

**APLIKASI *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH KULIT SINGKONG
(*Manihot utilissima*) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

(Skripsi)

Oleh

**SAVIRA OLGA KISTIANTI
NPM 1857011006**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2022**

ABSTRAK

APLIKASI GRAPHENE OXIDE DARI LIMBAH KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima*) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK TETRASIKLIN

Oleh

SAVIRA OLGA KISTIANTI

Meningkatnya penggunaan antibiotik tetrasiklin telah menjadi masalah serius karena menyebabkan munculnya residu antibiotik di lingkungan, sekitar 30%–90% penggunaan antibiotik secara keseluruhan diekskresikan melalui feses dan urin sebagai senyawa induk yang tidak dimodifikasi, akibatnya antibiotik tetrasiklin baik secara langsung maupun tidak langsung dibuang ke lingkungan yang dapat menyebabkan polusi. Salah satu teknik preparasi sampel residu antibiotik tetrasiklin di lingkungan yaitu *dispersive solid phase extraction* (DSPE) menggunakan adsorben *graphene oxide* dari limbah kulit singkong. Pembuatan *graphene oxide* dilakukan dengan menggunakan dua metode yang berbeda yaitu metode *single step* tanpa zat pengoksidasi dan menggunakan metode *hummers* termodifikasi dengan menggunakan zat pengoksidasi. Karakterisasi *graphene oxide* dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR untuk menentukan gugus fungsi, XRD untuk menentukan tingkat kristalinitas, dan SEM-EDX untuk melihat morfologi permukaan dan komposisi unsur. Uji adsorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan *graphene oxide* kulit singkong dilakukan dengan lima variasi, yaitu variasi massa, pH, konsentrasi, waktu kontak dan pelarut desorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum menggunakan *graphene oxide single step* pada massa 1 gr dengan konsentrasi 5 ppm pada kondisi pH 11 dan waktu kontak selama 90 menit dengan tingkat adsorpsi sebesar 95,53% serta menggunakan pelarut metanol untuk proses desorpsi sebesar 93,52%, sedangkan adsorpsi menggunakan *graphene oxide hummers* termodifikasi sebesar 62,83%, sehingga adsorben yang efektif digunakan pada penelitian ini adalah *graphene oxide single step*.

Kata kunci: Antibiotik tetrasiklin, DSPE, kulit singkong, *graphene oxide*

ABSTRACT

APPLICATION OF GRAPHENE OXIDE FROM CASSAVA PEEL WASTE (*Manihot utilissima*) FOR ANTIBIOTIC TETRACYCLINE EXTRACTION

By

SAVIRA OLGA KISTIANTI

The increasing use of tetracycline antibiotics has become a serious problem because it causes the emergence of antibiotic residues in the environment, about 30%-90% of the overall antibiotic use is excreted through feces and urine as unmodified parent compounds, as a result, tetracycline antibiotics are either directly or indirectly discharged into the environment. which can cause pollution. One technique for sample preparation of tetracycline antibiotic residues in the environment is the dispersive solid phase extraction (DSPE) technique using graphene oxide as adsorbent from cassava peel waste. The manufacture of graphene oxide is carried out using two different methods, namely the single step method without oxidizing agents and using the modified hummers method using an oxidizing agent. Graphene oxide characterization was carried out using FTIR instruments to determine functional groups, XRD to determine crystallinity levels, and SEM-EDX to observe surface morphology and elemental composition. The adsorption test of tetracycline antibiotics using graphene oxide cassava peel was carried out with five variations, namely mass, pH, concentration, contact time and desorption solvent variations. The results showed that the optimum conditions were using graphene oxide single step at a mass of 1 g with a concentration of 5 ppm at pH 11 and a contact time of 90 minutes with an adsorption rate of 95,53% and using methanol as a solvent for the desorption process of 93,52%. while adsorption using graphene oxide modified hummers is 62,83%, so that the effective adsorbent used in this study is graphene oxide single step.

Keywords: Tetracycline antibiotics, DSPE, cassava peel, graphene oxide

**APLIKASI *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH KULIT SINGKONG
(*Manihot utilissima*) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

Oleh

SAVIRA OLGA KISTIANTI

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
SARJANA SAINS

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

Judul Penelitian : Aplikasi *Graphene Oxide* dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot utilissima*) untuk Ekstraksi Antibiotik Tetrasiklin

Nama Mahasiswa : Savira Olga Kistianti

No. Pokok Mahasiswa : 1857011006

Jurusan : Kimia

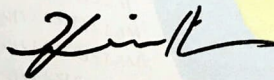
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI,

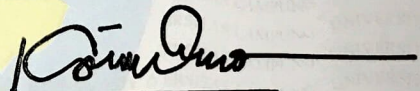
1. KOMISI PEMBIMBING

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

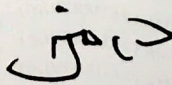


Rinawati, Ph.D.
NIP 197104142000032001



Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc.
NIP 197007052005011003

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

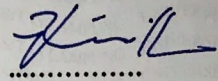


Mulyono, Ph.D.
NIP 19744061120003100

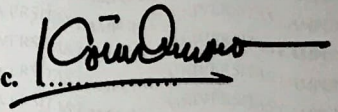
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

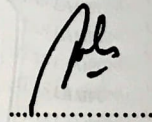
Ketua : Rinawati, S.Si., M.Si., Ph.D.



Sekretaris : Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc.



**Penguji
Bukan Pembimbing : Dr. Yuli Ambarwati, S.Si., M.Si**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Surtpto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001



Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 3 Agustus 2022

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Savira Olga Kistianti
Nomor Pokok Mahasiswa : 1857011006
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “**Aplikasi Graphene Oxide dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot utilissima*) untuk Ekstraksi Antibiotik Tetrasiklin**” adalah benar karya sendiri, baik gagasan, hasil, dan analisisnya. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Bandar Lampung, 29 Juli 2022
Yang Menyatakan



Savira Olga Kistianti
NPM. 1857011006

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Savira Olga Kistianti, lahir di Pandeglang, pada 30 April 2000 dan merupakan anak kedua dari tiga bersaudara, putri dari Bapak Marsono dan Ibu Astuti Rianawati. Saat ini penulis bertempat tinggal di Kp. Kadu Gajah, Gg. Dirgantara Rt.06/Rw.08, Kecamatan Pandeglang, Kabupaten Pandeglang, Pandeglang, Banten.

Penulis memulai pendidikan di Taman Kanak-Kanak (TK) Kartika Siliwangi, Letnan Bolong, Pandeglang pada tahun 2005 dan lulus pada Tahun 2006. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri 5 Pandeglang, pada tahun 2006. Pada tahun 2012 penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Madrasah Tsanawiyah Negeri (MTsN) Model 1 Pandeglang dan lulus pada tahun 2015. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 2 Kota Serang dan selesai pada tahun 2018. Pada tahun 2018 penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Mandiri Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SMMPTN) Barat.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif berorganisasi mulai sebagai kader muda dan anggota inti Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2019 dan 2020. Pada tahun 2019 dan 2020 penulis aktif di HIMAKI sebagai anggota bidang Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi (KPO) dan menjadi Bendahara Umum (Bendum). Penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM-FMIPA Unila di Desa Tanjung Tirto Kecamatan Way Bungur dan

Desa Tambah Dadi Kecamatan Purbolinggo Kabupaten Lampung Timur pada tahun 2018 dan 2019. Selain itu penulis juga pernah mengikuti kegiatan organisasi Himpunan Mahasiswa Banten (HMB) periode 2019.

Pada Bulan Juli sampai September 2021, penulis melaksanakan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di Perusahaan Daerah Air Minum (PDAM) Way Rilau Bandar Lampung. Penulis juga melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Cipicung, Kecamatan Cikedal, Kabupaten Pandeglang pada bulan Februari sampai Maret 2021 selama 40 hari, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Lampung yang diberi Judul “Aplikasi *Graphene Oxide* dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot utilissima*) untuk Ekstraksi Antibiotik Tetrasiklin”.

MOTTO



*“In the Name of Allah, the Most Gracious, the Most Merciful
The Most Beneficent (Allah)! Has taught (you mankind) the
Qur`an (by His Mercy). He created man. He taught him
eloquent speech.” (Q.S. Ar-Rahman: 1-4)*

*“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan
kesanggupannya.” (Al-Baqarah: 286)*

*“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada
kemudahan, sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada
kemudahan.” (Q.S Al-Insyirah: 5-6)*

*“...Dan bersabarlah kamu, sesungguhnya janji Allah adalah
benar.” (Q.S Ar-Rum: 60)*

*“Bermimpilah setinggi langit, jika engkau jatuh, engkau akan
jatuh di antara bintang.” (Soekarno)*

*“Orang-orang yang berhenti belajar akan menjadi pemilik
masa lalu. Orang-orang yang masih terus belajar, akan
menjadi pemilik masa depan.” (Mario Teguh)*



Dengan mengucap alhamdulillahirobbil'alamin puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang senantiasa diharapkan syafaatnya di hari akhir. Rasa syukur yang luar biasa ku persembahkan karya sederhanaku sebagai wujud cinta, bakti, dan tanggung jawabku kepada

Kedua orang tuaku Bapak Marsono dan Ibu Astuti Rianawati, yang selalu memberikan cinta, kasih sayang, dukungan, do'a, dan motivasi selama ini.

Almh. Kakakku Bripda Tifani Irmas Arniastuti dan Yanuar Yusuf yang selalu menjadi penyemangatku.

Pembimbing penelitianku, Rinawati, Ph.D. dan Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc. dan semua dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah membimbing, mendidik, memberikan banyak ilmu dan pengalamannya kepadaku

Seluruh rekan-rekan saudara-saudariku keluarga besar kimia 2018 yang selalu berbagi kebahagiaan

Dan almamaterku yang kubanggakan, Universitas Lampung

SANWACANA

Assalamualaikum Wr.Wb.

Segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu kita nantikan syafaat-Nya di Yaumul Akhir nanti. Aamiin ya rabbal alamin sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Aplikasi Graphene Oxide dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot Utilissima*) untuk Ekstraksi Antibiotik Tetrasiklin**”.

Penulis menyadari bahwa dalam proses pengerjaan dan penulisan skripsi ini tidak terlepas dari kesulitan dan rintangan yang penulis hadapi. Namun itu semua bisa terlewat berkat rahmat dan ridho Allah SWT serta bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Ibu Rinawati, Ph.D., selaku pembimbing satu dan kepala laboratorium kimia analitik yang telah sabar membimbing dan memberi masukan serta saran dan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc., selaku pembimbing dua yang telah membimbing, memberikan ilmu, motivasi dan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Dr. Yuli Ambarwati, M.Si., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan, kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Ibu Dr. Dian Herasari, M.Si., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung sekaligus pembimbing akademik yang telah memberikan bimbingan dan motivasi kepada penulis selama menjalani proses perkuliahan maupun proses pengerjaan skripsi.
6. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., selaku Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Kedua orang tua yang sangat penulis cintai. Terimakasih bapak Marsono dan mama Astuti Rianawati atas segala bentuk kerja keras dan pengorbanan yang telah diberikan. Terima kasih juga untuk segala cinta, kasih sayang, perhatian, dukungan, motivasi, dan do'a, yang selalu bapak dan mama berikan, hingga aku bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana kimia.
9. Adik penulis, Yanuar Yusuf yang telah memberikan dukungan dan do'a, begitu juga untuk segala cinta dan kasih sayangnya.
10. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
11. Teman seperjuangan penelitian *graphene oxide* Polado Xanana, terimakasih atas kehadirannya dikala senang maupun sedih, atas segala apapun yang baru di hidup aku, atas kerjasamanya yang baik, bantuan, saran, kritik, motivasi yang telah diberikan dan udah jadi kakak, teman, sahabat, musuh aku selama kuliah hehe.
12. Teman seperbimbingan sekaligus teman dekat pertama di kampus Sania Mirelda Sari, terimakasih sudah mau mengenal aku selama ini dan cukup memberikan warna di hidup aku.
13. Teman seperbimbingan sekaligus partner pimpinan himaki 2020 Yanesta Oxyena, terimakasih atas bantuannya buat minjem nama selama analisis,

membantu dikala sedang sulit menyelesaikan tugas mami tercinta, terimakasih atas masukan dan sarannya.

14. *Research* analisis *graphene oxide* kak Indah dan kak Ayum, terimakasih atas ilmu dan waktunya sehingga aku bisa paham bagaimana cara sintesis *graphene oxide* dan mengolah data analisis.
15. Kakak tingkat seperbimbingan kak Shelly, terimakasih sudah mau membantu dan memberikan ilmu yang bermanfaat serta berbagi alat maupun bahan selama penelitian.
16. Sahabatku selama kuliah, DPO (Shafa pacar jisung, Qoqom paling random, Putri yang sulit move on, Tri penebar benih, Zulfa paling wibu, dan Elis yang sangat polos), terimakasih selalu memberikan semangat, arahan, motivasi dan memberikan energi positif kepada aku.
17. Sahabat tergabutku Wulan, Zahra, dan Ninid terimakasih sudah membuatku tenang selama kuliah dan memberikan warna dihidupku.
18. Pimpinan Himaki 2020, terimakasih atas segala kerjasama dan kekeluargaannya selama ini, semoga sukses selalu kedepannya, aamiin..
19. Keluarga besar Kimia 2018, terimakasih atas segala pertemanan dan kekeluargaannya selama ini. Semoga kita semua bisa menjadi orang yang sukses di masa depan serta berguna bagi keluarga, nusa, dan bangsa, aamiin..
20. Sahabat aku dirumah Agisdut, Itsnoy, dan Aolafyu yang selalu memberikan semangat dan dukungan selama kuliah, meskipun jauh namun dekat dihati, *thank you* udah buat hidup aku berwarna liburan dirumah.
21. Sahabat SMA aku Ceberton, terimakasih banyak atas ilmu baiknya dan selalu memberikan energi positif di hidup aku, semoga kita selalu dalam lindungan Allah SWT, aamiin..
22. Sahabat SD aku Ira, Mega, dan Sari, terimakasih sudah mengingatkan aku untuk selalu bersyukur dan untuk tetap rendah hati, i love you.
23. Teman-teman KKN yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis.
24. Terima kasih kepada Mbak Yuni selaku penjaga gedung jurusan kimia yang selalu membantu saya untuk menyelesaikan berita acara tugas akhir dan mengizinkan untuk menggunakan ruangan seminar, serta memberikan

makanan dikala saya sedang penelitian hingga larut malam, semoga mba sehat selalu dan dilapangkan rezekinya, aamiin.

25. Last but not least, i wanna thank me, i wanna thank me for believing in me, i wanna thank me for doing all this hard work, i wanna thank me for having no days off, i wanna thank me for never quitting, i wanna thank me for always being a giver and tryna give more than i receive, i wanna thank me for tryna do more right than wrong, i wanna thank me for just being me at all times.

Terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu, semoga Allah SWT membalas segala amal kebaikan kalian. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis pada khususnya dan pembaca pada umumnya.

Wassalamu`alaikum Wr. Wb

Bandar Lampung, 29 Juli 2022

Penulis

Savira Olga Kistianti

NPM. 1857011006

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	3
1.3 Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Antibiotik Tetrasiklin	5
2.2 <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE)	6
2.3 <i>Graphene</i>	10
2.4 <i>Graphene Oxide</i>	11
2.5 Kulit Singkong	14
2.6 Karakterisasi.....	16
2.7 Spektrofotometri <i>Ultraviolet-Visible</i> (Uv-Vis)	25
III. METODE PENELITIAN	28
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan	28
3.3 Prosedur Kerja.....	29

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	36
4.1 Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> Menggunakan Metode <i>Hummers</i> Termodifikasi dari Kulit Singkong	36
4.2 Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> Menggunakan Metode <i>Single Step</i> dari Kulit Singkong	39
4.3 Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i>	41
4.4 Optimasi Metode <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE)	47
V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	58
5.1 Kesimpulan	58
5.2 Saran.....	58
DAFTAR PUSTAKA.....	59
LAMPIRAN.....	66
1.1 Pengaruh Penentuan Massa Optimum Adsorben	67
1.2 Pengaruh Penentuan pH Optimum Adsorbat	73
1.3 Pengaruh Penentuan Konsentrasi Optimum Adsorbat	79
1.4 Pengaruh Penentuan Waktu Kontak Optimum	84
1.5 Pengaruh Penentuan Pelarut Desorpsi	89
1.6 Pengaruh Penentuan Persen Adsorpsi Menggunakan Adsorben <i>Graphene</i> <i>Oxide Hummers</i> Termodifikasi	93

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persentase kandungan kimia kulit singkong.	16
2. Korelasi antara jenis vibrasi gugus fungsi dengan frekuensi.	19
3. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum adsorben.	47
4. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum adsorbat.	49
5. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	51
6. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.	53
7. Data rata-rata uji desorpsi optimum.	54
8. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.	56
9. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum.	67
10. Data uji adsorpsi I penentuan massa adsorben optimum.	69
11. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan massa adsorben optimum.	70
12. Data uji adsorpsi II penentuan massa adsorben optimum.	71
13. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa adsorben optimum.	72
14. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum adsorbat.	73
15. Data uji adsorpsi I penentuan pH optimum adsorbat.	74
16. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum adsorbat.	76
17. Data uji adsorpsi II penentuan pH adsorbat optimum.	77
18. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH adsorbat optimum.	78
19. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	79
20. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	80

21. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	82
22. Data uji adsorpsi II penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	83
23. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	84
24. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.	84
25. Data uji adsorpsi I penentuan waktu kontak optimum.....	85
26. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum.	87
27. Data uji adsorpsi II penentuan waktu kontak optimum.	88
28. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.....	89
29. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pelarut desorpsi optimum.....	89
30. Data uji I penentuan pelarut desorpsi optimum.	90
31. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pelarut desorpsi optimum. ..	91
32. Data uji II penentuan pelarut desorpsi optimum.....	92
33. Data rata-rata uji pelarut desorpsi optimum.....	93
34. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.	94
35. Data uji adsorpsi I penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.....	95
36. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.	96
37. Data uji adsorpsi II penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.....	97
38. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.....	97

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur tetrasiklin (Daghrir <i>and</i> Drogui, 2013).	6
2. Skema teknik DSPE (Roja, 2021).	8
3. Struktur <i>graphene</i> (Daghrir <i>and</i> Drogui 2013).	10
4. Struktur <i>graphene oxide</i> (Neolaka <i>et al.</i> , 2020).	12
5. Sintesis <i>Graphene Oxide</i> (Debbarma <i>et al.</i> , 2019).	14
6. Kulit singkong.	15
7. Proses perubahan sinyal pada spektroskopi FTIR (Suseno dan Firdausi, 2008).	18
8. Hasil karakterisasi FTIR <i>graphene oxide</i> (Mu <i>et al.</i> , 2013).	20
9. Hasil karakterisasi XRD <i>graphene oxide</i> (Neolaka <i>et al.</i> , 2020).	21
10. Prinsip kerja SEM (Schweitzer, 2014).	22
11. Hasil karakterisasi SEM <i>graphene oxide</i> (Kusrini <i>et al.</i> , 2019).	23
12. Hasil karakterisasi EDX <i>graphene oxide</i> (Neolaka <i>et al.</i> , 2020).	25
13. Skema <i>double beam</i> spektrofotometer Uv-Vis (Suhartati, 2017).	26
14. Diagram alir penelitian.	35
15. Kulit singkong (a) setelah dibersihkan, (b) setelah dikeringkan, (c) setelah karbonisasi.	36
16. Proses sintesis <i>graphite</i> (a) karbon dan FeCl ₃ .6H ₂ O dalam akuades, (b) pengecekan pH larutan, (c) pengadukan selama 5 jam pada suhu 60 °C, (d) pencucian dengan akuades.	37
17. <i>Graphite</i> dari kulit singkong.	38
18. Hasil <i>graphene oxide</i> menggunakan metode <i>hummers</i> termodifikasi.	39

19. Kulit singkong (a) setelah dibersihkan (b) setelah dikeringkan (c) setelah pirolisis.....	40
20. Hasil <i>graphene oxide</i> menggunakan metode <i>single step</i>	40
21. Hasil spektrum FTIR (a) kulit singkong, (b) <i>graphene</i> , (c) <i>graphene oxide single step</i> , (d) <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.	41
22. Hasil difraktogram XRD (a) karbon, (b) <i>graphene</i> , (c) <i>graphene oxide single step</i> , (d) <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.....	44
23. Hasil SEM dengan perbesaran 5000x pada permukaan adsorben berupa (a) <i>graphene</i> (Rahayu dan Amalia, 2020), (b) <i>graphene oxide single step</i> dan (c) <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.	45
24. Hasil spektrum EDX pada adsorben <i>graphene oxide single step</i>	46
25. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh massa optimum adsorben.....	47
26. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh pH optimum adsorbat.	49
27. Interaksi <i>graphene oxide</i> dengan HCl dan NaOH	50
28. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh konsentrasi optimum adsorbat.	51
29. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh waktu kontak.....	53
30. Hasil uji desorpsi berdasarkan pengaruh desorpsi pelarut.	54
31. Kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum adsorben.	67
32. Kurva kalibrasi II untuk penentuan massa adsorben optimum.....	70
33. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum adsorbat.	73
34. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum adsorbat.....	76
35. Kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	79
36. Kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	81
37. Kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.	84
38. Kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum.	86
39. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pelarut desorpsi optimum.	89
40. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pelarut desorpsi optimum.....	91
41. Kurva kalibrasi I untuk penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.....	93
42. Kurva kalibrasi II untuk penentuan persen adsorpsi menggunakan adsorben <i>graphene oxide hummers</i> termodifikasi.....	95

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Antibiotik banyak digunakan untuk pengobatan dan pencegahan penyakit menular pada hewan dan manusia, selain itu antibiotik juga digunakan untuk meningkatkan pertumbuhan dan produktivitas hewan dan tumbuhan (Yang *et al.*, 2020). Penggunaan antibiotik ini telah menjadi masalah serius, karena menyebabkan munculnya residu antibiotik di lingkungan perairan (Ben *et al.*, 2019). Antibiotik yang paling banyak terdeteksi di lingkungan salah satunya adalah tetrasiklin (Chen *et al.*, 2017). Antibiotik tetrasiklin banyak beredar di pasaran karena kualitasnya baik dan biayanya relatif murah, sehingga diterapkan dalam pengobatan manusia, industri pertanian dan industri peternakan. Penggunaan antibiotik pada manusia dan hewan sekitar 30% – 90% diekskresikan melalui feses dan urin sebagai senyawa induk yang tidak dimodifikasi, akibatnya antibiotik tetrasiklin baik secara langsung maupun tidak langsung dibuang ke lingkungan perairan yang dapat menyebabkan polusi (Jjemba, 2006). Oleh karena itu, sangat diperlukan teknik penentuan tetrasiklin di lingkungan perairan dengan teknologi yang efisien dan hemat biaya.

Teknik yang umum digunakan untuk penentuan analit di lingkungan perairan yaitu ekstraksi cair-cair (Khatibi *et al.*, 2021). Teknik ini memerlukan waktu ekstraksi yang lama dan membutuhkan banyak pelarut organik (Pavlović *et al.*, 2007). Teknik untuk mengatasi kelemahan ekstraksi cair-cair salah satunya adalah *solid phase extraction* (SPE) atau ekstraksi fase padat merupakan teknik yang banyak digunakan untuk ekstraksi residu antibiotik karena memiliki *recovery*

yang baik, aman, dan memiliki selektivitas yang tinggi (Fan *et al.*, 2007). Teknik ini memiliki kelemahan dalam penggunaannya, yaitu memerlukan jumlah sampel yang cukup banyak, biaya yang mahal dan hanya sekali pakai (Shen *and* Cheung, 2014). Teknik *Dispersive solid phase extraction* (DSPE) merupakan solusi dalam mengatasi kelemahan teknik SPE.

DSPE adalah teknik preparasi sampel yang mudah dan sederhana. Kelebihan dari teknik ini, yaitu prosesnya cepat, murah, pelarut organik yang digunakan sedikit, dapat digunakan kembali dan pengaplikasian yang luas (Mijangos *et al.*, 2015). Teknik DSPE didasarkan pada adsorpsi analit yang ada dalam matriks sampel ke adsorben yang merupakan fase padat DSPE (Cvetkovic *et al.*, 2016). Pada Teknik DSPE, pemilihan adsorben yang tepat sangat penting agar ekstraksi analit dapat berlangsung dengan baik. Material berstruktur nano karbon cocok untuk dijadikan sebagai adsorben, karena luas permukaannya yang besar dan memiliki kapasitas adsorpsi yang sangat baik (Liu *et al.*, 2015), seperti *fullerene*, *carbon nanotubes* (CNTs) dan *graphene*, namun dari adsorben tersebut, *graphene* dan turunannya memiliki kelebihan yaitu dapat disintesis dengan lebih mudah (Neolaka *et al.*, 2020).

Graphene dengan lapisan atom karbon hibridisasi sp^2 dalam struktur heksagonal dan turunannya memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi, namun kecenderungan *graphene* untuk membentuk agregasi dalam larutan akibat interaksi *Van der Waals* yang kuat dapat mengurangi kapasitas adsorpsi (Neolaka *et al.*, 2020). Hal ini menyebabkan turunan *graphene* yaitu *graphene oxide* dapat menyediakan permukaan dengan sifat yang sesuai untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi residu antibiotik.

Graphene oxide sebagai nanomaterial memiliki gugus fungsi oksigen, seperti gugus karboksil, karbonil, epoksi, dan hidroksil yang membuatnya lebih banyak sisi aktif. Umumnya *graphene oxide* disintesis dari *graphite* murni yang dijual secara komersial, namun *graphite* dengan tingkat kemurnian tinggi sangat mahal dan sulit didapatkan. Hal ini mendorong berbagai upaya untuk mensintesis

graphene oxide dari limbah pertanian juga dapat digunakan sebagai alternatif adsorben dengan biaya rendah diantaranya tongkol jagung, gabah padi, ampas kedelai, dan kulit singkong (Akhavan *et al.*, 2014; Marshall and Johns, 1996).

Data Badan Pusat Statistik (2018), menyatakan bahwa Provinsi Lampung adalah penghasil singkong terbesar di Indonesia dengan jumlah produksi singkong mencapai 6,683 juta ton dengan rata-rata hasil tanaman singkong mencapai 25 ton per hektar setiap musim panen. Peningkatan produksi singkong ini diikuti dengan meningkatnya limbah kulit singkong yang belum dimanfaatkan secara optimal. Limbah ini mengandung selulosa sekitar 43,626% dan unsur karbon yang cukup tinggi sebesar 59,31% (Artiyani dan Soedjono, 2011), sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan *graphene oxide*.

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis *graphene oxide* yang berasal dari limbah kulit singkong sebagai adsorben dalam menanggulangi pencemaran senyawa antibiotik tetrasiklin menggunakan teknik ekstraksi DSPE yang ramah lingkungan.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Membuat *graphene oxide* dari limbah kulit singkong menggunakan metode *single step* dan *hummers* termodifikasi.
2. Karakterisasi hasil *graphene oxide* menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), dan *X-Ray Diffraction* (XRD).
3. Optimasi massa adsorben, pengaruh pH, konsentrasi adsorbat, dan waktu kontak optimum serta pelarut desorpsi dalam proses ekstraksi senyawa antibiotik tetrasiklin.
4. Membandingkan adsorben yang efektif digunakan pada penelitian ini dalam mengadsorpsi senyawa antibiotik tetrasiklin.

1.3 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai pemanfaatan limbah kulit singkong untuk dijadikan sebagai adsorben berupa *graphene oxide* dalam menanggulangi pencemaran senyawa antibiotik tetrasiklin.

II. TINJAUAN PUSTAKA

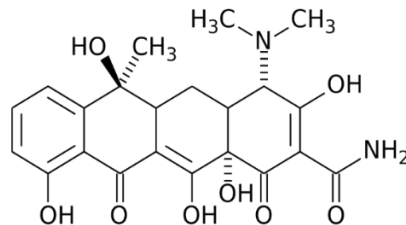
2.1 Antibiotik Tetrasiklin

Antibiotik (anti = lawan, bios = hidup) adalah zat-zat kimia yang dihasilkan oleh fungi atau bakteri yang memiliki khasiat mematikan atau menghambat pertumbuhan kuman, sedangkan toksisitasnya bagi manusia relatif kecil (Tjay dan Rahardja, 2007). Antibiotik yang diperoleh secara alami dari mikroorganisme disebut antibiotik alami, antibiotik yang disintesis di laboratorium disebut antibiotik sintetis. Antibiotik yang dihasilkan oleh mikroorganisme dan dimodifikasi di laboratorium dengan menambahkan senyawa kimia disebut antibiotik semisintetis.

Tetrasiklin adalah salah satu antibiotik yang telah digunakan secara luas dalam bidang peternakan dan kesehatan. Tetrasiklin pada bidang peternakan digunakan sebagai antimikroba yang efektif dan ekonomis, serta sebagai agen peningkat laju pertumbuhan dan peningkat efisiensi pakan ternak (Mu *et al.*, 2013). Tetrasiklin terakumulasi dalam tubuh manusia melalui rantai makanan yang berdampak pada gangguan kesehatan dan mengancam stabilitas ekosistem apabila mengendap dalam perairan. Penyalahgunaan tetrasiklin dapat meningkatkan frekuensi resistensi gen yang menyebabkan penurunan efisiensi pengobatan terhadap infeksi bakteri (Zhang *et al.*, 2018).

Tetrasiklin merupakan kristal berwarna kuning dan merupakan basa yang sukar larut dalam air, tetapi bentuk garam natrium atau garam HCl-nya mudah larut. Dalam keadaan kering, bentuk basa dan garam HCl tetrasiklin bersifat relatif stabil. Dalam larutan, kebanyakan tetrasiklin sangat stabil sehingga cepat

berkurang potensinya. Tetrasiklin memiliki rumus molekul $C_{22}H_{24}N_2O_8$ dan memiliki nama IUPAC [4s-(4 α ,4a α ,5a α ,6 β ,12a α)] -4- (dimetilamino) 1,4,4a,5,5a,6-11,12a-oktahidro 3,6,10,12,12a- penta hidroksi- 6- metil -1,11-dioksa- 2-naftasen karboksamida dengan berat molekul sebesar 480,9 g/mol (Daghrir *and* Drogui, 2013) Struktur tetrasiklin ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur tetrasiklin (Daghrir *and* Drogui, 2013).

Klasifikasi antibiotik tetrasiklin dibagi menjadi 4 macam, yaitu tetrasiklin (TC), oksitetrasiklin (OTC), klortetrasiklin (CTC) dan doksisisiklin (DC) (Daghrir *and* Drogui, 2013). Potensi tetrasiklin berkurang dalam larutan dengan pH kurang dari/sama dengan dua (≤ 2) dan mudah rusak dalam larutan alkali hidroksida. Kelarutan tetrasiklin dalam air sebesar 1,7 mg/mL dan kelarutan dalam metanol lebih dari 2 mg/mL pada suhu 28 °C.

2.2 Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)

Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) merupakan metode preparasi sampel yang menambahkan langsung adsorben pada larutan sampel yang mengandung analit target tanpa perlu preparasi sampel, lalu diikuti dengan proses dispersi. Setelah ekstraksi, adsorben dipisahkan dengan filtrasi atau sentrifugasi dan langkah sebelumnya diulangi menggunakan pelarut yang sesuai untuk elusi analit (Anastassiades *et al.*, 2003). Pada metode DSPE, adsorben didispersikan dalam larutan sampel dan dipisahkan pada ekstraksi yang terakhir. Efisiensi ekstraksi pada DSPE tinggi karena terdapat peningkatan area kontak aktif antara analit

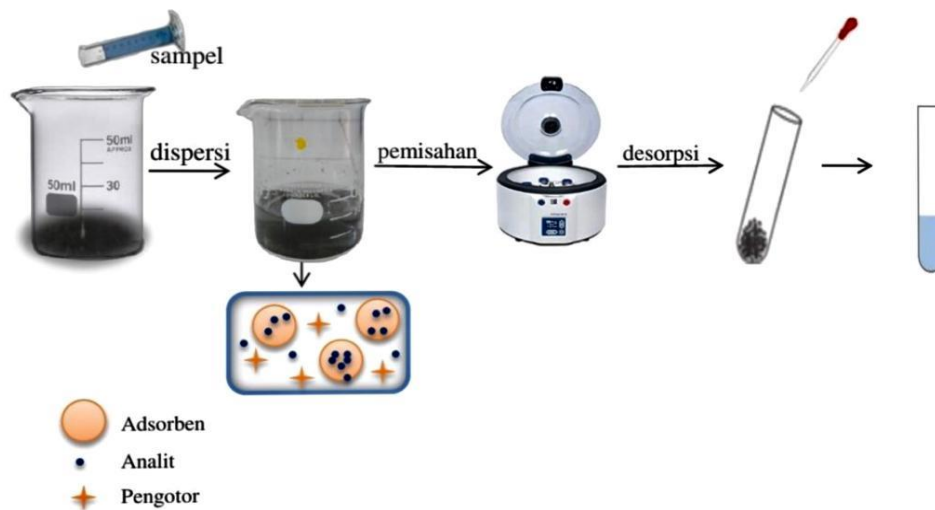
dengan adsorben yang terdispersi. Oleh karena itu, waktu ekstraksi pada metode DSPE umumnya cepat (Román *et al.*, 2011).

Metode DSPE banyak digunakan untuk menganalisis residu pestisida (Rejczak *and* Tuzimski, 2017), menganalisis polutan lingkungan seperti senyawa PAHs (Nikolic *et al.*, 2017), dan polutan lingkungan seperti senyawa antibiotik (Zhang *et al.*, 2017). Metode DSPE biasanya terdiri dari tiga langkah utama, yaitu (Anastassiades *et al.*, 2003) :

1. Dispersi adsorben ke dalam sampel.
2. Pemisahan adsorben dari matriks sampel.
3. Elusi analit dari adsorben.

Elusi analit dari adsorben diperlukan pelarut yang memiliki kepolaran yang sesuai dengan matriks sampel atau analit yang diinginkan agar dapat dielusi dari adsorben. Hal ini sesuai dengan prinsip *like dissolve like*, yaitu senyawa polar akan larut dalam pelarut polar, dan senyawa non polar akan larut dalam pelarut non polar (Utami dan Putri, 2020).

Keunggulan teknik DSPE yaitu waktu preparasi sampel berlangsung cepat, biaya yang digunakan sedikit, mudah dilakukan, pelarut organik toksik yang digunakan sedikit sehingga bersifat lebih ramah lingkungan, dapat digunakan kembali (*reusable*), sensitif, persen *recovery* yang tinggi, efektivitas yang tinggi, dan pengaplikasian yang luas (Mijangos *et al.*, 2015 *and* Ścigalski *and* Kosobucki, 2020). Hal yang paling penting dalam DSPE adalah pemilihan adsorben karena harus memberikan eluat yang bersih untuk analisis kromatografi dan memberikan *recovery* yang tinggi dari senyawa yang dianalisis. Sebagian besar adsorben yang digunakan dalam DSPE bekerja berdasarkan prinsip adsorpsi sehingga terdapat ikatan yang kuat antara adsorben dengan adsorbat (Cvetkovic *et al.*, 2016). Skema teknik DSPE ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Skema teknik DSPE (Roja, 2021).

Adsorpsi merupakan suatu peristiwa dimana molekul-molekul dari suatu senyawa terikat oleh permukaan zat padat. Fenomena konsentrasi zat pada permukaan padatan disebut fasa teradsorpsi atau adsorbat, sedangkan zat yang akan menyerap atau menariknya disebut adsorben. Molekul-molekul pada zat padat atau zat cair memiliki gaya dalam keadaan tidak seimbang dimana gaya kohesi cenderung lebih besar daripada gaya adhesi. Gaya-gaya yang tidak seimbang menyebabkan zat padat tersebut cenderung menarik zat lain yang bersentuhan pada permukaannya (Rozi *et al.*, 2014).

Pada umumnya proses adsorpsi diklasifikasikan menjadi dua proses yaitu proses adsorpsi secara fisik yang disebabkan oleh gaya *Van der Waals*, dan secara kimia yang disebabkan melalui reaksi kimia antara molekul-molekul adsorbat dengan atom-atom penyusun permukaan adsorben. Pada dasarnya adsorben dibagi menjadi tiga yaitu, adsorben yang mengadsorpsi secara fisik (karbon aktif, *graphene oxide*, *silica gel* dan zeolit), adsorben yang mengadsorpsi secara kimia (*calcium chloride*, *metal hydrides*, dan *complex salts*), dan *composite* adsorben yang mengadsorpsi secara kimia dan fisik.

Adsorben atau material penyerap adalah zat atau material yang mempunyai kemampuan untuk mengikat dan mempertahankan cairan atau gas di dalamnya.

Luasnya permukaan spesifik, sangat mempengaruhi besarnya kapasitas penyerapan dari adsorben. Semakin luas permukaan spesifik dari adsorben, maka semakin besar kemampuan penyerapannya. Volume adsorben membatasi jumlah dan ukuran pori-pori pembentuk permukaan dalam (*internal surface*) yang menentukan besar atau kecilnya permukaan penyerapan spesifik. Karakteristik adsorben yang dibutuhkan untuk adsorpsi:

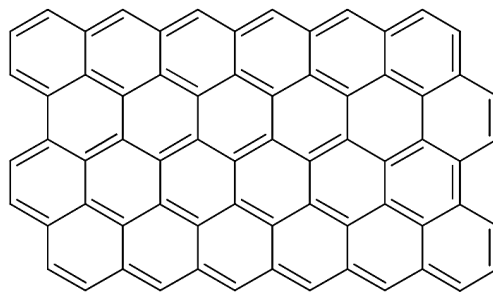
1. Memiliki luas permukaan yang besar, sehingga kapasitas adsorpsinya tinggi.
2. Memiliki aktivitas terhadap komponen yang diadsorpsi.
3. Tidak ada perubahan volume yang berarti selama proses adsorpsi dan desorpsi.
4. Memiliki jaringan pori yang besar sehingga molekul gas atau adsorbat dapat masuk ke bagian dalam adsorben.

Berbagai jenis adsorben telah dikembangkan untuk mengadsorpsi antibiotik tetrasiklin termasuk adsorben berbasis bahan konvensional seperti karbon aktif, zeolit, mineral lempung dan biomaterial. Saat ini pengembangan adsorben berbasis material berstruktur nano lebih menarik perhatian dibandingkan dengan adsorben konvensional karena memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi, stabilitas termal dan mekanik yang baik, jumlah sisi aktif yang banyak, memiliki ketahanan difusi intra-partikel yang kecil dan dapat dengan mudah dimodifikasi atau difungsikan (Neolaka *et al.*, 2020).

Adsorben yang paling banyak digunakan saat ini adalah adsorben yang berasal dari bahan alam. Senyawa yang ada dalam bahan alami yang berperan dalam proses adsorpsi yaitu selulosa, lignin, dan hemiselulosa. Adsorben dapat digolongkan menjadi dua berdasarkan adsorbat yang diserap, yaitu polar dan non-polar. Adsorben polar adalah adsorben hidrofilik, adsorben ini dapat menyerap air. Contoh dari adsorben ini adalah silika gel yang biasa digunakan untuk menyerap uap air pada rak sepatu. Adsorben non polar adalah adsorben hidrofobik, adsorben ini akan menyerap adsorbat selain air. Contoh dari adsorben non-polar adalah karbon aktif dan *graphene*.

2.3 Graphene

Graphene merupakan alotrop karbon yang berbentuk lembaran datar tipis dimana setiap atom karbon memiliki ikatan sp^2 dan dikemas rapat dalam bentuk kisi kristal seperti sarang lebah. *Graphene* dapat dilihat sebagai sebuah jaring-jaring berskala atom yang terdiri dari atom karbon beserta ikatannya. *Graphene* juga dapat dianggap sebagai molekul aromatik sangat besar yang merupakan kelompok senyawa hidrokarbon polisiklik aromatik datar. Struktur *graphene* ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur *graphene* (Daghrir and Drogui 2013).

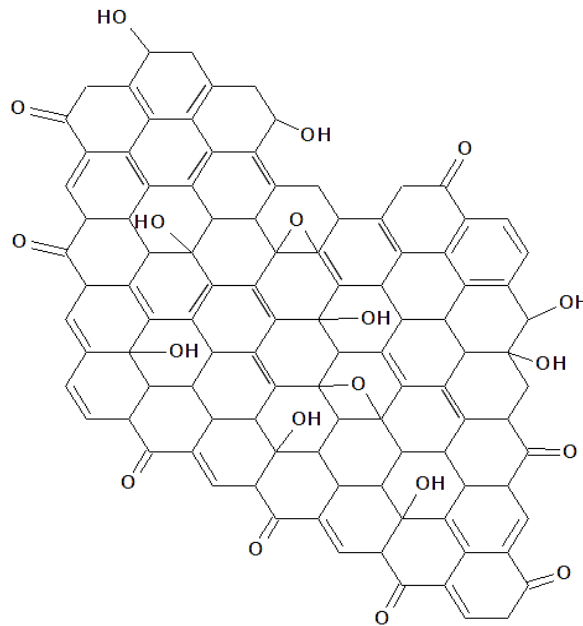
Graphene dengan struktur kimia yang unik mempunyai sifat-sifat yang luar biasa, diantaranya adalah karena ikatannya yang kovalen, menjadikan material ini lebih kuat daripada logam. Kemudian, karena hanya berbentuk 2D memungkinkan transport elektron yang cepat sehingga konduktivitas listrik dan konduktivitas termalnya sangat tinggi. *Graphene* yang memiliki tebal hanya berkisar diameter atom karbon, membuat material tersebut menjadi material yang tipis dan fleksibel serta mempunyai transparansi yang tinggi (Lasky, 2015).

Graphene secara luas dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang, yaitu sebagai sensor atau detektor, adsorben dalam proses adsorpsi, dalam bidang emisi elektron sebagai superkapasitor, dalam bidang pembuatan *lithium-ion batteries* sebagai fotokatalis dan bidang lainnya. Keunggulan *graphene* yang dimanfaatkan pada aplikasi-aplikasi tersebut karena *graphene* memiliki struktur poros, kemampuan transfer elektron yang cepat, luas permukaan spesifik yang besar, konduktivitas yang tinggi dan kapasitas penyimpanan energi yang sangat besar.

Keunggulan *graphene* tersebut telah menarik perhatian di bidang akademik dan industri mengenai cara memperoleh material *graphene*. Pada penelitian ini *graphene* diaplikasikan dalam proses adsorpsi sebagai adsorben. Namun kecenderungan *Graphene* untuk membentuk agregasi dalam larutan akibat interaksi *Van der Waals* yang kuat dan interaksi antar lembaran dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan adsorpsi (Neolaka *et al.*, 2020). Hal ini menyebabkan turunan *graphene* yaitu *graphene oxide* dapat menyediakan permukaan dengan sifat yang sesuai untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi residu antibiotik lebih banyak dipilih.

2.4 Graphene Oxide

Graphene oxide merupakan senyawa turunan dari *graphene* yang tidak hanya mengandung unsur karbon, tetapi juga oksigen dan hidrogen. *Graphene oxide* mempunyai ikatan dengan gugus fungsi oksigen reaktif, yang menjadikannya pilihan yang tepat untuk digunakan dalam banyak aplikasi. Gugus fungsi yang mengandung oksigen pada *graphene oxide* seperti gugus karboksil ($-\text{COOH}$), karbonil ($-\text{C}=\text{O}$), dan gugus fenol pada tepi lembaran, serta gugus epoksi ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$), dan hidroksil ($-\text{OH}$) pada bidang basal memberikan sifat hidrofilik untuk *graphene oxide*. Oleh karena itu, *graphene oxide* mengandung atom karbon hibridisasi sp^2 yang berasal dari grafit murni (tidak teroksidasi) dan hibridisasi sp^3 yang berasal dari bagian *graphene* teroksidasi dan bersifat isolator. Kandungan oksigen pada *graphene oxide* juga mengurangi sifat-sifat unggul yang lain dari *graphene*. Saat ini, *graphene oxide* telah muncul sebagai kandidat adsorben kuat dengan aktivitas antibakteri yang efektif (Tohamy *et al.*, 2020). Struktur *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur *graphene oxide* (Neolaka *et al.*, 2020).

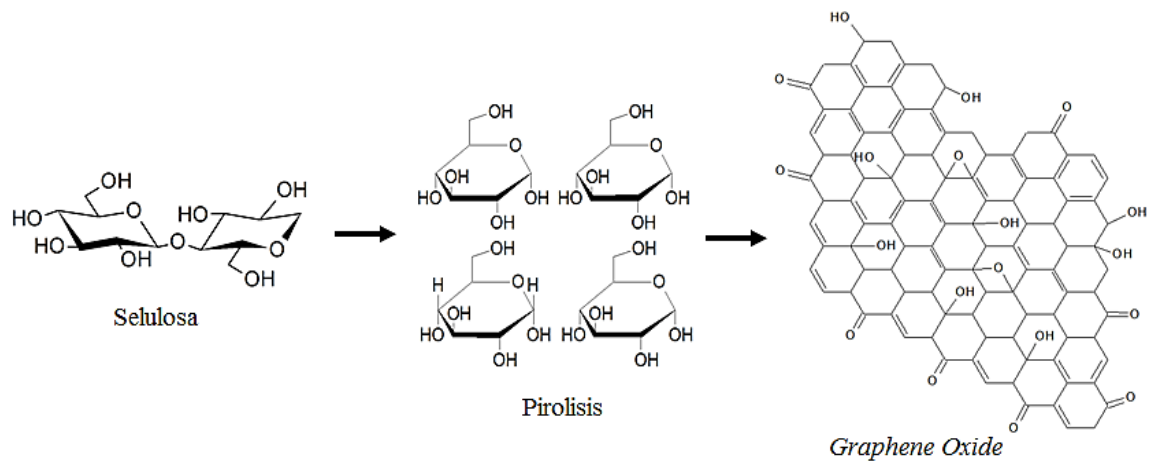
Sintesis material *graphene oxide* sebagai aspek baru di dunia, karena penerapannya di berbagai bidang termasuk elektronik, optik, medis, ilmu fisika, ilmu kimia dan ilmu biologi. Beberapa metode yang dapat digunakan untuk proses sintesis *graphene oxide* yaitu metode brodie, staudenmaier, *hummers*, dan *hummers* termodifikasi. Metode brodie merupakan metode pertama yang ditemukan untuk proses sintesis *graphene oxide*. Pada metode ini masih terdapat banyak kekurangan yaitu proses oksidasi berlangsung sangat lama sekitar 3-4 hari (diulang hingga 4 kali percobaan) (Zaaba *et al.*, 2017). Selain itu, penggunaan bahan KClO_3 sangat berbahaya karena dapat menyebabkan ledakan dan HNO_3 dapat menghasilkan gas-gas beracun seperti NO_2 (Alam *et al.*, 2017).

Metode Staudenmaier yang menggantikan penggunaan HNO_3 dengan H_2SO_4 dan berhasil menjadikan proses oksidasi berlangsung lebih cepat, namun pada metode ini masih digunakan KClO_3 , sehingga dikembangkanlah metode yang lebih praktis, aman, dan efisien waktu yaitu metode *hummers* (Marcano *et al.*, 2010). Pada metode ini, proses oksidasi dapat dilakukan dalam satu kali percobaan sehingga proses sintesis jauh lebih cepat dibandingkan metode lainnya. Bahan KClO_3 digantikan dengan KMnO_4 untuk mencegah ledakan spontan yang

mungkin terjadi selama proses oksidasi dan bahan HNO_3 diganti dengan NaNO_3 untuk mencegah terbentuknya kabut asam (Zaaba *et al.*, 2017).

Berdasarkan penelitian Marcano *et al* (2010), diketahui bahwa metode *hummers* secara konvensional masih memiliki kekurangan yaitu penggunaan NaNO_3 mampu menghasilkan gas-gas beracun seperti NO_2 dan N_2O_4 . Oleh karena itu, dikembangkan metode lain yaitu *hummers* termodifikasi (Marcano *et al.*, 2010). Berbagai oksidan telah digunakan untuk mempromosikan oksidasi halus dari bubuk *graphite* untuk menghasilkan *graphene oxide*. Namun, sintesis *graphene oxide* dan turunan *graphene* lainnya dari *non-graphite* belum banyak dipelajari. Meskipun sintesis *graphene oxide* melalui pirolisis bahan limbah telah banyak dilakukan tetapi prosesnya melibatkan suhu tinggi menggunakan argon, seperti limbah ampas tebu sebagai pengganti *graphite* dilaporkan telah menghasilkan *graphene oxide* secara pirolisis pada suhu $300\text{ }^\circ\text{C}$ dengan menggunakan *ferrosen* sebagai zat pengoksidasi, dengan cara mengubahnya terlebih dahulu menjadi *graphite* dengan pemanasan tinggi pada suhu $550\text{ }^\circ\text{C}$ yang akan mengalami oksidasi menjadi *graphene oxide* melalui metode *hummers* yang dimodifikasi. Namun, secara kimia mekanisme dibalik pembentukannya masih belum jelas. Maka, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis satu langkah *graphene oxide* berkualitas tinggi karena prosesnya yang cepat, mudah, tidak menggunakan bahan kimia berbahaya dan ramah lingkungan (Debbarma *et al*, 2019).

Pembuatan *graphene oxide* dari limbah kulit singkong yang banyak mengandung selulosa sekitar 43,626% (Artiyani dan Soedjono, 2011), dilakukan dengan cara pirolisis pada suhu sedang, tanpa penggunaan bahan kimia beracun dan tanpa *graphite* sebagai prekursor. Pembentukan *nanosheet graphene oxide* menunjukkan bahwa aromatisasi dan kondensasi monomer glukosa yang menyebabkan pembentukan ikatan glikosidik, selanjutnya konvergen menjadi cincin poliaromatik pada pirolisis (Debbarma *et al.*, 2019). Produksi turunan *graphene* dari kulit singkong ini menjadi salah satu solusi pengelolaan limbah lingkungan yang masih belum dimanfaatkan secara optimal. Pembuatan *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Sintesis *Graphene Oxide* (Debbarma *et al.*, 2019).

2.5 Kulit Singkong

Data Badan Pusat Statistik (2018), menyatakan bahwa Provinsi Lampung adalah penghasil singkong terbesar di Indonesia dengan jumlah produksi singkong mencapai sekitar 6,683 juta ton, rata-rata produksi hasil tanaman singkong mencapai 25 ton per hektar setiap musim panen, dimana data tersebut menunjukkan Provinsi Lampung sebagai sentra industri singkong terbesar di Indonesia dengan produksi singkong mencapai lebih dari 30% dari produk nasional. Singkong adalah tanaman tropis yang bermanfaat dan digunakan sebagai sumber kalori. Tanaman singkong ini dapat tumbuh sepanjang tahun di daerah tropis dan memiliki kemampuan adaptasi yang tinggi terhadap kondisi berbagai tanah dan memiliki kandungan gizi yang cukup lengkap. Kandungan zat gizi singkong adalah karbohidrat, lemak, protein, serat makanan, vitamin (B1, C), mineral (Fe, F, Ca), dan zat non gizi, seperti air. Tanaman singkong terdiri dari daun, batang, dan kulit. Dari bagian tersebut masih ada yang belum dimanfaatkan secara optimal yaitu kulit singkong. Kulit singkong seringkali dianggap limbah yang tidak berguna oleh sebagian industri berbahan baku singkong.

Menurut Prabawati (2011), limbah kulit singkong merupakan residu hasil pertanian yang terdapat dalam jumlah melimpah di berbagai daerah di Indonesia. Perlu adanya perhatian dalam hal ini karena massa kulit singkong cukup besar

dari total bagian singkong secara keseluruhan. Oleh karena itu, perlu adanya suatu pengolahan untuk memanfaatkan limbah buangan kulit singkong tersebut menjadi sesuatu yang lebih bernilai, berguna, dan tidak terbuang sia-sia. Kulit singkong yang diperoleh dari produk tanaman ubi kayu (*Manihot utilissima*) merupakan limbah utama pangan di negara-negara berkembang, semakin luas area tanaman singkong, produksi singkong yang dihasilkan semakin tinggi, akibatnya semakin banyak pula limbah kulit singkong yang dihasilkan. Persentase kulit singkong kurang lebih 20% dari umbinya sehingga per kg umbi singkong menghasilkan 0,2 kg kulit singkong. Kulit singkong ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Kulit singkong.

Meninjau potensi pemanfaatan limbah kulit singkong setiap tahun, perlu upaya studi untuk membuat suatu produk. Kulit singkong mengandung beberapa komponen yaitu selulosa 43,626%, amilum 36,58%, hemiselulosa 10,384%, lignin 7,646%, dan komponen lainnya 1,762%, selain itu limbah kulit singkong juga mengandung karbon yang cukup tinggi sebesar 59,31%. Hal tersebut yang mendasari bahwa kulit singkong dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan *graphene oxide* yang dapat digunakan untuk memurnikan larutan dari molekul organik yang mengandung pengotor yang tidak diinginkan atau disebut sebagai adsorben yang dapat mengadsorpsi logam, senyawa organik, zat warna, dan sebagainya termasuk residu antibiotik tetrasiklin (Artiyani dan Soedjono, 2011). Persentase kandungan kimia kulit singkong ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Persentase kandungan kimia kulit singkong.

Komponen	Massa (%)
Karbon	59,31
Hidrogen	9,78
Oksigen	28,74
Kalium	2,06
Kalsium	0,11

Sumber: Ikawati dan Melati, 2009

2.6 Karakterisasi

2.6.1 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Spektroskopi inframerah adalah salah satu teknik spektroskopi yang paling umum digunakan oleh kimia organik dan anorganik. Spektroskopi IR memungkinkan untuk digunakan dalam deteksi suatu sampel karena spektra tersebut dapat dimanfaatkan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Spektroskopi inframerah merupakan metode yang didasarkan pada interaksi radiasi inframerah dengan sampel. Radiasi Inframerah dilewatkan melewati sampel, panjang gelombang spesifik diserap karena ikatan kimia pada material (*contracting*) dan pembengkokan (*bending*).

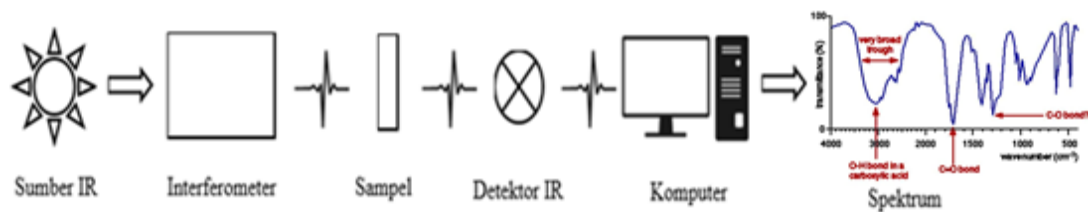
Prinsip kerja FTIR yaitu serapan dari senyawa dengan tingkat energi vibrasi dan rotasi pada ikatan kovalen yang mengalami perubahan momen dipol dalam suatu molekul. FTIR digunakan untuk karakterisasi dengan tujuan untuk mengetahui jenis-jenis vibrasi antar atom. FTIR juga digunakan untuk analisis senyawa organik dan anorganik secara kualitatif maupun kuantitatif dengan melihat absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu.

Panjang gelombang cahaya yang diserap oleh molekul organik dan intensitas penyerapannya menghasilkan spektrum, dengan melihat spektrum yang diperoleh mendapatkan informasi tentang struktur molekul tersebut. Tujuan utama analisis spektroskopi inframerah adalah menentukan gugus-gugus fungsi molekul. Saat ini perkembangan transformasi *fourier*, spektroskopi FTIR digunakan secara luas

dalam bidang farmasi, makanan, lingkungan dan sebagainya. Spektra IR dapat dibagi dalam tiga daerah utama, yaitu IR jauh ($<400\text{ cm}^{-1}$), IR tengah ($4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$) dan IR dekat ($13000\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$). Dari ketiga daerah itu, IR tengah merupakan daerah yang paling banyak digunakan untuk analisis karena semua molekul mempunyai absorbansi karakteristik dan vibrasi molekul utama dalam daerah ini (Davis *and* Mauer, 2010).

Gugus fungsi yang ada dalam suatu molekul cenderung menyerap radiasi inframerah pada kisaran bilangan gelombang yang sama terlepas dari struktur lain dalam molekul. Puncak spektrum juga diturunkan dari absorbansi perubahan energi vibrasi pada daerah inframerah. Jadi, ada hubungan antara posisi pita inframerah dan struktur kimia dalam molekul (Davis *and* Mauer, 2010). Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer sebagai pengolah sinar inframerah. Daerah panjang gelombang yang digunakan pada alat spektrofotometer infra merah, yaitu pada panjang gelombang $2,5 - 50\ \mu\text{m}$ atau pada bilangan gelombang $4000 - 200\text{ cm}^{-1}$. Satuan yang sering digunakan dalam spektrofotometri infra merah adalah bilangan gelombang. Jika suatu senyawa organik disinari dengan inframerah yang mempunyai frekuensi tertentu, maka akan didapat beberapa frekuensi yang diserap oleh senyawa tersebut.

Sebuah alat pendetektor yang diletakkan di sisi lain senyawa tersebut akan menunjukkan bahwa beberapa frekuensi melewati senyawa tersebut tanpa diserap sama sekali, tetapi frekuensi lainnya banyak yang diserap. Berapa banyak frekuensi tertentu yang melewati senyawa tersebut diukur sebagai presentase transmitansi (*percentage transmittance*). Proses perubahan sinyal pada spektroskopi FTIR ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Proses perubahan sinyal pada spektroskopi FTIR (Suseno dan Firdausi, 2008).

FTIR menyajikan cara sederhana yang dapat digunakan untuk memperoleh informasi spektrum dari sampel dengan mudah. FTIR juga dapat digunakan untuk analisis kuantitatif menggunakan prinsip hukum Beer, dimana puncak intensitas (absorbansi) dari spektrum inframerah (IR) berbanding lurus dengan konsentrasi sampel (Che Man *et al.*, 2005). FTIR secara efektif dapat memberikan informasi mengenai komposisi kimia bahan pada tingkat molekular. FTIR digunakan untuk menentukan gugus fungsi kimia dari senyawa organik dan anorganik. Selain itu, FTIR juga dapat menganalisis gugus fungsi secara cepat tanpa merusak dan mampu menganalisis beberapa komponen secara serentak.

Kelebihan dari FTIR yaitu penyiapan sampel yang lebih cepat serta waktu yang digunakan untuk menganalisis lebih cepat dibandingkan metode konvensional lainnya, tidak menggunakan pelarut yang banyak dan mengurangi resiko toksisitas.

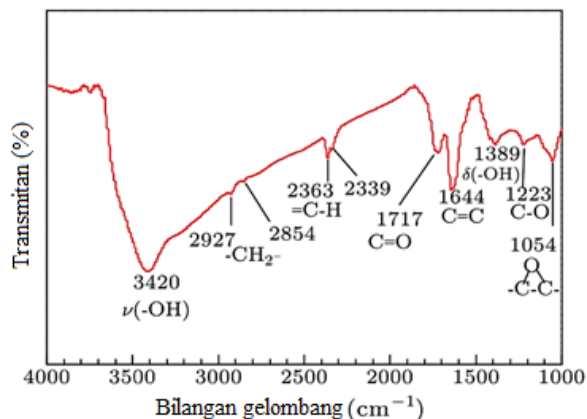
Munculnya gugus-gugus fungsional pada *graphene oxide* menjadikan material ini banyak diminati karena dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti elektronik, *bio device*, bahan komposit, *coating*, separasi membran, dan adsorben. *Graphene oxide* sebagai nanomaterial *monolayer* atau *few layer graphene* yang memiliki gugus fungsi oksigen, seperti gugus karboksil ($-\text{COOH}$), karbonil ($-\text{C}=\text{O}$), dan gugus fenol pada tepi lembaran, serta gugus epoksi ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$) dan hidroksil ($-\text{OH}$) pada bidang basal menghadirkan lebih banyak sisi aktif (Tohamy *et al.*, 2020). Korelasi antara jenis vibrasi gugus fungsi dengan frekuensi ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Korelasi antara jenis vibrasi gugus fungsi dengan frekuensi.

Gugus	Jenis vibrasi	Frekuensi (cm⁻¹)	Intensitas
C-H	Alkana (ulur)	3000-2850	Kuat
	CH ₃ (tekuk)	1450 dan 1375	Medium
	CH ₂ (tekuk)	1465	Medium
	Alkena (ulur)	3100-3000	Medium Kuat
	Alkena (tekuk, keluar bidang)	1000-650	
	Aromatis (ulur)	3150-3050	Kuat
	Aromatis (tekuk, keluar bidang)	900-690	Kuat
	Alkuna (ulur)	± 3300	Kuat
	Aldehid	2900-2800	Lemah
		2800-2700	Lemah
C-C	Alkana	1200	Sedang
C=C	Alkena	1680-1600	Medium-lemah
	Aromatis	1600 dan 1475	Medium-lemah
C≡C	Alkuna	2250-2100	Medium-lemah
C=O	Aldehid	1740-1720	Kuat
	Keton	1725-1705	Kuat
	Asam karboksilat	1725-1700	Kuat
	Ester	1750-1730	Kuat
C-O	Alkohol, eter, ester, asam karboksilat, anhidrida	1300-1000	Kuat
O-H	Fenol Bebas	3650-3600	Medium
	Terikat hydrogen	3400-3200	Medium
	Asam-asam karboksilat	3400-2400	Medium

Sumber: Rohman *and* Yusof, 2014

Graphene oxide bersifat hidrofilik, mampu terdispersi dalam air, dan cenderung negatif (berasal dari oksigen yang terfungsionalisasi pada permukaannya. Selain itu, *graphene oxide* juga memiliki sifat non-konduktif (Xu *et al.*, 2011). Hasil karakterisasi FTIR *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Hasil karakterisasi FTIR *graphene oxide* (Mu *et al.*, 2013).

2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD)

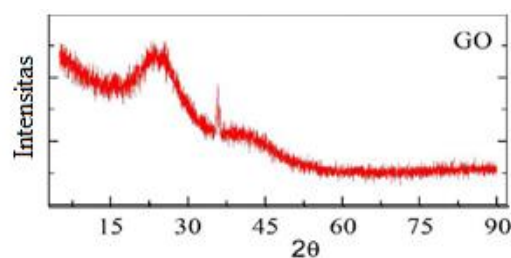
X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode analisa yang memanfaatkan interaksi antara sinar-x dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal (Muzakir, 2012). XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisis menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf. Struktur kristal merupakan susunan atom-atom atau kumpulan atom yang teratur dan berulang dalam ruang tiga dimensi. Keteraturan susunan tersebut disebabkan oleh kondisi geometris yang dipengaruhi oleh ikatan atom yang memiliki arah.

Analisa XRD merupakan contoh analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan suatu senyawa dengan mengamati pola pembiasan cahaya sebagai akibat dari berkas cahaya yang dibiaskan oleh material yang memiliki susunan atom pada kisi kristalnya. Secara sederhana. Prinsip kerja dari XRD dapat dijelaskan bahwa, setiap senyawa terdiri dari susunan atom-atom yang membentuk bidang tertentu. Jika sebuah bidang memiliki bentuk yang tertentu, maka partikel cahaya (foton) yang datang dengan sudut tertentu hanya akan menghasilkan pola pantulan maupun pembiasan yang khas, dengan kata lain, tidak

mungkin foton yang datang dengan sudut tertentu pada sebuah bidang dengan bentuk tertentu akan menghasilkan pola pantulan ataupun pembiasan yang bermacam-macam, sebagai gambaran bayangan sebuah objek akan membentuk pola yang sama seandainya cahaya berasal dari sudut datang yang sama. Kekhasan pola difraksi yang tercipta inilah yang dijadikan landasan dalam analisa kualitatif untuk membedakan suatu senyawa dengan senyawa yang lain menggunakan instrumen XRD. Pola unik yang terbentuk untuk setiap difraksi cahaya pada suatu material seperti halnya *fingerprint* (sidik jari) yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang berbeda (Muzakir, 2012).

Pada XRD, pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu sebagai hasil dari difraksi berkas cahaya oleh kristal pada material, dimana θ merepresentasikan sudut datang cahaya, sedangkan nilai 2θ merupakan besar sudut datang dengan sudut difraksi yang terdeteksi oleh detektor (Muzakir, 2012). Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan, dengan demikian sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda.

Graphene oxide memiliki struktur kristalin dengan intensitas *peak* yang rendah. Tingkat kristalinitas *graphene oxide* dapat ditentukan dari difraktogram XRD yang ditunjukkan dengan *peak* yang cukup intens dan tajam pada $2\theta = 25,5826^\circ$. Hasil karakterisasi XRD *graphene oxide* dapat dilihat pada Gambar 9.

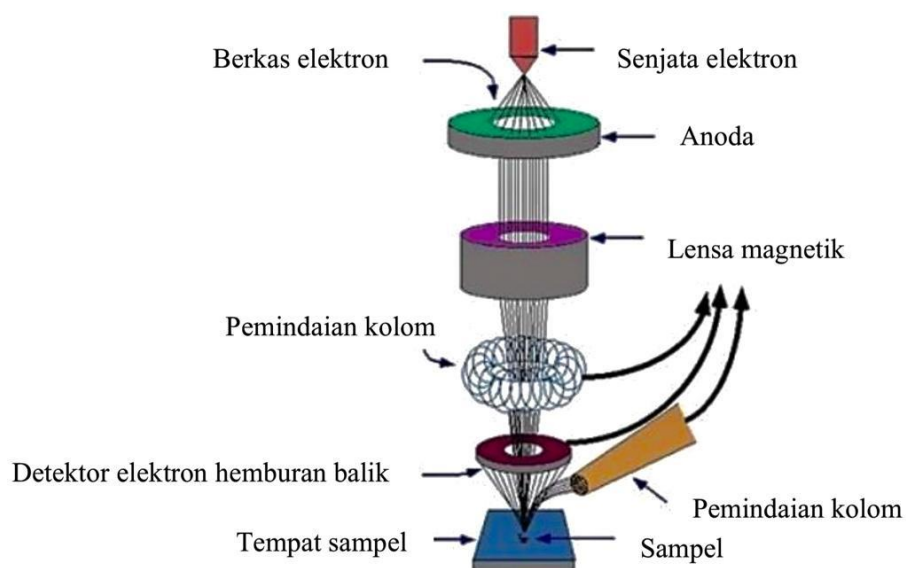


Gambar 9. Hasil karakterisasi XRD *graphene oxide* (Neolaka *et al.*, 2020).

2.6.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

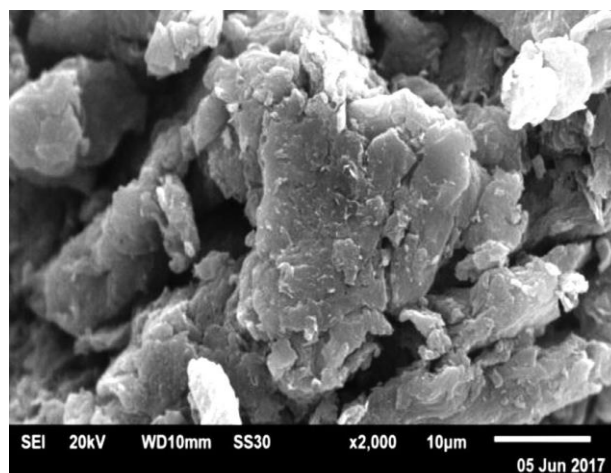
Scanning electron microscope (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari sampel yang dianalisis. SEM memiliki resolusi yang tinggi mencapai 0.1 – 0.2 nm. Secara singkat, prinsip kerja SEM adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh sampel yang akan dianalisis.

Pengamatan sampel dilakukan dengan menembakkan berkas elektron yang berintensitas tertinggi ke permukaan sampel, kemudian *scan* ke seluruh permukaan material pengamatan. Karena luasnya daerah pengamatan, dapat dibatasi lokasi yang akan diamati dengan melakukan *zoom-in* atau *zoom-out*. Dengan memanfaatkan berkas pantulan dari benda tersebut maka informasi dapat diketahui dengan menggunakan program pengolahan yang terdapat di dalam komputer. Prinsip kerja dari SEM ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Prinsip kerja SEM (Schweitzer, 2014).

Prinsip kerja yang ditunjukkan pada Gambar 10. Adalah sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT). Ada beberapa sinyal yang penting yang dihasilkan oleh SEM. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X, sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal *backscattered electron*. Perbedaan gambar dari sinyal elektron sekunder dengan *backscattered* adalah sebagai berikut: elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang dianalisa, permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan *backscattered* elektron memberikan perbedaan berat molekul dari atom – atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah. Hasil karakterisasi SEM *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 11.



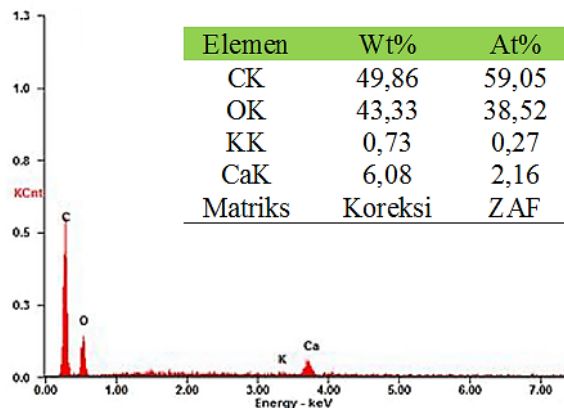
Gambar 11. Hasil karakterisasi SEM *graphene oxide* (Kusrini *et al.*, 2019).

SEM adalah salah satu jenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi sehingga hasil yang diperoleh dari analisis dengan SEM yaitu bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan sedangkan dengan EDX dapat diketahui komposisi serta

kadar unsur dalam sampel. EDX bekerja sebagai fitur yang terintegrasi dengan SEM dan tidak dapat bekerja tanpa SEM, untuk mengetahui komposisi kimia pada permukaan sampel, sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan *energy dispersive x-ray* (EDX).

EDX dihasilkan dari sinar-X, yaitu dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDX juga bisa membuat elemental *mapping* (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan sampel. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen. SEM-EDX dapat memberikan informasi tentang topografi, morfologi, komposisi dari sampel yang dianalisis. Topografi adalah kemampuan untuk menganalisa permukaan dan tekstur. Morfologi adalah kemampuan untuk menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel. Komposisi adalah kemampuan menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif.

Prinsip kerja EDX yaitu analisis kualitatif yang dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-x dari unsur-unsur yang sudah diketahui selain mengetahui keberadaan suatu unsur dalam sampel, hasil analisis EDX juga dapat menunjukkan konsentrasi unsur tersebut, untuk melakukan analisa kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses antara lain meniadakan *background*, dekonvolusi *peak* yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur. Hasil karakterisasi *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Hasil karakterisasi EDX *graphene oxide* (Neolaka *et al.*, 2020).

2.7 Spektrofotometri *Ultraviolet-Visible* (Uv-Vis)

Spektrofotometri Uv-Vis merupakan pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu. Spektrofotometri ini merupakan gabungan antara spektrofotometri *ultraviolet* dan *visible* yang menggunakan dua buah sumber cahaya berbeda, sumber cahaya *ultraviolet* dan sumber cahaya *visible*. Sinar *ultraviolet* (Uv) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (*Visible*) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm.

Pengukuran spektrofotometri menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer Uv-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrum Uv-Vis sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorban pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum *Lambert-Beer*.

Spektrofotometer memiliki 2 tipe yaitu spektrofotometer sinar tunggal dan spektrofotometer sinar ganda. Spektrofotometer sinar tunggal biasanya dipakai untuk kawasan spektrum ultra ungu dan cahaya yang terlihat. Spektrofotometer sinar ganda dapat dipergunakan baik dalam kawasan ultra ungu dan cahaya yang terlihat maupun dalam kawasan inframerah.

1. *Single Beam*

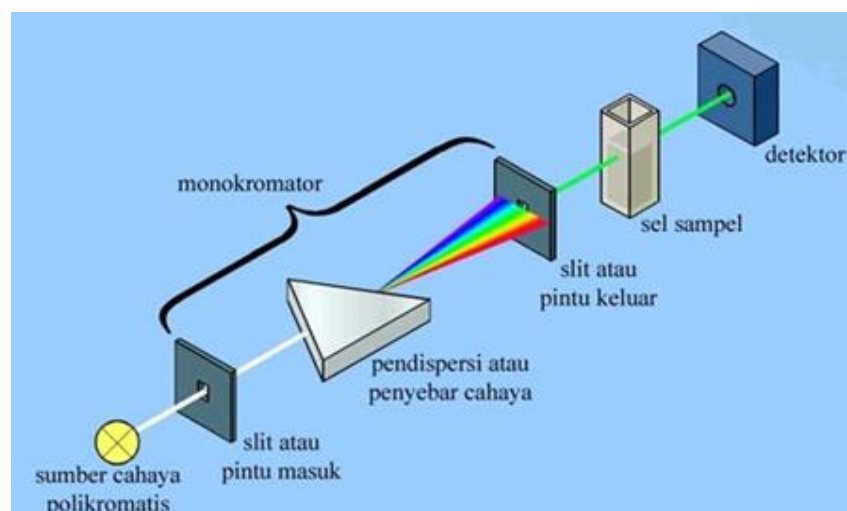
Single-Beam instrument dapat digunakan untuk kuantitatif dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tunggal. Pengukuran sampel dan larutan blanko atau standar harus dilakukan secara bergantian dengan sel yang sama (Suharti, 2017).

2. *Double Beam*

Spektrofotometer memiliki berkas sinar ganda, sehingga dalam pengukuran absorbansi tidak perlu bergantian antara sampel dan larutan blanko, spektrofotometer *double beam* memakai absorbansi (A) otomatis sebagai fungsi panjang gelombang (Suhartati, 2017).

Spektrofotometri Uv-Vis dapat digunakan untuk penentuan terhadap sampel berupa larutan. Pada umumnya sampel harus diubah menjadi suatu larutan yang jernih. Perlu diperhatikan beberapa persyaratan pelarut yang dipakai antara lain:

1. Harus melarutkan sampel dengan sempurna
2. Pelarut yang dipakai tidak mengandung ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur molekulnya dan tidak berwarna (tidak boleh mengabsorpsi sinar yang dipakai oleh sampel)
3. Tidak terjadi interaksi dengan molekul senyawa yang dianalisis. Skema *double beam* spektrofotometer Uv-Vis ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Skema *double beam* spektrofotometer Uv-Vis (Suhartati, 2017).

Spektrum Uv-Vis yang baik perlu diperhatikan pula konsentrasi sampel. Hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi akan linier ($A \approx C$) apabila nilai absorbansi larutan antara 0,2-0,8 ($0,2 \leq A < 0,8$) atau sering disebut sebagai daerah berlakunya hukum Lambert-Beer. Konsentrasi larutan dengan absorbansi tersebut biasanya digunakan 10 ppm, bila absorbansi yang diperoleh masih terlalu tinggi, larutan sampel harus diencerkan, sebaliknya bila terlalu rendah, maka jumlah sampel harus ditambah (Suhartati, 2017).

Kelebihan dari instrumen Spektrofotometer Uv-Vis yaitu dapat digunakan untuk menganalisis banyak zat organik dan anorganik, selektif, mempunyai ketelitian yang tinggi dengan kesalahan relatif sebesar 1%-3%, analisis dapat dilakukan dengan cepat dan tepat, serta dapat digunakan untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Selain itu, hasil yang diperoleh cukup akurat, dimana angka yang terbaca langsung dicatat oleh detektor dan tercetak dalam bentuk angka digital ataupun grafik yang sudah diregresikan (Rohmah *et al.*, 2021).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret 2022 – Juni 2022 di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi *Graphene* dan *Graphene Oxide* menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT- LTSIT) Universitas Lampung dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di LIPI UPT Balai Pengolahan Mineral Lampung. Uji adsorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis (*Ultraviolet-Visible*) dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas *beaker*, labu erlenmeyer, labu ukur, neraca analitik (*Galaxy HR-150A 152g x 0,1mg*), tabung reaksi, rak tabung reaksi, mortar dan alu, *magnetic stirrer hot plate* (*Stuart BioCote R200000 685*), *spin bar*, lemari asam (*V Fume Hood*), *sentrifuge* (*Fisher Scientific 1827001027164*), tabung *sentrifuge*, *oven* (*Memmert 55*), corong kaca, pipet tetes, pipet *volume*, *bulb* pipet, kertas saring, cawan krus, batang pengaduk, spatula, pH meter (*Metrohm 827*), botol semprot, desikator, ultrasonik (*1510 Branson*), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (*Alpha II-Bruker*), *X-Ray Diffraction* (XRD) (*PANalytical X'Pert³ Powder*), *Scanning Electron*

Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) (EVO® MA 10), dan Spektrofotometer *Ultraviolet-Visible* (Uv-Vis) (Agilent Cary 100). Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit singkong, standar tetrasiklin (Merck™), FeCl₃.6H₂O (Merck™), larutan (HCl 5%; HCl 1 M; dan HCl 0,1 M) (Merck™), larutan H₂SO₄ pekat (Merck™), KMnO₄ (Merck™), larutan H₂O₂ 30% (Merck™), larutan HNO₃ 2M (Merck™), larutan NaOH 0,1 M (Merck™), dan akuades.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan *Graphene Oxide* Menggunakan *Hummers* Termodifikasi

3.3.1.1 Pembuatan *Graphite* Dari Kulit Singkong

Limbah kulit singkong dipotong kecil-kecil, lalu dicuci bersih dengan air beberapa kali untuk menghilangkan debu dan kotoran, setelah itu dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 1,5 jam. Kulit singkong yang sudah kering digerus hingga menjadi serbuk, lalu serbuk dimasukkan ke dalam cawan krus sebanyak ± 6 gr, lalu difurnace dengan suhu 350 °C selama 2 jam. Arang yang diperoleh didinginkan ke dalam desikator selama 15 menit, kemudian dihaluskan menggunakan mortar untuk dapat digunakan pada tahap selanjutnya (Dewi, 2020).

Arang hasil karbonisasi ditimbang sebanyak 5 gr kemudian dimasukkan ke dalam gelas *beaker* 1000 mL, lalu ditambahkan akuades sebanyak 500 mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm, selanjutnya ditambahkan larutan FeCl₃.6H₂O sebanyak 4 mL dan ditambahkan kecepatan putaran sampai 900 rpm pada suhu ruang. pH larutan campuran diubah hingga mendekati pH 2 dengan penambahan HCl 1 M secara perlahan, setelah itu dilakukan pengadukan pada suhu 60 °C selama 5 jam. Larutan disentrifugasi untuk memisahkan supernatan dari endapan *graphite*. Endapan dicuci dengan akuades hingga pH 7 (netral), selanjutnya endapan yang telah netral dikeringkan

di dalam oven pada suhu 50 °C selama 8 jam dan dilanjutkan dengan suhu 110 °C selama 5 jam. Sampel yang telah dioven dimasukkan ke dalam desikator selama 15 menit untuk didinginkan (Dewi, 2020).

3.3.1.2 Pembuatan *Graphene Oxide*

Sebanyak 1 gr *graphite* dimasukkan ke dalam gelas kimia di lemari asam, kemudian ditambahkan 23 mL H₂SO₄ pekat dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dalam penangas es (0 °C) selama 30 menit. Larutan campuran ditambahkan 3 gr KMnO₄ secara perlahan dan suhu dipertahankan di bawah 10 °C, kemudian diaduk pada suhu 35 °C selama 30 menit, selanjutnya tambahkan 46 mL akuades secara perlahan dan terjadi kenaikan suhu hingga 98 °C, lalu didiamkan selama 15 menit (Li *et al.*, 2013).

Reaksi yang terjadi dihentikan dengan menambahkan 140 mL akuades diikuti dengan penambahan 10 mL larutan H₂O₂ 30% sambil diaduk selama 10 menit. Suspensi yang terbentuk dicuci berulang kali dengan larutan HCl 5% sampai sulfat menghilang, diuji dengan barium klorida lalu dicuci dengan akuades secara berulang hingga pH 5, kemudian larutan dipisahkan dengan endapan menggunakan sentrifugasi pada kecepatan 5000 rpm selama 10 menit. Endapan yang dihasilkan didispersikan dalam 450 mL akuades dan disonikasi selama 2 jam, lalu disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 5 jam sehingga terbentuk *graphene oxide* (Li *et al.*, 2013).

3.3.2 Pembuatan *Graphene Oxide* Menggunakan Metode *Single Step*

Limbah kulit singkong dipotong kecil-kecil, lalu dicuci bersih dengan air deionisasi beberapa kali untuk menghilangkan debu dan kotoran, setelah itu dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 24 jam. Kulit singkong yang sudah kering digerus hingga menjadi serbuk, lalu dipirolisis pada suhu 350 °C selama 30 menit.

Serbuk hitam yang diperoleh dari proses pirolisis dicuci menggunakan larutan HNO_3 2M untuk menghilangkan produk samping, lalu dicuci menggunakan air deionisasi hangat untuk menghilangkan pengotor, kemudian disaring menggunakan kertas saring, dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam (Debbarma *et al.*, 2019).

3.3.3 Karakterisasi *Graphene Oxide*

Karakteristik gugus fungsi pada *graphene oxide* diidentifikasi menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Morfologi, identifikasi unsur, dan komposisi kuantitatif *graphene oxide* diidentifikasi menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX). Fase kristal molekul diidentifikasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD).

3.3.4 Pembuatan Larutan Induk Tetrasiklin 500 ppm

Larutan induk antibiotik tetrasiklin 500 ppm dibuat dengan cara melarutkan 50 mg padatan antibiotik tetrasiklin dengan larutan HCl 0,1 M dalam labu takar 100 mL hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3.3.5 Optimasi Parameter Ekstraksi Tetrasiklin Menggunakan Metode DSPE

3.3.5.1 Penentuan Massa Optimum Adsorben

Graphene oxide sebanyak 0,5; 1; 1,5; 2 gr dimasukkan ke dalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin 10 ppm. Campuran yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 269 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.5.2 Penentuan pH Optimum Adsorbat

Graphene oxide sebanyak 1 gr dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin 2,5 ppm dengan pH 3; 5; 7; 9; 11 menggunakan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M. Campuran yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 269 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.5.3 Penentuan Konsentrasi Optimum Adsorbat

Graphene oxide sebanyak 1 gr dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin pH 11 pada konsentrasi yang berbeda, yaitu 2,5; 5; 7,5; 10 ppm. Campuran yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 269 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.5.4 Penentuan Waktu Kontak Optimum

Graphene oxide sebanyak 1 gr dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin 5 ppm pH 11. Campuran yang dihasilkan *distirrer* dengan waktu yang berbeda selama 30; 60; 90; 120 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 269 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

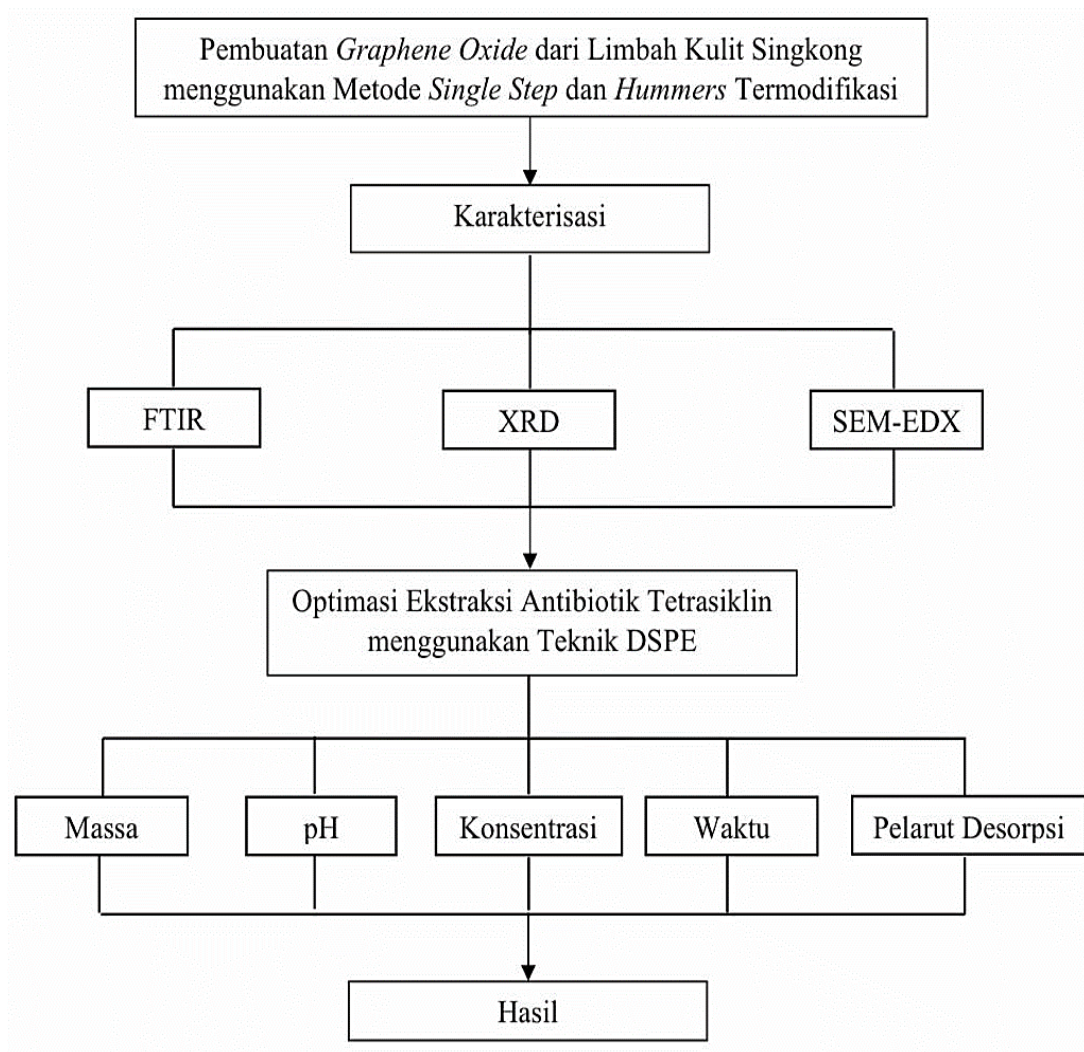
3.3.5.5 Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum

Larutan standar antibiotik tetrasiklin sebanyak 20 mL dengan variasi pH dan konsentrasi pada kondisi optimum ditambahkan kedalam *graphene oxide* dengan variasi massa pada kondisi optimum. Campuran yang dihasilkan distirrer sampai diperoleh kesetimbangan, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, endapan yang dihasilkan dielusi menggunakan pelarut metanol, etanol, dan akuades, kemudian dilakukan penyaringan dan filtrat yang diperoleh dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 269 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.5.6 Penentuan Persen Adsorpsi Menggunakan Adsorben *Graphene Oxide Hummers* Termodifikasi

Larutan standar antibiotik tetrasiklin sebanyak 20 mL dengan variasi pH dan konsentrasi pada kondisi optimum ditambahkan kedalam *graphene oxide hummers* termodifikasi dengan variasi massa pada kondisi optimum. Campuran yang dihasilkan distirrer selama 90 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 269 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

Diagram alir dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Diagram alir penelitian.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan bahwa:

1. Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan pembuatan *graphene oxide* yang dibuktikan dengan hasil karakterisasi FTIR dan SEM-EDX, namun untuk sifat kristal berdasarkan hasil karakterisasi XRD masih perlu dievaluasi kembali.
2. *Graphene oxide* yang telah diperoleh memiliki gugus fungsi oksigen, karboksil, karbonil, epoksi, dan hidroksil berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, *graphene oxide* juga memiliki sudut 2θ berkisar $23 - 25^\circ$ berbentuk amorf berdasarkan hasil karakterisasi XRD, dan memiliki morfologi permukaan yang halus membentuk lembaran berdasarkan hasil karakterisasi SEM, serta memiliki komposisi massa dan atom yang cukup tinggi yaitu sebesar 57,78%; 64,64% pada unsur karbon (C) dan 42,01%; 35,28% pada unsur oksigen (O) berdasarkan hasil karakterisasi EDX.
3. Adsorpsi antibiotik tetrasiklin oleh *graphene oxide single step* dari kulit singkong optimum pada massa adsorben sebanyak 1 gr dengan konsentrasi adsorbat 5 ppm pada kondisi pH 11 dalam waktu kontak selama 90 menit dengan tingkat adsorpsi sebesar 95,53% dan menggunakan pelarut metanol untuk proses desorpsi dengan tingkat desorpsi sebesar 93,52%.
4. Adsorpsi antibiotik tetrasiklin pada kondisi optimum menggunakan *graphene oxide single step* sebesar 95,53%, sedangkan menggunakan *graphene oxide hummers* termodifikasi sebesar 62,83%, sehingga adsorben yang efektif

digunakan pada penelitian ini adalah *graphene oxide single step* dalam mengadsorpsi senyawa antibiotik tetrasiklin.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya disarankan:

1. Pada proses oksidasi perlunya dilakukan penambahan agen pengoksidasi agar kristal pada karakterisasi XRD dapat terbentuk.
2. Melakukan optimasi metode DSPE menggunakan parameter lain, seperti volume adsorbat, waktu sentrifugasi, dan volume pelarut desorpsi.
3. Perlu dilakukan pengujian lebih lanjut terhadap adsorpsi senyawa antibiotik lain oleh *graphene oxide* dari kulit singkong sehingga dapat diaplikasikan di lingkungan.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhavan, O., Keyvan, B., and Ali, M. 2014. Synthesis of Graphene from Natural and Industrial Carbonaceous Wastes. *RSC Advances* 4(39): 20441–48.
- Alam, S. N., Nidhi, S., and Lailesh, K. 2017. Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (RGO). *Graphene* 6(01): 1–18.
- Anastassiades., Michelangelo., Steven, J. L., Darinka, Š., and Frank, J. S. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning And. *Journal of AOAC International* 86: 412–31.
- Arabsorkhia, B. and Sereshtib, H. 2018. Determination of tetracycline and cefotaxime residues in honey by microsolid phase extraction based on electrospun nanofibers coupled with HPLC. *Microchemical Journal*. 140: 241-247.
- Artiyani, A., and Soedjono. S. 2011. Bioetanol Dari Limbah Kulit Singkong Melalui Proses Hidrolisis Dan Fermentasi Dengan *Saccharomyces Cerevisiae*. *Prosiding Seminar Nasional Manajemen Teknologi XIII* 1–8.
- Badan Pusat Statistik. 2018. Tanaman Ubi Kayu Per-Provinsi. Badan Pusat Statistik. Jakarta.
- Ben, Y., Fu, C., Hu, M., Liu, L., Wong, M. H., and Zheng, C. 2019. Human health risk assessment of antibiotic resistance associated with antibiotic residues in the environment: A review. *Environmental Research*, 169: 483–493.
- Busana, A. A., Susanti, D., and Purwaningsih, H. 2012. Pengaruh Temperatur Karbonisasi dan Konsentrasi Zink Klorida ($ZnCl_2$) Terhadap Luas Permukaan Karbon Aktif Eceng Gondok. *Jurnal Teknik Material dan Metalurgi*. 10(3): 1-10.

- Che Man, Y. B., Syahariza, Z. A., Mirghani, M. E. S., Jinap., and Bakar. 2005. Analysis of Potential Lard Adulteration in Chocolate and Chocolate Products Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Food Chemistry* 90(4): 815–19.
- Chen, Y., Yu, L. M., Jin, Y., Li, Q. W., Jun, M. L., and Cui, J. R. 2017. Aqueous Tetracycline Degradation by H₂O₂ Alone: Removal and Transformation Pathway. *Chemical Engineering Journal* 307: 15–23.
- Cvetkovic, J., Violeta, M., Vesna, J., Marija, D., and Gordana, S. 2016. The Evaluation of Different Sorbents and Solvent Mixtures in PAH Sample Preparation for GC/GC-MS Analysis. *Advanced Technologies* 5(1): 31–38.
- Daghrir, R., and Drogui. 2013. Tetracycline Antibiotics in the Environment: A Review. *Environmental Chemistry Letters* 11(3): 209–27.
- Damayanti, Y. 2018. Adsorpsi Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon Fluor antenna dengan Menggunakan Karbon Aktif Sekam Padi. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Davis, R., and Mauer, L. J. 2010. Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectroscopy: A Rapid Tool for Detection and Analysis of Foodborne Pathogenic Bacteria. *Formatex J.* p 1582-1594.
- Debbarma, J., Peetam, M., and Mitali, S. 2019. From agro waste to graphene nanosheets: chemistry and synthesis, Fullerenes Nanotubes and Carbon Nanostructures, 27(6): 482–485.
- Dewi, K. 2020. Sintesis Dan Karakterisasi Natural Graphite Dan Graphite Oxide (Go) Dari Limbah Tongkol Jagung. *Skripsi*. Universitas Pertamina. Jakarta Selatan.
- Fan, J., Wu, C., Wei, Y., Peng, C., and Peng, P. 2007. Preparation of xylenol orange functionalized silica gel as a selective solid phase extractor and its application for preconcentration-separation of mercury from waters. *Journal of Hazardous Materials*, 145(1–2): 323–330.
- Hartini, L., Eny.Y., and Rifatul. M. 2014. Karakterisasi Karbon Aktif Teraktivasi NaCl dan Ampas Tahu. *ALCHEMY*. 3(2): 145-153.

- Husnah, M., Hafizh, A., Fakhri, F., Rohman, Akfiny, H., Aimon, and Ferry, I., 2017. A Modified Marcano Method for Improving Electrical Properties of Reduced Graphene Oxide (RGO). *Materials Research Express* 4(6): 064001.
- Ikawati dan Melati. 2009. Kulit Singkong Ukm Tapioka Kabupaten Pati. *Pembuatan Karbon Aktif Dari Limbah Kulit Singkong Ukm Tapioka Kabupaten Pati* 1–8.
- Jjemba, P. K. 2006. Excretion and Ecotoxicity of Pharmaceutical and Personal Care Products In The Environment. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 63: 113–130.
- Kasih, Y. O. 2019. Studi Karbon Aktif Magnetik Dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot Utilissima*) Sebagai Adsorben Untuk Menentukan Senyawa Antibiotik Tetrasiklin Di Perairan. *Skripsi*. Universitas Lampung. Lampung.
- Khatibi, S. A., Hamidi, S., and Siahi, M. R. 2021. Current trends in sample preparation by solid-phase extraction techniques for the determination of antibiotic residues in foodstuffs: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(20): 3361–3382.
- Kusrini, E., Atik, S., Anwar, U., Munawar, K., and Volkan, D. 2019. Synthesis and Characterization of Graphite Oxide, Graphene Oxide, and Reduced Graphene Oxide from Graphite Waste Using Modified Hummers Method and Zinc as Reducing Agent. *International Journal of Technology* 10(6): 1093–1104.
- Li, F., Zhao, D. L., Bai, L. Z., and Zhang, D. D. 2013. Fabrication of nano hollow graphene oxide spheres via water-in-oil emulsion. *Applied Mechanics and Materials*, 320, 540–543.
- Li, J., Xiangqiong, Z., Tianhui, R., and Emile, V. D. H. 2014. The Preparation of Graphene Oxide and Its Derivatives and Their Application in Bio-Tribological Systems. *Lubricants* 2(3): 137–61.
- Liu, X., Wang, C., Wu, Q., and Wang, Z. 2015. Nanoporous carbon derived from a metal organic framework as a new kind of adsorbent for dispersive solid phase extraction of benzoylurea insecticides. *Microchimica Acta*, 182(11–12): 1903–1910.
- Liu, Y., Guodong, W., Lu, W., Xianlong, Li., Qiong, L., and Ping, N. 2019. Zeolite P Synthesis Based on Fly Ash and Its Removal of Cu(II) and Ni(II) Ions. *Chinese Journal of Chemical Engineering* 27(2): 341–48.

- Marcano, D. C., Dmitry, V. K., Jacob, M. B., Alexander, S., Zhengzong, S., Alexander, S., Lawrence, B. A., Wei, L., and James, M. T., 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. *ACS Nano* 4(8): 4806–14.
- Marshall, W. E., and Johns. 1996. Agricultural By-Products as Metal Adsorbents: Sorption Properties and Resistance to Mechanical Abrasion. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 66(2): 192–98.
- Mijangos, L., Bizkarguenaga, A. P., Fernández., and Zuloaga. 2015. Simultaneous Determination of a Variety of Endocrine Disrupting Compounds in Carrot, Lettuce and Amended Soil by Means of Focused Ultrasonic Solid-Liquid Extraction and Dispersive Solid-Phase Extraction as Simplified Clean-up Strategy. *Journal of Chromatography A* 1389: 8–18.
- Mu, S. J., Yu, C. S., Li, H. X., Si, D. L., Te, H., and Hong, B. T. 2013. X-Ray Diffraction Pattern of Graphite Oxide. *Chinese Physics Letters* 30(9): 10–13.
- Mulja, M., dan Suharman. 1995. Analisis Instrumental. Airlangga University Press. Surabaya.
- Muzakir, A. 2012. Karakterisasi Material ; Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia. Bandung.
- Neolaka, Y. A. B., Yosep, L., Johnson, N., Naat, A. A. P. R., Munawar, I., Handoko, D., and Heri, S. K. 2020. The Adsorption of Cr(VI) from Water Samples Using Graphene Oxide-Magnetic (GO-Fe₃O₄) Synthesized from Natural Cellulose-Based Graphite (Kusambi Wood or Schleichera Oleosa): Study of Kinetics, Isotherms and Thermodynamics. *Journal of Materials Research and Technology* 9(3): 6544–56.
- Nikolic, J. S., Vesna, P. S. J., Marija, V., Dimitrijevic, D. J. C., Ljiljana, P. S., Ljubisa, B. N., and Violeta, D. M. 2017. Dispersive Solid-Phase Extraction Clean up Combined with Soxhlet Extraction for the Determination of 16 PAHs in Soil Samples by GC-MS. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry* 97(2): 112–23.
- Prabawati, S. 2011. Inovasi Pengolahan Singkong Meningkatkan Pendapatan dan Diversifikasi Pangan. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. Bul. Sinar Tani 4 (3404): 1-5.

- Rahayu, E. F., dan Amalia, A. F. 2020. Sintesis Graphene Melalui Iradiasi Microwave Sebagai Sensor Metanol. *Fullerene Journal of Chemistry* 5 (1): 40-44.
- Rejczak, T., and Tuzimski. 2017. QuEChERS-Based Extraction with Dispersive Solid Phase Extraction Clean-up Using PSA and ZrO₂-Based Sorbents for Determination of Pesticides in Bovine Milk Samples by HPLC-DAD. *Food Chemistry* 217: 225–33.
- Rinawati., Sidabalok, C. P. P., Supriyanto, R., Kiswandono, A. A., and Hidayat, D. 2019. Fungsionalisasi Silika Sekam Padi dengan Difenilamin untuk Adsorpsi Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (Phenantrene). *Analytical And Environmental Chemistry*. 4(1): 51-64.
- Rinawati., Hidayat, D., Supriyanto, R., PermanaD. F., and Yunita, I. 2019. Adsorption of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons using Low-Cost Activated Carbon Derived from Rice Husk. *Journal of Physics*. 1338: 012005.
- Rohmah, S. A. A., Afidatul, M., dan Rahma, D. M. 2021. Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat Pada Sari Kedelai Di Beberapa Kecamatan Di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis. *Jurnal Sains Dan Kesehatan* 3(2): 120–27.
- Rohman, A. C., and Yusof, F. M. 2014. The Use of FTIR Spectroscopy and Chemometrics for Rapid Authentication of Extra Virgin Olive Oil 207–13.
- Roja, S. I. 2021. Optimasi Metode *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) Menggunakan Adsorben Karbon Aktif dari Padi (*Oryza sativa*) Untuk Penentuan Senyawa *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons* (PAHs). *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Román, I. P., Chisvert, A., and Antonio, C. 2011. Dispersive Solid-Phase Extraction Based on Oleic Acid-Coated Magnetic Nanoparticles Followed by Gas Chromatography-Mass Spectrometry for UV-Filter Determination in Water Samples. *Journal of Chromatography A* 1218(18): 2467–75.
- Rozi, Z., Fakhru, A. M., and Nasruddin. 2014. Adsorpsi Isotermal Hidrogen Pada Karbon Aktif Berbahan Dasar Cangkang Sawit Pada Temperatur 45 °C. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau* 1(2): 1–13.

- Sari, M. P., and Risfidian, M., 2017. Penggunaan Karbon Aktif dari Ampas Tebu Sebagai Adsorben Zat Warna Procion Merah Limbah Cair Industri Songket. *JPSI*. 7(1): 37-40.
- Schweitzer. 2014. Scanning Electron Microscope. Radiological and Environmental Management Purdue University.
- Ścigalski, P., and Kosobucki, P. 2020. Recent Materials Developed for Dispersive Solid Phase Extraction. *Molecules (Basel, Switzerland)* 25(21): 1–26.
- Shahriary, L., and Athawale, A., 2014. Graphene Oxide Synthesized by Using Modified Hummers Approach. *Renew. Energy Environ. Eng.* 2.
- Shen, Q., and Cheung, H. Y. 2014. TiO₂/SiO₂ Core-Shell Composite-Based Sample Preparation Method for Selective Extraction of Phospholipids from Shrimp Waste Followed by Hydrophilic Interaction Chromatography Coupled with Quadrupole Time-of-Flight/Mass Spectrometry Analysis. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 62(36): 8944–51.
- Suhartati, T. 2017. Dasar-dasar Spektrofotometri Uv-vis dan spektrometri Massa untuk. Penentuan struktur Senyawa organik. Aura. Lampung.
- Suseno, J. E., dan Firdausi, K. S. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi, *Berkala Fisika*, 11(1): 23-28.
- Tjay, T. H., dan Rahardja, K. 2007. Obat-Obat Penting Khasiat, Penggunaan dan Efek-Efek Sampingnya, Edisi Keenam. PT. Elex Media Komputindo. Jakarta.
- Tohamy, H. S., Badawi, A., Mohamed, A. Y., Amira, E. M. A., Mohamed, E., and Samir, K. 2020. Preparation of Eco-Friendly Graphene Oxide from Agricultural Wastes for Water Treatment. *Desalination and Water Treatment* 191: 250–62.
- Utami, L. A., dan Putri, D. H. 2020. The Effect of Ethanol Solvent Concentration on Antimicrobial Activities The Extract of Andalus Endophytic Bacteria (*Morus macrorura miq.*) Fermentation Product. *Eksakta: Berkala Ilmiah Bidang MIPA*. 21(1): 1–6.
- Wang, X., Liu, Z., Ying, Z., Huo, M., and Yang, W. 2018. Adsorption of Trace Estrogens in Ultrapure and Wastewater Treatment Plant Effluent by Magnetic Graphene Oxide. *Int. J. Environ. Res. Public Health*, 15: 1454.

- Xu, X., Baoyu, G., Qinyan, Y., and Qianqian, Z. 2011. Sorption of Phosphate onto Giant Reed Based Adsorbent: FTIR, Raman Spectrum Analysis and Dynamic Sorption/Desorption Properties in Filter Bed. *Bioresource Technology* 102(9): 5278–82.
- Yang, C., Song, G., and Lim, W. 2020. A review of the toxicity in fish exposed to antibiotics. *Comparative Biochemistry and Physiology Part - C: Toxicology and Pharmacology*, 108840.
- Yu, B., Bai, Y., Ming, Z., Yang, H., Chen, L., Hu, X., Feng, S., and Yang, T. S., 2017. Adsorption behaviors of tetracycline on magnetic graphene oxide sponge. *Journal matchemphys*.05: 042.
- Yuwono, M., dan Indrayanto, G. 2005. Validation of Chromatographic Methods of Analysis. Profiles of Drug Substances, *Excipients and Related Methodology*. 32: 243-259.
- Zaaba, N. I., Foo, U. H., Tan, W. L., and Voon. 2017. Synthesis of Graphene Oxide Using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering* 184: 469–77.
- Zhang, Y., Jing, S., Zhengwen, X., Yue, C., and Duanmei, S. 2018. Degradation of Tetracycline in a Schorl/H₂O₂ System: Proposed Mechanism and Intermediates. *Chemosphere* 202: 661–68.