

BAB III

BAHAN DAN METODE

3.1 Populasi Sampel

Populasi sampel merupakan wilayah generalisasi, yaitu objek/subjek yang memiliki kualitas dan karakteristik tertentu yang ditetapkan untuk dipelajari dan ditarik kesimpulan (Sugiyono, 2008). Dalam penelitian ini, populasinya yaitu botol susu plastik yang digunakan dan dibeli di Kelurahan Pecalukan, Kecamatan Prigen yaitu sebanyak 3 botol susu plastik dengan merek sama.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian deskriptif dengan pendekatan eksperimen. Penelitian deskriptif adalah jenis penelitian untuk menggambarkan suatu keadaan secara objektif. Pendekatan eksperimen adalah penelitian dengan percobaan untuk mengetahui gejala atau pengaruh yang terjadi akibat adanya perlakuan tertentu (Yusuf, 2015).

Analisis pada penelitian ini dilakukan secara kualitatif, yaitu penelitian pada kondisi objek yang alamiah dan peneliti adalah sebagai instrumen kunci. Metode kualitatif yang digunakan pada penelitian ini adalah dengan uji FTIR menggunakan spektrofotometer FTIR. Digunakan juga mikroskop untuk mengidentifikasi bentuk.

3.3 Kriteria Sampel

Pengambilan sampel dilakukan secara purposive sample, yaitu pengambilan sampel dengan cara memberikan ciri khusus yang sesuai tujuan penelitian. Teknik pengumpulan data yang digunakan bersifat kualitatif (Sugiyono, 2015). Sampel yang diambil berupa botol susu plastik lama usia penggunaan 2 tahun, botol susu plastik usia penggunaan 1 tahun, dan botol susu plastik baru.

3.4 Waktu dan Tempat Penelitian

3.4.1 Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan dari Bulan Januari hingga Bulan April tahun 2022.

3.4.2 Lokasi Penelitian

Lokasi pengambilan sampel adalah di daerah Kelurahan Pecalukan, Kecamatan Prigen, Kabupaten Pasuruan, Provinsi Jawa Timur. Dilakukan pengambilan di Kecamatan Prigen karena merupakan lokasi tempat tinggal penulis sehingga memudahkan untuk pengambilan sampel. Lokasi untuk penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Kemenkes Malang dan Laboratorium Universitas Brawijaya.

3.5 Alat dan Bahan

3.5.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah gelas beaker 1000 ml, spatula, oven, kertas saring Whatman No. 42, alat vakum, desikator, wadah (cawan timbang), mikroskop, dan alat FTIR.

3.5.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol susu plastik, air minum, akuades, dan aluminium foil.

3.6 Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini, berupa variabel dependen dan variabel independen. Variabel independen adalah variabel yang akan mempengaruhi timbulnya variabel dependen atau yang akan menjadi penyebab perubahan dari variabel independen (Sugiyono, 2015). Variabel independen disebut juga variabel bebas. Variabel dependen atau yang biasa disebut variabel terikat adalah variabel yang akan dipengaruhi oleh variabel bebas atau variabel yang menjadi akibat dari adanya variabel bebas (Sugiyono, 2015).

Pada penelitian ini, variabel independen yang digunakan adalah botol susu plastik dengan variasi usia botol dan suhu air yang digunakan. Untuk yang menjadi variabel dependen adalah keberadaan atau kandungan mikroplastik pada sampel botol susu plastik secara kualitatif.

3.7 Definisi Operasional Variabel

Definisi operasional variabel merupakan perumusan pengertian atau sebuah definisi dari variabel yang digunakan dalam penelitian sebagai pegangan dalam pengumpulan data. Hal ini bertujuan untuk mengarahkan kepada sistem pengukuran dari variabel yang bersangkutan dan juga untuk pengembangan suatu instrumen.

Berikut merupakan definisi operasional variabel penelitian yang dilakukan ini:

Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala
Mikroplastik	Ada atau tidaknya mikroplastik yang terdeteksi setelah dibandingkan gelombang FTIR mikroplastik pada sampel dengan gelombang FTIR standar atau gelombang FTIR	Spektrofotometer FTIR dengan hasil gelombang spektrum FTIR	(+) jika terdapat gelombang spektrum yang terdeteksi dan sesuai dengan nilai gelombang spektrum standar mikroplastik (-) jika tidak terdapat gelombang spektrum	Nominal

	mikroplastik pada penelitian sebelumnya.		yang terdeteksi dan tidak sesuai dengan nilai gelombang spektrum standar dari mikroplastik	
Botol Susu	Variabel bebas sebagai sampel	-	-	Nominal

3.8 Metode Penelitian (Prosedur Penelitian) dan Analisis

3.8.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah botol susu plastik dengan usia lama dan botol susu plastik baru. Botol susu plastik diberi air dengan variasi suhu 30°C untuk suhu ruang dan 70°C untuk suhu yang direkomendasikan WHO untuk membuat susu.

Berikut kriteria sampel yang digunakan:

- Botol susu plastik lama : range usia 0-1 tahun
- Botol susu plastik lama : range usia 2-3 tahun
- Botol susu baru dibeli

Berikut rincian sampel:

- Botol susu plastik lama (0-1 tahun) dengan menggunakan suhu air 30°C
- Botol susu plastik lama (0-1 tahun) dengan menggunakan suhu air 70°C
- Botol susu plastik lama (2-3 tahun) dengan menggunakan suhu air 30°C
- Botol susu plastik lama (2-3 tahun) dengan menggunakan suhu air 70°C

- Botol susu plastik baru dengan menggunakan suhu air 30°C
- Botol susu plastik baru dengan menggunakan suhu air 70°C

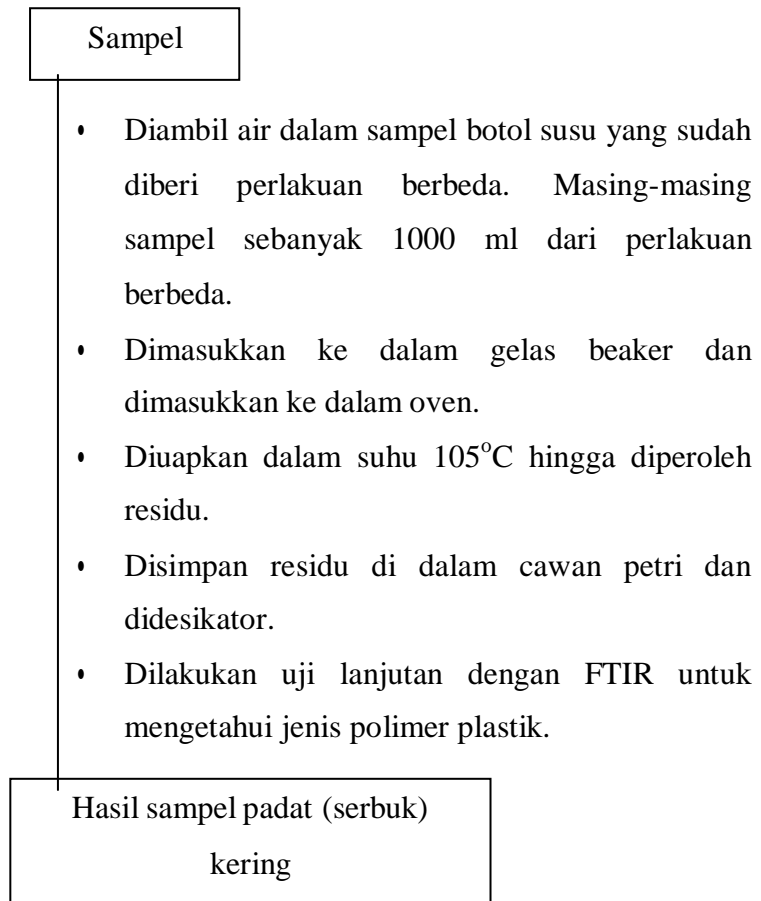
Air yang digunakan di dalam botol susu plastik dikocok terlebih dahulu lalu diambil masing-masing sampel untuk uji lanjutan.

3.8.2 Pengujian Sampel

3.8.2.1. Preparasi Sampel

Uji pendahuluan atau preparasi sampel dilakukan dengan proses pemisahan sampel air yang diambil dari botol susu plastik untuk memisahkan mikroplastik dengan bahan lain (Kataoka, 2019).

Prosedur kerja preparasi sampel uji kualitatif FTIR



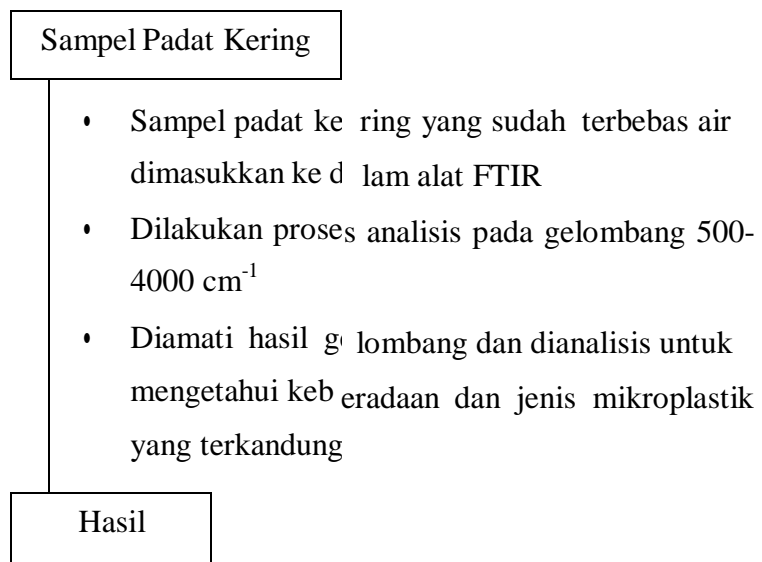
Diambil air dari masing-masing botol susu plastik yang telah dikenai perlakuan berbeda. Diambil sebanyak

1000 ml untuk masing-masing sampel. Dimasukkan sampel air yang telah diambil ke dalam gelas beaker dan dimasukkan ke dalam oven. Diuapkan sampel dalam suhu 105°C hingga mendapatkan residu. Residu diletakkan dalam cawan timbang dan didesikator untuk menghilangkan uap air. Dilakukan uji lanjutan dengan FTIR untuk mengetahui jenis polimer plastik.

3.8.2.2. Analisis Mikroplastik dengan FTIR

Sampel yang telah di preparasi, dilihat ada atau tidaknya mikroplastik serta jenis polimer dan jumlahnya menggunakan alat uji FTIR dengan metode pelet KBr (Nor, 2014). Pada alat FTIR, akan terhubung software yang digunakan untuk membaca hasil spektrum mikroplastik. Spektrum direkam di atas kisaran 500-4000 cm^{-1} pada resolusi 2 cm^{-1} (Stefan Krause, 2018).

Prosedur Uji dengan Alat FTIR:



Sampel harus padat kering dan tidak mengandung air karena serapan H_2O akan mengganggu transmisi lainnya. Alat FTIR akan terhubung pada *software* untuk melihat hasil data dari analisis menggunakan FTIR.

3.9 Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

3.9.1 Pengolahan Data

Data analisis yang akan diperoleh adalah berupa keberadaan, jenis, dan bentuk fisik dari mikroplastik dalam sampel. Data diolah melalui reduksi data karena termasuk penelitian kualitatif. Reduksi data dilakukan melalui beberapa tahapan, yaitu penyuntingan (meringkas data), pengodean, menelusur dan membuat gugus atau tabel (tabulasi).

3.9.2 Penyajian Data

Data hasil pengukuran dengan Spektrofotometer FTIR akan ditampilkan dalam bentuk grafik hasil uji FTIR yang menggambarkan spektrum IR sampel dan kontrol. Spektrum yang dihasilkan akan diinterpretasi dan ditampilkan dalam tabel interpretasi sebagai berikut:

Tabel 3.1 Tabel Interpretasi Spektrum IR

No.	Bilangan Gelombang		Indikasi	Senyawa Terduga	Referensi
	Eksperimen	Literatur			
n.	Bilangan a	Bilangan a	Ikatan Kimia	Senyawa X	Abcd

Analisis data jenis mikroplastik akan dijelaskan secara deskriptif dengan menunjukkan hasil uji FTIR serta dicocokkan hasil panjang gelombang dari sampel dan kontrol dengan spektrum standa dari database polimer untuk menentukan jenis polimer pada sampel, seperti PP, PC, dan lainnya (Lushem, 2013).

3.9.3 Analisis Data

Analisis data pada hasil spektrum FTIR dilakukan dengan cara menginterpretasi menggunakan metode dari jurnal yang

berjudul *How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material* (2019) (Asep Bayu Dani, 2019), sebagai berikut:

Dipisahkan spektrum IR yang diperoleh menjadi empat daerah, yaitu daerah tunggal ($2500 - 4000 \text{ cm}^{-1}$), ikatan rangkap dua ($1500 - 2000 \text{ cm}^{-1}$), ikatan rangkap tiga ($2000 - 2500 \text{ cm}^{-1}$), dan daerah sidik jari ($400 - 1500 \text{ cm}^{-1}$). Setelah itu, dilakukan langkah interpretasi lanjutan dengan cara:

1. **Langkah 1** : Identifikasi bilangan transmisi pada seluruh hasil spektrum FTIR. Jika sampel menghasilkan spektrum sederhana atau kurang dari lima puncak, maka sampel tersusun dari senyawa organik sederhana, bermassa molekul kecil, atau memiliki senyawa anorganik. Sedangkan jika spektrum yang dihasilkan memiliki lebih dari 5 puncak, maka sampel diduga merupakan senyawa kompleks.
2. **Langkah 2** : Identifikasi daerah ikatan tunggal ($2500 - 4000 \text{ cm}^{-1}$) yang terdiri dari berbagai puncak:
 - a. Puncak luas yang berada di antara panjang gelombang 3650 dan 3250 cm^{-1} mengindikasikan keberadaan senyawa hidrat (H_2O), hidroksil ($-\text{OH}$), ammonium, atau amino. Senyawa hidroksil juga akan diikuti oleh spektrum yang berada pada panjang gelombang $1600 - 1300 \text{ cm}^{-1}$, $1200 - 1000 \text{ cm}^{-1}$, dan $800 - 600 \text{ cm}^{-1}$. Puncak di antara panjang gelombang 3670 cm^{-1} dan 3550 cm^{-1} mengindikasikan senyawa yang mengandung oksigen, seperti fenol dan alkohol.
 - b. Puncak sempit di atas area 3000 cm^{-1} menunjukkan senyawa tak jenuh atau cincin aromatik.
 - c. Puncak sempit di bawah area 3000 cm^{-1} menunjukkan senyawa alifatik. Misalnya puncak untuk senyawa alifatik, rantai panjang akan diidentifikasi pada gelombang 2935 dan 286 cm^{-1} . Ikatan tersebut juga diikuti puncak pada panjang gelombang 1470 cm^{-1} dan 720 cm^{-1} .

- d. Puncak spesifik untuk aldehid diindikasikan pada area sekitar 2700 cm^{-1} dan 2800 cm^{-1} .
3. **Langkah 3** : Identifikasi daerah rangkap tiga ($2000 - 2500\text{ cm}^{-1}$)
Sebagai contoh, jika terdapat puncak pada area 2200 cm^{-1} , maka diidentifikasi sebagai ikatan $\text{C}\equiv\text{C}$. Puncak tersebut biasanya diikuti dengan adanya spektrum tambahan pada frekuensi $1600 - 1300$, $1200 - 1000$, dan $800 - 600$.
4. **Langkah 4** : Identifikasi daerah ikatan rangkap dua ($1500 - 2000\text{ cm}^{-1}$). Ikatan rangkap dapat berupa sebagai gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$), amino ($\text{C}=\text{N}$), dan azo ($\text{N}=\text{N}$).
- $1850 - 1650\text{ cm}^{-1}$ untuk senyawa karbonil.
 - Di atas 1775 cm^{-1} , menginformasikan kelompok gugus karbonil aktif, seperti anhidra, asam halida, atau karbonil terhalogenasi atau karbon cincin karbonil, seperti lakton atau karbonat organik.
 - Daerah antara $1750 - 1700\text{ cm}^{-1}$, mengindikasikan senyawa karbonil sederhana, seperti keton, aldehid, ester, atau karbonil.
 - Di bawah 1700 cm^{-1} , pengulangan amida atau kelompok gugus fungsi karboksilat.
 - Jika terdapat konjugasi dengan kelompok karbonil lain, intensitas puncak dari ikatan rangkap atau senyawa aromatik akan berkurang.
 - $1670 - 1620\text{ cm}^{-1}$ untuk ikatan tak jenuh (rangkap dua atau rangkap tiga). Secara rinci, puncak pada 1650 cm^{-1} adalah untuk ikatan rangkap karbon atau senyawa olefinik ($\text{C}=\text{C}$).
 - Intensitas kuat antara 1650 dan 1600 cm^{-1} , mengindikasikan ikatan rangkap atau senyawa aromatik.
 - Antara 1615 dan 1495 cm^{-1} , menunjukkan respon cincin aromatik. Mereka muncul sebagai dua puncak (pita serapan) di sekitar $1600 - 1500\text{ cm}^{-1}$. Cincin aromatik

tersebut biasanya diikuti dengan eksistensi dari puncak lemah hingga sedang di area antara 3150 dan 3000 cm^{-1} (untuk C-H stretching). Untuk senyawa aromatik sederhana, beberapa ikatan juga dapat dilihat di antara 2000 dan 1700 cm^{-1} pada form ikatan rangkap dengan intensitas lemah.

5. **Langkah 5** : Identifikasi daerah sidik jari (600 – 1500 cm^{-1}). Area ini merupakan tipe spesifik dan unik. Tapi, beberapa identifikasi dapat ditemukan:
- a. Antara 1000 dan 880 cm^{-1} untuk puncak ikatan rangkap, ada puncak sebelumnya pada 1650, 3010, dan 3040 cm^{-1} .
 - b. Untuk C-H (ikatan out of plane), seharusnya didahului dengan ikatan pada 1650, 3010, dan 3040 cm^{-1} , yang dimana menunjukkan ikatan tak jenuh.
 - c. Untuk senyawa yang berhubungan dengan vinil, di sekitar 900 dan 990 cm^{-1} untuk identifikasi terminal vinil (-CH=CH₂), di anantara 965 dan 960 cm^{-1} untuk rans tak jenuh vinil (CH=CH), dan do sekitar 890 cm^{-1} untuk ikatan olefin rangkap dalam vinil tunggal (C=CH₂).
 - d. Untuk senyawa aromatik, sebuah puncak (pita serapan) tunggal dan kuat ada di sekitar 750 cm^{-1} untuk orto dan 830 cm^{-1} untuk para.