

**LAPORAN TESIS**

**STANDARISASI METODE DETEKSI DAN IDENTIFIKASI  
MIKROPLASTIK BERBASIS *FTIR-IMAGING MICROSCOPY*  
DENGAN PENDEKATAN *MAPPING***



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

**2022**

# LAPORAN TESIS

## STANDARISASI METODE DETEKSI DAN IDENTIFIKASI MIKROPLASTIK BERBASIS *FTIR-IMAGING MICROSCOPY* DENGAN PENDEKATAN *MAPPING*

Diajukan dalam Rangka Memenuhi  
Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Magister Teknologi Pangan



ALICE SEPTIANA DEWI  
20.I3.0007

PROGRAM MAGISTER TEKNOLOGI PANGAN  
FAKULTAS TEKNOLOGI PERTANIAN  
UNIVERSITAS KATOLIK SOEGIJAPRANATA  
SEMARANG

2022

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Alice Septiana Dewi

NIM : 20.I3.0007

Progdi / Konsentrasi : Magister Teknologi Pangan

Fakultas : Teknologi Pertanian

Dengan ini menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir dengan judul “Standarisasi Metode Deteksi dan Identifikasi Mikroplastik Berbasis *FTIR-Imaging Microscopy* dengan Pendekatan *Mapping*” tersebut bebas plagiasi. Akan tetapi bila terbukti melakukan plagiasi maka bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Semarang, 20 April 2022

Yang menyatakan,



Alice Septiana Dewi

20.I3.0007



## HALAMAN PENGESAHAN

Judul Tugas Akhir: : STANDARISASI METODE DETEKSI DAN IDENTIFIKASI  
MIKROPLASTIK BERBASIS FTIR-IMAGING MICROSCOPY DENGAN  
PENDEKATAN MAPPING

Diajukan oleh : Alice Septiana Dewi

NIM : 20.I3.0007

Tanggal disetujui : 20 April 2022

Telah setujui oleh

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

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

Pengaji 1 : Dr. Ir. Bernadeta Soedarini M.P.

Pengaji 2 : Dr. Ir. Christiana Retnaningsih M.P.

Ketua Program Studi : Dr. Ir. Christiana Retnaningsih M.P.

Dekan : Dr., Dra. Laksmi Hartayanie, M.P.

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

[sintak.unika.ac.id/skripsi/verifikasi/?id=20.I3.0007](http://sintak.unika.ac.id/skripsi/verifikasi/?id=20.I3.0007)

## **HALAMAN PERNYATAAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Alice Septiana Dewi

Program Studi : Magister Teknologi Pangan

Fakultas : Teknologi Pertanian

Jenis Karya : Penelitian

Menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Katolik Soegijapranata Semarang Hak Bebas Royalti Nonekslusif atas karya ilmiah yang berjudul “Standarisasi Metode Deteksi dan Identifikasi Mikroplastik Berbasis *FTIR-Imaging Microscopy* dengan Pendekatan *Mapping*” beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Nonekslusif ini Universitas Katolik Soegijapranata berhak menyimpan, mengalihkan media/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir ini selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis / pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Semarang, 20 April 2022

Yang menyatakan,



Alice Septiana Dewi

## KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Tuhan yang Maha Esa atas berkat rahmat dan karunia-Nya, Penulis dapat menyelesaikan laporan tesis yang berjudul “Standarisasi Metode Deteksi dan Identifikasi Mikroplastik Berbasis *FTIR-Imaging Microscopy* dengan Pendekatan *Mapping*” dengan baik dan tepat waktu. Penyelesaian laporan tesis ini merupakan salah satu syarat guna memperoleh gelar Magister Teknologi Pangan di Universitas Katolik Soegijapranata Semarang.

Tentunya dalam penulisan laporan tesis ini terdapat berbagai hambatan dan kesulitan. Namun, atas berkat dukungan dari berbagai pihak, maka Penulis dapat menyelesaikan laporan tesis ini. Sehingga pada kesempatan ini, Penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada :

1. Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan kesempatan untuk dapat berdinamika dalam topik tesis ini, berkat yang melimpah, dan penyertaan-Nya hingga terselesaiannya laporan tesis ini.
2. Ibu Inneke Hantoro, S.TP., M.Sc. dan Bapak Prof. Dr. Ir. Budi Widianarko, M.Sc. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan kesempatan dan kepercayaan untuk dapat berdinamika dan berkembang selama menjalani penelitian topik tesis ini, yang telah meluangkan banyak waktu dan tenaga dalam mengarahkan penulis dari awal penyusunan proposal tesis, pengumpulan data, hingga terselesaiannya penyusunan laporan tesis.
3. Ibu Dr., Dra. Laksmi Hartayanie, M.P. selaku dekan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Katolik Soegijapranata Semarang.
4. Seluruh Staff Administrasi Fakultas Teknologi Pertanian yang telah membantu dalam urusan administrasi mulai dari awal pendaftaran ujian proposal, ujian tesis, hingga terselesaiannya laporan tesis.
5. Orang tua dan keluarga penulis yang telah memberi doa serta semangat yang mendukung kepada penulis mulai dari awal kuliah hingga terselesaiannya laporan tesis.
6. Mas Sholeh, Mbak Agatha, dan Pak Surono yang telah banyak membantu dalam urusan penelitian selama di laboratorium.
7. Irmadella Rana Nathania selaku teman seperjuangan mulai dari awal penelitian hingga terselesaiannya laporan tesis ini.
8. Felicia, Christian Nathaniel H. D., Daniel Fran's J. T., Mikaela Kirana, dan seluruh teman FTP yang tidak bisa disebutkan satu per satu tetapi selalu selalu menginspirasi, meneman, dan mendukung.

Dalam penyusunan laporan tesis ini, Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, Penulis mengharapkan adanya berbagai kritik dan saran yang bersifat membangun. Akhir kata, Penulis berharap laporan ini dapat bermanfaat dan memberikan pengetahuan bagi para pembaca dan semua pihak.

Semarang, 20 April 2022



Alice Septiana Dewi



## RINGKASAN

Urgensi permasalahan mikroplastik telah mendorong perkembangan pesat dari studi ilmiah terkait dengan mikroplastik selama lima tahun terakhir. Namun, hingga saat ini data hasil studi mikroplastik belum dapat dikuantifikasi secara valid dan metode deteksi serta identifikasi masih sangat beragam. Keragaman tersebut mencakup antara lain variasi metode pengambilan sampel, ekstraksi, kuantifikasi, dan identifikasi serta penjaminan mutu analisis. Metode yang beragam menimbulkan kesulitan dalam perbandingan studi mikroplastik dan dalam menilai kevalidan data yang dihasilkan dan risiko mikroplastik. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) spektroskopi merupakan metode deteksi dan identifikasi yang dinilai memberikan hasil yang dapat diandalkan dan telah dipakai oleh banyak studi. Metode spektroskopi FTIR dapat dikelompokkan menjadi beberapa jenis seperti, *attenuated total reflectance* FTIR (ATR-FTIR), mikro-FTIR ( $\mu$ -FTIR), dan *focal plane array* FTIR (FPA-FTIR). Metode spektroskopi mikro-FTIR merupakan metode dengan sinar infra merah yang banyak digunakan untuk deteksi dan identifikasi jenis polimer mikroplastik. Hal ini dikarenakan mikro-FTIR memiliki keunggulan yaitu setiap polimer memiliki spektrum sidik jari (*fingerprints*) yang dapat dibedakan dari bahan alami. Namun, mikro-FTIR juga memiliki kelemahan yaitu akurasi yang rendah untuk mengidentifikasi mikroplastik yang berukuran sangat kecil ( $<10 \mu\text{m}$ ) dan partikel yang diduga mikroplastik harus dipilih secara visual oleh operator yang dapat menimbulkan bias dalam analisis. Standarisasi metode deteksi dan identifikasi perlu dilakukan agar waktu analisis menjadi lebih cepat tanpa mengurangi akurasi dan validitas data. Oleh sebab itu, untuk mengatasi hal ini deteksi dan identifikasi mikroplastik dengan mikro-FTIR dengan pendekatan *mapping (area analysis)* dapat dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk menetapkan nilai optimum dua faktor, yaitu *aperture* dan jumlah pemindaian yang dapat mempengaruhi akurasi hasil deteksi dan identifikasi mikroplastik dengan menggunakan mikro-FTIR berbasis pendekatan *mapping*. Variabel bebas yang dioptimalkan adalah *aperture* (luasan bidang pendekatan) dan jumlah pemindaian. Penelitian dibagi menjadi 2 tahap, dengan tahap pertama dilakukan pada 2 jenis *reference material* (RM) mikroplastik dengan bentuk *aqueous solution* dengan konsentrasi tertentu. Kedua RM mikroplastik meliputi polistiren (PS) dan poliamida (PA). Tahap kedua dilakukan pada 4 jenis *internal standard* (IS) mikroplastik, yaitu sampel mikroplastik yang dibuat sendiri di laboratorium dari bahan wadah plastik kemasan makanan, pipa pralon, dan senar pancing. Keempat IS mikroplastik meliputi polistiren (PS), poliamida (PA), polipropilen (PP), dan polivinil klorida (PVC). Penelitian ini menunjukkan bahwa hanya variabel bebas *aperture* yang menghasilkan titik optimum untuk menentukan skor kesamaan hasil deteksi dan identifikasi menggunakan spektroskopi mikro-FTIR dengan pendekatan *mapping*. Titik optimum variabel bebas *aperture* terdapat pada *aperture*  $71 \times 71$  hingga  $84 \times 84 \mu\text{m}$ . Penggunaan *aperture*  $5 \times 5 \mu\text{m}$  menghasilkan hasil skor kesamaan yang paling rendah. Variabel bebas jumlah pemindaian tidak menghasilkan titik optimum terhadap hasil skor kesamaan, kecuali pada sampel IS PA yaitu jumlah pemindaian 55.

## SUMMARY

The urgency of the problem of microplastics has prompted the rapid development of scientific studies related to microplastics over the past five years. However, until now the data from the study of microplastics can not be validly quantified and the detection and identification methods are still very diverse. Variations in sampling, extraction, quantification, and assessment as well as quality assurance of analysis are still obstacles to obtaining valid results. The diverse methods present difficulties in comparative studies of microplastics and in assessing the validity of the resulting data and the risks of microplastics. Fourier Transform Infra Red (FTIR) spectroscopy is a discovery and assessment that is considered reliable and used by many studies. FTIR spectroscopy methods can be of several types such as, attenuated total reflectance FTIR (ATR-FTIR), micro-FTIR ( $\mu$ -FTIR), and focal plane array FTIR (FPA-FTIR). Micro-FTIR spectroscopy method is a method with infrared light which is widely used to detection and identification the type of microplastic polymer. This is because micro-FTIR has the advantage that each polymer has a fingerprint spectrum that can be distinguished from natural materials. However, micro-FTIR also has low accuracy for identifying very small microplastics ( $<10\text{ }\mu\text{m}$ ) and the forgotten particles of microplastics must be selected visually by the operator which may introduce bias in the analysis. Standardization of the detection and identification method needed to be done so that the time becomes faster without reducing the accuracy and validity of the data. Therefore, to overcome this problem detection and identification microplastics with micro-FTIR with a mapping approach (area analysis) can be done. This study aims to determine the optimal value of two factors, namely aperture and number of scans that can affect the accuracy of detection and identification results and microplastics using mapping-based micro-FTIR. The optimized independent variables are aperture (area of detection) and number of scans. The study was divided into 2 stages, the first stage was carried out on 2 types of microplastic reference material (RM) in the form of a water solution with a certain concentration. The two RM microplastics include polystyrene (PS) and polyamide (PA). The second stage was carried out on 4 types of internal standard (IS) of microplastics, namely samples of microplastics made by themselves in the laboratory from plastic food packaging materials, pralon pipes, and fishing line. The four IS microplastics include polystyrene (PS), polyamide (PA), polypropylene (PP), and polyvinyl chloride (PVC). This study shows that only the aperture independent variable can produce the optimal point to determine similarity score the detection and identification microplastics using micro-FTIR spectroscopy with a mapping approach. The optimum point of the aperture independent variable is the aperture of  $71 \times 71$  to  $84 \times 84\text{ }\mu\text{m}$ . The use of an aperture of  $5 \times 5\text{ }\mu\text{m}$  resulted in the lowest similarity score. The independent variable number of scans did not produce an optimal point for the similarity score results, except for the IS PA sample, namely the number of scans of 55.

## DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	i
RINGKASAN .....	iii
SUMMARY .....	iv
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	viii
DAFTAR LAMPIRAN .....	ix
1. PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tinjauan Pustaka.....	3
1.2.1. Plastik.....	3
1.2.2. Mikroplastik .....	4
1.2.3. Analisis Mikroplastik dan Masalah Standarisasi.....	6
1.2.4. Deteksi dan Identifikasi Mikrosplastik Menggunakan Mikro-FTIR <i>Mapping</i> .	10
1.2.5. Faktor yang Mempengaruhi Spektra Pada Mikro-FTIR Berbasis <i>Mapping</i> ....	16
1.2.6. <i>Response Surface Methodology</i> (RSM) .....	17
1.3. Tujuan .....	20
2. MATERI DAN METODE .....	21
2.1. Ruang Lingkup Penelitian.....	21
2.2. Alat.....	21
2.3. Bahan .....	21
2.4. Metode.....	22
2.4.1. Desain Konseptual.....	22
2.4.2. Pengendalian Mutu .....	23
2.4.3. Preparasi Sampel RM Mikroplastik .....	23
2.4.4. Pembuatan Sampel IS Mikroplastik .....	24

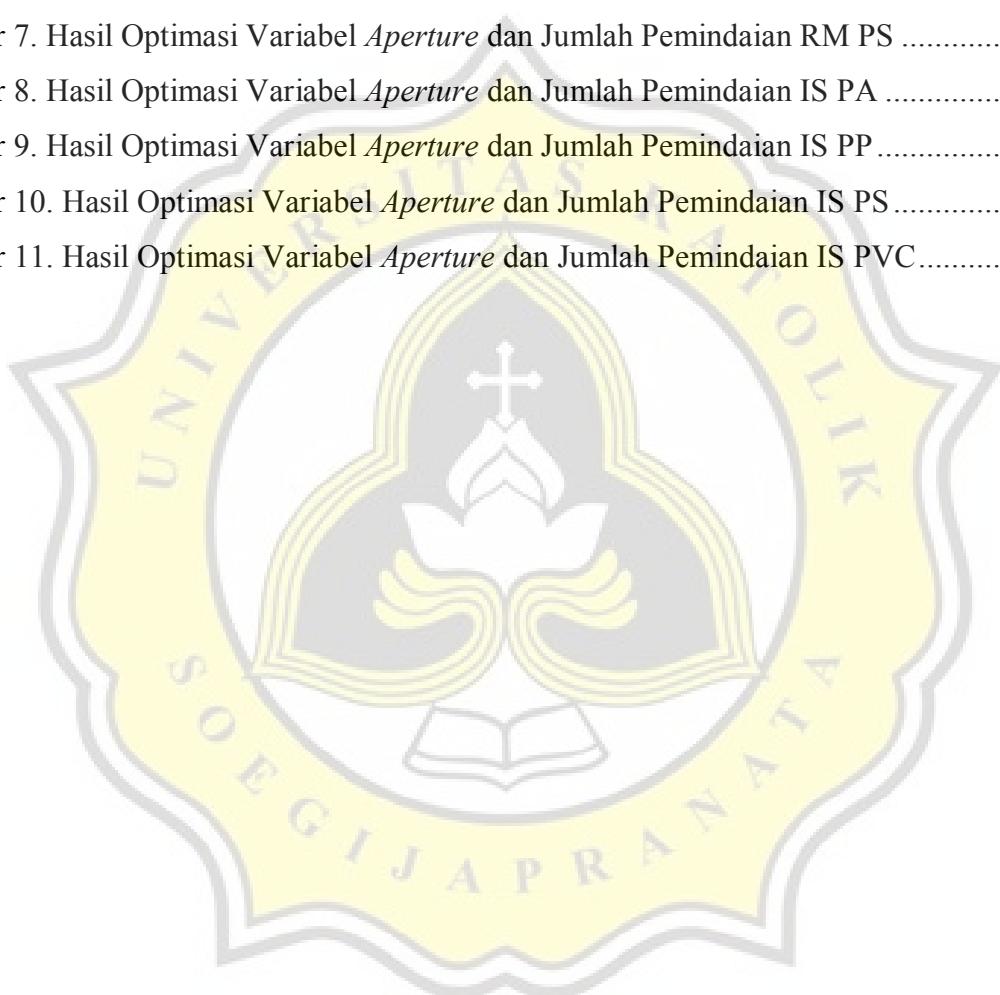
2.4.5. Optimasi Deteksi dan Identifikasi Mikroplastik dengan mikro-FTIR Menggunakan Metode RSM.....	27
2.4.6. Analisis Data.....	29
3. HASIL PENELITIAN.....	31
3.1. Hasil Pengukuran dengan Mikroskop .....	31
3.2. Hasil Pengukuran dengan Mikro-FTIR.....	38
3.3. Spektra Mikro-FTIR .....	39
3.4. Hasil Uji RSM .....	43
3.4.1. RM PA.....	43
3.4.2. RM PS.....	45
3.4.3. IS PA .....	47
3.4.4. IS PP .....	49
3.4.5. IS PS .....	51
3.4.6. IS PVC.....	53
3.5. Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian Optimal Berdasarkan RSM .....	56
4. PEMBAHASAN .....	61
4.1. Ukuran Mikroplastik .....	61
4.2. Faktor yang Berpengaruh terhadap Hasil Skor Kesamaan pada Mikro-FTIR .....	62
4.3. Sidikjari Polimer pada Mikro-FTIR .....	64
4.4. Pengaruh Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian terhadap Hasil Skor Kesamaan pada Mikro-FTIR Berdasarkan RSM .....	66
4.5. Titik Optimal <i>Aperture</i> Berdasarkan Hasil RSM .....	67
5. KESIMPULAN DAN SARAN .....	69
6. DAFTAR PUSTAKA .....	70
7. LAMPIRAN .....	79
7.1. Tabel.....	79
7.2. Gambar .....	88

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Densitas Berbagai Jenis Polimer .....	5
Tabel 2. Rangkuman Metode Analisis Mikroplastik .....	7
Tabel 3. Sidik Jari Polimer Pada FTIR .....	13
Tabel 4. Jenis Desain RSM .....	18
Tabel 5. Perlakuan Khusus untuk Sampel RM Mikroplastik .....	23
Tabel 6. Hasil Pengecekan Bahan Utuh IS.....	24
Tabel 7. Pembuatan Sampel IS Mikroplastik .....	26
Tabel 8. Pasangan perlakuan <i>aperture</i> dan jumlah pemindaian untuk penelitian pendahuluan .....	27
Tabel 9. Hasil <i>aperture</i> dari penelitian pendahuluan .....	27
Tabel 10. Hasil jumlah pemindaian dari penelitian pendahuluan.....	28
Tabel 11. Pasangan perlakuan <i>aperture</i> dan jumlah pemindaian untuk penelitian utama yang diterapkan pada mikro-FTIR .....	28
Tabel 12. Ukuran Partikel Sampel RM dan IS .....	31
Tabel 13. Citra Mikroskop Partikel Sampel RM dan IS .....	32
Tabel 14. Skor Kesamaan Sampel RM dan IS berdasarkan Mikro-FTIR.....	38
Tabel 15. Spektra Mikro-FTIR Sampel RM dan IS.....	39
Tabel 16. Hasil Koefisien Regresi RM PA .....	43
Tabel 17. Hasil ANOVA RM PA .....	44
Tabel 18. Hasil Koefisien Regresi RM PS .....	45
Tabel 19. Hasil ANOVA RM PS .....	46
Tabel 20. Hasil Koefisien Regresi IS PA .....	47
Tabel 21. Hasil ANOVA IS PA.....	48
Tabel 22. Hasil Koefisien Regresi IS PP.....	49
Tabel 23. Hasil ANOVA IS PP .....	50
Tabel 24. Hasil Koefisien Regresi IS PS .....	51
Tabel 25. Hasil ANOVA IS PS .....	52
Tabel 26. Hasil Koefisien Regresi IS PVC .....	53
Tabel 27. Hasil ANOVA IS PVC .....	54
Tabel 28. Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian Optimal Berdasarkan RSM.....	56
Tabel 29. Kekuatan Titik Sonikator .....	61

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Alat FTIR .....	10
Gambar 2. Mode Getaran Pada Molekul di FTIR, <i>stretching</i> (a); <i>bending</i> (b) .....	10
Gambar 3. Mode Getaran <i>Stretching, symmetric</i> (a); <i>asymmetric</i> (b) .....	11
Gambar 4. Mode Getaran <i>Bending</i> .....	11
Gambar 5. Desain Konseptual Penelitian.....	22
Gambar 6. Hasil Optimasi Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian RM PA.....	45
Gambar 7. Hasil Optimasi Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian RM PS .....	47
Gambar 8. Hasil Optimasi Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian IS PA .....	49
Gambar 9. Hasil Optimasi Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian IS PP .....	51
Gambar 10. Hasil Optimasi Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian IS PS .....	53
Gambar 11. Hasil Optimasi Variabel <i>Aperture</i> dan Jumlah Pemindaian IS PVC.....	55



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil FTIR RM PA – PTFE 1 .....	79
Lampiran 2. Hasil FTIR RM PA – PTFE 2 .....	79
Lampiran 3. Hasil FTIR RM PA – PTFE 3 .....	80
Lampiran 4. Hasil FTIR RM PS – PTFE 1 .....	80
Lampiran 5. Hasil FTIR RM PS – PTFE 2 .....	81
Lampiran 6. Hasil FTIR RM PS – PTFE 3 .....	81
Lampiran 7. Hasil FTIR IS PA – PTFE 1 .....	82
Lampiran 8. Hasil FTIR IS PA – PTFE 2 .....	82
Lampiran 9. Hasil FTIR IS PA – PTFE 3 .....	83
Lampiran 10. Hasil FTIR IS PP – PTFE 1 .....	83
Lampiran 11. Hasil FTIR IS PP – PTFE 2 .....	84
Lampiran 12. Hasil FTIR IS PP – PTFE 3 .....	84
Lampiran 13. Hasil FTIR IS PS – PTFE 1 .....	85
Lampiran 14. Hasil FTIR IS PS – PTFE 2 .....	85
Lampiran 15. Hasil FTIR IS PS – PTFE 3 .....	86
Lampiran 16. Hasil FTIR IS PVC – PTFE 1 .....	86
Lampiran 17. Hasil FTIR IS PVC – PTFE 2 .....	87
Lampiran 18. Hasil FTIR IS PVC – PTFE 3 .....	87
Lampiran 19. Sampel RM PA dan RM PS .....	88
Lampiran 20. Proses Sonikasi .....	88
Lampiran 21. Mikroskop “Olympus” BX41 yang Terintegrasi dengan Sistem Komputer ....	89
Lampiran 22. Mikro-FTIR IRTtracer-100 dan AIM-9000 .....	89
Lampiran 23. Potongan Utuh Sebelum dan Sesudah Sonikasi IS PA .....	89
Lampiran 24. Potongan Utuh Sebelum dan Sesudah Sonikasi IS PP .....	90
Lampiran 25. Potongan Utuh Sebelum dan Sesudah Sonikasi IS PS .....	90
Lampiran 26. Potongan Utuh Sebelum dan Sesudah Sonikasi IS PVC .....	90
Lampiran 27. Hasil Mapping RM PA .....	91
Lampiran 28. Hasil Mapping RM PS .....	92
Lampiran 29. Hasil Mapping IS PA .....	93
Lampiran 30. Hasil Mapping IS PP .....	94
Lampiran 31. Hasil Mapping IS PS .....	95
Lampiran 32. Hasil Mapping IS PVC .....	96

Lampiran 33. Hasil Kemiripan Spektra Potongan Utuh IS PA .....	96
Lampiran 34. Hasil Kemiripan Spektra IS PA Setelah Sonikasi.....	97
Lampiran 35. Hasil Kemiripan Spektra Potongan Utuh IS PP.....	97
Lampiran 36. Hasil Kemiripan Spektra IS PP Setelah Sonikasi .....	97
Lampiran 37. Hasil Kemiripan Spektra Potongan Utuh IS PS.....	98
Lampiran 38. Hasil Kemiripan Spektra IS PS Setelah Sonikasi .....	98
Lampiran 39. Hasil Kemiripan Spektra Potongan Utuh IS PVC.....	98
Lampiran 40. Hasil Kemiripan Spektra IS PVC Setelah Sonikasi .....	99

