

**OPTIMASI DSPE BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* (GO) DARI LIMBAH
KULIT SINGKONG DALAM PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK
*CIPROFLOXACIN***

(Skripsi)

Oleh

AHMAD ISRO



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS LAMPUNG

BANDAR LAMPUNG

2023

ABSTRAK

OPTIMASI DSPE BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* (GO) DARI LIMBAH KULIT SINGKONG DALAM PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN*

Oleh

AHMAD ISRO

Angka kasus penyakit infeksi yang cukup tinggi akan meningkatkan jumlah penggunaan antibiotik. Antibiotik yang banyak digunakan salah satunya adalah *ciprofloxacin*. Meningkatnya penggunaan antibiotik dapat menyebabkan timbulnya masalah baru yang serius, yaitu munculnya residu antibiotik di lingkungan perairan. Residu antibiotik tersebut lama-kelamaan akan meningkatkan resistensi bakteri. *Dispersive solid phase extraction* (DSPE) salah satu teknik preparasi sampel yang dapat digunakan dalam penentuan residu antibiotik *ciprofloxacin*. *Graphene oxide* (GO) dapat dipilih sebagai fase padat DSPE. Limbah kulit singkong memiliki unsur karbon serta selulosa cukup tinggi, sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan GO. Pembuatan GO dilakukan menggunakan metode Hummers termodifikasi. Karakterisasi GO dilakukan menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, XRD untuk mengetahui kristalinitas, serta SEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi unsur yang terdapat pada GO. Optimasi DSPE menggunakan GO kulit singkong dilakukan dengan lima variasi, yaitu variasi konsentrasi, pH, massa, waktu kontak dan pelarut desorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum DSPE menggunakan GO sebanyak 25 mg dengan konsentrasi 6 ppm pada kondisi pH 3 dan waktu kontak selama 30 menit dengan adsorpsi sebesar 89,37% serta menggunakan pelarut metanol-asam asetat (80/20, v/v) untuk proses desorpsi dengan desorpsi sebesar 92,96%.

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

ABSTRACT

DSPE OPTIMIZATION BASED ON GRAPHENE OXIDE (GO) FROM CASSAVA PEEL WASTE IN THE DETERMINATION OF CIPROFLOXACIN ANTIBIOTIC RESIDUES

By

AHMAD ISRO

The high number of infectious disease cases will increase the amount of antibiotic use. One of the widely used antibiotics is ciprofloxacin. The increasing use of antibiotics can cause serious problems, the emergence of antibiotic residues in the aquatic environment. The antibiotic residues will eventually increase bacterial resistance. Dispersive solid phase extraction (DSPE) is one of the sample preparation techniques that can be used in the determination of ciprofloxacin antibiotic residues. Graphene oxide (GO) can be selected as a DSPE solid phase. Cassava peel waste has high carbon and cellulose elements, so it has potential to be used as raw material in the manufacture of GO. GO manufacturing was carried out using the modified Hummers method. Characterization of GO was carried out using FTIR instruments to determine the functional groups, XRD to determine the crystallinity, and SEM-EDX to determine the surface morphology and elemental composition contained in GO. DSPE optimization based on GO from cassava peel was carried out with five variations, namely variations in concentration, pH, mass, contact time and desorption solvent. The results showed that the optimum conditions using GO as much as 25 mg with a concentration of 6 ppm at pH 3 and contact time for 30 minutes with an adsorption 89,37% and using methanol-acetic acid solvent (80/20, v/v) for the desorption process with a desorption 92,96%.

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

**OPTIMASI DSPE BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* (GO) DARI LIMBAH
KULIT SINGKONG DALAM PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK
*CIPROFLOXACIN***

Oleh

AHMAD ISRO

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 DSPE BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* (GO)
DARI LIMBAH KULIT SINGKONG DALAM PENENTUAN
RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

Nama Mahasiswa : **Ahmad Isro**

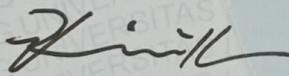
NPM : **1917011053**

Jurusan : **Kimia**

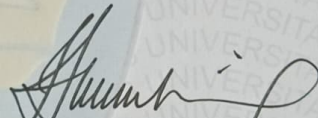
Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

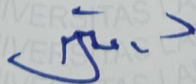


Dr. Rinawati, M.Si.
NIP 197104142000032001



Dr. Zipora Sembiring, M.Si.
NIP 195901061986032001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

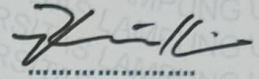


Mulyono, Ph.D.
NIP. 19740611 200003 1 002

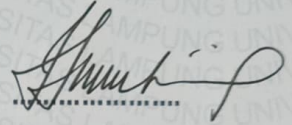
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

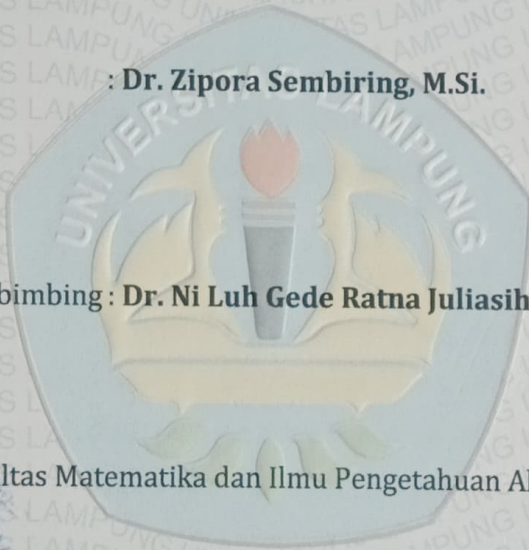
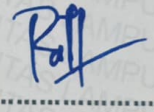
Ketua : **Dr. Rinawati, M.Si.**



Sekretaris : **Dr. Zipora Sembiring, M.Si.**

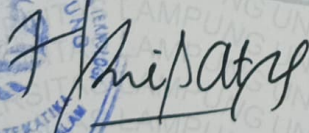


Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

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



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **28 Juli 2023**



SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ahmad Isro
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011053
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul **“Optimasi DSPE Berbasis *Graphene Oxide* (GO) dari Limbah Kulit Singkong dalam Penentuan Residu 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, Agustus 2023

Yang Menyatakan



Ahmad Isro

NPM 1917011053

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Ahmad Isro, lahir di Serang pada 24 September 2000 dan merupakan anak kedua dari empat bersaudara, putra dari Bapak Satubi (almarhum) dan Ibu Elis Sudarti. Saat ini penulis bertempat tinggal di Kp. Pabuaran RT/RW: 003/005, Desa Sukaratu, Kecamatan Cikeusal, Kabupaten Serang, Serang, Banten.

Penulis memulai pendidikan di Sekolah Dasar Negeri (SDN) Cikeusal 1, pada tahun 2007. Pada tahun 2013 penulis melanjutkan pendidikan di Madrasah Tsanawiyah Negeri (MTsN) Cikeusal dan lulus pada tahun 2016. Penulis kemudian melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Atas Negeri (SMAN) 1 Kota Serang 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 Ujian Tulis Berbasis Komputer-Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (UTBK-SBMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif berorganisasi mulai dari sebagai kader muda Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2020. Pada tahun 2020 penulis aktif di HIMAKI sebagai anggota bidang Sosial dan Kemasyarakatan (SOSMAS). Penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) ke-30 yang diselenggarakan oleh BEM-FMIPA Unila di Desa Tambah Dadi, Kecamatan Purbolinggo, Lampung Timur pada tahun 2020.

Selain itu, penulis juga pernah mengikuti kegiatan organisasi Rohani Islam (ROIS) FMIPA Unila periode 2020 sebagai anggota bidang Kajian dan Keumatan (KAUM), serta pernah menjadi staf ahli Dinas Advokasi dan Kesejahteraan Mahasiswa (ADKESMA) BEM FMIPA Unila periode 2020. Pada tahun 2021 dan 2022 penulis diamanahkan sebagai Kepala Bidang Kajian dan Keumatan ROIS FMIPA Unila dan Ketua Komisi III DPM FMIPA Unila.

Pada Bulan Juni hingga Juli 2022, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di UPTD Laboratorium Lingkungan Provinsi Lampung. Penulis juga melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Cikoneng, Kecamatan Anyar, Kabupaten Serang pada bulan Januari hingga Februari 2022 selama 40 hari, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung yang diberi Judul “Optimasi DSPE Berbasis *Graphene Oxide* (GO) dari Limbah Kulit Singkong dalam Penentuan Residu Antibiotik *Ciprofloxacin*”.

MOTTO



"Cukuplah bagi kami Allah sebagai penolong dan Dia adalah sebaik-baik pelindung". (Q.S. Ali 'Imran: 173)

"Dan aku menyerahkan urusanku kepada Allah" (Q.S. Ghafir: 44)

"Sungguh apa yang dijanjikan kepadamu pasti terjadi" (Q.S. Al-Mursalat: 7)

"Allah tidak membebani seseorang melainkan (sesuai) dengan apa yang diberikan Allah kepadanya" (Q.S. At-Talaq: 7)

"Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan"
(Q.S Al-Insyirah: 5)

"Pernah ada sesuatu yang rasanya berat sekali, ternyata bisa dilewati. Pernah juga mengalami sesuatu yang tidak ada jalan lagi, ternyata semua baik-baik saja. Kita hanya perlu bertahan dan terus melaluinya. Bisa jadi yang buruk hanya di pikiran saja." (Anonim)

"Ridho Allah ada pada ridho kedua orang tua dan kemurkaan Allah ada pada kemurkaan orang tua " (Rasulullah)

Ibunda dan Ayahanda Tercinta

Ku persembahkan sebuah karya kecil ini untuk Ibunda Elis Sudarti dan Ayahanda Satubi (almarhum) tercinta, yang tiada hentinya selama ini memberi doa, semangat, nasihat, kasih sayang, dan pengorbanan yang tak tergantikan hingga Ananda selalu tegar menjalani setiap rintangan. "Ya Allah Ya Rahman Ya Rahim, terimakasih Engkau telah tempatkan hamba diantara kedua malaikat Mu yang setiap waktu ikhlas menjagaku, mendidikku, membimbingku dengan baik, ya Allah berikanlah balasan yang setimpal surga Firdaus untuk mereka dan jauhkanlah mereka nanti dari siksaan-Mu" Aamiin.

Kakakku Ahmad Fauzi serta **adik-adikku** Elsa Trisari dan Muhamad Jabal Hadid yang selalu menjadi penyemangatku. Semoga kita semua bisa selalu membanggakan kedua orang tua.

Keluarga besarku yang selalu memberikan dukungan dan do'a.

Pembimbing penelitianku, Ibu Dr. Rinawati, M.Si., Ibu Dr. Zipora Sembiring, M.Si., Ibu Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si., serta **semua dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila** yang telah membimbing, mendidik, memberikan banyak ilmu dan pengalamannya kepadaku.

Bapak-Ibu Guruku semasa Sekolah Dasar hingga Sekolah Menengah Atas yang telah membimbing, mendidik, memberikan banyak ilmu dan pengalamannya kepadaku.

Dan **almamaterku** yang kubanggakan, **Universitas Lampung**

SANWACANA

Alhamdulillah, segala puji syukur penulis panjatkan kepada Allah *Subhanahu Wa ta'ala*, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis diberikan kemudahan dan kelancaran dalam menyelesaikan skripsi dengan judul "**Optimasi DSPE Berbasis Graphene Oxide (GO) dari Limbah Kulit Singkong dalam Penentuan Residu Antibiotik Ciprofloxacin**". Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad *Shalallahu Alaihi Wassalam* yang selalu dinantikan syafaat-Nya di *Yaumul Akhir* nanti.

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya skripsi ini bukanlah semata-mata karena usaha dan kerja keras penulis sendiri, akan tetapi penulis mendapatkan bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Dr. Rinawati, S.Si., M.Si., selaku pembimbing I yang telah sabar membimbing, memberi dukungan, masukan dan saran, serta semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Ibu Dr. Zipora Sembiring, M.Si., selaku pembimbing II atas segala bimbingan, arahan, saran, waktu, dan motivasi kepada penulis sehingga skripsi ini bisa selesai dengan baik.
3. Ibu Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan, kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
4. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., selaku dosen pembimbing akademik.
5. Bapak Mulyono, Ph. D., selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si., selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Mama tercinta Elis Sudarti, sosok hebat yang selalu menjadi penyemangat penulis sebagai sandaran terkuat dari kerasnya dunia, yang tidak henti-hentinya memberikan kasih sayang dengan penuh cinta. Terimakasih selalu berjuang untuk kehidupan penulis, terimakasih untuk semuanya berkat do'a dan dukungan mama, Iyo bisa berada di titik ini.
9. Almarhum Bapak tercinta Satubi, yang sudah terlebih dahulu dipanggil oleh Allah *Subhanahu Wa ta'ala* sebelum bisa melihat penulis mengenakan toga yang diimpikan. Terimakasih telah menjadi Bapak yang sangat luar biasa, terima kasih untuk semua kasih sayang, cinta, pengorbanan, perjuangan dan pelajaran hidup bagi penulis. Semoga karya tulis ini bisa menjadi sebagian amalan yang masih terus berjalan untuk almarhum Bapak disana.
10. Kakak penulis tersayang Ahmad Fauzi, kedua adik tersayang Elsa Trisari dan Muhamad Jabal Hadid, begitu banyak kenangan yang telah dilalui sedari kecil yang sampai kapanpun itu tidak akan pernah bisa dilupakan. Terimakasih telah memberikan dukungan dan do'a, begitu juga untuk segala cinta dan kasih sayangnya.
11. Mak Odah dan Aba Herman, terimakasih telah menjadi orang tua kedua yang menemani penulis semasa kecil.
12. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
13. Dian, Melati, Sabila, dan Wailhaq, kawan seperjuangan dan seperbimbingan terimakasih atas kehadirannya dikala senang maupun sedih, atas kekompakannya yang baik selama ini, kesabaran atas *ke-overthinking* penulis, bantuan serta motivasi yang telah diberikan. *Finally*, bisa menyelesaikan S1 kimia bersama-sama.
14. Kak Ayum dan Kak Purna terimakasih sudah mau membantu dan memberikan ilmu yang bermanfaat selama penelitian.

15. Mas Udin, selaku laboran Kimia Analitik dan Instrumentasi terimakasih atas bantuannya selama penulis mengerjakan penelitian di Laboratorium.
16. Annuy, Kak Icha, Kak Nurhuda, dan Mbak Eva, teman ngelab selama bekerja di Laboratorium.
17. Anggota DPM FMIPA Unila 2022 “Parlemen *Graphene*” Jensa, Ali, Mahfud Alinil, Cindi, Prihatini, Hikmah, Syaima, dan Tri serta Pimpinan Rois FMIPA Unila 2021, terimakasih atas segala kerjasama dan kekeluargaannya selama ini, semoga sukses selalu kedepannya.
18. Kawan-kawan "ABCDEFGHIJKLOVEYOU" Dayu, Vani, Mauren, Afril, Cici, Barep, dan Afif.
19. ChemBoys' 19 Bang Hadi, Farich, Arya, Dwiki, Adiya, Dito, Rangga, Unggul, Ucup, Dony, Kipang, Zul, Akmal, Eki, Thio, Niko, Dinus, Fatur, Havier, Ibnu, Syangap, dan Bayu.
20. Keluarga besar Kimia 2019, terimakasih atas segala pertemanan dan kekeluargaannya selama ini.
21. Mbak Yuni dan Paman yang membantu penulis selama melakukan penelitian dan perkuliahan di Jurusan Kimia.
22. Diri penulis sendiri, terima kasih karena telah bertahan dan terus berjuang dalam memperjuangkan gelar sarjana yang diimpikan selama ini, hingga saat ini mampu berada di titik telah menggapai apa yang diimpikan. Namun perjalanan masih panjang, semoga senantiasa kuat dan semoga mampu menjalani kehidupan dengan lebih baik setiap harinya.
23. Kepada seluruh pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu, yang telah memberikan bantuan, doa, serta dukungan kepada penulis.

Bandar Lampung, Agustus 2023
Penulis

Ahmad Isro
NPM 1917011053

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	v
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	3
1.3. Manfaat Penelitian.....	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Antibiotik <i>Ciprofloxacin</i>	5
2.2. <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE).....	6
2.3. <i>Graphene</i>	8
2.4. <i>Graphene Oxide</i> (GO)	9
2.5. Kulit Singkong.....	11
2.6. Karakterisasi	13
2.6.1. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	13
2.6.2. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	15
2.6.3. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	17
2.8. Spektrofotometri Ultraviolet-Visible (UV-Vis)	19
III. METODE PENELITIAN	22
3.1. Waktu dan Tempat.....	22

3.2.	Alat dan Bahan	22
3.3.	Prosedur Kerja	23
3.3.1.	Pembuatan <i>Graphite</i> dari Limbah Kulit Singkong	23
3.3.2.	Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> (GO) Menggunakan Metode Hummers Termodifikasi	24
3.3.3.	Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i> (GO).....	24
3.3.4.	Pembuatan Larutan Induk <i>Ciprofloxacin</i> 500 ppm.....	24
3.3.5.	Pembuatan Larutan Standar <i>Ciprofloxacin</i>	25
3.3.6.	Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)	25
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	29
4.1.	Pembuatan <i>Graphite</i> dari Limbah Kulit Singkong	29
4.2.	Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> (GO).....	30
4.3.	Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i> (GO) dari Limbah Kulit Singkong	33
4.3.1.	Karakterisasi dengan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	33
4.3.2.	Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	36
4.3.3.	Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	37
4.4.	Optimasi <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE)	39
4.4.1.	Penentuan Konsentrasi Optimum	40
4.4.2.	Penentuan pH Optimum	42
4.4.3.	Penentuan Massa Optimum	44
4.4.4.	Penentuan Waktu Kontak Optimum.....	46
4.4.5.	Penentuan Persen Adsorpsi dalam Kondisi Optimum.....	48
4.4.6.	Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum.....	49
V.	KESIMPULAN DAN SARAN.....	52
5.1.	Kesimpulan	52
5.2.	Saran	53
	DAFTAR PUSTAKA	54
	LAMPIRAN.....	62
1.1.	Pengaruh Penentuan Konsentrasi Optimum Adsorbat	63
1.2.	Pengaruh Penentuan pH Optimum Adsorbat	67
1.3.	Pengaruh Penentuan Massa Optimum Adsorben	71
1.4.	Pengaruh Penentuan Waktu Kontak Optimum.....	75
1.5.	Penentuan Persen Adsorpsi dalam Kondisi Optimum.....	79
1.6.	Pengaruh Penentuan Pelarut Desorpsi	81

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persentase kandungan kulit singkong	12
2. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi adsorbat optimum.....	41
3. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum	44
4. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum adsorben	46
5. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.....	47
6. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan persen adsorpsi	48
7. Data rata-rata uji pelarut desorpsi optimum.....	51
8. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi adsorbat optimum	63
9. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi adsorbat optimum.....	64
10. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi adsorbat optimum	66
11. Data uji adsorpsi II penentuan konsentrasi adsorbat optimum.	66
12. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan pH adsorbat optimum.....	68
13. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi adsorbat optimum.....	68
14. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan pH adsorbat optimum	70
15. Data uji adsorpsi II penentuan pH adsorbat optimum.....	70
16. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum adsorben	72
17. Data uji adsorpsi I penentuan massa optimum adsorben	72
18. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum adsorben....	73
19. Data uji adsorpsi II penentuan massa optimum adsorben.....	74
20. Perhitungan kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.....	75
21. Data uji adsorpsi I penentuan waktu kontak optimum.....	76

22. Perhitungan kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum	77
23. Data uji adsorpsi II penentuan waktu kontak optimum	78
24. Perhitungan kurva kalibrasi untuk penentuan persen adsorpsi dalam kondisi optimum.	79
25. Data uji adsorpsi I penentuan persen adsorpsi dalam kondisi Optimum	80
26. Data uji adsorpsi II penentuan persen adsorpsi dalam kondisi Optimum.....	80
27. Perhitungan kurva kalibrasi untuk penentuan pelarut desorpsi.....	81
28. Data uji I penentuan pelarut desorpsi optimum.	82
29. Data uji II penentuan pelarut desorpsi optimum.	83

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur <i>ciprofloxacin</i>	6
2. Skema teknik DSPE.	7
3. Struktur <i>graphene</i>	9
4. Struktur <i>graphene oxide</i>	10
5. Kulit singkong.	12
6. Skema instrumen FTIR.	14
7. Contoh hasil karakterisasi FTIR GO.	15
8. Skema sistem diffractometer.	15
9. Contoh hasil XRD GO.	17
10. Skema instrumen SEM.	18
11. Contoh hasil karakterisasi GO (a) SEM, (b) EDX.	19
12. Skema instrumen spektrofotometer UV-Vis.	20
13. Contoh hasil panjang gelombang maksimum <i>ciprofloxacin</i>	21
14. Skema umum penelitian.	28
15. Kulit singkong (a) setelah dibersihkan, (b) setelah dikeringkan, (c) setelah dilakukan penggerusan, (d) setelah karbonisasi.	29
16. Graphite dari kulit singkong.	30
17. Skema reaksi proses oksidasi <i>graphite</i> menjadi <i>graphite oxide</i>	31
18. Skema pembentukan gugus fungsional GO (a) gugus karbonil, (b) gugus asam karboksilat, (c) gugus asam karboksilat dan keton, (d) gugus hidroksil.	32
19. GO Hummers termodifikasi.	33
20. Hasil spektrum FTIR (a) Graphite, (b) GO, (c) GO setelah adsorpsi, (d) GO setelah desorpsi.	34

21. Hasil difraktogram XRD GO.	37
22. Hasil SEM (a) perbesaran 5000x, (b) perbesaran 10000x pada permukaan GO.	38
23. Hasil spektrum EDX pada GO.	39
24. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh konsentrasi adsorbat.	40
25. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh pH optimum.	42
26. Bentuk ionik <i>ciprofloxacin</i> berdasarkan pKa.	43
27. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh massa adsorben.	45
28. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh waktu kontak optimum.	47
29. Interaksi pada proses adsorpsi GO dengan ciprofloxacin.	49
30. Hasil uji desorpsi berdasarkan pengaruh pelarut desorpsi.	50
31. Kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum adsorbat.	63
32. Kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi adsorbat optimum.	65
33. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum adsorbat.	67
34. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum adsorbat.	69
35. Kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum adsorben.	71
36. Kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum adsorben.	73
37. Kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu kontak optimum.	75
38. Kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu kontak optimum.	77
39. Kurva kalibrasi untuk penentuan persen adsorpsi dalam kondisi optimum.	79
40. Kurva kalibrasi untuk penentuan pelarut desorpsi.	81

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara dengan angka kasus penyakit infeksi yang cukup tinggi. Hal ini mengacu pada Profil Kesehatan Indonesia tahun 2016 yang bersumber dari data BPJS, menunjukkan bahwa penyakit infeksi bakteri menduduki peringkat kedua pembiayaan terbanyak pada pasien rawat inap dengan jumlah kasus sebesar 333.227 kasus. Angka kasus yang cukup tinggi tersebut tentunya akan meningkatkan jumlah penggunaan antibiotik. Salah satu antibiotik paling banyak digunakan pada manusia dan hewan adalah golongan *quinolone*, yang merupakan antibiotik berspektrum lebar, digunakan untuk mengobati berbagai penyakit infeksi pada manusia dan hewan. Antibiotik ini bekerja dengan menghambat topoisomerase II (DNA gyrase) dan topoisomerase IV yang diperlukan oleh bakteri untuk replikasi DNA. Antibiotik *quinolone* yang dikenal dan banyak digunakan diantaranya *ciprofloxacin*, *norfloxacin*, *ofloxacin*, *levofloxacin*, *enrofloxacin*, *danofloxacin*, dan *moxifloxacin*. *Ciprofloxacin* merupakan antibiotik *quinolone* generasi kedua yang banyak digunakan untuk melawan infeksi bakteri Gram-negatif seperti *Escherichia coli*, dan *Salmonella* spp., juga efektif melawan beberapa bakteri Gram positif seperti *Staphylococcus aureus* (Johansson *et al.*, 2014).

Meningkatnya penggunaan antibiotik bagi manusia dan hewan dapat menyebabkan timbulnya masalah baru yang serius, yaitu munculnya residu antibiotik di lingkungan perairan. Residu antibiotik tersebut lama-kelamaan akan meningkatkan resistensi bakteri (Faleye *et al.*, 2018). Oleh karena itu, perlu adanya pemantauan residu antibiotik *ciprofloxacin* dalam lingkungan perairan.

Namun, karena rendahnya konsentrasi analit serta kompleksnya matriks lingkungan membuat penentuan residu antibiotik di lingkungan menjadi rumit (Siedlewicz *et al.*, 2016). Untuk mengatasi hal tersebut maka dilakukanlah teknik preparasi sampel menggunakan *Dispersive Solid-Phase Extraction* (DSPE) yang bertujuan memisahkan analit dari matriks kompleksnya sehingga mampu untuk dianalisis lebih lanjut (Kechagia and Samanidou, 2017).

DSPE pertama kali dikembangkan oleh Anastassiades pada tahun 2003, yang didasarkan pada metode *Solid Phase Extraction* (SPE) dimana bahan penyerap (sorben) langsung ditambahkan ke dalam larutan sampel (Lu *et al.*, 2016). Pada teknik ini terjadi kontak permukaan yang tinggi antara sorben dan sampel, sehingga memungkinkan keseimbangan ekstraksi tercapai dengan cepat. Teknik ini membutuhkan waktu yang singkat dan terbukti efektif, serta ramah lingkungan (Ścigalski and Kosobucki, 2020). Analit yang terserap kemudian didesorpsi untuk dianalisis lebih lanjut. Spektrofotometri UV-*Vis* menjadi salah satu metode analisis yang dapat digunakan dalam studi awal optimasi parameter-parameter DSPE dengan didasarkan pada hubungan antara absorbansi pada panjang gelombang tertentu dan konsentrasi senyawa yang telah dikalibrasi dengan standar yang diketahui. Pemilihan adsorben yang tepat pada DSPE sangat penting untuk efisiensi proses ekstraksi analit. Material berstruktur nano karbon telah banyak digunakan untuk ekstraksi beberapa senyawa organik karena kapasitas adsorpsi yang sangat baik serta luas permukaannya yang tinggi (Liu *et al.*, 2015).

Graphene merupakan material novel nano karbon yang telah menarik banyak minat ilmiah dalam beberapa tahun terakhir. *Graphene* memiliki struktur heksagonal dua dimensi yang terbentuk dari hibridisasi sp^2 atom karbon. *Graphene* dapat digunakan sebagai material adsorben, karena memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi, stabilitas kimia, fleksibilitas dan memiliki struktur yang kaya akan elektron π (Sun *et al.*, 2017). Namun, karena memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi mengakibatkan cenderung untuk membentuk agregasi melalui interaksi *van der waals* dan interaksi ikatan π (Kong *et al.*, 2021). Hal ini dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan adsorpsi *graphene*, sehingga *graphene oxide* yang merupakan material turunan dari

graphene lebih dipilih sebagai material adsorben karena dapat mengatasi kekurangan tersebut.

Graphene oxide (GO) merupakan senyawa kimia yang memiliki sifat relatif polar dan hidrofilik, karena mengandung sejumlah besar gugus yang mengandung oksigen seperti gugus hidroksil, epoksi, dan karboksil, sehingga GO biasanya digunakan untuk ekstraksi senyawa yang bersifat polar dan hidrofilik (Manousi *et al.*, 2021). Umumnya GO dibuat dari *graphite* komersial dengan biaya yang cukup mahal (Somanathan *et al.*, 2015). Oleh karena itu, muncul berbagai upaya untuk membuat GO berbiaya rendah dari limbah biomassa mengandung karbon yang berasal dari limbah-limbah agroindustri salah satunya berasal dari limbah kulit singkong (Akhavan *et al.*, 2014).

Limbah kulit singkong memiliki unsur karbon cukup tinggi yakni sebesar 59,31 % (Maulinda *et al.*, 2015) serta selulosa sebesar 43,626% sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan *graphene oxide* (Zulkifli and Latiffah, 2022). Provinsi Lampung tercatat sebagai salah satu penghasil singkong terbesar di Indonesia. Tercatat jumlah produksi singkong di Lampung mencapai sekitar 6,68 juta ton pada tahun 2018 (Badan Pusat Statistik, 2018), sehingga sangat berpotensi untuk dimanfaatkan dalam pembuatan GO karena tingginya angka produksi singkong tentunya akan meningkatkan limbah kulit singkong yang dihasilkan pula.

Berdasarkan uraian tersebut, maka pada penelitian ini dilakukan optimasi DSPE berbasis GO dari limbah kulit singkong untuk menentukan residu antibiotik *ciprofloxacin*.

1.2. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memperoleh GO dari limbah kulit singkong.

2. Mengetahui karakteristik GO dari limbah kulit singkong menggunakan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*.
3. Mengetahui kondisi optimum DSPE pada konsentrasi adsorbat, massa adsorben, pH, waktu kontak, serta pelarut desorpsi dalam proses ekstraksi senyawa antibiotik *ciprofloxacin*.

1.3. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai kemampuan GO sebagai fase padat DSPE dalam penentuan residu antibiotik *ciprofloxacin*. Selain itu, diharapkan dapat memberikan alternatif penggunaan fase padat DSPE berbasis GO dari limbah kulit singkong untuk digunakan dalam pemantauan residu antibiotik di lingkungan perairan.

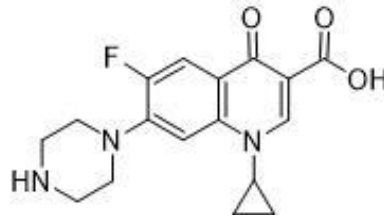
II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Antibiotik *Ciprofloxacin*

Senyawa kimia baik alami maupun sintetis yang mampu untuk menghambat atau menghentikan proses biokimiawi suatu organisme, terutama proses infeksi bakteri disebut sebagai antibiotik. Antibiotik umumnya digunakan dalam pencegahan dan pengobatan infeksi bakteri pada hewan dan manusia. Selain itu, juga digunakan sebagai *growth promoter* (pemacu pertumbuhan) dalam pakan hewan, akuakultur, dan hewan unggas. Antibiotik dapat dikelompokkan berdasarkan pada struktur kimia dan mekanisme aksinya (Kaur and Kant, 2022).

Ciprofloxacin merupakan antibiotik *quinolone* generasi kedua yang memiliki struktur yang hampir mirip dengan asam nalidiksat. Namun, *ciprofloxacin* mengandung atom fluor pada cincin keenamnya sehingga *ciprofloxacin* 100 kali lebih kuat daripada asam nalidiksat. Selain itu, Gugus N-etil dan metil yang ada pada posisi pertama dan ketujuh asam nalidiksat digantikan oleh cincin aromatik dan N-siklopropana masing-masing dalam *ciprofloxacin* menghasilkan aktivitas Gram negatif yang lebih luas dan memiliki penetrasi jaringan yang lebih baik. Antibiotik *ciprofloxacin* banyak digunakan untuk pengobatan berbagai macam infeksi, seperti infeksi saluran kemih, infeksi tulang atau sendi, dan tifus.

Ciprofloxacin memiliki rumus $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ dengan berat molekul sebesar 331.34 g/mol serta memiliki nama IUPAC 1-cyclopropyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-quinoline 3-carboxylic acid (Sharma *et al.*, 2017). Struktur *ciprofloxacin* ditunjukkan pada Gambar 1.

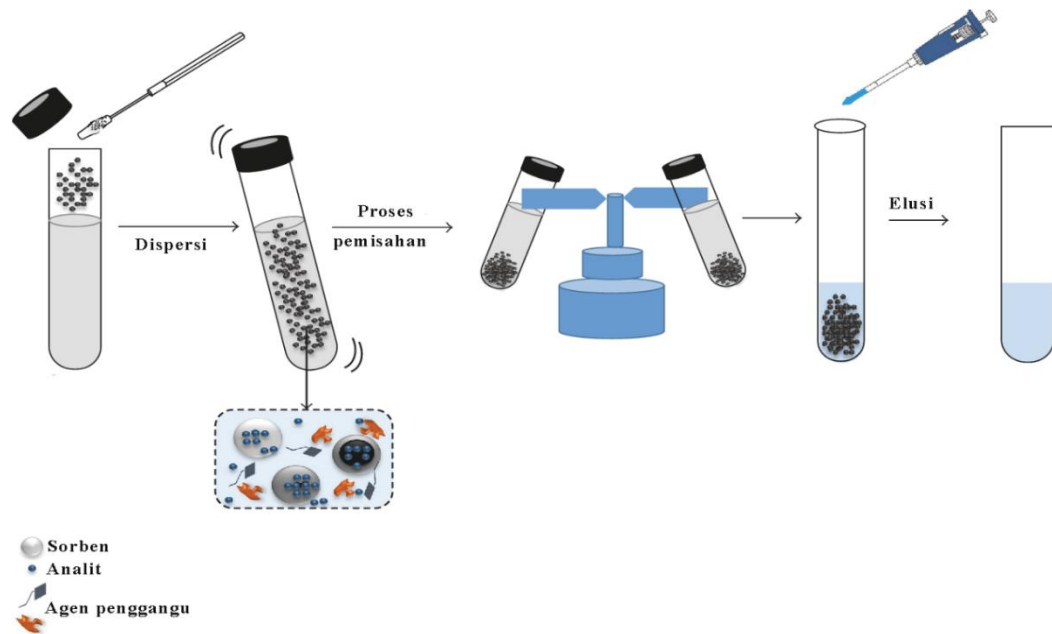


Gambar 1. Struktur *ciprofloxacin* (Sharma *et al.*, 2017).

2.2. *Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)*

Solid phase extraction (SPE) merupakan salah satu teknik preparasi sampel dengan menggunakan pelarut yang sedikit, memiliki selektivitas, serta reproduktifitas yang tinggi untuk ekstraksi beberapa senyawa (Kim *et al.*, 2018) namun, SPE memiliki beberapa kekurangan seperti diperlukannya sampel dalam jumlah banyak, dan pada beberapa kasus memerlukan waktu ekstraksi yang lama sehingga dikembangkan teknik lainnya yaitu *dispersive solid phase extraction* (DSPE) (Socas-Rodríguez *et al.*, 2015).

DSPE merupakan teknik ekstraksi yang relatif sederhana dan efisien dengan memiliki banyak keunggulan seperti mudah digunakan, menggunakan sedikit pelarut organik, serta hemat waktu (Dong *et al.*, 2018). DSPE didasarkan pada penambahan langsung sorben ke dalam larutan sampel atau didispersikan langsung ke dalam analit, sehingga sorben akan menyerap analit dan kemudian dipisahkan secara mekanis seperti menggunakan sentrifugasi atau filtrasi. Mekanisme teknik DSPE ditunjukkan pada Gambar 2.



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

DSPE telah banyak digunakan dalam analisis residu pestisida, analisis polutan lingkungan seperti senyawa PAH, serta residu senyawa antibiotik (Zhang *et al.*, 2017). DSPE terdiri dari tiga langkah utama, yaitu:

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

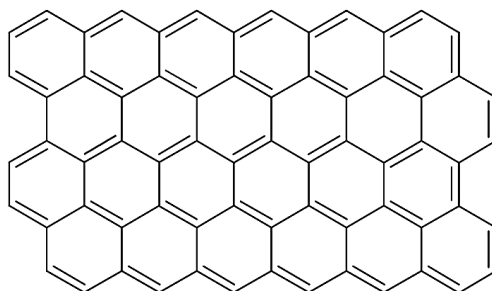
(Anastassiades *et al.*, 2003)

Elusi analit dari adsorben harus menggunakan pelarut yang memiliki kepolaran yang sesuai dengan matriks sampel atau analit agar dapat terelusi dari adsorben. Hal ini sesuai dengan prinsip *like dissolve like*, yaitu senyawa polar akan larut oleh pelarut polar, dan senyawa non polar akan larut oleh pelarut non polar (Utami dan Putri, 2020). Pemilihan bahan adsorben yang sesuai untuk DSPE merupakan salah satu hal yang paling penting karena harus memberikan eluat yang bersih dan memiliki recovery yang tinggi dari senyawa yang dianalisis (Nikolic *et al.*, 2017).

Adsorpsi merupakan peristiwa atom atau molekul suatu zat menempel pada permukaan zat lain akibat ketidakseimbangan gaya pada permukaan. Ketidakseimbangan ini terjadi karena adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan zat padat tanpa meresap ke dalamnya. Zat yang teradsorpsi disebut adsorbat dan zat pengadsorpsi disebut adsorben (Anggriani dkk., 2021). Proses adsorpsi sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya massa adsorben, pH larutan, waktu kontak, suhu, dan ukuran molekul adsorben. Adsorben umumnya merupakan bahan yang mempunyai porositas tinggi untuk menempatkan adsorbat pada dinding pori. Pemilihan adsorben didasarkan pada kapasitas, selektifitas, kecepatan adsorpsi, tidak mengandung pencemar berbahaya, murah harganya dan mudah regenerasinya. Pada adsorpsi permukaan adsorben yang bersifat polar akan mengikat molekul yang sifatnya polar pula dan permukaan adsorben non-polar akan mengikat molekul yang sifatnya non-polar (Sulistyawati dkk., 2020).

2.3. *Graphene*

Graphene merupakan material yang disusun atas atom karbon dengan susunan kisi heksagonal. *Graphene* yang disusun secara bertumpuk lapisan satu dengan lapisan lainnya melalui ikatan *Van Der Waals* disebut dengan *graphite*. *Graphene* merupakan penyusun dasar dari alotrop karbon seperti *graphite*, *carbon nanotube*, dan *fullerenes* (Rafitasari dkk., 2016). *Graphene* memiliki panjang ikatan karbon-karbon sekitar 0,142 nm, dengan ketinggian lapisannya sekitar 0,33 nm sehingga *graphene* merupakan bahan tertipis yang diketahui, namun juga salah satu yang terkuat. Lembaran *graphene* memiliki ikatan dalam bidang dan ikatan di luar bidang. Ikatan π berkontribusi pada konduksi elektron *graphene* dan memberikan interaksi yang lemah antar lapisan *graphene*. Ikatan kovalen σ membentuk *backbone* kaku dari struktur heksagonal dan bidang sumbu karbon. *Graphene* memiliki stabilitas kimia yang tinggi karena memiliki jaringan sarang lebah di mana ikatan hibrida sp^2 terdapat dalam bidang yang kuat. Struktur *graphene* ditunjukkan pada Gambar 3.



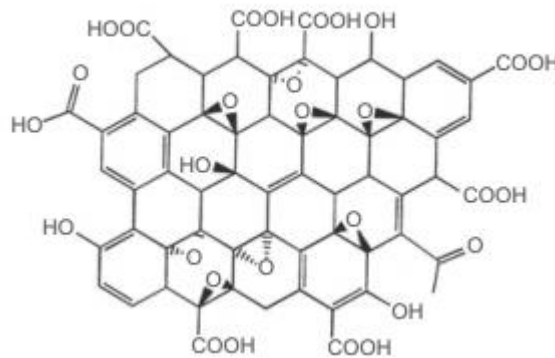
Gambar 3. Struktur *graphene* (Bai *et al.*, 2019).

Graphene dapat digunakan sebagai material adsorben, karena luas permukaan spesifiknya yang tinggi sekitar $2360 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, memiliki stabilitas kimia, fleksibilitas dan struktur yang kaya elektron π (Sun *et al.*, 2017). Namun, karena memiliki luas permukaan spesifik yang tinggi mengakibatkan cenderung membentuk agregasi melalui interaksi *van der waals* dan interaksi ikatan π (Kong *et al.*, 2021). Hal ini dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan adsorpsi *graphene*. *Graphene oxide* merupakan material turunan *graphene* yang dapat memberikan permukaan dengan sifat yang sesuai untuk mengatasi hal tersebut serta memiliki kapasitas adsorpsi yang lebih baik (Neolaka *et al.*, 2020)

2.4. *Graphene Oxide (GO)*

Graphene oxide (GO) merupakan bentuk teroksidasi dari *graphene* yang mengandung gugus fungsi oksigen reaktif, seperti gugus hidroksil (-OH), epoksi (C-O C), karbonil (-C=O), dan asam karboksilat (-COOH) sehingga banyak digunakan diberbagai aplikasi (Tohamy *et al.*, 2020). Gugus fungsi yang terdapat pada GO menyebabkan jarak antar lapisan menjadi lebih lebar dan membuatnya menjadi lebih bersifat hidrofilik bila dibanding dengan *graphene*. GO memiliki struktur karbon heksagonal yang mirip dengan *graphene* (Smith *et al.*, 2019) sehingga memungkinkan untuk mengikat ion logam dan molekul organik bermuatan positif melalui interaksi elektrostatik dan koordinasi (Jahan *et al.*, 2022). Selain itu, GO memiliki kapasitas adsorpsi yang tinggi, serta permukaan yang dapat dimodifikasi. Hal ini membuat GO dapat dijadikan adsorben fase

padat yang efektif dan menarik dalam DSPE. Adapun Struktur GO ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur *graphene oxide* (Bai *et al.*, 2019).

GO dapat disintesis menggunakan beberapa metode diantaranya, metode Brodie, Staudenmaier, Hummers, dan Hummers termodifikasi. Metode Brodie menggunakan grafit dan kalium klorat (KClO_3) 1:3 yang dicampur dan direaksikan dengan HNO_3 selama 3-4 hari pada suhu 60°C . Pada metode ini masih terdapat banyak kekurangan dikarenakan proses oksidasi yang berlangsung sangat lama. Selain itu, penggunaan KClO_3 sangat berbahaya karena dapat menyebabkan ledakan serta HNO_3 yang dapat menghasilkan gas-gas beracun seperti NO_2 (Zaaba *et al.*, 2017).

Pada tahun 1898 muncul metode Staudenmaier yang merupakan pengembangan dari metode Brodie. Pada metode ini penggunaan HNO_3 digantikan dengan H_2SO_4 dan menggunakan suhu 90°C sehingga berhasil menjadikan proses oksidasi berlangsung lebih cepat, namun pada metode ini masih digunakan KClO_3 sehingga, dikembangkanlah metode yang lebih aman, praktis, dan efisien waktu yaitu metode Hummers. Pada metode ini KClO_3 digantikan dengan KMnO_4 untuk mencegah ledakan spontan yang mungkin terjadi selama proses oksidasi dan HNO_3 diganti dengan NaNO_3 untuk mencegah terbentuknya kabut asam. KMnO_4 dan NaNO_3 bertindak sebagai pengoksidasi. Metode ini hanya membutuhkan waktu beberapa jam untuk menghasilkan GO dengan kualitas yang baik. Selain

itu, metode ini menghasilkan lebih banyak oksigen daripada metode Brodie. Namun, metode Hummers masih memiliki kekurangan, yaitu penggunaan NaNO_3 akan menghasilkan gas beracun seperti NO_2 dan N_2O_4 . Selain itu, residu ionik berupa Na^+ dan NO_3^- sangat sulit untuk dihilangkan saat proses pemurnian GO (Alam *et al.*, 2017). Oleh karena itu, dikembangkan metode Hummers termodifikasi dengan menghilangkan penggunaan NaNO_3 , meningkatkan oksidan KMnO_4 , melakukan reaksi dalam H_2SO_4 atau dalam campuran $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_3\text{PO}_4$, penambahan H_2O_2 , serta melakukan eksfoliasi menggunakan ultrasonik (Zaaba *et al.*, 2017). Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan metode Hummers termodifikasi karena lebih aman, praktis, dan efisien.

2.5. Kulit Singkong

Singkong merupakan makanan pokok ketiga bagi masyarakat Indonesia setelah padi dan jagung. Singkong dapat tumbuh sepanjang tahun di iklim tropis dan memiliki daya adaptasi yang tinggi terhadap berbagai kondisi tanah. Provinsi Lampung tercatat sebagai salah satu penghasil singkong terbesar di Indonesia. Tercatat jumlah produksi singkong di Lampung mencapai sekitar 6,68 juta ton pada tahun 2018 (Badan Pusat Statistik, 2018). Produksi singkong yang tinggi, menyebabkan tingginya juga limbah kulit singkong yang dihasilkan. Selama ini limbah kulit singkong tidak dimanfaatkan secara maksimal, limbah tersebut hanya digunakan untuk pakan ternak dan selebihnya dibuang. Kulit singkong merupakan limbah agroindustri dari pengolahan singkong seperti industri makanan, pengolahan tepung tapioka, dan industri fermentasi (Putri *et al.*, 2017). Dalam setiap umbi singkong terkandung kulit singkong mencapai 16% dari berat umbi singkong tersebut (Suprabawati dkk., 2018). Kulit singkong ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Kulit singkong.

Kulit singkong memiliki kandungan karbohidrat yang tinggi, selulosa non pereduksi, serat kasar, serta asam sianida. Komponen tersebut mengandung gugus fungsi -OH, -NH₂, -SH dan -CN yang dapat mengikat logam. Selain itu, di dalamnya terdapat unsur karbon yang cukup tinggi serta unsur-unsur lain yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Persentase kandungan kulit singkong

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

(Sulaiman *et al.*, 2019)

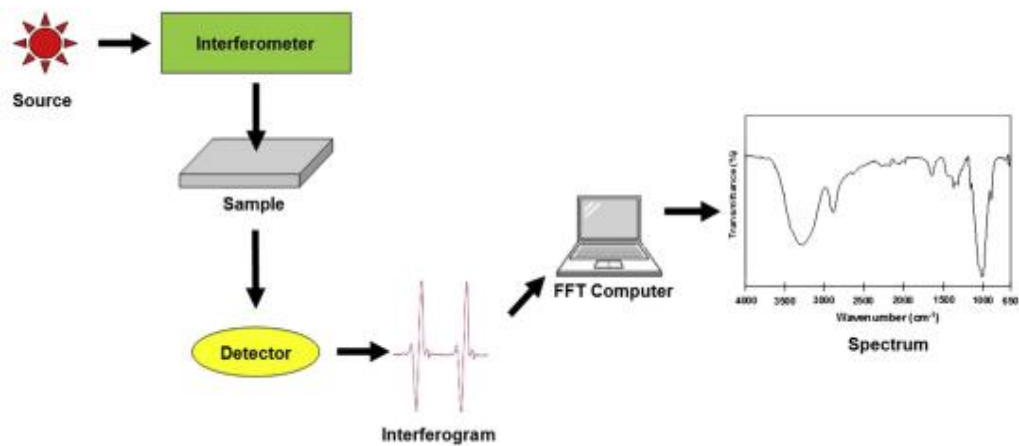
Selulosa pada kulit singkong bila diaktifkan secara kimia dan fisika memiliki luas permukaan yang meningkat dan dapat digunakan sebagai adsorben. Peningkatan ini disebabkan oleh penguraian senyawa organik yang berlangsung sangat cepat dan tidak terkendali, sehingga merusak susunan cincin karbon segi enam yang ada (Sulaiman *et al.*, 2019). Hal tersebut yang menjadi dasar bahwa kulit singkong dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan *graphene oxide* untuk adsorben yang dapat mengadsorpsi logam, senyawa organik, zat warna, termasuk residu antibiotik *ciprofloxacin*.

2.6. Karakterisasi

2.6.1. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan instrumen analisis universal untuk mengevaluasi berbagai material, khususnya untuk identifikasi material yang tidak diketahui. FTIR telah banyak digunakan untuk mengidentifikasi zat murni, campuran, pengotor, dan komposisi berbagai material. FTIR juga telah membantu dalam menjelaskan proses yang berbeda mengenai banyak senyawa atau material (Kowalczuk and Pitucha, 2019). Spektrofotometer FTIR dapat digunakan untuk identifikasi senyawa, khususnya senyawa organik, kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam suatu senyawa yang dianalisis sedangkan, analisis kuantitatif digunakan untuk menentukan konsentrasi analit dalam sampel.

Prinsip kerja FTIR adalah adanya interaksi antara materi (molekul senyawa kompleks) dengan energi (sinar inframerah) yang mengakibatkan adanya vibrasi pada molekul-molekul dimana besarnya energi vibrasi tersebut berbeda-beda tiap komponen molekul tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatannya sehingga akan menghasilkan frekuensi yang berbeda. Adanya perbedaan tingkat energi vibrasi komponen molekul tersebut, dapat mengidentifikasi keberadaan komponen atau gugus fungsi dalam molekul. Mekanisme kerja Spektrofotometer FTIR yaitu sumber cahaya inframerah akan menyinari sampel melewati suatu celah, celah tersebut akan mengontrol jumlah energi yang diteruskan menuju sampel. Sinar infrared tersebut sebagian akan diserap dan sebagian lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel menuju detektor dan sinyal yang diterima detektor akan diteruskan ke komputer. Proses tersebut ditunjukkan pada Gambar 6.



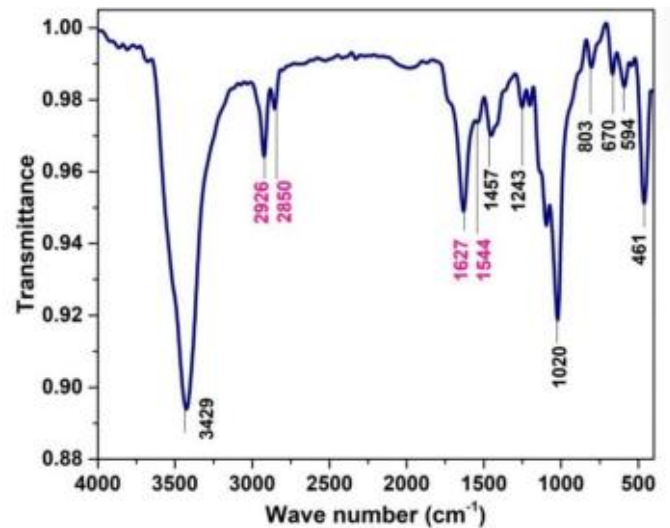
Gambar 6. Skema instrumen FTIR (Mohamed *et al.*, 2017).

Data spektrum FTIR yang dihasilkan dapat berupa absorbansi versus bilangan gelombang atau transmitansi versus bilangan gelombang. Spektrum IR terbagi menjadi tiga daerah bilangan gelombang yakni, spektrum IR jauh ($< 400 \text{ cm}^{-1}$), spektrum IR tengah ($400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$), spektrum IR dekat ($4000\text{-}13000 \text{ cm}^{-1}$). Spektrum IR tengah merupakan yang paling banyak digunakan dalam analisis sampel, akan tetapi spektrum IR jauh dan dekat juga berkontribusi dalam memberi informasi tentang sampel yang dianalisis. Adapun Spektrum IR tengah dibagi menjadi empat wilayah:

- (i) daerah ikatan tunggal ($2500\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$),
- (ii) daerah ikatan rangkap tiga ($2000\text{-}2500 \text{ cm}^{-1}$),
- (iii) daerah ikatan rangkap ($1500\text{-}2000 \text{ cm}^{-1}$),
- (iv) daerah sidik jari ($600\text{-}1500 \text{ cm}^{-1}$)

(Nandiyanto *et al.*, 2019).

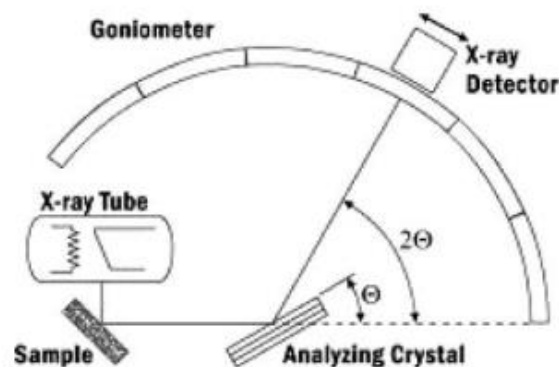
Adapun contoh hasil karakterisasi FTIR GO ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Contoh hasil karakterisasi FTIR GO (Surekha *et al.*, 2020).

2.6.2. X-Ray Diffraction (XRD)

Metode analisis untuk mengetahui struktur kristal, derajat kristalinitas, dan perubahan fase adalah X-Ray Diffraction (XRD). Atom-atom yang tersusun di dalam kristal akan menghasilkan pola difraksi sinar-X yang berbeda tergantung pada konfigurasi yang terbentuk oleh atom-atom dalam kristal (Alfarisa dkk., 2018). X-ray Diffractometer merupakan alat yang digunakan untuk memeriksa struktur kristal dari bahan atau zat yang halus (Oktamuliani dkk., 2015). Difraktometer sinar-X terdiri dari tiga komponen dasar yaitu tabung sinar-X, tempat sampel, dan detektor sinar-X, dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema sistem diffractometer (Bunaciu *et al.*, 2015).

Prinsip XRD adalah difraksi sinar-X ditembakkan pada suatu padatan kristal akan mengenai elektron dalam atom dan terjadi vibrasi pada awan elektron lalu sinar-X terdifraksi yang akan berinterferensi membentuk suatu pola khas dan berbeda untuk setiap bentuk kristalin (Mukaromah *et al.*, 2018). XRD didasarkan pada penerapan prinsip Bragg yakni perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X merupakan kelipatan panjang gelombang dengan persamaan 1:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (1)$$

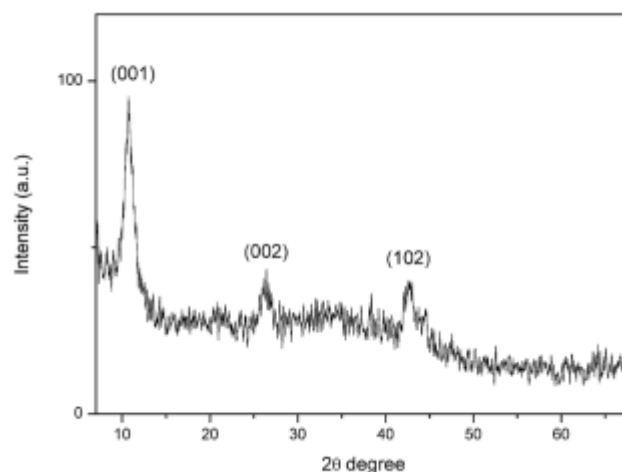
dengan n adalah bilangan bulat.

λ adalah panjang gelombang sinar-X.

d adalah jarak antar bidang.

θ adalah sudut difraksi.

Difraktogram akan memberikan informasi deretan puncak difraksi dengan intensitas relatif sepanjang nilai 2θ pada rentang yang ditentukan. Besar intensitas relatif puncak yang muncul tergantung pada banyaknya atom di dalam sampel dan distribusinya dalam material (Sumari dkk., 2020). Intensitas puncak difraksi memberikan informasi nomor atom dan posisi atom dalam sel, sedangkan posisi puncak difraksi memberikan informasi tentang ukuran dan bentuk sel satuan (Ali *et al.*, 2022). Data yang diperoleh dari XRD dapat berupa kualitatif maupun kuantitatif mengenai komposisi fase-fase dalam kristal. Terdapat tiga informasi penting dan perlu diperhatikan yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi fase-fase dalam suatu material yakni posisi sudut difraksi maksimum, intensitas puncak dan distribusi intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi (Pratama *et al.*, 2019). Adapun contoh hasil XRD GO ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Contoh hasil XRD GO (Özgan and Eskalen, 2020).

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

Mikroskop elektron yang memiliki kemampuan untuk menghasilkan citra permukaan suatu sampel dengan resolusi tinggi adalah *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (Septiano dkk., 2021). SEM digunakan untuk menyelidiki dan mencitrakan berbagai sifat dari material seperti topografi, struktur, komposisi, dan emisi cahaya (Cowan *et al.*, 2019). Prinsip kerja SEM yakni dengan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi (100 eV-30 keV) pada permukaan benda. Permukaan yang dikenai berkas elektron energi tinggi tersebut akan memantulkan kembali berkas tersebut (menghasilkan elektron sekunder ke segala arah) dan terdapat satu arah dimana berkas tersebut dipantulkan dengan intensitas paling tinggi. Elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi tersebut akan terdeteksi dan ditentukan lokasinya oleh detektor di dalam SEM. Arah tersebut akan memberikan informasi mengenai topografi, struktur, komposisi, dan emisi cahaya permukaan benda. SEM menghasilkan gambar tiga dimensi hitam putih, gambar yang dihasilkan dapat diperbesar hingga 10 nm.

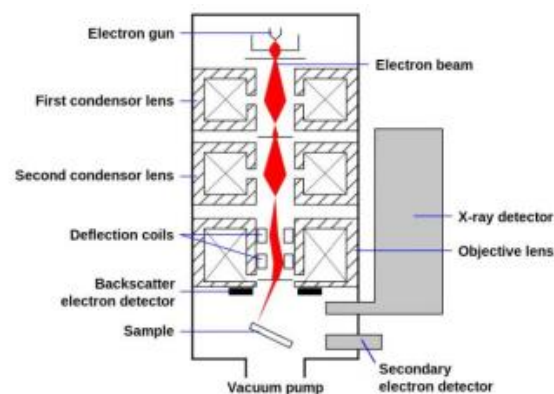
Adapun komponen-komponen yang terdapat dalam SEM diantaranya

- Electron Source Thermionic
- Gun Field Emission

- Gun Electromagnetic dan atau Electrostatic Lenses
- Vacuum chamber
- Sample chamber and stage
- Computer Detectors (satu atau lebih)
- Secondary Electron Detector (SED)
- Backscatter Detector Diffracted Backscatter Detector (EBSD)
- X-ray Detector (EDS)

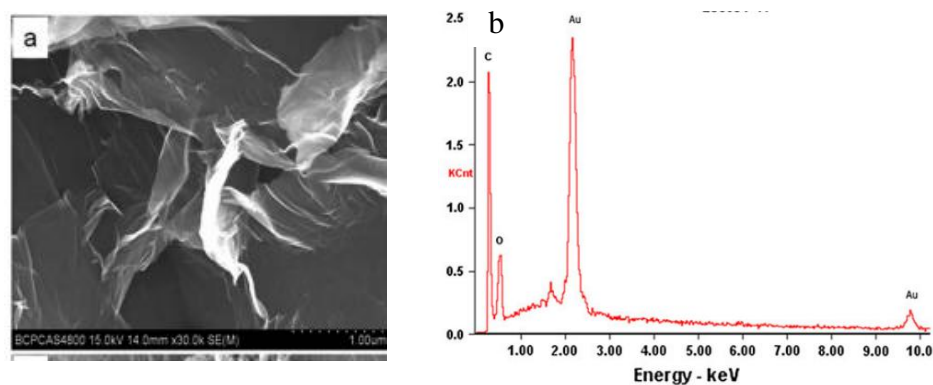
(Choudhary and Priyanka, 2017)

Komposisi unsur yang terkandung dalam suatu material dapat diamati dengan menggunakan EDX atau EDS. EDX terangkai langsung pada SEM, sehingga terintegrasi dan tanpa SEM tidak dapat bekerja. Terdapat empat komponen utama EDX yaitu sumber sinar, detektor sinar-X, prosesor pulsa, dan analisa. Detektor digunakan untuk mengonversi sinar-X menjadi bentuk sinyal, yang kemudian sinyal tersebut dikirimkan ke prosesor pulsa sehingga sinyal itu dapat diukur dan selanjutnya *analyzer* akan menampilkan data dan analisis material tersebut. EDX dapat mengetahui unsur-unsur yang terkandung disertai persentase berat pada unsur tersebut. Unsur-unsur dengan nomor atom kurang dari 4 (H, He, dan Li) tidak dapat terdeteksi oleh detektor EDX. Skema instrumen SEM-EDX ditunjukkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Skema instrumen SEM (Choudhary and Priyanka, 2017).

Adapun contoh hasil karakterisasi SEM-EDX GO ditunjukkan pada Gambar 11.

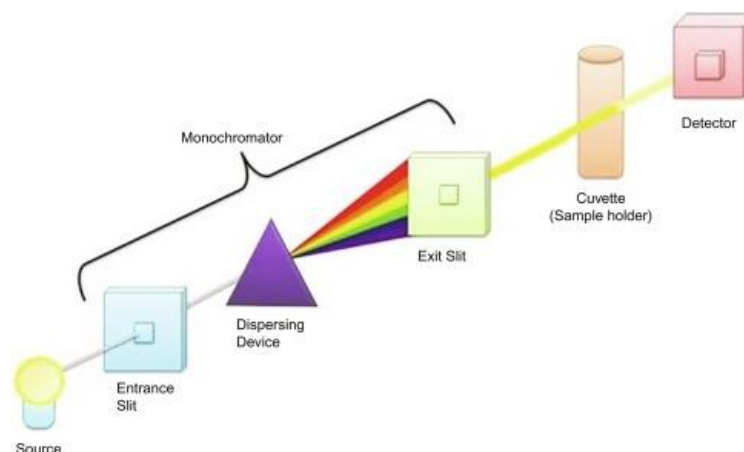


Gambar 11. Contoh hasil karakterisasi GO (a) SEM (Chen and Ye, 2017), (b) EDX (Chang *et al.*, 2011).

2.8. Spektrofotometri Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

Spektrofotometri UV-Vis merupakan metode untuk mengukur panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet dan cahaya tampak yang diserap oleh suatu sampel. Prinsip dasar metode spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada pengukuran panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet dan cahaya tampak yang diserap sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sampel diberi radiasi UV (ultraviolet) pada panjang gelombang 180-380 nm atau cahaya tampak (visible light) pada panjang gelombang 380-780 nm. Penyerapan radiasi mengakibatkan promosi elektron dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi dalam gugus fungsi yang disebut kromofor. Data serapan ini akan dihasilkan oleh spektrofotometri UV-Vis berupa transmitansi atau absorbansi yang dapat dibaca oleh spektrofotometer sebagai spektrum UV-Vis. Eksitasi elektron yang terjadi pada spektrofotometri UV-Vis dicatat dalam bentuk spektrum yang dinyatakan sebagai panjang gelombang dan absorbansi, sesuai dengan jenis elektron yang ada dalam molekul yang dianalisis. Semakin mudah elektron tereksitasi, semakin besar panjang gelombang yang diserap, semakin banyak elektron tereksitasi, semakin tinggi absorbansinya (Pratiwi dan Nandiyanto, 2022).

Spektrofotometer UV-*Vis* secara umum memiliki komponen yang terdiri dari sumber radiasi, monokromator, tempat sampel dan detektor yang dihubungkan dengan printer atau komputer, seperti ditunjukkan pada Gambar 12.



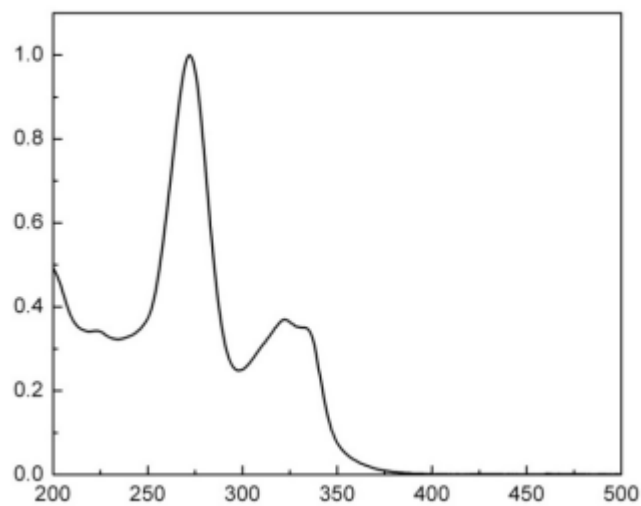
Gambar 12. Skema instrumen spektrofotometer UV-*Vis* (Suhartati, 2017).

Spektrofotometer UV-*Vis* memiliki dua tipe yakni

- *Single-beam*, dapat digunakan untuk analisis kuantitatif dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tunggal.
- *Double-beam*, memiliki dua berkas sinar yang terbentuk oleh potongan cermin yang berbentuk V yang disebut pemecah sinar. Sinar pertama melewati larutan blanko dan sinar kedua secara serentak melewati sampel (Suhartati, 2017).

Spektrofotometer UV-*Vis* banyak digunakan untuk menganalisis zat organik maupun anorganik. Kelebihan spektrofotometer UV-*Vis* yakni memiliki ketelitian tinggi dengan kesalahan relatif antara 1-3%, selektif, analisis yang dilakukan cepat dan tepat, juga dapat menentukan kuantitas zat yang sangat kecil, serta cukup akuratnya hasil analisis, dimana hasil tercatat langsung oleh detektor dan tercetak dalam bentuk angka digital maupun grafik regresi (Rohmah dkk., 2021).

Analisis *ciprofloxacin* dapat menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Namun UV-Vis memiliki selektivitas terbatas karena beberapa senyawa mungkin memiliki spektrum yang sama atau serupa sehingga biasanya dilengkapi dengan teknik spektroskopi tambahan seperti IR untuk konfirmasi analit positif. Adapun contoh hasil panjang gelombang maksimum *ciprofloxacin* ditunjukkan pada Gambar 13.



Gambar 13. Contoh hasil panjang gelombang maksimum *ciprofloxacin* (Silva *et al.*, 2014).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan selama bulan Oktober 2022-Mei 2023 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi GO menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan uji adsorpsi-desorpsi GO dengan antibiotik *Ciprofloxacin* menggunakan Spektrofotometer Ultraviolet-Visible (UV-Vis) dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung. Karakterisasi GO menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang.

3.2. Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas beaker, labu erlenmeyer, labu ukur, neraca analitik (AND HR-150A 152 g/0,1 mg), tabung reaksi, rak tabung reaksi, mortar dan alu, *hot plate magnetic stirrer* (Stuart Biocote R200000 685), *spinbar*, *centrifuge* (Fischer Scientific 1827001027164), tabung *centrifuge*, oven (Memmert 55), corong kaca, pipet tetes, pipet volume, *bulp* pipet, kertas saring, cawan krus, batang pengaduk, spatula, pH meter (Water Tester EZ-9901), botol semprot, desikator, ultrasonik (1510 Branson), FTIR (Agilent Cary 630), SEM-EDX (EVO® MA 10), XRD (XPRT PRO PANalytical PW3040/60) dan Spektrofotometer UV-Vis (Agilent Cary 100).

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah kulit singkong, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (*Supelco Sigmaaldrich*), H_2SO_4 pekat (*Supelco Sigmaaldrich*), KMnO_4 (*MerckTM*), H_2O_2 30% (*Supelco Sigmaaldrich*), BaCl_2 (*MerckTM*), antibiotik standar *ciprofloxacin* (*Hexpharm Jaya*), HCl 37% (*Smart-Lab*), NaOH (*MerckTM*), metanol (*Supelco Sigmaaldrich*), etanol (*Supelco Sigmaaldrich*), asam asetat glasial (*Smart-Lab*), dan akuades.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Pembuatan *Graphite* dari Limbah Kulit Singkong

Limbah kulit singkong dicuci hingga bersih dengan air untuk menghilangkan kotoran, lalu dipotong kecil-kecil setelah itu dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari, kemudian dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1,5 jam dalam oven. Kulit singkong yang sudah kering digerus lalu dimasukkan ke dalam cawan krus sebanyak $\pm 6\text{ g}$, lalu difurnace dengan suhu maksimum $350\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Arang yang diperoleh didinginkan selama 15 menit dalam desikator, kemudian digerus menggunakan mortar hingga halus dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh (Kristianingrum *et al.*, 2022; Dewi, 2020).

Arang yang diperoleh ditimbang sebanyak 5 g, dimasukkan ke dalam *beaker glass* 1000 mL, lalu ditambahkan 500 mL akuades dan diaduk dengan kecepatan 600 rpm menggunakan *magnetic stirrer*, selanjutnya 4 mL larutan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditambahkan ke dalamnya. Kecepatan putaran ditambah hingga 900 rpm pada suhu ruang. pH larutan campuran diubah hingga mendekati pH 2 dengan penambahan HCl 1 M secara perlahan, kemudian dilakukan pengadukan selama 5 jam pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$. Setelah itu larutan *dicentrifuge* untuk memisahkan supernatan dari endapan *graphite*. Endapan dicuci hingga pH 7 (netral) dengan akuades lalu disaring dengan kertas saring ($20\mu\text{m}$), selanjutnya endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam dilanjutkan dengan suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam, kemudian didinginkan dalam desikator selama 15 menit (Akhavan *et al.*, 2014; Dewi, 2020).

3.3.2. Pembuatan *Graphene Oxide* (GO) Menggunakan Metode Hummers Termodifikasi

1 g *graphite* dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 mL, ditambahkan H₂SO₄ pekat sebanyak 23 mL, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* dalam wadah berisi es (*ice bath*) selama 30 menit, kemudian ke dalam campuran tersebut 3 g KMnO₄ ditambahkan secara perlahan, suhu dipertahankan agar berada di bawah 10 °C. Setelah itu, campuran diaduk pada suhu 35 °C selama 30 menit, ditambahkan 46 mL akuades setelahnya secara perlahan hingga terjadi kenaikan suhu mencapai 98 °C, kemudian didiamkan selama 15 menit (Sujiono *et al.*, 2020; Li *et al.*, 2013).

Akuades sebanyak 140 mL ditambahkan ke dalam campuran, diikuti dengan penambahan 10 mL larutan H₂O₂ 30% sembari diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit untuk mengoptimalkan reaksi oksidasi yang terjadi. Suspensi yang terbentuk kemudian dicuci berulang kali dengan HCl 5% untuk menghilangkan ion sulfat dan diuji dengan larutan barium klorida untuk memastikan ion sulfat telah hilang, ditandai dengan tidak munculnya endapan berwarna putih. Setelah itu, dicuci dengan akuades secara berulang hingga mencapai pH 5, kemudian larutan dipisahkan dengan *centrifuge* selama 10 menit. Endapan yang dihasilkan didispersikan dalam 450 mL akuades, lalu disonikasi selama 30 menit, kemudian disaring dengan kertas saring (20µm). Endapan yang terpisah kemudian dikeringkan pada suhu 60 °C selama 5 jam dalam oven (Sujiono *et al.*, 2020; Li *et al.*, 2013).

3.3.3. Karakterisasi *Graphene Oxide* (GO)

Karakterisasi gugus fungsi dilakukan menggunakan FTIR, untuk mengetahui morfologi, identifikasi unsur, dan komposisi kuantitatif dilakukan menggunakan SEM-EDX, serta tingkat kristalinitas diidentifikasi menggunakan XRD.

3.3.4. Pembuatan Larutan Induk *Ciprofloxacin* 500 ppm

Padatan antibiotik *ciprofloxacin* sebanyak 12,5 mg dilarutkan dengan HCl 0,1 M dalam labu ukur 25 mL hingga tanda tera, lalu dihomogenkan.

3.3.5. Pembuatan Larutan Standar *Ciprofloxacin*

Larutan standar *ciprofloxacin* 10 ppm dibuat dengan memipet larutan *ciprofloxacin* 50 ppm sebanyak 20 mL kedalam labu ukur 100 mL, sedangkan larutan standar *ciprofloxacin* 2; 4; 6; dan 8 ppm dengan memipet larutan *ciprofloxacin* 10 ppm sebanyak 5; 10; 15; dan 20 mL kedalam labu ukur 25 mL kemudian ditambahkan HCl 0,1 M hingga tanda tera, lalu dihomogenkan.

3.3.6. Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE)

3.3.6.1. Penentuan Konsentrasi Optimum

Serbuk GO sebanyak 20 mg dimasukkan ke dalam gelas beaker, ditambahkan masing-masing sebanyak 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* pH 1 dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; 10 dan 12 ppm, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit, lalu dipisahkan dengan *centrifuge* selama 15 menit, kemudian disaring menggunakan kertas saring (20 μ m), filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan 2 kali pengulangan (Yadav *et al.*, 2018; Kistianti, 2022).

3.3.6.2. Penentuan pH Optimum

Serbuk GO sebanyak 20 mg dimasukkan ke dalam gelas beaker, ditambahkan masing-masing 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* konsentrasi optimum yang sudah diatur pHnya 1; 2; 3; 4; dan 5 menggunakan larutan HCl 0,1 M dan larutan NaOH 0,1 M. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit, lalu dipisahkan dengan *centrifuge* selama 15 menit, kemudian disaring menggunakan kertas saring (20 μ m), filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan 2 kali pengulangan (Gamoń *et al.*, 2022).

3.3.6.3. Penentuan Massa Optimum

Serbuk GO ditimbang sebanyak 10; 15; 20; 25 dan 35 mg, lalu dimasukkan ke dalam gelas beaker, ditambahkan masing-masing 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* konsentrasi dan pH optimum. Campuran tersebut diaduk

menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit, lalu dipisahkan dengan *centrifuge* selama 15 menit, kemudian disaring menggunakan kertas saring (20 μm), filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan 2 kali pengulangan (Jara-cobos *et al.*, 2023; Kistianti, 2022).

3.3.6.4. Penentuan Waktu Optimum

Serbuk GO ditimbang sebanyak massa optimumnya, dimasukkan ke dalam gelas beaker, ditambahkan masing-masing 20 mL larutan standar *ciprofloxacin* konsentrasi dan pH optimum. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2,5; 5; 10; 20; 30 dan 40 menit. Lalu dipisahkan dengan *centrifuge* selama 15 menit, kemudian disaring menggunakan kertas saring (20 μm), filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan 2 kali pengulangan (Chen and Ye, 2017).

3.3.6.5. Penentuan Persen Adsorpsi dalam Kondisi Optimum

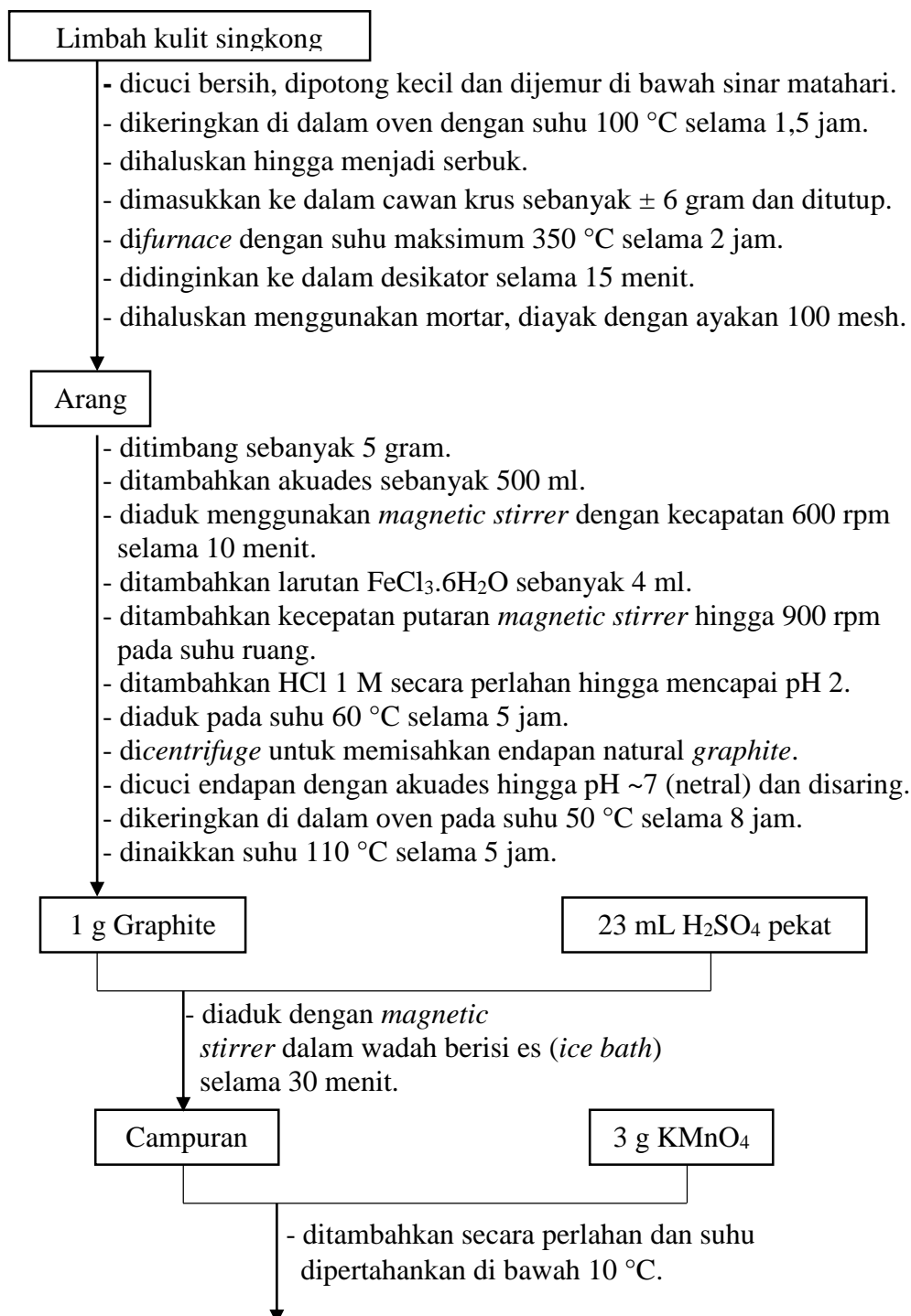
Larutan standar antibiotik *ciprofloxacin* sebanyak 20 mL dengan konsentrasi dan pH optimum ditambahkan ke dalam serbuk GO dengan massa optimum. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sesuai waktu optimum, lalu dipisahkan dengan *centrifuge* selama 15 menit, disaring menggunakan kertas saring (20 μm), filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan 2 kali pengulangan.

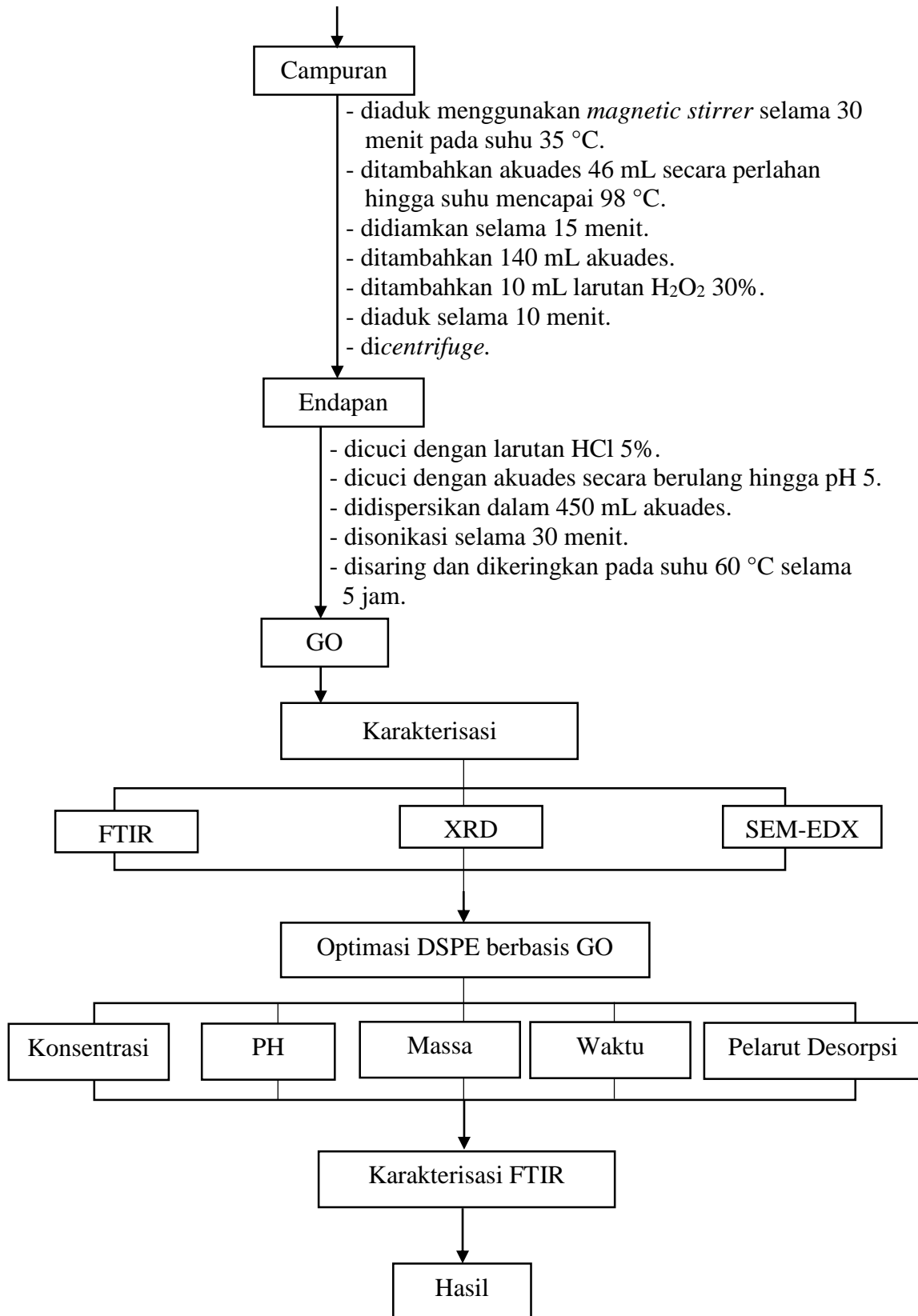
3.3.6.6. Penentuan Pelarut Desorpsi Optimum

Larutan standar antibiotik *ciprofloxacin* sebanyak 20 mL dengan konsentrasi dan pH optimum ditambahkan ke dalam serbuk GO dengan massa optimum. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sesuai waktu optimum, lalu dipisahkan dengan *centrifuge* selama 15 menit, disaring menggunakan kertas saring (20 μm). Endapan yang tersisa dielusi masing-masing menggunakan pelarut metanol, etanol, dan metanol- asam asetat (80/20, v/v), kemudian disaring

dan filtrat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 277 nm dan dilakukan 2 kali pengulangan (Chen and Ye, 2017).

Adapun skema umum dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 14.





Gambar 14. Skema umum penelitian.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

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

1. Penelitian ini telah berhasil memperoleh GO dari limbah kulit singkong dengan karakteristik GO yang diperoleh berdasarkan hasil FTIR, memiliki gugus fungsi hidroksil pada bilangan gelombang 3205 cm^{-1} , karbonil pada bilangan gelombang 1900 cm^{-1} , karboksil pada bilangan gelombang 1699 cm^{-1} , dan epoksi pada bilangan gelombang 1170 cm^{-1} .
2. Berdasarkan hasil XRD, GO memiliki sudut 2θ pada $21,22^\circ$, dan $23,72^\circ$ dengan bentuk amorf, serta berdasarkan SEM-EDX memiliki morfologi permukaan berkerut dan bergelombang (*wavy wrinkled areas*) membentuk serpihan lembaran dengan permukaan halus, serta memiliki komposisi unsur karbon dan oksigen yang cukup tinggi sebesar 56,37% dan 43,20%, serta adanya sedikit kalium sebesar 0,43%.
3. Kondisi optimum DSPE diperoleh pada konsentrasi 6 ppm, pH 3, massa 25 mg, waktu kontak optimum 30 menit dengan adsorpsi sebesar 89,37%, dan pelarut desorpsi menggunakan pelarut metanol-asam asetat (80/20, v/v).
4. Adsorben GO dari limbah kulit singkong efektif digunakan dalam mengadsorpsi senyawa antibiotik *ciprofloxacin* serta dapat digunakan sebagai alternatif fase padat DSPE dalam penentuan residu antibiotik *ciprofloxacin*.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka pada penelitian selanjutnya disarankan:

1. Memperpanjang waktu sonikasi agar *graphite oxide* mengelupas lebih maksimal sehingga terbentuk lembaran-lembaran *graphene oxide*.
2. Melakukan pengujian nilai zeta potensial untuk mengetahui muatan pada adsorben GO sehingga dapat diketahui lebih jelas pengaruh pH pada adsorpsi antibiotik.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhavan, O., Bijanzad, K., and Mirsepah, A. 2014. Synthesis of Graphene from Natural and Industrial Carbonaceous Wastes. *RSC Advances*, 4(39), 20441-20448.
- Alam, S. N., Sharma, N., and Kumar, L. 2017. Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (RGO). *Graphene*, 6(01), 1-18.
- Alfarisa, S., Rifai, D. A., dan Toruan, P. L. 2018. Studi Difraksi Sinar-X Struktur Nano Seng Oksida (ZnO). *Risalah Fisika*, 2(2), 53-57.
- Ali, A., Chiang, Y. W., and Santos, R. M. 2022. X-Ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *Minerals*, 12(2), 4-5.
- 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. *Journal of AOAC International*, 86(2), 412-431.
- Anggriani, U. M., Hasan, A., dan Purnamasari, I. 2021. Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif dalam Penurunan Konsentrasi Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb). *Jurnal Kinetika*, 12(02), 29-37.
- Badan Pusat Statistik. 2018. *Tanaman Ubi Kayu Per-Provinsi*. BPS. Jakarta
- Bai, R. G., Muthoosamy, K., Manickam, S., and Hilal-Alnaqbi, A. 2019. Graphene-Based 3D Scaffolds in Tissue Engineering: Fabrication, Applications, and Future Scope in Liver Tissue Engineering. *International Journal of Nanomedicine*, 14, 5753-5783.
- Brisebois, P. P., and Siaj, M. 2020. Harvesting Graphene Oxide Years 1859 to 2019: A Review of its Structure, Synthesis, Properties and Exfoliation. *Journal of Materials Chemistry C*, 8(5), 1517-1547.
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. gabriela, and Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289-299.

- Chang, L., Wu, S., Chen, S., and 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, X., and 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.
- Choudhary, O. P., and Priyanka. 2017. Scanning Electron Microscope: Advantages and Disadvantages in Imaging Components. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, 6(5), 1877-1882.
- Cowan, C. T., Alasmari, A., Avis, W., Bruckbauer, J., Edwards, P. R., Hourahine, B., Krausel, S., Kusch, G., Johnston, R., Naresh-Kumar, G., Martin, R. W., Nouf-Allahiani, M., Pascal, E., Spasevski, L., Thomson, D., Vespucci, S., Parbrook, P. J., Smith, M. D., Enslin, J., Winkelmann, A. 2019. Scanning Electron Microscopy as a Flexible Technique for Investigating the Properties of UV-Emitting Nitride Semiconductor Thin Films. *Photonics Research*, 7(11), 73-74.
- Dewi, K. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Natural Graphite dan Graphite Oxide (GO) dari Limbah Tongkol Jagung. *Skripsi*. Universitas Pertamina.
- Dong, S., Lou, Q., Huang, G., Guo, J., Wang, X., and Huang, T. 2018. Dispersive Solid-Phase Extraction Based on MoS₂/carbon Dot Composite Combined with HPLC to Determine Brominated Flame Retardants in Water. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 410(28), 7337-7346.
- Fahrul, M., Hanifah, R., Jaafar, J., Aziz, M., Fauzi, A., Rahman, M. A., and Dzarfan, M. H. 2015. Synthesis of Graphene Oxide Nanosheets via Modified Hummers Method and its Physicochemical Properties. *Jurnal Teknologi*, 1, 189-192.
- Faleye, A. C., Adegoke, A. A., Ramluckan, K., Bux, F., and Stenström, T. A. 2018. Antibiotic Residue in the Aquatic Environment: Status in Africa. *Open Chemistry*, 16(1), 890-903.
- Gamoń, F., Tomaszewski, M., Cema, G., and Ziemińska-Buczyńska, A. 2022. Adsorption of Oxytetracycline and Ciprofloxacin on Carbon-Based Nanomaterials as Affected by pH. *Archives of Environmental Protection*, 48(2), 34-41.
- 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. *IJERT*, 3(1), 35-42.
- Habte, A. T., Ayele, D. W., and Hu, M. 2019. Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide (rGO) Started from Graphene Oxide (GO) Using the Tour Method with Different Parameters. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2019, 2-3.
- Hidayah, N. M. S., Liu, W. W., Lai, C. W., Noriman, N. Z., Khe, C. S., Hashim,

- U., and Lee, H. C. 2017. Comparison on Graphite, Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide: Synthesis and Characterization. *AIP Conference Proceedings*, 1892, 4-5.
- Husnah, M., Hafizh, A. F., Rohman., Akfiny, H.A., and Ferry, I. 2017. A Modified Marcano Method for Improving Electrical Properties of Reduced Graphene Oxide (RGO). *Materials Research Express*, 4(6), 064001.
- 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 Samples: A Review. *International Journal of Analytical Chemistry*, 2017. 2-3.
- Jahan, N., Roy, H., Reaz, A. H., Arshi, S., Rahman, E., Firoz, S. H., and Islam, S. 2022. Case Studies in Chemical and Environmental Engineering Case Report a Comparative Study on Sorption Behavior of Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide Towards Methylene Blue. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 6, 1239.
- Jara-cobos, L., Montero, C., Menendez, M., and Pinos, V. 2023. Ciprofloxacin Removal Using Pillared Clays. *Water*. 15, 1-13.
- Johansson, C. H., Janmar, L., and Backhaus, T. 2014. Toxicity of Ciprofloxacin and Sulfamethoxazole to Marine Periphytic Algae and Bacteria. *Aquatic Toxicology*, 156, 248-258.
- Kang, J. H., Kim, T., Choi, J., Park, J., Kim, Y. S., Chang, M. S., Jung, H., Park, K. T., Yang, S. J., and Park, C. R. 2016. Hidden Second Oxidation Step of Hummers Method. *Chemistry of Materials*, 28(3), 756-764.
- Kaur, K., and Kant, C. 2022. Recent Development in the Sustainable Remediation of Antibiotics : A review. *Total Environment Research Themes*, 3-4, 100008.
- Kechagia, M., and Samanidou, V. 2017. Trends in Microextraction-Based Methods for the Determination of Sulfonamides in Milk. *Separations*, 4(3), 8-9.
- Kemenkes. 2016. *Profil Kesehatan Indonesia Tahun 2016*. Kemenkes. Jakarta.
- Khataei, M. M., Epi, S. B. H., Lood, R., Spégel, P., Yamini, Y., and Turner, C. 2022. A Review of Green Solvent Extraction Techniques and Their Use in Antibiotic Residue Analysis. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 209, 114487.
- Kim, C., Ryu, H. D., Chung, E. G., Kim, Y., and Lee, J. kwan. 2018. A Review of Analytical Procedures for the Simultaneous Determination of Medically Important Veterinary Antibiotics in Environmental Water: Sample Preparation, Liquid Chromatography, and Mass Spectrometry. *Journal of Environmental Management*, 217, 629-645.
- Kistianti, S. O. 2022. Aplikasi Graphene Oxide dari Limbah Kulit Singkong (Manihot Utilissima) untuk Ekstraksi Antibiotik Tetrasiklin. *Skripsi*. Universitas Lampung.

- Kong, Q., Shi, X., Ma, W., Zhang, F., Yu, T., Zhao, F., Zhao, D., and Wei, C. 2021. Strategies to Improve the Adsorption Properties of Graphene-Based Adsorbent Towards Heavy Metal Ions and Their Compound Pollutants: A Review. *Journal of Hazardous Materials*, 415, 794-796.
- Kowalczyk, D., and Pitucha, M. 2019. Application of FTIR Method for the Assessment of Immobilization of Active Substances in the Matrix of Biomedical Materials. *Materials*, 12(18), 56-58.
- Kristianingrum, S., Sulistyani., Larasati, A. R. 2022. The Effectiveness of Active Carbon Adsorbent of Cassava Peel (*Manihot Esculenta* Cranzts) in Reduce Level of Chromium Metal in Tannery Liquid Waste. *Indonesian Journal of Chemistry and Environment*, 5(2), 58-67.
- Li, F., Zhao, D. L., Bai, L. Z., and Zhang, D. D. 2013. Fabrication of Nano Hollow Graphene Oxide Spheres via Water in Oil Emulsion. *Applied Mechanics and Materials*, 320, 540-543.
- Liu, X., Wang, C., Wang, Z., Wu, Q., and Wang, Z. 2015. Nanoporous Carbon Derived from a Metal Organic Framework as a New Kind of Adsorbent for Dispersive Solid Phase Extraction of Benzoylurea Insecticides. *Microchimica Acta*, 182, 11-12.
- Lu, W., Ming, W., Zhang, X., and Chen, L. 2016. Molecularly Imprinted Polymers for Dispersive Solid-Phase Extraction of Phenolic Compounds in Aqueous Samples Coupled with Capillary Electrophoresis. *Electrophoresis*, 37(19), 2487-2495.
- Manousi, N., Plastiras, O. E., Deliyanni, E. A., and Zachariadis, G. A. 2021. Green Bioanalytical Applications of Graphene Oxide for the Extraction of Small Organic Molecules. *Molecules*, 26(9), 1-16.
- Maulinda, L., Nasrul, Z., dan Sari, D. N. 2015. Pemanfaatan Kulit Singkong sebagai Bahan Baku Karbon Aktif. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, 4(2), 11-19.
- Mohamed, M. A., Jaafar, J., Ismail, A. F., Othman, M. H. D., and Rahman, M. A. 2017. *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy in Membrane Characterization*. Elsevier. B.V. Amsterdam.
- Mukaromah, A. H., Azizah, I. H., Ariyadi, T., dan Mifbakhuddin. 2018. Karakterisasi Membran Zeolit ZSM-5 Berdasarkan Variasi Jenis dan Ukuran Kasa dengan Pre-Treatment Direndam dalam NaOH, HCl, dan Elektro-oksidasi dengan H₂SO₄. *Prosiding Seminar Unimus*, 1, 194-205.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., and Ragadhita, R. 2019. How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97-118.
- Nazri, S. R. B., Liu, W. W., Khe, C. S., Hidayah, N. M. S., Teoh, Y. P., Voon, C. H., Lee, H. C., and Adelyn, P. Y. P. 2018. Synthesis, Characterization and Study of Graphene Oxide. *AIP Conference Proceedings*, 2045(October

2016), 3-6.

- Neolaka, Y. A. B., Lawa, Y., Naat, J. N., Riwu, A. A. P., Iqbal, M., Darmokoesoemo, H., and 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.
- Nikolic, J. S., Stankov Jovanovic, V. P., Dimitrijevic, M. V., Cvetkovic, D. J., Stanojevic, L. P., Nikolic, L. B., and Mitic, 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. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 97(2), 112-123.
- Oktamuliani, S., Samsidar, Nasri, M., dan Nehru. 2015. Identifikasi Mineral Pada Batuan Granit di Geopark Merangin Provinsi Jambi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscopy. *JoP (Journal Online of Physics)*, 1(1), 12-17.
- Özgan, Ş., and Eskalen, H. 2020. Electrical Properties of the Octyl Cyanobiphenyl Nematic Liquid Crystal Dispersed with Graphene Oxide. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(22), 19787-19796.
- Pratama, R., Jalinus, N., Sari, N. R., dan Arafat, A. 2019. Analisis Struktur dan Fase Paduan Seng Mampu Terserap Tubuh untuk Aplikasi Implan Biomedis. *Ranah Research*, 1(4), 798-804.
- Pratiwi, R. A., and Nandiyanto, A. B. D. 2022. How to Read and Interpret UV-VIS Spectrophotometric Results in Determining the Structure of Chemical Compounds. *Indonesian Journal of Educational Research and Technology*, 2(1), 1-20.
- Putri, A., Eka, dan fathoni. 2017. Pemanfaatan Kulit Singkong sebagai Bahan Baku Arang Aktif dengan Variasi Konsentrasi NaOH dan Suhu. *Konversi*, 6(1), 7-8.
- Rafitasari, Y., Suhendar, H., Imani, N., Luciana, F., Radean, H., dan Santoso, I. 2016. Sintesis Graphene Oxide dan Reduced Graphene Oxide. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*. 5, 95-98.
- Rinawati, Hidayat, D., Supriyanto, R., Permana, D. F., and Yunita. 2019. Adsorption of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons using Low-Cost Activated Carbon Derived from Rice Husk. *Journal of Physics: Conference Series*, 1338(1), 6-7.
- Rohmah, S. A. A., Muadifah, A., dan 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.
- Rostamian, R., and Behnejad, H. 2018. A Comprehensive Adsorption Study and Modeling of Antibiotics as a Pharmaceutical Waste by Graphene Oxide

- Nanosheets. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 147, 117-123.
- Ścigalski, P., and Kosobucki, P. 2020. Recent Materials Developed for Dispersive Solid Phase Extraction. *Molecules*, 25(21), 1-26.
- Septiano, A. F., Susilo, dan Setyaningsih, N. E. 2021. Analisis Citra Hasil Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray (SEM EDX) Komposit Resin Timbal dengan Metode Contrast to Noise Ratio (CNR). *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*, 44(2), 81-85.
- Sharifpour, N., Moghaddam, F. M., Mardani, G., and Malakootian, M. 2020. Evaluation of the Activated Carbon Coated with Multiwalled Carbon Nanotubes in Removal of Ciprofloxacin from Aqueous Solutions. *Applied Water Science*, 10(6), 1-17.
- Sharma, D., Patel, R. P., Zaidi, S. T. R., Sarker, M. M. R., Lean, Q. Y., and Ming, L. C. 2017. Interplay of the Quality of Ciprofloxacin and Antibiotic Resistance in Developing Countries. *Frontiers in Pharmacology*, 8, 1-7.
- Siedlewicz, G., Borecka, M., Biak-Bielińska, A., Sikora, K., Stepnowski, P., and Pazdro, K. 2016. Determination of Antibiotic Residues in Southern Baltic Sea Sediments using Tandem Solid-Phase Extraction and Liquid Chromatography Coupled with Tandem Mass Spectrometry. *Oceanologia*, 58(3), 221-234.
- Silva, C., Carabineiro, S. A. C., Lima, M. J., Drazic, G., Figueiredo, J., and Faria, J. 2014. Titanium Dioxide-Based Photocatalysts for the Conversion of Water Pollutants. *Nanocomposites in Wastewater Treatment*, December, 235-260.
- Smith, A. T., LaChance, A. M., Zeng, S., Liu, B., and Sun, L. 2019. Synthesis, Properties, and Applications of Graphene Oxide/Reduced Graphene Oxide and Their Nanocomposites. *Nano Materials Science*, 1(1), 31-47.
- Socas-Rodríguez, B., Herrera-Herrera, A. V., Asensio-Ramos, M., and Hernández-Borges, J. 2015. Dispersive Solid-Phase Extraction. *Analytical Separation Science*, 1525-1570.
- Somanathan, T., Prasad, K., Ostrikov, K. K., Saravanan, A., and Krishna, V. M. 2015. Graphene Oxide Synthesis from Agro Waste. *Nanomaterials*, 5(2), 826-834.
- Suhartati, T. 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Aura. Bandar Lampung
- Sujiono, E. H., Zurnansyah, Zabrian, D., Dahlan, M. Y., Amin, B. D., Samnur, and Agus, J. 2020. Graphene Oxide Based Coconut Shell Waste: Synthesis by Modified Hummers Method and Characterization. *Heliyon*, 6(8), 2-3.
- Sulaiman, F., Septiani, M., Aliyasih, S., and Huda, N. 2019. Effectiveness of a Cassava Peel Adsorbent on the Absorption of Copper (Cu^{2+}) and Zinc (Zn^{2+}) Metal Ions. *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*, 9(4), 1296-1301.

- Sulistiyawati, E., Nandari, W. W., Nurchasanah, A. R., dan Dewi, K. K. 2020. Kinetika Adsorpsi Mikrokapsul Kitosan Taut Silang Kalium Persulfat terhadap Zat Warna Methyl Orange. *Jurnal Rekayasa Proses*, 14(1), 47-59.
- Sumari, S., Prakasa, Y. F., Asrori, M. R., and Baharintasari, D. R. 2020. Analisis Kandungan Mineral Pasir Pantai Bajul Mati Kabupaten Malang Menggunakan XRF dan XRD. *Fullerene Journal of Chemistry*, 5(2), 58.
- Sun, T., Sun, H., and Zhao, F. 2017. Dispersive Solid-Phase Extraction for the Determination of Trace Organochlorine Pesticides in Apple Juices using Reduced Graphene Oxide Coated with ZnO Nanocomposites as Sorbent. *Journal of Separation Science*, 40(18), 3725-3733.
- Suprabawati, A., Holiyah, N. W., and Jasmansyah, J. 2018. Activated Carbon from Cassava Peel as Adsorbent of Lead Metal (Pb²⁺) in the Water. *Jurnal Kartika Kimia*, 1(1), 21-28.
- Surekha, G., Krishnaiah, K. V., Ravi, N., and 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), 5-6.
- Tohamy, H. A. S., Anis, B., Youssef, M. A., Abdallah, A. E. M., El-Sakhawy, M., and Kamel, S. 2020. Preparation of Eco-Friendly Graphene Oxide from Agricultural Wastes for Water Treatment. *Desalination and Water Treatment*, 191, 250-262.
- Utami, L. A., and Putri, D. H. 2020. The Effect of Ethanol Solvent Concentration on Antimicrobial Activities The Extract of Andalas Endophytic Bacteria (*Morus Macroura* Miq.) Fermentation Product. *Eksakta : Berkala Ilmiah Bidang MIPA*, 21(1), 1-6.
- Yadav, S., Goel, N., Kumar, V., Tikoo, K., and Singhal, S. 2018. Removal of Fluoroquinolone from Aqueous Solution using Graphene Oxide: Experimental and Computational Elucidation. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(3), 2942-2957.
- Zaaba, N. I., Foo, K. L., Hashim, U., Tan, S. J., Liu, W-W, and Voon, C. H. 2017. Synthesis of Graphene Oxide using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering*, 184, 469-77.
- Zaini, N., Hanapi, N. S. M., Ibrahim, W. N. W., Osman, R., Kamaruzaman, S., Yahaya, N., and Anis, A. L. 2022. Dispersive Micro Solid Phase Extraction (D μ SPE) with Polypyrrole-Graphene Oxide (Ppy-Go) Nanocomposite Sorbent for the Determination of Tetracycline Antibiotics in Water Samples. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 26(5), 953-964.
- 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, 182-190.

Zulkifli, N. N., and Latiffah, K. 2022. Biorefinery Approach for Cassava Peels: a Review. *Malaysian Journal of Science Health & Technology*, 8(2), 1-8.