

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS
GRAPHENE OXIDE DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG (*Zea mays* L.)
UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

(Skripsi)

Oleh

**MELATI DANTY IMELDA ADRAY
NPM 1917011073**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

ABSTRAK

OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG (*Zea mays* L.) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN*

Oleh

MELATI DANTY IMELDA ADRAY

Seiring meningkatnya penggunaan antibiotik *ciprofloxacin* membuat munculnya residu yang terdeteksi dalam air limbah yang dihasilkan dari industri farmasi, rumah sakit, kota tempat tinggal sekitar IPAL, serta lahan pertanian yang bersumber melalui jalur ekskresi secara langsung dan tidak langsung oleh manusia maupun hewan. Residu ini menjadikan *ciprofloxacin* telah menjadi salah satu pencemar air prioritas utama yang memerlukan intervensi penelitian. Salah satu teknik preparasi sampel untuk residu antibiotik *ciprofloxacin* di lingkungan yaitu *dispersive solid phase extraction* (DSPE) menggunakan adsorben *graphene oxide* yang dimanfaatkan dari limbah tongkol jagung. Pembuatan *graphene oxide* dilakukan menggunakan metode *hummers* termodifikasi dengan menggunakan zat pengoksidasi. Karakterisasi *graphene oxide* dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR untuk menentukan gugus fungsi dan SEM-EDX untuk melihat morfologi permukaan dan komposisi unsur. Uji adsorpsi antibiotik *ciprofloxacin* menggunakan *graphene oxide* dari tongkol jagung dilakukan dengan lima variasi, yaitu variasi massa, pH, konsentrasi, waktu kontak dan pelarut desorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum terjadi pada massa 20 mg dengan konsentrasi adsorbat 2 ppm dan pH 4 pada waktu kontak selama 40 menit dengan tingkat adsorpsi sebesar 92,61%, dan menggunakan pelarut desorpsi berupa asam asetat-metanol (2:8) yang memperoleh tingkat desorpsi sebesar 91,46%, sehingga adsorben *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung efektif dalam penyerapan antibiotik *ciprofloxacin*.

Kata kunci : Antibiotik *ciprofloxacin*, DSPE, tongkol jagung, *graphene oxide*

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF GRAPHENE OXIDE BASED DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION FROM CORN COB (*Zea mays* L.) WASTE FOR CIPROFLOXACIN ANTIBIOTIC EXTRACTION

By

MELATI DANTY IMELDA ADRAY

The increasing use of the antibiotic ciprofloxacin, residues have been detected in wastewater generated from the pharmaceutical industry, hospitals, municipalities, and agricultural land through direct and indirect excretion by humans and animals. These residues make ciprofloxacin has become one of the top priority water pollutants that require research intervention. One of the sample preparation techniques for ciprofloxacin antibiotic residues in the environment is dispersive solid phase extraction (DSPE) using graphene oxide adsorbent utilized from corn cob waste. Preparation of graphene oxide was carried out using the modified hummers method using oxidizing agents. Characterization of graphene oxide was carried out using FTIR instrument to determine the functional groups and SEM-EDX to see the surface morphology and elemental composition. Adsorption test of ciprofloxacin antibiotic using graphene oxide from corn cob was conducted with five variations, namely mass variation, pH, concentration, contact time and desorption solvent. The results showed that the optimum conditions occurred at a mass of 20 mg with an adsorbate concentration of 2 ppm and pH 4 at a contact time of 40 minutes with an adsorption rate of 92.61%, and using a desorption solvent in the form of acetic acid-methanol (2:8) which obtained a desorption rate of 91.46%, so that the graphene oxide adsorbent from corn cob waste was effective in the absorption of ciprofloxacin antibiotic.

Keywords : Ciprofloxacin antibiotics, DSPE, corn cob, graphene oxide

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS
GRAPHENE OXIDE DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG (*Zea mays L.*)
UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

Oleh

MELATI DANTY IMELDA ADRAY

Skripsi

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

Pada

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



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

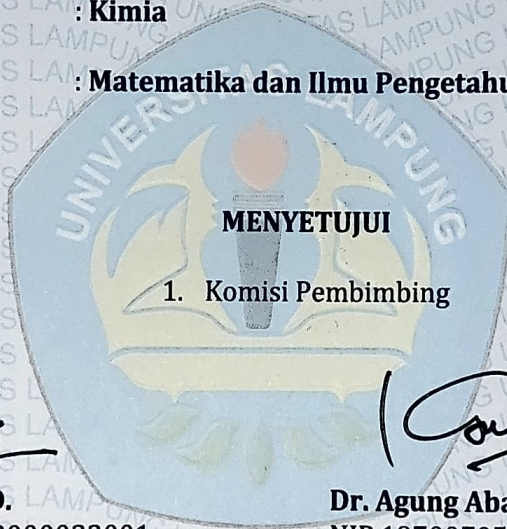
Judul Skripsi : **OPTIMASI DISPERSIVE SOLID PHASE
EXTRACTION BERBASIS GRAPHENE OXIDE
DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG
(Zea mays L.) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK
CIPROFLOXACIN**

Nama Mahasiswa : **Melati Danty Imelda Adray**

NPM : **1917011073**

Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

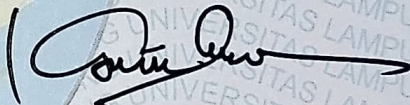


MENYETUJUI

1. **Komisi Pembimbing**

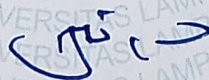


Rinawati, Ph.D.
NIP 197104142000032001



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

2. **Ketua Jurusan Kimia FMIPA**

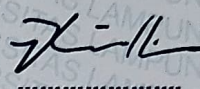


Mulyono, Ph.D.
NIP. 19740611 200003 1 002

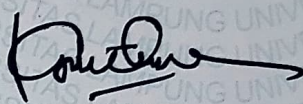
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

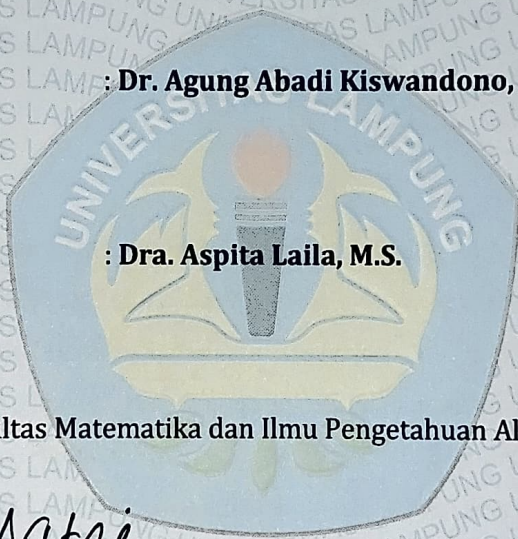
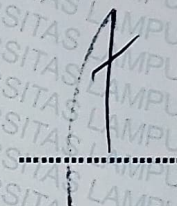
Ketua : Rinawati, Ph.D.



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



Anggota : Dra. Aspita Laila, M.S.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Eng. Heri Satria, M.Si.
NIP. 19711001 200501 1 002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 13 Juli 2023

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Melati Danty Imelda Adray
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011073
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “**Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction Berbasis Graphene Oxide dari Limbah Tongkol Jagung (*Zea mays* L.) untuk Ekstraksi Antibiotik Ciprofloxacin**” 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, Juli 2023
Yang Menyatakan



Melati Danty Imelda Adray
NPM 1917011073

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Melati Danty Imelda Adray, lahir di Jakarta, pada 18 Agustus 2001 dan merupakan anak pertama dari dua bersaudara, putri dari Bapak Rudy Adray dan Ibu Luluk Mardiyah. Saat ini penulis bertempat tinggal di Perumahan Griya Indah Serpong blok G1 No.8 RT.01/RW.16, Kecamatan Gunung Sindur, Kabupaten Bogor, Jawa Barat.

Penulis memulai pendidikan di Taman Kanak-Kanan (TK) Melur, Jagakarsa, Jakarta Selatan pada tahun 2006 dan lulus pada tahun 2007. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri 04 Pagi Jagakarsa pada 2 tahun pertama, kemudian melanjutkan penamatan di SD Negeri Muncul 01 Kota Tangerang Selatan. Pada tahun 2013 penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Pertama (SMP) Negeri 8 Kota Tangerang Selatan dan lulus pada tahun 2016. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 3 Kota Tangerang Selatan dan selesai pada tahun 2019. Pada tahun 2019 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) pada periode 2020 dan 2021. Pada tahun 2020 dan 2021 penulis aktif di HIMAKI sebagai anggota bidang Kaderisasi dan Pengembangan Organisasi (KPO). Penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) yang

diselenggarakan oleh BEM FMPIA Unila di Desa Tambah Dadi, Kecamatan Purbolinggo, Lampung Timur pada tahun 2019.

Penulis pernah mengikuti kegiatan Kampus Mengajar Angkatan 2 yang diselenggarakan oleh Kampus Merdeka. Kegiatan pengabdian ini dilakukan di Desa Nangela sejak bulan Agustus hingga Desember 2021. Penulis juga melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Gunung Sindur, Kabupaten Bogor pada bulan Januari 2022. Pada bulan Juli sampai Agustus 2022, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di UPTD Laboratorium Lingkungan Provinsi Lampung, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Lampung yang berjudul “Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis *Graphene Oxide* dari Limbah Tongkol Jagung (*Zea mays* L.) untuk Ekstraksi Antibiotik *Ciprofloxacin*”.

MOTTO

“Barang siapa **bertakwa kepada Allah maka Dia akan menjadikan jalan keluar baginya**, dan memberinya rezeki dari jalan yang tidak ia sangka, dan barang siapa yang bertawakal kepada Allah maka cukuplah Allah baginya, Sesungguhnya Allah melaksanakan kehendak-Nya, Dia telah menjadikan untuk setiap sesuatu kadarnya.”

(Q.S. Ath-Thalaq: 2-3)

“.. Dan **bersabarlah kamu**, sesungguhnya janji Allah adalah benar.”

(Q.S. Ar-Rum: 60)

“Sesungguhnya **beserta kesulitan itu ada kemudahan**. Maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu urusan), **tetaplah bekerja keras** (untuk urusan yang lain). Dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap.”

(Q.S. Al-Insyirah: 6-8)

“Allah berfirman: ”Aku selalu menuruti persangkaan hamba-Ku kepada-Ku. **Apabila ia berprasangka baik maka ia akan mendapatkan kebaikan**. Adapun bila ia berprasangka buruk kepada-Ku maka dia akan mendapatkan keburukan.”

(H.R. Tabrani dan Ibnu Hibban)



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

Ibuku, Ibuku, Ibuku. Mama Luluk Mardiyah yang tak henti menyebarkan semangat serta melantunkan do'a-do'a indah penuh cinta dan kasih sayang. Lalu Ayahku, Papa Rudy Adray yang selalu menebarkan senyuman serta dukungan selama ini.

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

Dan seluruh rekan-rekan saudara-saudariku keluarga besar kimia 2019 yang selalu berbagi kebahagiaan.

SANWACANA

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Segala puj bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat, rezeki dan hidayah-Nya, Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu kita nantikan syafaat-Nya di Yaumul Akhir nanti. Aamiin ya Rabbal alamin, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis *Graphene Oxide* dari Limbah Tongkol Jagung (*Zea mays L.*) untuk Ekstraksi Antibiotik *Ciprofloxacin*”**.

Penulis menyadari bahwa dalam proses pengerjaan dan penulisan skripsi ini tidak terlepas dari kesulitan dan rintangan yang dihadapi. 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 dosen pembimbing satu dan kepala laboratorium kimia analitik yang telah sabar membimbing, memberi masukan, arahan, dukungan, kemudahan serta semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, M.Sc., selaku dosen pembimbing dua yang telah membimbing, memberikan ilmu, motivasi dan kemudahan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Dra. Aspita Laila, M.S., selaku dosen penguji dan pembahas yang telah

memberikan kritik, saran, arahan, dan kemudahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Bapak Prof. Sutopo Hadi, Ph.D., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah berbagi ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Kedua orang tua yang sangat penulis cintai. Terima kasih Papa Rudy Adray dan Mama Luluk Mardiyah atas segala bentuk kerja keras dan pengorbanan yang telah diberikan. Terima kasih juga untuk seluruh do'a, cinta, kasih sayang, perhatian, dukungan, dan semangat yang selalu mama dan papa berikan, terima kasih sudah menjadi saksi perjuangan kecil ini hingga imel bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana, *love you more than anything*.
9. Haikal Aimar Adray, selaku adik penulis yang telah memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
10. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
11. Bima, selaku *partner* terbaik. Terima kasih selalu penuh sabar menemani, membimbing, berbagi kebahagiaan dan memberikan *support* selama penulis melalui masa-masa tersulit di perkuliahan hingga akhirnya mampu menyelesaikan dengan baik. Semoga tetap selalu menjadi *partner* terbaik untuk kedepannya.
12. Dian, Isro, Sabila, dan Wailhaq selaku teman seperjuangan dan seperbimbingan. Terima kasih sudah menemani melalui penelitian hingga penyusunan skripsi ini, juga segala bantuan, kemudahan, dan masukkan yang

kalian berikan kepada ku sejauh ini. Senyum dan canda tawa kalian sangat mewarnai hari-hari aku melalui semester akhir ini.

13. Kak Ayum dan Kak Purna selaku kakak seperbimbingan. Terima kasih untuk waktu dan ilmunya sehingga kami bisa paham bagaimana cara sintesis, adsorpsi, mengolah data, hingga menggunakan instrumen.
14. Sahabat yang sangat aku banggakan anak-anak kesebelasan. Syahla, Andin, Riris, Cantika, Mahdew, Alod, Ririn, Regina, Baik dan Bias terima kasih untuk semua dukungan, hiburan dan kehadiran kalian dalam mendengar segala keluh kesah yang aku lalui sejak SMA.
15. Sahabat yang paling menyusahkan tapi juga bersedia disusahkan, Annu yang paling gupek dan *moody*, terima kasih untuk segala bala bantuan yang mau diberikan selama perkuliahan *online* maupun *offline*.
16. Warga kosan tersayang, Mba Eka, Ocha, Indah, Reni, Ncy, Anya, Wulan, Putri dan Cindy. Terima kasih untuk semua bantuan, dukungan, *quality time* yang selalu disempatkan, segala tingkah laku kalian yang sangat menghibur dan warna yang kalian berikan setiap hari di kosan membuat *vibe* kosan menjadi lebih unik dan *memorable*.
17. Manusia penghuni *yunzai*. Rangga, Arya, Dito, Farich, Thio, dan Eki. Terima kasih sudah menerima saya menjadi teman maupun sahabat kalian. Hiburan serta dukungan yang selama kuliah yang kalian sebarkan sangat berarti untuk kestabilan mental penulis.
18. Teman seperantauan. Ahda, Jihan, Rizah, dan Cella, terima kasih sudah bertukar beberapa cerita dan menemani waktu luang ditengah ke-*hectic*-an penulis untuk *refreshing*.
19. Teman-teman Kimia 2019. Terkhusus Kania, Abang Rizky, Kipang, Mamas Unggul, Erika, Ulfa, Leha, serta masih banyak lainnya yang tidak bisa disebutkan satu per satu. Terima kasih untuk pertemuan, dukungan, semangat, hiburan dan segala cerita pertemanan yang sangat mengesankan selama perkuliahan.
20. Mba Yuni dan Paman tersayang selaku penjaga gedung yang selalu membantu kemudahan penelitian mulai dari menemani lembur, meminjamkan kunci ruangan, menyelesaikan administrasi, mengizinkan

untuk menggunakan ruangan seminar dan sidang.

21. Tak lupa untuk diri sendiri. Terima kasih Mel, untuk semua kerja samanya, berhasil menerima semua rasa senang, bahagia, bangga, haru, kecewa, sedih, tangis yang kita lalui. Semua rasa itu sangat berarti untuk dikenang dan dijadikan pengalaman. Terima kasih sudah mampu menyelesaikan perkuliahan dengan sangat baik, sabar melewati segala macam rintangan dan ujian, ikhlas mengakui kesalahan-kesalahan dan menjadikannya pelajaran. Semoga semua niat baik kita didengar, dikabulkan, dan *diridhoi* oleh Allah SWT. Aamiin.

Terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam melalui masa perkuliahan dan penyusunan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu per satu, semoga Allah SWT memberikan kelimpahan rezeki, berkah, kebahagiaan serta membalas segala amal kebaikan kalian. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat terkhusus bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Bandar Lampung, Juli 2023
Penulis

Melati Danty Imelda Adray
NPM 1917011073

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian	4
1.3. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Antibiotik <i>Ciprofloxacin</i>	6
2.2. <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE).....	8
2.3. <i>Graphene</i>	10
2.4. <i>Graphene Oxide</i>	12
2.5. Tongkol Jagung.....	14
2.6. Karakterisasi.	16
2.6.1. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	16
2.6.2. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	18
2.7. Spektrofotometri UV-Vis (<i>Ultraviolet-Visible</i>)	21
III. METODE PERCOBAAN	24
3.1. Waktu dan Tempat Pelaksanaan	24
3.2. Alat dan Bahan.....	24
3.3. Prosedur Kerja.....	25

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1. Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> Menggunakan Metode Hummers_ Termodifikasi dari Tongkol Jagung	30
4.2. Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i>	33
4.3. Optimasi Metode <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i>	38
V. KESIMPULAN DAN SARAN	49
5.1. Kesimpulan	49
5.2. Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	58
1. Pengaruh Penentuan Massa Optimum Adsorben	59
2. Pengaruh Penentuan pH Optimum Adsorbat	64
3. Pengaruh Penentuan Konsentrasi Optimum Adsorbat	67
4. Pengaruh Penentuan Waktu Kontak Optimum	70
5. Pengaruh Penentuan Pelarut Desorpsi	74

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persentase kandungan kimia tongkol jagung	15
2. Korelasi jenis ikatan gugus fungsi dan frekuensi.....	17
3. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum adsorben	39
4. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum adsorbat	41
5. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	43
6. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.....	45
7. Data rata-rata uji desorpsi optimum.....	47
8. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum adsorben.	59
9. Data uji adsorpsi I penentuan massa optimum adsorben.	61
10. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum	63
11. Data uji adsorpsi II penentuan massa optimum adsorben.	63
12. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum adsorben.	63
13. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum adsorbat.....	64
14. Data uji adsorpsi I penentuan pH optimum adsorbat.	64
15. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum adsorbat.	66
16. Data uji adsorpsi II penentuan pH optimum adsorbat.....	66
17. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum adsorbat.	67
18. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum	67
19. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	68
20. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum.....	69
21. Data uji adsorpsi II penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	69
22. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum adsorbat.....	70
23. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.....	70
24. Data uji adsorpsi I penentuan waktu kontak optimum.....	71

25. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum.	73
26. Data uji adsorpsi II penentuan waktu kontak optimum.	73
27. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.	73
28. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pelarut desorpsi	74
29. Data uji I penentuan pelarut desorpsi optimum.	74
30. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pelarut desorpsi	76
31. Data uji II penentuan pelarut desorpsi optimum.	76
32. Data rata-rata uji pelarut desorpsi optimum.	76

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur <i>Ciprofloxacin</i> (Gezahegn <i>et al.</i> , 2019).....	7
2. Skema teknik DSPE (Islas <i>et al.</i> , 2017)	9
3. Struktur <i>graphene</i> (Perreault <i>et al.</i> , 2015)	11
4. Struktur <i>graphene oxide</i> (Perreault <i>et al.</i> , 2015).....	12
5. Tongkol jagung	14
6. Hasil FTIR <i>graphene oxide</i> (Ren <i>et al.</i> , 2014).....	18
7. Hasil SEM <i>graphene oxide</i> (Zhao <i>et al.</i> , 2018)	19
8. Hasil EDX <i>graphene oxide</i> (Chang <i>et al.</i> , 2011)	21
9. Spektrum absorbansi <i>ciprofloxacin</i> (Silva <i>et al.</i> , 2014).....	23
10. Skema umum alur penelitian.....	29
11. Tongkol jagung sebelum dan setelah karbonisasi.....	30
12. Grafit dari tongkol jagung.....	31
13. Hasil <i>Graphene Oxide</i>	33
14. Hasil spektrum FTIR grafit dan <i>graphene oxide</i>	34
15. Hasil SEM <i>graphene oxide</i>	36
16. Hasil spektrum EDX pada adsorben <i>graphene oxide</i>	37
17. Panjang gelombang maksimum <i>ciprofloxacin</i>	38
18. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh massa adsorben	39
19. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh pH adsorbat	41
20. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh konsentrasi adsorbat.....	43
21. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh waktu kontak.....	44
22. Kemungkinan interaksi antara <i>graphene oxide</i> dan <i>ciprofloxacin</i>	46
23. Hasil uji desorpsi berdasarkan pengaruh desorpsi pelarut	47

24. Kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum adsorben.	59
25. Kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum adsorben.	62
26. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum adsorbat.	64
27. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum adsorbat.	66
28. Kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	67
29. Kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	69
30. Kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.	70
31. Kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum.	72
32. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pelarut desorpsi optimum.	74
33. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pelarut desorpsi optimum.	75

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Penemuan antibiotik menjadi suatu sejarah dalam bidang kesehatan yang penting dalam kehidupan umat manusia. Penggunaan antibiotik ini terbukti membantu mengurangi risiko kematian yang diakibatkan oleh infeksi bakteri. Antibiotik dianggap sebagai pengobatan yang berhasil untuk infeksi mikroba, sehingga penggunaannya meningkat (Palandeng *and* Ottay, 2021). Seiring meningkatnya penggunaan antibiotik menyebabkan munculnya residu antibiotik yang telah diakui dalam beberapa tahun terakhir berperan sebagai kontaminan lingkungan penting yang muncul karena potensi efek ekologis dan kesehatan manusia yang merugikan melalui pengembangan resistensi antibiotik (Ben *et al.*, 2019).

Residu antibiotik masuk ke lingkungan perairan, termasuk air sungai melalui berbagai jalur ekskresi langsung maupun tidak langsung ke air atau tanah oleh manusia atau hewan, aplikasi tanah kotoran hewan untuk menyuburkan tanaman, limpasan pertanian atau pembuangan limbah dari pabrik pengolahan air limbah kota, limbah rumah sakit dan pabrik (Korzeniewska *et al.*, 2013). Air limbah yang berasal dari sarana pelayanan kesehatan seperti rumah sakit mengandung bahan kimia dan obat-obatan yang bersifat karsinogenik dan genotoksik yang dapat menyebabkan penyakit kanker serta kelainan genetik (Sharma *et al.*, 2015). Penelitian (Kurniawan *et al.*, 2017) menemukan kandungan dalam air limbah rumah sakit sebanyak 5 jenis antibiotik setelah melalui sistem pengolahan air limbah rumah sakit Kota Palembang yang mengalir ke sungai sehingga dalam jangka waktu tertentu akan mencapai wilayah perairan umum yang tentunya berbahaya bagi masyarakat sekitar yang masih mengandalkan sungai tersebut

untuk kepentingan mandi cuci kakus. Salah satu antibiotik yang banyak digunakan sehingga memunculkan residu di lingkungan adalah *ciprofloxacin* (X. Zhu *et al.*, 2015).

Ciprofloxacin adalah antibiotik penting yang termasuk dalam kelas *fluoroquinolones* generasi kedua. Ini adalah agen antibakteri spektrum luas yang banyak digunakan untuk mengobati berbagai penyakit menular pada hewan dan manusia (G. Zhu *et al.*, 2019). Karena penggunaannya yang meluas serta metabolisme yang tidak sempurna pada manusia dan hewan, membuat munculnya residu *ciprofloxacin* terdeteksi dalam air limbah yang dihasilkan dari industri farmasi (28.000–31.000 µg/L, Patancheru, India), rumah sakit (>10 µg/L, Swiss), kota tempat tinggal sekitar IPAL (0,255–0,568 µg/L, Swiss), serta lahan pertanian (0,020–0,100 µg/L, Cina tengah) (Zhu *et al.*, 2015), sehingga menjadikan *ciprofloxacin* telah menjadi salah satu pencemar air prioritas utama yang memerlukan intervensi penelitian (Wakejo *et al.*, 2022). Air yang mengandung antibiotik ini tak hanya mempengaruhi resisten terhadap bakteri, namun memiliki efek bahaya serius bagi banyak spesies yang diuji termasuk menurunkan pertumbuhan alga, ganggang, dan dapat menyebabkan penurunan pertumbuhan dan sintesis klorofil (Mutiyyar *and* Mittal, 2014).

Namun, akibat rendahnya konsentrasi analit dan kompleksnya matriks lingkungan menyebabkan penentuan residu antibiotik di lingkungan menjadi rumit. Oleh karena itu diperlukan teknik preparasi sampel yang tepat untuk menentukan kadar residu antibiotik di lingkungan. Salah satu teknik preparasi sampel yang dapat digunakan yaitu *Solid Phase Extraction* (SPE). Teknik ini merupakan teknik yang efisien, aman, dapat direproduksi untuk pemisahan residu antibiotik serta tingkat selektivitas tinggi (Perez-Rodriguez *et al.*, 2018). Namun teknik ini memerlukan waktu yang cukup lama, terjadi *plugging* dalam kolom SPE, biaya yang mahal, mudah terganggu oleh senyawa non-target dengan karakteristik yang mirip, dan tidak bisa digunakan berulang (Alampanos *et al.*, 2019). Untuk mengatasi hal tersebut telah dikembangkan teknik *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE).

Teknik DSPE memiliki beberapa kelebihan seperti prosedur ekstraksi yang cepat, sederhana, biaya rendah, reproduktibilitas yang tinggi untuk berbagai jenis sampel dan analit, pelarut yang digunakan lebih sedikit, dan efektivitasnya tinggi (Khatibi *et al.*, 2021). Pada teknik DSPE, pemilihan adsorben yang tepat sangat penting agar ekstraksi analit dapat berlangsung dengan baik. Material dengan struktur nano karbon cocok untuk dijadikan sebagai adsorben, karena luas permukaannya yang besar dan memiliki kapasitas adsorpsi yang sangat baik (Liu *et al.*, 2015), seperti *fullerene*, *carbon nanotubes* (CNTs) dan *graphene*. Namun, dari adsorben tersebut, *graphene* dan turunannya memiliki kelebihan yaitu dapat dibuat dengan lebih mudah (Neolaka *et al.*, 2020).

Graphene memiliki susunan atom berkerangka heksagonal yang mirip sarang lebah dan membentuk satu lembaran tipis. Salah satu karakteristik yang paling menarik dari *graphene* adalah susunan atom karbon sangat teratur dan hampir sempurna (Taufantri *et al.*, 2016). *Graphene* memiliki beberapa keunggulan sebagai adsorben seperti memiliki stabilitas kimia yang baik, distribusi ukuran pori yang besar (Xu *et al.*, 2012), luas permukaan besar dan spesifik, dan biaya produksinya rendah, hal tersebut membuat *graphene* dijadikan sebagai adsorben dalam mengatasi polutan lingkungan (Wang *et al.*, 2012). Namun, akibat adanya interaksi *Van der Waals* yang kuat dapat menyebabkan *graphene* sulit mempertahankan luas permukaannya sehingga mengurangi kemampuan adsorben untuk menyerap analit. Salah satu bahan turunan *graphene* yang dapat memberikan permukaan dengan sifat yang sesuai untuk meningkatkan adsorpsi kapasitas adalah *graphene oxide* (Neolaka *et al.*, 2020).

Graphene oxide telah dipelajari secara luas sebagai adsorben baru karena sifat struktur permukaannya yang unik, sifat fisikokimia yang baik, afinitas yang kuat dan efisiensinya yang tinggi untuk adsorpsi (Neolaka *et al.*, 2020). *Graphene oxide* merupakan material dua dimensi dari karbon tunggal dengan adanya gugus hidroksil (-OH), karboksil (-COOH), karbonil (-C=O), dan epoksi (C-O-C) (Nurfauziah *et al.*, 2021). Hal ini membuat sisi *graphene oxide* menjadi lebih aktif sehingga memiliki dispersibilitas air yang baik dan modifikasi permukaan yang

serbaguna dalam banyak aplikasi (Perreault *et al.*, 2015; Tohamy *et al.*, 2020). Umumnya *graphene oxide* dibuat dari grafit murni yang dijual secara komersial. Namun, grafit dengan tingkat kemurnian tinggi sangat mahal dan sulit didapatkan. Hal ini mendorong berbagai upaya untuk membuat *graphene oxide* dari limbah pertanian yang dapat digunakan sebagai alternatif adsorben dengan biaya rendah diantaranya kulit singkong, *bagasse* tebu, gabah padi, ampas kedelai, biji kapas, jerami, kulit kacang tanah dan tongkol jagung (Akhavan *et al.*, 2014; Taufantri *et al.*, 2016).

Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung (2017), menyatakan bahwa Provinsi Lampung merupakan salah satu penghasil jagung terbesar di Indonesia dengan jumlah produksi jagung mencapai 2,518 juta ton dari 482 ribu hektar dengan produktivitas sebesar 52,19 ku/Ha setiap musim panen. Peningkatan produksi jagung ini selaras dengan meningkatnya limbah jagung. Sekitar 40-50% massa jagung dimiliki oleh tongkol jagung. Hal ini mengakibatkan tongkol jagung banyak dihasilkan sebagai limbah biomassa. Namun, hingga saat ini limbah tongkol jagung yang berlimpah masih belum banyak dimanfaatkan (Christica and Julia, 2018). Tongkol jagung memiliki kandungan unsur utama berupa karbon, hidrogen, dan oksigen. Karbon yang terkandung mencapai 48,12% dari massa tongkol jagung, sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku natural grafit dan *graphene oxide* (Liu, 2014).

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan optimasi metode DSPE menggunakan *graphene oxide* yang berasal dari limbah tongkol jagung untuk menentukan residu antibiotik *ciprofloxacin*.

1.2. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memperoleh *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung.
2. Karakterisasi *graphene oxide* menggunakan *Fourier Transform Infrared*

(FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

3. Optimasi massa adsorben, pengaruh pH, konsentrasi adsorbat, waktu kontak yang optimum serta pelarut desorpsi dalam proses ekstraksi senyawa antibiotik *ciprofloxacin*.

1.3. Manfaat Penelitian

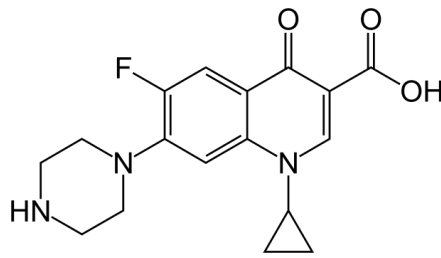
Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi mengenai pemanfaatan limbah tongkol jagung untuk dijadikan sebagai adsorben berupa *graphene oxide* dalam menanggulangi pencemaran senyawa antibiotik *ciprofloxacin*.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Antibiotik *Ciprofloxacin*

Antibiotik merupakan suatu golongan senyawa alami maupun sintetis yang memiliki efek menghentikan atau menekan proses biokimia pada mikro organisme, terutama pada proses infeksi oleh bakteri, tetapi tidak efektif melawan virus (Kemenkes RI, 2011). Berdasarkan sumber perolehannya, antibiotik dibedakan menjadi 3, yaitu antibiotika alami yang diperoleh secara alami, antibiotika sintetis yang dibuat dalam laboratorium, dan antibiotika semisintetis yang dimodifikasi dengan penambahan senyawa kimia di laboratorium (Katzung, 2010). Ada berbagai kelas antibiotik dan klasifikasi antibiotik yang paling umum didasarkan pada cara kerjanya meliputi *fluoroquinolones*, kuinolon, β -laktam, sulfonamida, monobaktam, karbapenem, dan aminoglikosida. *Fluoroquinolones* (*ciprofloxacin*, *levofloxacin*, *norfloxacin*, dan *ofloxacin*) merupakan antibiotik spektrum luas yang banyak diresepkan. Lebih penting lagi, *ciprofloxacin* menempati urutan pertama berdasarkan jumlah antibiotik yang diresepkan dalam kelompok ini (Wakejo *et al.*, 2022).

Ciprofloxacin (1-siklopropil-6-fluoro-1,4-dihidro-4-okso-7-(1-piperazinil)-3-kuinolon asam karboksilat) adalah antibiotik *fluoroquinolone* generasi kedua sintetis yang digunakan untuk mencegah dan mengobati penyakit bakteri menular. Ini adalah obat yang banyak digunakan untuk manusia dan penggunaan hewan, memberikan respons bakterisidal yang sangat baik terhadap patogen gram negatif dan gram positif (Chuiprasert *et al.*, 2022). Antibiotik ini digunakan dalam berbagai infeksi pada saluran kemih, pernapasan dan asterointestinal, serta pada struktur kulit dan infeksi mata. Struktur *ciprofloxacin* ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur *Ciprofloxacin* (Gezahegn *et al.*, 2019)

Ciprofloxacin memiliki gugus amino (*piperazinyl*) dalam cincin heterosiklik dan memiliki dua konstanta disosiasi. Nilai pKa *ciprofloxacin* yang dilaporkan adalah 5,76 (asam) dan 8,68 (basa). Mereka berada dalam bentuk zwitterion dalam kondisi netral dan dalam bentuk kationik dalam kondisi asam (Gezahegn *et al.*, 2019). *Ciprofloxacin* mempunyai rumus molekul $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ dengan bentuk fisik serbuk putih dengan rasa pahit. *Ciprofloxacin* harus disimpan pada suhu $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ dalam gelap untuk meminimalkan degradasi yang diinduksi secara fotolitik, memiliki massa mol. sebesar $331,3\text{ g/mol}$ dengan titik leleh pada suhu $313\text{--}315\text{ }^{\circ}\text{C}$. (P. C. Sharma *et al.*, 2010).

Tidak seperti molekul beta-laktam, *fluoroquinolones* dapat bertahan di lingkungan dan beberapa studi pemantauan telah melaporkan keberadaannya di air limbah perkotaan dan air permukaan. Kemungkinan besar limbah rumah sakit berkontribusi besar terhadap beban antibiotik di instalasi pengolahan air limbah (IPAL), di mana bukti menunjukkan bahwa limbah tersebut dibuang secara tidak sempurna (Verlicchi *et al.*, 2015). Konsentrasi *ciprofloxacin* dalam limbah rumah sakit sangat bervariasi dan bergantung pada jumlah pasien, aktivitas spesialis masing-masing rumah sakit, lokasinya, dan praktik persepsan dokter setempat ($1,6\text{ - }24,8\text{ mg/L}$ dengan median 21 mg/L) (Ory *et al.*, 2016). Legislasi di Asia khususnya Indonesia mengenai kandungan antibiotik dalam air belum mencantumkan parameter tersebut sedangkan legislasi yang berlaku di negara-negara Eropa melalui *European Union Law* (Eur-Lex) dalam (Girardi *et al.*, 2011) menyatakan bahwa kandungan antibiotik *ciprofloxacin* di lingkungan yaitu perairan (ambang batas $EC50 \leq 1\text{ ppm}$) sangat beracun apabila

terpapar ke organisme air dan di lingkungan tanah (Kurniawan dan Mariadi, 2019). Namun, obat-obatan tidak termasuk dalam model penilaian indeks kualitas air.

2.2. *Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)*

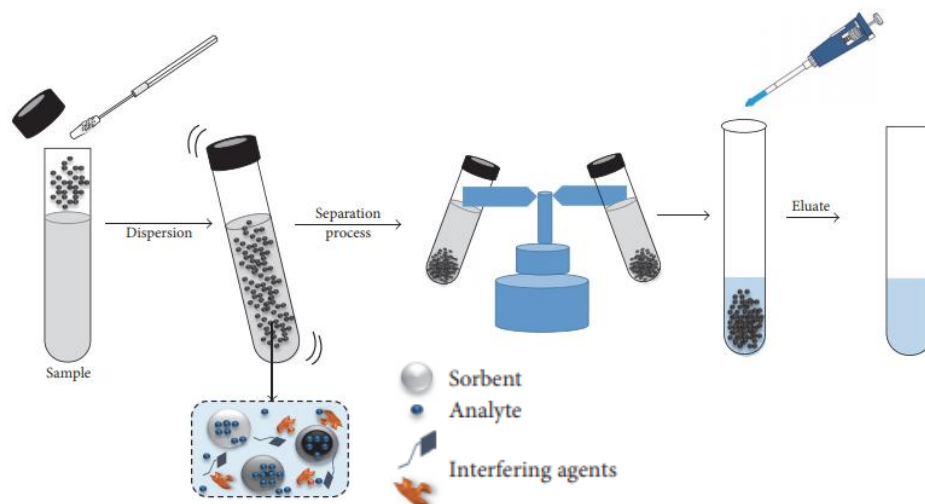
Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) adalah teknik di mana adsorben didispersikan dalam pelarut yang sesuai yang mengandung sampel analit target yang akan teradsorpsi oleh adsorben. Setelah ekstraksi selesai, adsorben dipisahkan dengan penyaringan atau sentrifugasi dan langkah sebelumnya adalah diulang menggunakan pelarut yang sesuai untuk elusi analit (Khatibi *et al.*, 2021). Teknik ini memiliki prosedur ekstraksi yang cepat, sederhana, praktis, menggunakan sedikit adsorben dan pelarut, murah serta memiliki tingkat *recovery* yang tinggi dan reprodusibilitas untuk berbagai jenis sampel dan analit sehingga lebih ramah lingkungan daripada ekstraksi fase padat standar (Anastassiades *et al.*, 2003).

Karena keunggulan yang melekat pada DSPE seperti tidak perlu melewati ekstraksi melalui kolom SPE, *throughput* sampel yang tinggi, peralatan yang sederhana, waktu dan tenaga yang rendah, *reusable* dan penerapan yang luas dengan *recovery* yang dapat diterima untuk susunan yang berbeda. Maka prosedur DSPE muncul sebagai pendekatan peraturan resmi alternatif pada sampel untuk analisis residu (Ścigalski and Kosobucki, 2020).

Metode DSPE biasanya terdiri dari tiga langkah utama, yaitu:

1. Dispersi adsorben ke dalam sampel
2. Pemisahan adsorben dari matriks sampel
3. Elusi analit dari adsorben (Anastassiades *et al.*, 2003).

Skema teknik DSPE seperti ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Skema teknik DSPE (Islas *et al.*, 2017)

Adsorpsi merupakan peristiwa pengikatan molekul dalam fluida ke permukaan padatan. Molekul akan terakumulasi pada batas muka padatan fluida. Berdasarkan kuat interaksinya, adsorpsi dibagi menjadi adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika disebabkan oleh gaya *Van der Waals*, dimana molekul yang teradsorpsi terikat di permukaan, sehingga bersifat dapat balik (*reversible*). Sementara adsorpsi kimia disebabkan melalui reaksi kimia antara molekul-molekul adsorbat dengan atom-atom penyusun permukaan adsorben. Adsorpsi ini bersifat tidak dapat balik (*irreversible*) yang disebabkan oleh besarnya potensial interaksi (Yustinah *et al.*, 2019).

Adsorben adalah bahan padat dengan luas permukaan dalam yang sangat besar. Permukaan yang luas ini terbentuk karena banyaknya pori pori yang halus pada padatan tersebut. Pada dasarnya adsorben dibagi menjadi tiga yaitu, adsorben yang mengadsorpsi secara fisik (karbon aktif, *graphene oxide*, *silica gel* dan zeolit), adsorben yang mengadsorpsi secara kimia (kalsium klorida, *metal 10 hydrides*, dan *complex salts*), dan adsorben yang mengadsorpsi secara kimia dan fisik seperti *composite* (Naibaho, 2012).

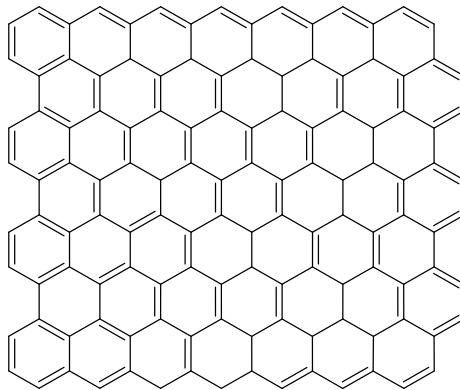
Sebagian besar adsorben yang digunakan dalam DSPE bekerja berdasarkan prinsip adsorpsi sehingga terdapat ikatan yang kuat antara adsorben dengan adsorbat (zat yang diserap). Dalam DSPE, adsorben yang tepat sangat penting

untuk ekstraksi analit yang efisien. Bahan adsorben yang berstruktur nano karbon, karena luas permukaannya yang besar dan kapasitas adsorpsi yang sangat baik (Cvetković *et al.*, 2016; Jiménez-soto *et al.*, 2012), stabilitas termal dan mekanik yang baik, jumlah sisi aktif yang banyak, memiliki ketahanan difusi intrapartikel yang kecil dan dapat dengan mudah dimodifikasi atau difungsikan telah berhasil digunakan sebagai adsorben DSPE untuk ekstraksi beberapa senyawa organik (Neolaka *et al.*, 2020).

Karakteristik yang dibutuhkan adsorben untuk adsorpsi yaitu memiliki luas permukaan yang besar sehingga kapasitas adsorpsinya tinggi, memiliki aktivitas terhadap komponen yang diadsorpsi, tidak ada perubahan volume yang berarti selama proses adsorpsi dan desorpsi, memiliki jaringan pori yang besar sehingga molekul gas atau adsorbat dapat masuk ke bagian dalam adsorben. Semakin luas permukaan spesifik dari adsorben, maka semakin besar kemampuan penyerapannya. Adsorben yang paling banyak digunakan saat ini adalah adsorben yang berasal dari bahan alam. Senyawa yang ada dalam bahan alami yang berperan dalam proses adsorpsi yaitu selulosa, lignin, dan hemiselulosa. Kapasitas adsorpsi setiap senyawa yang terdapat pada bahan-bahan alami dipengaruhi oleh struktur masing-masing senyawa (Asnawati *et al.*, 2017). Contoh adsorben yang dapat digunakan yaitu *graphene oxide* yang dihasilkan dari pemanfaatan limbah tongkol jagung.

2.3. *Graphene*

Graphene merupakan alotrop karbon dengan bentuk dua dimensi (satu lembaran setipis satu atom) dengan hibridisasi sp^2 dan ikatan karbon-karbon yang memiliki struktur heksagonal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. *Graphene* memiliki ikatan C – C dengan panjang ikatan sebesar $1,42 \text{ \AA}$ yang juga memiliki ikatan yang kuat dalam satu bidang lapisan, namun kekuatan ikatan antar lapisan bersifat lemah satu dengan yang lain. Luas permukaan dari satu lapisan *graphene* dapat mencapai $2630 \text{ m}^2/\text{g}$, nilai ini jauh lebih besar dari *carbon nanotubes* yang memiliki luas permukaan $100\text{-}1000 \text{ m}^2/\text{g}$ (Shi *et al.*, 2018).



Gambar 3. Struktur *graphene* (Perreault *et al.*, 2015)

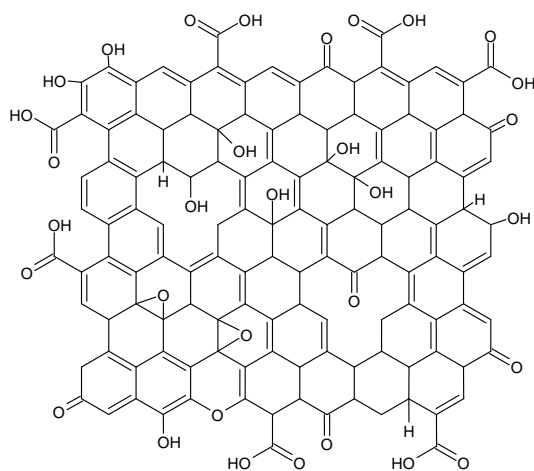
Salah satu karakteristik yang paling menarik dari *graphene* adalah susunan atom karbon sangat teratur dan hampir sempurna. Kisi *graphene* tersusun atas dua lapisan atom karbon yang memiliki ikatan σ . Terrones *et al* (2010) menyatakan bahwa setiap atom karbon pada lapisan ini memiliki orbital π . Berdasarkan sifatnya yang unik ini, *graphene* telah banyak digunakan secara luas dalam pengembangan material nanokomposit untuk aplikasi yang berbeda seperti sensor (Ang *et al.*, 2008), solar panel (Wang *et al.*, 2008), dan sebagai adsorben (Xu *et al.*, 2012).

Keunggulan *graphene* yang dimanfaatkan pada aplikasi-aplikasi tersebut karena *graphene* memiliki struktur poros, kemampuan transfer elektron yang cepat, luas permukaan spesifik yang besar, konduktivitas yang tinggi dan kapasitas penyimpanan energi yang sangat besar. Pada penelitian ini *graphene* diaplikasikan dalam proses adsorpsi sebagai adsorben. Namun kecenderungan *graphene* untuk membentuk agregasi dalam larutan akibat interaksi *Van der Waals* yang kuat dan interaksi antar lembaran dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan adsorpsi (Neolaka *et al.*, 2020). Untuk mengatasi hal ini, turunan *graphene* yaitu *graphene oxide* dapat menyediakan permukaan dengan sifat yang sesuai lebih banyak dipilih untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi residu antibiotik.

2.4. Graphene Oxide

Graphene oxide adalah lembaran karbon dua dimensi poliaromatik membentuk struktur seperti sarang lebah yang dihasilkan oleh eksfoliasi serpihan grafit alami (Aragaw, 2020). Eksfoliasi grafit menjadi *graphene oxide* dikenal sebagai salah satu metode yang paling murah dan mudah dengan kemampuan produksi massal (Akhavan *et al.*, 2014). *Graphene oxide* adalah bentuk teroksidasi dari *graphene* yang dihiasi dengan gugus fungsi oksigen reaktif, yang menjadikannya pilihan yang tepat untuk digunakan di banyak aplikasi (Ren *et al.*, 2014). Struktur *graphene oxide* dapat dilihat pada Gambar 4.

Gugus-gugus fungsional yang terikat pada permukaan grafit menjadikan *graphene oxide* terdiri dari 2 jenis hibridisasi atom karbon yaitu hibridisasi sp^2 yang berasal dari grafit murni (tidak teroksidasi) dan hibridisasi sp^3 yang berasal dari bagian grafit teroksidasi (Dimiev *et al.*, 2012). Struktur *graphene oxide* berupa lapisan dengan jarak antar lapisan yaitu 6-7 Å dan memiliki lengkungan pada setiap lapisan karena adanya gugus-gugus fungsional pada permukaan akibat proses oksidasi. Beberapa gugus fungsional yang dimiliki *graphene oxide* adalah gugus hidroksil (C-OH), epoksi (C-O-C), asam karboksilat (C(=O)OH), dan karbonil (C=O). Adanya gugus hidrofilik pada permukaan *graphene oxide* membuatnya memiliki dispersibilitas air yang baik sehingga cocok untuk aplikasi di lingkungan akuatik dan biologis (Dewi, 2020; Ren *et al.*, 2014).



Gambar 4. Struktur *graphene oxide* (Perreault *et al.*, 2015)

Keuntungan *graphene oxide* termasuk non toksisitas, biaya bahan prekursor yang rendah, luas permukaan lebih besar dan proses pembuatan yang mudah (Montes-Navajas *et al.*, 2013). *Graphene oxide* memiliki sifat fisik yang unik, fleksibilitas mekanik yang baik, luas permukaan spesifik yang besar, stabilitas termal/kimia yang lebih tinggi dan konduktivitas listrik yang sangat baik (Surekha *et al.*, 2020).

Terdapat beberapa metode dalam proses pembuatan *graphene oxide*. Seperti metode brodie, staudenmaier, hummers, dan hummers termodifikasi.

1. Metode *Brodie*

Pembuatan *graphene oxide* pertama dilakukan oleh Brodie pada tahun 1859 dengan melakukan pengasapan dengan kalium klorat (KClO_3) pada bubuk *graphene* selama 4 hari pada suhu 60°C (Brodie, 1859). Proses ini memiliki risiko ledakan karena penggunaan KClO_3 , dan tingkat *recovery* yang lambat. Akibat adanya beberapa kekurangan ini, maka dicari metode lain untuk menghilangkan risiko ledakan dan membuat proses lebih efisien (Ikram *et al.*, 2020).

2. Metode *Staudenmaier*

Pada metode ini, penggunaan HNO_3 , digantikan dengan H_2SO_4 untuk proses oksidasi *graphene* dan berlangsung lebih cepat, namun masih digunakan KClO_3 . Dalam metode ini, bubuk *graphene* diolah dengan campuran H_2SO_4 dengan adanya KClO_3 pada suhu tinggi, sekitar 90°C selama 4 hari. Metode ini membantu proses oksidasi terjadi dalam satu langkah, sehingga meningkatkan efisiensi proses. Namun, waktu proses pembuatan sangat lambat membutuhkan 4 hari dan dioperasikan pada suhu tinggi, yang menimbulkan risiko ledakan karena KClO_3 (Ikram *et al.*, 2020).

3. Metode *Hummers*

Selanjutnya dikembangkan metode ini, dimana proses oksidasi dapat dilakukan dalam satu kali percobaan sehingga proses pembuatan jauh lebih cepat dibandingkan metode lainnya. Bahan KClO_3 digantikan dengan KMnO_4 untuk mencegah ledakan spontan yang mungkin terjadi selama proses oksidasi dan bahan HNO_3 diganti dengan NaNO_3 untuk mencegah terbentuknya kabut asam.

Namun NaNO_3 mampu menghasilkan gas-gas beracun seperti NO_2 dan N_2O_4 (Zaaba *et al.*, 2017).

4. Metode *Hummers* Termodifikasi

Pada metode ini telah dilakukan modifikasi dengan meniadakan penggunaan NaNO_3 , meningkatkan oksidan KMnO_4 , dan melakukan reaksi dalam campuran dari $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$. Modifikasi ini telah berhasil mengurangi produksi gas-gas beracun (Santamaria *et al.*, 2019).

2.5. Tongkol Jagung

Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung (2017), menyatakan bahwa Provinsi Lampung merupakan salah satu penghasil jagung (*Zea mays* L.) terbesar di Indonesia dengan jumlah produksi jagung mencapai 2,518 juta ton dari 482 ribu hektar dengan produktivitas sebesar 52,19 ku/Ha setiap musim panen. Jagung merupakan tanaman semusim yang menjadi salah satu tanaman pangan dunia yang terpenting, selain gandum dan padi. Selain sebagai sumber karbohidrat, jagung juga ditanam sebagai pakan ternak (biji maupun tongkolnya), diambil minyaknya (dari bulir), dibuat tepung (dari bulir, dikenal dengan istilah tepung jagung atau maizena), dan bahan baku industri (dari tepung bulir dan tepung tongkolnya) (Arisandi & Andriani, 2008).



Gambar 5. Tongkol jagung

Selain untuk pangan, jagung digunakan untuk pakan dan bahan industri. Sampai saat ini kebutuhan dan permintaan jagung semakin meningkat. Peningkatan produksi dan kebutuhan jagung berarti terjadi pula peningkatan limbah. Baik berupa jerami maupun tongkol jagung. Jerami jagung telah dimanfaatkan untuk makanan ternak. Sedangkan tongkol jagung belum banyak dimanfaatkan. Tongkol jagung merupakan bagian terbesar dari limbah jagung, dari berat jagung bertongkol diperkirakan 40-50% adalah tongkol jagung yang besarnya dipengaruhi oleh varietas jagungnya. Oleh karena itu dapat diperkirakan untuk produksi jagung 13 juta/ton (jagung pipilan) akan terjadi limbah tongkol jagung sekitar 10,6 juta ton/tahun (Arisandi *and* Andriani, 2008). Berdasarkan hal tersebut perlu adanya perhatian dan penanganan untuk pemanfaatannya sehingga lebih bernilai guna.

Limbah tongkol jagung berasal dari hasil pertanian jagung dan disebut sebagai limbah lignoselulosik. Berdasarkan hasil analisis kimia, tongkol jagung mengandung hemiselulosa 39,4%, selulosa 45,88%, dan lignin 11,32% (Shariff *et al.*, 2016), selain itu limbah tongkol jagung juga mengandung karbon, hidrogen, nitrogen, dan oksigen seperti yang tercantum pada Tabel 1. Hal tersebut yang mendasari bahwa tongkol jagung dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan *graphene oxide* yang dapat digunakan untuk memurnikan larutan dari molekul organik yang mengandung pengotor yang tidak diinginkan atau disebut sebagai adsorben yang dapat mengadsorpsi logam, senyawa organik, zat warna, dan sebagainya termasuk residu antibiotik *ciprofloxacin* dan menjadi salah satu solusi pengelolaan limbah lingkungan yang masih belum dimanfaatkan secara optimal.

Tabel 1. Persentase kandungan kimia tongkol jagung

Komponen	Massa (%)
Karbon	48,12
Hidrogen	6,48
Nitrogen	1,89
Oksigen	43,51

Sumber : Liu, 2014

2.6. Karakterisasi

2.6.1. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

FTIR adalah teknik yang digunakan untuk mendapatkan spektrum inframerah dari absorbansi, emisi, fotokonduktivitas atau *Raman Scattering* dari sampel padat, cair, dan gas. Pada FTIR, dalam suatu molekul terjadi serapan dari senyawa dengan tingkat energi vibrasi dan rotasi pada ikatan kovalen yang mengalami perubahan momen dipol. Karakterisasi dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis-jenis vibrasi antar atom. FTIR juga digunakan untuk menganalisa senyawa organik dan anorganik serta analisa kualitatif dan kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu dan menentukan gugus-gugus fungsi molekul (Mujiyanti *et al.*, 2010).

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

Menurut Putri dan Nasution (2016), analisis menggunakan spektrofotometer FTIR memiliki beberapa kelebihan utama dibandingkan dengan metode konvensional yaitu:

1. Dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan, sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan *scanning*.

2. Memiliki sensitivitas sebesar 80-200 kali lebih tinggi dari instrumentasi dispersi standar karena radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak tanpa harus melalui celah (*slitless*).
3. Penyiapan sampel yang lebih cepat serta waktu yang digunakan untuk menganalisis lebih cepat.
4. Tidak menggunakan pelarut yang banyak dan mengurangi resiko toksisitas.

Tabel 2. Korelasi jenis ikatan gugus fungsi dan frekuensi

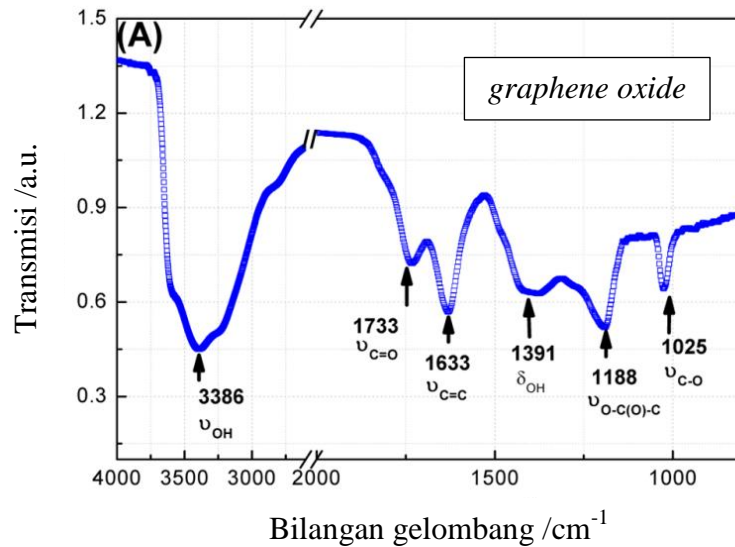
Jenis Ikatan	Gugus	Golongan Senyawa	Kisaran Frekuensi (cm ⁻¹)
Ikatan tunggal dengan hidrogen	C-H	Alkana	2850-3000
	=C-H	Alkena dan senyawa aromatik	3030-3140
	≡ C-H	Alkuna	3300
	O-H	Alkohol dan fenol	3500-3700
	N-H	Amina	3200-3600
	S-H	Tiol	2550-2600
Ikatan rangkap	C=C	Alkena	1600-1680
	C=N	Oksim	1500-1650
	C=O	Aldehid, keton	1650-1780
Ikatan rangkap tiga	C ≡ C	Alkuna	2100-2260
	C ≡ N	Nitril	2200-2400

Sumber: Fannyda, 2014

Satuan yang sering digunakan dalam spektrofotometri infra merah adalah Bilangan Gelombang atau disebut juga sebagai Kaiser. Selain itu, FTIR juga dapat menganalisis gugus fungsi secara cepat tanpa merusak dan mampu menganalisis beberapa komponen secara serentak. Korelasi antara jenis ikatan gugus fungsi dengan frekuensi ditunjukkan pada Tabel 2.

Munculnya gugus-gugus fungsional pada *graphene oxide* menjadikan material ini banyak diminati karena dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti elektronik, *bio device*, bahan komposit, *coating*, separasi membran, dan adsorben. *graphene oxide* sebagai nanomaterial *monolayer* atau *few layer graphene* yang memiliki gugus fungsi oksigen, seperti gugus karboksil (–COOH), karbonil

($-\text{C}=\text{O}$), dan gugus fenol pada tepi lembaran, serta gugus epoksi ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$) dan hidroksil ($-\text{OH}$) pada bidang basal menghadirkan lebih banyak sisi aktif (Tohamy *et al.*, 2020). Contoh hasil karakterisasi FTIR *graphene oxide* murni dapat dilihat dari Gambar 6.



Gambar 6. Hasil FTIR *graphene oxide* (Zhao *et al.*, 2018)

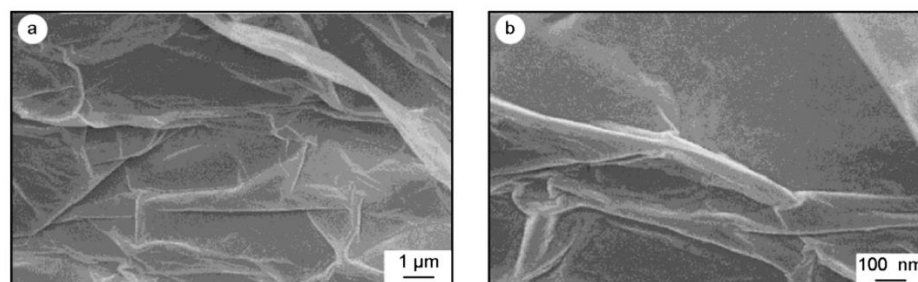
2.6.2. Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

SEM merupakan metode identifikasi dalam karakterisasi yang mampu memberikan resolusi yang tinggi untuk mengamati apa yang terjadi di dalam dan di sekitar interface antara bahan dengan lapisan oksida secara rinci dengan menggambarkan permukaan sampel melalui proses *scan* dengan menggunakan pancaran energi yang tinggi dari elektron dalam suatu pola *scan raster*. SEM dapat menghasilkan gambar dengan resolusi yang sangat tinggi (0,1–0,2 nm) dari suatu permukaan sampel. Agar menghasilkan gambar yang diinginkan, maka SEM mempunyai fokus yang sangat besar (biasanya 25-250.000 kali pembesaran). SEM dapat menghasilkan karakteristik bentuk 3 dimensi yang berguna untuk memahami struktur permukaan dari suatu sampel.

Prinsip kerja dari SEM adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi.

Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh sampel yang akan dianalisis.

Komponen utama pada alat SEM ini terdiri dari, 3 pasang lensa elektromagnetik, sumber elektron, dan *imaging detector*. Lensa elektromagnetik berfungsi memfokuskan berkas elektron menjadi sebuah titik kecil. 2 pasang scan coil discan dengan frekuensi variabel pada permukaan sampel. Sumber elektron, berupa filamen dari bahan kawat tungsten atau berupa jarum dari paduan *lanthanum hexaboride* atau *cerium hexaboride*, sebagai penyedia berkas elektron yang teoritis memiliki energi tunggal (monokromatik). *Imaging detector*, berfungsi sebagai pengubah sinyal elektron menjadi gambar. Detektor dalam SEM ada dua jenis sesuai dengan jenis elektronnya, yaitu detektor *secondary electron* (SE) dan detektor *backscattered electrons* (BSE). Pada SE dihasilkan topografi dari benda yang dianalisa, permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan BSE memberikan perbedaan berat molekul dari atom-atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah. Contoh hasil karakterisasi SEM *graphene oxide* seperti pada Gambar 7.

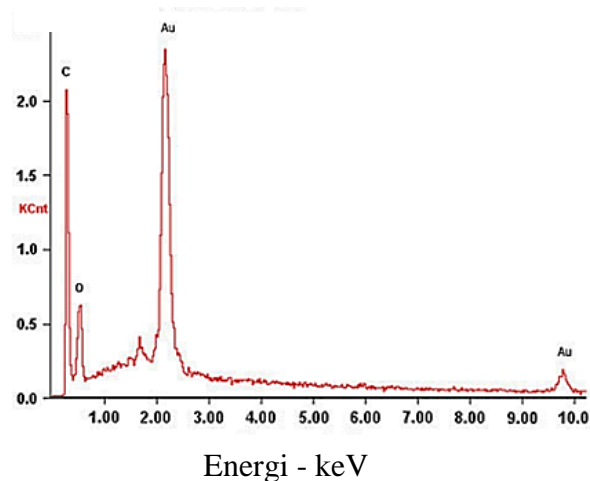


Gambar 7. Hasil SEM *graphene oxide* (Zhao *et al.*, 2018)

Untuk mengetahui komposisi kimia pada permukaan sampel, sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan EDX. EDX adalah suatu teknik analitik yang sering digunakan untuk menganalisis unsur-unsur atau mengkarakterisasi kandungan unsur kimia dari suatu sampel. 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.

EDX menganalisis sampel melalui interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan unsur-unsur, menganalisis emisi sinar-X oleh unsur dalam partikel. Energi spesifik sinar-X yang dipancarkan oleh setiap atom dalam senyawa dapat dideteksi dengan EDX. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDX juga bisa membuat *elemental mapping* (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan sampel. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen.

SEM-EDX dapat memberikan informasi tentang topografi, morfologi, komposisi dari sampel yang dianalisis (Girão *et al.*, 2017). Topografi adalah kemampuan untuk menganalisa permukaan dan tekstur. Morfologi adalah kemampuan untuk menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel. Komposisi adalah kemampuan menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif. Contoh hasil karakterisasi EDX *graphene oxide* seperti pada Gambar 8.



Gambar 8. Hasil EDX *graphene oxide* (Chang *et al.*, 2011)

2.7. Spektrofotometri *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis)

Spektrofotometer UV-Vis merupakan metode instrumen dalam analisis kuantitatif kimia yang digunakan untuk mendeteksi senyawa berdasarkan absorbansi foton. Sampel yang digunakan dalam analisis harus dapat menyerap foton pada daerah UV-Vis dengan hukum Lambert-Beer, dimana sinar ultraungu (*ultraviolet*) ini mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (*visible*) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm (Irawan, 2019).

Syarat senyawa dapat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis adalah mengandung gugus aoksokrom dan kromofor. Gugus aoksokrom merupakan gugus fungsional yang mempunyai elektron bebas seperti $-OH$, NH_2 , NO_2 , $-X$. Sedangkan gugus kromofor merupakan suatu gugus dalam senyawa organik yang memberikan serapan pada daerah sinar tampak dan *ultraviolet*. Hampir semua kromofor mempunyai ikatan rangkap yang terkonjugasi seperti diena ($C=C-C=C$), dienon ($C=C-C=O$), benzen dan lain-lain (Gandjar & Rohman, 2012). Untuk mendapatkan spektrum UV-Vis yang baik perlu diperhatikan pula konsentrasi sampel. Hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi akan linier ($A \approx C$) apabila nilai absorbansi larutan antara 0,2-0,8 ($0,2 \leq A < 0,8$) atau sering disebut sebagai daerah berlakunya hukum Lambert-Beer (Suhartati, 2017).

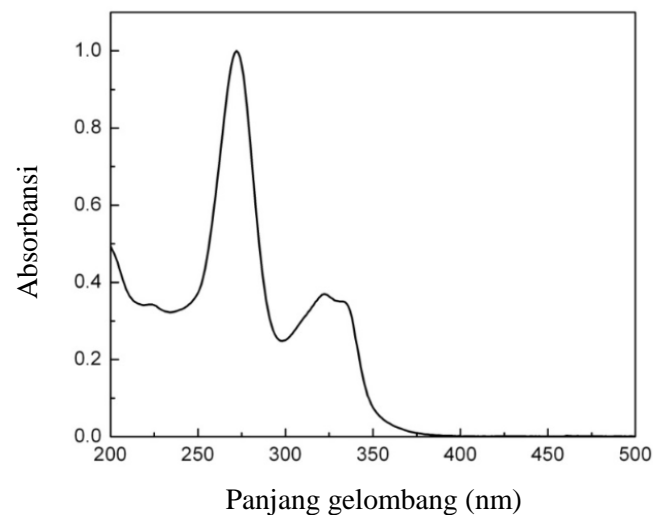
Adapun prinsip kerja spektrofotometri UV-Vis yaitu cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding 20 dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif. Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam analisis spektrofotometri UV-Vis:

- 1) Pembentukan molekul yang dapat menyerap sinar UV-Vis
Hal ini perlu dilakukan jika senyawa yang dianalisis tidak menyerap pada daerah tersebut. Cara yang digunakan adalah dengan merubah menjadi senyawa lain atau direaksikan dengan pereaksi tertentu.
- 2) Waktu Operasional
Cara ini biasa digunakan untuk pengukuran hasil reaksi atau pembentukan warna. Tujuannya adalah untuk mengetahui waktu pengukuran yang stabil. Waktu operasional ditentukan dengan mengukur hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi larutan.
- 3) Pemilihan Panjang Gelombang
Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis kuantitatif adalah panjang gelombang yang mempunyai absorbansi maksimal. Untuk memilih panjang gelombang maksimal, dilakukan dengan membuat kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari suatu larutan baku pada konsentrasi tertentu.

Kelebihan dari instrumen spektrofotometer UV-Vis yaitu dapat digunakan untuk menganalisis banyak zat organik dan anorganik, selektif, mempunyai ketelitian

yang tinggi dengan kesalahan relatif sebesar 1%-3%, analisis dapat dilakukan dengan cepat dan tepat, serta dapat digunakan untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Selain itu, hasil yang diperoleh cukup akurat, dimana angka yang terbaca langsung dicatat oleh detektor dan tercetak dalam bentuk angka digital ataupun grafik yang sudah diregresikan (Rohmah *et al.*, 2021).

Penetapan konsentrasi pada *ciprofloxacin* dilakukan dengan terlebih dahulu membuat kurva kalibrasi dengan mengukur serapan larutan *ciprofloxacin* pada kisaran panjang gelombang 200-400 nm. Contoh hasil kurva kalibrasi *ciprofloxacin* seperti pada Gambar 9.



Gambar 9. Spektrum absorbansi *ciprofloxacin* (Silva *et al.*, 2014)

Berdasarkan penelitian Sari *et al.*, (2013) *ciprofloxacin* dapat ditentukan kadarnya dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Dilihat dari strukturnya *ciprofloxacin* yang mempunyai gugus kromofor (ikatan rangkap terkonjugasi), maka senyawa ini dapat menyerap radiasi pada panjang gelombang di daerah ultraviolet. *Ciprofloxacin* memiliki serapan maksimum dalam larutan akuades pada panjang gelombang 278 nm.

III. METODE PERCOBAAN

3.1. Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2022 – Mei 2023 di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT- LTSIT) Universitas Lampung. Uji adsorpsi antibiotik *ciprofloxacin* menggunakan Spektrofotometer *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis) dilakukan di UPT-LTSIT Universitas Lampung.

3.2. Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas *beaker*, labu erlenmeyer, labu ukur, neraca analitik (*Galaxy HR-150A 152 g x 0,1 mg*), tabung reaksi, mortar, alu, *magnetic stirrer hot plate* (*Stuart BioCote R200000 685*), *spinbar*, *sentrifuge* (*Fisher Scientific 1827001027164*), *oven* (*Memmert 55*), tanur, lemari asam (*V Fume Hood*), corong kaca, pipet volume, kertas saring, cawan kurs, batang pengaduk, spatula, pH meter (*Water Taster EZ-9901*), ultrasonik (*1510 Brason*), SEM-EDX (*Perkin Elmer 99951*), FTIR (*Agilent Technologies FTIR 630 CARY*), dan Spektrofotometer UV-Vis (*Agilent Cary 100*). Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah tongkol jagung, larutan standar *ciprofloxacin* (*Hexpharm Jaya*), larutan HCl 37% (*Smart-Lab*), larutan NaOH 0,1 M (*MerckTM*), larutan FeCl₃.6H₂O (*Supelco Sigmaaldrich*),

larutan H_2O_2 30% (*Supelco Sigmaaldrich*), larutan H_2SO_4 pekat (*Supelco Sigmaaldrich*), KMnO_4 (*MerckTM*), asam asetat (*MerckTM*), metanol (*MerckTM*), etanol (*Supelco Sigmaaldrich*), dan akuades.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Pembuatan *Graphene Oxide* Menggunakan Hummers Termodifikasi

3.3.1.1. Pembuatan Grafit Dari Tongkol Jagung

Limbah tongkol jagung dipotong kecil-kecil, lalu dicuci bersih dengan air beberapa kali untuk menghilangkan debu dan kotoran, setelah itu dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari dan dikeringkan dalam oven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1,5 jam. Tongkol jagung yang sudah kering digerus hingga menjadi serbuk, lalu serbuk dimasukkan ke dalam cawan krus sebanyak $\pm 6\text{ g}$, lalu difurnace dengan suhu $350\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Arang yang diperoleh didinginkan ke dalam desikator selama 15 menit, kemudian dihaluskan menggunakan mortar untuk dapat digunakan pada tahap selanjutnya (Dewi, 2020).

Arang hasil karbonisasi ditimbang sebanyak 5 g kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 1000 mL, lalu ditambahkan akuades sebanyak 500 mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm, selanjutnya ditambahkan larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 4 mL dan ditambahkan kecepatan putaran sampai 900 rpm pada suhu ruang. pH larutan campuran diubah hingga mendekati pH 2 dengan penambahan HCl 1 M secara perlahan, setelah itu dilakukan pengadukan pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam. Larutan disentrifugasi untuk memisahkan supernatan dari endapan grafit. Endapan dicuci dengan akuades hingga pH 7 (netral), selanjutnya endapan yang telah netral dikeringkan di dalam oven pada suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam dan dilanjutkan dengan suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam. Sampel yang telah dioven dimasukan ke dalam desikator selama 15 menit untuk didinginkan (Dewi, 2020).

3.3.1.2. Pembuatan *Graphene Oxide*

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

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

3.3.2. Karakterisasi *Graphene Oxide*

Karakteristik gugus fungsi pada *graphene oxide* diidentifikasi menggunakan FTIR. Morfologi, identifikasi unsur, dan komposisi kuantitatif *graphene oxide* diidentifikasi menggunakan SEM-EDX. Karakterisasi dengan FTIR dilakukan pada sebelum dan sesudah proses optimasi.

3.3.3. Pembuatan Larutan Induk *Ciprofloxacin* 500 ppm

Larutan induk antibiotik *ciprofloxacin* 500 ppm dibuat dengan cara melarutkan 50 mg padatan antibiotik *ciprofloxacin* dengan HCl 0,1 M dalam labu takar 100 mL hingga tanda tera dan dihomogenkan. Kemudian dilakukan pengenceran pada larutan induk hingga didapati larutan standar 2; 4; 6; 8; 10 ppm untuk menentukan panjang gelombang maksimum dan pengukuran absorbansi filtrat.

3.3.4. Optimasi Parameter Ekstraksi *Ciprofloxacin* Menggunakan Metode DSPE

3.3.1.1. Penentuan Massa Optimum *Graphene Oxide*

Ditimbang *graphene oxide* sebanyak 5; 10; 20; 30; 40 mg dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* pada kondisi pH 4 dan konsentrasi 4 ppm. Campuran yang dihasilkan dihomogenkan menggunakan *stirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.1.2. Penentuan pH Optimum Larutan *Ciprofloxacin*

Ditimbang 20 mg *graphene oxide* dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* 4 ppm dengan variasi pH 2; 3; 4; 5 menggunakan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M. Campuran yang dihasilkan dihomogenkan menggunakan *stirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.1.3. Penentuan Konsentrasi Optimum Larutan *Ciprofloxacin*

Ditimbang 20 mg *graphene oxide* dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* pH 4 pada konsentrasi yang berbeda, yaitu 1; 2; 4; 6 ppm. Campuran yang dihasilkan dihomogenkan menggunakan *stirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

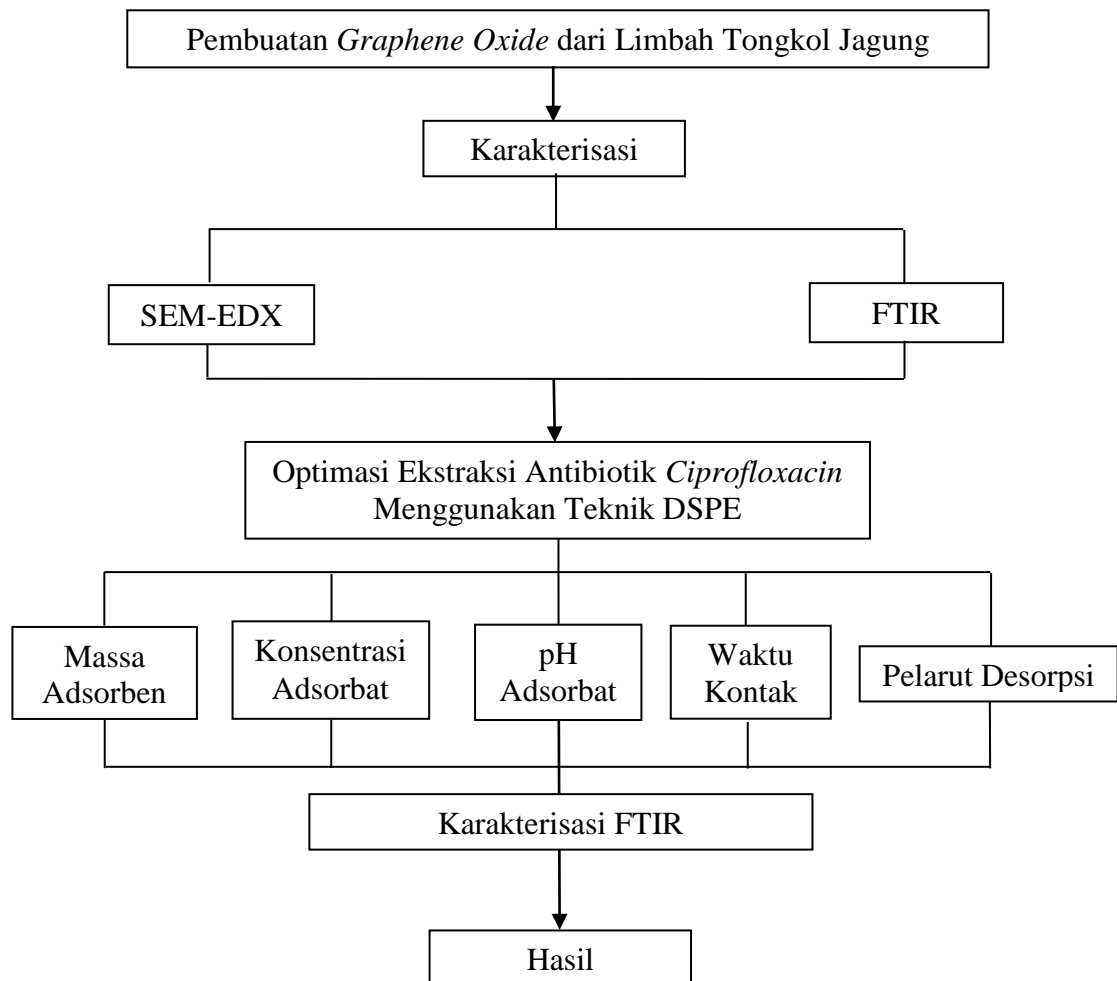
3.3.1.4. Penentuan Waktu Optimum

Ditimbang 20 mg *graphene oxide* kemudian dimasukkan ke dalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* 2 ppm pH 4. Campuran yang dihasilkan dihomogenkan menggunakan *stirrer* dengan waktu yang berbeda selama 10; 20; 30; 40; 50 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

3.3.1.5. Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum

Sebanyak 20 mL larutan standar antibiotik *ciprofloxacin* 2 ppm pH 4 ditambahkan kedalam 20 mg *graphene oxide*. Campuran yang dihasilkan dihomogenkan menggunakan *stirrer* selama 40 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama variasi waktu pada kondisi optimum. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, endapan yang dihasilkan dielusi menggunakan pelarut metanol, etanol, dan asam asetat-metanol (2:8). Kemudian dilakukan penyaringan dan filtrat yang diperoleh dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan sebanyak 2 kali pengulangan.

Skema umum dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Skema umum alur penelitian

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

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

1. Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan pembuatan *graphene oxide* yang dibuktikan dengan hasil karakterisasi FTIR dan SEM-EDX.
2. *Graphene oxide* yang telah diperoleh memiliki gugus fungsi oksigen, karboksil, epoksi, karbonil dan hidroksil berdasarkan hasil karakterisasi FTIR dan memiliki morfologi permukaan halus membentuk lembaran berdasarkan hasil karakterisasi SEM, serta memiliki komposisi massa yang cukup tinggi yaitu sebesar 69,16% pada unsur karbon (C) dan 30,84% pada unsur oksigen (O) berdasarkan hasil karakterisasi EDX.
3. Adsorpsi antibiotik *ciprofloxacin* oleh *graphene oxide* dari tongkol jagung optimum pada massa adsorben 20 mg dengan konsentrasi adsorbat 2 ppm pada kondisi pH 4 dalam waktu kontak selama 40 menit dengan tingkat adsorpsi sebesar 92,62% dan menggunakan pelarut asam asetat-metanol (2:8) untuk proses desorpsi dengan tingkat desorpsi sebesar 91,47%.

5.2. Saran

Pada penelitian selanjutnya disarankan:

1. Melakukan optimasi metode DSPE menggunakan parameter lain, seperti volume adsorbat, waktu sentrifugasi, dan volume pelarut desorpsi.
2. Perlu dilakukan pengujian lebih lanjut terhadap adsorpsi senyawa antibiotik lain oleh *graphene oxide* dari kulit singkong sehingga dapat diaplikasikan di lingkungan dengan selektif.

DAFTAR PUSTAKA

- Abaszade, R. G. 2022. Synthesis and Analysis of Flakes Graphene Oxide. *Journal of Optoelectronic and Biomedical Materials*, 14(3), 107–114.
- Akhavan, O., Bijanzad, K., & Mirsepah, A. 2014. Synthesis of Graphene from Natural and Industrial Carbonaceous Wastes. *RSC Advances*, 4(39), 20441–20448.
- Alampanos, V., Samanidou, V., & Papadoyannis, I. 2019. Trends in Sample Preparation for the HPLC Determination of Penicillins in Biofluids. *Journal of Applied Bioanalysis*, 5(1), 9–17.
- Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Schenck, F. J., & Food, U. S. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *Journal of AOAC International*, 86(2), 412–431.
- Ang, P. K., Chen, W., Wee, A. T., & Loh, K. P. 2008. Solution-gated Epitaxial Graphene as pH Sensor. *J. Am. Chem. Soc.*, 130(44), 14392–14393.
- Aragaw, B. A. 2020. Reduced Graphene Oxide-Intercalated Graphene Oxide Nano-Hybrid for Enhanced Photoelectrochemical Water Reduction. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, 10(1), 9–18.
- Arisandi, Y., & Andriani, Y. 2008. *Khasiat Tanaman Obat*. Pustaka Buku Murah. Tegal.
- Asnawati, A., Kharismaningrum, R. R., & Andrarini, N. 2017. Penentuan Kapasitas Adsorpsi Selulosa terhadap Rhodamin B dalam Sistem Dinamis. *Jurnal Kimia Riset*, 2(1), 22–29.
- Ben, Y., Fu, C., Hu, M., Liu, L., Wong, M. H., & Zheng, C. 2019. Human Health Risk Assessment of Antibiotic Resistance Associated With Antibiotic Residues in the Environment: A review. *Environmental Research*, 169, 483–493.

- Bogialli, S., Corcia, A. Di, Lagana, A., Mastrantoni, V., & Sergi., M. 2007. A Simple and Rapid Confirmatory Assay for Analyzing Antibiotic Residues of the Macrolide Class and Lincomycin in Bovine Milk and Yoghurt: HotWater Extraction Followed by Liquid Chromatography/ Tandem Mass Spectrometry. *Rapid Communications in Mass Spectrometry: RCM*, 21(2), 237.
- Brodie, B. C. 1859. On the Atomic Weight of Graphite. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London.*, 149, 249–259.
- Cazedey, E., & Salgado, H. 2012. Spectrophotometric Determination of Ciprofloxacin Hydrochloride in Ophthalmic Solution. *Currículo Lattes*, 2(6), 74–79.
- Chang, L., Wu, S., Chen, S., & Li, X. 2011. Preparation of Graphene Oxide-Molecularly Imprinted Polymer Composites via atom Transfer Radical Polymerization. *Journal of Materials Science*, 46(7), 2024–2029.
- Chen, H., Gao, B., & Li, H. 2015. Removal of Sulfamethoxazole and Ciprofloxacin from Aqueous Solutions by Graphene Oxide. *Journal of Hazardous Materials*, 282, 201–207.
- Chen, X., & Ye, N. 2017. A Graphene Oxide Surface-Molecularly Imprinted Polymer as a Dispersive Solid-Phase Extraction Adsorbent for the Determination of Cefadroxil in Water Samples. *RSC Advances*, 7(54), 34077–34085.
- Christian, G. D. 1994. *Analytical Chemistry*. John Wiley & Sons Inc.
- Christica, I., & Julia, R. 2018. Activated Carbon Utilization From Corn Cob (*Zea mays*) as a Heavy Metal Adsorbent in Industrial Waste. *Asian Journal of Pharmaceutical Research and Development*, 6(5), 1–4.
- Chuiprasert, J., Srinives, S., Boontanon, N., Polprasert, C., Ramungul, N., Lertthanaphol, N., Karawek, A., & Boontanon, S. K. 2022. Electrochemical Sensor Based on a Composite of Reduced Graphene Oxide and Molecularly Imprinted Copolymer of Polyaniline-Poly(o-phenylenediamine) for Ciprofloxacin Determination: Fabrication, Characterization, and Performance Evaluation. *ACS Omega*.
- Cvetković, J. S., Mitić, V. D., & Jovanović, V. P. S. 2016. The Evaluation of Different Sorbents and Solvent Mixtures in PAH Sample Preparation for GC /GC-MS Analysis. *Advanced Technologies*, 5(1), 31–38.
- Day, R. A. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Erlangga. Jakarta.
- Dewi, K. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Natural Graphite dan Graphite Oxide (GO) dari Limbah Tongkol Jagung. *Skripsi*. Universitas Pertamina.

- Dimiev, A., Kosynkin, D. V., Alemany, L. B., Chaguine, P., Tour, & M., J. 2012. Pristine Graphite Oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 134, 2815–2822.
- Fannyda, R. 2014. Pengaruh Ekstrak Daun Medang Perawas (*Litsea odorifera val.*) terhadap Tukak Lambung Mus Musculus dan Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektroskopi Ftir. *Thesis*. UNIB.
- Gandjar, I., & Rohman, A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- Gezahegn, T., Tegegne, B., Zewge, F., & Chandravanshi, B. S. 2019. Salting-Out Assisted Liquid-Liquid Extraction for the Determination of Ciprofloxacin Residues in Water Samples by High Performance Liquid Chromatography-Diode Array Detector. *BMC Chemistry*, 13(3), 1–10.
- Girão, A. V., Caputo, G., & Ferro, M. C. 2017. Application of Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS). *Comprehensive Analytical Chemistry*, 75, 153–168.
- Girardi, C., Greve, J., Lamshöft, M., Fetzer, I., Miltner, A., Schäffer, A., & Kästner, M. 2011. Biodegradation of Ciprofloxacin in Water and Soil and Its Effects on the Microbial Communities. *Journal of Hazardous Materials*, 198, 22–30.
- Husnah, M., Hafizh, A., Fakhri, F., Rohman, A. H., Aimon, & Ferry, I. 2017. A Modified Marcano Method for Improving Electrical Properties of Reduced Graphene Oxide (RGO). *Materials Research Express*, 4(6).
- Ikram, R., Jan, B. M., & Ahmad, W. 2020. An Overview of Industrial Scalable Production of Graphene Oxide and Analytical Approaches for Synthesis and Characterization. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(5), 11587–11610.
- Irawan, A. 2019. Kalibrasi Spektrofotometer sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran dalam Kegiatan Penelitian dan Pengujian. *Indonesian Journal of Laboratory*, 1(2), 1.
- Islas, G., Ibarra, I. S., Hernandez, P., Miranda, J. M., & Cepeda, A. 2017. Dispersive Solid Phase Extraction for the Analysis of Veterinary Drugs Applied to Food Samples: A Review. *International Journal of Analytical Chemistry*.
- Jiménez-soto, J. M., Cárdenas, S., & Valcárcel, M. 2012. Dispersive Micro Solid-Phase Extraction of Triazines from Waters Using Oxidized Single-Walled Carbon Nanohorns as Sorbent. *Journal of Chromatography A*, 1245, 17–23.
- Kasih, Y. O. 2019. Studi Karbon Aktif Magnetik dari Limbah Kulit Singkong

(Manihot Utilissima) sebagai Adsorben untuk Menentukan Senyawa Antibiotik Tetrasiklin di Perairan. *Skripsi*. Universitas Lampung.

- Katzung, B. G. 2010. *Farmakologi Dasar dan Klinik (terjemahan) (Edisi 10)*. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- Khatibi, S. A., Hamidi, S., & Siahi-Shadbad, M. R. 2021. Current Trends in Sample Preparation by Solid-Phase Extraction Techniques for the Determination of Antibiotic Residues in Foodstuffs: A Review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(20), 3361–3382.
- Korzeniewska, E., Korzeniewska, A., & Harnisz, M. 2013. Antibiotic Resistant Escherichia Coli in Hospital and Municipal Sewage and Their Emission to the Environment. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 91(2006), 96–102.
- Kurniawan, I., Nasir, S., Hermansyah, M. 2017. The Screening of Potential Antibiotics from Hospital Wastewater in Tropical Region (Case Study at Palembang, South Sumatra, Indonesia). *Pollution Research Journal*, 36(2), 343–351.
- Kurniawan, I., & Mariadi, P. D. 2019. Analisis Potensi Cemaran Sisa Penggunaan Antibiotik di Perairan Umum (Studi Kasus : Badan Sungai Musi Kota Palembang). *Sainmatika: Jurnal Ilmiah Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 16(2), 110.
- Li, F., Zhao, D. L., Bai, L. Z., & Zhang, D. D. (2013). Fabrication of nano hollow graphene oxide spheres via water-in-oil emulsion. *Applied Mechanics and Materials*, 320, 540–543.
- Liu, R., Gong, T., Zhang, K., & Lee, C. 2017. Graphene Oxide Papers with High Water Adsorption Capacity for Air Dehumidification. *Scientific Reports*, 7(1), 1–9.
- Liu, X. 2014. Characterization of Corncob-Derived Biochar and Pyrolysis Kinetics in Comparison with Corn Stalk and Sawdust. *Biores. Technol*, 170, 76–82.
- Liu, Xingli, Wang, C., Wang, Z., Wu, Q., & Wang, Z. 2015. Nanoporous carbon Derived from a Metal Organic Framework as a New Kind of Adsorbent for Dispersive Solid Phase Extraction of Benzoylurea Insecticides. *Microchimica Acta*, 182(11–12), 1903–1910.
- Malone, E. M., Elliott, C. T., Kennedy, D. G., & Regan, L. 2010. Rapid Confirmatory Method for the Determination of Sixteen Synthetic Growth Promoters and Bisphenol A In Bovine Milk Using Dispersive Solid-Phase Extraction and Liquid Chromatography–Tandem Mass Spectrometry. *Journal of Chromatography B*, 878(15–16), 1077–1084.

- Matulewicz, K., Kaźmierski, Ł., Wiśniewski, M., Roszkowski, S., Roszkowski, K., Kowalczyk, O., Roy, A., Tylkowski, B., & Bajek, A. 2020. Ciprofloxacin and Graphene Oxide Combination-New Face of a Known Drug. *Materials*, 13(19).
- Montes-Navajas, P., Asenjo, N. G., Santamaría, R., Menéndez, R., Corma, A., & García, H. 2013. Surface Area Measurement of Graphene Oxide in Aqueous Solutions. *Langmuir*, 29(44), 13443–13448.
- Mujiyanti, D. R., Nuryono, & Kunarti, E. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains Dan Terapan Kimia*, 4(2), 150–167.
- Mutiyar, P. K., & Mittal, A. K. 2014. Risk Assessment of Antibiotic Residues in Different Water Matrices in India: Key Issues and Challenges. *Environmental Science and Pollution Research*, 21(12), 7723–7736.
- Naibaho, J. 2012. Studi Eksperimental Unjuk Kerja Kolektor Untuk Mesin Pendingin Siklus Adsorpsi Yang Digerakkan Energi Matahari. In *Skripsi*. Universitas Sumatra Utara.
- Naveed, S., & Qamar, F. 2014. Simple UV Spectrophotometric Assay of Metronidazole. *OALib*, 01(06), 1–4.
- Neolaka, Y. A. B., Lawa, Y., Naat, J. N., Riwu, A. A. P., Iqbal, M., Darmokoesoemo, H., & Kusuma, H. S. 2020. The Adsorption of Cr(VI) from Water Samples Using Graphene Oxide-Magnetic (GO-Fe₃O₄) Synthesized from Natural Cellulose-Based Graphite (Kusambi Wood or Schleichera oleosa): Study of Kinetics, Isotherms And Thermodynamics. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3), 6544–6556.
- Nurfauziah, R., Fadillah, Z. R., Setyaningrum, S., & Andrijanto, E. 2021. Adsorpsi Logam Cu dengan Graphene Oksida. *Fullerene Journ. Of Chem*, 6(2), 96–100.
- Nurlaili, T., Kurniasari, L., & Ratnani, R. D. 2017. Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam Sebagai Adsorben Zat Warna Methyl Orange Dalam Larutan. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 2(2).
- Ory, J., Bricheux, G., Togola, A., Bonnet, J. L., Donnadieu-Bernard, F., Nakusi, L., Forestier, C., & Traore, O. 2016. Ciprofloxacin Residue And Antibiotic-Resistant Biofilm Bacteria in Hospital Effluent. *Environmental Pollution*, 214, 635–645.
- Palandeng, H. M. F., & Ottay, R. I. 2021. Gambaran Kandungan Antibiotik pada Sedimen Kawasan Pesisir Teluk Manado. *Jurnal Kedokteran Komunitas Dan Tropik*, 9(2), 341–345.

- Perez-Rodriguez, M., Pellerano, R. G., Pezza, L., & Pezza, H. R. 2018. An Overview of the Main Foodstuff Sample Preparation Technologies for Tetracycline Residue Determination. *Talanta*, 182, 1–21.
- Perreault, F., Fonseca De Faria, A., & Elimelech, M. 2015. Environmental Applications of Graphene-Based Nanomaterials. *Chemical Society Reviews*, 44(16), 5861–5896.
- Putri, V. D. D., & Nasution, A. 2016. Analisis Penciri Spektral Gugus Fungsi Asam Lemak Pada Minyak Goreng Kemasan dan Minyak Goreng Curah Serta Pengaruh Waktu Pemanasan Dengan Teknik FTIR Spectroscopy. *Jurnal Teknik Fisika*, 1–6.
- Ren, H., Kulkarni, D. D., Kodyath, R., Xu, W., Choi, I., & Tsukruk, V. V. 2014. Competitive Adsorption of Dopamine and Rhodamine 6G on the Surface of Graphene Oxide. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 6(4), 2459–2470.
- RI, K. 2011. *Pedoman Pelayanan Kefarmasian untuk Terapi Antibiotik*. Kementerian Kesehatan RI.
- Rinawati, Hidayat, D., Supriyanto, R., Permana, D. F., & Yunita. 2019. Adsorption of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons using Low-Cost Activated Carbon Derived from Rice Husk. *Journal of Physics: Conference Series*, 1338(1).
- Rohmah, S. A. A., Muadifah, A., & Martha, R. D. 2021. Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis. *Jurnal Sains Dan Kesehatan*, 3(2), 120–127.
- Santamaria, G., B, E. G., Arojas, Gonzalez, E. Q., Mora, E. S., Ruiz, M. Q., Santamaria-Juarez, D., & J. 2019. Safer Modified Hummers Method for Synthesis of Graphene Oxide with Higher Quality and High Yield. *Materials Research Express*, 0–31.
- Sari, I. W., Wulandari, L., & Retnaningtyas, Y. 2013. Analisis Kadar Siprofloksasin Dalam Sediaan Tablet Dengan Metode Spektroskopi Near Infrared Dan Kemometrik. *Artikel Ilmiah Hasil Penelitian Mahasiswa*, 1–6.
- Ścigalski, P., & Kosobucki, P. 2020. Recent Materials Developed for Dispersive Solid Phase Extraction. *Molecules (Basel, Switzerland)*, 25(21), 1–26.
- Shahriary, L., & Athawale, A. 2014. Graphene Oxide Synthesized by Using Modified Hummers Approach. *Renew Energy Environ*, 2.
- Shariff, A., Aziz, N. S. M., Ismail, N. I., & Abdullah, N. 2016. Corn Cob as a Potential Feedstock for Slow Pyrolysis of Biomass. *Journal of Physical Science*, 27(2), 123–137.

- Sharma, P. C., Jain, A., Jain, S., Pahwa, R., & Yar, M. S. 2010. Ciprofloxacin: Review on Developments in Synthetic, Analytical, and Medicinal Aspects. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, 25(4), 577–589.
- Sharma, P., Mathur, N., Singh, A., & Sogani, M. 2015. Monitoring Hospital Wastewaters for Their Probable Genotoxicity and Mutagenicity. *Environment Monitoring Assessment.*, 4180.
- Shi, X., Peng, X., Zhu, J., Lin, G., & Kuang, T. 2018. Synthesis of DOPO-HQ-Functionalized Graphene Oxide as a Novel and efficient flame retardant and Its Application on Polylactic Acid: Thermal Property, Flame Retardancy, and Mechanical Performance. *Journal of Colloid and Interface Science*, 524, 267–278.
- Suhartati, T. 2017. 2017. *Dasar-dasar Spektrofotometri Uv-vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Aura.
- Surekha, G., Krishnaiah, K. V., Ravi, N., & Padma Suvarna, R. 2020. FTIR, Raman and XRD Analysis of Graphene Oxide Films Prepared by Modified Hummers Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1495(1).
- Taufantri, Y., Irdhawati, I., & Asih, I. A. R. A. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Grafena dengan Metode Reduksi Grafit Oksida Menggunakan Pereduksi Zn. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(1), 17–23.
- Terrones, A. R., Botello-Mendez, A.R. Campos, D. J., Lopez-Urias, F., Vega-Cantu, Y. I., Rodriguez-Macias, F. J., Elias, A. L., Munoz Sandoval, E. Cano-Marquez, A.G. Charlier, J., & Terrones, H. 2010. Graphene and Graphite Nanoribbons: Morphology, Properties, Synthesis, Defects and Applications. *Nano Today*, 5(4), 351–372.
- Thach, U. D., Thi, H. H. N., Pham, T. D., Mai, H. D., & Nhu-Trang, T. T. 2021. Synergetic Effect of dual functional monomers in Molecularly Imprinted Polymer Preparation for Selective Solid Phase Extraction of Ciprofloxacin. *Polymers*, 13(16).
- Tohamy, H. A. S., Anis, B., Youssef, M. A., Abdallah, A. E. M., El-Sakhawy, M., & Kamel, S. 2020. Preparation of Eco-Friendly Graphene Oxide From agricultural wastes for water treatment. *Desalination and Water Treatment*, 191, 250–262.
- Verlicchi, P., Al Aukidy, M., & Zambello, E. 2015. What Have We Learned from World Wide Experiences on the Management and Treatment of Hospital Effluent? An Overview and A Discussion on Perspectives. *Total Environ*, 514, 467–491.
- Wakejo, W. K., Meshasha, B. T., Kang, J. W., & Chebude, Y. 2022. Enhanced Ciprofloxacin Removal from Aqueous Solution Using a Chemically

Modified Biochar Derived from Bamboo Sawdust: Adsorption Process Optimization with Response Surface Methodology. *Adsorption Science and Technology*.

Wang, J., Tsuzuki, T., Tang, B., Hou, X., Sun, L., & Wang, X. 2012. Reduced Graphene Oxide/ZnO Composite: Reusable Adsorbent for Pollutant Management. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 4(6), 3084–3090.

Wang, X., Zhi, L., & Mullen, K. 2008. Transparent Conductive Graphene Electrodes for Dye Sensitized Solar Cells. *Nano Lett*, 8(1), 323–327.

Xu, J., Wang, L., & Zhu, Y. 2012. Decontamination of Bisphenol a From Aqueous Solution by Graphene Adsorption. *Langmuir*, 28(22), 8418–8425.

Yu, F., Sun, S., Han, S., Zheng, J., & Ma, J. 2016. Adsorption Removal of Ciprofloxacin by Multi-Walled Carbon Nanotubes with Different Oxygen Contents from Aqueous Solutions. *Chemical Engineering Journal*, 285, 588–595.

Yustinah, Hudzaifah, Aprilia, M., & AB, S. 2019. Kesetimbangan Adsorpsi Logam Berat (Pb) dengan Adsorben Tanah Diatomit Secara Batch. *Jurnal Konversi*, 9(1), 17–28.

Zaaba, N. I., Foo, U. H., Tan, W. L., & Voon. 2017. Synthesis of Graphene Oxide Using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering*, 184, 469–477.

Zhao, X. F., Duan, F. F., Cui, P. P., Yang, Y. Z., Liu, X. G., & Hou, X. L. 2018. A Molecularly-Imprinted Polymer Decorated on Graphene Oxide for the Selective Recognition of Quercetin. *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Materials*, 33(6), 529–543.

Zhu, G., Cheng, G., Wang, P., Li, W., Wang, Y., & Fan, J. 2019. Water Compatible Imprinted Polymer Prepared in Water for Selective Solid Phase Extraction and Determination of Ciprofloxacin in Real Samples. *Talanta*, 200, 307–315.

Zhu, X., Tsang, D. C. W., Chen, F., Li, S., & Yang, X. (2015). Ciprofloxacin Adsorption on Graphene and Granular Activated Carbon: Kinetics, Isotherms, and Effects of Solution Chemistry. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 36(24), 3094–3102.