1), 410–414.
- Lusher, A., Hollman, P., Mendoza-Hill, J. (2017). *Microplastics in fisheries and aquaculture*.
- Masura, J., Baker, J., Foster, G., Arthur, C. (2015). *Laboratory Methods for The Analysis of Microplastics in the Marine Environment*. USA : Marine Debris Division.
- Reza, V., Arruda, D. G. de, Bustamam, N., Suryani, S., Nasution, M. S., Prayitno, B., Rois, I., Jaelani, A. K., Laili, R. R., Rohman, T., Surabaya, U. N., Destiana, R., Kismartini, K., Yuningsih, T., Ummah, R., Hipni, M., Pen, U., Yuliaty, T., Rasyid, A., Rezekiana, L. 2020. *Proses Weathering partikel plastik*. *Bussiness Law Binus*, 7(2), 33–48.
- Seftianingrum, B., Hidayati, I., Zummah, A. (2023). *Identifikasi Mikroplastik pada Air, Sedimen, dan Ikan Nila (Oreochromis niloticus) di Sungai Porong, Kabupaten Sidoarjo, Jawa Timur*. *Jurnal Pendidikan Sians Dan Biologi*, 10(1), 68–82.
- Sekretariat Kabinet Republik Indonesia. (2019). *Presiden Republik Indonesia Peraturan Presiden Republik Indonesia*. *Demographic Research*, 4–7.
- Shim, W. J., Hong, S. H., Eo, S. E. (2017). *Identification methods in microplastic analysis: A review*. *Analytical Methods*, 9(9), 1384–1391.
- Trimastiya, I. M., Negara, I. M. S., Ratnayani, O., & Simpen, I. N. (2019). *Komposit Degradabel Polietilena Tereftalat dengan Selulosa Menggunakan Reagen Fenton (H₂O₂/Fe²⁺)*. *Jurnal Kimia*, 201.
- Urbina-suarez, N. A., Machuca-martínez, F., & Barajas-solano, A. F. (2021). *Advanced Oxidation Processes and Biotechnological Alternatives for the Treatment of Tannery Wastewater*. *Molecules*, 26(11), 1–25.
- Yang, Z., Peng, H., Wang, W., & Liu, T. 2010. *Analysing Metals in Bottle-Grade Poly(ethylene terephthalate) by X-ray Fluorescence Spectrometry*. *Journal of Applied Polymer Science*, 116(5), 2658–2667.