MASALIQ
Jurnal Pendidikan dan Sains

e-ISSN : 2808-8115
p-ISSN : 2809-1051

Terindeks : Dimensions, Scilit, Lens, Crossref, Garuda, Google Scholar, Base, etc

https://doi.org/10.58578/masaliq.v4i1.2135

IDENTIFIKASI MIKROPLASTIK POLIAMIDA (PA) DENGAN MENGGUNAKAN METODE EKSTRAKSI PENAMBAHAN WET PEROXIDE OXIDATION (WPO)

Identification of Polyamide (PA) Microplastics Using Wet Peroxide Oxidation (WPO) Addition Extraction Method

Aprilliana Safitri & Indang Dewata
Universitas Negeri Padang
indangdewata@fmipa.unp.ac.id

Article Info:

Submitted:	Revised:	Accepted:	Published:
Nov 14, 2023	Nov 18, 2023	Nov 21, 2023	Nov 24, 2023

Abstract

Microplastics are synthetic solid particles or polymer matrices, with regular or irregular shapes and with sizes ranging from 1 µm to 5 mm. The impact of microplastics is very dangerous for living creatures and the natural environment. The results of microplastic separation using this method were optimal at an oven time of 12 hours, H2O2 concentration of 35% and Characteristics of functional groups using FTIR show that there is absorption of NH, CH, C=O and CN at wavelengths 3292.96, 2934.25, 1631.50, 1538.56 which are characteristic wavelengths for polyamide (PA) microplastics .

Keywords *: Microplastics, Polyamide (PA), Wet Peroxidation Oxidation (WPO)*

Abstrak: Mikroplastik adalah partikel padat sintetik atau matriks polimer, dengan bentuk teratur atau tidak beraturan dan dengan ukuran mulai dari 1 µm hingga 5 mm. Dampak dari mikroplastik sangat berbahaya bagi makhluk hidup maupun di lingkungan alam. Hasil pemisahan mikroplastik menggunakan metode ini optimum pada waktu pengovenan 12 jam, konsentrasi H2O2 35 % dan Karakteristik gugus fungsi dengan FTIR menunjukan adanya serapan NH, CH, C=O dan CN pada

Jurnal Masaliq is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License

panjang gelombang 3292,96, 2934,25, 1631,50, 1538,56 yang merupakan ciri khas panjang gelombang mikroplastik Poliamida (PA).

Kata Kunci : Mikroplastik, Poliamida (PA), Wet Peroxidation Oxidation (WPO)

PENDAHULUAN

Lingkungan laut merupakan sistem pendukung kehidupan yang penting dan salah satu ekosistem yang paling kompleks. Namun demikian, keanekaragaman hayati dan sumber daya laut semakin terancam karena polusi dan masalah antropogenik lainnya yang terkait dengan pesatnya pertumbuhan populasi manusia dan perkembangan ekonomi. Masuknya spesies laut non-asli, penangkapan ikan berlebihan, perubahan iklim global, serta perusakan dan modifikasi habitat merupakan titik tekan utama, terutama di wilayah pesisir (F. G. Rodrigues et al., 2022).

Mikroplastik (partikel dengan ukuran 5 mm), salah satu polutan perairan yang paling banyak muncul, menjadi perhatian khusus karena dapat mencapai kepadatan tinggi dan berinteraksi dengan lingkungan biotik dan abiotik. Terjadinya mikroplastik dalam sistem air tawar kurang dipahami daripada di lingkungan laut (M. O. Rodrigues et al., 2018). Studi-studi ini telah menimbulkan kekhawatiran tentang efek merugikan dari MP di ekosistem laut dan air tawar. Meskipun informasi yang tersedia saat ini entah bagaimana bertentangan, plastik dapat menyerap kontaminan organik di sekitarnya dan berfungsi sebagai media perlekatan patogen yang bertindak sebagai vektor bagi organisme untuk kontaminan kimia dan mikroba ini. Yang lebih relevan adalah bahwa sekali MP telah cukup terdegradasi, mereka tidak hanya melepaskan monomer tetapi juga aditif beracun yang terkandung di hampir semua bahan plastik karena kadarnya jauh lebih tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa konsumsi MP oleh biota air meningkatkan bioakumulasi aditif plastik. Di lingkungan, MP dan NP dapat mengalami berbagai transformasi yang umumnya terkait dengan koloid alami atau antropogenik, yaitu, homo- dan heteroagregasi, interaksi dengan mikroorganisme dan makromolekul (misalnya, adsorpsi protein, bahan organik alami), dan biodegradasi (Picó & Barceló, 2019).

Nilon adalah senyawa polimer yang memiliki gugus amida pada setiap unit ulangannya, sehingga nilon disebut juga senyawa poliamida. Produksi PA 6 dan PA 6.6 di seluruh dunia (berikut PA) meningkat menjadi 7,8 juta ton pada tahun 2016 dan ditemukan banyak industri.

Dilaporkan 5,7 juta ton poliamida serat diproduksi di seluruh dunia pada tahun 2017, yaitu sekitar 8% dari total produksi produksi serat sintetis di seluruh dunia Konsumsi serat nilon secara keseluruhan diperkirakan akan tumbuh pada sekitar 3,5% per tahun selama lima tahun ke depan, dengan Asia Timur Laut menyumbang hampir dua pertiga dari keluaran serat nilon dunia. PA juga merupakan plastik rekayasa yang sangat relevan untuk industri otomotif (sekitar 38% dari produksi PA), listrik dan elektronik (21%). terbukti karena cenderung tenggelam di air laut dan sebagian besar terkait dengan penangkapan ikan, kegiatan rumah tangga dan industri, termasuk dry-cleaning, yang –seringkali- berakhir di instalasi pengolahan air limbah. PA merupakan jenis mikroplastik kedua yang paling umum ditemukan di air Teluk Singa dan di terumbu di Laut Cina Selatan (polimer kedua setelah polipropilena) (Fernández-González et al., 2021).

Metode ekstraksi diadaptasi dari *National Oceanic and Atmospheric Administration* (NOAA) yang diterbitkan pada Juli 2015. *Wet Peroxidation Oxidation* (WPO), radikal hidroksil dihasilkan dari penguraian hidrogen peroksida, mengoksidasi sebagian besar bahan organik alami menjadi asam karboksilat, aldehida, CO_2 dan H_2O. Katalis ($FeSO_4$) memungkinkan untuk pencernaan bahan organik dalam kondisi yang ringan (Dyachenko *et al*., 2017). *Wet Peroxidation Oxidation* (WPO) dapat dianggap sebagai solusi yang memungkinkan, baik sebagai perlakuan itu sendiri atau sebagai perlakuan awal yang ditujukan untuk meningkatkan biodegradabilitas dengan menghilangkan senyawa organik. Di antara proses *Wet Peroxidation Oxidation* (WPO), oksidasi Fenton telah mendapat perhatian besar selama beberapa tahun terakhir. Keuntungan utama terkait dengan kesederhanaan desain, implementasi dan operasi (kondisi lingkungan terdekat) dan kemampuannya untuk menghilangkan berbagai macam senyawa. Proses oksidasi ini telah digunakan secara efisien untuk mengidentifikasi mikroplastik yang sudah tercemar di daerah perairan (Bautista et al., 2010).

Reagen Fenton merupakan larutan dari hydrogen peroksida dan katalis besi yang digunakan untuk oksidasi kontaminan atau air limbah. Reagen Fenton ini dapat digunakan untuk merusak komponen organic seperti trichloroethylene (TCE) dan tetrachloroethylene (PCE). Fe(II) dioksidasi oleh hydrogen peroksida menjadi Fe(III), radikal OH* dan anion OH-. Pada reaksi ini keberadaan Fe(II) adalah sebagai katalis. Besi (II) sulfat merupakan jenis senyawa besi yang dipakai dalam reagen fenton. Hidrogen peroksida merupakan oksidator kuat tetapi pada konsentrasi rendah 0.1 % kinetika reaksinya terlalu lambat untuk mendegradasi kontaminan. Sehingga perlu penambahan Fe(II) untuk meningkatkan kekuatan oksidasi peroksida hingga dihasilkan radikal baru dan rantai reaksi dimulai. Kombinasi antara

hydrogen peroksida dengan Fe(II) merupakan reagen fenton yang memiliki kemampuan oksidasi tinggi. Reaksi oksidasi ini merupakan reaksi kompleks yang melibatkan dekompisisi H_2O_2 dengan bantuan Fe(II). Mekanisme reaksinya dimulai dengan Fe2+ menginisiasi reaksi dan mengkatalisis reaksi dekomposisi H2O2 hingga dihasilkan radikal hidroksil (HO*). Radikal yang terbentuk bereaksi dengan cepat dalam lingkungan air (Agustina. & Amir, 2012).

Tujuan dari peneltian ini menentukan kondisi optimum waktu pengovenan dan penentuan kondisi optimum konsentrasi H_2O_2 , kemudian diidentifikasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk menentukan komponen Jenis polimer mikroplastik (Zhao *et al.*, 2018).

METODE

Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahap. Tahap pertama adalah penentuan kondisi optimum waktu pengovenan, Tahap kedua adalah penentuan kondisi optimum konsentrasi H_2O_2 , kemudian pengujian menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk menentukan komponen Jenis polimer mikroplastik. Preparasi membutuhkan bahan berupa ferro sulfat heptahidrat ($FeSO_4.7H_2O$), hydrogen peroksida (H_2O_2) 30%, garam natrium klorida (NaCl), asam sulfat pekat (H_2SO_4), kertas saring Whatman No. 42, dan aquadest.

Prosedur Preparasi Sampel

Nylon di gunting kecil- kecil lalu di blender, direndam dalam wadah 30g dalam wadah 10 liter yang sudah berisi air selama satu bulan.

1. Pemanasan Oven

Di ambil 250 ml lalu di saring (mesh 18 dan 100). Semua sampel dikeringkan di dalam oven dengan suhu 90°C selama (0, 6, 12, 18, 24) jam. Sampel timbang untuk memperoleh massa padatan mikroplastik.

2. *Wet Peroxidation Oxidation* (WPO)

Di tambahkan 20 ml larutan 0,05 M fe(II) encer + H2O2 (20, 25, 30, 35, 40) % 20 mL. Diamkan selama gelembung gasnya menghilang di dalam lemari asam. Panaskan sampel dengan hot plate lalu sampel tutup dengan aluminium foil. Diaduk dengan menggunakan magnetic stirer dengan suhu 75°C. Apabila gelembung gas terlihat di permungkaan keluarkan gelas kimia dari hotplate, gelas kimia di letakan di lemari asam sampai didihnya mereda. Lalu panaskan lagi di hot plate hingga 75°C selama (20, 25, 30, 35, 40) menit

3. Pemisahan Padatan

Sampel di tambahkan 6 gr NaCl/ 20 ml. Panaskan campuran hingga 75oC sampai garam larut. Corong kaca di rangkai. Tutup dengan aluminium foil. Biarkan padatan mengendap semalaman. Saring menggunakan saringan wharman no 42. Mikroplastik yang tersaring di keringkan dengan oven selama 5 menit. Di amati dengan mikroskop untuk mendapatkan hasil optimumnya.

Karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui adanya gugus fungsi pada mikroplastik dan kondisi optimum. Uji FTIR dilakukan di Laboratorium Instrumen Kimia Fakultas MIPA Universitas Negeri Padang. Analisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merk Parkinelmer.

HASIL

Sebelum preparasi di lakukan pembuatan larutan Fe(II) dengan menambahkan 10 tetes H_2SO_4. Persamaan kimianya sebagai berikut:

$$FeSO_4 \cdot 7H2O + 2H_2SO_4 \rightarrow Fe(SO_4) + 7H_2O + 2H_2$$

Sampel di ambil 250 ml menggunakan gelas kimia lalu di oven dengan suhu 90 °C selama waktu yang sudah di variasikan. Pengeringan ini dilakukan untuk mengurangi kandungan air pada sampel (Rahmatillah, 2023). Selanjutnya di tambahkan $FeSO_4$ 20 ml dan H_2O_2 20 ml yang sudah divariasikan. Tahap penambahan H_2O_2 ini dilakukan di lemari asam dikarnakan reaksi yang terjadi harus dalam suasana asam untuk menstabilkan reaksi antara $FeSO_4$ dan H_2O_2 agar tidak terjadinya kerusakan saat larutan bereaksi. Pada kondisi asam, hidrogen peroksida sangat stabil, pada kondisi basa mudah terurai.



Gambar 1. Proses *Wet Peroxidation Oxidation* (WPO)

Radikal hidrosil mempunyai peran aktif di dalam proses pemurnian mikroplastik, peruraian hidrogen peroksida dikenal dengan deprotonation. Dengan adanya logam-logam transisi seperti Fe, Mn, dan Cu, dekomposisi dari hydrogen peroksida dalam larutan basa dianggap berlangsung sebagaimana reaksi ionik berikut (Fuadi & H, 2008):

$$H_2O_2 + Fe^{2+} \rightarrow \bullet OH + OH^- + Fe^{3+}$$

$$\bullet OH + C_xH_y \rightarrow H_2O + CO_2 + Q$$

$$Fe^{3+} + H_2O_2 \rightarrow Fe^{2+} + H^+ + \bullet OOH$$

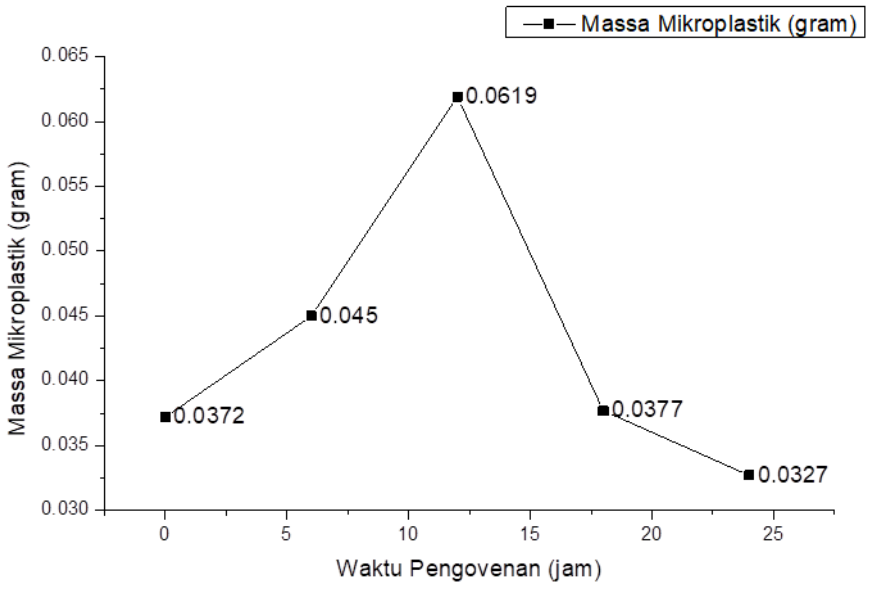
$$Fe^{3+} + \bullet OOH \rightarrow Fe^{2+} + \bullet OO^- + H^+$$

$$Fe^{3+} + \bullet OO^- \rightarrow Fe^{2+} + O_2$$

(M. O. Rodrigues et al., 2018)

PEMBAHASAN

Kondisi Optimum Waktu Pengovenan



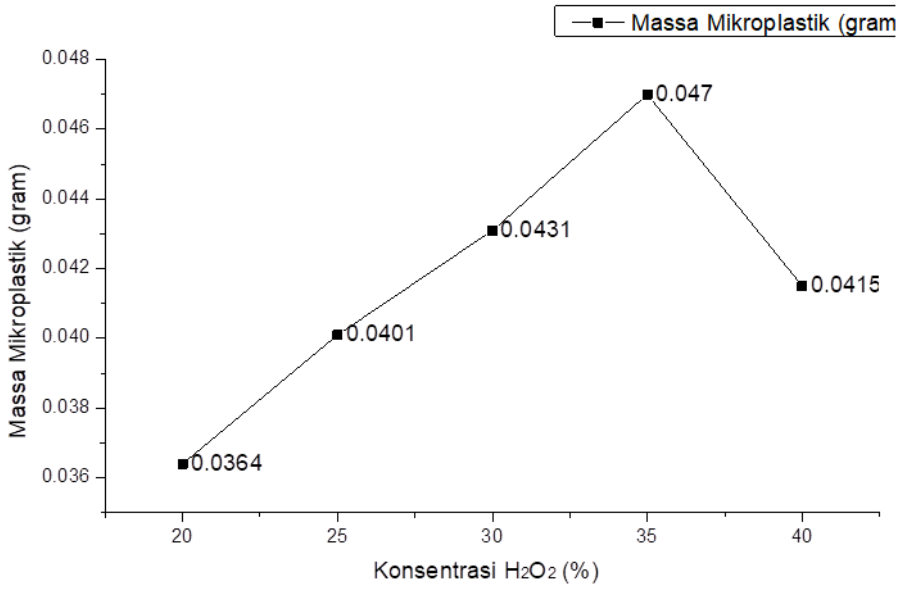
Gambar 2. Grafik Variasi Waktu Pengovenan

Dari hasil Gambar 2. di ketahui bahwa waktu pengovenan sampel dari grafik di atas diketahui bahwa pada suhu 90°C dengan waktu dari 0-12 jam mengalami kenaikan massa pada mikroplastik dengan diperoleh berat sampel tertinggi 0,0619 gram. Pada suhu 90°C

dengan waktu 18 jam mikroplatik mulai terdekomposisi dengan diperoleh berat sampel 0,0377 gram serta mikroplastik mulai menyusut pada waktu 24 jam hingga di peroleh berat sampel 0,0327 gram hal ini menandakan bahwa proses pemanasan oven dengan suhu 90°C selama 18 dan 24 jam berpengaruh terhadap penurunan berat mikroplastik.

Penurunan berat pada mikroplastik tersebut terjadi di karenakan pada proses pengovenan yang dilakukan dengan pemanasan suhu 90°C juga mempengaruhi jumlah dan jenis mikroplastik. Mikroplastik akan mengalami dekomposisi dan penyusutan pada berat mikroplastik. Tidak hanya mempengaruhi jumlah dan jenis mikroplastik, proses pengovenan juga mempengaruhi warna, struktur, dan kadar air pada sampel. Suhu dan lama waktu pemanasan dapat mempengaruhi 3 perubahan tersebut (Wardani, 2022).

Kondisi Optimum Konsentrasi H_2O_2



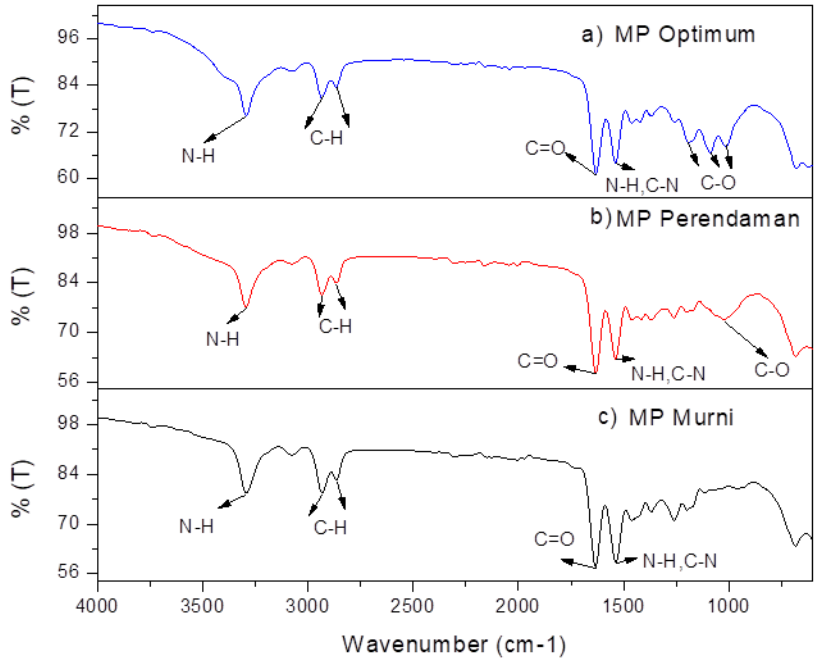
Gambar 3. Grafik Variasi Konsentrasi H_2O_2

Dari hasil Gambar 3. di ketahui bahwa reaksi H_2O_2 dengan $FeSO_4$ memberi perubahan berat pada sampel mikroplastik. Konsentrasi H_2O_2 terjadi kenaikan tertinggi pada persentase 35% dengan diperoleh berat sampel 0,0470 gram dan mengalami penurunan pada konsentrasi 40% dengan diperoleh berat sampel 0,0415 gram.

Penurunan berat sampel mikroplastik PA pada variasi konsentrasi H_2O_2, semakin besar konsentrasi H_2O_2 yang digunakan pada konsentrasi Fe^{2+} tetap. Hal ini disebabkan

kemungkinan terjadinya autodekomposisi, dimana radikal hidroksil terbentuk akan mengoksidasi H_2O_2 menjadi oksigen dan air. Hal ini mengurangi efektifitas reagen fenton dalam mengoksidasi senyawa organik sehingga berat sampel mikroplastik pun menjadi kecil (Rahmahwati et al., 2020).

Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR)



Gambar 4. Spektrum *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Mikroplastik Poliamida (PA). a) Mikroplastik Optimum, b) Mikroplastik Perendaman, c) Mikroplastik Murni

Dapat diamati bahwa terdapat pita puncak sedang pada 3293,36 cm^{-1} dan 2932,68 cm^{-1} yang masing-masing sesuai dengan getaran regangan dari gugus fungsi N-H dan C-H. Selain itu, puncak kuat terdeteksi pada bilangan gelombang 1633,60 cm^{-1} (akibat regangan C=O dari gugus karbonil) dan 1536,83 cm^{-1} (akibat ikatan N-H dan regangan C-N) yang merupakan gugus yang terdapat pada Poliamida (PA) (Fayyaz et al., 2023).

Spektrum mikroplastik poliamida yang telah tercemar menghasilkan pita serapan yang berbeda dibandingkan mikroplastik poliamida murni yaitu pada bilangan gelombang 1022 cm^{-1} yang menunjukkan adanya pita serapan C-O. Hal ini membuktikan bahwa mikroplastik

telah tercemar dengan adanya gugus fungsi C-O yang berasal dari bahan organik lain (Fernández-González et al., 2021).

Pada gambar 4a, pita serapan 1022 cm^{-1} menghilang akan tetapi muncul serapan baru pada 1190,50 cm^{-1}, 1089,40 cm^{-1}, 1013,01 cm^{-1} yang merupakan gugus dari C-O ester. Di ketahui bahwa gugus ini muncul di karenakan terdapatnya zat warna pada Poliamida (PA). Zat warna memerlukan zat-zat pembantu supaya dapat mewarnai serat yang disebut dengan zat reaktif (Agustina. & Amir, 2012).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat diambil kesimpulan. Kondisi optimum tiap variabel pada metode Wet Peroxide Oxidation (WPO) dalam mengidentifikasi mikroplastik Poliamida adalah pada waktu pemanasan didapatkan kondisi optimum pada waktu 12 jam dengan massa 0,0619 gram. Konsentrasi H2O2 35% dengan massa 0,0470 gram dan karakteristik gugus fungsi dengan FTIR menunjukan adanya serapan NH, CH, C=O dan CN pada panjang gelombang 3292,96, 2934,25, 1631,50, 1538,56 yang merupakan ciri khas panjang gelombang mikroplastik Poliamida.

DAFTAR PUSTAKA

Agustina., T. E., & Amir, M. (2012). Pengaruh Temperatur dan Waktu pada Pengolahan Pewarna Sintetis Fenton. *Jurnal Teknik Kimia*, *18*(3), 54–61.

Bautista, P., Mohedano, A. F., Menéndez, N., Casas, J. A., & Rodriguez, J. J. (2010). Catalytic wet peroxide oxidation of cosmetic wastewaters with Fe-bearing catalysts. *Catalysis Today*, *151*(1–2), 148–152.

Dyachenko, A., Mitchell, J., & Arsem, N. (2017). Extraction and identification of microplastic particles from secondary wastewater treatment plant (WWTP) effluent. *Analytical Methods*, *9*(9), 1412–1418.

Fayyaz, A., Asghar, H., Waqas, M., Kamal, A., Al-Onazi, W. A., & Al-Mohaimeed, A. M. (2023). Multi-Spectroscopic Characterization of MgO/Nylon (6/6) Polymer: Evaluating the Potential of LIBS and Statistical Methods. *Polymers*, *15*(15).

Fernández-González, V., Andrade, J. M., Ferreiro, B., López-Mahía, P., & Muniategui-Lorenzo, S. (2021). Monitorization of polyamide microplastics weathering using attenuated total reflectance and microreflectance infrared spectrometry. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, *263*.

Fuadi, A. M., & H, S. (2008). Pemutihan Pulp dengan Hidrogen Peroksida. *Reaktor*, *12*(2), 123–128.

Picó, Y., & Barceló, D. (2019). Analysis and prevention of microplastics pollution in water: Current perspectives and future directions. *ACS Omega*, *4*(4), 6709–6719.

Rahmahwati, A., Zaini, H., & Fuadi, A. (2020). *KAJIAN EFEKTIFITAS REAGEN FENTON UNTUK MENURUNKAN KONSENTRASI COD AIR LIMBAH DOMESTIK SECARA BATCH PADA METODE AOP BERBASIS H 2 O 2 Elfiana, Cut*.

Rahmatillah, A. (2023). *Analisis dan Monitoring Mikroplastik di Muara Sungai Kota Banda Aceh dan Aceh Besar*.

Rodrigues, F. G., Vieira, H. C., Campos, D., Pires, S. F. S., Rodrigues, A. C. M., Silva, L. P., Soares, A. M. V. M., Oliveira, J. M. M., & Bordalo, M. D. (2022). *racun*.

Rodrigues, M. O., Gonçalves, A. M. M., Gonçalves, F. J. M., Nogueira, H., Marques, J. C., & Abrantes, N. (2018). Effectiveness of a methodology of microplastics isolation for environmental monitoring in freshwater systems. *Ecological Indicators*, *89*(February), 488–495.

Wardani, A. F. K. (2022). Analisis Pengaruh Pemanasan Terhadap Kandungan Mikroplastik Pada Cumi-Cumi Loligo Sp Dari Pasar Larangan Candi Sidoarjo. 2003, *8.5.2017*, הארץ–2005.

Zhao, J., Ran, W., Teng, J., Liu, Y., Liu, H., Yin, X., Cao, R., & Wang, Q. (2018). Microplastic pollution in sediments from the Bohai Sea and the Yellow Sea, China. *Science of the Total Environment*, *640–641*, 637–645.