

**PENGEMBANGAN STANDAR INTERNAL UNTUK PENJAMINAN  
MUTU ANALISIS MIKROPLASTIK DALAM KERANG DARAH  
SECARA *MICROSCOPY* DAN *FTIR SPECTROSCOPY*  
MENGUNAKAN KALIUM HIDROKSIDA SEBAGAI PELARUT  
DIGESTI**

---

***DEVELOPMENT OF INTERNAL STANDARD FOR QUALITY  
INSURANCE BY MICROSCOPY AND FTIR SPECTROSCOPY  
ANALYSES OF MICROPLASTICS IN BLOOD COCKLE USING  
POTASSIUM HYDROXIDE AS DIGESTION SOLUTION***

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi sebagian dari syarat-syarat guna memperoleh gelar Sarjana

Teknologi Pangan

Oleh:

**GRACELLA HANDOYO**

**16.I1.0058**



**PROGRAM STUDI TEKNOLOGI PANGAN  
FAKULTAS TEKNOLOGI PERTANIAN  
UNIVERSITAS KATOLIK SOEGIJAPRANATA  
SEMARANG**

**2020**

## HALAMAN PENGESAHAN



Judul Tugas Akhir: : Pengembangan Standar Internal Untuk Penjaminan Mutu Analisis  
Mikroplastik Dalam Kerang Darah Secara Microscopy Dan Ftir Spectroscopy  
Menggunakan Kalium Hidroksida Sebagai Pelarut Digesti

Diajukan oleh : Gracella Handoyo

NIM : 16.I1.0058

Tanggal disetujui : 05 Mei 2020

Pembimbing 1 : Inneke Hantoro STP., M.Sc.

Pembimbing 2 : Prof. Dr. Ir. Budi Widianarko M.Sc.

Penguji 1 : Ir. Sumardi M.Sc.

Penguji 2 : Mellia Harumi M.Sc

Ketua Program Studi : Dr. Dra. Alberta Rika Pratiwi M.Si.

Dekan : Dr. Robertus Probo Yulianto Nugrahedi S.TP., M.Sc.

Halaman ini merupakan halaman yang sah dan dapat diverifikasi melalui alamat di bawah ini.

<http://sintak.unika.ac.id/skripsi/verifikasi/?id=16.I1.0058>

## PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Gracella Handoyo  
NIM : 16.11.0058  
Fakultas : Teknologi Pertanian  
Program Studi : Teknologi Pangan

Menyatakan bahwa dalam skripsi yang berjudul **“PENGEMBANGAN STANDAR INTERNAL UNTUK PENJAMINAN MUTU ANALISIS MIKROPLASTIK DALAM KERANG DARAH SECARA MICROSCOPY DAN FTIR SPECTROSCOPY MENGGUNAKAN KALIUM HIDROKSIDA SEBAGAI PELARUT DIGESTI”** ini adalah karya saya dan tidak pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di Perguruan Tinggi lain. Karya ini tidak pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah dan yang saya sebutkan dalam daftar pustaka. Apabila dikemudian hari ternyata terbukti bahwa skripsi ini sebagian atau seluruhnya adalah hasil plagiasi, maka gelar dan ijazah yang saya peroleh dinyatakan batal sesuai peraturan yang berlaku pada Universitas Katolik Soegijapranata dan atau peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Demikian pernyataan keaslian skripsi yang saya buat dan dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Semarang, 3 Februari 2020



Gracella Handoyo

16.11.0058

## RINGKASAN

Plastik dibuat untuk dapat menunjang berbagai aktivitas manusia. Maraknya penggunaan plastik menyebabkan Indonesia dinyatakan sebagai kontributor sampah plastik ke laut terbesar kedua di dunia. Jumlah plastik yang diperkirakan dapat meningkat sepuluh kali lipat di tahun 2030 menjadi fokus permasalahan. Plastik dapat terdegradasi menjadi berukuran mikro sehingga dapat dengan mudah tertelan oleh organisme laut, termasuk kerang darah karena aktivitas *filter feeding* yang dimilikinya. Hal ini dibuktikan oleh studi yang meneliti tentang paparan mikroplastik pada kerang darah di Pantai Semarang. Hampir seluruh sampel kerang darah (97-100%) mengandung mikroplastik. Namun sampai saat ini, belum ada evaluasi risiko yang valid untuk asupan mikroplastik melalui konsumsi bahan pangan hasil laut. Hal tersebut terkait dengan keragaman metode analisis mikroplastik yang belum terstandarisasi. Oleh sebab itu, penelitian ini bertujuan untuk melakukan optimalisasi digesti jaringan kerang darah dengan pelarut KOH 10%, mengembangkan standar internal untuk penjaminan mutu analisis mikroplastik secara *microscopy* dan FTIR *spectroscopy*, serta mengidentifikasi PSM dalam kerang darah. Penelitian diawali dengan pembelian kerang darah dari 5 pedagang berbeda di Pasar Kobong Semarang. Dari setiap pedagang, diambil 5 sampel yang ukurannya seragam secara acak dengan mengukur panjang cangkang dan berat jaringan terlebih dahulu. Seluruh bahan cair dibuat pada hari dilakukannya analisis dan harus disaring sebelum digunakan. Peralatan harus dibilas dengan *aquadest* dan etanol 96%, sedangkan tempat kerja disemprot dengan etanol 96% untuk mencegah kontaminasi. Pengukuran blanko (larutan dan udara) dilakukan bersama dengan jalannya prosedur analisis. *Reference material* (PE, PP, PS, PVC) diperoleh dari hasil ekstraksi *microbeads* serta gergaji gelas plastik, gabus, dan pipa paralon. Sampel yang ditambahkan dengan standar internal didigesti dengan pelarut KOH 10% 1:10 (*w/v*) pada suhu 50°C selama 24 jam. Sampel yang telah terdigesti disaring dengan kertas saring Whatman No 540. Kertas saring direndam dalam 12 ml larutan NaI 4,4 M untuk selanjutnya disonikasi, diagitasi, dan disentrifugasi hingga mikroplastik terpisah dari sisa jaringan, lalu disaring kembali. Kertas saring disimpan dalam cawan petri dan diamati dibawah mikroskop Olympus BX – 41 (40x, 100x). Standar internal diambil dengan pinset untuk dikonfirmasi dengan instrumen *micro-FTIR*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa urutan *recovery rate* tertinggi hingga terendah adalah standar internal PS>PVC>PP>PE. Tidak ada perubahan ukuran (panjang, keliling, luas) yang signifikan pada standar internal akibat digesti, kecuali luas PS. Standar internal juga tidak mengalami perubahan struktur kimia dilihat dari tingkat kemiripan yang tinggi ( $\geq 800$ ) dengan jenis polimernya. Bentuk PSM yang ditemukan pada kerang darah adalah *fragments*, *fibers*, *films* dengan jumlah terbanyak (9-53 partikel/sampel) dan ukuran terpanjang (678,2-1069,9  $\mu\text{m}$ ) adalah *fibers*.



## SUMMARY

Plastics are manufactured to support human activities. The rise of plastic usage has led Indonesia to be the second-largest contributor of plastic waste to the sea in the world. The amount of plastic that is expected to increase tenfold in 2030 is the main problem. Plastic can be degraded into micro-sized and be easily swallowed by marine organisms, including blood cockle due to its filter-feeding activity. This is evidenced by study that examined the exposure of microplastics in blood cockle on the coast of Semarang. Almost the entire samples of blood cockles (97-100%) contain microplastics. But to date, there has been no valid risk assesment for microplastics intake through seafood consumption. This is related to various methods of microplastic analysis that have not been standardized. Therefore, this research aimed to optimize the digestion of blood cockle's tissue with 10% KOH solution, to develop internal standards for quality insurance by microscopy and FTIR spectroscopy analysis for microplastics, and to identify PSM in blood cockle. The research was carried out by buying blood cockle from 5 different sellers at Kobong Market, Semarang. Five samples with a uniform size were taken randomly from each seller by measuring the length of the shells and the weight of the tissues earlier. Solutions were made on the day when the analysis was held and must be filtered before usage. Equipments used were rinsed with aquadest and 96% ethanol, while the working spot must be sprayed with 96% ethanol to prevent contamination. Measurement of blanks (solution and air) were carried out along the analysis procedure. Reference materials (PE, PP, PS, PVC) were obtained from the extracted microbeads and sawed plastic cups, corks, pipes. Internal standards were added to samples, then both were digested with 10% KOH solution in a ratio of 1 : 10 (w/v) at 50°C for 24 hours. Samples that have been digested were filtered using Whatman filter paper No. 540. The filter papers were soaked in 12 ml of 4.4 M NaI solution, followed by sonication, agitation, and centrifugation until there were no residues left, then filtered again. Filter papers were stored in petri dishes and observed under an Olympus BX – 41 microscope (40x,100x). Internal standards were picked using a tweezer to be then confirmed by micro-FTIR instrument. The results showed the highest to lowest order of internal standards' recovery rate was PS>PVC>PP>PE. There were no significant changes in internal standards' size (length, periphery, area) because of digestion, except the area of PS. Internal standards also did not undergo any changes in chemical structures seen from the high scores of similarity ( $\geq 800$ ) with the type of their polymers. The forms of PSM found in blood cockle were fragments, fibers, films with the most forms (9-53 particles/sample) and the longest size (678.2-1069.9  $\mu\text{m}$ ) were fibers.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yesus Kristus, atas hikmat dan penyertaan-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“PENGEMBANGAN STANDAR INTERNAL UNTUK PENJAMINAN MUTU ANALISIS MIKROPLASTIK DALAM KERANG DARAH SECARA *MICROSCOPY* DAN *FTIR SPECTROSCOPY* MENGGUNAKAN KALIUM HIDROKSIDA SEBAGAI PELARUT DIGESTI”** tepat pada waktu-Nya. Seluruh rangkaian penelitian dan penulisan laporan skripsi ini tentunya dapat berjalan dengan baik karena tidak terlepas oleh bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh sebab itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Tuhan Yesus Kristus atas rahmat dan kasih karunia-Nya yang diberikan kepada penulis.
2. Bapak Dr. R. Probo Y. Nugrahedhi, STP., MSc. selaku Dekan Fakultas Teknologi Pertanian, Program Studi Teknologi Pangan Universitas Katolik Soegijapranata Semarang.
3. Ibu Inneke Hantoro, STP., MSc. selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis selama persiapan dan pelaksanaan penelitian hingga penulisan laporan skripsi.
4. Bapak Prof. Dr. Ir. Budi Widianarko, M.Sc. selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis selama persiapan dan pelaksanaan penelitian hingga penulisan laporan skripsi.
5. Mas Soleh, Mbak Agatha, dan Mas Lylyx selaku laboran yang telah membantu dan mengarahkan penulis selama penelitian berlangsung.
6. Seluruh staff dan karyawan FTP yang telah membantu penulis selama pelaksanaan penelitian dan penulisan laporan skripsi hingga keperluan administrasi.
7. Papa Wihandaya, Mama Lilik Widjaja, dan adik Clarissa Pinkan Handoyo yang tidak pernah putus dalam memberikan semangat, dukungan material, maupun dukungan spiritual selama pelaksanaan penelitian dan penulisan laporan skripsi.

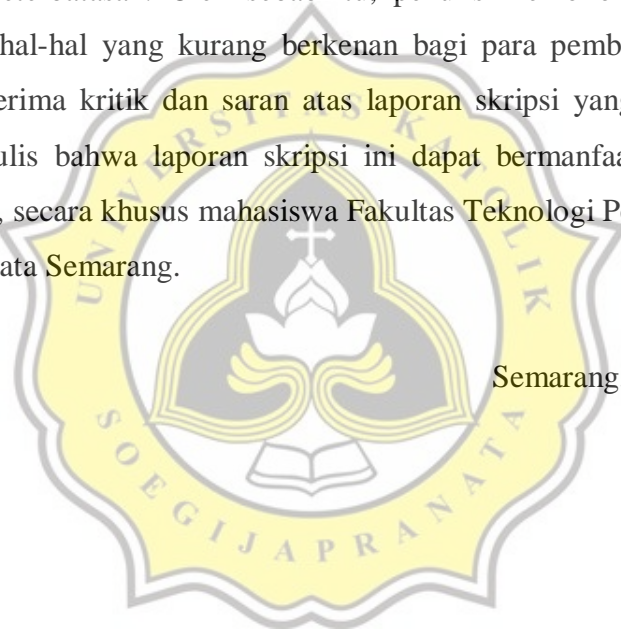
8. Djoa, Justian Evan Djohan yang selalu sedia membantu, menemani, memberikan semangat dan dukungan kepada penulis selama pelaksanaan penelitian hingga penulisan laporan skripsi berakhir.
9. Monica Novelia, Margaretha Ananda, Vanessa Marlie, Andreas Leonardo, dan Steven Caprileo selaku rekan dalam kelompok skripsi yang selalu membantu penulis selama pelaksanaan penelitian dan penulisan laporan skripsi.
10. Teman-teman FTP 16 yang selalu memberikan dukungan kepada penulis hingga laporan skripsi ini dapat terselesaikan.

Dalam penyusunan laporan skripsi ini, penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan serta keterbatasan. Oleh sebab itu, penulis memohon maaf apabila ada kesalahan ataupun hal-hal yang kurang berkenan bagi para pembaca. Penulis sangat terbuka untuk menerima kritik dan saran atas laporan skripsi yang telah disusun ini. Besar harapan penulis bahwa laporan skripsi ini dapat bermanfaat bagi pihak-pihak yang membutuhkan, secara khusus mahasiswa Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Katolik Soegijapranata Semarang.

Semarang, 18 Desember 2019

Penulis,

Gracella Handoyo



## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN .....	i
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI .....	ii
RINGKASAN .....	iii
SUMMARY.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tinjauan Pustaka.....	2
1.2.1. Kerang Darah .....	2
1.2.2. Mikroplastik .....	3
1.2.3. Analisis Mikroplastik .....	5
1.3. Tujuan Penelitian .....	8
2. MATERI DAN METODE.....	9
2.1. Pelaksanaan Penelitian .....	9
2.2. Materi .....	9
2.2.1. Alat .....	9
2.2.2. Bahan .....	9
2.3. Metode.....	10
2.3.1. Preparasi Sampel Kerang Darah .....	10
2.3.2. Preparasi Larutan.....	11
2.3.3. Penjaminan Mutu Kondisi Analisis.....	12
2.3.4. Uji Pendahuluan .....	12
2.3.5. Penelitian Utama .....	17
2.3.6. Analisis Data .....	23
3. HASIL PENELITIAN .....	24
3.1. Uji Pendahuluan.....	24
3.1.1. Hasil Pengukuran Standar Internal Sebelum Digesti .....	24
3.1.2. Hasil Konfirmasi Standar Internal Sebelum Digesti .....	25
3.1.3. Hasil Digesti Standar Internal PS dengan Pelarut KOH 10% .....	27
3.1.4. Hasil Optimalisasi Digesti Kerang Darah dengan Pelarut KOH 10% .....	28
3.2. Penelitian Utama.....	30
3.2.1. <i>Recovery Rate</i> Standar Internal pada Sampel Kerang Darah.....	30
3.2.2. Hasil Pengukuran Standar Internal Sebelum Digesti .....	31
3.2.3. Hasil Pengukuran Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Setelah Digesti.....	32
3.2.4. Perubahan Ukuran Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Sebelum dan Setelah Digesti.....	33
3.2.5. Konfirmasi Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Setelah Digesti.....	36
3.2.6. <i>Particle Suspected as Microplastic</i> (PSM) dalam Blanko, Kontrol, dan Sampel Kerang Darah.....	37



4. PEMBAHASAN .....	44
4.1. Uji Pendahuluan.....	44
4.1.1. Preparasi <i>Reference Material</i> (Standar Internal).....	44
4.1.2. Optimalisasi Digesti Kerang Darah dengan Pelarut KOH 10% .....	46
4.2. Penelitian Utama.....	47
4.2.1. <i>Recovery</i> Standar Internal pada Sampel Kerang Darah.....	47
4.2.2. Perubahan Ukuran Standar Internal pada Sampel Kerang Darah .....	48
4.2.3. Konfirmasi Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Setelah Digesti.....	48
4.2.4. <i>Particle Suspected as Microplastics</i> (PSM) dalam Kerang Darah .....	49
4.2.5. Implikasi Toksikologis dan Keamanan Pangan .....	50
5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	52
5.1. Kesimpulan.....	52
5.2. Saran.....	52
6. DAFTAR PUSTAKA.....	53
7. LAMPIRAN.....	58
7.1. Perhitungan Perubahan Panjang Standar Internal PS .....	58
7.2. <i>Recovery Rate</i> Standar Internal .....	59
7.3. Perubahan Ukuran Panjang Standar Internal.....	60
7.4. Perubahan Ukuran Keliling Standar Internal .....	63
7.5. Perubahan Ukuran Luas Standar Internal.....	66
7.6. Uji Statistik Standar Internal .....	69
7.6.1. Standar Internal PE.....	69
7.6.2. Standar Internal PP .....	70
7.6.3. Standar Internal PS .....	72
7.6.4. Standar Internal PVC.....	74
7.7. Konfirmasi Standar Internal .....	76
7.8. Pengukuran Kerang Darah .....	77
7.9. PSM pada Blanko Udara di Ruang Asam .....	78
7.10. PSM pada Blanko Udara di Ruang Mikroskop .....	79
7.11. PSM pada Blanko, Kontrol, dan Sampel Kerang Darah .....	80
7.12. Resistensi dan Sifat Fisik Poimer .....	81

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Jenis plastik berdasarkan asal dan densitasnya .....	4
Tabel 2. Klasifikasi bentuk mikroplastik .....	5
Tabel 3. Efektivitas larutan digesti KOH pada beberapa jenis <i>seafood</i> .....	7
Tabel 4. Formulasi Larutan Sampel.....	19
Tabel 5. Hasil Pengukuran Standar Internal Sebelum Digesti .....	24
Tabel 6. Hasil Konfirmasi Standar Internal Sebelum Digesti .....	25
Tabel 7. Hasil Digesti Standar Internal PS dengan Pelarut KOH 10% .....	27
Tabel 8. Hasil Optimalisasi Digesti Kerang Darah dengan Pelarut KOH 10% .....	28
Tabel 9. <i>Recovery Rate</i> Standar Internal pada Sampel Kerang Darah .....	30
Tabel 10. Hasil Pengukuran Standar Internal Sebelum Digesti .....	31
Tabel 11. Hasil Pengukuran Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Setelah Digesti .....	32
Tabel 12. Perubahan Ukuran Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Sebelum dan Setelah Digesti.....	33
Tabel 13. Konfirmasi Standar Internal pada Sampel Kerang Darah Setelah Digesti .....	36
Tabel 14. PSM dalam Blanko, Kontrol, dan Sampel Kerang Darah .....	37



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Desain Penelitian .....	10
Gambar 2. Preparasi Sampel .....	11
Gambar 3. Diagram Alir Uji Pendahuluan.....	13
Gambar 4. Standar Internal .....	14
Gambar 5. Diagram Alir Penelitian Utama .....	18
Gambar 6. Larutan Sampel Kerang Darah .....	19
Gambar 7. Peralatan Pemisahan Mikroplastik dengan Larutan NaI.....	20
Gambar 8. Klasifikasi Bentuk Mikroplastik.....	21
Gambar 9. Peralatan Observasi .....	22
Gambar 10. Peralatan Identifikasi .....	23
Gambar 11. Partikel Standar Internal Mikroplastik.....	24
Gambar 12. Spektrum Konfirmasi Standar Internal Polimer .....	25
Gambar 13. Deformasi Standar Internal dalam Sampel Kerang Darah Sebelum dan Setelah Digesti.....	34



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Perubahan Panjang Standar Internal PS.....	58
Lampiran 2. <i>Recovery Rate</i> Standar Internal.....	59
Lampiran 3. Perubahan Ukuran Panjang Standar Internal.....	60
Lampiran 4. Perubahan Ukuran Keliling Standar Internal.....	63
Lampiran 5. Perubahan Ukuran Luas Standar Internal.....	66
Lampiran 6. Uji Normalitas Standar Internal PE.....	69
Lampiran 7. Uji Non-Parametrik Standar Internal PE.....	69
Lampiran 8. Uji Normalitas Standar Internal PP.....	70
Lampiran 9. Uji Non-Parametrik Standar Internal PP.....	70
Lampiran 10. Uji Parametrik Standar Internal PP.....	71
Lampiran 11. Uji Normalitas Standar Internal PS.....	72
Lampiran 12. Uji Non-Parametrik Standar Internal PS.....	72
Lampiran 13. Uji Parametrik Standar Internal PS.....	73
Lampiran 14. Uji Normalitas Standar Internal PVC.....	74
Lampiran 15. Uji Non-Parametrik Standar Internal PVC.....	74
Lampiran 16. Uji Parametrik Standar Internal PVC.....	75
Lampiran 17. Konfirmasi Standar Internal.....	76
Lampiran 18. Pengukuran Kerang Darah.....	77
Lampiran 19. PSM pada Blanko Udara di Ruang Asam.....	78
Lampiran 20. PSM pada Blanko Udara di Ruang Mikroskop.....	79
Lampiran 21. PSM pada Blanko, Kontrol, dan Sampel Kerang Darah.....	80
Lampiran 22. Resistensi dan Sifat Fisik Polimer.....	81

