

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* (DSPE)
BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG
(*Zea mays* L.) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN*
MENGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* (RSM)**

(Skripsi)

Oleh

HINAYA GITA VIEBRIYANTI



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* (DSPE)
BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG
(*Zea mays L.*) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN*
MENGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* (RSM)**

Oleh

HINAYA GITA VIEBRIYANTI

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
2024**

ABSTRAK

OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* (DSPE) BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG (*Zea mays L.*) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN* MENGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* (RSM)

Oleh

HINAYA GITA VIEBRIYANTI

Penggunaan antibiotik yang berlebihan dapat menyebabkan kontaminasi lingkungan perairan, termasuk antibiotik *ciprofloxacin* yang banyak digunakan di Indonesia. Residu antibiotik *ciprofloxacin* jika dibiarkan akan menyebabkan dampak buruk bagi lingkungan. Pada penelitian ini digunakan teknik *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) dengan *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung sebagai adsorben sebagai teknik preparasi untuk monitoring residu *ciprofloxacin* di lingkungan. Optimasi parameter DSPE dilakukan dengan menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM) agar lebih efektif dalam memahami interaksi antar variable. Dalam penelitian ini, *graphene oxide* disintesis menggunakan metode *Hummers* termodifikasi dan dikarakterisasi menggunakan *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Optimasi kondisi penyerapan *ciprofloxacin* dilakukan berdasarkan faktor dosis adsorben, pH, konsentrasi *ciprofloxacin*, dan waktu kontak menggunakan desain Box-Behnken pada RSM. Kondisi optimum ditemukan pada massa adsorben 10,740 g, konsentrasi *ciprofloxacin* 727,925 ppb, pH 3,98, dan waktu kontak 44,852 menit, dengan persentase adsorpsi sebesar 99,26%. Sehingga penggunaan *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung dapat digunakan sebagai adsorben antibiotic *ciprofloxacin*.

Kata kunci: *ciprofloxacin, graphene oxide, dispersive solid phase extraction, response surface method.*

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF *GRAPHENE OXIDE*-BASED DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION (DSPE) FROM CORN COB WASTE (*Zea mays* L.) FOR EXTRACTION OF THE ANTIBIOTIC *CIPROFLOXACIN* USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY (RSM)

By

HINAYA GITA VIEBRIYANTI

Excessive use of antibiotics can lead to contamination of the aquatic environment, including the antibiotic *ciprofloxacin* which is widely used in Indonesia. *Ciprofloxacin* antibiotic residues, if left untreated, will have a negative impact on the environment. In this research, the Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) technique was used with *graphene oxide* from corncob waste as an adsorbent as a preparation technique for monitoring *ciprofloxacin* residues in the environment. Optimization of DSPE parameters was carried out using the Response Surface Methodology (RSM) method to be more effective in understanding interactions between variables. In this research, *graphene oxide* was synthesized using a modified Hummers method and characterized using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), and Scanning Electron Microscopy (SEM). Optimization of *ciprofloxacin* absorption conditions was carried out based on the factors adsorbent dose, pH, *ciprofloxacin* concentration, and contact time using the Box-Behnken design in RSM. The optimum conditions were found at an adsorbent mass of 10.740 g, a *ciprofloxacin* concentration of 727.925 ppb, a pH of 3.98, and a contact time of 44.852 minutes, with an adsorption percentage of 99.26%. So the use of *graphene oxide* from corn cob waste can be used as an adsorbent for the antibiotic *ciprofloxacin*.

Keywords: *ciprofloxacin*, *graphene oxide*, *dispersive solid phase extraction*, *response surface method*.

Judul : OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE*
EXTRACTION (DSPE) BERBASIS *GRAPHENE*
OXIDE DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG
(*Zea mays* L.) UNTUK EKSTRAKSI ANTIBIOTIK
CIPROFLOXACIN MENGGUNAKAN *RESPONSE*
SURFACE METHODOLOGY (RSM)

Nama : Hinaya Gita Viebriyanti

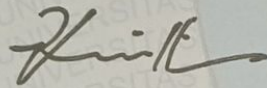
Nomor Pokok Mahasiswa : 2017011090

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

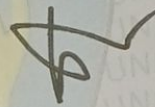
MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing



Rinawati, Ph.D.

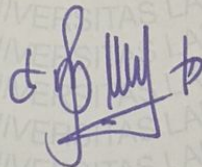
NIP 197104142000032001



Dr. Sonny Widiarto, S.Si., M.Si.

NIP 197110301997031003

2. Ketua Jurusan



Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si.

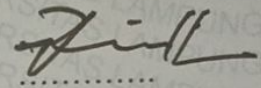
NIP. 197005302000032001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

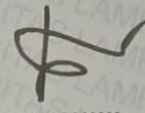
Ketua

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



Sekretaris

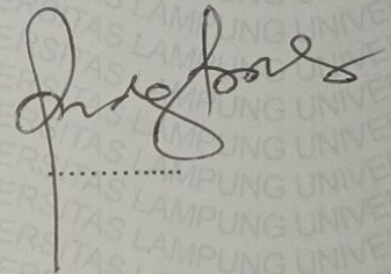
: **Dr. Sonny Widiarto S.Si., M.Si.**



Penguji

Bukan Pembimbing

: **Prof. Rudy TM Situmeang, M.Sc.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 1 November 2024

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

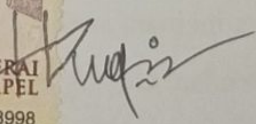
Nama : Hinaya Gita Viebriyanti
Nomor Pokok Mahasiswa : 2017011090
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan ini sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul **“Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) Berbasis Graphene Oxide Dari Limbah Tongkol Jagung (*Zea Mays L.*) Untuk Ekstraksi Antibiotik Ciprofloxacin Menggunakan Response Surface Methodology (RSM)”** 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, 15 November 2024

Yang Menyatakan




Hinaya Gita Viebriyanti
NPM. 2017011090

RIWAYAT HIDUP

Penulis Bernama lengkap Hinaya Gita Viebriyanti, lahir di Bandar Lampung, 10 Februari 2002 dan merupakan Putri tunggal dari Ibu Isma Wati dan Bapak Edi Yanto. Saat ini penulis bertempat tinggal di Jl. Pangeran Antasari, Gg puyuh, Kelurahan Tanjung Agung Raya, Kecamatan Kedamaian, Kota Bandar Lampung, Lampung.

Penulis memulai pendidikan di Taman Kanak-Kanak (TK) Riana Al Amin, Jl Hayam Wuruk, Tanjung Karang Timur, pada tahun 2007 dan lulus pada Tahun 2008. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri 4 Sawah Lama, pada tahun 2008. Pada tahun 2014 penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Pertama Negeri (SMPN) 5 Bandar Lampung dan lulus pada tahun 2017. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Kejuruan (SMK) SMTI Bandar Lampung dan selesai pada tahun 2020. Pada tahun 2020 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 sebagai anggota Unit Kegiatan Mahasiswa Paduan Suara Universitas Lampung periode 2021. Pada 2022 penulis aktif di Unit Kegiatan Mahasiswa Paduan Suara Mahasiswa Unila sebagai anggota divisi Hubungan Masyarakat. Penulis banyak melakukan aktivitas kepanitiaan hingga melakukan Konser selama menjadi anggota UKM PSM Unila. Pada Bulan Juli hingga Agustus 2023, penulis melaksanakan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di PT. Phytochemindo Reksa, Bogor. Penulis juga melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Negeri Jaya, Kecamatan Negeri Besar, Kabupaten Way Kanan pada bulan Januari sampai Februari 2023 selama 40 hari, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia

Analitik FMIPA Universitas Lampung yang diberi Judul “**Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)* Berbasis *Graphene Oxide* Dari Limbah Tongkol Jagung (*Zea Mays L.*) Untuk Ekstraksi Antibiotik Ciprofloxacin Menggunakan *Response Surface Methodology (RSM)*”.**

MOTTO



“Mudah-mudahan Allah menimbulkan kasih sayang di antara kamu dengan orang-orang yang pernah kamu musuhi di antara mereka. Allah Mahakuasa dan Allah Maha Pengampun lagi Maha Penyayang.”

(Q.S Al-Mumtahanah: 7)

“Mohonlah ampunan kepada Tuhanmu kemudian bertobatlah kepada-Nya. Sesungguhnya Tuhanku Maha Penyayang lagi Maha Mencintai.”

(Q.S Hud: 90)

"Do not go gentle into that good night, old age should burn and rave at close of day. Rage, rage against the dying of the light"

(Prof Brand - Interstellar)

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah *Subhanallahu wa Ta'ala*, Tuhan semesta alam, yang telah melimpahkan rahmat, hidayah, serta karunia-Nya sehingga segala urusan dapat terselesaikan dengan baik. Dengan penuh rasa Syukur dan bangga saya persembahkan untaian kata dalam karya sederhana ini sebagai wujud bakti dan cintaku kepada :

Ibu dan Keluarga besar tercinta

Terima kasih telah senantiasa mendoakan, mendukung, dan memberikan cinta serta pengorbanan tanpa batas demi keberhasilan saya.

Rasa hormat saya kepada :

Rinawati, Ph.D.

Dr. Sonny Widiarto S.Si., M.Si.

Terima kasih atas segala bimbingan, ilmu, nasihat, serta kesabaran yang telah diberikan selama proses penyusunan skripsi ini. Kehadiran, arahan, dan dukungan Ibu dan Bapak menjadi sumber inspirasi dan motivasi bagi saya untuk menyelesaikan penelitian ini dengan sebaik-baiknya.

Serta

Seluruh rekan-rekan dari Kimia 2020

Dan Almamater Tercinta Universitas Lampung

SANWACANA

Assalamualaikum Wr.Wb.

Segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu kita nantikan syafaat-Nya di Yaumul Akhir nanti. Aamiin ya rabbal alamin, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) Berbasis Graphene Oxide Dari Limbah Tongkol Jagung (*Zea Mays L.*) Untuk Ekstraksi Antibiotik Ciprofloxacin Menggunakan Response Surface Methodology (RSM)**”

Penulis menyadari bahwa selama proses penyusunan dan penulisan skripsi ini, tidak sedikit tantangan dan kesulitan yang dihadapi. Namun, berkat rahmat dan rida Allah SWT serta dukungan dari berbagai pihak, semua hambatan tersebut dapat dilalui dengan baik. Oleh karena itu, dengan penuh rasa syukur, penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Rinawati, Ph.D., selaku pembimbing utama sekaligus kepala laboratorium kimia analitik, penulis menyampaikan terima kasih atas kesabaran, bimbingan, masukan, saran, serta motivasi yang telah diberikan, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Dr. Sonny Widiarto S.Si., M.Si., selaku pembimbing dua yang telah membimbing, memberikan ilmu, motivasi dan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Prof. Rudy TM Situmeang, M.Sc., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan, kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Ibu Dra. Aspita Laila, M.S., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Ibu Dr. Mita Rilyanti, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Kepada orang tua dan keluarga besar yang sangat penulis kasihi, terima kasih atas segala cinta dan pengorbanan yang tiada henti. Ucapan khusus untuk Ibu Isma Wati dan Nenek Kamsiah, atas semua kerja keras dan dedikasi yang telah diberikan. Terima kasih atas dukungan, motivasi, serta doa yang senantiasa mengiringi langkah ini, hingga penulis dapat menyelesaikan studi dan meraih gelar sarjana kimia.
9. Kepada nenek kakek penulis Alm Mbah Jaenah dan Alm Mbah Mahfur, beribu ucapan terima kasih penulis berikan tidak akan cukup untuk membalas kebaikan dan ketulusan mereka, terima kasih telah merawat penulis sedari kecil, terima kasih atas kebahagiaan, kesabaran, masa kecil yang sangat menyenangkan. Terimakasih telah menjadi orang tua paling sempurna di dunia ini, kasih sayang yang diberikan kepada penulis tidak pernah habis hingga akhir hayat. Semoga Allah SWT senantiasa memberikan tempat yang terbaik bagi kalian di sisi-Nya, dan semoga amal kebaikan yang telah kalian lakukan diterima dengan sebaik-baiknya.
10. Sahabat penelitian Rinawati Research 2020, Ahmad Sulaiman, Elsa Fitriyaningsih dan Siti Salwa, terimakasih sudah membersamai perjalanan selama penelitian, baik di laboratorium maupun di luar laboratorium, terimakasih telah membantu dikala susah dan sedih, terimakasih telah bersedia menjadi garda terdepan jika penulis membutuhkan bantuan, penulis

tidak dapat melakukan semuanya tanpa bantuan dari sahabat-sahabat
Rinawati Research 2020.

11. Kakak tingkat seperbimbingan kak Dian Rifani., terimakasih telah banyak membantu penulis dalam penelitian, terima kasih pula telah banyak memberikan dukungan moral kepada penulis sehingga penulis dapat percaya diri, hal-hal tersebut sangatlah berharga bagi penulis, terimakasih banyak kak Dian.
12. Kawan-kawan ku selama kuliah “Grup Dadakan” Avi Eriyani, Carlos Daniel, Maria Agustia, Nur Diana, Rahmadtullah, Rusmauli Defana dan Stephani Marisca. Terima kasih atas tawa, cerita, dukungan, dan kebersamaan yang membuat perjalanan ini menjadi lebih bermakna. Semoga persahabatan ini selalu terjaga hingga nanti.
13. Sahabat-sahabat ku, Destri Fitriana, Hervinata Octavia, dan Litschi Yasmeira terima kasih telah menguatkan penulis selama ini, terimakasih atas waktu yang diberikan kepada penulis untuk mendengarkan semua keluh kesah penulis, terima kasih juga telah banyak memberikan masukan kepada penulis, semoga ilmu dan kebaikan kalian menjadi ladang pahala.
14. Irawan Yayha, Terima kasih telah bersedia menemani penulis selama menjalani perkuliahan dan penelitian, banyak hal yang tidak dapat penulis lakukan tanpa bantuannya. Terima kasih atas kesabaran, pengertian, dan dukungan yang tidak pernah henti-hentinya diberikan, baik dalam bentuk semangat, motivasi, maupun waktu yang diluangkan untuk mendampingi penulis di saat-saat sulit. Terima kasih telah membantu menjadikan proses penyusunan skripsi ini terasa lebih ringan dan bermakna.
15. Teman-teman dekat ku Rahmadtullah, Siti Rafera, Risdiana. Terima kasih atas dukunganmu yang tulus, candaan yang menghilangkan rasa penat, serta semangat yang selalu kamu berikan di saat-saat sulit. Kehadiranmu tidak hanya sebagai teman, tetapi juga sebagai motivator dan pengingat untuk terus melangkah maju.

16. Teman-teman KKN Desa Negeri Jaya yang telah menjadi keluarga selama menjalani program KKN. Terima kasih atas kebersamaan, kerja sama, dukungan, dan semangat yang selalu kalian berikan dalam setiap kegiatan. Pengalaman bersama kalian tidak hanya memberikan pelajaran berharga, tetapi juga menjadi kenangan indah yang akan selalu penulis ingat.
17. Keluarga besar Kimia 2020 yang telah menjadi bagian penting dalam perjalanan akademik ini. Terima kasih atas kebersamaan, kerja sama, dukungan, serta semangat yang selalu kalian bagikan. Semoga semua ilmu yang telah kita pelajari bersama membawa manfaat, dan kita semua dapat terus melangkah menuju kesuksesan di masa depan.
18. Diri sendiri “Hinaya”, terima kasih atas kerja keras yang dilakukan, terima kasih telah berjuang untuk menyelesaikan semuanya, terima kasih sudah melawan sebagian besar ketakutan yang dihadapi, masih akan banyak rintangan dimasa yang akan datang, semoga diberikan kekuatan untuk melanjutkan hidup.
19. Terima kasih kepada seluruh pihak yang terlibat dalam pembuatan skripsi ini namun tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini dan tentunya jauh dari kesempurnaan. Namun, penulis berharap skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi semua pihak, khususnya dalam bidang sains, serta memberikan saran yang konstruktif untuk perkembangan penulis di masa depan.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Bandar Lampung, 15 November 2024
Penulis

Hinaya Gita Viebriyanti
NPM. 2017011090

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|---|-------------|
| DAFTAR ISI | xiv |
| DAFTAR TABEL | vii |
| DAFTAR GAMBAR | viii |
| | |
| I. PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1. Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2. Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 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> | 9 |
| 2.4. <i>Graphene oxide</i> | 11 |
| 2.5. Tongkol Jagung | 13 |
| 2.6. <i>Response Surface Methodology</i> | 15 |
| 2.7. Karakterisasi | 17 |
| 2.7.1. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)..... | 17 |
| 2.7.2. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> | 19 |
| 2.7.3 <i>High Performance Liquid Chromatography</i> (HPLC)..... | 21 |
| 2.7.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) | 23 |
| III. METODE PERCOBAAN | 25 |
| 3.1. Waktu dan Tempat Pelaksanaan..... | 25 |
| 3.2. Alat dan Bahan | 25 |
| 3.3. Prosedur Kerja | 26 |
| 3.3.1. Pembuatan <i>Graphene oxide</i> Menggunakan Hummers Termodifikasi | 26 |
| 3.3.2. Karakterisasi <i>Graphene oxide</i> | 27 |
| 3.3.3. Pembuatan Larutan Induk <i>Ciprofloxacin</i> | 27 |
| 3.3.4. Pembuatan Larutan Standar <i>Ciprofloxacin</i> | 28 |
| 3.3.5. Optimasi Ekstraksi <i>Ciprofloxacin</i> Menggunakan Metode RSM | 28 |
| 3.3.6. Pembuatan Fase Gerak HPLC | 29 |
| 3.3.7. Pengkondisian HPLC..... | 30 |
| IV. HASIL DAN PEMBAHASAN | 31 |

| | |
|--|-----------|
| 4.1 Pembuatan <i>Graphene oxide</i> menggunakan Metode Hummers Termodifikasi dari Limbah Tongkol Jagung | 31 |
| 4.1.1 Pembuatan Grafit dari Limbah Tongkol Jagung | 31 |
| 4.1.2 Pembuatan <i>Graphene oxide</i> dari Grafit..... | 33 |
| 4.2 Karakterisasi <i>Graphene oxide</i> | 34 |
| 4.2.1 Karakterisasi dengan Spektrofotometer <i>Fourier Transform Infrared</i> | 34 |
| 4.2.2 Karakterisasi dengan Scanning Electron Microscopy-Energy <i>Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)..... | 36 |
| 4.2.3 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) | 38 |
| 4.3 Optimasi <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (DSPE) Menggunakan Response Surface Methodology | 39 |
| 4.3.1 Analisis Statistik..... | 39 |
| 4.3.2 Efek Interaksi dalam Variabel Proses dan Pengaruhnya Terhadap Adsorpsi <i>Ciprofloxacin</i> | 43 |
| 4.3.3 Penentuan Adsorpsi <i>Ciprofloxacin</i> dalam Kondisi Optimum..... | 48 |
| V. SIMPULAN DAN SARAN | 50 |
| 5.1. Simpulan | 50 |
| 5.2. Saran..... | 51 |
| DAFTAR PUSTAKA | 52 |
| Lampiran | 62 |

DAFTAR TABEL

| Tabel | Halaman |
|---|---------|
| Tabel 1. Persentase kandungan kimia tongkol jagung | 15 |
| Tabel 2. Korelasi jenis ikatan gugus fungsi dan frekuensi..... | 18 |
| Tabel 3. Level variabel independen dalam desain BBD. | 28 |
| Tabel 4. Desain eksperimen BBD..... | 29 |
| Tabel 5. Hasil % adsorpsi ciprofloxacin dengan adsorben graphene oxide..... | 39 |
| Tabel 6. Hasil Analysis of Varians (ANOVA). | 41 |
| Tabel 7. Koefisien statistik..... | 42 |
| Tabel 8. Data Kalibrasi Standar Ciprofloxacin. | 62 |
| Tabel 9. Data Adsorpsi ciprofloxacin. | 62 |

DAFTAR GAMBAR

| Gambar | Halaman |
|--|---------|
| 1. Struktur <i>Ciprofloxacin</i> | 5 |
| 2. Skema teknik DSPE | 8 |
| 3. Struktur <i>graphene</i> | 10 |
| 4. Struktur <i>graphene oxide</i> | 12 |
| 5. Tongkol jagung. | 14 |
| 6. Hasil FTIR <i>graphene oxide</i> | 18 |
| 7. Hasil SEM <i>graphene oxide</i> | 20 |
| 8. Hasil EDX <i>graphene oxide</i> | 20 |
| 9 Chromatogram <i>Ciprofloxacin</i> | 22 |
| 10. Kurva Kalibrasi <i>Ciprofloxacin</i> | 22 |
| 11. Spektrum XRD sampel Graphite dan <i>Graphene oxide</i> | 24 |
| 12. Skema umum penelitian. | 30 |
| 13. Tongkol jagung (a), tongkol jagung kering (b), serbuk tongkol jagung (c), arang tongkol jagung (d)..... | 31 |
| 14. grafit hasil sintesi | 32 |
| 15. <i>Graphene oxide</i> dari tongkol jagung. | 34 |
| 16. Hasil spektrum FTIR (a) grafit, (b) <i>Graphene oxide</i> , (c) <i>Graphene oxide</i> setelah adsorpsi. | 35 |
| 17. Hasil SEM dengan pembesaran 5000x pada permukaan adsorben berupa grafit (a) dan <i>graphene oxide</i> (b). | 36 |
| 18. Hasil spektrum EDX pada grafit (a) dan <i>graphene oxide</i> (b). | 37 |
| 19. Hasil difraktogram XRD <i>Graphene oxide</i> | 38 |
| 20. Grafik (a) probabilitas normal residu, (b) data hasil prediksi terhadap yang sebenarnya, (c) residual vs run. | 40 |
| 21. Plot (3D) respons permukaan dan kontur (2D): interaksi antara Konsentrasi CIP dan massa GO (a,b), massa GO dan pH (c,d), massa GO dan waktu kontak (e,f), konsentrasi CIP dan pH (g,h), konsentrasi CIP dan waktu kontak (i,j) waktu kontak dan pH (k,l). | 45 |
| 22. Optimasi adsorpsi ciprofloxacin dengan <i>graphene oxide</i> dalam bentuk ramp. | 49 |
| 23. Kromatogram standar <i>ciprofloxacin</i> 60 ppb. | 64 |
| 24. Kromatogram standar <i>ciprofloxacin</i> 80 ppb. | 64 |
| 25. Kromatogram standar <i>ciprofloxacin</i> 100 ppb. | 65 |
| 26. Kromatogram standar <i>ciprofloxacin</i> 250 ppb. | 65 |

| | |
|------------------------------|----|
| 27. Kromatogram blanko | 65 |
| 28. Kromatogram run 1..... | 66 |
| 29. Kromatogram run 2..... | 66 |
| 30. Kromatogram run 3..... | 66 |
| 31. Kromatogram run 4..... | 67 |
| 32. Kromatogram run 5..... | 67 |
| 33. Kromatogram run 6..... | 67 |
| 34. Kromatogram run 7..... | 68 |
| 35. Kromatogram run 8..... | 68 |
| 36. Kromatogram run 9..... | 68 |
| 37. Kromatogram run 10..... | 69 |
| 38. Kromatogram run 11..... | 69 |
| 39. Kromatogram run 12..... | 69 |
| 40. Kromatogram run 13..... | 70 |
| 41. Kromatogram run 14..... | 70 |
| 42. Kromatogram run 15..... | 70 |
| 43. Kromatogram run 16..... | 71 |
| 44. Kromatogram run 17..... | 71 |
| 45. Kromatogram run 18..... | 71 |
| 46. Kromatogram run 19..... | 72 |
| 47. Kromatogram run 20..... | 72 |
| 48. Kromatogram run 21..... | 72 |
| 49. Kromatogram run 22..... | 73 |
| 50. Kromatogram run 23..... | 73 |
| 51. Kromatogram run 24..... | 73 |
| 52. Kromatogram run 25..... | 74 |
| 53. Kromatogram run 26..... | 74 |
| 54. Kromatogram run 27..... | 74 |
| 55. Kromatogram run 28..... | 75 |
| 56. Kromatogram run 29..... | 75 |

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pada saat ini infeksi masih menjadi masalah kesehatan masyarakat yang penting, terutama di negara-negara berkembang. Salah satu golongan obat utama untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah antimikroba yang meliputi obat anti jamur, antivirus, obat antiprotozoa dan antibiotik (Arrang *et al.*, 2019).

Penggunaan antibiotik yang berlebihan dapat menyebabkan semakin banyaknya residu antibiotik yang dapat mencemari lingkungan. Antibiotik dapat memasuki lingkungan perairan dan darat melalui berbagai jalur seperti pengolahan limbah kota, manufaktur, peternakan, dan pembuangan limbah antibiotik di tempat pembuangan sampah (Ben *et al.*, 2019).

Beberapa sektor yang menyumbang residu antibiotik pada lingkungan antara lain adalah sektor peternakan dan sektor pelayanan kesehatan seperti rumah sakit dan klinik. Pada rentang waktu dari tahun 2000 hingga 2018 terdapat peningkatan penggunaan antibiotik di dunia hingga mencapai 46% (Browne *et al.*, 2021). Di Indonesia terdapat beberapa jenis antibiotik yang sering digunakan, salah satunya adalah *ciprofloxacin* yang dapat menjadi residu bagi lingkungan (Zhu X *et al.*, 2015). Walaupun telah diketahui bahwa antibiotik ini dapat mencemari lingkungan peraturan perundang-undangan di Asia khususnya di Indonesia mengenai kandungan antibiotik dalam air belum mencantumkan parameter tersebut, sedangkan peraturan perundang-undangan yang berlaku di negara-negara Eropa melalui undang-undang Uni Eropa (Eur-Lex) dalam (Girargdi *et al.*, 2011)

menyatakan bahwa kandungan antibiotik *ciprofloxacin* pada lingkungan perairan (ambang batas $EC50 \leq 1$ ppm) sangat toksik jika terkena organisme perairan dan organisme tanah.

Untuk mengatasi permasalahan tersebut, diperlukan upaya pencegahan dan pengaturan yang ketat untuk mengurangi risiko kontaminasi *ciprofloxacin* di lingkungan. Salah satunya adalah monitoring kandungan *ciprofloxacin* di lingkungan. Kadar *ciprofloxacin* dapat ditentukan dengan menggunakan berbagai metode seperti spektrofotometri, HPLC, elektroforesis kapiler dan fluoresensi. Untuk melakukan analisa dengan menggunakan instrumen maka diperlukan perlakuan awal yang tepat agar dapat memurnikan dan meningkatkan kandungan *ciprofloxacin* pada matriks yang kompleks (Pijoh *et al.*, 2021).

Salah satu teknik preparasi sampel yang dapat digunakan adalah ekstraksi fase padat atau *Solid Phase Extraction* (SPE). Jika dibandingkan dengan teknik lain, teknik SPE ini dapat dikatakan lebih aman, efektif dan dapat digunakan untuk proses pemisahan antar residu antibiotik yang selektif (Perez-Rodriguez *et al.*, 2018). Teknik SPE ini mempunyai kekurangan yaitu memakan waktu yang cukup panjang, biaya pengoperasian yang mahal, menyebabkan terjadinya *plugging* di dalam kolom SPE, dan mudah terganggu oleh senyawa yang bukan target (Alampanos, *et al.*, 2019). Untuk mengatasi hal tersebut maka dikembangkanlah teknik *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE).

Teknik DSPE dipilih karena memiliki beberapa keunggulan di antaranya, yaitu selektivitas yang tinggi, sederhana dan cepat, menggunakan pelarut yang lebih sedikit, memiliki pemulihan yang baik, memerlukan biaya yang relatif rendah dan memiliki reproduksibilitas yang tinggi untuk berbagai jenis analit dan sampel (Khatibi, *et al.*, 2021). Dalam teknik DSPE, pemilihan adsorben yang sesuai sangatlah penting agar proses ekstraksi analit dapat berlangsung secara akurat. Bahan berstruktur nano karbon cocok digunakan sebagai adsorben karena memiliki luas permukaan yang besar dan kapasitas adsorpsi yang sangat baik (Liu *et al.*, 2015).

Graphene oxide merupakan material nano karbon yang sering dipilih sebagai adsorben dalam proses penyerapan suatu senyawa. *Graphene oxide* banyak digunakan seperti pada pengilangan *Methylene Blue* (Hosseini *et al.*, 2016), adsorpsi dan ekstraksi senyawa bioaktif dari kulit lemon (Sharif Nasirian *et al.*, 2021), adsorpsi antibiotik tetrasiklin (Li *et al.*, 2023). Namun selama ini *graphene oxide* disintesis dari bahan mineral yang tidak terbarukan dan terbatas, hal ini mendorong berbagai upaya untuk mensintesis *graphene oxide* dari sumber alternatif yang terbarukan, berlimpah dan murah dari biomaterial yang berasal dari tanaman, maupun sebagai produk (*bio-product*) atau limbah (*bio-waste*).

Provinsi Lampung sendiri mengalami peningkatan produksi jagung dari 2020 hingga 2023. Pada tahun 2023, produksi jagung mencapai 1.103.357 ton dari 167.856 hektar ladang dengan produktivitas 65,73 ku/Ha (Badan Pusat Statistik, 2023). Limbah tongkol jagung diperkirakan mencapai 10,6 juta ton/tahun, dengan komposisi hemiselulosa 36%, selulosa 41%, dan lignin 16%. Tongkol jagung juga mengandung 43,42% unsur karbon dan 6,32% unsur hidrogen, dengan nilai kalor antara 14,7 hingga 18,9 MJ/Kg (Prambana *et al.*, 2022). Dikarenakan kandungan karbon yang terdapat pada tongkol jagung ini cukup banyak maka tongkol jagung dapat dimanfaatkan untuk pembuatan *Graphene oxide* untuk proses adsorpsi residu antibiotik *ciprofloxacin*.

Metode DSPE tergantung pada beberapa faktor, selama ini optimasi parameter tersebut dilakukan dengan mengevaluasi pengaruh satu faktor pada satu waktu dan mengatur variabel lain tetap konstan sehingga akan memakan waktu yang lama dan mengalami keterbatasan pemahaman interaksi antar variabel. Oleh karena itu dikembangkan teknik *Response Surface Methodology* (RSM) yang merupakan metode statistik yang terbukti efektif dalam menentukan kombinasi optimal faktor-faktor yang mempengaruhi respon tertentu. RSM dapat digunakan untuk merancang eksperimen yang efektif dan mengembangkan model matematika yang memodelkan hubungan antara faktor-faktor tersebut dan respons yang diinginkan.

Berdasarkan uraian di atas maka dalam penelitian ini akan dilakukan optimasi DSPE berbasis *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung untuk menentukan residu antibiotik *ciprofloxacin* menggunakan metode RSM.

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), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).
3. Mengetahui kondisi optimum DSPE berdasarkan parameter pH, waktu kontak, konsentrasi *ciprofloxacin*, dan massa adsorben *graphene oxide* menggunakan teknik RSM.

1.3. Manfaat Penelitian

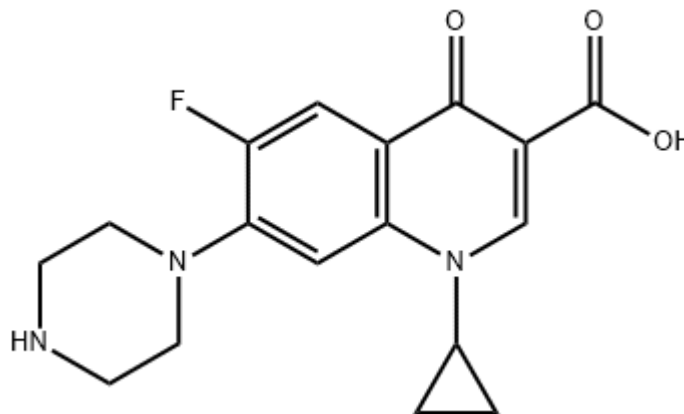
Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi mengenai pemanfaatan limbah tongkol jagung untuk dijadikan sebagai adsorben berupa *graphene oxide* dalam menanggulangi pencemaran senyawa antibiotik *ciprofloxacin* serta mengetahui variabel yang mempengaruhi kondisi optimum hasil adsorpsi *graphene oxide* menggunakan RSM.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Antibiotik *Ciprofloxacin*

Antibiotik adalah obat yang paling umum digunakan untuk melawan infeksi yang disebabkan oleh bakteri. Banyak penelitian menunjukkan bahwa sekitar 40-62% antibiotik digunakan secara tidak tepat, terutama pada penyakit yang tidak terlalu membutuhkan antibiotik (Kemenkes, 2021). Antibiotik dikelompokkan berdasarkan struktur kimia dan juga mekanisme kerjanya, salah satu antibiotik yang sering dipakai di Indonesia adalah *ciprofloxacin* (Thai *et al.*, 2023).

Ciprofloxacin adalah antibiotik fluoroquinolone sintetik generasi kedua yang digunakan untuk mencegah dan mengobati infeksi bakteri. (Chuiprasert *et al.*, 2022). *Ciprofloxacin* memiliki rumus molekul $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ dan nama IUPAC (1-siklopropil-6-fluoro-1,4-dihidro-4-okso-7-(1-piperazinil) - 3-kuinolon asam karboksilat) serta dengan berat molekul 331,346 gr/mol (Sumampouw, 2018). Struktur dari *ciprofloxacin* dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur *Ciprofloxacin* (PubChem, 2023).

Ciprofloxacin, menunjukkan kelarutan yang bergantung pada pH. Kelarutannya maksimum di bawah pH 5 dan minimum di dekat titik isoelektriknya yaitu pH 7 (Sharma *et al.*, 2017). *Ciprofloxacin* memiliki gugus amino (piperazinil) pada cincin heterosiklik dan juga memiliki dua konstanta disosiasi. *Ciprofloxacin* dilaporkan memiliki nilai pKa sebesar 5,76 (asam) dan 8,68 (basa). Mereka terdapat dalam bentuk zwitter ion dalam kondisi netral dan dalam bentuk kationik dalam kondisi asam (Gezahegn *et al.*, 2019).

Hasil penelitian yang ada menunjukkan bahwa *ciprofloxacin* dapat dideteksi dalam perairan dan air limbah, seperti penelitian yang dilakukan oleh Bhagat *et al.*, (2020) di India menemukan bahwa *ciprofloxacin* adalah salah satu antibiotik yang paling sering ditemukan dalam air limbah, dengan konsentrasi 28 hingga 31 mg/L, tidak hanya itu pada penelitian yang dilakukan oleh Kurniawan dan Mariadi (2019) di kota Palembang menunjukkan bahwa *ciprofloxacin* memiliki konsentrasi tertinggi dibandingkan netilmicin ataupun antibiotik lain. Konsentrasi global *ciprofloxacin* yang terdeteksi pada air limbah sebesar $10 \cdot 10^3$ ng/L atau sebesar 10^{-2} -1 ppb sedangkan pada air permukaan sebesar $5 \cdot 10^{-1}$ - 10^5 ng/L atau sebesar $5 \cdot 10^{-4}$ - 10^2 ppb (Kovalakova *et al.*, 2020). Hal ini menunjukkan bahwa *ciprofloxacin* merupakan senyawa antibiotik yang memiliki kadar cemar tertinggi di dalam air.

Peraturan perundang-undangan di Asia khususnya di Indonesia mengenai kandungan antibiotik dalam air belum mencantumkan parameter tersebut, sedangkan peraturan perundang-undangan yang berlaku di negara-negara Eropa melalui undang-undang Uni Eropa (Eur-Lex) dalam (Girardi *et al.*, 2011) menyatakan bahwa kandungan antibiotik *ciprofloxacin* pada lingkungan perairan (ambang batas $EC50 \leq 1$ ppm) sangat toksik jika terkena organisme perairan.

2.2. Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE)

Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) atau ekstraksi fase padat dispersif merupakan salah satu teknik persiapan sampel yang sering digunakan untuk proses ekstraksi, isolasi, dan pembersihan berbagai analit dari matriks kompleks.

Teknik ini didasarkan pada proses dispersi adsorben padat dalam sampel cair, dilanjutkan dengan pemisahan adsorben dari matriks sampel dengan cara penyaringan ataupun sentrifugasi, proses nya diulang menggunakan pelarut yang sesuai untuk proses elusi analit. (Khatibi *et al.*, 2021).

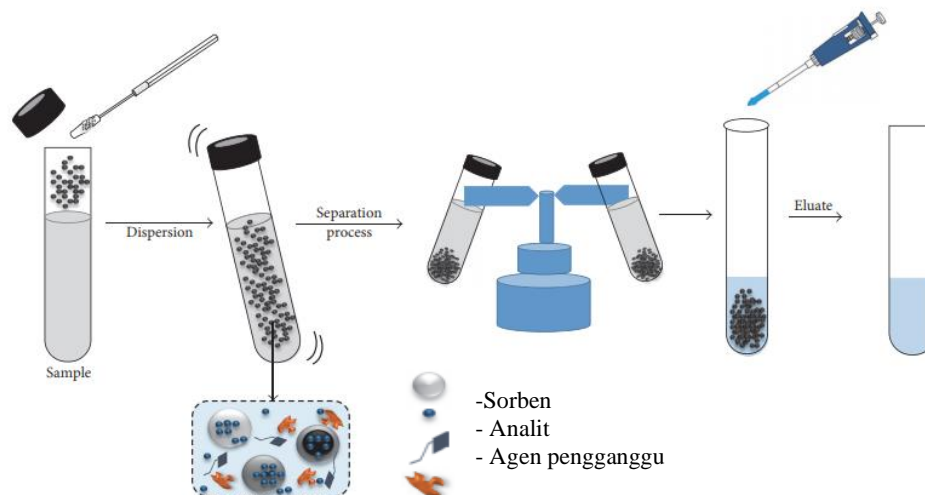
Kelebihan dari teknik ini adalah waktu preparasi sampel yang cepat, murah, mudah, menggunakan pelarut organik yang tidak terlalu beracun, dapat digunakan kembali, sensitivitas tinggi, *recovery* tinggi, efisiensi tinggi dan pengaplikasian efektif. Adsorben fase padat pada DSPE dapat menggunakan bahan karbon seperti *single/multi-walled carbon nanotubes*, *gold nanoparticles*, *graphitized carbon black*, dan *active carbon*.

Dalam teknik SPE, luas penerapannya dibatasi oleh jenis adsorben dan sifat bahan sampel. Teknik ini menggunakan kartrid yang dikemas rapat untuk meningkatkan waktu ekstraksi dan tekanan balik. Sedangkan pada teknik DSPE, adsorben dicampur langsung dengan larutan sampel dan tidak dikemas dalam *cartridge*. Salah satu hal penting yang harus diperhatikan pada Teknik DSPE adalah pemilihan adsorben. Adsorben yang digunakan harus menghasilkan eluat bersih untuk analisis kromatografi dan memungkinkan perolehan kembali senyawa analit yang tinggi. Sebagian besar adsorben yang digunakan dalam DSPE beroperasi berdasarkan prinsip adsorpsi, sehingga terdapat hubungan yang erat antara adsorben dan analit (Bitas *et al.*, 2018). Stabilitas termal serta mekanik yang baik, sejumlah besar situs aktif, resistensi rendah terhadap difusi intragranular, dan dapat dimodifikasi atau difungsikan dengan mudah. Ini telah berhasil digunakan sebagai adsorben DSPE untuk ekstraksi beberapa senyawa organik (Neolaka *et al.*, 2020).

Tiga langkah utama metode DSPE biasanya terdiri dari:

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).

Proses adsorpsi adalah peristiwa tertariknya molekul-molekul tertentu pada suatu zat cair (cair atau gas) ke permukaan zat padat (adsorben). Ada dua jenis adsorpsi: adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika terjadi karena adanya gaya Van Der Waals antara adsorben dan permukaan adsorben. Ikatan adsorpsi fisik relatif lemah, reversibel dan dapat membentuk banyak lapisan. Adsorpsi kimia terjadi karena adanya ikatan kovalen atau ikatan ionik yang terbentuk antara adsorben dan adsorben. Ikatan adsorpsi kimia kuat, ireversibel dan membentuk lapisan tunggal. Adsorpsi menggunakan istilah adsorben dan adsorbat, di mana adsorben adalah material yang digunakan untuk mengadsorpsi, seperti senyawa karbon, sedangkan adsorbat adalah media yang diadsorpsi oleh adsorben (Yuliusman *et al.*, 2013).

Adsorben yang baik mempunyai sifat-sifat penting antara lain luas permukaan spesifik yang tinggi, porositas, selektivitas, stabilitas kimia, kapasitas tinggi, regenerasi mudah, aplikasi yang sesuai, harga terjangkau, daya tahan, dan kemampuan daur ulang lingkungan. Luas permukaan dan porositas yang besar meningkatkan kapasitas adsorpsi, sedangkan selektivitas memungkinkan

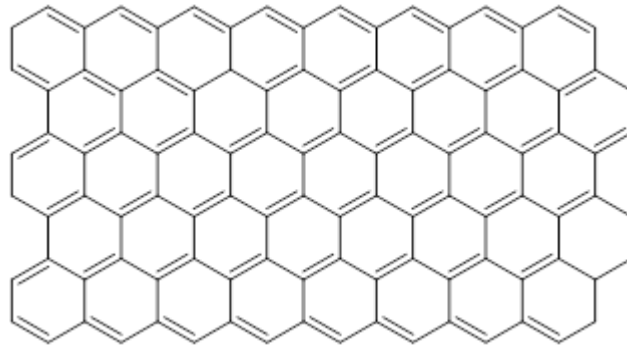
pemilihan senyawa tertentu. Saat ini banyak digunakan adsorben dari bahan alam yang memiliki senyawa selulosa, lignin, dan hemiselulosa di dalamnya. Kemampuan senyawa untuk mengadsorpsi dipengaruhi oleh struktur dari masing-masing senyawa (Asnawati *et al.*, 2017). Salah satu adsorben dari bahan alam yang dapat digunakan adalah *graphene oxide* yang terbuat dari limbah tongkol jagung.

2.3. *Graphene*

Graphene merupakan satu lapisan yang terbentuk oleh grafit. *Graphene* sendiri merupakan material atau bahan dua dimensi yang tersusun dari atom-atom karbon yang tersusun berbentuk heksagonal (Hanifa and Dwandaru, 2021). Secara historis, kata *graphene* berasal dari kata Yunani *Graphein*, yang berarti menulis, salah satu penggunaan paling awal dari bahan ini. Pada tahun 1800-an, nama grafit diberikan oleh ahli kimia Jerman Wagner untuk bahan curah yang digunakan dalam pensil. Pada suatu waktu, grafit disalahartikan sebagai bentuk timah. Kebingungan pensil berasal dari kesalahpahaman ini. *Graphene* dan grafit memiliki peranan yang sangat besar bagi umat manusia dalam bidang fisika, teknologi, dan seni. Susunan atom karbon yang menakjubkan menghasilkan struktur lambung jaring yang artistik dan arsitektural, yang paling menonjol mungkin adalah Bucky Ball oleh Buckminster Fuller (Surekha *et al.*, 2020).

Luas satu lapisan *graphene* bisa mencapai 2630 mass/g, jauh lebih tinggi dari 900 m²/g karbon hitam atau 100-1000 m²/g karbon nanotube. *Graphene* terikat secara heksagonal dengan luas 0,052 nm², kepadatan 0,77 mg/m² yang dapat dilihat di Gambar 3. Secara optik, *graphene* memiliki sifat unik dan luar biasa yang mampu mentransmisikan cahaya hingga >97,7%. Nilai resistansi internal bahan *graphene* per luas adalah 31 Ω. Dengan menggunakan ketebalan *graphene*, konduktivitas keseluruhan *graphene* adalah 0,96x10⁶ Ω⁻¹cm⁻¹, nilai ini lebih tinggi dari konduktivitas tembaga. Selanjutnya *graphene* mempunyai nilai konduktivitas termal yang lebih tinggi dibandingkan tembaga dengan nilai konduktivitas termal *graphene* mencapai 5000 Wm⁻¹K⁻¹ sedangkan nilai konduktivitas termal tembaga

hanya $402 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, dengan nilai tersebut maka nilai konduktivitas termal *graphene* mencapai 10 kali lipat dari tembaga. Grafena diyakini sebagai komponen utama dari banyak alotrop grafit yang berbeda (Ray, 2015).



Gambar 3. Struktur *graphene* (Geim and Novoselov, 2007).

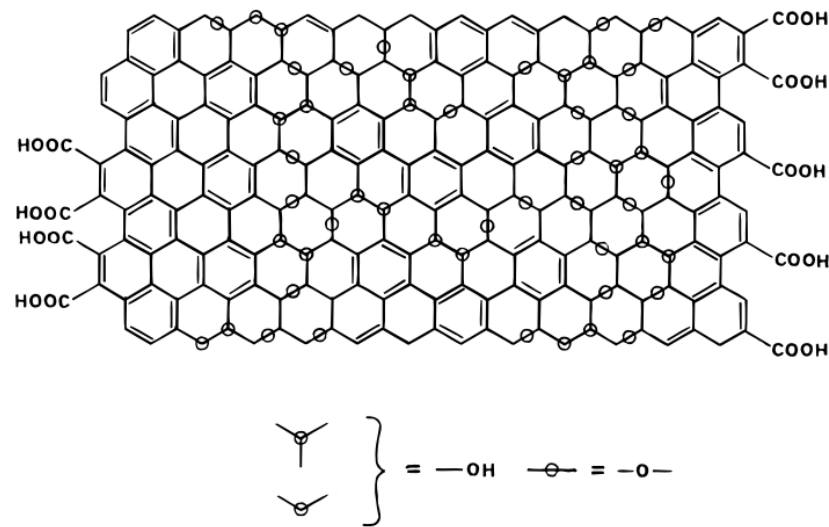
Karena keunikan struktur, karakteristik dan sifat dari *graphene*, banyak ilmuwan yang tertarik untuk melakukan penelitian tentang *graphene*. Beberapa contoh penggunaan dari *graphene* antara lain adalah sebagai pembawa agen bioaktif (Lai and Wong, 2021), pendeteksi hemoglobin dalam sampel kadar glukosa darah dan urin (Mostufa *et al.*, 2021), sebagai zeolite untuk menghilangkan metilen biru (Huang *et al.*, 2019), digunakan juga sebagai membrane untuk menghilangkan antibiotik pada perairan (Fauzi *et al.*, 2021) dan masih banyak lagi.

Banyaknya aplikasi *graphene* pada kehidupan ini disebabkan oleh luas permukaannya yang besar, transfer elektronnya yang cepat, konduktivitasnya yang tinggi. Tetapi *graphene* sendiri memiliki kecenderungan untuk menumbuhkan agregasi dalam larutan dikarenakan adanya interaksi *Van der Waals* yang cukup kuat dan interaksi antara lembarannya yang dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan untuk adsorpsi (Neolaka *et al.*, 2020). Karena penelitian ini membahas tentang adsorpsi maka harus ditemukan bahan yang mempunyai kemampuan untuk mengadsorpsi lebih baik dari *graphene*. Terdapat senyawa turunan *graphene* yaitu *graphene oxide* yang menyediakan permukaan dengan sifat yang lebih sesuai dan banyak dipilih untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi residu antibiotik.

2.4. *Graphene oxide*

Graphene oxide merupakan senyawa yang berasal dari *graphene* atau bentuk teroksidasi dari *graphene*. Struktur *graphene oxide* diasumsikan terdiri dari lembaran *graphene* yang terikat pada oksigen dalam bentuk gugus karboksil, hidroksil, atau epoksida. *Graphene oxide* memiliki lapisan yang lebih tebal dibandingkan grafena murni karena adanya gugus oksigen yang memisahkan lapisan tersebut. Hal ini menghasilkan sifat yang lebih mirip dengan material serpih dibandingkan material lembaran tipis seperti *graphene* (Hanifa and Dwandaru, 2021). Struktur *graphene oxide* dapat dilihat pada Gambar 4.

Struktur *graphene oxide* diasumsikan terdiri dari lembaran *graphene* yang terikat pada oksigen dalam bentuk gugus karboksil, hidroksil, atau epoksida. Gugus fungsi yang menempel pada permukaan grafit membentuk *graphene* oksida meliputi dua jenis hibridisasi atom karbon, yaitu hibridisasi sp^2 dari grafit murni dan hibridisasi sp^3 dari bagian grafit teroksidasi (Dimiev *et al.*, 2012). Beberapa gugus fungsi dalam *graphene* oksida adalah hidroksil (C-OH), epoksi (C-O-C), asam karboksilat (COOH) dan karbonil (C=O). Dengan adanya gugus hidrofilik pada permukaan *graphene oxide* memberikan dispersibilitas yang baik dalam air, sehingga cocok untuk aplikasi di lingkungan perairan. (Ren *et al.*, 2014; Dewi, 2020). Struktur *graphene* oksida berbentuk lapisan dengan jarak lapisan 6 sampai 7 Å dan menunjukkan kelengkungan pada setiap lapisannya karena adanya gugus fungsi pada permukaan akibat oksidasi.



Gambar 4. Struktur *graphene oxide* (Lerf et al., 1998).

Keunggulan *graphene oxide* antara lain ialah proses produksi yang mudah, kelarutan yang mudah, konduktivitas yang mudah diatur dalam skala besar, serta bahan baku yang melimpah dan murah. Struktur dan sifat *graphene oxide* bergantung pada metode produksi yang digunakan. Seiring dengan perkembangannya, mulai dikenal metode-metode yang dapat digunakan untuk sintesis *graphene oxide*, antara lain metode *Brodie*, *Staudenmaier*, *Hummers*, dan *Hummers* yang dimodifikasi. Metode fabrikasi *graphene oxide* biasanya mempertahankan struktur lapisan grafit asli, namun lapisan-lapisannya dibengkokkan sehingga jarak antar lapisan dua kali lebih besar dibandingkan dengan grafit (~0,7 nm). Karena keunikan sifatnya, *graphene oxide* banyak dimanfaatkan diberbagai bidang, beberapa contohnya adalah pada bidang lingkungan, *graphene oxide* dapat diaplikasikan pada proses penghilangan gas beracun, konversi CO₂, dan pemurnian air, pada bidang medis dan biologis *graphene oxide* diaplikasikan pada proses *gene delivery* dan biosensor berbasis *graphene oxide* (Jiříčková et al., 2022).

Terdapat beberapa metode pembuatan *graphene oxide*, masing-masing dari metode tersebut mempunyai kekurangan dan kelebihanannya sendiri. Metode *Brodie* membuat *graphene oxide* dengan cara pengasapan dengan kalium klorat (KClO₃)

pada bubuk *graphene* selama 4 hari dengan suhu 60 °C. Kekurangan dari metode ini adalah terdapat resiko terjadinya ledakan karena KClO_3 , dan tingkat *recovery* yang terbilang lambat (Brodie, 1859). Metode selanjutnya adalah Metode *Staudenmaier*, dimana *Graphene oxide* dibuat dengan cara bubuk *graphene* diolah dengan campuran H_2SO_4 dengan adanya KClO_3 pada suhu 90 °C selama 4 hari. Metode ini lebih efisien karena proses oksidasinya terjadi hanya dalam satu langkah. Tetapi, metode ini memakan waktu yang lama dan suhu yang sangat tinggi (Ikram *et al.*, 2020). Metode lainnya adalah metode *Hummers*, penggunaan KClO_3 diganti dengan KMnO_4 agar mencegah terjadinya ledakan, selain itu bahan HNO_3 diganti dengan NaNO_3 agar tidak terjadi pembentukan kabut asam. Jika dibanding dengan dua metode sebelumnya, metode *Hummers* lebih cepat dan efisien, tetapi pemakaian NaNO_3 menyebabkan terbentuknya gas beracun seperti NO_2 dan N_2O_4 (Zaaba *et al.*, 2017).

Untuk melengkapi kekurangan pada metode-metode di atas, maka dicarilah metode yang lebih baru yang dikenal dengan Metode *Hummers* termodifikasi, metode ini merupakan metode pengembangan dari metode *Hummers* dengan cara menghilangkan penggunaan NaNO_3 , meningkatkan penggunaan oksidan KMnO_4 , dan melakukan reaksi di dalam campuran $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$. Dengan pembaruan di atas telah berhasil mengurangi terbentuknya gas-gas beracun (Santamaria *et al.*, 2019).

2.5. Tongkol Jagung

Hampir seluruh wilayah Indonesia mempunyai daerah penanaman jagung. Jagung dapat tumbuh di seluruh Indonesia, baik di dataran tinggi maupun dataran rendah. Jika dilihat dari data Badan Pusat Statistik Provinsi didapati bahwa Lampung mengalami peningkatan produksi tanaman jagung, pada tahun 2023 produksi jagung mencapai 1.103.357 ton dari 167.856 hektar ladang dengan produktivitas 65,73 ku/Ha (Badan Pusat Statistik, 2023). Asisten Perekonomian dan Pembangunan Provinsi Lampung Kusnardi menjelaskan bahwa ketersediaan jagung di daerah itu berjumlah 2.330.337 ton, dengan kebutuhan akan jagung

sebanyak 2.168.434 ton. Banyaknya jagung yang diproduksi ini akan berkorelasi dengan banyaknya limbah jagung, salah satu limbah dari jagung adalah tongkolnya. Berdasarkan berat tongkol jagung diperkirakan untuk menghasilkan 13 juta ton/tahun (jagung pipilan) maka akan dihasilkan limbah tongkol jagung sekitar 10,6 juta ton/tahun (Arisandi *and* Andriani, 2008).

Banyaknya produksi jagung menyebabkan banyaknya limbah dari tongkol jagung, hal ini dapat terjadi jika tidak ada pengolahan dari limbah tersebut. Tongkol jagung mengandung 36% hemiselulosa, 41% selulosa, dan 16% lignin. Bahan ini mengandung 43,42% unsur karbon dan 6,32% unsur hidrogen dengan nilai kalor berkisar antara 14,7 hingga 18,9 MJ/Kg (Prambana *et al.*, 2022).



Gambar 5. Tongkol jagung.

Pemilihan limbah tongkol jagung menjadi bahan baku pembuatan *graphene oxide* ini dikarenakan selain tongkol jagung mengandung zat-zat di atas, tongkol jagung juga mengandung karbon, hidrogen, nitrogen, dan oksigen. Dapat dilihat pada Tabel 1 bahwa tongkol jagung memiliki paling banyak kandungan karbon di dalamnya. Dengan demikian, *graphene* oksida dari limbah tongkol jagung dapat digunakan untuk proses pemurnian larutan dari molekul organik yang mengandung pengotor yang tidak diinginkan atau sebagai adsorben yang mampu mengadsorpsi logam dan senyawa organik, bahan kimia, pewarna, dll, yang mengandung residu antibiotik *ciprofloxacin* dan menjadi bagian dari limbah lingkungan. Solusi manajemen belum digunakan 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 *et al.*, 2014

2.6. Response Surface Methodology (RSM)

RSM merupakan gabungan dari beberapa teknik matematika dan statistik yang berfungsi untuk menganalisa dan memodelkan dimana respon yang diinginkan dan diperbarui oleh beberapa variabel, tujuan dari metode ini adalah untuk mengoptimalkan respon tersebut. Metode ini berguna dalam menganalisis masalah dimana ada beberapa *variable independent (variable predictor)* yang mempengaruhi hasil dari variabel dependen atau respon. Desain *response surface* yang baik dirancang untuk bekerja dengan baik berdasarkan asumsi pemodelan tertentu, namun asumsi model yang dianalisis harus dapat dievaluasi untuk memastikan bahwa kesan eksperimental pertama dari sistem yang dilakukan cocok dengan pasangan hubungan dasarnya. (Raymond *et al.*, 2016).

Metode ini menggabungkan teknik matematika dengan teknik statistika yang digunakan untuk membuat dan menganalisa suatu respon (Y) yang dipengaruhi oleh variabel bebas (X) guna mengoptimalkan respon tersebut. Hubungan antara respon (Y) dan variabel bebas dapat dirumuskan sebagai (Pilarian *and* Purwanti, 2013):

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_k) + a$$

dimana:

Y = variabel respon

F = fungsi respon

X_i = variabel bebas/faktor ($i = 1, 2, 3, \dots, k$)

\hat{a} = error

Hubungan antar Y dan X didapatkan dengan penggunaan model orde pertama dan kedua, dimana model orde pertama berguna untuk mencari daerah yang paling optimal, sedangkan model orde kedua berguna untuk mencari titik optimal.

Rumus hubungan antara Y dan X untuk model orde pertama adalah :

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \varepsilon$$

Rumus hubungan antara Y dan X untuk model orde kedua adalah :

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon$$

Terdapat beberapa opsi desain eksperimen yang digunakan dalam penggunaan RSM, opsi desain yang paling sering digunakan adalah *Box-Behnken Design* (BBD) dan *Central Composite Design* (CCD). BBD merupakan desain eksperimen yang efisien untuk mengeksplorasi ruang desain yang lebih kecil tanpa mengandung titik pusat (*akial/star run*), sedangkan CCD adalah desain berbasis desain faktorial 2-level, yang ditambah dengan titik pusat dan titik aksial untuk menyesuaikan model kuadratik (Arinal *et al.*, 2017).

Anderson *et al.*, (2017) menjelaskan langkah-langkah proses dalam mendesain dan analisa dengan RSM adalah sebagai berikut.

1. Perancangan dan penjalanan eksperimen untuk menghasilkan data respon.
2. Penyesuaian data dengan beberapa model poli-nomial menggunakan regresi.
3. Melakukan *Analysis of Variance* (ANOVA) untuk mengevaluasi signifikansi statistik dan menguji *lack of fit* (LOF).
4. Memilih model yang paling baik dalam memprediksi respon.

Karena keunggulannya untuk mengoptimalkan kondisi eksperimental dan memahami pengaruh variasi faktor-faktor eksperimental terhadap respons yang diukur metode RSM semakin lazim digunakan diberbagai bidang diantaranya penerapan RSM untuk optimalisasi ekstraksi fase padat ujung pipet berbasis kerangka logam-organik pewarna organik dari air laut dan penentuannya dengan HPLC (Hashemi *et al.*, 2019), optimalisasi kondisi adsorpsi untuk penghapusan tetrasiklin dengan MnFe_2O_4 /multi-wall carbon nanotubes (Zhao *et al.*, 2023),

pengoptimalan ukuran kristal *graphene* turunan sekam padi yang dihasilkan melalui proses gelombang mikro (Kumar, Singh Farwaha *and* Ranjan, 2023), dan penggunaannya pada fotokatalis semikonduktor/*graphene* (Ahmed *and* Mohamed, 2022).

2.7. Karakterisasi

2.7.1. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

FTIR adalah metode analisis yang digunakan untuk menganalisis secara kualitatif gugus fungsi permukaan dalam jaringan kompleks dengan rentang inframerah dari 4000 cm^{-1} hingga 400 cm^{-1} . Melalui metode ini dapat diperoleh informasi deskriptif tentang struktur gugus fungsi dalam sampel, kedudukan atom karbon dalam bentuk organik, ikatan dalam struktur molekul atau senyawa, jenis ikatan, dan hubungan antar ikatan .

FTIR bekerja dengan prinsip penyerapan senyawa dengan tingkat energi vibrasi dan rotasi pada ikatan kovalen yang mengalami perubahan momen dipol pada molekulnya. FTIR digunakan dalam karakterisasi untuk mengetahui jenis vibrasi antar atom. Tak hanya itu FTIR juga digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa organik dan anorganik dengan memeriksa serapan senyawa pada panjang gelombang tertentu (Mujiyanti *et al.*, 2010). Panjang gelombang cahaya yang terserap oleh molekul organik dan intensitas penyerapannya menghasilkan suatu spektrum, dengan menganalisa spektrum yang dihasilkan dapat diperoleh informasi tentang struktur molekul. FTIR dapat membandingkan spektrum pada karbon aktif sesudah dan sebelum dilakukannya modifikasi permukaan yang mana dapat mengidentifikasi ada tidaknya gugus fungsi yang hilang dan yang terbentuk.

Satuan yang biasa digunakan dalam spektroskopi inframerah adalah bilangan gelombang atau Kaiser. Selain itu, FTIR dapat dengan cepat menganalisis gugus fungsi tanpa kerusakan dan mampu menganalisis banyak komponen secara

bersamaan. Korelasi antara jenis dan frekuensi ikatan gugus fungsi ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Korelasi jenis ikatan gugus fungsi dan frekuensi.

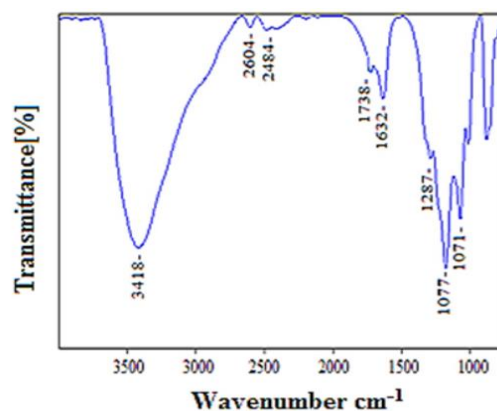
| Jenis Ikatan | Gugus | Golongan Senyawa | Kisaran Frekuensi (cm ⁻¹) |
|--------------------------------|-------|-------------------|---------------------------------------|
| Ikatan tunggal dengan hidrogen | O-H | Alkohol dan fenol | 3500-3700 |
| | C-N | Aromatik Amina | 1266-1342 |
| Ikatan rangkap | C=C | Alkena | 1600-1680 |
| | C=N | Oksim | 1500-1650 |
| | C=O | Aldehyd, keton | 1650-1780 |

Sumber: Ham *and* MaHam, 2015.

Kehadiran gugus fungsi dalam *Graphene Oxide* membuat bahan ini memberikan sifat unik yang membuatnya populer karena dapat digunakan dalam berbagai bidang seperti elektronik, pelapis, pemisahan membran dan bahan kimia.

Graphene oxide dalam bentuk bahan nano *graphene* satu atau beberapa lapis memiliki gugus fungsi oksigen, seperti karboksil (-COOH), karbonil (-C=O), dan gugus fenol pada tepi lembarannya. Gugus epoksi (C-O-C) dan hidroksil (-OH) pada bidang dasar mempunyai situs yang lebih aktif (Tohamy *et al.*, 2020).

Contoh karakterisasi FTIR *graphene oxide* yang dibuat dari sabut kelapa dapat dilihat dari Gambar 6.

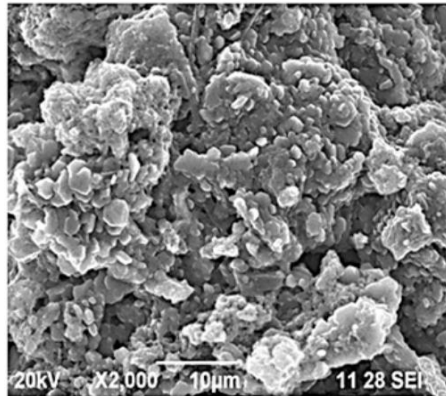


Gambar 6. Hasil FTIR *graphene oxide* (Sahila Grace *and* Littis Malar, 2020).

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

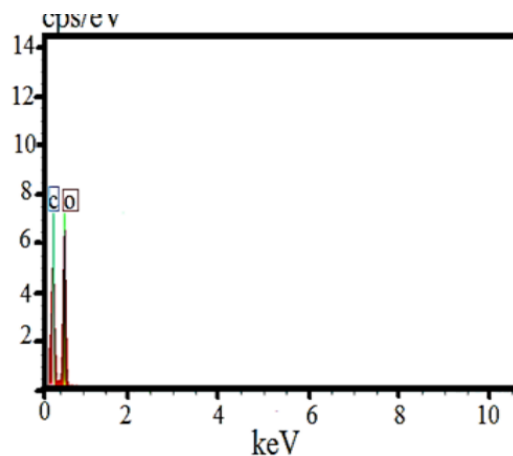
Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan perangkat mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk mengkarakterisasi konfigurasi permukaan sampel. SEM menggunakan berkas elektron berenergi tinggi yang terfokus untuk menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan sampel padat. Sinyal yang berasal dari interaksi elektronik antar sampel mengungkapkan informasi tentang sampel, termasuk kenampakan fisik (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal, serta orientasi bahan penyusun sampel. Elektron pada SEM memiliki resolusi lebih tinggi dibandingkan cahaya. Cahaya hanya dapat mencapai 200 nm sedangkan elektron dapat mencapai resolusi 0,1-0,2nm. Atom-atom tersebut akan bereaksi dengan elektron sehingga sampel menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang topografi sampel, komposisi permukaan, dan sifat lain seperti konduktivitas (Dwandaru *et al.*, 2019).

Prinsip pengoperasian SEM adalah menggambarkan permukaan suatu benda atau material dengan menggunakan berkas elektron dari senjata elektron reflektif berenergi tinggi. Permukaan suatu bahan yang terkena berkas elektron akan memantulkan berkas elektron sekunder ke segala arah. Namun di antara semua berkas elektron yang dipantulkan, ada satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas paling besar. Detektor yang ada pada SEM mendeteksi berkas elektron paling kuat yang dipantulkan oleh objek atau material yang dianalisis. Selain itu SEM juga dapat menentukan posisi berkas elektron dengan intensitas tertinggi. Saat mengamati material, posisi permukaan benda yang terkena berkas elektron dengan intensitas tertinggi akan dipindai ke seluruh permukaan sampel material. Karena besar kecilnya area pengambilan sampel dapat membatasi dimana pengamatan dapat dilakukan dengan cara memperbesar atau memperkecil. Dengan menggunakan pancaran sinar yang dipantulkan dari suatu benda, informasi dapat ditentukan dengan menggunakan program pengolah gambar di komputer (Dwandaru *et al.*, 2019). Contoh hasil karakterisasi SEM pada *graphene oxide* berbahan baku sabut kelapa seperti pada Gambar 7.



Gambar 7. Hasil SEM *graphene oxide* (Sahila Grace and Littis Malar, 2020).

Pemakaian SEM ditujukan untuk mengetahui morfologi permukaan dari sampel, untuk mengetahui atau menganalisis kandungan unsur kimia dari sampel biasanya SEM akan dilengkapi dengan EDX. Kemajuan dalam penggunaan alat SEM memungkinkan untuk memindai area yang luas dan mengumpulkan data dalam jumlah besar untuk mendapatkan karakteristik sampel, termasuk menghitung objek dan mengumpulkan data statistik tentang objek tersebut, termasuk memperoleh gambar dimensi morfologi yang dapat menentukan distribusi ukuran (Kharin, 2020). EDX dapat digunakan untuk menganalisis kuantitatif persentase setiap elemen dan dapat membuat peta elemen dengan memberikan warna berbeda untuk setiap elemen pada permukaan material. Jadi pemakaian SEM-EDX dapat memberikan informasi tentang topografi, morfologi dan komposisi sampel yang dianalisis. Contoh karakterisasi EDX *graphene oxide* dari sabut kelapa dapat dilihat pada Gambar 8.



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

2.7.3 High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

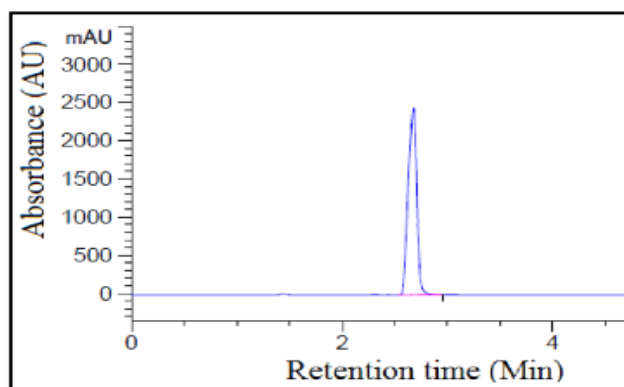
Kromatografi adalah suatu metode pemisahan campuran berdasarkan perbedaan laju penyebaran komponen-komponen dalam suatu medium tertentu. Asal usul kata “kromatografi” berasal dari gabungan kata “*chroma*” (warna) dan “*graphein*” (tulisan). Prinsip dasar kromatografi adalah pembagian komponen menjadi fase diam dan fase gerak berdasarkan perbedaan sifat fisik komponen yang akan dipisahkan. Teknik ini digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Secara umum semua jenis kromatografi terdiri dari dua fase, yaitu fase diam dan fase gerak (Ardianingsih, 2009). Persyaratan utama dalam kromatografi adalah:

1. Terdapat fasa diam dan fasa gerak, di mana fasa diam tidak boleh bereaksi dengan fasa gerak.
2. Komponen sampel harus mampu larut dalam fase gerak dan berinteraksi dengan fase diam.
3. Fase gerak harus dapat mengalir melalui fase diam, sedangkan fase diam harus tertahan kuat pada tempatnya.

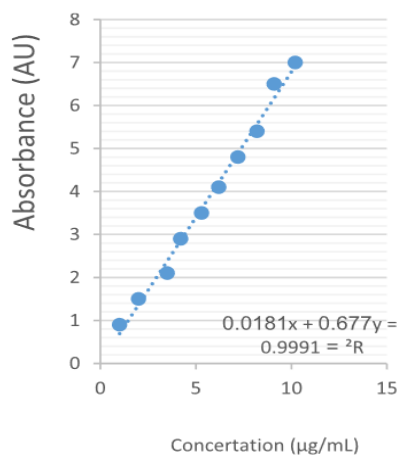
HPLC adalah teknik yang digunakan untuk memisahkan, mengidentifikasi, dan mengukur komponen dalam campuran. Prinsip kerja HPLC adalah memisahkan komponen campuran berdasarkan polaritasnya. Sampel dimasukkan ke dalam kolom yang berisi fase diam. Fase gerak, yang berupa cairan, dipompa melalui kolom, dan komponen sampel dipisahkan berdasarkan interaksinya dengan fase diam. Komponen yang telah dipisahkan kemudian dideteksi dan diukur menggunakan detektor. HPLC banyak digunakan dalam berbagai bidang, termasuk farmasi, analisis makanan, dan analisis lingkungan (Sarmiento *et al.*, 2020). Metode HPLC yang dapat digunakan untuk mendeteksi *ciprofloxacin* adalah dengan deteksi UV dan fluoresensi. Beberapa penelitian telah melakukan optimasi dan validasi metode analisis *ciprofloxacin* menggunakan HPLC dengan deteksi UV dan fluoresensi (Shamim *et al.*, 2023).

Ciprofloxacin dapat di deteksi pada HPLC di panjang gelombang 280 nm pada suhu kamar, sebagai contoh penelitian yang dilakukan oleh (Elgendy *et al.*, 2023), di mana ia dapat mendeteksi *Ciprofloxacin* dengan HPLC dicapai pada kolom

analitik Hypersil (C18, 150 mm × 4,6 mm, ukuran partikel 5 µm) atau yang setara. Campuran trietanolamina (1%), asetonitril (80%), dan air digunakan sebagai fase gerak, dengan laju alir 1,2 mL/menit dan panjang gelombang detektor 280 nm pada suhu kamar. Dalam metode HPLC, waktu retensi *Ciprofloxacin* 2,480 menit, rata-rata standar deviasi (RSD) metode ini adalah 0,58% yang menunjukkan tingginya akurasi metode ini. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ) metode ini sebesar 0,0008 µg/mL dan 0,0024 µg/mL.



Gambar 9. Kromatogram *Ciprofloxacin* (Elgendy *et al.*, 2023).



Gambar 10. Kurva Kalibrasi *Ciprofloxacin* (Elgendy *et al.*, 2023).

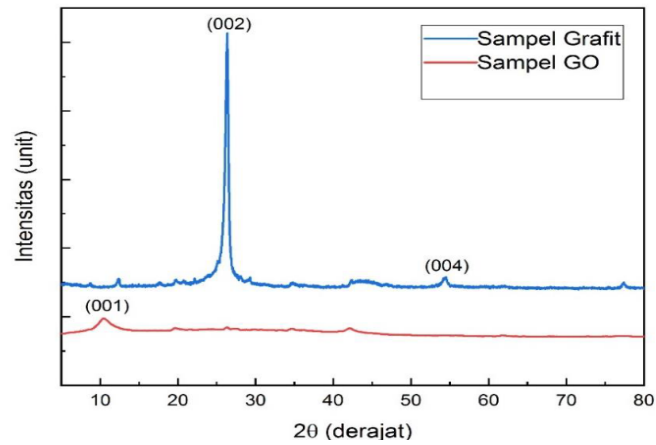
2.7.4 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis struktur sebuah material biasanya memanfaatkan difraksi sinar-X. Pada tahun 1912, Max von Laue melakukan penyelidikan awal tentang fenomena difraksi sinar-X oleh kristal. Ia menyinari kepingan kristal $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan sinar-X dan mengamati pola yang terbentuk pada plat film yang ditempatkan di belakang kristal tersebut. Berdasarkan pola yang teratur pada plat film, Laue berasumsi bahwa struktur kristal memiliki keteraturan. Analisis difraksi sinar-X berguna untuk menentukan fasa dari suatu komposisi material. Pola difraksi dari material dengan fasa yang berbeda juga akan berbeda, sehingga memungkinkan penentuan fasa material secara akurat (Sani, 2021).

Difraksi sinar-X didasarkan pada interferensi konstruktif antara sinar-X monokromatik dan sampel kristalin. Sinar-X ini dihasilkan oleh tabung sinar katoda, kemudian disaring untuk menghasilkan radiasi monokromatik, dikolimasi untuk meningkatkan konsentrasi, dan diarahkan ke sampel. Interaksi sinar-X yang jatuh pada sampel menghasilkan interferensi konstruktif (dan sinar terdifraksi) ketika kondisi memenuhi Hukum Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$). Hukum ini mengaitkan panjang gelombang radiasi elektromagnetik dengan sudut difraksi dan jarak kisi dalam sampel kristalin. Sinar-X terdifraksi kemudian dideteksi, diproses, dan dihitung. Dengan memindai sampel melalui serangkaian sudut 2θ , semua arah difraksi yang mungkin dari kisi harus tercapai karena orientasi acak material bubuk. Mengubah puncak difraksi menjadi jarak d memungkinkan identifikasi mineral karena setiap mineral memiliki serangkaian jarak d yang unik. Sinar-X dihasilkan dalam tabung sinar katoda dengan memanaskan filamen untuk menghasilkan elektron, mempercepat elektron menuju target dengan menerapkan tegangan, dan menembakkan elektron ke material target. Ketika elektron memiliki energi yang cukup untuk melepaskan elektron kulit dalam material target, spektrum sinar-X karakteristik dihasilkan (Rampe dan Santoso, 2021).

Penggunaan XRD dalam menganalisis *graphene oxide* bermanfaat dalam memperoleh pemahaman mengenai struktur kristal dan orientasi dari bahan tersebut. Data XRD menghasilkan pola puncak yang mencerminkan jarak antar bidang kristal dan komposisi fasa material, memberikan wawasan yang penting

terhadap sifat kristalografi dan komposisi *graphene oxide*. Seperti hasil analisis yang telah dilakukan oleh (Fauzi *et al.*, 2021) pada pola spektrum *graphene oxide*, terdapat puncak spektrum yang dideteksi pada 2θ sebesar $10,6^\circ$ yang berhubungan dengan bidang kristal dari struktur heksagon *graphene oxide*.



Gambar 11. Spektrum XRD sampel *Graphite* dan *Graphene oxide* (Fauzi *et al.*, 2021).

III. METODE PERCOBAAN

3.1. Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari – Mei 2024 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, dan uji adsorpsi-desorpsi *Graphene oxide* dengan antibiotik *ciprofloxacin* dengan menggunakan HPLC dilakukan di Institut Teknologi Sumatera (ITERA).

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 Branson*), SEM-EDX (Perkin Elmer 99951), FTIR (*Agilent Technologies FTIR 630 CARY*) dan HPLC (Shimadzu LC-2050C).

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 H₂O₂ 30% (*Supelco Sigma Aldrich*), larutan H₂SO₄ pekat (*Supelco Sigma*

Aldrich), KMnO_4 (*MerckTM*), asam asetat (*MerckTM*), metanol (*MerckTM*), etanol (*Supelco Sigma Aldrich*), asetonitril (*Supelco Sigmaaldrich*), trietanolamin, asam ortoposfat, 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 di bawah 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 di *furnace* 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 aquades 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 aquades 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 aquades 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 dicampurkan 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*

Larutan induk *ciprofloxacin* 100 ppm dibuat dengan padatan antibiotik *ciprofloxacin* sebanyak 10 mg dilarutkan dengan aquades, diasamkan dengan HCl sebanyak 3 tetes dalam labu ukur 100 mL, lalu dihomogenkan.

3.3.4. Pembuatan Larutan Standar *Ciprofloxacin*

Pembuatan larutan standar *ciprofloxacin* 10 ppm disiapkan dengan mengambil 10 mL larutan induk *ciprofloxacin* menggunakan pipet dan ditransfer ke dalam labu ukur berkapasitas 100 mL. Untuk membuat larutan standar *ciprofloxacin* dengan konsentrasi 1000, 650, dan 300 ppb dibuat dengan mengambil masing-masing 10; 6,5 dan 3 mL dari larutan *ciprofloxacin* 100 ppm menggunakan pipet dan mentransfernya ke dalam labu ukur berkapasitas 100 mL. Kemudian, larutan-larutan ini ditambahkan hingga mencapai tanda tera, dan dihomogenkan.

3.3.5. Optimasi Ekstraksi *Ciprofloxacin* Menggunakan Metode RSM

Desain eksperimen untuk DSPE menggunakan metode Desain Box-Behnken (BBD) dengan tiga tingkat variabel yang melibatkan nilai maksimum (+1), nilai tengah (0), dan nilai minimum (-1) pada faktor-faktor seperti massa adsorben, pH, waktu kontak, dan konsentrasi *ciprofloxacin*, sebagaimana terlihat pada Tabel 3. Melalui perangkat lunak Design Expert 13.0, kami menghasilkan 29 percobaan yang terdokumentasikan dalam Tabel 4. Persentase adsorpsi yang diperoleh dari uji DSPE digunakan sebagai variabel respons yang akan dianalisis melalui ANOVA, serta digunakan untuk menciptakan grafik RSM guna mengidentifikasi kondisi optimal DSPE untuk *ciprofloxacin* dengan menggunakan adsorben GO.

Tabel 3. Level variabel independen dalam desain BBD.

| Faktor | -1 | 0 | +1 |
|---|-----------|----------|-----------|
| Massa adsorben <i>graphene oxide</i> (mg) | 10 | 20 | 30 |
| pH | 2 | 6 | 10 |
| Waktu kontak (menit) | 10 | 35 | 60 |
| Konsentrasi <i>Ciprofloxacin</i> (ppb) | 300 | 650 | 1000 |

Tabel 4. Desain eksperimen BBD.

| <i>Run</i> | Massa GO (mg) | Konsentrasi CIP (ppb) | pH | Waktu Kontak (menit) |
|------------|---------------|-----------------------|----|----------------------|
| 1 | 20 | 650 | 2 | 10 |
| 2 | 20 | 1000 | 2 | 35 |
| 3 | 20 | 650 | 6 | 35 |
| 4 | 30 | 650 | 6 | 10 |
| 5 | 10 | 1000 | 6 | 35 |
| 6 | 20 | 300 | 2 | 35 |
| 7 | 30 | 650 | 10 | 35 |
| 8 | 10 | 650 | 6 | 60 |
| 9 | 20 | 650 | 6 | 35 |
| 10 | 20 | 1000 | 10 | 35 |
| 11 | 10 | 650 | 6 | 10 |
| 12 | 30 | 650 | 6 | 60 |
| 13 | 20 | 1000 | 6 | 10 |
| 14 | 30 | 1000 | 6 | 35 |
| 15 | 10 | 650 | 2 | 35 |
| 16 | 10 | 300 | 6 | 35 |
| 17 | 20 | 1000 | 6 | 60 |
| 18 | 20 | 650 | 6 | 35 |
| 19 | 20 | 650 | 6 | 35 |
| 20 | 20 | 650 | 6 | 35 |
| 21 | 20 | 300 | 10 | 35 |
| 22 | 20 | 300 | 6 | 10 |
| 23 | 20 | 300 | 6 | 60 |
| 24 | 30 | 300 | 6 | 35 |
| 25 | 20 | 650 | 10 | 10 |
| 26 | 20 | 650 | 2 | 60 |
| 27 | 30 | 650 | 2 | 35 |
| 28 | 10 | 650 | 10 | 35 |
| 29 | 20 | 650 | 10 | 60 |

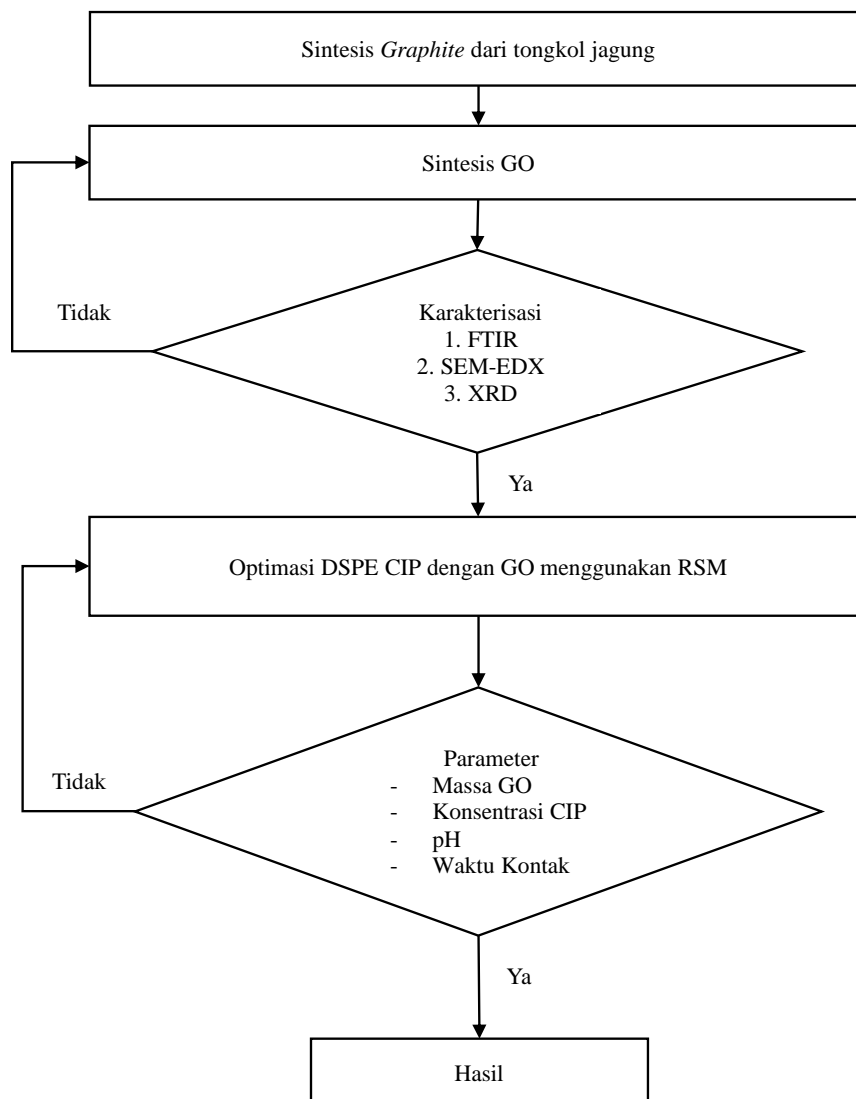
3.3.6 Pembuatan Fase Gerak HPLC

Fase gerak yang digunakan pada penelitian ini dibuat dari campuran trietanolamin (1%), asetonitril (80%), dan air (Elgendy *et al.*, 2023).

3.3.7. Pengkondisian HPLC

Ciprofloxacin dideteksi oleh HPLC menggunakan elusi isokratik pada suhu 40°C dengan kolom C-18 (ukuran partikel 5 µm). Fase gerak terdiri dari trietanolamin (1%), asetronitril (80%), dan air. Laju alirnya adalah 2,0 mL/menit dan volume injeksinya adalah 20 µL. Kemudian dicatat waktu retensi yang dihasilkan antara 1,750 hingga 1,753 menit (Ali *et al.*, 2011).

Skema umum dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Skema umum penelitian.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

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

1. Dalam penelitian ini, pembuatan *graphene oxide* berhasil dilakukan dan dibuktikan melalui karakterisasi menggunakan FTIR serta SEM-EDX. Namun, sifat kristal yang ditentukan dari hasil karakterisasi XRD perlu dilakukan evaluasi lebih lanjut.
2. *Graphene oxide* yang dihasilkan memiliki berbagai gugus fungsi seperti oksigen, karboksil, karbonil, epoksi, dan hidroksil sesuai dengan hasil karakterisasi FTIR. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, *graphene oxide* menunjukkan sudut 2θ sekitar $10,76^\circ$ dan $23,45^\circ$ dengan bentuk amorf. Selain itu, karakterisasi SEM mengungkapkan bahwa *graphene oxide* memiliki morfologi permukaan yang halus dan membentuk lembaran. Karakterisasi EDX menunjukkan *graphene oxide* memiliki komposisi unsur karbon (C) yang tinggi, yakni 69,19%, serta kandungan unsur oksigen (O) sebesar 25,08%.
3. Kondisi paling optimum yang dihasilkan RSM pada proses adsorpsi antibiotik *ciprofloxacin* dengan *graphene oxide* dari tongkol jagung berada pada pada kondisi massa adsorben 10,740 mg, konsentrasi *ciprofloxacin* 727,925 ppb, pH 3,98, dan waktu kontak selama 44,852 menit, dengan adsorpsi sebesar 99,26%.

5.2. Saran

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Diperlukan penambahan agen pengoksidasi untuk memastikan terbentuknya kristal yang dapat terdeteksi dalam karakterisasi XRD.
2. Perlu penyesuaian rentang/*range* pada variabel waktu kontak dan massa adsorben untuk mengetahui respon yang lebih beragam.
3. Uji konfirmasi perlu dilakukan pada kondisi adsorpsi optimum yang diperoleh melalui metode RSM.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmed, M. A. and Mohamed, A. A. 2022. Recent progress in semiconductor/*graphene* photocatalysts: synthesis, photocatalytic applications, and challenges. *RSC Advances*. 13(1): 421–439.
- Alampanos, V., Samanidou, V. And Papadoyannis, I. 2019. Trends In Sample Preparation For The Hplc Determination Of Penicillins In Biofluids. *Journal Of Applied Bioanalysis*. 5(1): 9–17.
- Amanda, E. R., Nisyak, K., Nurdianti, W., & Sefti Febriari, W. (2022) 'Pengembangan Metode Ekstraksi Fase Padat Terdispersi Berbasis Karbon Aktif Untuk Pemisahan Amoxicillin Dalam Urin', *Indonesian Chemistry and Application Journal*, 5(1), pp. 5–14.
- Anastassiades, M., Steven, J.L., Darinka, Š., Frank. 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.
- Anderson, M.J., and Whitcomb, P.J. 2016. *RSM Simplified: Optimizing Processes Using Response Surface Methods for Design of Experiments, Second Edition (2nd ed.)*. Productivity Press. 25-26.
- Ardianingsih, R. 2009. Penggunaan High Performance Liquid Chromatography (Hplc) Dalam Proses Analisa Deteksi Ion. *Jurnal LAPAN*. 10(4): 101–104.
- Arinal Hamni, Opi Sumardi, Gusri Akhyar Ibrahim, A. Y. T. 2017 'Aplikasi Box Behnken Design Untuk Optimasi Parameter Proses Pemesinan Bubut Magnesium Az31 Menggunakan Pahat Putar Dan Udara Dingin Bertekanan. Prosiding SNTTM XVI, 1-5.
- Arisandi, Y. And Andriani, Y. 2008. *Khasiat Tanaman Obat*. Pustaka Buku Murah. Jakarta. 251-252.
- Arrang, S. T., Cokro, F. And Sianipar, E. A. 2019. Penggunaan Antibiotika Yang Rasional Pada Masyarakat Awam Di Jakarta Rational Antibiotic Use By Ordinary People In Jakarta. *Jurnal Mitra*. 3(1): 73–82.
- Asnawati, A., Kharismaningrum, R. R. And Andrarini, N. 2017. Penentuan Kapasitas Adsorpsi Selulosa Terhadap Rhodamin B Dalam Sistem Dinamis. *Jurnal Kimia Riset*. 2(1): 22–29.

- Badan Pusat Statistik. (2024). Luas panen, produksi, dan produktivitas jagung menurut provinsi 2022-2023. <https://www.bps.go.id/id/statistics-table/2/MjIwNCMy/luas-panen--produksi--dan-produktivitas-jagung-menurut-provinsi.html>
- Ben, Y., Fu, C., Hu, M., Liu, L., Wong, M. H., and Zheng, C. 2019. Human Health Risk Assessment Of Antibiotic Resistance Associated With Antibiotic Residues In The Environment: A Review. *Environmental Research*. 169: 483–493.
- Bhagat, C., Kumar, M., Tyagi, V.K. Proclivities for prevalence and treatment of antibiotics in the ambient water: a review. *npj Clean Water* 3, 42.
- Bitas, D., Kabir, A., Locatelli, M., and Samanidou, V. 2018. Food sample preparation for the determination of sulfonamides by high-performance liquid chromatography: State-of-the-Art. *Separations*. MDPI Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- Bogialli, S., Di Corcia, A., Laganà, A., Mastrantoni, V., and Sergi, M. 2007. A Simple And Rapid Confirmatory Assay For Analyzing Antibiotic Residues Of The Macrolide Class And Lincomycin In Bovine Milk And Yoghurt: Hot Water Extraction Followed By Liquid Chromatography/ Tandem Mass Spectrometry. *Rapid Communications In Mass Spectrometry: RCM*. 21(2): 237.
- Brodie, B. 1859. On the Atomic Weight of Graphite. . *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*. 49: 249-259.
- Browne, A. J., Chipeta, M. G., Haines-Woodhouse, G., Kumaran, E. P. A., Hamadani, B. H. K., Zarea, S., and Dolecek, C. 2021. Global antibiotic consumption and usage in humans, 2000–18: a spatial modelling study. *The Lancet Planetary Health*. 512: 893–904.
- 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, H. G. (2015). Removal of Sulfamethoxazole and Ciprofloxacin from Aqueous Solutions by *Graphene oxide*. *Journal of Hazardous Materials*, 282, 201–207.
- Chuiprasert, J., Srinives, S., Boontanon, N., Polprasert, C., Ramungul, N., Lertthanaphol, N., and 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*. 8 (2), 2564-2574.

- 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, J. M. 2012. Pristine Graphite Oxide. *Journal Of The American Chemical Society*. 134: 2815–2822.
- Donato, K. Z. Hui Li Tan , Valeria S. Marangoni., Marcos V. S., Martins., Pei Rou Ng., Mariana C. F. Costa., Purvi Jain., Sarah J. Lee., Gavin K. W. Koon ., Ricardo K. Donato & A. H. Castro Neto (2023) 'Graphene oxide classification and standardization', *Scientific Reports*, 13(1), pp. 1–10.
- Dwandaru, W. S. B., Wijaya, R. I. W. And Parwati, L. D. 2019. *Nanomaterial Graphene oxide Sintesis Dan Karakterisasi Nya*. UNY Press. Yogyakarta. 10-135.
- Elgendy, K., Zaky, M., Alaa Eldin, T., and Fadel, S. 2023. Rapid HPLC Determination Of *Ciprofloxacin*, Ofloxacin, And Marbofloxacin Alone Or In A Mixture. *Results In Chemistry*. 5: 100749.
- Fajrin, J. and Marchelina, N. (2017) 'Aplikasi Metode Eksperimen Response', *Jurnal Rekayasa Sipil*, 13(2), pp. 79–90.
- Fauzi, F. Azizi, F., Musawwa, M. M., and Dwandaru, W. S. B. 2021. Synthesis And Characterisations Of Reduced *Graphene oxide* Prepared By Microwave Irradiation With Sonication. *Journal Of Physical Science*. 32(2): 1–13.
- Fei Yu., Sun, Sainan., Han, Sheng., Zheng, Jie, (2016). Adsorption Removal of *Ciprofloxacin* by Multi-Walled Carbon Nanotubes With Different Oxygen Contents from Aqueous Solutions. *Chemical Engineering Journal*, 285, 588–595.
- Geim, A. K., and Novoselov, K. S. 2007. The rise of *graphene*. *Nature materials*. 6(3): 183–191.
- Gezahegn, T., Tegegne, B., Zewge, F., and 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.
- Girardi, C., Greve, J., Lamshöft, M., Fetzer, I., Miltner, A., Schäffer, A., and Kästner, M. 2011. Biodegradation of *ciprofloxacin* in water and soil and its effects on the microbial communities. *Journal of Hazardous Materials*. 198. 22–30.

- Ham, B. M., MaHam, A. (2015). *Analytical Chemistry: A Chemist and Laboratory Technician's Toolkit*. Jerman: Wiley.
- Hanifa, I. I. And Dwandaru, W. S. B. 2021. Synthesis And Characterization Of *Graphene oxide* Based On Processed Graphite Using Audiosonication Method. *Jurnal Ilmu Fisika Dan Terapannya*. 8(1): 17–20.
- Hashemi, S. H., Kaykhahi, M., Jamali Keikha, A., Mirmoradzehi, E., & Sargazi, G. 2019 ‘Application of response surface methodology for optimization of metal- organic framework based pipette-tip solid phase extraction of organic dyes from seawater and their determination with HPLC’, *BMC Chemistry*, 13(3).
- Heidari, G., Afruzi, F. H. and Zare, E. N. (2023) ‘Molecularly Imprinted Magnetic Nanocomposite Based on Carboxymethyl Dextrin for Removal of *Ciprofloxacin* Antibiotic from Contaminated Water’, *Nanomaterials*, 13(3).
- Huang, T., Yan, M., He, K., Huang, Z., Zeng, G., Chen, A., Peng, M., Li, H., Yuan, L., & Chen, G. 2019. Efficient removal of methylene blue from aqueous solutions using magnetic *graphene oxide* modified zeolite. *Journal of colloid and interface science*, 543, 43–51.
- 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. And 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.
- 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*, 2017.
- Jiříčková, A.; Jankovský, O.; Sofer, Z.; Sedmidubský, D 2022. ‘Synthesis and Applications of *Graphene oxide*’, *Materials*, 15(3).
- Kasih, Yesi Oktiara (2019) *Studi Karbon Aktif Magnetik Dari Limbah Kulit Singkong (Manihot Utilissima) Sebagai Adsorben Untuk Menentukan Senyawa Antibiotik Tetrasiklin Di Perairan, Universitas Lampung*.
- Kemenkes, R. 2021. *Pedoman Umum Penggunaan Antibiotik, Kementerian Kesehatan RI*. Available At: [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jpha.2015.11.005](http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jpha.2015.11.005).
- Kharin, A. 2020. Deep learning for scanning electron microscopy: synthetic data

for the nanoparticle's detection. *Ultramicroscopy*, 219, 113125.

Khatibi, S. A., Hamidi, S. And 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.

Kovalakova, P., Cizmas, L., McDonald, T. J., Marsalek, B., Feng, M., & Sharma, V. K. 2020). Occurrence *and* toxicity of antibiotics in the aquatic environment: A review. *Chemosphere*, 251, 126351.

Kumar, M., Singh Farwaha, H. and Ranjan, N. 2023. 'Use of Response Surface Methodology to Optimize the crystalline size of rice husk derived *graphene* produced by microwave process', *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1110(1).

Kurniawan, I. And 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.

Lai, W. F. And Wong, W. T. 2021. Use Of *Graphene*-Based Materials As Carriers Of Bioactive Agents. *Asian Journal Of Pharmaceutical Sciences*. 16(5): 577–588.

Lerf, A., He, H., Forster, M., & Klinowski, J. (1998). Structure of graphite oxide revisited. *Journal of Physical Chemistry B*, 102(23), 4477–4482. doi: 10.1021/jp9731821

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*, Vol. 320. 540–543.

Li, Z., Jiang, H., Wang, X., Wang, C., and Wei, X. 2023. Effect of pH on Adsorption of Tetracycline Antibiotics on *Graphene oxide*. *International Journal of Environmental Research and Public Health*. 20(3).

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.

Manocha, S. M. (2003). Porous carbons. *Sadhana.*, 28. 335-348.

Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., and Tour, J. M. 2010. Improved Synthesis Of *Graphene oxide*. *ACS Nano*. 4(8): 4806–4814.

- Mostufa, S. P., Paul, K. A., and Chakrabarti, K. 2021. Detection of hemoglobin in blood and urine glucose level samples using a *graphene*-coated SPR based biosensor. *OSA Continuum*. 4(8): 2164-2176.
- Mujiyanti, Dwi Rasy & Nuryono, Nuryono & Kunarti, Eko. 2021. Sintesis Dan Karakterisasi Silika Gel Dari Abu Sekam Padi Yang Diimobilisasi Dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia* 4(2). 150-167. 10.20527/Jstk.V4i2.2059.
- Muryanto, M. (2020) 'Validasi Metode Analisa Amonia pada Air Tanah Menggunakan Metode Spektrofotometri', *Indonesian Journal of Laboratory*, 2(1), p. 40.
- 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.
- Onyelowe, K. C., Adam, A. F. H., Ulloa, N., Garcia, C., Andrade Valle, A. I., Zúñiga Rodríguez, M. G., Zarate Villacres, A. N., Shakeri, J., Anyaogu, L., Alimoradijazi, M., & Ganasen, N. (2024) *Modeling the influence of bacteria concentration on the mechanical properties of self-healing concrete (SHC) for sustainable bio-concrete structures*, *Scientific Reports*. Nature Publishing Group UK. doi: 10.1038/s41598-024-58666-8.
- Pérez-Rodríguez, M., Pellerano, R. G., Pezza, L., and Pezza, H. R.. 2018. An Overview Of The Main Foodstuff Sample Preparation Technologies For Tetracycline Residue Determination. *Talanta*. 182:1–21.
- Pijoh, J. E. E., Palandeng, H. M. F. And Ottay, R. I. 2021 'Gambaran Kandungan Antibiotik Pada Sedimen Kawasan Pesisir Teluk Manado', *Sains dan Terapan* 9(2), 341–345.
- Pilarian, F. And Purwanti, E. P. 2013. Optimasi Parameter Proses Pemotongan Stainless Steel Sus 304 Untuk Kekasaran Permukaan Dengan Metode Response Surface. *Seminar Nasional Matematika Dan Pendidikan Matematika FMIPA UNY Yogyakarta*. 4(11): 1–16.
- Prabudi, M., Nurtama, B., Purnomo, H., Studi, P., Profesional, M., Pangan, T., Pascasarjana, S., Bogor, P., Ilmu, D., & Pertanian, T. (2018). Aplikasi Response Surface Methodology (RSM) dengan Historical Data pada Optimasi Proses Produksi Burger Application of Response Surface Methodology (RSM) Using Historical Data on Optimization Burger Production Process. *Jurnal Mutu Pangan*, 5(2), 109–115.
- Prambana, S., Abinda, O. S., Ariana, Rusdi, P., Seny, A., Ziqri, Y., Sarifuddin.,

Amelia, A., Maharani., and Marlina. 2022. Pemanfaatan Limbah Tongkol Jagung Menjadi Produk Bernilai Komersil : “ Briket Tongkol Jagung ”, *Prosiding Seminar Nasional Pengabdian KKN-MAS*. 1: 188–193.

PubChem, C. S. 2023. National Center for Biotechnology Information. From National Center for Biotechnology Information:
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ciprofloxacin>

Rahmawati, I., Arief Fachri, B., Nurtsulutsiyah, N., Hendrikson Manurung, Y., Reza, M., Palupi, B., Fitri Rizkiana, M., & Wika Amini, H. (2022). Penerapan Response Surface Methodology dalam Optimasi Kondisi Proses Ekstraksi Antosianin pada Limbah Kulit Kakao dengan Metode Maserasi Menggunakan Pelarut Etanol. *JC-T (Journal Cis-Trans): Jurnal Kimia Dan Terapannya*, 6(1), 24–31.

Ramadhani, R. A., Riyadi, D. H. S., Triwibowo, B., & Kusumaningtyas, R. D. (2017). Review Pemanfaatan Design Expert untuk Optimasi Komposisi Campuran Minyak Nabati sebagai Bahan Baku Sintesis Biodiesel. *Jurnal Teknik Kimia Dan Lingkungan*, 1(1), 11–16.

Rampe, M. J., And Santoso, I,R,S,. 2021. *Difraktogram X-Ray Diffraction Arang Tempurung Kelapa*. Penerbit NEM. Wangandowo.

Ray, S. C. 2015. *Applications of Graphene and Graphene-Oxide Based Nanomaterials*. Oxfordshire: Elsevier.

Raymond H. Myers, Douglas C. Montgomery, C. M. A.-C. P. 2016. *Response Surface Methodology Process And Product Optimization Using Designed Experiments. - - 3rd Ed.*, *Jurnal Penelitian Pendidikan Guru Sekolah Dasar*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc.

Ren, H., Kulkarni, D. D., Kodiyath, R., Xu, W., Choi, I., and 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.

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).

Rinawati, Rahmawati, A., Muthia, D. R., Imelda, M. D., Latief, F. H., Mohamad, S., & Kiswandono, A. A. (2024). Removal of ceftriaxone and ciprofloxacin antibiotics from aqueous solutions using *graphene oxide* derived from corn cob. *Global Journal of Environmental Science and Management*, 10(2), 573-588.

Sahila Grace, A. And Littis Malar, G. S. P. 2020. *Synthesis And Characterization*

Of *Graphene oxide* From Coconut Husk Ash. *Oriental Journal Of Chemistry*. 36(02): 348–352.

Salari, M. 2022. Optimization by Box–Behnken Design *and* Synthesis of Magnetite Nanoparticles for Removal of The Antibiotic from An Aqueous Phase. *Adsorption Science and Technology*. 2022(1): 1–13.

Sani, Ridwan A. 2021. *Karakterisasi Material*. Bumi Aksara. Jakarta.

Santamaría-Juárez, G., Gómez-Barojas, E., Quiroga-González, E., Sánchez-Mora, E., Quintana-Ruiz, M., & Santamaría-Juárez, J. D. 2019. ‘Safer Modified Hummers Method For Synthesis Of *Graphene oxide* With Higher Quality And High Yeild. *Materials Research Express*. 0–31.

Sarmiento, Z. L. C., Rangdi, O. S. G., De Sena, Bernilda M, C., *and* Dewi, K. N. M. 2020. Penetapan Kadar Parasetamol Dan Kafein Dengan Metode High Performance Liquid Chromatography (HPLC). *Cakra Kimia Indonesian E-Journal Of Apllied Chemistry*. 8(2): 99–104.

Seyed A. Hosseini , Sepideh Mashaykhi, S. B. 2016. ‘*Graphene oxide / Zinc Oxide Nanocomposite: A Superior Adsorbent For Removal Of Methylene Blue - Statistical Asalysis By Response Surface Methodology (RSM)*. *Chemical*. 69(1): 105–112.

Shahriary, L., & Athawale, A. 2014. *Graphene oxide* Synthesized by Using Modified Hummers Approach. *Renew Energy Environ*, 2.

Shamim, A., Ansari, M. J., Aodah, A., Iqbal, M., Aqil, M., Mirza, M. A., *and* Ali, A. 2023. Qbd-Engineered Development *And* Validation Of A RP-HPLC Method For Simultaneous Estimation Of Rutin *And* Ciprofloxacin Hcl In Bilosomal Nanoformulation. *ACS Omega*. 8(24): 21618–21627.

Sharif Nasirian, V., Shahidi, S. A., Tahermansouri, H., *and* Chekin, F. 2021. ‘Application Of *Graphene oxide* In The Adsorption *And* Extraction Of Bioactive Compounds From Lemon Peel. *Food Science And Nutrition*. 9(7): 3852–3862.

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.

Sujiono, E. H., Zurnansyah, Zabrian, D., Dahlan, M. Y., Amin, B. D., Samnur, & Agus, J. (2020). *Graphene oxide* based coconut shell waste: synthesis by modified Hummers method *and* characterization. *Heliyon*, 6(8).

Sumampouw, O. J. 2018. The Sensitivity Test Of Antibiotics To *Escherichia Coli* Was Caused The Diarrhea On Underfive Children In Manado City.

Journal Of Current Pharmaceutical Sciences. 2(1): 105.

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).

Thai T, Salisbury BH, Zito PM. *Ciprofloxacin*. [Updated 2023 Aug 28]. In: StatPearls [Internet]. Treasure Island (FL): StatPearls Publishing; 2023 Jan-. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK535454/>

Tohamy, H. A. 2020. Preparation Of Eco-Friendly *Graphene oxide* From Agricultural Wastes For Water Treatment. *Desalination And Water Treatment*. 191: 250–262.

Variyana, Y., Hanifah, W., Wulandari, Y. R., & Gelegar, I. (2023). Ekstraksi Kapulaga (*Amomum Cardamomum*) Menggunakan Metode Microwave Assisted Hydrodistillation (MAHD) : Analisis Optimasi dan Kinetika. *Angkasa: Jurnal Ilmiah Bidang Teknologi*, 15(2), 251.

Yuliusman, Y., Purwanto, W. W. And Nugroho, Y. S. 2013. Pemilihan Adsorben Untuk Penjerapan Karbon Monoksida Menggunakan Model Adsorpsi Isotermis Langmuir. *Reaktor*. 14(3): 225.

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: 469–477.

Zhao, W., Hao, C., Guo, Y., Shao, W., Tian, Y., and Zhao, P. 2023. Optimization of Adsorption Conditions Using Response Surface Methodology for Tetracycline Removal by MnFe₂O₄/Multi-Wall Carbon Nanotubes. *Water (Switzerland)*. 15(13).

Zhu, X., Tsang, D. C. W., Chen, F., Li, S., and Yang, X. 2015. *Ciprofloxacin* adsorption on *graphene and granular activated carbon*: kinetics, isotherms, and effects of solution chemistry. *Environ Technol*. 36(24): 3094-102.