4. PEMBAHASAN

4.1. Ukuran Mikroplastik

Berdasarkan Tabel 12. di atas, dapat dilihat bahwa ukuran sampel RM mikroplastik menghasilkan ukuran yang sangat bervariasi. Pada sampel RM PA, dihasilkan rata-rata ukuran partikel merupakan 33,24 ± 8,06 µm. Hal ini telah sesuai dengan klaim kemasan dari RM PA yang mengatakan bahwa rata-rata ukuran partikelnya berkisar antara 23-30 µm. Sedangkan pada sampel RM PS, rata-rata ukuran partikel adalah 351,13 ± 216,56 µm. Hal ini tidak sesuai dengan klaim kemasan dari RM PS yang mengatakan bahwa ukuran maksimal partikelnya merupakan 100 µm.

Berdasarkan Tabel 12. juga dapat dilihat bahwa ukuran sampel IS mikroplastik yang dibuat sendiri dengan metode sonikasi juga menghasilkan ukuran partikel yang sangat bervariasi. Perbedaan ukuran sampel IS mikroplastik dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti suhu, daya, frekuensi, dan waktu sonikasi (Kovačević *et al*., 2019). Selain itu, pada penelitian ini juga terdapat faktor yang berpengaruh pada variasi ukuran sampel IS mikroplastik, yaitu posisi peletakkan botol duran pada sonikator. Terdapat 4 titik yang digunakan untuk setiap sampel IS (3 titik untuk sampel dan 1 titik untuk blanko). Berdasarkan hasil penelitian dengan menggunakan *aluminium foil* dengan bentuk dan berat yang sama yang dimasukkan ke dalam botol duran, masing-masing titik memiliki kekuatan yang berbeda. Kekuatan titik sonikator dapat dilihat pada Tabel 29.

Tabel 29. Kekuatan Titik Sonikator

Waktu dan Suhu Sonikasi	Titik 1	Titik 2	Titik 3	Titik 4
1 jam ; 42°C	-	+++	-	-
2 jam ; 46°C	-	++++++	+	-
3 jam ; 47°C	+	++++++	+++	-

Keterangan :

- : *aluminium foil* belum hancur sama sekali
+ : *aluminium foil* sedikit berlubang
+++ : *aluminium foil* sudah hancur
++++++ : *aluminium foil* sudah sangat hancur (berbentuk serpihan)

Rata-rata ukuran partikel terkecil merupakan 69,17 ± 64,59 µm yang didapatkan dari sampel IS PVC. Sedangkan, rata-rata ukuran partikel terbesar merupakan 539,17 ± 463,36 µm yang didapatkan dari sampel IS PA. Oleh sebab itu, semua sampel IS yang dibuat sendiri di laboratorium milik Unika Soegijapranata berhasil memenuhi syarat ukuran mikroplastik, yaitu berkisar antara 1 hingga 5000 µm (Frias & Nash, 2019). Selain itu, hasil yang didapatkan juga telah sesuai dengan teori bahwa polimer PA merupakan polimer yang paling susah terfragmentasi sehingga menghasilkan rata-rata ukuran partikel yang terbesar. Pada dasarnya setiap polimer yang tidak membentuk gel (seperti PA) dalam larutan alkali dapat terfragmentasi melalui sonikasi alkali tetapi hidrolisabilitas dan sifat mekanik polimer mempengaruhi ukuran dan jumlah fragmen (von der Esch *et al.*, 2020).

Metode sonikasi merupakan metode yang telah banyak digunakan untuk memperluas distribusi ukuran berbagai polimer (Davranche *et al*., 2019). Metode sonikasi juga bertujuan untuk memfragmentasi polimer secara in situ dalam suspensi alkali. Setelah disonikasi, sampel IS juga mengalami perubahan bentuk terutama pada bagian permukaan. Hal ini disebabkan oleh adanya pembentukan oksigen reaktif dalam larutan ketika ada donor elektron, sehingga sonikasi secara signifikan dapat mengubah karakteristik sampel, seperti bentuk morfologi permukaan (von der Esch *et al.*, 2020).

4.2. Faktor yang Berpengaruh terhadap Hasil Skor Kesamaan pada Mikro-FTIR

Deteksi dan identifikasi mikroplastik dengan mikro-FTIR dilakukan ketika energi awal pada alat mikro-FTIR sudah mencapai 90. *Library data base* yang digunakan pada penelitian ini, yaitu "T-Polymer2" dan "IRs Polymer2" untuk sampel RM PA, RM PS, IS PS, dan IS PVC. Sedangkan, untuk sampel IS PA dan IS PP menggunakan 4 *library data base*, yaitu "T-Polymer2", "IRs Polymer2", "Thermal-Damaged Plastics", dan "UV-Damaged Plastics". Hal ini dilakukan supaya dapat diperoleh hasil skor kesamaan yang lebih stabil dan akurat. *Setting* detail mengenai alat mikro-FTIR yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. *Microscope setting*
    - *Optical mode* : *reflection*

2. *Parameter Settings*
   - *Resolution* : *High resolution* (4)
   - *Measurement Mode* : *%Transmission*
3. *Register Measurement Points*
   - *Area*
4. BKG *registration*
   - *Measure every time*
5. *Ranges* : 700-4000 cm^{-1}
6. *Detector* : MCT

Berdasarkan Tabel 14. di atas, dapat kita lihat bahwa hasil skor kesamaan FTIR pada semua sampel memiliki hasil rata-rata tertinggi pada *aperture* 60x60 µm, kecuali pada sampel IS PVC yaitu pada *aperture* 100x100 µm. *Aperture* merupakan bukaan diafragma yang menentukan ukuran dan bentuk sinar inframerah menuju sampel. Selain itu, *aperture* juga berfungsi sebagai penghalang cahaya yang menyimpang sehingga sinar inframerah dapat tepat mengenai sampel (Smith, 2011). Penggunaan *aperture* 5x5 µm menghasilkan rata-rata skor kesamaan yang terendah. Hal ini telah sesuai dengan teori bahwa penggunaan *aperture* di bawah 10x10 µm menghasilkan spektra yang kurang baik (Wellner, 2013). Ukuran *aperture* yang terlalu kecil dapat menyebabkan intensitas sinar inframerah dan difraksi meningkat. Selain itu, penggunaan *aperture* yang kecil juga dapat menurunkan kecerahan (yaitu kerapatan fluks foton rendah) sehingga menghasilkan rasio *signal-to-noise* (S/N) yang rendah dan kualitas spektra juga akan buruk (Vongsvivut *et al.*, 2019).

Berdasarkan Tabel 14. di atas, juga dapat kita lihat bahwa hasil skor kesamaan FTIR pada semua sampel memiliki hasil rata-rata tertinggi pada jumlah pemindaian 65, kecuali pada sampel IS PVC yaitu pada jumlah pemindaian 40. Jumlah pemindaian merupakan jumlah pergerakan cermin untuk mengukur interferogram menggunakan interferometer Michelson. Interferogram yang terukur saat pemindaian merupakan *fourier* yang ditransformasikan menuju sampel untuk menghasilkan spektra rata (Smith, 2011). Selain itu, dapat dilihat juga bahwa semakin banyak jumlah pemindaian, maka hasil rata-rata skor kesamaan juga semakin tinggi. Oleh sebab itu, hasil yang didapatkan pada penelitian

ini sudah sesuai dengan teori, bahwa ketika semakin banyak jumlah pemindaian maka hasil spektra rata-rata akan semakin akurat (Smith, 2011).

4.3. Sidikjari Polimer pada Mikro-FTIR

Berdasarkan Tabel 15. di atas, dapat dilihat bahwa setiap sampel memiliki puncak spektra dan gugus fungsi yang berbeda-beda. Pada sampel RM PA menghasilkan 6 gugus fungsi dengan 11 puncak spektrum yaitu N-H *stretching* (3294,42), C-H *stretching* (2931,80; 2856,58), C=O *stretching* (1656,85; 1643,35; 1631,78), CH_2 *bending* (1465,90; 1369,46; 1193,94), N-H *bending*; C-N *stretching* (1271,09), dan C-O-C (1222,87). Hasil gugus fungsi RM PA yang dihasilkan telah sesuai dengan teori. Namun, untuk hasil puncak spektrum RM PA yang dihasilkan beberapa mengalami pergeseran sedikit dan untuk puncak spektrum 1530 tidak muncul pada RM PA (Hsiao & Huang, 2002; Jung *et al*., 2018; Lobo & Bonilla, 2003).

Sampel RM PS menghasilkan 3 gugus fungsi dengan 10 puncak spektrum yaitu *aromatic* C-H *stretching* (3082,25; 3061,03; 3026,31; 1602, 85; 1583,56; 1492,90; 759,95), C-H *stretching reflects* (2924,09; 2850,79), dan C=C (964,41). Beberapa gugus fungsi tidak muncul dan beberapa puncak spektrum RM PS yang dihasilkan mengalami pergeseran sedikit. Gugus fungsi dan puncak spektrum yang tidak muncul merupakan CH_2 *bending* (1451), *aromatic* C-H *bending* (1027), *aromatic* C-H *out of plane bending* (694), dan *aromatic ring out of plane bending* (537) (Ashraf, 2014; Asensio *et al.*, 2009; Jung *et al*., 2018; Lobo & Bonilla, 2003; Mecozzi *et al*., 2016; Noda *et al*., 2007).

Pada sampel IS PA menghasilkan 6 gugus fungsi dengan 10 puncak spektrum yaitu N-H *stretching* (3294,42), C-H *stretching* (2931,80; 2862,36), C=O *stretching* (1649,14; 1631,78), N-H *bending*; C-N *stretching* (1529,55; 1280,73), CH_2 *bending* (1463,97; 1371,39), dan C-O-C (1211,30). Hasil gugus fungsi IS PA yang dihasilkan telah sesuai dengan teori. Namun, untuk hasil puncak spektrum IS PA yang dihasilkan beberapa mengalami pergeseran sedikit dan untuk puncak spektrum 1199 tidak muncul pada IS PA (Hsiao & Huang, 2002; Jung *et al*., 2018; Lobo & Bonilla, 2003).

Sampel IS PP menghasilkan 4 gugus fungsi dengan 7 puncak spektrum yaitu CH_2 *symmetric* (2839,22; 1454,33), C-CH_3 *symmetric* (1377,17), C-CH_3 *rocking* (1168,86; 997,20; 974,05), dan C-CH_3 *stretching* (840,96). Beberapa gugus fungsi tidak muncul dan beberapa puncak spektrum IS PP yang dihasilkan mengalami pergeseran sedikit. Gugus fungsi dan puncak spektrum yang tidak muncul merupakan CH_3 *symmetric* (2952) dan CH_2 *asymmetric* (2917) (Asensio *et al*., 2009; Gopanna *et al*., 2019; Jung *et al.*, 2018; Lobo & Bonilla, 2003; Mecozzi *et al*., 2016; Noda *et al.*, 2007).

Sampel IS PS menghasilkan 3 gugus fungsi dengan 16 puncak spektrum yaitu *aromatic* C-H *stretching* (3103,46; 3082,25; 3061,03; 3026,31; 3003,17; 1600,92; 1583,56; 1558,48; 1539,20; 1525,69; 1516,05; 1492,90; 758,02), C-H *stretching reflects* (2924,09; 2850,79), dan C=C (964,41). Beberapa gugus fungsi tidak muncul dan beberapa puncak spektrum IS PS yang dihasilkan mengalami pergeseran sedikit. Gugus fungsi dan puncak spektrum yang tidak muncul merupakan CH_2 *bending* (1451), *aromatic* C-H *bending* (1027), *aromatic* C-H *out of plane bending* (694), dan *aromatic ring out of plane bending* (537) (Ashraf, 2014; Asensio *et al.*, 2009; Jung *et al*., 2018; Lobo & Bonilla, 2003; Mecozzi *et al*., 2016; Noda *et al*., 2007).

Sampel IS PVC menghasilkan 5 gugus fungsi dengan 7 puncak spektrum yaitu CH_2 *scissors* (1435,04; 1429,25), C-H *bending* (1330,88; 1255,66), C-C *stretching* (1097,50), CH_2 *rocking* (968,27), dan C-Cl *stretching* (704,02). Gugus fungsi yang dihasilkan telah sesuai dengan teori, hanya saja beberapa puncak spektrum IS PVC yang dihasilkan mengalami pergeseran sedikit (Jung *et al*., 2018; Lobo & Bonilla, 2003; Noda *et al*., 2007).

Teknik yang paling umum digunakan untuk mengevaluasi vibrasi spektra mikroplastik merupakan *library searching* (Renner *et al.*, 2017). Prinsip *library searching* merupakan setiap zat akan terhubung ke spektra getaran yang sangat khas, yang disebut "sidik jari". Oleh sebab itu, spektra sampel yang tidak diketahui akan dibandingkan dengan pustaka spektra referensi (Galgani *et al*., 2014; Horton *et al*., 2018; Klein *et al*., 2015; Kroon *et al.*, 2018; Lusher *et al.,* 2015). Dalam spektra mikroplastik, tidak semua wilayah spektra memberikan informasi yang relevan. Oleh karena itu, perlu dilakukan analisis lebih lanjut

untuk mereduksi data spektra yang dihasilkan menjadi sub-spektra yang lebih padat tetapi sangat berkarakteristik. Pada penelitian ini, analisis spektra dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak "Postrun" dengan *setting* parameter *threshold* 5, *noise level* 0,005, dan *no smoothing*. Hal ini bertujuan untuk dapat meningkatkan selektivitas pencarian perpustakaan (Hendrickson *et al*., 2018; Käppler *et al.*, 2015; Kroon *et al.*, 2018; Renner *et al*., 2017). Berdasarkan penelitian Renner *et al.* (2019), ditemukan bahwa intensitas dan spesifisitas (sinyal polimer) sangat tinggi pada wilayah spektra 1850–700 cm^{-1}.

Jenis plastik yang sama dapat menunjukkan perbedaan dalam karakteristik spektranya tergantung pada interaksi dengan lingkungan sekitarnya, yaitu interaksi yang menentukan fragmentasi dan modifikasi bahan awal (Claessens *et al.*, 2013; Fossi *et al*., 2012). Selain itu, proses pelapukan kimia, penuaan alami, dan proses biokimia juga dapat menyebabkan perubahan pada rantai polimer plastik yang dapat mengakibatkan terjadinya pergeseran pada puncak spektra (Mecozzi *et al.*, 2016). Selain itu, umumnya sebagian besar perpustakaan spektra yang tersedia secara komersial didasarkan pada bahan referensi murni (belum terdegradasi), sementara sampel pada penelitian ini merupakan plastik yang sudah mengalami degradasi sehingga dapat menyebabkan sinyal spektra tambahan (Renner *et al.*, 2019).

4.4. Pengaruh Variabel *Aperture* dan Jumlah Pemindaian terhadap Hasil Skor Kesamaan pada Mikro-FTIR Berdasarkan RSM

Berdasarkan tabel koefisien regresi dari semua sampel dapat dilihat bahwa variabel yang memberikan efek sangat signifikan terhadap model regresi merupakan *aperture* dan *aperture*aperture*. Hal ini dikarenakan hampir semua sampel menghasilkan nilai $p \leq 0{,}01$ pada variabel *aperture* dan *aperture*aperture.* Semakin rendah nilai p maka semakin signifikan variabel terhadap model regresi secara keseluruhan (Jiban, 2019). Sedangkan, variabel jumlah pemindaian, jumlah pemindaian*jumlah pemindaian, dan *aperture**jumlah pemindaian pada semua sampel tidak signifikan ($p \geq 0{,}05$) terhadap model regresi. Oleh sebab itu, dapat disimpulkan bahwa hanya variabel bebas (*aperture*) yang memberikan pengaruh terhadap hasil skor kesamaan. Dalam setiap penelitian, selalu ada kemungkinan tidak ada efek yang ditimbulkan dari variabel, dalam penelitian ini tidak

ada pengaruh variabel bebas (jumlah pemindaian) terhadap variabel tergantung (skor kesamaan). Hal ini dapat disebabkan karena adanya kesalahan dalam pemilihan jenis variabel jumlah pemindaian yang merupakan jenis varibel diskrit. Variabel diskrit merupakan variabel yang berupa bilangan bulat dan biasanya digunakan untuk pengelompokkan jenis tertentu. Contohnya, angka 1 digunakan untuk mengelompokkan pria dan angka 2 digunakan untuk mengelompokkan wanita, sehingga bukan berarti bahwa angka 2 lebih tinggi nilainya dari 1 (Sugianto, 2016).

Berdasarkan tabel koefisien determinasi dari semua sampel dapat dilihat *R-squared* model regresi dari masing-masing sampel. *R-squared* terdiri dari 61,75% (RM PA); 62,91% (RM PS); 89,01% (IS PA); 82,91% (IS PP); 69,73% (IS PS); dan 79,20% (IS PVC). *R-squared* digunakan untuk mengukur seberapa besar total variasi variabel tergantung (skor kesamaan) dapat dijelaskan oleh model. Nilai *R-squared* berkisar antara 1-100%, semakin mendekati 100% berarti semakin baik (Kasuya, 2019).

Berdasarkan tabel ANOVA dari semua sampel dapat dilihat bahwa model regresi yang diperoleh sangat signifikan ($p \leq 0,01$) dalam menjelaskan nilai skor kesamaan sebagai variabel tergantung, tetapi tidak semua komponen model memberikan kontribusi yang signifikan. *Aperture* dan *aperture*aperture* berpengaruh sangat signifikan terhadap skor kesamaan, sedangkan jumlah pemindaian, jumlah pemindaian*jumlah pemindaian, dan *aperture**jumlah pemindaian tidak berpengaruh signifikan. Hal ini didukung dengan oleh adanya *lack of fit* (ketidaksesuaian) model yang sangat signifikan ($p \leq 0,01$), kecuali pada sampel IS PA. Oleh sebab itu, dapat disimpulkan bahwa model regresi yang dihasilkan tidak dapat digunakan untuk memprediksi nilai skor kesamaan pada mikro-FTIR berdasarkan nilai jumlah pemindaian.

4.5. Titik Optimal *Aperture* Berdasarkan Hasil RSM

Berdasarkan Tabel 28. di atas, dapat dilihat bahwa dari hasil analisis menggunakan RSM hanya variabel bebas *aperture* yang menghasilkan titik optimal, yaitu berkisar antara *aperture* 71x71-84x84 µm. Hal ini telah sesuai dengan teori bahwa penggunaan *aperture* di bawah 10x10 µm menghasilkan spektra yang kurang baik (Wellner, 2013). Ukuran *aperture* yang terlalu kecil dapat menyebabkan intensitas sinar inframerah dan difraksi

meningkatkan. Selain itu, penggunaan *aperture* yang kecil juga dapat menurunkan kecerahan (yaitu kerapatan fluks foton rendah) sehingga menghasilkan rasio *signal-to-noise* (S/N) yang rendah dan kualitas spektra juga akan buruk (Vongsvivut *et al.*, 2019).

Berdasarkan Tabel 34. di atas, juga dapat dilihat bahwa dari hasil analisis menggunakan RSM variabel bebas jumlah pemindaian tidak menghasilkan titik yang optimal, kecuali pada sampel IS PA. Pada sampel IS PA dihasilkan titik yang optimal pada jumlah pemindaian, yaitu jumlah pemindaian 55. Hasil ini tidak sesuai dengan teori yang mengatakan bahwa semakin banyak jumlah pemindaian, maka hasil rata-rata skor kesamaan juga semakin tinggi (Smith, 2011).