SSN: 2614-6754 (print)
ISSN: 2614-3097(online)

Halaman 24736-24743
Volume 7 Nomor 3 Tahun 2023

Optimasi Konsentrasi Hidrogen Peroksida (H_2O_2) Metode *Wet Peroxide Oxidation* untuk Identifikasi Mikroplastik *Polyethylene Terephthalate* (PET)

Elinda Eka Putri[1], Indang Dewata[2]

[12]Program Studi Kimia, Universitas Negeri Padang
e-mail: elindaekaputri@gmail.com[1], indangdewata@fmipa.unp.ac.id[2]

Abstrak

Mikroplastik didefenisikan sebagai partikel plastik berukuran kurang dari 5 mm. Mikroplastik terbentuk dari degradasi plastik yang lebih besar dan plastik yang sengaja dibuat berukuran kecil oleh industri plastik. Jenis polimer *Polyethylene Terephthalate* (PET) merupakan polimer yang paling umum ditemukan di lingkungan perairan karena penggunaanya yang luas dan memiliki sifat-sifat khusus. Penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan efisiensi metode WPO untuk mikroplastik PET dengan memvariasikan konsentrasi H_2O_2 (20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%). Mikroplastik diidentifikasi menggunakan instrument *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Pada hasil penelitian diperoleh kondisi optimum pada konsentrasi H_2O_2 35% dengan massa mikroplastik 0,1594 gram. Hasil identifikasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya puncak C=O ester, C-O ester dan C-H aromatik yang sesuai dengan spektrum referensi mikroplastik PET yang membuktikan proses WPO tidak merusak mikroplastik. Hasil identifikasi XRF menunjukkan bahwa unsur penyusun mikroplastik PET adalah Al, Si, P, Cl, K, Ca, Ti, Fe, Zn, dan Ag.

Kata kunci: *Hidrogen peroksida, WPO, Mikroplastik,* Polietilen Tereftalat

Abstract

Microplastics are defined as plastic particles less than 5 mm in size. Microplastics are formed from the degradation of larger plastics and plastics deliberately made small by the plastics industry. *Polyethylene Terephthalate* (PET) polymer is the most common polymer found in the aquatic environment due to its wide use and particular properties. This research aims to improve the efficiency of the WPO method for PET microplastics by varying the concentration of H_2O_2 (20%, 25%, 30%, 35%, and 40%). Microplastics were identified using Fourier Transform Infra Red (FTIR) and X-Ray Fluorescence (XRF) instruments. The results obtained optimum conditions at 35% H_2O_2 concentration with a mass of 0.1594 grams of microplastics. The identification results using FTIR show the presence of C=O ester, C-O ester and C-H aromatic peaks that match the reference spectrum of PET microplastics which proves that the WPO

process does not damage microplastics. XRF identification results show that the constituent elements of PET microplastics are Al, Si, P, Cl, K, Ca, Ti, Fe, Zn, and Ag.

Keywords : *Hydrogen Peroxide, WPO, Microplastic, Polyethylene Terephthalate,*

PENDAHULUAN

Plastik adalah polimer organik sintetik yang ringan, kuat, mudah dibentuk, dan tahan lama. Karakteristik ini membuat plastik banyak digunakan, membuat produksi plastik di seluruh dunia terus meningkat dari 1,5 juta ton pada tahun 1950 menjadi 390,7 juta ton pada tahun 2021 (Firdaus et al., 2020). Pada akhirnya, sampah plastik yang dibuang ke lingkungan akan memasuki perairan (Jambeck et al., 2015). Sampah plastik yang terakumulasi di perairan mengalami proses degradasi dari waktu ke waktu (Warni & Dewata, 2021). Setelah terdegradasi, sampah plastik berubah menjadi makroplastik (lebih dari 2,5 cm), mesoplastik (antara 2,5 cm dan 5 mm), dan akhirnya mikroplastik (kurang dari 5 mm) (Chatterjee & Sharma, 2019).

Mikroplastik adalah partikel plastik berukuran kurang dari 5 mm (Lusher et al., 2017). Berdasarkan sumbernya, mikroplastik terbagi menjadi dua yaitu mikroplastik primer dan mikroplastik sekunder. Mikroplastik primer berupa microbeads bulat kecil yang sengaja dibuat oleh industri plastik untuk digunakan dalam kosmetik, eksfoliator kulit, bahan pembersih, produk perawatan, dan *sandblasting* (Crawford & Quinn, 2017). Mikroplastik sekunder berasal dari degradasi dan pelapukan barang-barang plastik yang lebih besar. Pembentukan mikroplastik sekunder bisa terjadi selama penggunaan produk plastik (misalnya, tekstil, ban dan cat,) atau setelah plastik tersebut dibuang ke lingkungan (GESAMP, 2015). Faktor utama terbentuknya mikroplastik sekunder adalah fotodegradasi karena paparan sinar UV, abrasi dan suhu. Di lingkungan perairan yang paparan sinar UV berkurang dan suhu yang rendah (seperti laut dalam) akan memperlambat proses pembentukan mikroplastik sekunder (Lusher *et al*., 2017).

Mikroplastik mampu menyerap senyawa kimia yang berada di lingkungan sekitarnya sehingga menjadi polutan toksik. Mikroplastik yang tertelan oleh biota laut bisa merusak saluran pencernaan, menurunkan kadar hormon steroid, menghambat produksi enzim, mempengaruhi reproduksi, memperlambat pertumbuhan dan bisa menyebabkan biota laut terpapar zat aditif plastik yang lebih beracun (Wright *et al*., 2013). Pada manusia dapat menyebabkan iritasi kulit, masalah pencernaan, masalah pernapasan, masalah reproduksi, penyakit kardiovaskular dan kanker jika mikroplastik terakumulasi didalam tubuh (Carbery *et al*., 2018).

Plastik secara umum dikategorikan menjadi tujuh jenis yaitu *Polyethylene Terepthalate* (PET), *Polyethylene High Density* (PE-HD), *Polyvinyl Chloride* (PVC), *Polyethylene Low Density* (PE-LD), *Polypropylene* (PP), *Polystyrene* (PS), dan Other (Crawford & Quinn, 2017). Jenis polimer PET adalah polimer yang paling umum ditemukan di lingkungan perairan karena penggunaanya yang luas serta memiliki sifat-sifat khusus. *Polyethylene Terephthalate* (PET) merupakan poliester termoplastik yang terbentuk dari dari etilen glikol dan asam tereftalat yang dihubungkan oleh ikatan ester

(Ariza-Tarazona et al., 2023). *Polyethylen Terepthalate* merupakan bahan kemasan yang paling banyak digunakan untuk botol air dan minuman ringan. Hal itu disebabkan berat botol yang ringan dan sifatnya yang tidak mudah pecah (Welle, 2011). Namun, jenis botol PET ini disarankan hanya untuk penggunaan sekali pakai, karena jika digunakan berulang kali dapat mengakibatkan lapisan polimer pada botol meleleh dan menghasilkan zat karsinogenik penyebab kanker (Harsojuwono & Arnata, 2015).

Senyawa pengotor yang menempel pada permukaan mikroplastik sering menghalangi identifikasi mikroplastik sehingga menyebabkan kesalahan identifikasi. Oleh karena itu, senyawa pengotor yang menempel pada permukaan mikroplastik harus dihilangkan. Metode *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) adalah salah satu metode yang paling banyak digunakan mendegradasi senyawa pengotor dengan kerusakan paling minimal (Lastovina & Budnyk, 2021). Metode *Wet Peroxide Oxidation* menggunakan larutan Fe (II) 0,05 M dan larutan H_2O_2 30% (Masura *et al*., 2015).

METODE

Penelitian ini menggunakan metode dari *National Oceanic and Atmospheric Administration* (NOAA) yang dimodifikasi untuk identifikasi mikroplastik PET (Masura, 2015). Metode ini terdiri dari tiga tahapan yaitu penyaringan dan pengovenan, WPO untuk menghilangkan senyawa pengotor, dan pemisahan densitas. Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah sampel Mikroplastik PET yang dipreparasi menggunakan proses *weathering*. Sampel mikroplastik PET yang digunakan adalah botol plastik air mineral. Sampel yang telah dihancurkan sekecil mungkin direndam dalam air dan diletakkan di lingkungan terbuka yang terkena sinar matahari selama 3 bulan. Setelah itu, sampel yang telah dipreparasi diambil 250 mL kemudian disaring menggunakan mesh 100. Selanjutnya, partikel yang tertahan di dalam saringan dilakukan proses pengovenan pada suhu 90°C selama 24 jam. Kemudian, dilakukan proses WPO menggunakan H_2O_2 dan Fe (II) 0,05 M. Tambahkan 20 mL larutan Fe (II) 0,05 M dan 20 mL larutan H_2O_2 dengan variasi yaitu 20%, 25%, 30%, 35% dan 40% lalu diamkan 5 menit. Panaskan sampel dengan hot plate hingga muncul gelembung gas, lalu pindahkan sampel kedalam *fume hood* hingga gelembung hilang. Panaskan kembali sampel hingga suhu 75°C selama 30 menit. Kemudian, dilakukan pemisahan densitas dengan menambahkan $ZnCl_2$ (1,5-1,7 g/cm^3). Larutan dipanaskan hingga suhu 75°C sampai semua $ZnCl_2$ larut. Pindahkan larutan kedalam pemisah densitas dan biarkan selama 24 jam untuk pengendapan. Setelah itu, saring menggunakan kertas saring whatman. Pindahkan kertas saring kedalam cawan petri dan biarkan mengering selama 24 jam. Kemudian hitung massa mikroplastik yang didapatkan. Setelah itu, identifikasi mikroplastik PET menggunakan instrumen FTIR dan XRF.

HASIL DAN PEMBAHASAN

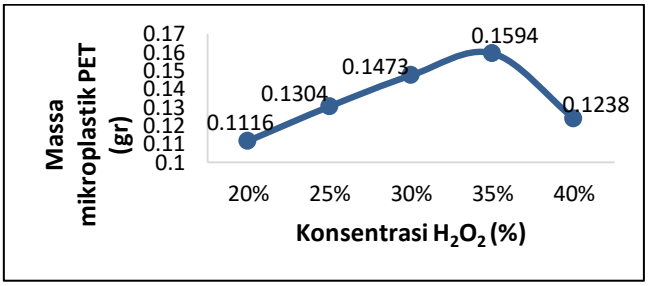
1. Preparasi Sampel Mikroplastik PET

Preparasi sampel mirkoplastik dilakukan dengan proses *weathering*. *Weathering* adalah simulasi proses degradasi atau pelapukan plastik yang bertujuan untuk membuat sampel plastik yang berukuran besar (makroplastik) menjadi lebih kecil

(mikroplastik) sehingga mempunyai ukuran dan keadaan yang sama dengan sampel yang ada di lingkungan. Mikroplastik setelah proses *weathering* akan mengalami perubahan warna, ukuran dan muatan permukaan (Liu et al., 2020). Proses weathering dilakukan dengan fotodegradasi menggunakan papasaran sinar matahari. Sampel botol plastik air mineral direndam dalam air dan diletakkan di lingkungan terbuka yang terkena sinar matahari. Pada saat sampel botol plastik air mineral dimasukkan, sampel berwarna transparan dan masih banyak sampel yang mengapung dipermukaan air. Setelah satu minggu perendaman sampel, tidak terjadi perubahan warna pada sampel, namun hampir semua sampel mengendap di bawah air. Warna transparan pada sampel menunjukkan bahwa plastik belum lama terpapar oleh sinar matahari. Setelah tiga bulan perendaman sampel, terjadi perubahan warna pada sampel yang semula transparan menjadi berwarna kecoklatan. Warna kecoklatan tersebut menandakan bahwa sampel plastik telah lama terpapar oleh sinar matahari sehingga terjadi oksidasi pada polimer plastik (Laksono et al., 2021).

2. Penentuan Kondisi OptimumKonsentrasi H_2O_2

Konsentrasi H_2O_2 yang digunakan pada proses WPO sangat mempengaruhi massa mikroplastik yang didapatkan. Variasi konsentrasi H_2O_2 dilakukan untuk mengetahui konsentrasi H_2O_2 optimum untuk mendegradasi senyawa pengotor pada mikroplastik. Proses WPO menggunakan larutan hidrogen peroksida (H_2O_2) dan katalis Fe (II) 0,05 M yang disebut sebagai reagen fenton (Masura *et al*., 2015). Pada penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi H_2O_2 20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%. Hubungan pengaruh konsentrasi H_2O_2 terhadap massa mikroplastik dapat dilihat pada grafik dibawah ini pada Gambar 1.



Gambar 1. Grafik pengaruh konsentrasi H_2O_2 terhadap mikroplastik PET

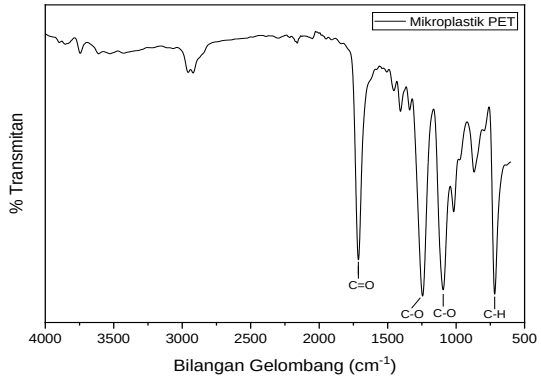
Berdasarkan Gambar 1. hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi H_2O_2 optimum untuk mikroplastik PET adalah H_2O_2 35% dengan massa mikroplastik tertinggi yaitu sebesar 0,1594 gram. Hasil ini didukung dengan penelitian (Nuelle et al., 2014) dimana konsentrasi H_2O_2 35% mampu menghilangkan senyawa pengotor hingga 92% tanpa merusak mikroplastik, sementara itu konsentrasi H_2O_2 30% hanya mampu menghilangkan senyawa pengotor 56%. Terjadi penurunan yang signifikan pada konsentrasi H_2O_2 40%.

Proses *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) menggunakan larutan H_2O_2 dan katalis Fe (II) dikenal sebagai reagen fenton. Katalis Fe (II) berfungsi untuk mengkatalisis dekomposisi H_2O_2 dan pembentukan radikal hidroksil sebagai agen oksidasi kuat untuk

mendegradasi senyawa pengotor (Lastovina & Budnyk, 2021). Konsentrasi katalis Fe (II) yang digunakan yaitu 0,05 M sesuai dengan yang direkomendasikan (Masura *et al*., 2015). Konsentrasi H_2O_2 optimum mendukung laju maksimum produksi pengoksidasi radikal hidroksil, yaitu pada konsentrasi 35%. Namun, peningkatan konsentrasi melebihi nilai optimum akan mengakibatkan H_2O_2 bereaksi dengan radikal hidroksil sehingga menghasilkan radikal hidroperoksil yang mempunyai potensi oksidasi lebih rendah. Akibatnya, menurunkan efisiensi degradasi senyawa pengotor pada mikroplastik (Kurian, 2021). Oleh karena itu, terjadi penurunan massa mikroplastik pada konsentrasi 40%.

3. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Identifikasi mikroplastik menggunakan instrument FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa dengan menganalisa gugus fungsi yang terdapat pada mikroplastik PET. Sampel mikroplastik PET diukur pada bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1}. Spektrum hasil identifikasi mikroplastik PET dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum FTIR mikroplastik PET

Berdasarkan Gambar 2. Hasil pengujian FTIR menunjukkan bahwa mikroplastik PET memiliki ikatan C=O gugus ester pada bilangan gelombang 1713 cm^{-1}, ikatan C-O gugus ester pada bilangan gelombang 1244 cm^{-1} dan 1094 cm^{-1}, serta ikatan C-H gugus aromatik pada bilangan gelombang 718 cm^{-1}. Spektrum FTIR ini sesuai dengan spketrum referensi FTIR mikroplastik PET berdasarkan penelitian Jung et al., 2018. Hasil pengujian menggunakan FTIR menunjukkan bahwa tidak ada gugus fungsi baru yang terbentuk pada mikroplastik PET hasil optimasi. Spektrum FTIR mikroplastik PET murni dan mikroplastik PET hasil optimasi tidak mememiliki perbedaan. Hasil tersebut menunjukkan bahwa proses Wet Peroxide Oxidation (WPO) tidak menyebab kerusakan pada mikroplastik PET.

Tabel 1. Puncak serapan mikroplastik PET

Gugus fungsi	Mikroplastik PET referensi	Mikroplastik PET hasil optimasi
C=O	1713	1713
C-O	1241	1244
C-O	1094	1094
C-H	720	718

4. *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Identifikasi mikroplastik menggunakan instrument XRF bertujuan untuk mengetahui unsur penyusun mikroplastik PET. Hasil pengujian menggunakan XRF menunjukkan bahwa mikroplastik PET mengandung unsur aluminium (Al), silikon (Si), fosfor (P), klorin (Cl), kalium (K), kalsium (Ca), titanium (Ti), besi (Fe), seng (Zn), dan perak (Ag). Komposisi unsur penyusun mikroplastik PET dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Analisa mikroplastik PET menggunakan XRF

Unsur	Konsentrasi (%)
Al	4,82
Si	4,493
P	26,872
Cl	6,227
K	18,376
Ca	34,07
Ti	1,169
Fe	0,664
Zn	2,495
Ag	0,813

Mikroplastik mengandung dua jenis bahan kimia yaitu, pertama bahan baku polimer dan bahan aditif, kedua bahan kimia yang diserap mikroplastik dari lingkungan sekitarnya (Campanale et al., 2020). Plastik PET dibuat dari polimerisasi asam tereftalat dan etilen glikol dengan katalis titanium (Ti) (Westerhoff et al., 2008). Bahan aditif adalah bahan kimia yang sengaja ditambahkan selama proses pembuatan plastik untuk mengubah sifat polimer atau meningkatkan stabilitas dan daya tahannya serta meningkatkan ketahanan plastik terhadap degradasi (Crawford & Quinn, 2017). Bahan aditif tersebut terdiri bahan *flame retardants* atau penghambat api (Al, Cl, dan P), bahan pengisi untuk meningkatkatkan kekuatan plastik (Ca, Si), bahan pelumas atau anti perekat (Ca), dan pewarna (Zn) (Campanale et al., 2020).

SIMPULAN

Kondisi optimum untuk mengidentifikasi mikroplastik *Polyethylene Terephthalate* (PET) menggunakan *Wet Peroxide Oxidation* (WPO) dengan memvariasikan konsentrasi H_2O_2 adalah pada konsentrasi H_2O_2 35%. Hasil identifikasi mikroplastik menggunakan instrumen FTIR menunjukkan bahwa mikroplastik PET memiliki ikatan C=O gugus ester pada bilangan gelombang 1713 cm^{-1}, ikatan C-O gugus ester pada bilangan gelombang 1244 cm^{-1} dan 1094 cm^{-1}, serta ikatan C-H gugus aromatik pada bilangan gelombang 718 cm^{-1}. Spektrum FTIR mengkonfirmasi bahwa proses WPO

pada mikroplastik PET tidak menyebabkan kerusakan pada mikroplastik karena tidak terjadi penambahan gugus fungsi atau pergeran bilangan gelombang. Hasil pengujian menggunakan instrumen XRF unsur penyusun mikroplastik PET adalah Al, Si, P, Cl, K, Ca, Ti, Fe, Zn, dan Ag.

DAFTAR PUSTAKA

Ariza-Tarazona, M. C., Siligardi, C., Carreón-López, H. A., Valdéz-Cerda, J. E., Pozzi, P., Kaushik, G., Villarreal-Chiu, J. F., & Cedillo-González, E. I. (2023). Low environmental impact remediation of microplastics: Visible-light photocatalytic degradation of PET microplastics using bio-inspired C,N-TiO2/SiO2 photocatalysts. *Marine Pollution Bulletin*, *193*(May).

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).

Carbery, M., O'Connor, W., & Palanisami, T. (2018). Trophic transfer of microplastics and mixed contaminants in the marine food web and implications for human health. *Environment International*, *115*(December 2017), 400–409.

Chatterjee, S., & Sharma, S. (2019). Microplastics in Our Oceans and. *The Journal of Field Actions*, *19*, 54–61.

Crawford, C. B., & Quinn, B. (2017). *Microplastic Pollutants*. Elsevier.

Firdaus, M., Trihadiningrum, Y., & Lestari, P. (2020). Microplastic pollution in the sediment of Jagir Estuary, Surabaya City, Indonesia. *Marine Pollution Bulletin*, *150*(September), 110790.

GESAMP. (2015). Sources, Fate and Effects of Microplastics in the Marine Environment: A Global Assessment. *Reports and Studies*.

Harsojuwono, B. A., & Arnata, I. W. (2015). Teknologi Polimer Industri Pertanian. In *Teknologi Polimer*.

Jambeck, J. R., Geyer, R., Wilcox, C., Siegler, T. R., Perryman, M., Andrady, A., Narayan, R., & Law, K. L. (2015). Plastic waste inputs from land into the ocean. *Ciencia*, *347*(6223), 768–771.

Jung, M. R., Horgen, F. D., Orski, S. V., Rodriguez C., V., Beers, K. L., Balazs, G. H., Jones, T. T., Work, T. M., Brignac, K. C., Royer, S. J., Hyrenbach, K. D., Jensen, B. A., & Lynch, J. M. (2018). Validation of ATR FT-IR to identify polymers of plastic marine debris, including those ingested by marine organisms. *Marine Pollution Bulletin*, *127*(November 2017), 704–716.

Kurian, M. (2021). Advanced oxidation processes and nanomaterials -a review. *Cleaner Engineering and Technology*, *2*(March), 100090.

Laksono, O. B., Suprijanto, J., & Ridlo, A. (2021). Kandungan Mikroplastik pada Sedimen di Perairan Bandengan Kabupaten Kendal. *Journal of Marine Research*, *10*(2), 158–164.

Lastovina, T. A., & Budnyk, A. P. (2021). A review of methods for extraction, removal, and stimulated degradation of microplastics. *Journal of Water Process*

Engineering, *43*(May), 102209.

Liu, P., Zhan, X., Wu, X., Li, J., Wang, H., & Gao, S. (2020). Effect of weathering on environmental behavior of microplastics: Properties, sorption and potential risks. *Chemosphere*, *242*.

Lusher, A., Hollman, P. A., & Mendoza-Hill, J. (2017). Microplastics in fisheries and Aquaculture. In *Food and Agriculture Organization of The United Nations*.

Masura, J., et al. 2015. Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48.

Nuelle, M. T., Dekiff, J. H., Remy, D., & Fries, E. (2014). A new analytical approach for monitoring microplastics in marine sediments. *Environmental Pollution*, *184*, 161–169.

Warni, K & Dewata, I. (2021). Penentuan Limbah Mikroplastik Polyethylene Terephthalate dengan Metode Glikolisis Dalam Air Laut di Kota Padang. *Chemistry Journal of Universitas Negeri Padang*, 10(1), 21-27

Welle, F. (2011). Twenty years of PET bottle to bottle recycling - An overview. *Resources, Conservation and Recycling*, *55*(11), 865–875.

Westerhoff, P., Prapaipong, P., Shock, E., & Hillaireau, A. (2008). Antimony leaching from polyethylene terephthalate (PET) plastic used for bottled drinking water. *Water Research*, *42*(3), 551–556.

Wright, S. L., Thompson, R. C., & Galloway, T. S. (2013). The physical impacts of microplastics on marine organisms: a review. *Environmental Pollution (Barking, Essex : 1987)*, *178*, 483–492.