

**MODIFIKASI PERMUKAAN KARBON AKTIF MAGNETIK DARI  
LIMBAH KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima*.) UNTUK EKSTRAKSI  
SENYAWA ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**SHELLY FEBI ADELIA  
NPM 1717011056**



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

## ABSTRAK

### MODIFIKASI PERMUKAAN KARBON AKTIF MAGNETIK DARI LIMBAH KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima*) UNTUK EKSTRAKSI SENYAWA ANTIBIOTIK TETRASIKLIN

Oleh

**SHELLY FEBI ADELIA**

Residu antibiotik tetrasiklin di lingkungan semakin menjadi perhatian dalam beberapa tahun terakhir. Sehingga, dibutuhkan teknologi yang efektif, ekonomis, cepat, dan ramah lingkungan untuk menghilangkan residu antibiotik tetrasiklin. Studi saat ini berkaitan dengan ekstraksi antibiotik tetrasiklin menggunakan karbon aktif magnetik yang dibuat dari limbah kulit singkong yang telah dimodifikasi dengan HNO<sub>3</sub>. Karbon aktif dioksidasi dengan HNO<sub>3</sub> 69% v/v dan dipanaskan pada suhu 65° C untuk meningkatkan karakteristik struktural dan gugus fungsi permukaan dari karbon aktif sehingga dapat meningkatkan ekstraksi antibiotik tetrasiklin. Selanjutnya, karbon aktif direaksikan dengan campuran larutan FeCl<sub>3</sub> dan FeSO<sub>4</sub> yang diikuti dengan penambahan larutan NaOH. Hasil FTIR menunjukkan adanya O-H hidroksil, C=O karboksil, C=C aromatik, dan C-O karbonil yang membuktikan berhasilnya penambahan gugus fungsi karena perlakuan dengan asam. Karakterisasi dengan SEM-EDX dan XRD dilakukan untuk membuktikan bahwa magnetit telah berhasil melapisi karbon aktif magnetik. Dalam penelitian ini, ekstraksi teknik DSPE dikembangkan untuk adsorpsi dan desorpsi antibiotik tetrasiklin dari sampel air diikuti oleh analisis spektrofotometer UV-Vis. Kondisi optimal untuk adsorpsi antibiotik tetrasiklin dengan karbon aktif magnetik dengan massa adsorben 25 mg, 20 mL larutan antibiotik tetrasiklin 5 ppm, dan waktu kontak 10 menit dengan hasil adsorpsi sebesar 70,33% dan desorpsi antibiotik tetrasiklin adalah 68,10%.

**Kata kunci:** Antibiotik Tetrasiklin, Karbon Aktif Magnetik, DSPE, Kulit Singkong

## ABSTRACT

### **SURFACE MODIFICATION OF MAGNETIC ACTIVATED CARBON FROM CASSAVA PEEL WASTE (*Manihot utilissima*.) FOR ANTIBIOTIC TETRACYCLINE COMPOUND EXTRACTION**

By

**SHELLY FEBI ADELIA**

The presence of tetracycline antibiotics residue in environment has been of growing concern in recent years. Thus, there is a need for an effective, economical, fast, and environmental-friendly technology to remove tetracycline antibiotics. The current study deals with the extraction of tetracycline antibiotics using magnetic activated carbon prepared from cassava peel waste that has been modified with HNO<sub>3</sub>. Activated carbon was oxidized with HNO<sub>3</sub> 69% v/v and heated on temperature 65°C to improve the structural characteristics and enriched surface functional groups of the adsorbents for enhanced extraction antibiotic of tetracycline. Furthermore, the activated carbon was reacted with a mixture of FeCl<sub>3</sub> and FeSO<sub>4</sub> solution then followed by the addition of NaOH solution. FTIR displayed presence of O-H hydroxyl, C=O carboxyl, C=C aromatic, and C-O carbonyl proving efficacious attachment of the functional groups because of acid treatments. Characterization with SEM-EDX and XRD was done to confirm that magnetite has succeeded to coating on magnetic activated carbon. In this study, dispersive solid-phase extraction (DSPE) was developed for the adsorption and desorption of tetracycline antibiotic from water sample followed by Spectrophotometer UV-Vis analysis. Optimum conditions for tetracycline antibiotic adsorption with MAC was under conditions of 25 mg adsorbent, 20 mL of tetracycline antibiotic solution 5 ppm, and contact time of 10 minutes with the acquisition of 70.33% and desorption of tetracycline antibiotic was 68.10%.

**Keywords:** Tetracycline antibiotics, Magnetic Activated Carbon, DSPE, Cassava peel

**MODIFIKASI PERMUKAAN KARBON AKTIF MAGNETIK DARI LIMBAH  
KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima*.) UNTUK EKSTRAKSI SENYAWA  
ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

**Oleh**

**SHELLY FEBI ADELIA**

**Skripsi**

**Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

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



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

Judul Skripsi : MODIFIKASI PERMUKAAN KARBON  
AKTIF MAGNETIK DARI LIMBAH KULIT  
SINGKONG (*MANIHOT UTILISSIMA.*) UNTUK  
EKSTRAKSI SENYAWA ANTIBIOTIK  
TETRASIKLIN

Nama Mahasiswa : *Shelly Febi Adelia*

Nomor Pokok Mahasiswa : 1717011056

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



*Rinawati*  
**Rinawati, S.Si., M.Si., Ph.D.**  
NIP 197104142000032001

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

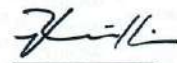
2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

*Mulyono*  
**Mulyono, Ph.D.**  
NIP 197406112000031002

**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

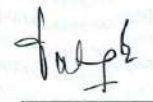
Ketua : **Rinawati, S.Si., M.Si. Ph.D.**



Sekretaris : **Dr. Agung Abadi Kiswandono, S.Si., M.Sc.**



Anggota : **Prof. Dr. Tati Suhartati, M.S.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



  
**Dr. Eng. Supto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP 197407052000031001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **5 Agustus 2022**

## SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Shelly Febi Adelia  
Nomor Pokok Mahasiswa : 1717011056  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “**Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Magnetik 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, 5 Agustus 2022  
Yang Menyatakan



Shelly Febi Adelia  
1717011056

## RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap **Shelly Febi Adelia**, lahir di Bandar Lampung, pada 29 Februari 2000 dan merupakan anak pertama dari dua bersaudara, putri dari Bapak Syafei dan Ibu Emilia nti. Saat ini penulis bertempat tinggal di Jl. HM Salim LK I RT 003 No. 18, Kelurahan Waylunik, Kecamatan Panjang, Kota Bandar Lampung.

Penulis memulai pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri 1 Way Lunik, Bandar Lampung, pada tahun 2005 dan lulus pada Tahun 2011. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Pertama Negeri (SMPN) 16 Bandar Lampung dan lulus pada tahun 2014. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Kejuruan- Sekolah Menengah Teknologi Industri (SMK-SMTI) Bandar Lampung dan selesai pada tahun 2017. Pada tahun 2017 penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).



Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif berorganisasi mulai sebagai kader muda dan anggota inti Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2017 dan 2018. Pada tahun 2017 dan 2018 penulis aktif di HIMAKI sebagai anggota bidang Kesekretariatan. Selain itu penulis juga mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM-FMIPA Unila di desa Gunung Rejo, Pesawaran pada tahun 2018 dan Masyarakat Relawan Indonesia (MRI) Bandar Lampung pada tahun 2021.

Pada bulan Januari sampai Februari 2020, penulis melaksanakan kegiatan Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 40 hari di Desa Fajar Baru, Kecamatan Panca Jaya, Kabupaten Mesuji. Penulis juga melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi Jurusan Kimia FMIPA Unila, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi (LTSIT) Universitas Lampung yang diberi judul “**Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Magnetik 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)*

*“And do not kill yourself. Indeed Allah is Most Merciful to you.” (Q.S. An-nisa: 29)*

*“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)*

*“Wherever life plants you, bloom with grace”.*



*Puji syukur kepada Allah SWT atas limpahan karunia-Nya, sehingga terciptalah sebuah karya ini yang kupersembahkan sebagai wujud dan tanggung jawabku kepada :*

*Bapak Syafei dan Ibu Emilianti, yang selalu memberikan cinta, kasih sayang, dukungan, do'a, dan motivasi selama ini.*

*Adikku Fascal Wilmar yang selalu menjadi penyemangatku.*

*Pembimbing penelitianku, Rinawati, Ph.D. dan Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc. yang selalu sabar dalam membimbingku.*

*Seluruh rekan-rekan saudara-saudariku keluarga besar kimia 2017 yang selalu berbagi kebahagiaan serta almamaterku yang kubanggakan, Universitas Lampung.*

## SANWACANA

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 yarabbal alamin sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Modifikasi Karbon Aktif Magnetik 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 terlewati 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. Prof. Dr. Tati Suhartati, M.S., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan, kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., selaku Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. 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.
7. Bapak dan Ibu Dosen, laboran, staff, dan karyawan Kimia, FMIPA yang telah memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Kedua orang tuaku tercinta, Bapak Syafei dan Ibu Emilianti 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 ibu berikan, hingga penulis bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana kimia.
9. Adik penulis, Fascal Wilmar yang telah memberikan keceriaan, dukungan dan do'a, begitu juga untuk segala cinta dan kasih sayangnya kepada penulis.
10. Kakek penulis, Suganda, yang telah memberikan dukungan dan doa begitu juga untuk segala cinta dan kasih sayangnya.
11. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
12. Sahabat terbaik penulis, Kia. Terima kasih telah menjadi teman berbagi dalam hal apapun, atas kehadirannya dikala senang maupun sedih, atas bantuan, saran, kritik, dan motivasi yang telah diberikan. *Thank you for the unconditional love you always give to me. Thank you for always sticking around through the good and the bad. I love you to the core.*

13. Sahabat-sahabat H.O.M.E terbaik, Manda, Deva, Aluni, Shafa, Adel, Anggi, Adji, Alif, dan Ardian. Terima kasih selalu memberikan keceriaan, semangat, dukungan, dan motivasi kepada penulis selama menyelesaikan studi.
14. Sahabat kuliah, *team complicated*, Dela, Indah, dan Bella. Terima kasih telah menemani penulis dari awal PKKMB dan memberikan berbagai warna di kehidupan kampus penulis sampai penulis menyelesaikan studi.
15. Sahabat MARISA RIPI, terima kasih selalu memberikan keceriaan, semangat, dukungan, dan do'a kepada penulis.
16. Adik tingkat seperbimbingan, Savol dan Aldo. Terima kasih telah menjadi teman penulis berbagi keluh, kesah, dan kesulitan selama penelitian.
17. Teman seperbimbingan, Dita Kumala Sari. Terima kasih atas kerjasamanya, atas semangat, dukungan, dan do'a yang telah diberikan.
18. Keluarga besar Kimia 2017, 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.
19. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu. Terima kasih.

Semoga Allah SWT membalas segala amal kebaikan kalian. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis pada khususnya dan pembaca pada umumnya.

Bandar Lampung, Agustus 2022

**Shelly Febi Adelia**

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>viii</b>
<b>I. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tujuan Penelitian .....	4
1.3. Manfaat Penelitian .....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
2.1. Senyawa Antibiotik Tetrasiklin .....	5
2.2. <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE).....	9
2.3. Kulit Singkong.....	11
2.4. Karbon Aktif.....	13
2.4.1. Pembuatan Karbon Aktif.....	15
2.4.2. Sifat Adsorpsi Karbon Aktif .....	17
2.5. Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Dengan Asam Nitrat .....	19
2.6. Karbon Aktif Magnetik.....	21
2.7. Karakterisasi .....	24
2.7.1. <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX) .....	24
2.7.2. <i>Fourier Transform-Infra Red</i> (FTIR).....	25
2.7.3. Titrasi Boehm.....	27
2.7.4. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	28
2.7.5. Spektrofotometer UV-Vis .....	29

<b>III. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>31</b>
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	31
3.2. Alat dan Bahan .....	31
3.3. Prosedur .....	32
3.3.1. Pembuatan Kabon Aktif dari Kulit Singkong .....	32
3.3.2. Oksidasi Karbon Aktif dengan HNO <sub>3</sub> .....	32
3.3.3. Titrasi Boehm.....	33
3.3.4. Sintesis Karbon Aktif Magnetik.....	33
3.3.5. Karakterisasi Karbon Aktif Magnetik .....	33
3.3.6. Pembuatan Larutan Induk Antibiotik Tetrasiklin HCl.....	34
3.3.7. Adsorpsi Senyawa Antibiotik dengan Metode <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE) Menggunakan Adsorben Karbon Aktif Termodifikasi HNO <sub>3</sub> dan Karbon Aktif Magnetik.....	34
3.4. Diagram Alir .....	35
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>36</b>
4.1. Pembuatan Karbon Aktif dari Kulit Singkong .....	36
4.2. Modifikasi Permukaan Karbon Aktif .....	38
4.3. Sintesis Karbon Aktif Magnetik .....	42
4.4. Karakterisasi Karbon Aktif, Karbon Aktif Teroksidasi dan Karbon Aktif Magnetik .....	44
4.4.1. <i>Scanning Electron Microscopy-Dispersive X-ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX) .....	44
4.4.2. <i>Fourier Transform-Infra Red</i> (FTIR).....	47
4.4.3. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	49
4.5. Adsorpsi Senyawa Antibiotik Tertrasiklin dengan Metode <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE) Menggunakan Adsorben Karbon Aktif Termodifikasi HNO <sub>3</sub> dan Karbon Aktif Magnetik .....	50
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>53</b>
5.1. Simpulan .....	53
5.2. Saran .....	54
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>55</b>



<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>70</b>
Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan .....	71
Lampiran 2. Perhitungan Standarisasi HCl dengan Bahan Baku Boraks .....	74
Lampiran 3. Perhitungan Titrasi Boehm .....	74
Lampiran 4. Uji Adsorpsi dan Desorpsi Antibiotik Tetrasiklin .....	84

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Perbandingan beberapa penelitian penentuan antibiotik .....	9
2. Kandungan unsur kimia dalam kulit singkong.....	13
3. Aktivator yang digunakan pada berbagai penelitian pembuatan karbon aktif .....	16
4. Karakteristik karbon dan karbon aktif yang dihasilkan .....	38
5. Gugus fungsi asam dan total gugus fungsi asam dari karbon aktif, karbon aktif teroksidasi 1, 2 dan 3 jam yang ditentukan dengan metode titrasi Boehm .....	39
6. Hasil frakto gram karbon aktif teroksidasi dan karbon aktif magnetik .....	46
7. Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Tetrasiklin.....	84
8. Data Absorbansi Uji Adsorpsi dan Desorpsi Karbon Aktif Teroksidasi Pengulangan ke-1 .....	85
9. Data Absorbansi Uji Adsorpsi dan Desorpsi Karbon Aktif Magnetik Pengulangan ke-1.....	85
10. Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Tetrasiklin Pengulangan ke-2.....	86
11. Data Absorbansi Uji Adsorpsi dan Desorpsi Karbon Aktif Teroksidasi Pengulangan ke-2 .....	87
12. Data Absorbansi Uji Adsorpsi dan Desorpsi Karbon Aktif Magnetik Pengulangan ke-2.....	87
13. Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Tetrasiklin Pengulangan ke-3.....	88
14. Data Absorbansi Uji Adsorpsi dan Desorpsi Karbon Aktif Teroksidasi Pengulangan ke-3 .....	89
15. Data Absorbansi Uji Adsorpsi dan Desorpsi Karbon Aktif Magnetik Pengulangan ke-3.....	89

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur molekul tetrasiklin.....	8
2. Skema proses dispersi pada DSPE.....	11
3. Kulit singkong.....	12
4. Skema pembuatan karbon aktif secara umum.....	15
5. Struktur magnetit.....	22
6. Contoh perbedaan (a) karbon aktif dan (b) karbon aktif magnetik.....	23
7. Hasil SEM (a) karbon aktif magnetik dan (b) hasil karbon aktif.....	24
8. Contoh spektra FTIR dari karbon aktif, karbon aktif termodifikasi asam, dan karbon aktif magnetik.....	26
9. Skema kerja alat XRD.....	28
10. Contoh difrakto gram karbon aktif.....	29
11. Diagram skema dari spektrometer UV-Vis single beam.....	30
12. Diagram Alir.....	35
13. Kulit singkong (a) hasil pencucian, (b) hasil pengeringan, (c) hasil karbonisasi..	37
14. Karbon aktif.....	38
15. Reaksi netralisasi basa dengan gugus oksigen berbeda (Schönherr et al, 2018)...	41
16. Total gugus asam berdasarkan metode titrasi Boehm.....	42
17. Perbedaan (a) karbon aktif magnetik jika diberi batangan magnet dari luar tabung dan (b) karbon aktif.....	43
18. Hasil analisis SEM (a) karbon aktif teroksidasi satu jam (OAC1), (b) karbon aktif teroksidasi dua jam (OAC2), (c) karbon aktif teroksidasi tiga jam (OAC3), (d)	

karbon aktif magnetik (MAC) .....	44
19. Hasil analisis EDX (a) karbon aktif teroksidasi 1 jam (OAC1), (b) karbon aktif teroksidasi 2 jam (OAC2), (c) karbon aktif teroksidasi 3 jam (OAC3), (d) karbon aktif magnetik (MAC) .....	45
20. Spektrum FTIR karbon aktif teroksidasi (OAC1, OAC2, dan OAC3) dan karbon aktif magnetik (MAC) .....	47
21. Difraktoqram karbon, karbon aktif, dan karbon aktif magnetik .....	49
22. Persen adsorpsi dan desorpsi karbon aktif dan karbon aktif magnetik .....	50
23. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Tetrasiklin Pengulangan ke-1 .....	84
24. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Tetrasiklin Pengulangan ke-2 .....	86
25. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Tetrasiklin Pengulangan ke-3 .....	88

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Antibiotik secara luas digunakan tidak hanya untuk mengobati dan mencegah penyakit menular pada manusia dan hewan, tetapi juga sebagai pemacu pertumbuhan produksi hewan dan pertanian (Van Boeckel *et al.*, 2015; Van *et al.*, 2020; Jubeen *et al.*, 2020). Salah satu antibiotik yang sering digunakan adalah tetrasiklin karena mudah didapat, harganya murah, memiliki kualitas yang tinggi dan mengandung aktivitas mikroba yang luas sehingga sering digunakan dalam pengobatan medis manusia, industri peternakan dan industri pertanian (Lou *et al.*, 2016). Sekitar 30%-90% dari seluruh penggunaan antibiotik pada manusia dan hewan diekskresikan sebagai urin dan feses dalam bentuk yang sama atau sebagai metabolit aktif ke lingkungan (Jjemba, 2006; Lienert *et al.*, 2007). Akibatnya, lingkungan air yang terkontaminasi oleh tetrasiklin tidak hanya membahayakan bagi manusia tetapi juga menyebabkan kerusakan pada spesies individu, populasi, dan komunitas biologis lain (Santos and Ramos, 2016; Lou *et al.*, 2016). Oleh sebab itu, teknologi yang efisien dan hemat biaya untuk penentuan tetrasiklin di perairan sangat perlu dikembangkan.

Penentuan residu antibiotik ini telah dikembangkan menggunakan berbagai instrumen canggih seperti *high-performance liquid chromatography* (HPLC), *gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS), *liquid chromatography-mass spectrometry* (LC-MS/MS), *capillary electrophoresis* (CE), *thin-layer*

*chromatography* (TLC), dan *enzyme-linked immunosorbent assay* (ELISA) (Song *et al.*, 2018; Khatibi *et al.*, 2020). Meskipun demikian, penentuan residu antibiotik di lingkungan merupakan hal yang rumit. Hal ini karena matriks yang dianalisis memiliki kompleksitas tinggi dan kadar analit rendah, bahkan lebih rendah dari limit deteksi alat (Alampanos *et al.*, 2019). Sehingga, untuk menentukan tetrasiklin dalam perairan diperlukan teknik sampling yang efisien, hemat biaya, cepat dan mudah diterapkan.

Selama ini teknik preparasi yang digunakan adalah ekstraksi cair-cair yang menggunakan banyak pelarut serta prosedur dan waktu yang lama. Untuk mengatasi hal tersebut telah dikembangkan teknik ekstraksi yaitu *dispersive solid phase extraction* (DSPE). Keunggulan teknik ini yaitu waktu preparasi sampel berlangsung cepat, murah, mudah, pelarut organik toksik yang digunakan sedikit, dapat digunakan kembali, sensitive, *recovery* yang tinggi, efektivitas yang tinggi, dan pengaplikasian yang luas (Mijangos *et al.*, 2015; Rahimpoor *et al.*, 2020; Scigalski and Kosobucki, 2020). Teknik DSPE ini berdasarkan pada adsorpsi analit yang ada dalam matriks sampel ke adsorben yang merupakan fase padat DSPE (Cvetković *et al.*, 2016).

Adsorben sebagai fase padat dalam DSPE dapat menggunakan material berkarbon seperti *singel-walled carbon nanotubes*, *multi-walled carbon nanotubes*, *gold nanoparticles* dan *halloysite nanotubes*, *graphitized carbon black*, dan karbon aktif (Ramezani *et al.*, 2018; Lawal *et al.*, 2018; Qin *et al.*, 2019; Scigalski and Kosobucki, 2020). Karbon aktif merupakan adsorben yang memiliki daya adsorpsi tinggi, yaitu sekitar 25-100%. Karbon aktif juga memiliki sifat adsorpsi yang selektif, tergantung pada luas permukaan dan ukuran pori-pori karbon aktif tersebut (Saputro *et al.*, 2020). Karbon aktif yang berkualitas dapat dibuat dari bahan organik yang mengandung biopolimer seperti lignin, hemiselulosa atau selulosa (Demiral *et al.*, 2021). Saat ini beberapa karbon aktif telah dibuat dari biomassa atau bahkan dari limbah biomassa (Khuluk *et al.*, 2016; Wijaya, 2018; Buhani *et al.*, 2018; Kasih, 2019; Roja, 2021).

Singkong merupakan biomassa yang kulitnya sangat berpotensi untuk dijadikan karbon aktif. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung tahun 2018, luas lahan singkong provinsi Lampung merupakan yang terbesar di Indonesia dengan jumlah produksi singkong mencapai sekitar 6,68 juta ton dengan laju pertumbuhan sebesar 1,5% per tahun. Seiring dengan berkembangnya hasil produksi tanaman singkong, maka limbah utama kulit singkong juga semakin banyak. Kulit singkong mengandung karbon yang cukup tinggi yaitu sebesar 59,31% sehingga dapat dijadikan prekursor karbon aktif (Artiyani, 2011).

Karbon aktif sebagai adsorben memiliki kemampuan menyerap pengotor dalam suatu campuran dengan baik, tetapi untuk memisahkan kembali adsorben dari adsorbatnya sulit dilakukan karena berat molekul karbon aktif yang sangat kecil. Umumnya, untuk memisahkan kembali adsorben dari cairan sampel dilakukan dengan proses mekanis, seperti sentrifugasi atau filtrasi (Islas *et al.*, 2017). Namun, ada teknik lain yang lebih mudah yang dapat digunakan yaitu dengan memisahkan adsorben menggunakan batangan magnet. Pemisahan menggunakan batangan magnet dapat dilakukan jika adsorben memiliki sifat dapat merespon medan magnet luar. Adsorben ini disebut karbon aktif magnetik.

Beberapa studi mengenai pembuatan karbon aktif dari limbah kulit singkong telah dilakukan. Luthfi (2019) dan Kasih (2019) telah melakukan studi awal pembuatan karbon aktif dari limbah kulit singkong untuk adsorpsi senyawa antibiotik amoksisilin dan antibiotik tetrasiklin, di mana karbon aktif dari limbah kulit singkong dimodifikasi dengan garam besi oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sehingga terbentuk karbon aktif magnetik. Hasilnya, karbon aktif magnetik yang terbentuk bertambah berat molekulnya yang mempermudah pemisahan karbon aktif (adsorben) dari adsorbatnya. Namun, kemampuan adsorpsi karbon aktif magnetik dari kulit singkong ini masih belum optimal. Untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi karbon aktif dapat dilakukan modifikasi permukaan karbon aktif. Modifikasi permukaan karbon aktif dilakukan untuk menambah gugus fungsi pada permukaan karbon aktif yang

dilaporkan mempunyai pengaruh pada penambahan luas permukaan dan meningkatkan kapasitas adsorpsi, selektifitas dan efektifitas karbon aktif dalam mengadsorpsi polutan (Amiruddin dkk., 2016; Lesaoana *et al.*, 2019). Modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan beberapa metode salah satunya oksidasi permukaan menggunakan asam nitrat. Setelah perlakuan oksidasi permukaan karbon aktif, pada kondisi percobaan tertentu, gugus asam meningkat dan kemampuan adsorpsi karbon aktif terhadap senyawa polar juga meningkat (Chen *et al.*, 2008)

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini dilakukan modifikasi kembali terhadap karbon aktif magnetik dari kulit singkong menggunakan  $\text{HNO}_3$  untuk menambah gugus aktif pada permukaan karbon aktif magnetik sehingga dapat meningkatkan adsorpsi senyawa tetrasiklin di perairan.

## **1.2. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memodifikasi permukaan karbon aktif magnetik dari limbah kulit singkong dengan variasi waktu kontak karbon aktif menggunakan  $\text{HNO}_3$ .
2. Mengkarakterisasi hasil modifikasi karbon aktif magnetik dari limbah kulit singkong.
3. Menguji kinerja hasil modifikasi karbon aktif magnetik menggunakan metode *Dispersive Solid Phase Chromatography* (DSPE) untuk ekstraksi senyawa antibiotik tetrasiklin.

## **1.3. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang karbon aktif magnetik dari limbah kulit singkong yang telah dimodifikasi menggunakan asam nitrat sehingga dapat memaksimalkan penyerapan senyawa antibiotik tetrasiklin di perairan.



## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Senyawa Antibiotik Tetrasiklin

Antibiotik merupakan obat yang menghambat pertumbuhan mikroba khususnya bakteri (Gilman dan Goodman, 2007). Antibiotik digunakan secara luas untuk mengobati dan mencegah penyakit menular pada manusia dan hewan, untuk meningkatkan laju pertumbuhan dan efisiensi pada pakan hewan, dan juga digunakan dalam pertanian dan akuakultur (Cabello, 2006., FDA, 2009., McEwen *and* Fedorka-Cray, 2002; McManus *et al.*, 2002; Martínez, 2017).

Konsumsi antibiotik pada ternak mencapai 63.151 ton pada tahun 2010 dan diperkirakan akan meningkat 67 % pada tahun 2030 (Van Boeckel *et al.*, 2015). Secara global, dua pertiga dari antibiotik yang diproduksi digunakan pada hewan (Van *et al.*, 2020). Selama beberapa dekade terakhir, antibiotik semakin banyak digunakan dalam pertanian dan produksi hewan, terutama untuk mencegah dan mengobati penyakit dan juga digunakan sebagai pemacu pertumbuhan (Van Boeckel *et al.*, 2015). Dalam akuakultur antibiotik digunakan sebagai pakan untuk budidaya yang biasanya diaplikasikan langsung dengan pakan atau dilepaskan langsung ke lingkungan perairan.

Antibiotik juga sering terdeteksi di saluran air tanah pertanian yang menunjukkan adanya penggunaan skala besar yang sama di sektor pertanian (Piña *et al.*, 2020).

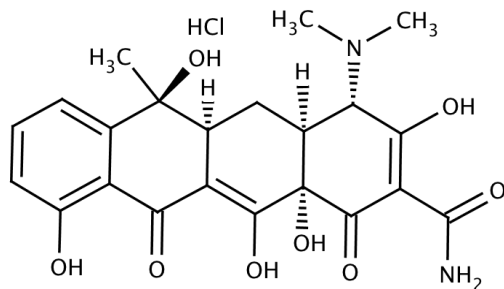
Industri farmasi juga memberikan kontribusi yang signifikan terhadap konsentrasi antibiotik total (Lou *et al.*, 2016; Harrabi *et al.*, 2018). Saat ini antibiotik juga digunakan di bidang pengobatan kanker (Jubeen *et al.*, 2020). Sekitar 30–90% dari seluruh penggunaan antibiotik pada manusia dan hewan dieksresikan sebagai urin dan feses dalam bentuk yang sama atau sebagai metabolit aktif ke lingkungan (Jemba, 2006; Lienert *et al.*, 2007). Tingginya presentase antibiotik yang dilepaskan dari tubuh manusia maupun hewan mengindikasikan bahwa air sungai maupun tanah dapat tercemar dengan antibiotik (Martínez, 2017).

Sebagian besar antibiotik dilepaskan ke dalam kompartemen lingkungan yang berbeda (Zhou *et al.*, 2013). Biasanya, antibiotik dilepaskan ke lingkungan melalui jalur yang berbeda seperti proses produksi industri (Larsson *et al.*, 2007), limbah (Peng *et al.*, 2009), kotoran (urin dan feses dari organisme manusia dan hewan) (Conde-Cid *et al.*, 2018), limbah hewan, limbah rumah sakit (Kong *et al.*, 2015), akuakultur (Carvalho and Santos, 2016), irigasi dengan air tanah/permukaan/limbah yang terkontaminasi antibiotik (Du and Liu, 2012; Kuppusamy *et al.*, 2018), dan pemuangan obat-obatan yang tidak terpakai atau kadaluwarsa secara tidak tepat (Gothwal and Shashidhar, 2015).

Akibatnya, residu antibiotik telah terdeteksi di lingkungan darat, air tawar, dan laut dekat fasilitas farmasi, pertanian dan akuakultur di seluruh dunia (Henriksson *et al.*, 2018). Residu antibiotik hewan dan manusia baru-baru ini terdeteksi dalam berbagai matriks (Huang *et al.*, 2019; Praveena *et al.*, 2018; Thai *et al.*, 2018) khususnya, dalam sistem perairan (contohnya, air limbah buangan dan sungai, limbah industri, air tanah, air permukaan, dan air minum) (Botero-Coy *et al.*, 2018; Zhang *et al.*, 2015). Residu antibiotik cenderung mengarah pada pengembangan bakteri atau gen resisten antibiotik (Martínez, 2008; Martínez, 2009; Lundborg and Tamhankar, 2017). Residu antibiotik berada dalam konsentrasi yang rendah bahkan lebih rendah dari limit deteksi (LOD) instrument analisis (Alampanos *et al.*, 2019).

Keberadaan antibiotik dalam lingkungan menyebabkan pencemaran serius yang mengancam manusia, termasuk toksisitas akut dan kronis, penyebaran ke gen resisten antibiotik diantara mikroorganisme (Martínez 2008; Martínez, 2009; Lundborg and Tamhankar, 2017), serta kerusakan pada spesies individu, populasi, dan komunitas biologis lain (Santos and Ramos, 2016; Lou *et al.*, 2016). Paparan antibiotik berlebihan menurunkan kekebalan tubuh manusia, dan beberapa antibiotik bersifat mutagenik, tertogenik, karsinogenik, bahkan dapat mengganggu sekresi hormon manusia (Beyene, 2016; Lach *et al.*, 2018).

Antibiotik dapat dibagi menjadi beberapa golongan berdasarkan bentuk struktur kimianya seperti amoksisilin, ampisilin, tetrasiklin, kloramfenikol, kuinolon, makrolida, dan sulfonamid (Chang *et al.*, 2015). Tetrasiklin merupakan antibiotik yang paling sering digunakan karena mudah didapat, harganya murah, memiliki kualitas yang tinggi dan mengandung aktivitas mikroba yang luas. Tetrasiklin sering digunakan dalam pengobatan medis manusia, industri peternakan dan industri pertanian (Lou *et al.*, 2016). Tetrasiklin memiliki rumus molekul  $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$  dengan berat molekul 480,6 g/mol. Tetrasiklin merupakan serbuk hablur, berwarna kuning, tidak berbau, agak higroskopis. Tetrasiklin stabil di udara tetapi akan teroksidasi jika terpapar cahaya matahari yang kuat dalam udara lembab. Larut dalam air, alkali hidroksida, dan larutan karbonat, sukar larut dalam etanol dan tidak larut dalam kloroform dan eter. Tetrasiklin mudah membentuk garam dengan ion  $Na^+$  dan  $Cl^-$  sehingga kelarutannya menjadi lebih baik. Tetrasiklin digunakan pada unggas untuk mengatasi infeksi CRD (*Chronic Respiratory Diseases*), *erisipelas* dan sinusitis (Subroto dan Tjahjati, 2001).



Gambar 1. Struktur molekul tetrasiklin (Kasih, 2019)

Tetrasiklin banyak digunakan pada industri pakan ternak dan diekresikan melalui urin dan feses sebagai senyawa induk yang tidak dimodifikasi. Dampaknya, tetrasiklin secara langsung ataupun tidak langsung dilepaskan ke dalam lingkungan perairan, sehingga menyebabkan yang polusi yang serius (Lou *et al.*, 2016).

Penentuan residu antibiotik ini telah dikembangkan menggunakan berbagai instrumen canggih seperti *high-performance liquid chromatography* (HPLC), *gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS), *liquid chromatography-mass spectrometry* (LC-MS/MS), *capillary electrophoresis* (CE), *thin-layer chromatography* (TLC), dan *enzyme-linked immunosorbent assay* (ELISA) (Song *et al.*, 2018; Khatibi *et al.*, 2020). Meskipun demikian, penentuan residu antibiotik di lingkungan merupakan hal yang rumit. Hal ini karena matriks yang dianalisis memiliki kompleksitas tinggi dan kadar analit rendah, bahkan lebih rendah dari limit deteksi alat (Alampanos *et al.*, 2019). Sehingga, untuk menentukan tetrasiklin dalam perairan diperlukan teknik sampling yang efisien, hemat biaya, cepat dan mudah diterapkan. Adsorben berperan penting dalam proses ekstraksi tetrasiklin dalam sampel air.

Peneliti telah melakukan penelitian pada beberapa adsorben yang dapat digunakan untuk ekstraksi tetrasiklin seperti grafena oksida (Gao *et al.*, 2012), *single-walled carbon nanotubes* dan *multi-walled carbon nanotubes* (Ji *et al.*, 2010), tanah liat smektit (Aristilde *et al.*, 2010), kitosan dan gel (Erşan *et al.*, 2013), aluminium oksida

(Chen *and* Huang., 2010), hektorat (Chang *et al.*, 2009), dan karbon aktif (Ocampo-Perez *et al.*, 2015). Di antara adsorben tersebut, karbon aktif yang memiliki luas permukaan besar dengan struktur pori yang banyak menunjukkan potensi yang besar dalam ekstraksi tetrasiklin di perairan (Lou *et al.*, 2016).

Tabel 1. Perbandingan beberapa penelitian penentuan antibiotik

Adsorben	Antibiotik	Sampel	Linearitas ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	LOD ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ )	R <sup>2</sup>	RSD (%)			
Grafena oksida/poli etilenglikol (GO/PEG)	Pefloksasin	Air	0,02-500	0,0045-	0,9974-	4,6-			
	Norfloksasin			0,9999			0,9999	12,1	
	Siprofloksasin								
	Enrofloksasin								
Grafena Magnetik/ <i>Carbon nanotube</i> (M-G/CNTs)	Lomefloksasin	Air limbah	20-800	3,6		5,8			
	Oksitetrasiklin								
	Karbon aktif magnetik (Mag-AC)								
	Oksitetrasiklin		1,0-100		0,9955-				
	Klorotetrasiklin	Air	0,5-100	0,1-0,95	0,9998	1,5-9,4			
	Tetrasiklin		0,5-100						

Sumber: Lou *et al.*, 2016

## 2.2. Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)

*Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) adalah suatu teknik di mana penyerap didispersikan dalam pelarut yang sesuai yang mengandung sampel. Penyerap menghilangkan gangguan matriks dengan membiarkannya dalam matriks sementara analit yang diinginkan teradsorpsi pada penyerap (Kinsella *et al.*, 2009; Marazuela

and Bogialli, 2009). Teknik DSPE ini berdasarkan pada adsorpsi analit yang ada dalam matriks sampel ke adsorben yang merupakan fase padat DSPE (Cvetković *et al.*, 2016). Jika dibandingkan dengan SPE konvensional, teknik DSPE ini lebih baik karena memiliki lebih banyak keunggulan. Keunggulan teknik DSPE yaitu waktu preprasi 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; Rahimpoor *et al.*, 2020; Scigalski and Kosobucki, 2020).

Pada teknik SPE tingkat aplikasi dibatasi oleh jenis adsorben dan sifat bahan sampel. Pada teknik ini digunakan sebuah kartrid yang dikemas dengan rapat sehingga dapat meningkatkan waktu ekstraksi dan tekanan balik. Sedangkan pada teknik DSPE adsorben secara langsung dicampur dengan larutan sampel dan tidak dikemas ke dalam kartrid (Marazuela and Bogialli 2009; Bitas *et al.*, 2018; Saha *et al.*, 2018). Metode DSPE banyak digunakan untuk menganalisis residu pestisida (González-Curbelo *et al.*, 2013; Rejczak and Tuzimski, 2017; Zhao *et al.*, 2018; Ma *et al.*, 2018; Lawal *et al.*, 2018), polutan lingkungan seperti senyawa PAHs (Sadowska-Rociek *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2015; Nikolic *et al.*, 2017; Roja, 2021), dan senyawa antibiotik (Luo *et al.*, 2015; Islas *et al.*, 2016; Zhang *et al.*, 2017).

Hal yang paling penting dalam DSPE adalah pemilihan adsorben. Adsorben yang digunakan 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 kuat antara adsorben dengan adsorbat (Cvetković *et al.*, 2016). Adsorben ditambahkan langsung ke dalam larutan sampel tanpa perlu preparasi sampel sebelumnya lalu diikuti dengan proses dispersi (Islas *et al.*, 2017). Setelah ekstraksi selesai, sorben dipisahkan dengan filtrasi atau sentrifugasi dan langkah sebelumnya diulangi menggunakan pelarut yang sesuai untuk elusi analit (Bitas *et al.*,

2018; Maciel *et al.*, 2018). Elusi analit dari adsorben diperlukan pelarut yang memiliki kepolaran yang sesuai dengan matriks sampel atau analit yang diinginkan agar analit dapat di elusi dari adsorben. Hal ini sesuai dengan prinsip *like dissolve like*, yaitu senyawa polar akan larut dalam pelarut polar, dan sebaliknya (Utami dan Putri, 2020).

Menurut Anastassiades *et al.* (2003) metode DSPE terdiri dari tiga langkah utama, yaitu:

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



Gambar 2. Skema proses dispersi pada DSPE (Roja, 2021)

### 2.3. Kulit Singkong

Singkong (*Manihot utilissima*) adalah salah satu jenis tanaman dengan sumber karbohidrat terbesar ketiga setelah beras dan jagung bagi masyarakat Indonesia. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik Tahun 2018, Provinsi Lampung merupakan provinsi dengan luas lahan singkong terbesar di Indonesia dengan angka produksi singkong sebanyak 6.683.758 ton dari total produksi di Indonesia yang mencapai 19.442.233 ton. 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 kimia dan zat gizi pada singkong adalah karbohidrat, lemak, protein, serat makanan, vitamin (B1, C), mineral (Fe, F, Ca), dan zat non gizi, air. Selain itu, umbi singkong mengandung senyawa non gizi tanin (Soehardi, 2004). Seiring perkembangan diversifikasi produk untuk singkong, berbagai jenis usaha yang menggunakan singkong sebagai bahan baku juga berkembang. Industri pengolahan singkong menghasilkan limbah utama berupa kulit singkong. Persentase kulit singkong bagian dalam dapat mencapai 15% dari berat total singkong (Permatasari dkk., 2014).



Gambar 3. Kulit singkong

Kulit singkong mengandung holoselulosa 66%, selulosa 37,9%, hemiselulosa 23,9%, dan lignin 7,5% (b/b) (Aripin, 2013). Singkong juga mengandung karbon yang cukup tinggi sebesar 59,31%, sehingga kulit singkong dapat dimanfaatkan sebagai karbon aktif atau arang aktif alami yang diperoleh melalui aktivasi dengan metode kimia dan fisika dan dapat digunakan untuk memurnikan larutan dari molekul organik yang mengandung pengotor yang tidak diinginkan atau disebut sebagai adsorben dan /atau absorben yang dapat mengadsorpsi logam, senyawa organik, zat warna, dan sebagainya (Artiyani, 2011). Beberapa kandungan unsur kulit singkong dapat dilihat pada Tabel 2.



Tabel 2. Kandungan unsur kimia dalam kulit singkong

<b>Komponen</b>	<b>Massa (%)</b>
Karbon	59,31
Hidrogen	9,78
Oksigen	28,74
Nitrogen	2,06
Sulfur	0,11

Sumber: Ikawati dan Melati, 2009

Penelitian tentang pemanfaatan limbah kulit singkong sebagai adsorben telah banyak dilakukan. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Gin *et al* (2014), karbon aktif dibuat menggunakan aktivator  $ZnCl_2$  1 M dengan suhu karbonisasi optimum sebesar  $350\text{ }^\circ\text{C}$  dan waktu preparasi optimum sebesar 45 menit. Aplikasi dari karbon aktif, hasil penelitian ini digunakan untuk mengadsorpsi logam berat, seperti Zn, Cu, dan Fe. Omotosho *and* Amori (2016) juga menggunakan  $ZnCl_2$  sebagai aktivator kimia dalam pembuatan karbon aktif. Karbon aktif dari kulit singkong dibuat dengan suhu karbonisasi  $450\text{ }^\circ\text{C}$  selama 90 menit dan dengan penambahan  $ZnCl_2$  untuk beberapa rasio impregnasi yaitu 0; 33,3; dan 66,6%. Penelitian lain tentang pembuatan karbon aktif dari limbah kulit singkong menggunakan  $ZnCl_2$  dan NaCl sebagai aktivator juga telah dilakukan oleh Wijaya (2018). Karbon aktif ini digunakan mengadsorpsi senyawa organik fenantrena sebagai polutan dalam perairan.

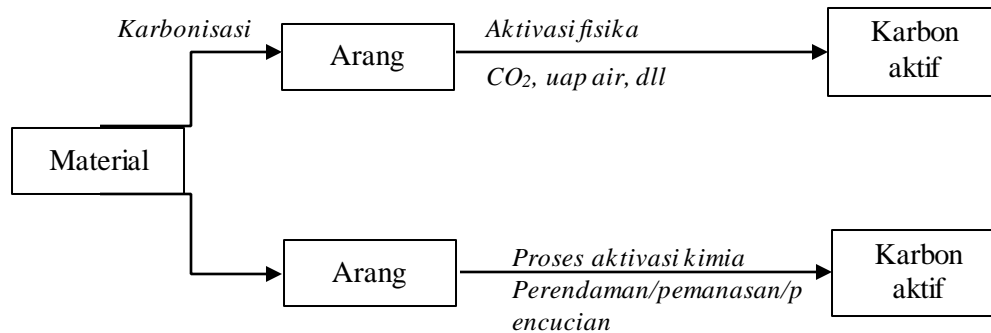
#### **2.4. Karbon Aktif**

Karbon aktif didefinisikan sebagai material karbon yang berpori dengan luas permukaan yang besar sehingga banyak digunakan untuk berbagai aplikasi. Karbon aktif dapat disintesis dari batubara antrasit ataupun bituminous, akan tetapi penggunaan biomassa sebagai bahan baku karbon aktif semakin banyak diteliti. Secara umum, pembuatan karbon aktif terdiri atas karbonisasi dan aktivasi secara fisika ataupun kimia (Kristianto, 2017). Karbon aktif digunakan secara luas pada

berbagai bidang, salah satunya sebagai adsorben (Bhatnagar *et al.*, 2013). Karbon aktif banyak digunakan sebagai adsorben karena karbon memiliki luas permukaan yang besar. Luas permukaan partikel ini menentukan daya serap karbon aktif. Luas permukaan karbon aktif dapat ditingkatkan dengan cara diaktivasi baik secara fisika atau kimia. Luasnya permukaan karbon aktif disebabkan karbon memiliki permukaan yang berongga sehingga dapat menyerap zat atau senyawa yang terdapat dalam suatu larutan (Maulida dkk., 2015). Pada karbon aktif terdapat tiga ukuran pori, yaitu mikropori (<2 nm), mesopori (2-50 nm), dan makropori (>50 nm) (Marsh and Francisco, 2006). Karena strukturnya yang berpori inilah, karbon aktif banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, seperti untuk menghilangkan polutan organik (Gupta and Gupta, 2015; Luthfi, 2019; Kasih, 2019; Roja, 2021) adsorben zat warna (Bouguettoucha *et al.*, 2016), adsorben logam berat (Chen *et al.*, 2016; Nuralita, 2019), adsorben gas (Syed-Hassan and Zaini, 2016; Abdulrasheed *et al.*, 2018), *support* katalis, dan elektroda superkapasitor (Arie *et al.*, 2014)

Beberapa material yang dapat digunakan untuk menghilangkan antibiotik seperti material dari karbon (misalnya karbon aktif, karbon nanotube, grafena, dan biochar) (Ahmed and Theydan, 2012; Chen and Huang, 2010; Zhang *et al.*, 2011), tanah liat dan mineral (Wu *et al.*, 2016), resin polimer, logam oksida (seperti aluminium oksida dan nanopartikel MgO) (Fakhri and Adami, 2014; Fakhri and Behrouz, 2015), polimer yang dicetak secara molekular (Yu *et al.*, 2016), kitosan dan gel (Erşan *et al.*, 2013). Di antara adsorben tersebut, material karbon telah banyak digunakan karena jumlah struktur pori yang besar, luas permukaan yang spesifik, dan gugus fungsi permukaan yang dapat disesuaikan (Qi *et al.*, 2014; Xiong *et al.*, 2018; Yu *et al.*, 2016). Pada penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa adsorpsi menggunakan karbon aktif efektif untuk menghilangkan berbagai antibiotik termasuk tetrasiklin, sulfonamida, *fluoroquinolones*, *macrolides* dan  $\beta$ -*lactam* (Yu *et al.*, 2016).

### 2.4.1. Pembuatan Karbon Aktif



Gambar 4. Skema pembuatan karbon aktif secara umum (Marsh and Francisco, 2006).

Secara skematis pembuatan karbon aktif pada umumnya dapat dilihat pada Gambar 4. Karbon aktif dapat dibuat dengan dua metode, yaitu metode aktivasi fisika (*physical/thermal activation*) dan metode aktivasi kimia (*chemical activation*). Aktivasi merupakan suatu proses untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang melapisi permukaan arang sehingga dapat meningkatkan porositas karbon aktif.

Proses pembuatan karbon aktif terbagi menjadi tiga tahap, yaitu:

1. Dehidrasi, yaitu proses penghilangan air dari bahan baku ketika dipanaskan pada suhu 170 °C.
2. Karbonisasi, yaitu proses pemecahan bahan-bahan organik dengan menggunakan suhu diatas 170 °C yang akan menghasilkan CO dan CO<sub>2</sub>, namun saat suhu 275 °C terjadi dekomposisi menjadi abu, metanol, dan produk samping lainnya, tetapi pembentukan karbon terjadi pada suhu 400-600 °C.
3. Aktivasi terjadi melalui dekomposisi karbon dan pengembangan pori-pori dapat dilakukan dengan uap atau CO<sub>2</sub> sebagai aktivator (Arsyad dan Hamdi, 2010).

Karbon setelah dipirolisis tidak memiliki daya serap yang besar karena struktur pori tidak berkembang, struktur pori akan meningkat selama proses aktivasi. Proses aktivasi bertujuan untuk mengubah karbon menjadi karbon aktif yang memiliki

jumlah pori yang banyak yang terdistribusi pada berbagai bentuk dan ukuran dan menghasilkan luas permukaan yang besar. Ada tiga jenis proses aktivasi yaitu, secara fisika, kimia, dan fisika-kimia (Saputro *et al.*, 2020).

Tabel 3. Aktivator yang digunakan pada berbagai penelitian pembuatan karbon aktif

<b>Aktivasi</b>	<b>Aktivator</b>
Kimia	ZnCl <sub>2</sub> dan CaCl <sub>2</sub>
	NaCl, NaOH, HCl
	HCl dan NaOH
	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>
	NaCl, NaOH, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
	KOH
	KOH
Fisika	Gas CO <sub>2</sub>
	Gas H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>
Kimia-Fisika	ZnCl <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> dan Gas N <sub>2</sub>
	NaOH dan O <sub>2</sub>

Sumber: Saputro *et al.*, 2020

#### a. Aktivasi Fisika

Proses pemutusan ikatan rantai karbon pada senyawa organik dengan bantuan panas, uap, dan CO<sub>2</sub>. Pada aktivasi secara fisika karbon biasanya dipanaskan menggunakan *furnace* pada suhu 800-900 °C. Oksidasi dengan udara pada suhu rendah adalah suatu reaksi eksotermik sehingga sulit untuk dikendalikan. Ketika pemanasan dilakukan dengan uap atau CO<sub>2</sub> pada suhu tinggi adalah suatu reaksi endotermik sehingga lebih mudah dikontrol dan merupakan aktivasi yang paling sering digunakan (Arsyad *and* Hamdi, 2010).

#### b. Aktivasi Kimia

Aktivasi secara kimia adalah suatu proses pemutusan ikatan karbon senyawa organik menggunakan bahan kimia. Beberapa keuntungan aktivasi kimia daripada aktivasi fisika adalah proses aktivasi kimia memungkinkan untuk menghasilkan luas permukaan karbon aktif yang sangat besar. Aktivator yang digunakan adalah bahan kimia seperti alkali hidroksida, garam karbonat, klorida, sulfat, fosfat, fosfat dari logam alkali tanah khususnya  $ZnCl_2$ , asam anorganik seperti  $H_2SO_4$  dan  $H_3PO_4$  (Udyani, 2019).

#### c. Aktivasi Kimia-Fisika

Aktivasi ini adalah kombinasi dari aktivasi secara kimia dan aktivasi secara fisika. Aktivasi dari karbon aktif merupakan melakukan pembakaran dengan suhu tertentu sampai menjadi karbon kemudian direndam dalam larutan kimia hingga menjadi karbon aktif (Saputro *et al.*, 2020).

### 2.4.2. Sifat Adsorpsi Karbon Aktif

Sifat adsorpsi dari karbon aktif yang paling utama adalah daya serap. Menurut Benefield (1982) ada beberapa faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi karbon aktif yaitu:

#### a. Sifat Adsorben

Karbon aktif yang dijadikan adsorben adalah suatu padatan berpori, sebagian besar terdiri dari unsur karbon dan berbentuk amorf dengan struktur yang tidak beraturan. Selain komposisi, struktur pori juga merupakan faktor yang penting. Struktur pori berhubungan dengan luas permukaan. Pembentukan luas permukaan internal yang berukuran mikro atau meso sebanyak mungkin, semakin kecil, dan banyak pori-pori karbon aktif, mengakibatkan luas permukaan semakin besar karena jumlah molekul adsorbat yang diserap oleh adsorben akan meningkat dengan bertambahnya luas permukaan dan volume pori dari adsorben.

b. Ukuran Partikel

Proses adsorpsi akan berlangsung lebih cepat ketika ukuran partikel semakin kecil, sehingga untuk meningkatkan kecepatan adsorpsi digunakan karbon aktif yang telah dihaluskan dengan ukuran mikro atau meso. Salah satu cara yang digunakan untuk memperkecil ukuran partikel dari suatu adsorben adalah dengan cara penggerusan secara perlahan dan dilakukan pemisahan partikel sesuai dengan ukuran yang diinginkan.

c. Sifat Adsorbat

Adsorpsi akan semakin besar jika molekul adsorbat lebih kecil dari pori adsorben. Karbon aktif mampu menyerap molekul lain yang mempunyai ukuran lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben. Proses adsorpsi oleh karbon aktif terjadi karena terjebaknya molekul adsorbat dalam rongga karbon aktif.

d. Temperatur

Dalam pemakaian karbon aktif dianjurkan untuk menyelidiki temperatur pada saat berlangsungnya proses. Karena tidak ada peraturan umum yang bisa diberikan mengenai temperatur yang digunakan dalam adsorpsi. Faktor yang mempengaruhi temperatur proses adsorpsi adalah viskositas dan stabilitas termal senyawa adsorben. Jika pemanasan tidak mempengaruhi sifat-sifat senyawa serapan, seperti terjadi perubahan warna maupun dekomposisi, maka perlakuan dilakukan pada titik didihnya. Untuk senyawa yang mudah menguap, adsorpsi dilakukan pada temperatur kamar atau bila memungkinkan pada temperatur yang lebih kecil.

e. pH (Derajat Keasaman)

Untuk asam-asam organik adsorpsi akan meningkat bila pH diturunkan, yaitu dengan penambahan asam-asam mineral. Ini disebabkan karena kemampuan asam mineral untuk mengurangi ionisasi asam organik tersebut. Sebaliknya bila pH asam organik dinaikkan yaitu dengan menambahkan alkali, adsorpsi akan berkurang sebagai akibat terbentuknya garam.

#### f. Waktu Kontak

Bila karbon aktif ditambahkan dalam suatu cairan, dibutuhkan waktu untuk mencapai kesetimbangan. Waktu yang dibutuhkan berbanding terbalik dengan jumlah karbon aktif yang digunakan. Selisih ditentukan oleh dosis karbon aktif. Untuk larutan yang memiliki viskositas tinggi, dibutuhkan waktu kontak yang lebih lama.

### 2.5. Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Dengan Asam Nitrat

Karbon aktif terdapat dalam berbagai bentuk dengan karakteristik permukaan yang berbeda. Sifat permukaan yang berbeda dapat diperoleh dengan mengontrol atau memanfaatkan sifat fisik dan kimia karbon aktif seperti luas permukaan, ukuran pori, volume pori, dan gugus fungsi. Umumnya, karbon aktif memiliki luas permukaan yang tinggi. Meskipun begitu, struktur organik dari prekursor yang digunakan untuk pembuatan karbon aktif sangat kompleks sehingga dapat menyebabkan sifat kimia karbon aktif tidak begitu baik (Lesaoana *et al.*, 2019). Gugus-gugus aktif pada permukaan karbon menjadi hilang selama pembuatan karbon. Hal ini dikarenakan pembuatan karbon aktif dilakukan pada temperatur tinggi yang menyebabkan gugus-gugus aktif terlepas dan hanya menyisakan karbon sehingga diperlukan modifikasi (Harti dkk., 2014).

Modifikasi sifat kimia permukaan karbon aktif mengacu pada penggunaan metode fisika atau kimia untuk mengubah gugus fungsi permukaan karbon aktif dan muatan ion dan senyawa pada permukaan, menjadikannya sisi aktif dalam adsorpsi tertentu, untuk mengatur sifat hidrofilik/hidrofobik karbon aktif, dan meningkatkan kapasitas ikatan dengan logam (atau oksida logam). Modifikasi permukaan karbon aktif dilaporkan mempunyai pengaruh pada penambahan luas permukaan dan meningkatkan kapasitas adsorpsi, selektifitas dan efektifitas karbon aktif dalam mengadsorpsi polutan (Amiruddin dkk., 2016; Lesaoana *et al.*, 2019). Modifikasi sifat kimia permukaan karbon aktif biasanya menggunakan metode oksidasi permukaan, reduksi permukaan, modifikasi muatan material, modifikasi dengan

gelombang mikro, dan metode alkali (Liang *and* Wang, 2011). Menurut Chen *et al* (2008), setelah perlakuan oksidasi permukaan karbon aktif pada kondisi percobaan tertentu, gugus asam meningkat dan kemampuan adsorpsi karbon aktif terhadap senyawa polar juga meningkat.

Oksidasi kimia karbon aktif menaikkan gugus fungsi oksigen seperti gugus karbonil, karboksil atau hidroksi fenol pada permukaan karbon aktif (Fang *et al.*, 2017). Pada proses modifikasi permukaan karbon aktif yang telah dilakukan beberapa larutan oksidator yang pernah digunakan yaitu, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, NaOCl, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, AgNO<sub>3</sub>, KMnO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (Wibowo dkk., 2004; Chen *et al.*, 2008; Ismanto *et al.*, 2010; Yao *et al.*, 2014; Yao *et al.*, 2016; Zhang *et al.*, 2017).

Studi modifikasi permukaan karbon aktif menggunakan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) telah banyak dilakukan. Harti dkk (2014) telah melakukan studi modifikasi karbon aktif menggunakan asam nitrat untuk menjerap logam besi dan tembaga dalam minyak nilam. Dari penelitian yang dilakukan Harti dkk (2014) karbon aktif hasil modifikasi menggunakan asam nitrat menunjukkan hasil luas permukaan karbon aktif yang meningkat sehingga kapasitas atau daya serap karbon aktif terhadap logam besi dan tembaga juga meningkat. Lou *et al* (2016), melakukan oksidasi terhadap karbon aktif menggunakan asam nitrat sebelum dibuat menjadi karbon aktif magnetik. Oksidasi dilakukan dengan merefluks karbon aktif dengan asam nitrat 63% selama 5 jam dengan suhu 60 °C. Zakir *et al* (2019) juga memodifikasi permukaan karbon aktif dari tempurung kemiri menggunakan asam nitrat untuk menyerap ion Pb<sup>2+</sup>. Luas permukaan karbon aktif setelah dilakukan modifikasi permukaan meningkat dari 516,63 m<sup>2</sup>/g menjadi 524,86 m<sup>2</sup>/g. Gugus fungsi -OH (asam karboksilat dan fenol) dan gugus fungsi C=O (lakton) juga meningkat setelah modifikasi menggunakan asam nitrat. Kapasitas adsorpsi karbon aktif termodifikasi asam nitrat lebih besar dari karbon aktif yang tidak termodifikasi.

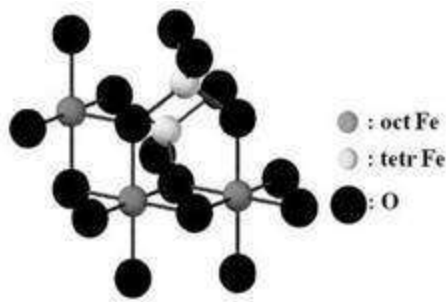


Keberadaan gugus fungsi (-COOH, -OH, -NH<sub>2</sub>) pada bahan berbasis karbon juga akan mempengaruhi proses adsorpsi dan efisiensi adsorpsi. Interaksi adsorpsi utama antara karbon aktif dan antibiotik akan menjadi interaksi elektrostatik. Interaksi elektrostatik mengacu pada interaksi adsorben bermuatan dengan adsorbat bermuatan berlawanan, dan sering terjadi pada proses adsorpsi antibiotik (Hasan *and* Jhung, 2015). Perlakuan dengan asam mengembangkan ikatan silang, yang mengarah ke matriks berpori yang kaku dan juga mengoksidasi permukaan, sehingga meningkatkan keasaman permukaan. Permukaan karbon teroksidasi memiliki lebih banyak gugus bermuatan negatif daripada karbon sebenarnya, sehingga meningkatkan daya tarik elektrostatik antara senyawa yang diserap dan penyerap. Gugus fungsi utama pada permukaan karbon aktif termasuk karbonil (-CO), karboksil (-COOH), lakton (- (C = O) -O-), fenol (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH), dan lain-lain. Gugus-gugus ini bertanggung jawab untuk serapan adsorpsi dari polutan pada jenis yang berbeda (Patra *et al.*, 2019). Aktivasi asam yang diikuti oleh pirolisis suhu tinggi mendorong pembentukan pori-pori meso dan makro bersama dengan permukaan yang sangat teroksidasi. Ini juga mengembangkan volatilitas pada matriks pori, sehingga mengurangi kemungkinan hilangnya pori dan dengan demikian meningkatkan porositas permukaan (Nakagawa *et al.*, 2007). Jadi, karena sifat yang diperoleh karena aktivasi asam, sifat karbon aktif memiliki kemampuan adsorpsi yang efisien, sehingga menjadikannya pilihan ideal untuk berbagai polutan kationik. Faktor terpenting lainnya untuk adsorben yang ideal adalah efektivitas biaya dan skalabilitas ekonomis serta efisiensi.

## **2.6. Karbon Aktif Magnetik**

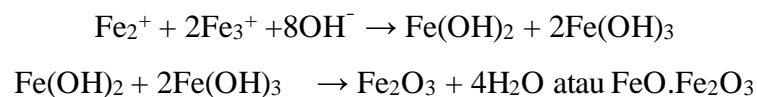
Oksida besi merupakan kelompok mineral yang tersusun dari oksida, hidroksida atau oksid-hidroksida. Oksida besi memiliki beberapa sifat karakteristik yaitu kelarutan yang rendah, stabilitas yang tinggi, warna yang mencolok dan luas permukaan yang tinggi. Karakteristik oksida besi tersebut menjadikan oksida besi adsorben yang sangat efektif untuk sejumlah spesies kimia terlarut (Schwertmann *and* Cornell,

2000). Oksida besi di alam memiliki banyak bentuk di antaranya: magnetit, maghemite, dan hematite. Magnetit dikenal sebagai oksida besi berwarna hitam (*black ironoxide*) atau ferrous ferrite yang merupakan oksida logam yang paling kuat sifat magnetisnya (Teja *and* Koh, 2009).

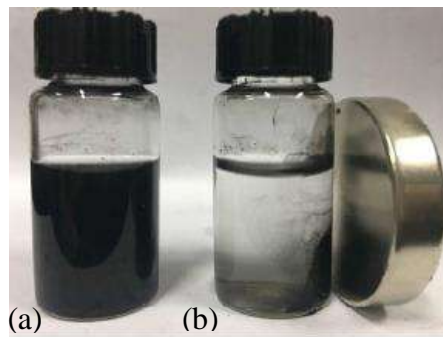


Gambar 5. Struktur magnetit (Gong *et al.*, 2009)

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dihasilkan dari endapan campuran  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam suasana basa. Magnetit ini bersifat super paramagnetit ketika ukuran suatu partikel magnetisnya dibawah 10 nm pada suhu ruang. Oleh karena itu, sintesis nanopartikel yang seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis magnetit (Hook *and* Hall., 1991), dengan menggabungkan nanopartikel magnet oksida besi dengan karbon aktif diperoleh suatu bahan komposit baru yang mempunyai sifat adsorpsi dan dapat merespon medan magnet luar (Fisli dkk., 2012). Karbon aktif magnetik ini disintesis dari berbagai prekursor yang memiliki kandungan karbon aktif yang tinggi seperti oksida graphen, karbon nanotube, dan selulosa komersial. Karbon aktif magnetik merupakan material yang memiliki luas permukaan yang tinggi dan bersifat magnet sehingga polutan yang sudah teradsorpsi pada adsorben dapat dipisahkan dan proses pemisahan adsorben dan filtrat lebih mudah dengan memanfaatkan sifat magnet adsorben. Reaksi pembentukan magnetik adalah sebagai berikut:



Beberapa penelitian telah dilakukan oleh peneliti untuk pembuatan karbon aktif magnetik. Contohnya penelitian yang dilakukan oleh Lou *et al* (2016), karbon aktif direfluks dengan 30 mL asam nitrat 63% selama 5 jam pada suhu 60 °C. Karbon aktif magnetik disintesis dengan menambahkan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam larutan basa dengan karbon aktif dengan metode co-presipitasi kimia secara in-situ. Hasil analisis menggunakan BET menunjukkan luas permukaan spesifik yang memuaskan yaitu sebesar 986,97 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup> dan rata-rata diameter pori sebesar 3.62 nm. Hal ini mengindikasikan bahwa karbon aktif magnetik yang terbentuk merupakan adsorben yang baik untuk ekstraksi magnetik senyawa tetrasiklin dalam sampel air. Kasih (2019) juga melakukan sintesis karbon aktif yang terbuat dari limbah kulit singkong dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hasilnya menunjukkan rata-rata % *recovery* sebesar 55,56 %. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan beberapa peneliti diatas, karbon aktif magnetik yang telah berhasil dibuat menunjukkan hasil yang baik. Massa molekul karbon aktif magnetik meningkat dan karbon aktif memiliki respon terhadap medan magnet luar. Sehingga karbon aktif magnetik ini lebih mudah diperoleh kembali dari larutan sampel hanya dengan memberikan medan magnet luar berupa batangan magnet. Untuk melihat perbedaan karbon aktif dengan karbon aktif magnetik dalam larutan sampel dapat dilihat pada Gambar 8 di bawah ini.

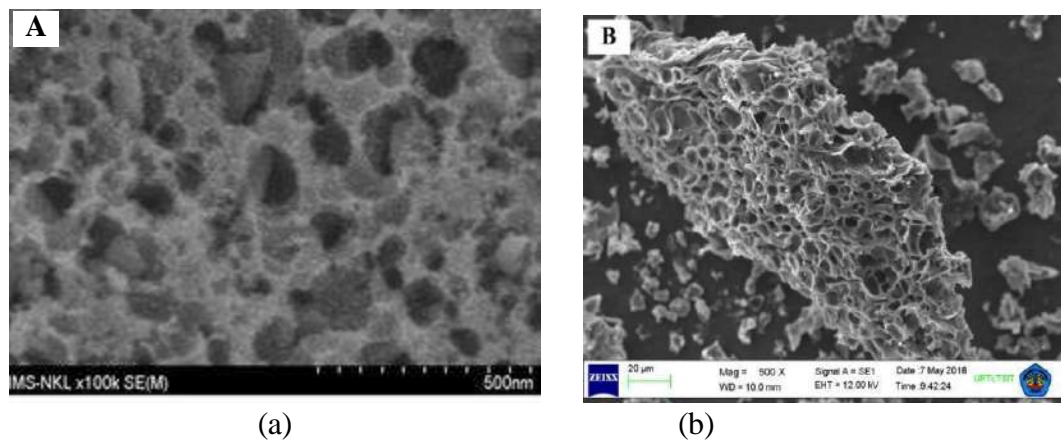


Gambar 6. Contoh perbedaan (a) karbon aktif dan (b) karbon aktif magnetik

## 2.7. Karakterisasi

### 2.7.1. *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX)*

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan profil permukaan benda. Umumnya SEM digunakan untuk menentukan struktur dan ukuran pori. Prinsip kerja SEM adalah deteksi elektron yang dihamburkan oleh suatu sampel (padat) ketika ditembak oleh berkas elektron berenergi tinggi secara kontinyu yang dipercepat dalam kumparan elektromagnetik yang dihubungkan dengan tabung sinar katoda. Elektron yang dipantulkan dengan intensitas tinggi akan dideteksi oleh detektor yang ada dalam EM (Mikrajuddin dan Khairurrijal, 2009).



Gambar 7. Hasil SEM (a) karbon aktif magnetik dan (b) hasil karbon aktif (Manh *et al.*, 2011; Wijaya, 2018).

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan suatu sampel. Untuk mengetahui karakterisasi material yang heterogen pada permukaan bahan pada skala mikrometer atau bahkan submikrometer serta menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan satu perangkat alat SEM yang dirangkai dengan *Energy Dispersive X-Ray (EDX)*.

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 (Larry, 2001).

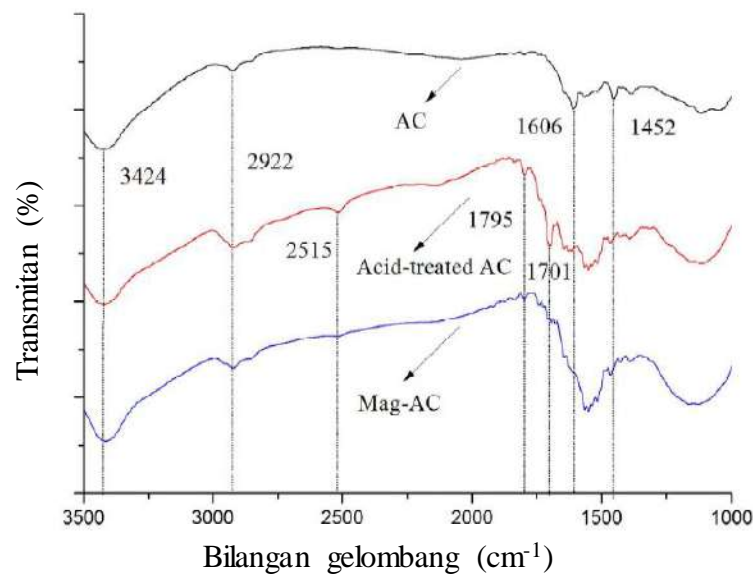
### 2.7.2. *Fourier Transform-Infra Red (FTIR)*

*Fourier Transform-Infra Red (FTIR)* adalah metode analisis yang digunakan untuk analisis kualitatif kelompok fungsional permukaan dalam jaringan yang kompleks dengan rentang inframerah  $4000\text{ cm}^{-1} - 400\text{ cm}^{-1}$ . Dengan metode ini, informasi deskriptif dapat diperoleh tentang struktur gugus fungsi dalam sampel, lokasi atom karbon dalam bentuk organik, ikatan dalam struktur molekul atau senyawa, dan jenis konjugasi antar ikatan (Demiral *et al.*, 2021).

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 (Mujiyanti dkk., 2010). Panjang gelombang cahaya yang diserap oleh molekul organik dan intensitas penyerapannya menghasilkan spektrum, dengan melihat spektrum yang diperoleh dapat diperoleh informasi tentang struktur molekul tersebut (Demiral *et al.*, 2021). Perbandingan spektrum sebelum dan sesudah dilakukan modifikasi permukaan pada karbon aktif dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi mana yang terbentuk atau hilang selama perlakuan.

Kelebihan analisis menggunakan FTIR dibandingkan dengan metode konvensional

lainnya, yaitu dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat dibandingkan dengan cara *scanning* (Fatmawati, 2010), dapat menganalisis gugus fungsi secara tepat tanpa merusak dan mampu menganalisis beberapa komponen secara bersamaan (Rohaeti dkk., 2011), mekanik optik lebih sederhana dengan sedikit komponen yang bergerak dibandingkan spektroskopi inframerah lainnya, dapat mengidentifikasi material yang belum diketahui, serta dapat menentukan kualitas dan kuantitas komponen suatu sampel (Hamdila, 2012). Contoh hasil karakterisasi karbon aktif menggunakan FTIR dapat dilihat pada Gambar 8 di bawah ini.



Gambar 8. Contoh spektra FTIR dari karbon aktif, karbon aktif termodifikasi asam, dan karbon aktif magnetic (Lou *et al.*, 2016)

Puncak yang muncul pada  $3424\text{ cm}^{-1}$  di semua sampel dikaitkan dengan getaran regangan ikatan hidrogen O-H (karboksil atau hidroksil) dan puncak pada  $2922\text{ cm}^{-1}$  mewakili getaran regangan  $\text{-CH}_2$ . Puncak pada  $1606$  dan  $1452\text{ cm}^{-1}$  dapat dianggap berasal dari getaran  $\text{C}=\text{C}$ . Dengan perlakuan asam nitrat, puncak pada  $1701\text{ cm}^{-1}$  dapat ditentukan karakteristik getaran  $\text{C}=\text{O}$ , dan puncak yang muncul pada  $2515\text{ cm}^{-1}$  dapat sesuai dengan pergeseran O-H (karboksil), yang menunjukkan adanya gugus karboksil. Puncak pada  $1795\text{ cm}^{-1}$  dianggap berasal dari struktur cincin heterosiklik.

Spektrum inframerah karbon aktif magnetik menunjukkan bahwa puncak yang sesuai hampir menghilang karena keterlibatan gugus karboksil dalam penyerapan ion besi selama proses pembuatan karbon aktif magnetik.

### 2.7.3. Titrasi Boehm

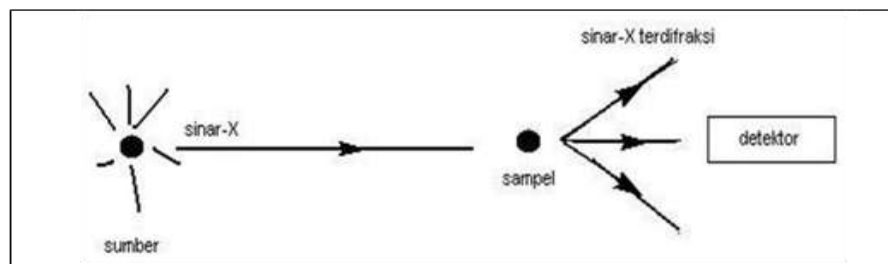
Kandungan oksigen adalah sebuah faktor penting yang mempengaruhi penggunaan karbon aktif dan sangat bergantung dengan kondisi pembuatan karbon aktif. Suhu yang tinggi saat proses pembuatan karbon aktif dapat membuat berkurangnya kandungan oksigen pada permukaan karbon aktif. Gugus karboksil, lakton, hidroksil fenolat, kuinon and karboksilat anhidrat adalah gugus fungsi yang mengandung oksigen yang terdapat pada permukaan karbon aktif. Semakin banyak kandungan oksigen maka semakin asam permukaan karbon aktif.

Titration Boehm (BT) adalah teknik karakterisasi basah yang melibatkan metode titrasi asam / basa yang awalnya dikembangkan untuk mengidentifikasi dan mengukur gugus fungsi oksigen asam permukaan pada permukaan karbon aktif yang dikarbonisasi dan dimodifikasi berdasarkan perbedaan kekuatan asamnya yang dikenal sebagai konstanta keasaman,  $K_a$  (Barkauskas *and* Devinyte, 2004; Dąbrowski *et al.*, 2005; Singh *et al.*, 2017). Prinsip dasar penerapannya adalah bahwa asam kuat berpotensi bereaksi dengan semua bentuk basa sedangkan asam lemah akan menyumbangkan proton hanya untuk konjugasi basa dari asam yang memiliki nilai  $pK_a$  lebih tinggi. Oleh karena itu, gugus fungsi dengan kekuatan keasaman berbeda dapat dititrasi terhadap basa yang sesuai dengan kekuatan berbeda. Teknik titrasi boehm mengkategorikan kelompok asam berdasarkan tiga rentang kekuatan  $pK_a$  5.0–6.4, 6.4–10.3 dan 10.3–13.0. Gugus fungsi yang termasuk dalam rentang ini adalah gugus karboksilat, laktonik, dan fenolik. Pada titrasi karbon aktif dengan tiga basa berbeda ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{NaHCO}_3$ ), masing-masing kategori gugus fungsi akan bereaksi dengan basa yang memiliki asam konjugat dengan  $pK_a$  lebih tinggi (Singh *et al.*, 2017; Fidel *et al.*, 2013). Dengan demikian, diasumsikan bahwa selama titrasi,

NaOH mudah bereaksi dengan gugus fungsi karboksilat, fenolik, dan laktonik.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  bereaksi dengan gugus karboksilat dan laktonik dan  $\text{NaHCO}_3$  hanya bereaksi dengan gugus karboksilat (Fidel *et al.*, 2013; Figueiredo *and* Pereira, 2010; Salame *and* Badosz, 2001).

#### 2.7.4. X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) ini merupakan teknik umum yang dipakai untuk mengetahui karakteristik kristalografi suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul. Bertujuan untuk mengidentifikasi struktur kristal, ukuran kristal, serta fasa kristalin suatu sampel (Leofanti, 1997). Pada analisis menggunakan XRD, kristal memantulkan sinar-X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan lapisan permukaan kristal, sebagian sinar-X ditransmisikan, diserap, direfleksikan, dan sebagian lagi di hamburkan serta didifraksikan. Skema kerja alat XRD ditunjukkan pada Gambar 9.

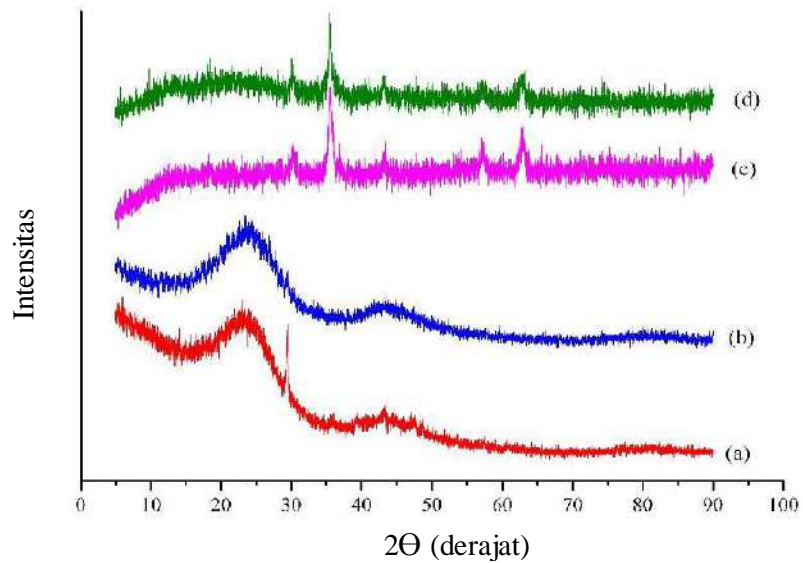


Gambar 9. Skema kerja alat XRD (Leofanti, 1997)

Kegunaan analisis XRD di antaranya adalah:

- Analisis kualitatif dan penetapan semi-kuantitatif.
- Menentukan struktur kristal pengindeksian bidang kristal dan kedudukan atom kristal.
- Untuk analisis kimia (identifikasi zat yang belum diketahui, penentuan kemurnian senyawa, dan deteksi senyawa baru).





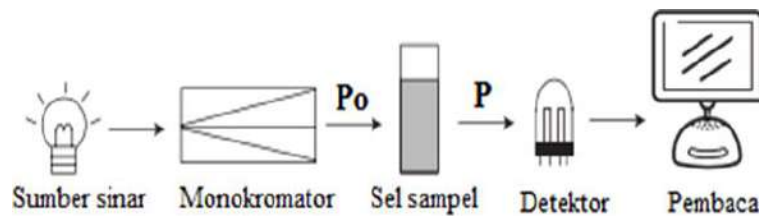
Gambar 10. Contoh difraktogram karbon aktif (Zulaicha *et al.*, 2021)

Berdasarkan Gambar 10, difraktogram (a) adalah karbon aktif (aktivasi fisika), (b) adalah karbon aktif (aktivasi fisika dan kimia), (c) adalah magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan (d) adalah karbon aktif-  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Zulaicha *et al* (2021) mengidentifikasi fase karbon aktif dan karbon aktif- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menggunakan analisis XRD dengan standar difraksi sinar-X puncak untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Difraktogram karbon aktif Gambar 10 menunjukkan puncak lebar di wilayah  $2\theta$  dengan derajat 23-30 ° dan 40 ° yang menunjukkan bahwa fase karbon aktif adalah amorf. Fase kristal partikel magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan karbon aktif- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditunjukkan pada difraktogram tajam di daerah  $2\theta$  masing-masing 30,21; 35,52; 43,07; dan 57,16 °.

### 2.7.5. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis adalah suatu alat yang digunakan untuk mengukur energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu, dimana sinar UV (*Ultra Violet*) memiliki rentang panjang gelombang 200-400 nm dan sinar tampak (*Visible*) memiliki rentang panjang gelombang 400-750 nm. Dalam pengukurannya, alat ini melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis.

Spektrum UV-Vis yang dihasilkan digunakan untuk analisis kuantitatif. Analisis kuantitatif yang dapat dilakukan yaitu pengukuran konsentrasi dari suatu analit. Konsentrasi suatu analit dapat ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu yang didasarkan pada Hukum Lambert-Beer (Day dan Underwood, 2002). Diagram skema dari spektrometer UV-Vis *single beam* dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Diagram skema dari spektrometer UV-Vis *single beam* (Zhang, 2017)

Senyawa tetrasiklin dapat menyerap radiasi pada panjang gelombang ultraviolet. Hal ini dapat dilihat dari struktur tetrasiklin yang mempunyai gugus kromofor (ikatan rangkap terkonjugasi) dan gugus auksokrom (gugus hidroksil, amida, dan amina). Serapan maksimum tetrasiklin dalam larutan asam terjadi pada panjang gelombang 275 nm dan 356 nm. Metode ini juga mempunyai banyak keuntungan antara lain dapat digunakan untuk analisis suatu zat dalam konsentrasi kecil, sederhana, pengerjaannya mudah, cukup sensitif dan selektif, biayanya relatif murah dan mempunyai kepekaan analisis cukup tinggi (Subroto dan Tjahjati, 2001).

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Juni 2021-Februari 2022 di Laboratorium UPT-LTSIT Universitas Lampung. Karakterisasi karbon aktif dan karbon aktif magnetik menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy- Dispersive X-ray*) ZEISS EVO MA10 dan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) Cary 630 dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung dan karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Universitas Negri Padang. Uji adsorpsi karbon aktif magnetik dengan *Cary Series UV-Vis Spectrophotometer* dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung.

#### 3.2. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium, pH meter, kertas saring, oven, *furnace*, neraca analitik, ayakan mesh 106, desikator, mortar dan alu, gegep, cawan krus, cawan porselin, *magnetic stirrer*, kertas saring, SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray*), FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*) dan spektrofotometer UV-Vis (*Ultra Violet-Visible*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit singkong, antibiotik tetrasiklin HCl,  $\text{ZnCl}_2$  30%, akuades,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HNO}_3$  65%, NaOH 5 M,  $\text{NaHCO}_3$  0,5 N,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 0,5 N dan NaOH 0,5 N, larutan HCl 0,1 N, larutan NaOH 0,1 M, larutan indikator PP (fenolftalein) 0,1%, HCl 0,5 N,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , dan  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ .

### 3.3. Prosedur

#### 3.3.1. Pembuatan Karbon Aktif dari Kulit Singkong

Kulit singkong dibersihkan dari pengotornya, lalu dikering anginkan dan dipanaskan dalam oven untuk menghilangkan kadar airnya pada suhu  $130\text{ }^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Kulit singkong kering dikarbonisasi dengan *furnace* pada suhu  $450\text{ }^\circ\text{C}$  selama 25 menit. Karbon yang dihasilkan didinginkan lalu digerus dengan mortar dan alu kemudian diayak dengan ayakan  $100\text{ }\mu\text{m}$ . Karbon yang diperoleh selanjutnya diaktivasi fisika yaitu menggunakan *furnace* pada suhu  $700\text{ }^\circ\text{C}$  selama 60 menit lalu didinginkan. Karbon yang diperoleh dari aktivasi fisika selanjutnya diaktivasi kimia dengan konsentrasi aktivator  $\text{ZnCl}_2$  30% dan ditambah 150 mL akuades, dicampur hingga berbentuk *slurry*, dan didiamkan selama 45 menit lalu disaring serta karbon aktif yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga  $\text{pH } 6,8 \pm 0,2$ . Karbon aktif dikeringkan pada suhu  $115\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam lalu didinginkan dalam desikator hingga suhunya stabil kemudian diayak dengan ayakan mesh 106 (Khuluk, 2016).

#### 3.3.2. Oksidasi Karbon Aktif dengan $\text{HNO}_3$

Sebanyak 1 gram karbon aktif ditambah  $\text{HNO}_3$  69%  $v/v$  (1:10 g/mL). Kemudian dipanaskan dengan suhu  $65\text{ }^\circ\text{C}$  dan variasi waktu kontak 1, 2, dan 3 jam. Dicuci hingga  $\text{pH } 6-7$  dengan bantuan larutan NaOH 0,5 N. Dikeringkan ke dalam oven  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Hasil modifikasi karbon aktif dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsinya dan titrasi boehm untuk melihat total gugus asam dari

karbon aktif setelah dioksidasi. Karbon aktif termodifikasi yang menunjukkan hasil analisis paling baik digunakan untuk sintesis karbon aktif magnetik (Lou *et al.*, 2016; Demiral *et al.*, 2021).

### 3.3.3. Titrasi Boehm

Analisis gugus asam dilakukan dengan merendam 0,1 gram karbon aktif menggunakan larutan  $\text{NaHCO}_3$  0,5 N,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 0,5 N dan  $\text{NaOH}$  0,5 N masing-masing sebanyak 25 mL. Didiamkan selama 24 jam dan disaring. Filtrat tersebut dititrasi menggunakan  $\text{HCl}$  0,5 N yang telah distandarisasi dengan  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (Harti dkk., 2014)

### 3.3.4. Sintesis Karbon Aktif Magnetik

Pembuatan karbon aktif magnetik menggunakan perbandingan mol karbon aktif dan garam besi yaitu 2:1. Sebanyak 6,5 gram karbon aktif yang dilarutkan dalam 300 mL akuades dan diaduk menggunakan magnet stirrer pada suhu  $70\text{ }^\circ\text{C}$ . Pada wadah lain dibuat larutan garam besi yang terdiri dari 7,6 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 3,9 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dalam 300 mL akuades lalu larutan ini ditambahkan pada larutan karbon aktif magnetik. Campuran ini kemudian diaduk selama 30 menit sambil ditambahkan 100 mL  $\text{NaOH}$  5 M tetes demi tetes sampai terbentuk endapan hitam. Endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH 6 lalu dikeringkan dalam oven pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam sehingga diperoleh karbon aktif magnetik (Oliviera *et al.*, 2002).

### 3.3.5. Karakterisasi Karbon Aktif Magnetik

Karbon aktif magnetik yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk melihat morfologi permukaan dan komposisi karbon aktif magnetik, menggunakan FTIR untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada karbon aktif magnetik, dan

menggunakan XRD untuk mengidentifikasi bentuk kristalnya pada karbon aktif magnetik.

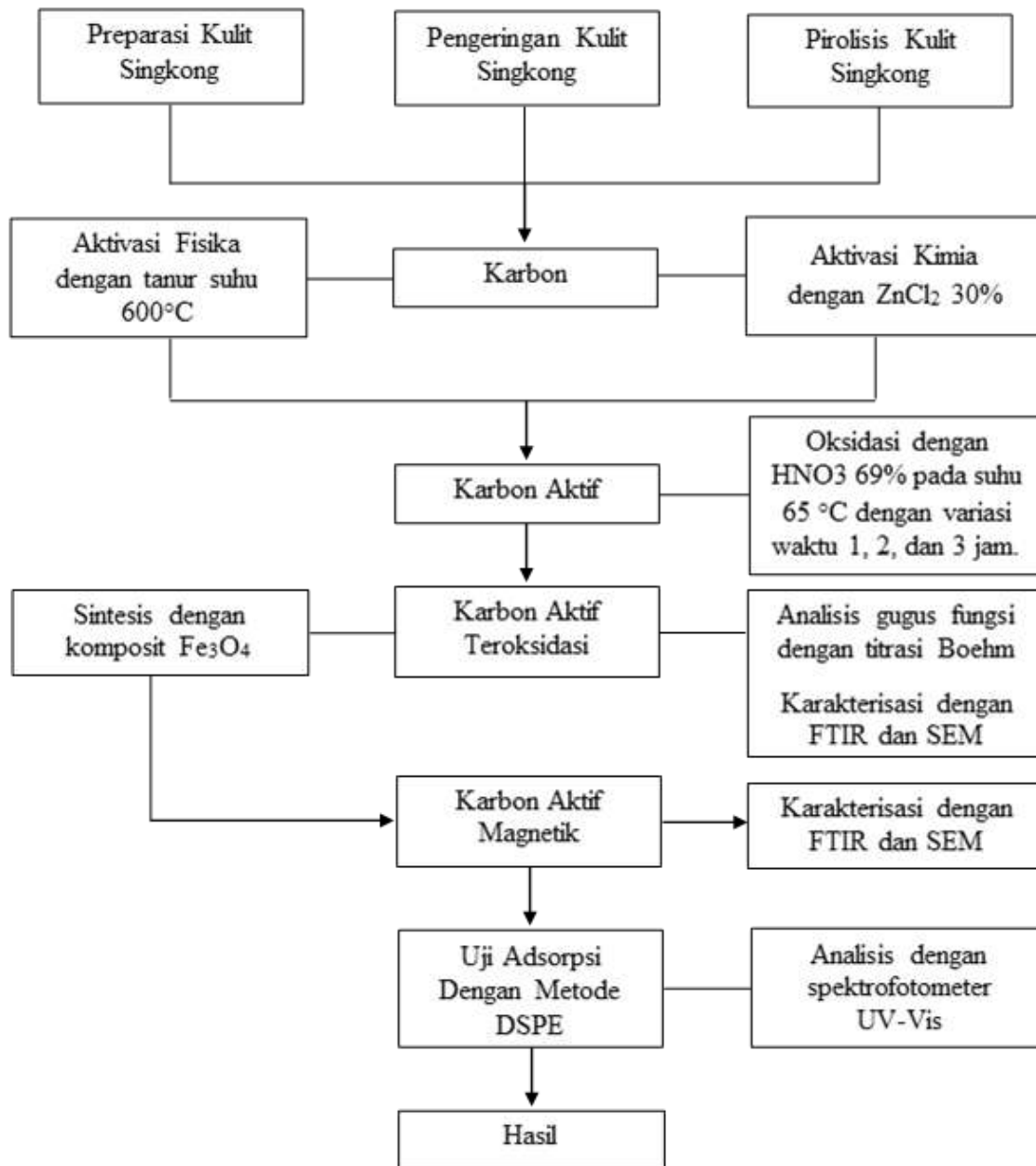
### **3.3.6. Pembuatan Larutan Induk Antibiotik Tetrasiklin HCl**

Larutan induk antibiotik tetrasiklin HCl 500 ppm dibuat dengan cara melarutkan 25 mg serbuk antibiotik tetrasiklin HCl dengan 50 mL akuades dalam labu takar 50 mL hingga tanda tera dan dihomogenkan. Kemudian larutan diencerkan menjadi 50 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar antibiotik tetrasiklin 3, 5, 7, dan 9 ppm dari larutan induk antibiotik tetrasiklin 50 ppm sebanyak 50 mL.

### **3.3.7. Adsorpsi Senyawa Antibiotik dengan Metode *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) Menggunakan Adsorben Karbon Aktif Termodifikasi HNO<sub>3</sub> dan Karbon Aktif Magnetik**

Sebanyak 20 mL larutan standar tetrasiklin 5 ppm dalam gelas kimia masing-masing ditambahkan karbon aktif hasil modifikasi dan karbon aktif magnetik sebanyak 20 mg. Campuran tersebut kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Kemudian campuran yang dihasilkan dipisahkan menggunakan batangan magnet. Supernatan yang dihasilkan dilarutkan dengan 2 mL akuades. Hasil yang diperoleh disonifikasi selama 2 menit dan supernatan disaring untuk selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan panjang gelombang 269 nm.

### 3.4. Diagram Alir



Gambar 12. Diagram Alir

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Modifikasi permukaan karbon aktif magnetik yang dibuat dari limbah kulit singkong menggunakan  $\text{HNO}_3$  69% telah berhasil dilakukan dengan kondisi optimum suhu  $65^\circ\text{C}$  dan waktu kontak selama 1 jam.
2. Karbon aktif magnetik berdasarkan hasil analisis menggunakan FTIR menunjukkan adanya gugus  $\text{C}=\text{C}$  aromatik, gugus  $\text{C}=\text{O}$  karboksilat,  $\text{C}-\text{O}$  karbonil, dan  $\text{C}-\text{H}$  hidrokarbon.
3. Karbon aktif magnetik yang diperoleh berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan SEM memiliki pori yang besar, ukuran pori tidak beraturan, serta terdapat seperti serbuk yang tersebar di permukaan.
4. Karbon aktif magnetik berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan XRD pada daerah  $2\theta$  terdapat puncak-puncak pada sudut  $30$ ,  $35$ ,  $43$ ,  $36$ , dan  $62^\circ$  yang membuktikan adanya senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .
5. Persen adsorpsi dan desorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan karbon aktif magnetik dengan metode DSPE meningkat setelah dilakukan modifikasi permukaan pada karbon aktif magnetik. Persen adsorpsi dan desorpsi karbon aktif magnetik masing-masing sebesar  $70,33\%$  dan  $68,10\%$



## 5.2. Saran

Adapun saran yang dapat diberikan pada penelitian selanjutnya adalah:

1. Modifikasi permukaan karbon aktif magnetik dengan variasi konsentrasi dan suhu oksidator.
2. Perlu dioptimasi kembali untuk uji adsorpsi dan desorpsi antibiotik tetrasiklin berdasarkan pengaruh jenis pelarut.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdulrasheed, A.A., Jalila, A.A., Triwahyonoc, S., Zainia, M.A.A., Gamboa, Y., Ibrahima, M. 2018. Surface modification of activated carbon for adsorption of SO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>: A review of existing and emerging technologies. *Renew. Sust. Energ. Rev.* 94: 1067–1085.
- Ahmed, M.J. and Theydan, S.K. 2012. Adsorption of cephalexin onto activated carbons from Albizia lebbeck seed pods by microwave-induced KOH and K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> activations. *Chem. Eng. J.* (211–212): 200–207.
- Alampanos, V., Samanidou, V., and Papadoyannis, I. 2019. Trends in Sample Preparation for the HPLC Determination of Penicillins in Biofluids. *J. Appl. Bioanal.* 5(1): 9–17.
- Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Štajnbaher, D., and Schenck, F.J. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and Dispersive Solid-Phase Extraction for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *J. AOAC. Int.* 86: 412–431.
- Anyika, C., Asri, N.A.M., Majid, Z.A., Yahya, A., and Jaafar, J. 2017. Synthesis and characterization of magnetic activated carbon developed from palm kernel shells. *Nanotechnol. Environ. Eng.* 2 (16): 1–25.
- Amiruddin, A., Zakir, M., dan Taba, M. 2016. Modifikasi Permukaan Karbon Aktif Tongkol Jagung (*Zea Mays*) dengan HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Sebagai Bahan Elektroda Superkapasitor. Universitas Hassanudin. Makassar.
- Arie, A.A., Kristianto, H.I., Suharto, Halim, M., and Lee, J.K. 2014. Preparation of Orange Peel Based Activated Carbons as Cathodes in Lithium Ion Capacitors. *Adv. Mater. Res.* 896: 95–99.
- Aripin, A.M. 2013. Cassava Peels For Alternative Fibre In Pulp and Paper Industry: Chemical Properties and Morphology Characterization. *Int. J. Int. Eng.* 5(1): 30–33.

- Aristilde, L., Marichal, C., Miehé-Brendle, J., Lanson, B., and Charlet, L. 2010. Interactions of Oxytetracycline with a Smectite Clay: A Spectroscopic Study with Molecular Simulations. *Environ. Sci. Technol.* 44: 7839–7845.
- Arsyad, E. dan Hamdi, S. 2010. Teknologi Pengolahan dan Pemanfaatan Karbon Aktif Untuk Industri. *J. Ris. Ind. Has. Hut.* 2(2): 43–51.
- Artiyani, A. 2011. Bioetanol dari Limbah Kulit Singkong Melalui Proses Hidrolisis dan Fermentasi dengan *Saccharomyces cerevisiae*. Tesis. Program Magister Jurusan Teknik Lingkungan Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan. Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Auliya, R. 2018. Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Kulit Pisang Kepok (*Musa Paradisiaca L.*) sebagai Adsorben Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon Fenantrena). *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Badan Pusat Statistik. 2018. Tanaman Ubi Kayu Per-Provinsi. Badan Pusat Statistik. Jakarta.
- Bangun, T.A., Zaharah, T.A., Shofiyani, A. 2016. Pembuatan Arang Aktif dari Cangkang Buah Karet untuk Adsorpsi Ion Besi (II) dalam Larutan. *J. Kim. Kemasan.* 5(3): 18–24.
- Barkauskas, J., and Dervinyte, M. 2004. An investigation of the functional groups on the surface of activated carbons. *J. Serb. Chem. Soc.* 69: 363–375.
- Benfield, L.D. 1982. *Process Chemistry For Water And Wastewater Treatment*. Prentice Hall Inc. New Jersey.
- Beyene, T. 2016. Veterinary Drug Residues in Food-Animal Products: Its Risk Factors and Potential Effects on Public Health. *J. Vet. Sci. Technol.* 7: 1–7.
- Bhatnagar, A., Hogland, W., Marques, M., and Sillanpaa, M. 2013. An Overview Of The Modification Methods of Activated Carbon for Its Water Treatment Applications. *J. Chem. Eng.* 219: 499–511.
- Bitas, D., Kabir, A., Locatelli, M., and Samanidou, V. 2018. Food sample preparation for the determination of sulfonamides by high-performance liquid chromatography: State-of-the-art. *Separations.* 5(2): 31.
- Botero-Coy, A.M., Martínez-Pachón, D., Boix, C., Rincón, R.J., Castillo, N., Arias-Marín, L., Manrique-Losada, L., Torres-Palma, R., Moncayo-Lasso, A., Hernández, F. 2018. An investigation into the occurrence and removal of pharmaceuticals in Colombian wastewater. *Sci. Total Environ.* 642: 842–853.

- Bouguettoucha, A., Reffas, A., Chebli, D., Mekhalif, T., and Amrane, A. 2016. Novel Activated Carbon Prepared from an Agricultural Waste, *Stipa Tencissima*, Based on  $ZnCl_2$  Activated-Characterization and Application to the Removal of Methylene Blue. *Desal. Water. Treat.* 57(50): 24056–24069.
- Buhani, Puspitarini, M., Rahmawaty, Suharso, Rilyanti, M., and Sumadi. 2018. Adsorption of phenol and methylene blue in solution by oil palm shell activated carbon prepared by chemical activation. *Orient. J. Chem.* 34: 2043–2050.
- Cabello, F. C. 2006. Heavy Use of Prophylactic Antibiotics In Aquaculture: A Growing Problem For Human And Animal Health And For The Environment. *Environ. Microbiol.* 8: 1137–1144.
- Carvalho, I.T., and Santos, L. 2016. Antibiotics in the aquatic environments: a review of the European scenario. *Environ. Int.* 94: 736–757.
- Chang, P. H., Jean, J. S., Jiang, W. T., and Li, Z. H. 2010. Mechanism of Tetracycline Sorption on Rectorite. *Colloid. Surface. A.* 339: 94–99.
- Chang, P.H., Jiang, W.T., Li, Z., Jean, J.S., Kuo, C.Y. 2015. Antibiotic Tetracycline in The Environments: A Review. *Res. Rev. J. Pharm. Anal.* 4: 15–40.
- Chen, C., Zhao, P., Li, Z., and Tong, Z. 2016. Adsorption Behavior of Chromium (VI) on Activated Carbon from Eucalyptus Sawdust Prepared by Microwave-Assisted Activation with  $ZnCl_2$ . *Desal. Water. Treat.* 57(27): 12572–12584.
- Chen, W. R. and Huang, C. H. 2010. Adsorption and Transformation of Tetracycline Antibiotics with Aluminum Oxide. *Chemosphere.* 79: 779–785.
- Chen, X. Y., Lin, X. L., and Wei, Q. H. 2008. Development of the surface chemical modification of the activated carbon and its applications. *Eng. Sci. Technol.* 8: 5463–5467.
- Conde-Cid, M., Álvarez-Esmorís, C., Paradelo-Núñez, R., Nóvoa-Muñoz, J.C., Arias-Estévez, M., Álvarez-Rodríguez, E., Fernández-Sanjurjo, M.J., and Núñez-Delgado, A. 2018. Occurrence of tetracyclines and sulfonamides in manures, agricultural soils and crops from different areas in Galicia (NW Spain). *J. Clean. Prod.* 197: 491–500.
- Cvetković, J.S., Mitić, V.D., Jovanović, V.P.S., Dimitrijević, M.V., and Stojanović, G.S. 2016. The Evaluation of Different Sorbents and Solvent Mixtures in PAH Sample Preparation for GC/GC-MS Analysis. *Adv. Technols.* 5(1): 31–38.
- Darmawan, S., Syafii, W., Wistara N.J., Maddu, A., dan Pari, G. 2015. Kajian Struktur Arang-Pirolisis, Arang-Hidro dan Karbon Aktif Dari Kayu *Acacia Mangium*

- Willd. Menggunakan Difraksi Sinar-X. *JPHH*. 33(2): 81–92.
- Day, R.A. dan Underwood, A.L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Erlangga. Jakarta.
- Dąbrowski A, Podkościelny P, Hubicki Z, and Barczak M. 2005. Adsorption of phenolic compounds by activated carbon—a critical review. *Chemosphere*. 58: 1049–70.
- Demiral, I., Samdan, C., and Demiral, H. 2021. Enrichment of The Surface Functional Groups Of Activated Carbon By Modification Method. *Surf. Interfaces*. 22: 100873.
- Dewi, T. K., Arif, N., dan Edwin, P. 2009. Pembuatan Karbon Aktif dari Kulit Ubi Kayu (*Manihot Esculenta*). *J. Tek. Kim.* 16(1): 24–30.
- Du, L., and Liu, W. 2012. In: Occurrence, Fate, and Ecotoxicity of Antibiotics in Agro-Ecosystems: A Review. *Agron. Sustain. Dev.* 32: 309–327.
- Erşan, M., Bağda, E., Bağda, E. 2013. Investigation of kinetic and thermodynamic characteristics of removal of tetracycline with sponge like, tannin based cryogels. *Coll. Surf. Biointer.* 104: 75–82.
- Fakhri, A. and Adami, S., 2014. Adsorption and thermodynamic study of Cephalosporins antibiotics from aqueous solution onto MgO nanoparticles. *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* 45: 1001–1006.
- Fakhri, A. and Behrouz, S. 2015. Comparison studies of adsorption properties of MgO nanoparticles and ZnO–MgO nanocomposites for linezolid antibiotic removal from aqueous solution using response surface methodology. *Process Saf. Environ. Protect.* 94: 37–43.
- Fang, N.J., Guo, J.X, Shu, S., Li, J.J., and Chu, Y.H. 2017. Influence of textures, oxygen-containing functional groups and metal species on SO<sub>2</sub> and NO removal over Ce-Mn/NAC. *Fuel*. 202: 328–337.
- Fatmawati, F. 2010. Sintesis Silica Berbasis Sekan Padi dan Uji Kuat Tarik Terhadap Komposit Ripoksi SiO<sub>2</sub> (R802- SiO<sub>2</sub>). *Skripsi*. Universitas Negeri Jakarta. Jakarta.
- FDA. 2009. *Summary Report on Antimicrobials Sold or Distributed for Use in Food-Producing Animals*. Food and Drug Administration Department of Health and Human Services. United State.
- Fidel, R. B., Laird, D. A., and Thompson, M. L. 2013. Evaluation of Modified Boehm

- Titration Methods For Use With Biochars. *J. Environ. Qual.* 42: 1771–8.
- Figueiredo, J.L., and Pereira, M.F.R. 2010. The role of surface chemistry in catalysis with carbons. *Catal. Today.* 150: 2–7.
- Fisli, A., Anis, A., Siti, W., dan Saeful, Y. 2012. Adsorben Magnetik Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Karbon Aktif Untuk Meyerap Thorium. *Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) – BATAN.* Tangerang Selatan. 13: 192–197.
- Gao, Y., Li, Y., Zhang, L., Huang, H., Hu, J.J., Shah, S.M., and Su, X.G. 2012. Adsorption and removal of tetracycline antibiotics from aqueous solution by graphene oxide. *J. Colloid Interf. Sci.* 368: 540–546.
- Gin, W.A., Jimoh, A., Abdulkareem, A.S., and Giwa, A. 2014. Utilization of Cassava Peel Waste as A Raw Material for Activated Carbon Production: Approach to Environmental Protection in Nigeria. *Int. J. Eng. Res. Tech.* 3(1): 35–42.
- Gong, J., Wang, B., Zeng, G., Yang, C., Niu, C., Niu, Q., Zhou, W., and Liang, Y. 2009. Removal of cationic dyes from aqueous solution using magnetic multi-wall carbon nanotube nanocomposite as adsorbent. *J Hazardous Mat.* 1522:164–1517.
- Gothwal, R. and Shashidhar, T. 2015. Antibiotic pollution in the environment: a review. *Clean. - Soil, Air, Water.* 43: 479–489.
- Gilman, A dan Goodman, L. S. 2007. *Dasar Farmkologi Terapi Edisi 10 Volume 2.* EGC. Jakarta.
- González-Curbelo, M.Á., Herrera-Herrera, A.V., Hernández-Borges, J., and Rodríguez-Degaldo, M.Á. 2013. Analysis of Pesticides Residues in Environmental Water Samples Using Multiwalled Carbon Nanotubes Dispersive Solid-Phase Extraction. *J. Sep Sci.* 36: 556–563.
- Gupta, H. and Gupta, B. 2015. Adsorption of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons on Banana Peel Activated Carbon. *Desal. Water. Treat.* 1–12.
- Hamdila, J. D. 2012. Pengaruh variasi masa terhadap karakteristik fungsionalitas dan termal komposit MgO-SiO<sub>2</sub> berbasis silika sekam padi sebagai katalis. *Skripsi.* Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Harrabi, M., Giustina, V.S.D., Aloulou, F., Rodriguez-Mozaz, S., Barceló, D., and Elleuch, B. 2018. Analysis of multiclass antibiotic residues in urban wastewater in Tunisia. *Environ. Nanotechnol. Monit. Manage.* 10: 163–170.

- Harti, R., Allwar, dan Fitri, N. 2014. Karakterisasi dan Modifikasi Karbon Aktif Tempurung Kelapa Sawit dengan Asam Nitrat Untuk Menjerap Logam Besi dan Tembaga dalam Minyak Nilam. *Indo. J. Chem. Res.* 2 (1): 74–83.
- Hasan, Z., Jhung, S.H., 2015. Removal of hazardous organics from water using metalorganic frameworks (MOFs): plausible mechanisms for selective adsorptions. *J. Hazard Mater.* 283: 329–339.
- Henriksson, P.J.G., Rico, A., Troell, M., Klinger, D.H., Buschmann, A.H., Saksida, S., Chadag, M.V. and Zhang, W. 2018. Unpacking factors influencing antimicrobial use in global aquaculture and their implication for management: a review from a systems perspective. *Sustain Sci.* 13: 1105–1120.
- Hijrah, N.N., Anas, M., dan Erniwati. 2020. Analisis Variasi Temperatur Aktivasi terhadap Gugus Fungsi Arang Aktif Tandan Aren (*Arenga Pinnata Merr.*) dengan Agen Aktivasi *Potassium Silicate* ( $K_2SiO_3$ ). *JPPS.* 5(4): 295–299.
- Hook, J.R., and Hall, H.E. 1991. *Solid State Physics 2nd Edition*. Jhon Willey and Son. Chicester.
- Huang, F., Zou, S., Deng, D., Lang, H., and Liu, F. 2019. Antibiotics in a typical karst river system in China: Spatiotemporal variation and environmental risks. *Sci. Total Environ.* 650: 1348–1355.
- Ikawati dan Melati. 2009. Pembuatan Karbon Aktif dari Limbah Kulit Singkong UKM Tapioka Kabupaten Pati. *SNTKI*. Bandung.
- Islas, G., Rodríguez, J.A., Páez-Hernández, M.E., Corona-Avendaño, S., Hernández, A.R., and Barrado, E. 2016. Dispersive solid-phase extraction based on butylamide silica for the determination of sulfamethoxazole in milk samples by capillary electrophoresis. *J. Liq. Chrom. Rel. Tech.* 39(14): 658–665.
- Islas, G., Ibarra, I.S., Hernandez, P., Miranda, J.M., and Cepeda, A. 2017. Dispersive Solid Phase Extraction for The Analysis of Veterinary Drugs Applied to Food Sampels: A Review. *Inter. J. Anal. Chem.* 1–16.
- Ismanto, A.E., Wang, S., Soetaredjo, F.E., and Ismadji, S., 2010, Preparation of Capacitor's Electrode from Cassava Peel Waste. *Bioresour. Technol.* 101: 3534–3540.
- Ji, L.L., Chen, W., Bi, J., Zheng, S.R., Xu, Z.Y., Zhu, D.Q., and Alvarez P.J. 2010. Adsorption Of Tetracycline On Single-Walled And Multi-Walled Carbon Nanotubes As Affected By Aqueous Solution Chemistry. *Environ. Toxicol. Chem.* 29(12): 2713–2719.

- Jjemba, P.K. 2006. Excretion and Ecotoxicity of Pharmaceutical and Personal Care Products In The Environment. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 63: 113–130.
- Jubeen, F., Liaqat, A., Amjad, F., Sultan, M., Iqbal, S.Z., Sajid, I., Khan Niazi, M.B., Sher, F. 2020. Synthesis of 5-Fluorouracil Cocrystals with Novel Organic Acids as Coformers and Anticancer Evaluation against HCT-116 Colorectal Cell Lines. *Cryst. Growth Des.* 20: 2406–2414.
- Kasih, Y.O. 2019. Studi Karbon Aktif Magnetik dari Lmbah Kulit Singkong (*Manihot utilisima*) Sebagai Adsorben Untuk Menentukan Senyawa Antibiotik di Perairan. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Khatibi, S.A., Hamidi, S., and Siahi-Shadbad, M.R. 2020. Current trends in sample preparation by solidphase extraction techniques for the determination of antibiotic residues in foodstuffs: a review. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 1–22.
- Khuluk, R.H. 2016. Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa (*Cocous nucifera* L.) Sebagai Adsorben Zat Warna Metilen Biru. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung. Lampung.
- Kinsella, B., O'Mahony, J., Malone, E., Moloney, M., Cantwell, H. Furey, A., and Danaher, M. 2009. Current trends in sample preparation for growth promoter and veterinary drug residue analysis. *J. Chrom. Anal.* 1216 (46): 7977–8015.
- Kong, D., Liang, B., Yun, H., Cheng, H., Ma, J., Cui, M., Wang, A., and Ren, N. 2015. Cathodic degradation of antibiotics: characterization and pathway analysis. *Water Res.* 72: 281–292.
- Kristianto, H. 2017. Review: Sintesis Karbon Aktif dengan Menggunakan Aktivasi Kimia ZnCl<sub>2</sub>. *JIP*. 6(3): 104–111.
- Kuppusamy, S., Kakarla, D., Venkateswarlu, K., Megharaj, M., Yoon, Y.-E., and Lee, Y.B. 2018. Veterinary antibiotics (VAs) contamination as a global agro-ecological issue: a critical view. *Agric. Ecosyst. Environ.* 257: 47–59.
- Lach, J., Stępnik, L., and Ociepa-Kubicka, A. 2018. Antibiotics in the Environment as one of the Barriers to Sustainable Development. *Problemy Ekorozwoju*. 13(1): 197–207.
- Larsson, D.G., De, P.C., and Paxeus, N. 2007. Effluent from drug manufactures contains extremely high levels of pharmaceuticals. *J. Hazard Mater.* 148: 751–755.
- Larry, D.H. 2001. *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy in Handbook of Analytical*



*Methods for Materials*. Materials Evaluation and Engineering Inc.

- Lawal, A., Wong, R.C.S., Tan, G.H., Abdulra'uf, L.B, and Alsharif, A.M.A. 2018. Recent Modifications and Validation of QuEChERS-DSPE Coupled to GC-MS and LC-MS Instruments for Determination of Pesticide/Agrochemical Residues in Fruits and Vegetables: Review. *J. Chromatogr. Sci.* 56: 565–669.
- Leofanti, G. 1997. Catalyst Characterization. *Appl. Catal.* 34: 329–352.
- Lesaoana, M., Mlaba, R.P.V., Mtunzi, F.M., Klink, M.J., Ejidike, P., and Pakade, V.E. 2019. Influence of inorganic acid modification on Cr(VI) adsorption performance and the physicochemical properties of activated carbon. *S. Afr. J. Chem. Eng.* 28: 8–18.
- Li, L.Y., Gong, X.D., and Abida, O. 2019. Waste-to-Resources: Exploratory Surface Modification of Sludge-Based Activated Carbon by Nitric Acid for Heavy Metal Adsorption. *Waste Management.* 87: 375–386.
- Liang, X. and Wang, X. J. 2011. The Technology of Activated Carbon Modification and Its Application In Wastewater Treatment. *Tech. Water Treatt.* 37: 1–6.
- Lienert, J., Bürki, T., Escher, B. I. 2007. Reducing Micropollutants with Source Control: Substance Flow Analysis of 212 Pharmaceuticals in Faeces and Urine. *Water Sci. Technol. J. Int. Assoc. Water Pollut. Res.* 56: 87–96.
- Lou, J., Xu, X., Gao, Y., Zheng, D., Wang, J., and Li, Z. 2016. Preparation Of Magnetic Activated Carbon From Waste Rice Husk For Determination Of Tetracycline Antibiotics In Water Samples. *RSC Advances.* 6: 112166–112174.
- Lundborg, C.S., and Tamhankar, A.J. 2017. Antibiotic residues in the environment of South East Asia. *Br. Med. J.* 358: 2440.
- Luo, H., Xie, M., Huang, X., Wu, H., Zhu, Z., Huang, F., Lin, X., and Ouyang, G. 2015. Multiresidue analysis of 63 veterinary drugs in meat by dispersive solid-phase extraction and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Chin. J. Chromatogr.* 33(4): 354–62.
- Luthfi, A. 2019. Sintesis Dan Karakterisasi Karbon Aktif Magnetik Dari Kulit Singkong (*Manihot esculenta*.) Dengan Komposit Besi Oksida (FeO.Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Untuk Mengadsorpsi Senyawa Antibiotik Amoksisilin. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Ma, G., Zhang, M., Zhu, L., Chen, H., Liu, X., and Lu, C. 2018. Facile synthesis of amine-functional reduced graphene oxides as modified quick, easy, cheap, effective, rugged and safe adsorbent for multi-pesticide residues analysis of tea.

*J. Chromatogr. A.* 1531: 22–31.

- Maciel, V.S.E., Fumes, B.H., Toffoli, A.L.D., and Lanças, F.M. 2018. Graphene particles supported on silica as sorbent for residue analysis of tetracyclines in milk employing microextraction by packed sorbent. *Electrophoresis*. 39(15): 2047–55.
- Manh, H.D., Ngoc, H.P., Thi, Dung, N., Thi, T.S.P., Van, K.N., Thi, T.T.V., and Thi, K.P.N. 2011. Activated Carbon/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticle Composite: Fabrication, Methyl Orange Removal and Regeneration by Hydrogen Peroxide. *Research Gate*. 85: 1269–1276.
- Marazuela, M.D., and Bogialli, S. 2009. A review of novel strategies of sample preparation for the determination of antibacterial residues in foodstuffs using liquid chromatography-based analytical methods. *Analytica Chimica Acta*. 645 (1-2): 5–17.
- Martínez, J.L. 2008. Antibiotics and antibiotic resistance genes in natural environments. *Science*. 321: 365–367.
- Martínez, J.L., 2009. The role of natural environments in the evolution of resistance traits in pathogenic bacteria. *Proc. R. Soc. B Biol. Sci.* 276: 2521–2530.
- Martínez, J. L. 2017. Effect of antibiotics on bacterial populations: a multi-hierarchical selection process. *F1000Research*. 51(6): 1–10.
- Marsh, H. and Francisco, R.R. 2006. *Activated Carbon*. Elsevier Science and Technology Books. Ukraina.
- Maulida, L., Za, N., dan Sari, D.N. 2015. Pemanfaatan Kulit Singkong Sebagai Bahan Bau Arang Aktif. *JTKI Unimal*. 4(2): 11–19.
- McEwen, S.A., and Fedorka-Cray, P.J. 2002. Antimicrobial Use and Resistance in Animals. *Clinl Infect. Dis.* 34: S93–S106.
- McManus, P.S., Stockwell, V.O., Sundin, G.W., and Jones, A.L. 2002. Antibiotic Use In Plant Agriculture. *Annu. Rev. Phytopathol.* 40:443–465.
- Mijangos, L., Bizkarguenaga, E., Prieto, A., Fernández, L. A., and Zuloaga, O. 2015. Simultaneous Determination of A Variety Of Endocrine Disrupting Compounds In Carrot, Lettuce, and Amended Soil by Means of Focused Ultrasonic Solid-Phase Liquid Extraction and Dispersive Solid-Phase Extraction as Simplified Clean-Up Strategy. *J. Chromatogr. A*. Elsevier. 1–11.
- Mikrajuddin, A. dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *J.*

*Nanosci. Nanotechnol.* 2(1): 1–9.

- Mujiyanti, D.R., Nuryanti, dan Kurnati, E.S. 2010. Sintesis dan karakterisasi silica gel dari abu sekam padi yang dimobilisasi dengan 3-(trimetoksisilil)-1-propanol. *Sains dan Terapan Kimia.* 4(2): 150–167.
- Nakagawa, Y., Molina-Sabio, M., and Rodríguez-Reinoso, F. 2007. Modification of the Porous Structure Along The Preparation of Activated Carbon Monoliths with  $H_3PO_4$  and  $ZnCl_2$ . *Micropor. and. Mesopor. Mat.* 103: 29–34.
- Nikolic, J.S., Jovanovic, V.P.S., Dimitrijevic, M.V., Dragan, J., Stanojevic, L.P., Nikolic, L.B., and Mitric, V.D. 2017. Dispersive Solid Phase Extraction Clean-Up Combined with Soxhlet Extraction for the Determination of 16 PAHs in Soil Samples by GC-MS. *Inter. J. Environ. Anal. Chem.* 97(2): 112–123.
- Nuralita, A.R. 2019. Studi Adsorpsi Ion Logam Pb (II) Pada Karbon Aktif Tempurung Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis Jacq.*) yang Dimodifikasi dengan Magnetit ( $Fe_3O_4$ ). *Skripsi.* Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Ocampo-Perez, R., Leyva-Ramos, R., Rivera-Utrilla, J., Flores-Cano, J. V., and Sanchez-Polo, M. 2015. Modeling Adsorption Rate of Tetracyclines on Activated Carbons From Aqueous Phase. *Chem. Eng. Res. Des.* 104: 579–588.
- Oliviera, L.C.A., Rios, Rvra, Fabris, J.B., Grag, V., Sapak, K., dan Lago, R. M. 2002. Activated Carbon/Iron Oxide Magnetic Composites for The Absorption Of Contaminants In Water. *Carbon.* 40: 2177–2183.
- Omotoso, O. and Amori, A. 2016. Effect of Zinc Chloride Activation on Physicochemical Characteristics of Cassava Peel and Waste Bamboo Activated Carbon. *Int. J. Chem. Eng.* 10(6): 815–820.
- Patra, C., Mediseti, R.M.N., Pakshirajan, K., Narayanasamy, S. 2019. Assessment of raw, acid-modified and chelated biomass for sequestration of hexavalent chromium from aqueous solution using *Sterculia villosa Roxb.* shells. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 26: 23625–23637.
- Peng, X.Z., Tang, C.M., Yu, Y., Tan, J.H., Huang, Q.X., Wu, J.P., Chen, S.J., and Mai, B.X. 2009. Concentrations, transport, fate, and releases of polybrominated diphenyl ethers in sewage treatment plants in the Pearl River Delta, South China. *Environ. Int.* 35: 303–309.
- Permatasari, A.R., Khasanah, L.U., dan Widowati, E. 2014. Karakterisasi Karbon Aktif Kulit Singkong (*Manihot utilissima*) dengan Variasi Jenis Aktivator. *Jurnal Teknologi Hasil Pertanian.* 7(2): 70–75.

- Piña, B., Bayona, J.M., Christou, A., Fatta-Kassinos, D., Guillon, E., Lambropoulou, D., Michael, C., Polesel, F., and Sayen, S. 2020. On the contribution of reclaimed wastewater irrigation to the potential exposure of humans to antibiotics, antibiotic resistant bacteria and antibiotic resistance genes – NEREUS COST Action ES1403 position paper. *J. Environ. Chem. Eng.* 8: 102131.
- Praveena, S.M., Shaifuddin, S.N.M., Sukiman, S., Nasir, F.A.M., Hanafi, Z., Kamarudin, N., Ismail, T.H.T., Aris, A.Z., 2018. Pharmaceuticals residues in selected tropical surface water bodies from Selangor (Malaysia): occurrence and potential risk assessments. *Sci. Total Environ.* 642: 230–240.
- Qi, X.H., Li, L.Y., Wang, Y., Liu, N., Smith Jr., R.L. 2014. Removal of hydrophilic ionic liquids from aqueous solutions by adsorption onto high surface area oxygenated carbonaceous material. *Chem. Eng. J.* 256: 407–414.
- Qin, Z., Jiang, Y., Piao, H., Tao, S., Sun, Y., Wang, X., Ma, P., and Song, D. 2019. Packed hybrids of gold nanoparticles and halloysite nanotubes for dispersive solid phase extraction of triazine herbicides, and their subsequent determination by HPLC. *Microchimica Acta.* 186(489): 1–8.
- Rahimpoor, R., Abdulrahman, B., Davood, N., Farshid, G. S., and Maryam, F. 2020. Sensitive determination of urinary muconic acid using magnetic dispersive-solid-phase extraction by magnetic amino-functionalised UiO-66. *International J. Environ. Anal. Chem.* 1–14.
- Ramezani, Z., Kardani, F., Rahbar, N., Babapoor, A., and Bahrami, F. 2018. Dispersive Solid Phase Extraction Headspace Sampling in Gas Chromatography Mass Spectrometric Analysis of Volatiles: Application to Separation of Polycyclic. *J. Braz. Chem. Soc.* 4(30): 764–771.
- Rejczak, T. and Tuzimski, T. 2017. QuEChERS-Based Extraction with Dispersive Solid Phase Extraction Clean-Up Using PSA and ZrO<sub>2</sub>-Based Sorbents for Determination of Pesticides in Bovine Milk Samples by HPLC-DAD. *Food Chemistry.* 217: 225–233.
- Rohaeti, E., Heryanto, R., Rafi, M., Wahyuningrum, A., dan Darusman, L.K. 2011. Prediksi Kadar Flavonoid Total Tempuyung (*Sonchus arvensis* L.) Menggunakan Kombinasi Spektroskopi IR dengan Regresi Kuadrat Terkecil Parsial. *Jurnal Kimia.* 5(2): 101–108.
- 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.

- Salame, I.I. and Bandosz, T.J. 2001. Surface chemistry of activated carbons: combining the results of temperature-programmed desorption, boehm, and potentiometric titrations. *J. Colloid. Interface. Sc.* 240: 252–8.
- Sadowska-rociek, A., Surma, M., and Cieřlik, E. 2015. Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbon in Coffee and Coffee Substitutes using Dispersive SPE and Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *Food Anal. Methods.* 8: 109–121.
- Saha, S., Singh, A.K., Keshari, A. K., Raj, V., Rai, A. and Maity, S. 2018. Chapter 2 - modern extraction techniques for drugs and medicinal agents. In *Ingredients extraction by physicochemical methods in food*, eds. A. M. Grumezescu and A. M. Holban. Academic Press. London. 65–106.
- Santos, L and Ramos, F. 2016. Analytical Strategies For The Detection Quantification Of Antibiotic Residues In Agriculture Fishes: A Review. *Trends Food Sci. Technol.* 52: 16–30.
- Saputro, E.A., Varadila D.R.W., Bellani, Y.W., Rachmad, R.Y., and Nove, K.E. 2020. The Process of Activated Carbon From Coconut Shell Through Chemical Activation: Review Article. *J. Sci. Technol.* 9(1): 23–28.
- Schwertmann, U. and Cornell, R.M. 2000. *Iron Oxides In Laboratory: Preparation and Characterization*. John Wiley and Sons. Inc. New York.
- Schönherr, J., Buchheim, J.R., Scholz, P., and Adelhelm, P. 2018. Boehm Titration Revisited (Part II): A Comparison of Boehm Titration with Other Analytical Techniques on the Quantification of Oxygen-Containing Surface Groups for a Variety of Carbon Materials. *J. Carbon Res.* 4(22): 1–16.
- Scigalski, P., and Kosobucki, P. 2020. Review: Recent Materials Developed for Dispersive Solid Phase Extraction. *Molecules.* 25(4869): 1–26.
- Singh B, Camps-Arbestain M, and Lehmann J. 2017. *Biochar: a guide to analytical methods*. *Csiro Publishing*. New York.
- Soehardi, S. 2004. *Memelihara Kesehatan Jasmani Melalui Makanan*. ITB. Bandung.
- Song, X., Zhou, T., Li, J., Su, Y., Xie, J., and He, L. 2018. Determination of macrolide antibiotics residues in pork using molecularly imprinted dispersive solid-phase extraction coupled with LC–MS/MS. *J. Sep. Sci.* 41(5): 1138–1148.
- Su, H., Zhibin, Y., Nuri, H., and Ramesh, S. 2017. Carbon Nanosphere-Ion Oxide Nanocomposite As High-Capacity Adsorbents for Arsenic Removal. *RSC Adv.* 7(57): 36138–36148.

- Subroto dan Tjahjati. 2001. Pedoman Pengobatan Hewan Ternak. Bentang Pustaka. Yogyakarta.
- Suhendra, D. dan Gunawan, E. R. 2010. *Pembuatan Arang Aktif dari Batang Jagung Menggunakan Aktivator Asam Sulfat dan Penggunaannya pada Penyerapan Ion Tembaga (II)*. Universitas Mataram. Mataram.
- Syed-Hasan, S.S.A., and Zaini, M.S.M. 2016. Optimization of the Preparation of Activated Carbon from Palm Kernel Shell for Methane Adsorption using Taguchi Orthogonal Array Design. *Korean J. Chem. Eng.* 33(8): 2502–2512.
- Teja, A.S. and Koh, P. 2009. Synthesis, Properties, and Application of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Prog. Cryst. Growth Charact. Mater.* 55 (1): 22–45.
- Thai, P.K., Binh, V.N., Nhung, P.H., Nhan, P.T., Hieu, N.Q., Dang, N.T., Tam, N.K.B., Anh, N.T.K. 2018. Occurrence of antibiotic residues and antibiotic-resistant bacteria in effluents of pharmaceutical manufacturers and other sources around Hanoi, Vietnam. *Sci. Total Environ.* 645: 393–400.
- Udyani, K. 2019. Pembuatan Karbon Aktif dari Karbon Bakau Menggunakan Gabungan Aktivasi Kimia dan Fisika Dengan Microwave. *Jurnal IPTEK.* 23(1): 39–46.
- Utami, L.A., and Putri, D.H. 2020. The Effect of Ethanol Solvent Concentration on Antimicrobial Activities The Extract of Andalas Endophytic Bacteria (*Morus macrorura miq.*) Fermentation Product. *Eksakta: Berkala Ilmiah Bidang MIPA.* 21(1): 1–6.
- Van, T.T.H., Yidana, Z., Smooker, P.M., Coloe, P.J. 2020. Antibiotic use in food animals worldwide, with a focus on Africa: Pluses and minuses. *J. Glob. Antimicrob. Re.* 20: 170–177.
- Van Boeckel, T.P., Brower, C., Gilbert, M., Grenfell, B.T., Levin, S.A., Robinson, T.P., Teillant, A., Laxminarayan, R. 2015. Global trends in antimicrobial use in food animals. *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* 112: 5649–5654.
- Wibowo, N., Setiawan, J., dan Ismadji, S. 2004. Modifikasi Gugus Aktif Suatu Karbon Aktif dan Karakterisasinya. *J. Tek. Kim. Ind.* 3: 39-46.
- Wijaya, H. 2018. Pembuatan dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Limbah Kulit Singkong (*Manihot utilissima*) dengan Aktivator  $ZnCl_2$  dan  $NaCl$  untuk Mengadsorpsi Senyawa Fenantrena. *Skripsi.* Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Wu, H., Xie, H., He, G., Guan, Y., and Zhang, Y., 2016. Effects of the pH and anions

- on the adsorption of tetracycline on iron-montmorillonite. *Appl. Clay Sci.* 119: 161–169.
- Xiang, Y., Xua, Z., Weia, Y., Zhou, Y., Yang, X., Yang, Y., Yanga, J., Zhang, J., Luo, L., Zhou, Z. 2019. Carbon-based materials as adsorbent for antibiotics removal: Mechanisms. *J. Environ. Manage.* 237: 128–138.
- Xiong, W., Zeng, G., Yang, Z., Zhou, Y., Zhang, C., Cheng, M., Liu, Y., Hu, L., Wan, J., and Zhou, C. 2018. Adsorption of tetracycline antibiotics from aqueous solutions on nanocomposite multi-walled carbon nanotube functionalized MIL-53 (Fe) as new adsorbent. *Sci. Total Environ.* 627: 235–244
- Yao, Y. 2014. *Study on the preparation of acid modified activated carbon and its removal of Cr(VI)*. Hunan University. Changsha.
- Yao, S., Zhang, J., Shen, D., Xiao, R., Gu, S., Zhao, M., and Liang, J. 2016. Removal of Pb(II) from water by the activated carbon modified by nitric acid under microwave heating. *J. Colloid Interface Sci.* 463: 118–127.
- Yu, F., Li, Y., Han, S., and Ma, J. 2016. Adsorptive removal of antibiotics from aqueous solution using carbon materials. *Chemosphere.* 153: 365–385.
- Zakir, M., Taba, P., and Edar, M. 2019. Adsorption of Pb (II) Ions By Activated and Modified Candlenut Shell Based Carbon. *J. Phys.: Conf. Ser.* 1341: 1–7.
- Zhang, C.C. 2007. *Fundamentals of Environmental Sampling and Analysis*. John Wiley & Sons, Inc. New Jersey.
- Zhang, Y., Chen, B., Zhang, L., Huang, J., Chen, F., Yang, Z., Yao, J., and Zhang, Z. 2011. Controlled assembly of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles on graphene oxide. *Nanoscale.* 3: 1446–1450.
- Zhang, Z., Wu, Y., Li, X., Wang, Y., Li, H., Fu, Q., Shan, Y., Liu, T., and Xia, X. 2017. Multi-class method for the determination of nitroimidazoles, nitrofurans, and chloramphenicol in chicken muscle and egg by dispersive-solid phase extraction and ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Food Chemistry.* 217: 182–90.
- Zhang, Q.Q., Ying, G.G., Pan, C.G., Liu, Y.S., Zhao, J.L. 2015. Comprehensive evaluation of antibiotics emission and fate in the river basins of China: source analysis, multimedia modeling, and linkage to bacterial resistance. *Environ. Sci. Technol.* 49: 6772–6782.
- Zhang, Y., Xiao, Z., Lv, S., Du, Z., and Liu, X. 2015. Simultaneous Determination of 16 Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Reclaimed Water Using Solid-Phase Extraction Followed by Ultra Performance Convergence Chromatography with

Photodiode Array Detection. *J. Sep. Sci.* 39(5): 993–999.

- Zhao, X., Wang, J., Wang, J., and Wang, S. 2018. Development of water-compatible molecularly imprinted solid-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for the detection of six sulfonamides in animal-derived foods. *J. Chromatogr. A.* 1574: 9–17.
- Zhou, L. J., Ying, G. G., Liu, S., Zhao, J. L., Yang, B., Chen, Z. F., and Lai, H. J. 2013. Occurrence and fate of eleven classes of antibiotics in two typical wastewater treatment plants in South China. *Sci. Total Environ.* 452–453: 365–376.
- Zhou, Y., Liu, X., Xiang, Y., Wang, P., Zhang, J., Zhang, F., Wei, J., Luo, L., Lei, M., Tang, L., 2017. Modification of biochar derived from sawdust and its application in removal of tetracycline and copper from aqueous solution: adsorption mechanism and modelling. *Bioresourch Technology.* 245: 266–273.
- Zulaicha, A.S., Buhani, and Suharso. 2021. Modification of Activated Carbon from *Elaeis Guineensis* Jacq Shell with Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Particles and Study Adsorption-Desorption on Ni(II) Ions in Solution. *J. Phys.: Conf. Ser.* 1751: 1–11.