

4. PEMBAHASAN

4.1. Penelitian Pendahuluan

Pada penelitian pendahuluan dilakukan pengukuran mikroskopik standar internal mikroplastik, perubahan standar internal mikroplastik PS dengan digesti H₂O₂ 30%, serta optimasi digesti jaringan kerang darah. Hasil pengukuran mikroskopik standar internal mikroplastik menunjukkan bahwa keempat standar internal memiliki ukuran <5 mm, sehingga dapat dikategorikan sebagai mikroplastik (Lusher *et al.*, 2017). PE memiliki ukuran terkecil serta bentuk beraturan yaitu *bead*, dibandingkan dengan PS, PP, dan PVC. Hal ini dikarenakan PE diekstrak dari lulur mandi yang mengandung *scrub* berbahan PE, sehingga memungkinkan keseragaman bentuk dan ukuran. Sedangkan PS, PP, dan PVC memiliki ukuran yang relatif lebih besar dan bentuk yang tidak beraturan dikarenakan keterbatasan alat dalam proses pembuatan mikroplastik.

Pada penelitian pendahuluan ini dilakukan pula digesti pada standar internal PS untuk mengetahui dampak proses digesti menggunakan larutan H₂O₂ 30% terhadap keutuhan mikroplastik. Pemilihan PS sebagai standar internal yang diuji mengacu pada tabel resistansi berbagai jenis plastik terhadap bahan kimia pada Lampiran 11 oleh Dynalab (2019). Pada tabel tersebut (Lampiran 11) dapat diketahui bahwa plastik PS merupakan plastik yang memiliki resistensi yang buruk terhadap senyawa pengoksidasi seperti H₂O₂. Plastik PE dan PP memiliki resistansi yang terbatas, sedangkan PVC memiliki resistensi yang baik terhadap senyawa pengoksidasi. Oleh karena itu, pada penelitian pendahuluan ini digunakan PS sebagai standar internal yang diuji karena sifatnya yang paling tidak resisten dibandingkan dengan standar internal lainnya. Proses digesti mikroplastik PS menggunakan H₂O₂ 30% sebanyak 10 ml dilakukan pada suhu 65 °C selama 24 jam, 48 jam, dan 72 jam. Parameter yang digunakan untuk menilai perubahan yang terjadi pada standar internal PS adalah *recovery rate*, perubahan panjang, dan hasil skor FTIR. Hasil pengujian menunjukkan *recovery rate* yang berbeda antar waktu digesti. *Recovery rate* terendah yaitu sebesar 90% pada digesti 24 jam, sedangkan *recovery rate* tertinggi yaitu sebesar 110% pada digesti 72 jam. Adanya partikel PS yang hilang selama proses penyaringan maupun pemisahan dapat menyebabkan nilai *recovery rate* rendah. Hal ini sesuai dengan Thiele & Russell (2019) yang menyatakan bahwa partikel plastik yang

memiliki densitas rendah seperti PS dan PP memiliki potensi hilang yang tinggi. Dapat diketahui pula pada digesti 24 jam dan 48 jam terjadi penurunan panjang PS, serta pada 72 jam terjadi peningkatan ukuran panjang PS. Penambahan jumlah partikel serta pembesaran ukuran dapat disebabkan karena adanya partikel yang terpecah selama proses digesti. Hasil konfirmasi dengan FTIR menunjukkan bahwa skor kemiripan pada ketiga waktu digesti tergolong tinggi yaitu diatas 900. Maka dapat diartikan bahwa proses digesti tidak merusak integritas polimer mikroplastik. Menurut Catarino *et al* (2016), temperatur dan reaksi dengan senyawa kimia dapat merusak sifat viskoelastis plastik, namun tidak terlalu berpengaruh terhadap komposisi kimia. Oleh karena itu, saat dilakukan uji dengan FTIR senyawa penyusun plastik masih terdeteksi dengan baik.

Menurut Waddell (2018) H_2O_2 30% merupakan salah satu oksidator kuat yang dapat digunakan untuk menghancurkan jaringan *seafood*, sehingga keberadaan mikroplastik dapat terdeteksi. Pada penelitian ini dilakukan optimasi digesti jaringan kerang darah untuk mengetahui rasio jaringan:larutan H_2O_2 30% yang optimal untuk menghancurkan seluruh jaringan kerang darah. Adapun tiga rasio yang diuji yaitu 1:10, 1:20, dan 1:30 untuk kemudian diamati kejernihan larutan setiap 24 jam. Digesti dengan rasio 1:10 dapat menghancurkan jaringan kerang darah secara sempurna pada waktu 48 jam. Pada rasio 1:20 dan 1:30 jaringan kerang darah terdigesti sempurna pada waktu 24 jam dan saat digesti dilanjutkan tidak ada perbedaan yang signifikan. Oleh karena itu, rasio dan waktu digesti yang digunakan pada penelitian utama adalah 1:20 selama 24 jam. Selama proses digesti timbul *foam* berwarna putih yang dapat menghambat proses penyaringan serta pengamatan dengan mikroskop. Hal tersebut merupakan salah satu kekurangan dari larutan H_2O_2 (Catarino *et al.*, 2016).

4.2. Penelitian Utama

Pada penelitian utama dilakukan digesti jaringan kerang darah dengan H_2O_2 30% dengan perbandingan 1:20 (*w/v*) pada suhu 65°C selama 24 jam sebanyak 5 ulangan. Hasil penelitian meliputi *recovery rate* jumlah partikel standar internal, hasil pengukuran standar internal mikroplastik sebelum digesti, hasil pengukuran standar internal mikroplastik setelah digesti, perubahan ukuran standar internal mikroplastik, konfirmasi spektra standar internal mikroplastik sebelum digesti, identifikasi standar internal

mikroplastik setelah digesti, dan PSM yang ditemukan pada sampel setelah digesti. Pada penelitian ini digunakan kerang darah dikarenakan kerang darah merupakan salah satu jenis *seafood* yang banyak ditemukan di Indonesia. Sesuai dengan Griet *et al* (2015); Li *et al* (2018); Lusher *et al* (2017) kerang dapat dijadikan sebagai bioindikator dalam memonitor polusi mikroplastik karena memenuhi kriteria untuk menjadi indikator kualitas lingkungan perairan. Sifat daripada kerang darah yaitu *filter feeder* memungkinkan kontaminasi mikroplastik pada jaringan kerang darah tinggi. Mikroplastik PE, PP, PS, dan PVC digunakan sebagai standar internal pada penelitian ini. Pemilihan jenis mikroplastik tersebut dikarenakan keempat mikroplastik tersebut merupakan plastik yang banyak diproduksi dan digunakan sehari-hari (Miller *et al*, 2017).

Pengujian *recovery rate* dilakukan untuk mengetahui berapa jumlah partikel yang tersisa setelah melalui proses digesti (Munno *et al.*, 2017). Berdasarkan hasil penelitian, diketahui standar internal PE memiliki *recovery rate* terendah sebesar 56% dengan kisaran jumlah partikel terendah 2 dan tertinggi 9 partikel. Sedangkan PVC memiliki *recovery rate* tertinggi sebesar 96% dengan kisaran jumlah partikel terendah 9 dan tertinggi 10. Penurunan nilai *recovery* dapat disebabkan oleh adanya kesalahan terkait dengan proses transfer, penyaringan, dan perhitungan. Beberapa kesalahan juga dapat disebabkan karena adanya partikel yang terpecah, sehingga menyebabkan kesalahan perhitungan jumlah (Munno *et al.*, 2017). Selain itu, penggunaan H₂O₂ yang menimbulkan *foam* berwarna putih diduga dapat menurunkan nilai *recovery* (Catarino *et al.*, 2016). Partikel yang memiliki densitas rendah seperti PS dan PP memiliki potensi hilang yang lebih besar sehingga menyebabkan nilai *recovery rate* rendah (Thiele *et al.*, 2019). *Recovery rate* PE yang rendah juga dapat disebabkan karena ukuran partikel yang sangat kecil dan warna partikel putih, sehingga menyulitkan pengamatan visual pada saat proses perhitungan. Sedangkan *recovery rate* PVC tergolong tinggi karena partikel PVC memiliki ukuran yang besar serta berwarna hitam, sehingga keberadaanya mudah diidentifikasi.

Pengukuran mikroplastik yang akan ditambahkan ke dalam sampel kerang darah sebagai standar internal untuk proses digesti dilakukan untuk mengetahui apakah proses digesti mempengaruhi ukuran partikel. Parameter ukuran yang digunakan adalah panjang,

keliling, dan luas partikel. Parameter yang digunakan pada penelitian ini sesuai dengan Gago (2018) yang menyatakan bahwa pengukuran mikroplastik dapat dilakukan pada panjang, keliling, luas, dan diameter partikel. Pengukuran dilakukan menggunakan fitur pengukur pada *software* mikroskop *Olympus BX-41*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa standar internal PE memiliki ukuran yang paling kecil yakni panjang $513,12 \pm 157,74 \mu\text{m}$; keliling $1534,21 \pm 484,55 \mu\text{m}$; dan luas $139122,02 \pm 68957 \mu\text{m}^2$ dibandingkan dengan standar internal lainnya. Hal ini dapat disebabkan karena keterbatasan alat pada saat proses ekstraksi mikroplastik. Standar internal PE yang digunakan pada penelitian ini diekstrak dari lulur mandi yang mengandung *scrub* berbahan PE, sehingga ukuran partikelnya relatif kecil. Sedangkan polimer PP, PS, dan PVC diperoleh dari cup plastik, gabus, dan pipa paralon. Proses pengecilan ukuran dilakukan dengan alat gergaji, sehingga menyebabkan keterbatasan dalam memperoleh partikel yang berukuran kecil. Hasil pengukuran panjang, keliling, dan luas standar internal setelah proses digesti menunjukkan ada perubahan ukuran standar internal. Dapat diketahui PE memiliki ukuran terkecil dengan rata-rata panjang $438,17 \pm 168,31 \mu\text{m}$; keliling $1300,95 \pm 467,26 \mu\text{m}$; dan luas $104008,04 \pm 53708,15 \mu\text{m}^2$. PS memiliki ukuran terbesar dengan rata-rata panjang $1121,87 \pm 370,29 \mu\text{m}$; keliling $3286,56 \pm 1104,99 \mu\text{m}$; dan luas $548649,92 \pm 338153,63 \mu\text{m}^2$. Dapat diketahui pula deformasi standar internal mikroplastik sebelum dan sesudah digesti dengan H_2O_2 30%. Bentuk partikel sebelum dan sesudah digesti tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan.

Berdasarkan hasil pengukuran panjang, keliling, dan luas standar internal sebelum dan sesudah digesti, maka dapat dihitung besarnya perubahan ukuran yang terjadi. Pada penelitian ini dilakukan uji beda untuk mengetahui apakah terdapat perbedaan yang signifikan antara ukuran standar internal sebelum dengan sesudah digesti. Uji beda dilakukan dengan *Independent Sample T-Test* untuk data parametrik dan Mann Whitney untuk data non-parametrik. Nilai signifikansi dibawah 0,05 menandakan terdapat perbedaan ukuran yang signifikan antara sebelum dengan sesudah digesti. Hasil penelitian menunjukkan perubahan yang berbeda-beda pada tiap partikel. Terdapat partikel yang mengalami pengecilan ukuran, juga ada yang mengalami pembesaran ukuran. Berdasarkan hasil pengukuran panjang, diketahui terdapat perbedaan yang signifikan pada tingkat kepercayaan 95% ($P < 0,05$) antara panjang standar internal PE

sebelum dan sesudah digesti. Terjadi pengecilan ukuran panjang sebesar 14,61% dengan selisih sebesar 74,95 μm . Sedangkan perubahan panjang pada PP, PS, dan PVC tidak berbeda nyata secara statistik. Standar internal PP, PS, dan PVC mengalami pembesaran ukuran panjang yang relatif kecil, yakni berturut-turut 1,05%, 6,27%, dan 2,35%. Berdasarkan hasil pengukuran keliling, diketahui terdapat perbedaan yang signifikan pada tingkat kepercayaan 95% ($P < 0,05$) antara keliling polimer PE sebelum dan sesudah digesti. Terjadi pengecilan ukuran keliling sebesar 15,20% dengan selisih sebesar 233,26 μm . Standar internal PP, PS, dan PVC mengalami pembesaran ukuran keliling yang relatif kecil, yakni berturut-turut 2,21%, 1,81%, dan 1,13%. Berdasarkan hasil pengukuran luas, diketahui terdapat perbedaan yang signifikan pada tingkat kepercayaan 95% ($P < 0,05$) antara luas polimer PE sebelum dan sesudah digesti. Terjadi pengecilan ukuran luas sebesar 25,24% dengan selisih sebesar 35113,98 μm^2 . Standar internal PP mengalami pengecilan luas sebesar 4,83 %, sedangkan polimer PS dan PVC mengalami pembesaran luas sebesar 5,56% dan 1,63%. Secara keseluruhan parameter ukuran, dapat disimpulkan bahwa proses digesti secara nyata menyebabkan pengecilan ukuran pada standar internal PE, sedangkan perubahan ukuran yang terjadi pada standar internal PS, PP, dan PVC tidak berbeda signifikan secara statistik. Perubahan ukuran yang terjadi pada standar internal PE dapat disebabkan oleh beberapa hal seperti nilai *recovery* yang rendah, pengukuran terbatas pada permukaan secara 2 dimensi, dan terjadi degradasi oleh partikel PE itu sendiri.

Identifikasi mikroplastik (PE, PP, PS, dan PVC) sebagai standar internal dilakukan untuk mengetahui tingkat kemiripan mikroplastik terhadap *database*. Mikroplastik tersebut digunakan sebagai indikator untuk mengetahui apakah proses digesti menyebabkan kerusakan pada standar internal mikroplastik. Penggunaan standar internal juga dilakukan oleh (Catarino *et al.*, 2016) terhadap plastik PVC, HDPE, PET, dan Nylon untuk mengetahui perbedaan spektra polimer sebelum dan sesudah digesti. Standar minimal skor kemiripan yang dapat diterima adalah 600 (Avio *et al.*, 2015). Perubahan pada intensitas *peak* dapat terjadi karena adanya degradasi polimer oleh senyawa yang menyebabkan perubahan struktural pada senyawa penyusun polimer (Karami, Romano, Galloway, & Hamzah, 2016). Hasil identifikasi standar internal sebelum digesti menunjukkan bahwa keempat standar internal memiliki skor kemiripan dengan kisaran

846-904. Sehingga dapat diartikan bahwa standar internal yang digunakan pada penelitian ini tergolong baik. Setelah melalui proses digesti, dilakukan konfirmasi spektra polimer mikroplastik kembali untuk mengetahui apakah proses digesti dengan H_2O_2 merusak polimer. Hasil identifikasi menunjukkan skor keempat polimer berkisar antara 787 hingga 944. Maka dapat diartikan bahwa proses digesti H_2O_2 tidak merusak integritas polimer mikroplastik.

Observasi PSM dilakukan untuk mengetahui tingkat kontaminasi mikroplastik yang ada pada sampel kerang darah. Pembuatan larutan blanko serta blanko udara bertujuan untuk mengetahui keberadaan kontaminan mikroplastik pada larutan digesti H_2O_2 30% serta lingkungan kerja. Catarino *et al* (2016) menyatakan blanko merupakan prosedur analisis yang esensial untuk memonitor keberadaan kontaminan mikroplastik *fiber* di udara dan merupakan aplikasi dari *good laboratory practices*. Mikroplastik jenis *fiber* merupakan kontaminan yang paling sering ditemui. Mikroplastik ini dapat bersumber dari sirkulasi udara dan pakaian yang digunakan. Penelitian Witte *et al* (2014) menyatakan batasan kontaminan mikroplastik *fiber* di udara adalah 1,5-4,7 partikel per analisis. Oleh karena itu, keberadaan kontaminasi mikroplastik perlu diminimalisir (Yu *et al.*, 2019). Salah satu bentuk penjaminan mutu analisis untuk meminimalisir kontaminasi mikroplastik adalah penggunaan jas lab berbahan 100% katun, penutupan wadah dengan aluminium foil, pekerjaan dilakukan di dalam ruang asam untuk meminimalisir kontak dengan udara. Hasil observasi PSM menunjukkan terdapat dua bentuk mikroplastik yang ditemui yaitu fragmen dan *fiber*. Mikroplastik jenis *fiber* lebih banyak ditemui dibandingkan jenis fragmen. Rerata jumlah jenis *fiber* tertinggi adalah sebanyak 8,4 partikel pada sampel kerang darah+standar internal PVC. Sedangkan rerata jumlah jenis fragmen tertinggi adalah sebanyak 3 partikel pada sampel kontrol. Pada sampel larutan blanko, ditemukan sebanyak 1,2 partikel mikroplastik berbentuk fragmen, dan sebanyak 3,4 partikel mikroplastik berbentuk *fiber*. Observasi blanko udara dilakukan menggunakan kertas saring yang diletakkan di ruang asam dan sekitar mikroskop. Hasil observasi blanko udara menunjukkan adanya kontaminasi mikroplastik berjenis *fiber* dan fragmen. Hal ini mengindikasikan bahwa udara lingkungan kerja telah terkontaminasi oleh mikroplastik.