

***DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS MATERIAL  
*GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG UNTUK  
PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

(Tesis)

Oleh

**AYU MIRANDA UMAR  
NPM. 2127011006**



**PROGRAM STUDI MEGISTER KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2024**

## ABSTRAK

### ***DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS MATERIAL *GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG UNTUK PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

Oleh

**AYU MIRANDA UMAR**

Peningkatan signifikan dalam penggunaan antibiotik tetrasiklin telah menjadi ancaman baru bagi kesehatan manusia. Antibiotik yang tidak diserap akan diekskresikan melalui feses dan urin ke lingkungan sehingga dapat menyebabkan perubahan gen, gangguan hormonal dan menyebabkan resistensi antibiotik.

Pembuatan *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung sebagai adsorben untuk penentuan residu tetrasiklin adalah dengan teknik *dispersive solid phase extraction* (dSPE). Pembuatan *graphene oxide* dilakukan dengan menggunakan metode *single step* dan metode hummers termodifikasi. Karakterisasi *graphene oxide* dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR untuk menentukan gugus fungsional, XRD untuk menentukan tingkat kristalinitas, dan SEM-EDX untuk mengamati morfologi permukaan dan komposisi unsur. Uji adsorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan *graphene oxide* dari tongkol jagung dilakukan dengan empat variasi, yaitu variasi massa, pH, konsentrasi, dan waktu kontak.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum *graphene oxide* menggunakan metode *single step* yaitu, pada massa sebanyak 8 mg dengan konsentrasi adsorbat 2 ppm pada kondisi pH 5 dan waktu kontak selama 50 menit dengan tingkat adsorpsi sebesar 94,91%, serta pada metode hummers termodifikasi menghasilkan kondisi optimum pada pH 5 dengan berat massa 40 mg pada konsentrasi adsorbat 2,5 ppm dan waktu kontak selama 20 menit dengan Tingkat adsorpsi sebesar 95,03%. Validasi metode menunjukkan hasil yang baik dengan memenuhi batas keberterimaan setiap parameter uji. Parameter linieritas ( $r$ ) 0,9999, presisi (RSD) 3,97% dan akurasi (*recovery*) 84,59 – 91,95%. Batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ) didapatkan 0,980 dan 3,269 mg/L secara berturut-turut.

Kata kunci: Antibiotik tetrasiklin, dSPE, tongkol jagung, *graphene oxide*, validasi metode

## **ABSTRACT**

### **DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION BASED ON GRAPHENE OXIDE MATERIAL FROM CORN COB WASTE FOR DETERMINATION OF TETRACYCLINE ANTIBIOTIC RESIDUES**

**By**

**Ayu Miranda Umar**

The significant increase in the use of tetracycline antibiotics has become a new threat to human health. Antibiotics that are not absorbed will be excreted through feces and urine into the environment so that they can cause gene changes, hormonal disorders and cause antibiotic resistance.

The production of graphene oxide from corn cob waste as an adsorbent for the determination of tetracycline residues is by dispersive solid phase extraction (dSPE) technique. The production of graphene oxide was carried out using the single step method and the modified hummers method. Graphene oxide characterization was carried out using FTIR instruments to determine functional groups, XRD to determine the level of crystallinity, and SEM-EDX to observe surface morphology and elemental composition. The tetracycline antibiotic adsorption test using graphene oxide from corn cobs was carried out with four variations, namely mass variation, pH, concentration, and contact time.

The results showed that the optimum condition of graphene oxide using the single-step method, namely, at a mass of 8 mg with an adsorbate concentration of 2 ppm at pH 5 and contact time of 50 minutes with an adsorption rate of 94.91%, and in the modified hummers method produced the optimum condition at pH 5 with a mass weight of 40 mg at an adsorbate concentration of 2.5 ppm and a contact time of 20 minutes with an adsorption rate of 95.03%. Method validation shows good results by meeting the acceptability limit of each test parameter. The linearity parameter ( $r$ ) is 0.9999, the precision (RSD) is 3.97% and the accuracy (recovery) is 84.59 – 91.95%. The limit of detection (LoD) and the limit of quantification (LoQ) were obtained 0.980 and 3.269 mg/L respectively.

**Keywords:** Tetracycline antibiotics, dSPE, corn cob, graphene oxide, method validation

***DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS MATERIAL  
*GRAPHENE OXIDE* DARI LIMBAH TONGKOL JAGUNG UNTUK  
PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK TETRASIKLIN**

Oleh

**AYU MIRANDA UMAR**

Tesis

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar  
MEGISTER SAINS**

Pada

**Program Studi Megister Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Lampung**



**PROGRAM PASCASARJANA MEGISTER KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2024**



Judul Tesis : **DISPERSIVE SOLID PHASE  
EXTRACTION BERBASIS MATERIAL  
GRAPHENE OXIDE DARI LIMBAH  
TONGKOL JAGUNG UNTUK  
PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK  
TETRASIKLIN**

Nama Mahasiswa : **Ayu Miranda Umar**

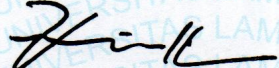
Nomor Pokok Mahasiswa : 2127011006


Program Studi : Megister Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam




1. Komisi Pembimbing

  
**Dr. Rinawati, S.Si., M.Si.**  
NIP. 197104142000032001

  
**Prof. Dr. Buhani, M.Si.**  
NIP. 196904161994032003

2. Ketua Program Studi Megister Kimia

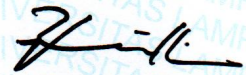
  
**Dr. Dra. Ilim, M.S.**  
NIP. 196505251990032002




**MENGESAHKAN**

1. Tim Penguji

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



Sekretaris : **Prof. Dr. Buhani, M.Si.**



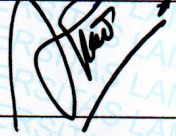
Anggota : **Prof. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T.**



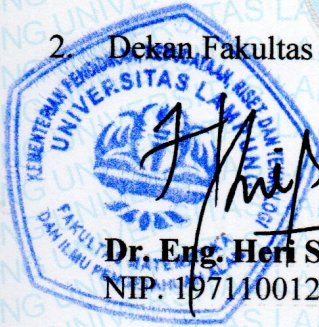
: **Dr. Eng. Ni Luh Gede Ratna J, M.Si.**



: **Dr. Dra. Ilim, M.S.**

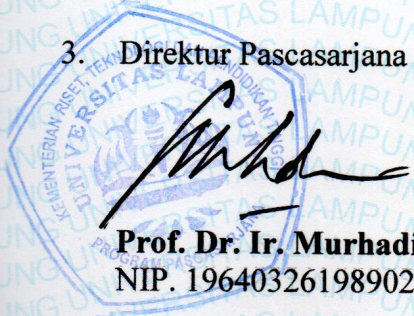


2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.**  
NIP. 197110012005011002

3. Direktur Pascasarjana Universitas Lampung



**Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si.**  
NIP. 196403261989021001

Tanggal Lulus Ujian Sidang Tesis : **12 November 2024**



## SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Ayu Miranda Umar  
Nomor Pokok Mahasiswa : 12127011006  
Program Studi : Megister Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan bahwa tesis yang berjudul, "*Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis Material *Graphene Oxide* dari Limbah Tongkol Jagung untuk Penentuan Residu Antibiotik Tetrasiklin" adalah benar karya saya sendiri. Hak intelektual karya ilmiah ini saya serahkan kepada Universitas Lampung dan saya tidak keberatan jika data tesis ini di kemudian hari dipergunakan oleh pihak dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya dicantumkan.

Atas pernyataan ini, apabila di kemudian hari ditemukan adanya ketidakbenaran maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 12 November 2024  
Yang Menyatakan



Ayu Miranda Umar  
NPM. 2127011006

## RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Ayu Miranda Umar, dilahirkan di kotabumi, pada tanggal 18 juni 1997, sebagai anak ketiga dari empat bersaudara, putri dari bapak Umar Hasim, S.H dan ibu Rosmina Ningsih.

Penulis menyelesaikan pendidikan formal di Taman Kanak-kanak (TK) Aisyiyah Bustanul Athfal pada tahun 2003.

Kemudian, menyelesaikan pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri 1 Ogan Lima pada tahun 2009, Sekolah Menengah Pertama (SMP) Negeri 1 Abung Barat pada tahun 2012, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 3 Kotabumi pada tahun 2015. Setelah lulus SMA, penulis melanjutkan studi ke Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung dan mendapatkan gelar sarjana (S.Si.) pada tahun 2021. Tahun yang sama penulis melanjutkan studi megister di Program Studi Magister Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung.

Selama menjadi mahasiswa magister kimia, penulis pernah menjadi koordinator dan asisten praktikum pada matakuliah kimia analitik I dan II tahun ajaran 2021/2022. Selain itu, penulis telah mempresentasikan hasil penelitian pada seminar internasional “*the 3<sup>rd</sup> International Conference On Chemistry and Science Education (ICChSE)*” pada tahun 2022 dan *The 4<sup>th</sup> Universitas Lampung International Conferense on Science, Technology, and Environment (ULICoSTE) with the theme “Technology and Sustainability: Innovations and Solution for Shaping The Future*” pada tahun 2023.



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dengan menyebut nama Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang segala

Puji dan Syukur kepada Allah SWT

Kupersembahkan Karyaku ini teruntuk

Kedua orang tuaku, keluarga, sahabat, teman yang telah memberikan kasih

sayang, do'a dan dukungannya.

Serta Universitas Lampung

*MOSTO*

لَا يُكَلِّفُ اللَّهُ نَفْسًا إِلَّا وُسْعَهَا

“La yukallifullahu nafsan illa wus'aha.”

“Percayalah, Allah SWT tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya.”



## SANWACANA

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillah segala puji dan syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat, ridho dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan tesis ini. Shalawat serta salam tak lupa penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai suri tauladan umat manusia.

Tesis dengan judul “*Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis Material *Graphene Oxide* dari Limbah Tongkol Jagung untuk Penentuan Residu Antibiotik Tetrasiklin” merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Megister Kimia (M.Si.) pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini, penulis menyampaikan terima kasih setulus-tulusnya kepada:

1. Keluargaku: Papa, Mama, Ayuk, dan Adik. serta kedua keponakan dan kakak ipar.
2. Dr. Rinawati, M.Si. dan Prof. Dr. Buhani, M.Si. selaku Komisi Pembimbing Tesis.
3. Prof. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T., Dr. Eng. Ni Luh Gede Ratna J, M.Si., dan Dr. Dra. Ilim. M.S. selaku Tim Pembahas Tesis.
4. Dr. Dra. Ilim. M.S. selaku Kaprodi Megister Kimia, FMIPA Universitas Lampung.
5. Dr. Eng. Heri Satria, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

6. Prof. Dr. Ir. Murhadi., M.Si. selaku Direktur Pascasarjana Universitas Lampung.
7. Seluruh dosen dan staff Kimia Fmipa Universitas Lampung.
8. Tim Satu Pembimbing : Purna Pirdaus dan Rahmawaty.
9. Teman perkuliahan S1: Rinda, Rosyi, dan Dias.
10. Terima kasih kepada diri Penulis yang sudah bertahan, sudah berjuang, tidak berhenti, tidak menyerah. Terimakasih sudah sekuat dan sehebat ini.
11. Seluruh rekan di prodi Megister Kimia Angkatan 2021.
12. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam menyelesaikan tesis ini.

Semoga tesis ini dapat berguna dan bermanfaat.

Bandar Lampung, 12 November 2024  
Penulis

**Ayu Miranda Umar**



## DAFTAR ISI

Halaman

<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>i</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>iii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>v</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Tujuan Penelitian .....	2
1.3. Manfaat Penelitian .....	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1 Antibiotik Tetrasiklin.....	4
2.2. <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (dSPE).....	7
2.3. <i>Graphene Oxide</i> .....	9
2.4. Adsorpsi .....	11
1. Adsorpsi fisika ( <i>physical adsorption</i> ) .....	12
2. Adsorpsi kimia ( <i>chemical adsorption</i> ).....	12
2.5. Isoterm Adsorpsi.....	14
2.6. Adsorben .....	15
2.7. Tongkol Jagung.....	16
2.8. Karakterisasi .....	17
2.8.1. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) .....	17
2.8.2. <i>Fourier Transform-Infra Red</i> (FT-IR) .....	20
2.8.3. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	23
2.9. Validasi Metode .....	24
<b>III. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>27</b>
3.1. Waktu dan Tempat Pelaksanaan .....	27
3.2. Alat dan Bahan.....	27
3.3. Prosedur Kerja .....	28
3.4. Optimasi Parameter Adsorpsi Antibiotik Tetrasiklin .....	30
3.4.1. Penentuan pH optimum.....	30
3.4.2. Penentuan massa optimum.....	30
3.4.3. Penentuan waktu optimum.....	31
3.4.4. Penentuan konsentrasi optimum .....	31
3.5. Validasi Metode .....	31
3.5.1. Linearitas.....	32
3.5.2. Presisi (ketelitian).....	32

3.5.3. Akurasi (ketepatan) .....	32
3.5.4. Penentuan limit deteksi (LoD) dan limit kuantifikasi (LoQ) .....	33
3.6. Penentuan Antibiotik Tetrasiklin dalam Air Limbah Rumah Sakit.....	33
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>34</b>
4.1. Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> dari Tongkol Jagung .....	34
4.2. Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i> dari Tongkol Jagung.....	38
4.3. Optimasi <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> (dSPE) .....	43
4.3.1. Pengaruh pH optimum .....	43
4.3.2. Pengaruh waktu kontak optimum.....	45
4.3.3. Pengaruh massa optimum .....	46
4.3.4. Pengaruh konsentrasi optimum .....	47
4.4. Validasi Metode .....	48
4.5. Aplikasi dSPE <i>Graphene Oxide</i> .....	51
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>53</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>55</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>62</b>
1. Pengaruh Penentuan pH Optimum.....	63
2. Pengaruh Penentuan Waktu Optimum .....	68
3. Pengaruh Penentuan Massa Optimum .....	73
4. Pengaruh Penentuan konsentrasi Optimum .....	78
5. Validasi Metode .....	83
6. Perhitungan Sampel Air Limbah RS Bintang Amin.....	85
7. Dokumentasi Pengambilan Sampel Air Limbah.....	86



## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Data pemantauan kasus covid-19 di Indonesia.(Penanganan covid-19, 2022).	5
2. Struktur tetrasiklin (Debberma <i>et al</i> , 2019). .....	6
3. Skema teknik dSPE (Roja, 2021).....	8
4. Struktur <i>graphene oxide</i> (Aliyev <i>et al</i> , 2019). .....	9
5. Sintesis <i>graphene oxide</i> (Li <i>et al.</i> , 2014). .....	10
6. (a) Oksidasi <i>graphene</i> menjadi <i>graphene oxide</i> , (b) mekanisme adsorpsi <i>graphene oxide</i> (Wahid <i>et al.</i> , 2022). .....	11
7. Lima tipe isoterm adsorpsi (Chiou, 2002).....	14
8. Skema interaksi antara sampel dan elektron di dalam SEM (Sujatno dkk., 2015). .....	18
9. Hasil karakterisasi SEM <i>graphene oxide</i> hasil pembakaran 350°C dengan perbesaran (a) 570x (b) 720x (c) 2300x (Sujiono <i>et.al.</i> , 2020).....	19
10. Hasil karakterisasi EDX <i>graphene oxide</i> (Neolaka <i>et al.</i> , 2020). .....	19
11. Diagram skema dari spektrometer FTIR (Javid, 2016).....	21
12. Hasil karakterisasi FTIR <i>graphene oxide</i> (Mu <i>et al.</i> , 2013) .....	21
13. Contoh Difraktogram XRD <i>Graphene oxide</i> (Neolaka <i>et al</i> , 2020). .....	24
14. Tongkol jagung setelah (a) dibersihkan dan (b) dihaluskan .....	34
15. Hasil tongkol jagung (a) setelah dipirolisis dan (b) menjadi <i>graphene oxide</i> <i>single step</i> .....	35
16. Hasil karbonisasi tongkol jagung .....	36
17. Hasil <i>graphene oxide</i> hummers termodifikasi .....	38
18. Hasil Karakterisasi FTIR <i>Graphene Oxide</i> .....	38
19. Hasil karakterisasi SEM (a) <i>graphene oxide single step</i> , (b) <i>graphene oxide</i> <i>single step</i> setelah adsorpsi, (c) <i>graphene oxide</i> hummers termodifikasi, dan (d) <i>graphene oxide</i> hummers termodifikasi setelah adsorpsi.....	40

20. Hasil karakterisasi SEM-EDX <i>graphene oxide</i> (a) <i>single step</i> sebelum adsorpsi, (b) <i>single step</i> sesudah adsorpsi, (c) hummers termodifikasi sebelum adsorpsi, dan (d) hummers termodifikasi sesudah adsropsi. ....	41
21. Hasil difraktogram XRD <i>graphene oxide</i> .....	42
22. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh pH adsorbat <i>graphene oxide</i> (a) <i>single step</i> dan (b) hummers termodifikasi. ....	44
23. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh waktu <i>graphene oxide</i> (a) <i>single step</i> dan (b) hummers termodifikasi. ....	45
24. Hasil uji adsorpsi didasarkan pada pengaruh massa adsorben <i>graphene oxide</i> (a) <i>single step</i> dan (b) hummers termodifikasi.....	46
25. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh konsentrasi adsorbat <i>graphene oxide</i> (a) <i>single step</i> dan (b) hummers termodifikasi.....	47
26. Kurva regresi linier larutan kerja tetrasiklin .....	48
27. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum.....	63
28. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum .....	64
29. Kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum.....	65
30. Kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum .....	66
31. Kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu optimum.....	68
32. Kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu optimum .....	69
33. Kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu optimum.....	70
34. Kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu optimum .....	71
35. Kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum.....	73
36. Kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum .....	74
37. Kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum.....	75
38. Kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum .....	76
39. Kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum .....	78
40. Kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum .....	79
41. Kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum .....	80
42. Kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum .....	81
43. Kurva regresi linier larutan kerja tetrasiklin .....	83
44. Kurva regresi linier air limbah RS Bintang amin .....	85
45. Dokumentasi pengambilan sampel air limbah RS Bintang Amin .....	86



## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
1. Data pasien covid-19 di rs “X” kota Semarang tahun periode 2020-2021 berdasarkan diagnose pasien .....	6
2. Korelasi antara jenis vibrasi gugus fungsi dengan frekuensi .....	21
3. Batas keberterimaan presisi berdasarkan persamaan horwitz .....	25
4. Data hasil pengukuran presisi .....	49
5. Data hasil pengukuran akurasi .....	50
6. <i>Limit of detection</i> (LoD) dan <i>limit of quantification</i> (LoQ).....	51
7. Aplikasi <i>graphene oxide</i> pada IPAL RS Bintang Amin .....	52
8. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum.....	63
9. Data uji adsorpsi I penentuan pH optimum.....	63
10. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum .....	64
11. Data uji adsorpsi II penentuan pH optimum .....	64
12. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum. ....	65
13. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan pH optimum.....	65
14. Data uji adsorpsi I penentuan pH optimum.....	66
15. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan pH optimum .....	66
16. Data uji adsorpsi II penentuan pH optimum .....	67
17. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum. ....	67
18. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu optimum.....	68
19. Data uji adsorpsi I penentuan waktu optimum.....	68
20. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu optimum .....	69
21. Data uji adsorpsi II penentuan waktu optimum .....	69
22. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu optimum.....	70
23. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan waktu optimum.....	70
24. Data uji adsorpsi I penentuan waktu optimum.....	71
25. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan waktu optimum .....	71

26. Data uji adsorpsi II penentuan waktu optimum .....	72
27. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu optimum.....	72
28. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum.....	73
29. Data uji adsorpsi I penentuan massa optimum.....	73
30. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum .....	74
31. Data uji adsorpsi II penentuan massa optimum .....	74
32. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum.....	74
33. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan massa optimum.....	75
34. Data uji adsorpsi I penentuan massa optimum.....	75
35. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan massa optimum .....	76
36. Data uji adsorpsi II penentuan massa optimum .....	76
37. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa optimum.....	77
38. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum .....	78
39. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi optimum .....	78
40. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum .....	79
41. Data uji adsorpsi II penentuan konsentrasi optimum.....	79
42. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum. ....	80
43. Nilai kurva kalibrasi I untuk penentuan konsentrasi optimum .....	80
44. Data uji adsorpsi I penentuan konsentrasi optimum .....	81
45. Nilai kurva kalibrasi II untuk penentuan konsentrasi optimum .....	81
46. Data uji adsorpsi II penentuan konsentrasi optimum.....	82
47. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan konsentrasi optimum. ....	82
48. Nilai kurva regresi linier larutan kerja tetrasiklin .....	83
49. Data pengukuran presisi dan akurasi .....	83
50. Data pengukuran LoD dan LoQ.....	84
51. Nilai kurva linier air limbah RS Bintang Amin .....	85
52. Data pengukuran air limbah RS Bintang Amin .....	85

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Munculnya pandemik karena virus covid-19 telah menyebabkan penyalahgunaan dan peningkatan pemakaian antibiotik secara signifikan sehingga menimbulkan ancaman baru bagi kesehatan manusia selanjutnya (Chen *et al*, 2021). Residu antibiotik menjadi salah satu *emerging pollutant* yang menjadi fokus perhatian dengan adanya wabah pandemik covid-19, karena wabah ini telah memicu penggunaan massif antibiotik untuk mengobati dan mencegah serangan virus covid-19 (Gumbo, 2011).

Penentuan residu antibiotik telah dikembangkan dengan menggunakan berbagai instrumen canggih seperti Gas Chromatography (GC), Liquid chromatography (LC), Capillary electrophoresis (CE) dan Enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) (Zahra *et al*, 2019). Akan tetapi penentuan residu antibiotik di lingkungan merupakan hal yang rumit karena berada pada matriks yang kompleks dan kadar analit yang rendah, bahkan lebih rendah dari limit deteksi alat (Vasileios *et al*, 2019). Oleh karena itu diperlukan teknik preparasi sampel yang efisien agar matriks sampel tidak mempengaruhi kinerja instrumen tersebut. Selama ini teknik preparasi yang digunakan adalah ekstraksi cair-cair yang menggunakan pelarut yang banyak, prosedur dan waktu yang lama. Untuk mengatasi hal tersebut telah dikembangkan teknik *Dispersive Solid Phase Extraction* (dSPE). Teknik dSPE memiliki keunggulan seperti waktu preparasi lebih cepat, mudah dilakukan, recovery tinggi dan pelarut organik toksik yang digunakan lebih sedikit (Khatibi *et al*, 2021).

Teknik dSPE berdasarkan prinsip kesetimbangan adsorpsi analit pada fase padat sehingga pemilihan fase padat merupakan faktor yang *crucial*. Saat ini fasa padat berbasis material berstruktur nano seperti *fullerene*, *carbon nanotubes* (CNTs) dan *graphene* telah dikembangkan menggantikan fasa padat konvensional. Dari ketiga kelompok tersebut, *graphene* dan turunannya, *graphene oxide*, memiliki kelebihan yaitu dapat disintesis dengan lebih mudah (Scigalski *et al.*, 2020). Selama ini *graphene* dan turunannya disintesis dari material tidak terbarukan. Hal ini mendorong berbagai upaya untuk mensintesis *graphene oxide* dari sumber alternatif yang terbarukan, berlimpah dan murah seperti limbah pertanian diantaranya gabah padi, ampas kedelai, biji kapas, jerami, kulit kacang tanah.

Provinsi Lampung merupakan produsen penghasil jagung terbesar ketiga dengan hasil produksi jagung sebesar 2,83 juta ton dengan luas panen sebesar 474,9 ribu Ha, produksi jagung di Indonesia meningkat setiap tahunnya (Kemenper, 2021). Meningkatnya produksi jagung akan menghasilkan peningkatan pada limbah tongkol jagung yang belum dimanfaatkan secara optimal. Sekitar 40-50% massa jagung dimiliki oleh tongkol jagung (Richana *et al.* 2007). Sehingga berpotensi untuk meningkatkan pencemaran lingkungan. Tongkol jagung memiliki kandungan unsur utama berupa karbon, hidrogen, dan oksigen. Karbon yang terkandung mencapai 46,8% dari massa tongkol jagung, sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku *natural graphite* dan *graphene oxide* (Tsai *et al.* 2001).

Berdasarkan uraian di atas, maka dalam penelitian ini *graphene oxide* telah dibuat dari limbah tongkol jagung sebagai fase padat dalam teknik dSPE untuk menentukan residu antibiotik tetrasiklin di lingkungan.

## **1.2. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sintesis dan karakterisasi *graphene oxide* dari tongkol jagung



2. Menentukan optimasi parameter *graphene oxide* dari tongkol jagung dengan teknik dSPE
3. Uji kinerja dSPE berbasis *graphene oxide* dari tongkol jagung
4. Aplikasi penentuan antibiotik tetrasiklin pada limbah rumah sakit dengan teknik dSPE

### **1.3. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah diharapkan dapat memberikan informasi tentang pemanfaatan limbah tongkol jagung untuk *graphene oxide* sebagai salah satu material maju yang melimpah dan terbarukan, menjadikan limbah ini bernilai ekonomis dan menjadi alternatif untuk pengolahan limbah pertanian yang banyak terdapat di Provinsi Lampung dan dapat digunakan sebagai salah satu cara dalam menanggulangi pencemaran senyawa antibiotik tetrasiklin di lingkungan.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Antibiotik Tetrasiklin

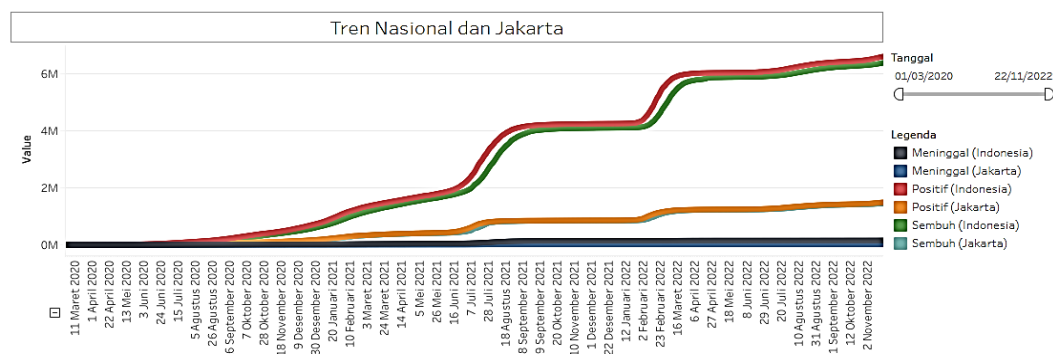
Antibiotika adalah senyawa kimia yang dihasilkan oleh berbagai jenis mikroorganisme antara lain bakteri, jamur dan aktinomises, yang dapat menekan pertumbuhan atau membunuh mikroorganisme lainnya. Antibiotika yang diperoleh secara alami dari mikroorganisme disebut antibiotika alami, antibiotika yang disintesis di laboratorium disebut antibiotika sintetis. Antibiotika yang dihasilkan oleh mikroorganisme dan dimodifikasi di laboratorium dengan menambahkan senyawa kimia disebut antibiotika semisintetis (Pijoh dkk., 2021).

Antibiotik merupakan obat yang paling banyak digunakan pada infeksi yang disebabkan oleh bakteri. Berbagai studi menemukan bahwa sekitar 40-62% antibiotik digunakan secara tidak tepat antara lain untuk penyakit-penyakit yang sebenarnya tidak memerlukan antibiotik. Hidayati (2021) menyatakan bahwa kualitas penggunaan antibiotik diberbagai bagian rumah sakit ditemukan 30% sampai dengan 80% tidak didasarkan pada indikasi. Intensitas penggunaan antibiotik yang relatif tinggi menimbulkan berbagai permasalahan dan merupakan ancaman global bagi kesehatan terutama resistensi bakteri terhadap antibiotik. Selain berdampak pada morbiditas dan mortalitas, juga memberi dampak negatif terhadap ekonomi dan sosial yang sangat tinggi. Pada awalnya resistensi terjadi di tingkat rumah sakit, tetapi lambat laun juga berkembang di lingkungan masyarakat (Kemenkes RI, 2011).

Penggunaan obat antibiotik kombinasi saat covid-19 untuk mencegah terjadi resistensi, mempercepat pembunuhan mikroba, meningkatkan efektifitas dari antibiotik dengan penggunaan obat yang memiliki efek sinergis Tetrasiklin

merupakan antibiotik yang digunakan untuk mengobati beragam penyakit yang disebabkan oleh infeksi bakteri, dalam beberapa kasus covid-19 ini ditandai dengan adanya pneumonia. Pneumonia adalah peradangan akut jaringan paru yang disebabkan oleh mikroorganisme yaitu bakteri, jamur, dan virus, sehingga penggunaan antibiotik tetrasiklin diharapkan akan mencegah terjadinya koinfeksi bakteri.

Berdasarkan data pantauan covid-19 di Indonesia (Gambar 1) penggunaan antibiotik meningkat berdasarkan dengan meningkatnya kasus terkonfirmasi covid-19, sehingga menyebabkan meningkatnya pula residu penggunaan antibiotik di lingkungan. Beberapa kombinasi obat pada penanganan covid-19, yaitu, lopinavir-ritonavir-azitromisin, lopinavir-ritonavir-tetrasiklin, lopinavir-ritonavir-klaritromisin, hidrosiklorokuin-azitromisin dan hidrosiklorokuin-tetrasiklin (Nurhanisah, 2021). Penggunaan antibiotik memiliki banyak dampak negatif bagi kesehatan yaitu reaksi alergi, toksisitas, mempengaruhi flora usus, respon imun, dan resistensi terhadap mikroorganisme. Selain berbahaya bagi kesehatan, residu antibiotik juga dapat pengaruh terhadap lingkungan yaitu cemaran antibiotik tersebut akan masuk ke dalam badan air dan menyebabkan bakteri menjadi resisten dan terhadap nilai ekonomi.



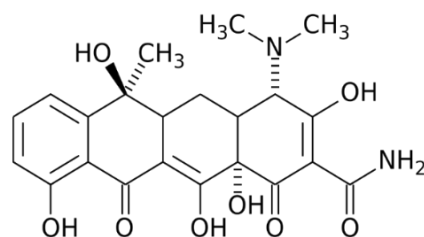
Gambar 1. Data pemantauan kasus covid-19 di Indonesia .(Penanganan covid-19, 2022).

Tabel 1. Data Pasien Covid-19 Di RS “X” Kota Semarang Tahun Periode 2020-2021 Berdasarkan Diagnose Pasien

Diagnosa	Jumlah	Persentase (%)
Covid	34	32,4
Covid + DM	5	4,8
Covid + Pneumonia	22	20,9
Covid + Hipertensi	11	10,5
Covid+ DM+HT+ Hipotiroid	1	0,9
Covid+DM+Hipertensi	6	5,8
Covid+DM+Hipertensi+Pneumonia	2	1,9
Covid+DM+Pneumonia	4	3,8
Covid+Hypotiroid+Pneumonia	1	0,9
Covid+Hepatitis+Pneumonia+Hipertensi	1	0,9
Covid+Sepsis+Pneumonia+Hipertensi	1	0,9
Covid+Dispepsia	3	2,9
Covid+Dispepsia+Pneumonia	7	6,8
Covid+Pneumonia+Hipertensi	5	4,8
Covid+Vertigra $\phi$ ene oxide+Myocardial	1	0,9
Covid+Sepsis+CKD+selulitis+ Hipoalbumin	1	0,9

Sumber : (Ningrum *et al.* 2021)

Tetrasiklin selain digunakan sebagai obat kombinasi selama masa Covid-19, juga telah lama digunakan untuk penyakit yang disebabkan oleh bakteri gram positif dan negatif untuk manusia dan hewan, serta diberikan sebagai suplemen pakan ikan. Antibiotik yang banyak digunakan diantaranya adalah golongan tetrasiklin yaitu tetrasiklin, doksisisiklin, oksitetrasiklin, minosiklin, dan klortetrasiklin. Antibiotik golongan ini mempunyai spektrum luas dan dapat menghambat berbagai bakteri Gram-positif, Gram-negatif, baik yang bersifat aerob maupun anaerob, serta mikroorganisme lain seperti rickettsia, mikoplasma, klamidia, dan beberapa spesies mikobakteria (Tohamy *et al.*, 2020).



Gambar 2. Struktur tetrasiklin (Debberma *et al.*, 2019).



Tetrasiklin memiliki rumus molekul  $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$  dengan berat molekul 480,6 g/mol. Tetrasiklin merupakan serbuk hablur, kuning, tidak berbau, agak higroskopis. Stabil di udara tetapi pada pemaparan terhadap cahaya matahari yang kuat dalam udara lembab menjadi gelap. Larut dalam air, dalam alkali hidroksida dan dalam larutan karbonat, sukar larut dalam etanol, praktis tidak larut dalam kloroform dan eter. Tetrasiklin mudah membentuk garam dengan ion  $Na^+$  dan  $Cl^-$  sehingga kelarutannya menjadi lebih baik. Tetrasiklin merupakan kelompok antibiotika yang dihasilkan oleh jamur *Streptomyces aureofaciens* atau *S. rimosus*. Tetrasiklin bersifat bakteriostatik dengan daya jangkauan (spektrum) luas, dengan jalan menghambat sintesis protein dengan cara mengikat sub unit 30 S dari pada ribosom sel bakteri. Pada unggas tetrasiklin digunakan untuk mengatasi infeksi *Chronic Respiratory Disease* (CRD), *erisipel* dan sinusitis (Subroto dan Tjahjati, 2001).

Instrumen kimia untuk menentukan antibiotik telah berkembang pesat. Namun, untuk meningkatkan kemampuan deteksi, selektifitas, dan mencegah kerusakan alat lebih dini, preparasi sampel sangat penting untuk dilakukan. Teknik preparasi sampel merupakan salah satu tahapan analisis yang *urgent* dan *bottle-neck* yang menjadi penentu keberhasilan analisis menggunakan berbagai instrumen. Oleh karena itu trend penelitian teknik preparasi sampel di bidang kimia analitik terus dikembangkan dengan mempertimbangkan aspek *Green Analytical chemistry* (GAC), yaitu ramah lingkungan, minimalis dalam pelarut, sampel, tahapan proses, dan limbah, serta dapat dilakukan dengan mudah, cepat, tidak mahal tanpa mengurangi selektifitas, sensitifitas, dan efektifitas kinerja alat (Khatibi, 2021).

## **2.2. Dispersive Solid Phase Extraction (dSPE)**

*Solid Phase Extraction* (SPE) adalah salah satu teknik preparasi sampel yang dikembangkan berdasarkan GAC untuk mengatasi kelemahan teknik ekstraksi cair-cair konvensional yang memerlukan waktu dan pelarut yang banyak. Namun

demikian, teknik SPE ini dalam pelaksanaannya masih memerlukan jumlah sampel cukup banyak, memerlukan pompa bertekanan, kemungkinan *plugging* dalam kolom SPE, dan hanya sekali pakai. Di Indonesia, SPE komersial diperoleh secara impor dan relatif mahal untuk analisis di laboratorium. Untuk mengatasi kelemahan tersebut telah dikembangkan teknik dSPE yang searah dengan GAC (Rahimpoor *et al.*, 2020)



Gambar 3. Skema teknik dSPE (Roja, 2021).

Teknik dSPE dilakukan dengan menambahkan partikel sorben padat yang terdispersi pada larutan sampel sehingga terjadi proses kesetimbangan partisi antara analit yang terjerap pada fase padat dan larutan sampel. Material sorben padat dSPE merupakan salah satu faktor penting yang menentukan jumlah analit yang terekstrak. Saat ini material berbasis karbon nano seperti *multi-walled carbon nanotubes* (MWCNTs), *fullerene* dan *graphene* telah dikembangkan untuk fase padat dSPE (Rahimpoor *et al.*, 2020). Dari adsorben tersebut, *graphene* dan turunannya memiliki peluang yang lebih besar untuk diterapkan karena dapat disintesis dengan lebih mudah (Neolaka, 2020).

Metode dSPE banyak digunakan untuk menganalisis residu pestisida (Zhao *et al.*, 2018), menganalisis polutan lingkungan seperti senyawa PAHs (Nikolic *et al.*, 2017), dan polutan lingkungan seperti senyawa antibiotik (Zhang *et al.*, 2017).

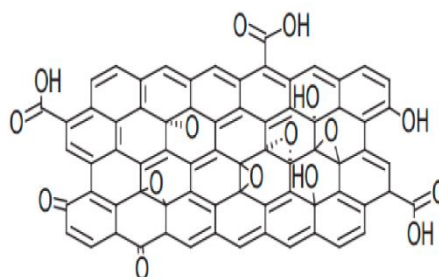
Metode dSPE biasanya terdiri dari tiga langkah utama, yaitu (Farajzadeh *et al.*, 2021) :

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

Keunggulan teknik dSPE yaitu waktu preparasi sampel berlangsung cepat, biaya yang digunakan sedikit, mudah dilakukan, pelarut organik toksik yang digunakan sedikit sehingga bersifat lebih ramah lingkungan, dapat digunakan kembali (*reusable*), sensitif, persen *recovery* yang tinggi, efektivitas yang tinggi, dan pengaplikasian yang luas (Ścigalski *and* Kosobucki, 2020).

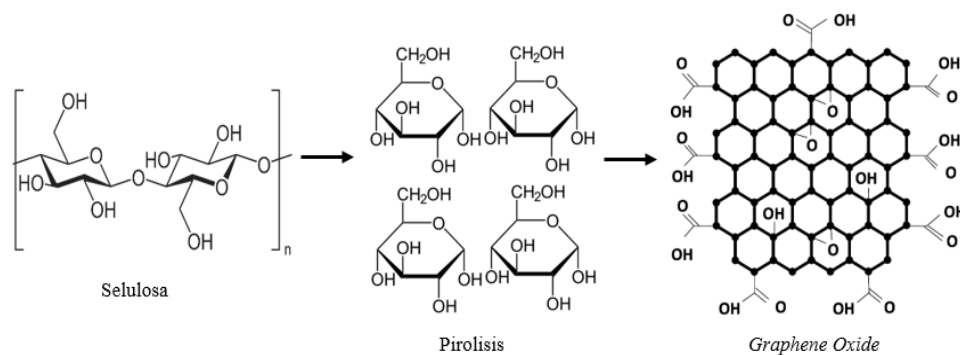
### 2.3. Graphene Oxide

*Graphene* merupakan alotrop karbon yang berbentuk lembaran datar tipis dimana setiap atom karbon memiliki ikatan  $sp^2$  dan dikemas rapat dalam bentuk kisi kristal seperti sarang lebah. *Graphene oxide* merupakan senyawa turunan dari *graphene* yang tidak hanya mengandung karbon, tetapi juga oksigen dan hidrogen. *Graphene oxide* memiliki gugus fungsi oksigen, yang menjadikannya pilihan yang tepat untuk digunakan dalam banyak aplikasi. Gugus fungsi yang mengandung oksigen pada *graphene oxide* seperti gugus karboksil ( $-COOH$ ), karbonil ( $-C=O$ ), fenol, epoksi ( $C-O-C$ ), dan hidroksil ( $-OH$ ) memberikan sifat hidrofilik untuk *graphene oxide*. Kandungan oksigen pada *graphene oxide* juga mengurangi sifat-sifat unggul yang lain dari *graphene*. Struktur *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 4.



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

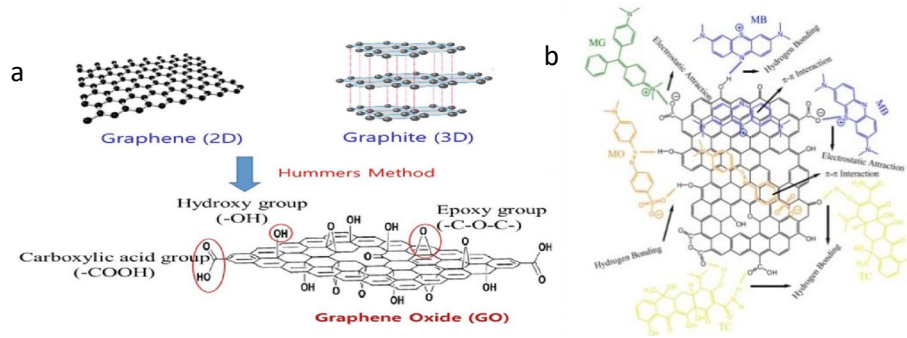
*Graphene oxide* umumnya diproduksi menggunakan bubuk *graphite* sebagai bahan prekursor, Namun, *graphite* dengan tingkat kemurnian tinggi sangat mahal dan sulit didapatkan. Untuk mengatasi hal itu, persiapan turunan *graphene* yaitu *graphene oxide* dapat dilakukan menggunakan bahan *non-graphite* tanpa zat pengoksidasi tambahan. Sintesis *graphene oxide single step* dapat dilakukan menggunakan tongkol jagung yang banyak mengandung selulosa, lalu di pirolisis dengan suhu sedang, tanpa penggunaan bahan kimia beracun dan *graphite* sebagai prekursor. Pembentukan *nanosheet graphene oxide* menunjukkan bahwa aromatisasi dan kondensasi monomer glukosa telah terjadi yang menyebabkan pembentukan ikatan glikosidik, selanjutnya konvergen menjadi cincin poliaromatik pada pirolisis (Deberma *et al.*, 2019). Sintesis *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Sintesis *graphene oxide* (Li *et al.*, 2014).

*Graphene* dapat disintesis dari grafit murni dan dioksidasi sehingga menghasilkan turunan *graphene* yaitu *graphene oxide* yang memiliki gugus oksida seperti epoksi, karbonil, dan karboksil yang sifatnya lebih sesuai untuk adsorpsi antibiotik (Gambar 6a). Adanya gugus fungsi ini akan meningkatkan kapasitas adsorpsi antibiotik melalui beberapa interaksi seperti interaksi  $\pi$ - $\pi$ , ikatan hidrogen atau pun gaya elektrostatis seperti terlihat pada Gambar 6b.





Gambar 6. (a) Oksidasi *graphene* menjadi *graphene oxide*, (b) mekanisme adsorpsi *graphene oxide* (Wahid *et al.*, 2022).

## 2.4. Adsorpsi

Adsorpsi merupakan peristiwa fisik atau kimia pada permukaan yang dipengaruhi oleh suatu reaksi kimia antara adsorben dan adsorbat. Adsorben merupakan bahan padatan yang mampu mengadsorpsi sedangkan adsorbat adalah padatan, cairan, atau gas yang diadsorpsi. Dengan demikian, proses adsorpsi dapat terjadi antara padatan dengan padatan, gas dengan padatan, gas dengan cairan, cairan dengan cairan, dan cairan dengan padatan (Ketaren., 1986).

Adsorpsi adalah proses perpindahan massa pada permukaan pori-pori dalam butiran adsorben. Perpindahan massa yang terjadi melalui batas antara dua fasa yaitu gas-padat dan cair-padat. Proses yang terjadi selama adsorpsi yaitu perpindahan massa dari cairan ke permukaan butir, difusi dari permukaan butir ke dalam butir melalui pori, perpindahan massa dari cairan dalam pori ke dinding pori dan adsorpsi pada dinding pori. Adsorpsi dapat terjadi karena adanya energi permukaan dan gaya tarik-menarik permukaan. Sifat dari masing-masing permukaan berbeda, tergantung pada susunan dalam molekul-molekul zat. Setiap molekul dalam interior dikelilingi oleh molekul-molekul lainnya, sehingga gaya tarik-menarik antar molekul akan sama besar, setimbang ke segala bagian, sedangkan untuk molekul di permukaan hanya mempunyai gaya tarik ke arah dalam.

Adsorpsi dapat dikelompokkan menjadi dua, yaitu:

### **1. Adsorpsi fisika (*physical adsorption*)**

Adsorpsi fisika merupakan adsorpsi karena adanya gaya Van der Waals dan merupakan suatu proses bolak-balik apabila daya tarik menarik antara zat terlarut dan adsorben lebih besar dari daya tarik menarik antara zat terlarut dengan pelarutnya maka zat yang terlarut akan diadsorpsi pada permukaan adsorben. Adsorpsi fisika merupakan peristiwa reversibel sehingga jika kondisi operasinya diubah, maka akan membentuk kesetimbangan baru. Adsorpsi fisika umumnya terjadi dengan interaksi yang lemah sehingga zat yang diadsorpsi mudah untuk dilepaskan kembali. Selain itu, adsorpsi fisika membentuk lapisan multilayer dengan energi adsorpsi 5-40 kJ/mol

### **2. Adsorpsi kimia (*chemical adsorption*)**

Adsorpsi kimia yaitu adsorpsi yang terjadi karena terbentuknya ikatan kimia antara molekul-molekul adsorbat dengan. Ikatan yang terbentuk merupakan ikatan yang terjadi dapat berupa ikatan ionik maupun ikatan kovalen, sehingga panas adsorpsi yang dihasilkan tinggi sekitar 40-800 kJ/mol serta lapisan yang terbentuk merupakan lapisan monolayer.

Faktor yang mempengaruhi proses adsorpsi antara lain :

#### **1. pH**

pH larutan merupakan salah satu faktor terpenting yang mempengaruhi proses adsorpsi karena berpengaruh pada muatan permukaan material, kapasitas adsorpsinya, dan jenis ion logam berat yang ada dalam larutan air. Pengaruh persaingan pada tolakan elektrostatis dan ion  $H^+$  antara situs aktif adsorpsi bermuatan positif dapat menghasilkan penurunan kapasitas adsorpsi (Buhani *et al.*, 2021).

#### **2. Suhu**

Panas dilepaskan ketika molekul diadsorpsi ke sejumlah permukaan materi. Panas adsorpsi digunakan untuk menentukan kekuatan penghalang yang dibentuk oleh adsorpsi. Suhu adsorpsi menurun dengan meningkatnya jumlah adsorpsi.

Situs aktif permukaan materi dikaitkan dengan panas adsorpsi tinggi dan situs lain yang kurang baik dalam menyerap panas. Panas yang dipancarkan atau berhubungan dengan proses adsorpsi disebut kalor adsorpsi. Suhu berperan penting dalam adsorpsi. Adsorpsi fisika dapat terjadi pada suhu rendah dan berubah menjadi adsorpsi kimiawi pada suhu tinggi, seperti dalam kasus adsorpsi hidrogen pada permukaan nikel (Mhemeed, 2018).

### 3. Adsorbat

Karakteristik adsorbat meliputi; berat molekul, bentuk molekul, konsentrasi, adanya senyawa lain sebagai competitor, polaritas, dan reaktivitas adsorbat (Buhani dan Suharso, 2016).

### 4. Adsorben

Pengaruh dosis adsorben merupakan salah satu faktor penting yang dipelajari untuk mengoptimalkan proses adsorpsi, karena massa adsorben merupakan salah satu faktor penentu dalam proses adsorpsi. Peningkatan konsentrasi adsorben yang digunakan akan meningkatkan jumlah situs aktif adsorben untuk adsorbat, sehingga kapasitas adsorpsinya meningkat (Buhani *et al.*, 2019).

### 5. Waktu Kontak

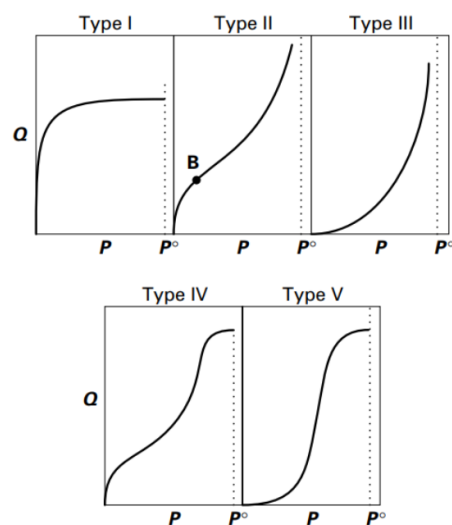
Waktu kontak antara adsorben dan adsorbat merupakan salah satu hal penting dalam proses adsorpsi karena dapat memberikan informasi tentang durasi waktu adsorpsi untuk menyerap atau menghilangkan adsorbat yang ditargetkan secara maksimal dalam media berair. Data waktu kontak adsorpsi dapat digunakan untuk mengamati waktu kesetimbangan pada puncak adsorpsi adsorbat dan menentukan kinetika proses adsorpsi (Buhani *et al.*, 2021).

### 6. Luas Permukaan

Luas permukaan suatu adsorben mempengaruhi proses adsorpsi karena semakin besar luas permukaan adsorben maka kapasitas adsorpsi semakin meningkat, salah satu cara untuk membesar luas permukaan yakni dengan aktivasi baik fisika maupun kimia (Buhani *et al.*, 2021).

## 2.5. Isoterm Adsorpsi

Pada tahun 1945, Brunauer mengelompokkan isoterm menjadi lima kelas utama, tipe I hingga V, seperti yang diilustrasikan pada Gambar 7. Tipe I dicirikan oleh adsorpsi tipe Langmuir, yang menunjukkan pendekatan monoton ke nilai pembatas yang sesuai secara teoritis dengan monolayer permukaan. Tipe II, yang paling umum untuk adsorpsi fisika pada permukaan yang relatif terbuka, di mana adsorpsi berlangsung secara progresif dari submonolayer ke multilayer; isoterm menunjukkan lengkungan cekung-ke-bawah yang berbeda pada beberapa tekanan relatif rendah ( $P/P^\circ$ ) dan kurva naik tajam pada  $P/P^\circ$  tinggi. Titik B di lutut kurva menandakan bentuk lapisan tunggal yang teradsorpsi. Isoterm tipe III menandakan interaksi gas-padatan yang relatif lemah, seperti yang ditunjukkan oleh adsorpsi air dan alkana pada padatan polaritas rendah yang tidak berpori seperti polytetrafluoroethylene (Teflon). Dalam hal ini, adsorbat tidak menyebar secara efektif pada permukaan padat. Isoterm tipe IV dan V adalah karakteristik dari adsorpsi uap oleh kondensasi kapiler ke dalam pori-pori adsorben kecil, di mana adsorpsi mencapai nilai asimtotik saat tekanan saturasi didekati. Adsorpsi uap organik pada karbon aktif biasanya tipe IV, sedangkan adsorpsi uap air pada karbon aktif adalah tipe V (Chiou, 2002).



Gambar 7. Lima tipe isoterm adsorpsi (Chiou, 2002).

Keseimbangan adsorpsi, yang pada umumnya dipelajari melalui pendekatan isoterm adsorpsi, merupakan landasan penting untuk memahami suatu proses adsorpsi, khususnya untuk mengetahui seberapa banyak molekul-molekul adsorbat dapat dijerap oleh suatu material berpori. Beberapa model isoterm adsorpsi yang banyak digunakan untuk adsorpsi monokomponen dan bikomponen antara lain :

#### 1. Isoterm Langmuir

Model isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu situs aktif yang sebanding dengan luas permukaan, permukaan adsorben bersifat seragam dan proses adsorpsi bersifat monolayer. Proses adsorpsi yang terjadi diakibatkan oleh adanya interaksi kimia antara adsorbat dengan sisi aktif pada permukaan adsorben (Buhani dkk., 2020).

#### 2. Isoterm Freundlich

Model isoterm Freundlich merupakan persamaan empiris yang digunakan untuk menggambarkan sistem heterogen dan adsorpsi pada multilayer (Shao *et al.*, 2016)

#### 3. Isoterm Langmuir Biner

Adsorpsi pada sistem bikomponen dimana terdapat dua adsorbat pada suatu larutan dapat dianalisis menggunakan persamaan isoterm Langmuir biner untuk campuran biner. Model isoterm Langmuir biner paling banyak digunakan untuk menyesuaikan data biosorpsi (Buhani *et al.*, 2021).

### 2.6. Adsorben

Adsorben adalah bahan padat dengan luas permukaan dalam yang sangat besar. Permukaan yang luas ini terbentuk karena banyaknya pori-pori yang halus pada padatan tersebut. Selain luas spesifik dan diameter pori, distribusi ukuran partikel maupun kekerasannya merupakan data karakteristik yang penting dari suatu adsorben. Adsorben yang paling banyak digunakan saat ini adalah adsorben yang berasal dari bahan alam. Senyawa yang ada dalam bahan alami yang berperan



dalam proses adsorpsi yaitu selulosa, lignin, dan hemiselulosa. Kapasitas adsorpsi setiap senyawa yang terdapat pada bahan-bahan alami dipengaruhi oleh struktur masing-masing senyawa (Asnawati, 2017). Adsorben dapat digolongkan menjadi dua berdasarkan adsorbat yang diserap, yaitu polar dan non-polar. Adsorben polar adalah adsorben hidrofilik, adsorben ini dapat menyerap air. Contoh dari adsorben ini adalah silika gel yang biasa digunakan untuk menyerap uap air pada rak sepatu. Adsorben non polar adalah adsorben hidrofobik, adsorben ini akan menyerap adsorbat selain air. Contoh dari adsorben non-polar adalah karbon aktif dan *graphene*.

## **2.7. Tongkol Jagung**

Provinsi Lampung memiliki komoditas unggulan yang berkontribusi signifikan terhadap produk nasional diantaranya singkong, jagung dan tebu. Jumlah produksi singkong di Provinsi Lampung mencapai sekitar 6,68 juta ton/tahun menjadikan Lampung sebagai produsen singkong terbesar secara nasional (BPS, 2018). Untuk produksi jagung, Lampung menghasilkan produksi jagung sebesar 2,83 juta ton/tahun menjadi penghasil jagung terbesar ketiga, sedangkan untuk tebu Lampung menjadi produsen terbesar kedua dengan hasil produksi tebu sebesar 768 ribu ton/tahun. Seiring dengan peningkatan produksi tanaman tersebut, maka limbah pertanian yang dihasilkan semakin meningkat. Limbah tongkol jagung disebut sebagai limbah lignoselulosik, disebabkan oleh komposisi senyawa utama tongkol jagung yang terdiri dari selulosa (48,1%), hemiselulosa (37,2%), dan lignin (15%). Selulosa dan hemiselulosa merupakan senyawa organik yang terdiri dari atom karbon, hidrogen, dan oksigen. Sementara, lignin merupakan salah satu jenis polimer alam yang mengandung karbon ~50% lebih besar (per-unit massa) dibandingkan selulosa. . Jagung memiliki komponen pati sekitar 73% yang tersusun atas 25-30% amilosa dan 75% amilopektin (Biha *et al.*, 2021). Jagung mengandung berbagai nutrisi, seperti karbohidrat, protein, sejumlah vitamin dan mineral yang baik untuk kesehatan tubuh. Adapun vitamin yang ada di dalam jagung, yaitu vitamin A, vitamin C dan vitamin B. Sedangkan, mineral

yang terkandung diantaranya, mangan, kalsium, magnesium, tembaga dan fosfor (Hatta dkk., 2022).

Berbagai upaya dilakukan untuk mengurangi limbah tongkol jagung di Indonesia dengan menggunakannya sebagai pupuk, bahan baku karbon aktif, dan biohidrogen. Karbon merupakan salah satu unsur kimia yang paling banyak terkandung didalam tongkol jagung. Material karbon merupakan bahan utama yang dibutuhkan untuk sintesis *graphene oxide*, sehingga limbah tongkol jagung berpotensi untuk digunakan sebagai bahan baku sintesis *graphene oxide*.

## **2.8. Karakterisasi**

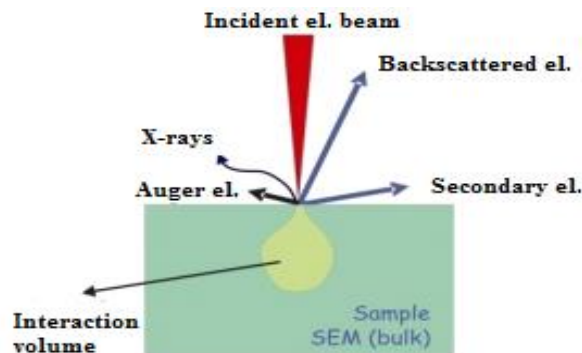
### **2.8.1. Scanning Electron Microscope (SEM)**

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

SEM adalah salah satu jenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi sehingga hasil yang diperoleh dari analisis dengan SEM yaitu bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan sedangkan dengan EDX dapat diketahui komposisi serta kadar unsur dalam sampel. Cara kerja SEM yaitu gelombang elektron dari *electron gun* terkondensasi pada lensa kondensor dan terfokus menjadi titik yang jelas pada lensa objektif. *Scanning coil* yang diberi energi menyediakan medan magnet untuk sinar elektron. Berkas sinar yang mengenai cuplikan akan menghasilkan sinar elektron sekunder yang dikumpulkan oleh detektor sekunder. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik dengan berbagai intensitas di permukaan *Cathode RayTube* (CTB) sebagai topografi gambar (Kroschwitz,

1990). Pada sistem ini elektron akan dikonsentrasikan pada spesimen dan bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar.

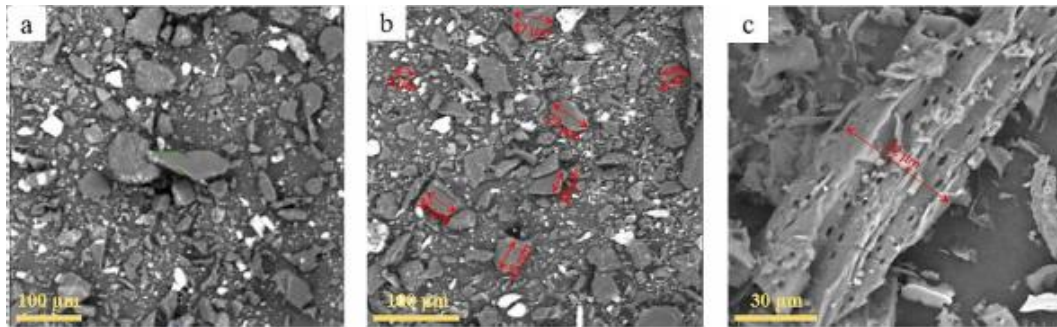
Ketika berkas elektron ditembakkan ke permukaan sampel, terjadi interaksi elektron dengan atom-atom di permukaan maupun di bawah permukaan sampel. Interaksi ini mengakibatkan sebagian besar berkas elektron berhasil keluar kembali, elektron-elektron tersebut disebut sebagai *Backscattered Electrons* (BSE) dan sebagian kecil elektron akan masuk ke dalam sampel kemudian memindahkan sebagian besar energi ke elektron atom sehingga terpelempar ke luar permukaan sampel, elektron ini disebut *Secondary Electrons* (SE). Pembentukan elektron-elektron sekunder selalu diikuti proses munculnya X-ray yang karakteristik untuk setiap elemen, sehingga dapat digunakan untuk mengukur kandungan elemen yang ada di dalam bahan yang diteliti. Skema interaksi antara sampel dan elektron di dalam SEM dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema interaksi antara sampel dan elektron di dalam SEM (Sujatno dkk., 2015).

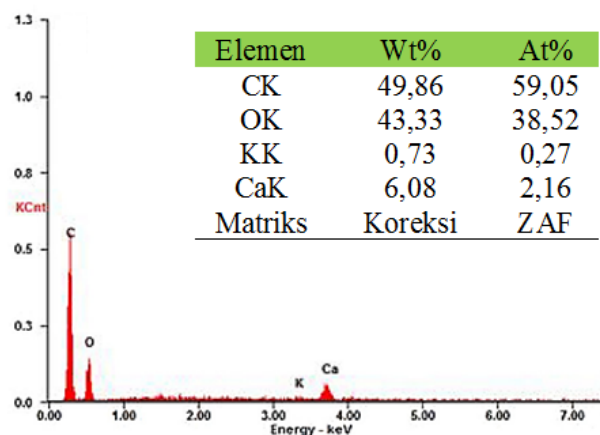
Prinsip kerja EDX yaitu analisis kualitatif yang dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-x dari unsur-unsur yang sudah diketahui selain mengetahui keberadaan suatu unsur dalam sampel, hasil analisis EDX juga dapat menunjukkan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

(Sujiono *et.al.*, 2020). Contoh hasil karakterisasi SEM-EDX *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 9 dan 10.



Gambar 9. Hasil karakterisasi SEM *graphene oxide* hasil pembakaran 350 °c dengan perbesaran (a) 570x (b) 720x (c) 2300x (Sujiono *et.al.*, 2020).

morfologi *graphene oxide* tampak menyerupai serpihan dengan bagian tepi permukaanyang tajam. Secara umum, partikel-partikel yang terbentuk menghasilkan ukuran yang tidak seragamberkisar antara 3 sampai 52 µm. Berdasarkan mikrografi SEM dengan perbesaran 2300 kali terdapat *wrinkled areas* dan serat-serat yang mengindikasikan bahwa struktur *natural graphite* masih menjaga unsur instrinsik dari tongkol jagung. Selain itu, terlihat bahwa *natural graphite* memiliki struktur yang berpori.

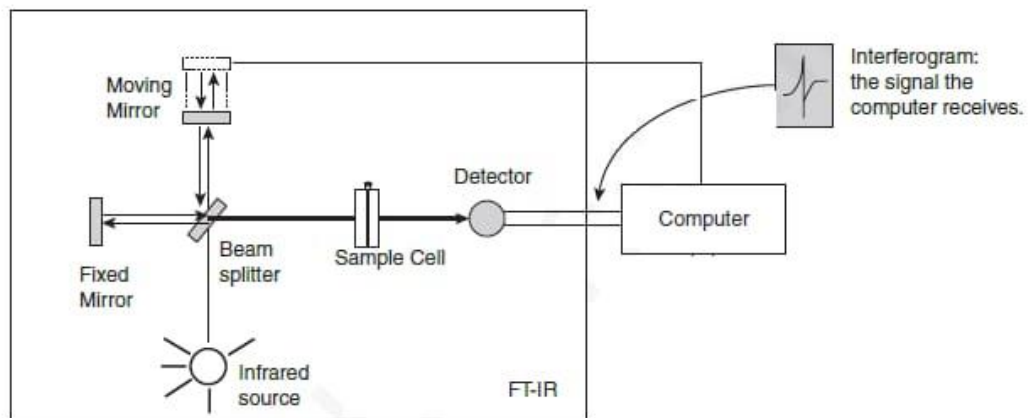


Gambar 10. Hasil karakterisasi EDX *graphene oxide* (Neolaka *et al.*, 2020).

### 2.8.2. *Fourier Transform-Infra Red (FT-IR)*

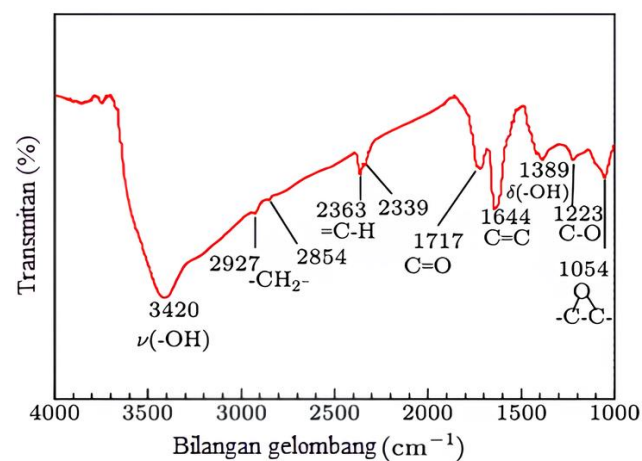
*Fourier Transform-Infra Red (FT-IR)* merupakan salah satu instrumen dengan menggunakan prinsip spektroskopi. Spektroskopi ini merupakan spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi *fourier* untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya (Riyanto and Nas, 2016). Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak (Chusnul, 2017). Cara kerja FTIR yaitu sinar inframerah direfleksikan ke sampel (padatan) melalui tempat kristal sehingga terjadi kontak dengan permukaan sampel. Degradasi atau induksi oleh oksidasi, panas, maupun cahaya, dapat diikuti dengan cepat melalui inframerah. Sensitivitas FTIR adalah 80-200 kali lebih tinggi dari instrumentasi dispersi standar karena resolusinya lebih tinggi (Kroschwits, 1990).

Pada FTIR menggunakan suatu interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator pada spektrometer IR yang terletak di depan monokromator. Interferometer digunakan untuk memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram. Interferogram juga memberikan informasi yang berdasarkan pada intensitas spektrum dari setiap frekuensi. Informasi yang keluar dari detektor diubah secara digital dalam komputer dan ditransformasikan sebagai domain, tiap-tiap satuan frekuensi dipilih dari interferogram yang lengkap (*fourier transform*). Kemudian sinyal itu diubah menjadi spektrum IR sederhana. FTIR terdiri atas tiga komponen utama, yaitu sumber sinar, interferometer Michelson, dan detektor. Diagram skema dari Spektrometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Diagram skema dari spektrometer FTIR (Javid, 2016).

*Graphene oxide* memiliki gugus fungsi utama yaitu gugus fungsi C=C dan OH serta gugus fungsional lainnya yang dimiliki oleh *graphene oxide* adalah gugus hidroksil (C-OH), epoksi (C-O-C), asam karboksilat (C(=O)OH), dan karbonil (C=O). Gugus fungsi C=C yang terbentuk menandakan adanya material karbon dan OH menjadi struktur dasar dari *graphene oxide* atau rgo (*reduced graphene oxide*) yang saling berikatan dan membentuk heksagonal atom karbon dimana ikatan rangkap tersebut merupakan ikatan kovalen (Fathia, 2018). Contoh hasil karakterisasi FTIR *graphene oxide* ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Hasil karakterisasi FTIR *graphene oxide* (Mu *et al.*, 2013)



Tabel 2. Korelasi antara jenis vibrasi gugus fungsi dengan frekuensi

Frekuensi		Jenis gugus fungsi	Jenis kelompok atau senyawa
cm-1	$\mu\text{m}$		
4000-3200	2,50-3,13	O-H dan N-H	Amina primer dan sekunder, asam organik dan fenol
3310-3300	3,02-3,03	C-H (tidak jenuh)	Alkuna
3100-3000	3,23-3,33	C-H (tidak jenuh)	Senyawa aromatik dan olefinik
3000-2800	3,33-3,57	C-H (alifatik)	Metil, metilena, gugus methync
2500-2000	4,00-5,00	$X\equiv Y$ , $X=Y=Z$	Alkuna*. Anllenes1, sianat, isosianat, nitril, isosianida, azida, garam diazonium, keton, tiosianat, isothiocyantes
1870-1550	5,35-6,45	C=O	Ester;. keton, amida. asam karboksilat dan garamnya. asam anhidrida
1690-1620	5,92-6,17	C=C	Senyawa olefinik
1680-1610	5,92-6,21	N=O	Senyawa nitrit organik
1655-1610	6,04-6,21	-O-NO <sub>2</sub> asimentrik	Senyawa nitrit organik (getaran peregangan simetris -O-NO <sub>2</sub> terjadi pada 1300- 1255cm-1 (7,69-7,97 $\mu\text{m}$ ))
1600-1510	6,25-6,62	-NO <sub>2</sub> asimetris	Senyawa nitro organik (getaran peregangan simetris -NO <sub>2</sub> terjadi pada 1385- 1325cm-1 (7,22- 7,55 $\mu\text{m}$ ))
1600-1450	6,25-6,90	C=C	Sistem cincin aromatik (biasanya empat pita)
1490-1150	6,71 -8,70	H-C-H	Metil, metilen
1420-990	7,04-10,10	S=O	Sulfoksida, sulfat. sulfit, asam sulfinat atau ester, sulfon, asam sulfonat, sulfonat, sulfonamida, sulfonil halida
1310-1020	7,63-9,80	C-O-C	Eter (aromatik, olefinik atau alifatik)
1225-1045	8,16-9,67	C=S	Thioester. thioureas, thioamides pyrothiones
1000-780	10,00-12,82	C=C-H deformasi	Ketidakjenuhan alifatik
900-670	11,11-14,93	C-H deformasi	Aromatik tersubstitusi
850-500	11,76-20,00	C-X	Organohalogen
730-720	13,70-13,90	(CH <sub>2</sub> ) <sub>n&gt;3</sub>	Empat atau lebih gugus metilen berturut-turut

X, Y, dan Z dapat mewakili salah satu atom C, N, O dan S.

Sumber : (Socrates G, 2001)

### 2.8.3. *X-Ray Diffraction (XRD)*

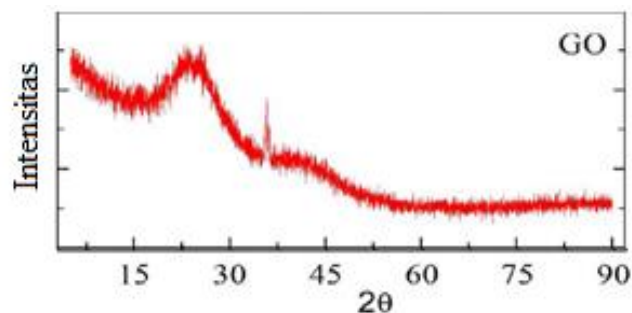
XRD adalah suatu alat analisis terdiri dari tiga bagian utama yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti, dan detektor sinar-X. Prinsip kerja XRD secara umum yaitu tabung sinar-X yang berisi katoda menghasilkan sinar-X untuk memanaskan filamen sehingga menghasilkan elektron. Adanya perbedaan tegangan akan menyebabkan percepatan elektron untuk menembaki objek. Ketika electron memiliki energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek maka akan dipancarkan sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Detektor akan merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik (Ratnasari, 2009).

Bila seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material.

Prinsip kerja dari XRD dapat dijelaskan bahwa, setiap senyawa terdiri dari susunan atom-atom yang membentuk bidang tertentu. Jika sebuah bidang memiliki bentuk yang tertentu, maka partikel cahaya (foton) yang datang dengan sudut tertentu hanya akan menghasilkan pola pantulan maupun pembiasan yang khas. Dengan kata lain, tidak mungkin foton yang datang dengan sudut tertentu pada sebuah bidang dengan bentuk tertentu akan menghasilkan pola pantulan ataupun pembiasan yang bermacam-macam. Sebagai gambaran, bayangan sebuah objek akan membentuk pola yang sama seandainya cahaya berasal dari sudut datang yang sama. Kekhasan pola difraksi yang tercipta inilah yang dijadikan landasan dalam analisa kualitatif untuk membedakan suatu senyawa dengan senyawa yang lain menggunakan instrumen XRD. Pola unik yang terbentuk untuk

setiap difraksi cahaya pada suatu material seperti halnya *fingerprint* (sidik jari) yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang berbeda (Muzakir, 2012).

Pada XRD, Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai  $2\theta$  tertentu sebagai hasil dari difraksi berkas cahaya oleh kristal pada material, dimana  $\theta$  merepresentasikan sudut datang cahaya. Sedangkan nilai  $2\theta$  merupakan besar sudut datang dengan sudut difraksi yang terdeteksi oleh detektor (Dwandaru dkk., 2019). Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Contoh Difraktogram XRD *Graphene oxide* ditunjukkan pada gambar 13.



Gambar 13. Contoh Difraktogram XRD *Graphene oxide* (Neolaka *et al*, 2020).

Dimana *graphene oxide* memiliki struktur kristalin dengan intensitas *peak* yang lebih rendah dibandingkan grafit dengan ukuran partikel yang beragam tergantung pada bahan baku grafit yang digunakan. Tingkat kristalinitas *graphene oxide* dapat ditentukan dari difraktogram XRD yang ditunjukkan dengan *peak* yang cukup intens dan tajam pada  $2\theta = 25,5826^\circ$ .

## 2.9. Validasi Metode

Metode yang dibuat atau yang digunakan harus divalidasi dengan cara dievaluasi dan diuji agar dapat memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan

data yang valid dan sesuai dengan tujuan (Riyanto, 2014). Validasi metoda analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2006). Beberapa parameter yang digunakan dalam validasi metode adalah presisi, akurasi, linearitas, dan batas deteksi.

### 1. Presisi

Presisi atau kesamaan menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual sampel yang diukur melalui rerata penyebaran hasil individual, ketika prosedur metode analisis dilakukan secara berulang-ulang pada sampel yang diambil dari campuran homogen. Penelitian ini akan dilakukan sistem duplo, yaitu penggunaan dua buah sampel yang memiliki berat yang sama, Kemudian ditentukan rata-rata (*mean*), simpangan baku (SD) dan persen simpangan baku relatif (%RSD) hasil pengukuran (Riyanto, 2014).

$$SD = \left[ \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad (1)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{x} \times 100\% \quad (2)$$

Keterangan :

SD	= simpangan baku
RSD	= simpangan baku relatif
$x_i$	= nilai arus puncak larutan ke- $i$
$\bar{x}$	= kadar rata-rata analit
$n$	= derajat kebebasan

Tabel 3. Batas Keberterimaan Presisi Berdasarkan Persamaan Horwitz

Unit	Repeatability (0,5% CV <sub>Horwitz</sub> )	Repro. dalam lab (0,67% CV <sub>Horwitz</sub> )	Repro antar lab (% CV <sub>Horwitz</sub> )
100 %	1,0	1,3	2,0
10 %	1,4	1,9	2,8
1%	2,0	2,7	4,0
0,1 %	2,8	3,8	5,7
100 ppm	4,0	5,3	8,0
10 ppm	5,7	7,5	11,3
1 ppm	8,0	10,7	16,0
100 ppb	11,3	15,1	22,6
10 ppb	16,0	21,3	32,0

Sumber : Horwitz (1995)

## 2. Akurasi

Akurasi dinyatakan sebagai persen peroleh kembali (*recovery*) larutan standar yang ditambahkan. Akurasi ini bertujuan untuk mengetahui kedekatan antara nilai yang diterima sebagai nilai kebenaran dibandingkan dengan nilai yang diperoleh.

Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan berikut (AOAC, 2016):

$$\% Recovery = \frac{C \text{ sampel spike} - C \text{ sampel blanko}}{\text{kadar yang ditambahkan}} \times 100 \% \quad (3)$$

## 3. Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan metode analisis yang memberikan respon baik secara langsung maupun dengan bantuan transformasi matematika, menghasilkan suatu hubungan yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Data yang diperoleh kemudian diproses menggunakan regresi linier sehingga didapat nilai *slope*, intersep, dan koefisien korelasi (Harmita, 2006).

## 4. Batas deteksi atau limit deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ)

Batas deteksi atau limit deteksi (LoD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan, sedangkan batas kuantifikasi (LoQ) merupakan konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang secara kuantitatif dapat memenuhi kriteria keseksamaan dan kecermatan. Batas deteksi dan batas kuantifikasi dapat dihitung dengan mengukur respon blanko beberapa kali lalu dihitung simpangan blanko, yaitu dengan menggunakan Persamaan 4 dan 5.

$$LoD = \frac{3 SD}{Slope} \quad (4)$$

$$LoQ = \frac{10 SD}{Slope} \quad (5)$$

Keterangan :

LoD : limit deteksi

LoQ : limit kuantifikasi

SD : simpangan baku respon analitik dari blanko

*Slope* : arah garis linier (kepekaan arah) dari kurva antar respon terhadap konsentrasi = *slope* (b pada persamaan garis  $y = a + bx$ ).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret 2023 – Agustus 2023 di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi *Graphene* dan *Graphene Oxide* menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Agilent Cary 640, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX ) Zeiss EVO MA 10 dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT- LTSIT) Universitas Lampung, dan *X-Ray Diffraction* (XRD) (PANalytical X'Pert3 Powder) dilakukan di *Rectorate and Research Center building* Universitas negeri padang,. Uji adsorpsi antibiotik tetrasiklin menggunakan spektrofotometer UV-Vis *Agilent Technologies Cary 100* dilakukan di Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung.

#### 3.2. Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas *beaker*, labu erlenmeyer, labu ukur, neraca analitik, tabung reaksi, rak tabung reaksi, mortar dan alu, *magnetic stirrer*, *spinbar*, *sentrifuge*, *oven*, corong kaca, pipet tetes, pipet *volume*, *bulp* pipet, kertas saring, cawan krus, batang pengaduk, spatula, pH meter, FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*), dan Spektrofotometer Uv-Vis (*Ultraviolet-Visible*).



Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah : Tongkol jagung, larutan tetrasiklin standar, larutan HCl 0,1 M, larutan HCl 1 M, larutan HCl 5%, larutan  $\text{FeCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{KMnO}_4$ , larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$ , larutan  $\text{HNO}_3$  2 M, larutan NaOH 0,1 M, dan aquadest.

### **3.3. Prosedur Kerja**

#### **3.3.1. Pembuatan *graphene oxide* menggunakan metode *single step***

*Graphene oxide* disiapkan menggunakan metode *single step* yang digunakan oleh Debbarma (2019). Limbah tongkol jagung dipotong kecil-kecil, lalu dicuci bersih dengan air beberapa kali untuk menghilangkan debu dan kotoran, dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari, dan dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 70 °C. Tongkol jagung yang sudah kering digerus hingga menjadi serbuk, lalu dipirolisis pada suhu 350 °C selama 30 menit. Serbuk hitam yang diperoleh dari proses pirolisis dicuci menggunakan larutan  $\text{HNO}_3$  2 M untuk menghilangkan produk samping, lalu dicuci menggunakan air deionisasi hangat untuk menghilangkan pengotor, kemudian disaring menggunakan kertas saring, dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven dengan suhu 70 °C selama 24 jam.

#### **3.3.2. *Graphene oxide* menggunakan metode hummers termodifikasi**

##### **a. Pembuatan *graphite* dari tongkol jagung**

*Graphene oxide* disiapkan menggunakan metode hummers termodifikasi yang digunakan oleh (Marcano, 2010). Limbah tongkol jagung dipotong kecil-kecil, lalu dicuci bersih dengan air beberapa kali untuk menghilangkan debu dan kotoran, setelah itu dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 sampai 3 hari dan dikeringkan dalam oven selama 1,5 jam pada suhu 100 °C. Tongkol jagung yang sudah kering digerus hingga menjadi serbuk, lalu serbuk dimasukkan ke

dalam cawan krus sebanyak  $\pm 6$  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.

Arang hasil karbonisasi ditimbang sebanyak 5 g kemudian dimasukkan ke dalam gelas *beaker* 1000 mL, lalu ditambahkan akuades sebanyak 500 mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm, selanjutnya ditambahkan larutan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 4 mL dan ditambahkan kecepatan putaran sampai 900 rpm pada suhu ruang. pH larutan campuran diubah hingga mendekati pH 2 dengan penambahan HCl 1 M secara perlahan, setelah itu dilakukan pengadukan pada suhu  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam. Larutan disentrifugasi untuk memisahkan supernatan dari endapan natural *graphite*. Endapan dicuci dengan akuades hingga pH 7 (netral), selanjutnya endapan yang telah netral dikeringkan di dalam oven pada suhu  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  semalaman dan dilanjutkan dengan suhu  $110\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam. Sampel yang telah dioven dimasukkan ke dalam desikator selama 15 menit untuk didinginkan (Marcano, 2010).

#### **b. Pembuatan *graphene oxide***

Sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam gelas kimia dilemari asam, kemudian ditambahkan 23 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dalam penangas es ( $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Larutan campuran ditambahkan 3 g  $\text{KMnO}_4$  secara perlahan dan suhu dipertahankan di bawah  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , diaduk selama 30 menit pada suhu  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ , kemudian tambahkan akuades 46 mL secara perlahan dan mengalami kenaikan suhu hingga  $98\text{ }^{\circ}\text{C}$ , lalu didiamkan selama 15 menit (Li *et al.*, 2013).

Reaksi yang terjadi dihentikan dengan menambahkan 140 mL akuades diikuti dengan penambahan 10 mL larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  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 aquades secara

berulang hingga pH 5, kemudian larutan dipisahkan dengan endapan menggunakan sentrifugasi pada kecepatan 5000 rpm selama 10 menit. Endapan yang dihasilkan didispersikan dalam 450 mL akuades dan disonikasi selama 2 jam, lalu disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 5 jam sehingga terbentuk *graphene oxide* (Li *et al.*, 2013).

### **3.3.3. Karakterisasi**

Karakteristik *graphene oxide* berdasarkan morfologi, komposisi, fase kristal dan gugus fungsi dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX), *X-ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

## **3.4. Optimasi Parameter Adsorpsi Antibiotik Tetrasiklin**

### **3.4.1. Penentuan pH optimum**

*Graphene oxide* sebanyak 10 mg dimasukkan kedalam gelas beaker, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin, selanjutnya larutan diatur keasamannya dengan pH 3; 5; 7; 9; dan 12 menggunakan larutan HCl 0,1 M atau larutan NaOH 0,1 M. Campuran yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimumnya.

### **3.4.2. Penentuan massa optimum**

Ditimbang *graphene oxide* sebanyak 5; 10; 15; dan 20 mg dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin 10 ppm. Campuran

yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimumnya.

#### **3.4.3. Penentuan waktu optimum**

Ditimbang 10 mg *graphene oxide* dimasukkan kedalam gelas beaker, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin dengan kondisi pH dan konsentrasi optimum. Campuran tersebut *distirrer* pada waktu yang berbeda 30; 60; 90; dan 120 menit. Campuran yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimumnya.

#### **3.4.4. Penentuan konsentrasi optimum**

*Graphene oxide* sebanyak 10 mg dimasukkan kedalam gelas *beaker*, ditambahkan 20 mL larutan standar tetrasiklin dengan kondisi pH optimum, selanjutnya larutan diatur konsentrasi yang berbeda pada 2,5; 5; 7,5; dan 10 ppm. Campuran yang dihasilkan *distirrer* selama 30 menit, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimumnya.

### **3.5. Validasi Metode**

Penelitian ini menggunakan 4 validasi metode, yakni meliputi linearitas, presisi (ketelitian), akurasi (ketepatan), limit deteksi (LoD) dan limit kuantitasi (LoQ).

### 3.5.1. Linearitas

Uji linearitas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi dengan konsentrasi standar tetrasiklin yaitu 1; 2,5; 5; 7,5 dan 10 ppm. Nilai absorbansi kemudian diproses dengan metode kuadrat terkecil untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya.

### 3.5.2. Presisi (ketelitian)

Uji presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel *graphene oxide* sebanyak 8 mg dimasukkan ke dalam gelas ukur 50 mL ditambahkan 20ml larutan standar tetrasiklin 2 ppm Selanjutnya mengikuti prosedur preparasi sampel, dan dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali. Nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil analisis tersebut kemudian ditentukan nilai konsentrasi (kurva kalibrasi), selanjutnya nilai simpangan baku (SD) serta nilai relative standar deviasi (RSD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) <5 % (Horwitz, 1995).

### 3.5.3. Akurasi (ketepatan)

Uji akurasi dilakukan mengukur konsentrasi sampel *graphene oxide* sebanyak 8 mg dimasukkan ke dalam gelas ukur 50 mL ditambahkan 20ml larutan standar tetrasiklin 2 ppm Selanjutnya mengikuti prosedur preparasi sampel, dan dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali. Akurasi dinyatakan sebagai persen peroleh kembali (*recovery*) larutan standar yang ditambahkan. Akurasi ini bertujuan untuk mengetahui kedekatan antara nilai yang diterima sebagai nilai kebenaran dibandingkan dengan nilai yang diperoleh. Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 3 (AOAC, 2016).

### **3.5.4. Penentuan limit deteksi (LoD) dan limit kuantifikasi (LoQ)**

Penentuan LoD dan LoQ untuk antibiotik tetrasiklin diperoleh dari pengukuran blanko sebanyak 5 kali pengulangan kemudian hasil pengukuran dihitung berdasarkan persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh.

### **3.6. Penentuan Antibiotik Tetrasiklin dalam Air Limbah Rumah Sakit**

Pengambilan sampel air dilakukan pada IPAL RS Bintang Amin, sampel yang telah diambil dari lokasi kemudian dibawa ke laboratorium untuk diuji adsorpsi tetrasiklin didalam air sampel tersebut. Sebanyak 20 mL sampel air dianalisis dengan variasi pH dan konsentrasi pada kondisi optimum ditambahkan kedalam *graphene oxide* dengan variasi massa pada kondisi optimum. Campuran yang dihasilkan *distirrer* sampai diperoleh kesetimbangan, lalu *graphene oxide* dipisahkan dari larutan dengan sentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring, filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimumnya.

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Simpulan

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

1. Penelitian ini telah berhasil memperoleh *graphene oxide* dari limbah tongkol jagung berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, memiliki gugus fungsi hidroksil (-OH), karbonil (-C=O), alkohol (-C-OH) dan epoksi (C-O-C).
2. Hasil karakterisasi XRD *graphene oxide* pada metode *single step* dan hummers termodifikasi, masing-masing terbentuk puncak  $2\theta$  dengan bentuk amorf, serta berdasarkan SEM-EDX memiliki morfologi permukaan berkerut dan bergelombang (*wavy wrinkled areas*) membentuk serpihan lembaran dengan permukaan halus pada kedua metode, dan memiliki komposisi unsur yang cukup tinggi pada unsur karbon dan oksigen.
3. Optimasi dSPE tetrasiklin oleh *graphene oxide* dari tongkol jagung didapatkan pada konsentrasi adsorbat 2 ppm pada pH 5 dengan massa adsorben 8 mg dan waktu kontak 50 menit dengan adsorpsi optimum sebesar 95,31% dengan metode *single step* dan pada metode hummers termodifikasi didapatkan pada konsentrasi adsorbat 2,5 ppm pada pH 5 dengan massa adsorben 40 mg dan waktu kontak 20 menit dengan adsorpsi optimum sebesar 95,03%.
4. Validasi metode menunjukkan hasil yang baik dengan memenuhi batas keberterimaan setiap parameter uji. Nilai linieritas didapatkan 0,999, presisi (RSD) 3,97% dan akurasi (*recovery*) 84,59 – 91,95 %. Nilai batas deteksi



(LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ) 0,980 mg/L dan 3,269 mg/L secara berturut-turut.

5. Aplikasi *graphene oxide* pada limbah Rumah sakit menunjukkan hasil pengukuran air limbah di bawah batas deteksi metode (LoD = 0,980 mg/L) sebesar 0,191 mg/L.

## 5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan optimasi pada waktu sonikasi agar *graphite oxide* mengelupas lebih maksimal sehingga terbentuk lembaran-lembaran *graphene oxide*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdulrahman, A., M Gordon., A Ahmed. 2020. *Recent Advances in Applications of Hybrid Graphene Materials for Metals Removal from Wastewater*. Hamad Bin Khalifa University. Qatar.
- Aliyev, E., Volkan, F., Muntazim, M. K., Young, J. L., Clarissa, A., and Volker, A. 2019. Structural Characterization of Graphene Oxide: *Surface Functional Groups and Fractionated Oxidative Debris*. *Nanomaterials* 9(8).
- Association of Official Analytical Chemists (AOAC). 2016. *Peer Verified Methods Program, Manual on Polices and Procedures*. North Frederick Avenue. Gaithersburg.
- Asnawati, A., Kharismaningrum, R. R., dan Novita, A. 2017. Penentuan Kapasitas Adsorpsi Selulosa Terhadap Rhodamin B dalam Sintesis Dinamis. *Jurnal Kimia Riset*. 2(1): 23-29.
- Badan Pusat Statistik. 2018. *Tanaman Ubi Kayu Per-Provinsi*. Badan Pusat Statistik. Jakarta.
- Bhaumik, R., Mondal, N.K., Das, B., Roy, P., Pal, K.C., Banerjee, A., and Datta, J.K. 2011. Eggshell Powder as an Adsorbent for Removal of Fluoride from Aqueous Solution: *Equilibrium, Kinetic and Thermodynamic Studies*. *Journal of Chemistry*. 9(3): 1457-1480.
- Biha, A. A., Johannes, A. Z., Pingak, R. K. B., Sutaji, M. dan, & Sutaji, H. I. 2021. *Kajian Sifat Fisis Bioplastik Pati Jagung Dengan Penambahan Graphene Oxide Berbahan Dasar Tongkol Jagung Asal Kabupaten Kupang*. 6(1): 44-48.
- Buhani dan Suharso. 2016. *Modifikasi Silika Sebagai Penyerap Logam Berat Edisi Pertama*. Yogyakarta. Innosain.
- Buhani, Suharso, Luziana, F., Rilyanti, M. and Sumadi. 2019. Production of Adsorbent from Activated Carbon of Palm Oil Shells Coated by Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Particle to Remove Crystal Violet in Water. *Desalination and Water Treatment*. 171: 281-293.

- Buhani, Luziana, F., Suharso, Rilyanti, M., Sumadi dan Permatasari, D. 2020. *Kajian Pola Isoterm Adsorpsi Zat Pewarna Kristal Violet pada Adsorben dari Karbon Cangkang Kelapa Sawit dengan Pelapisan Partikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>*. Prosiding SINTA 3. 119: 1-6.
- Buhani, Suharso, Rilyanti, M., Sari, M. and Sumadi. 2021. Removal of Cd(II) Ions in Solution by Activated Carbon from Palm Oil Shells Modified with Magnetite. *Desalination and Water Treatment*. 218: 352-362.
- Busana, A. A., Susanti, D., and Purwaningsih, H. 2012. Pengaruh Temperatur Karbonisasi dan Konsentrasi Zink Klorida (ZnCl<sub>2</sub>) Terhadap Luas Permukaan Karbon Aktif Eceng Gondok. *Jurnal Teknik Material dan Metalurgi*. 10(3): 1-10.
- Chen, Z., Jinsong, G., Yanxue, J., and Ying, S. 2021. High Concentration and High Dose of Disinfectants and Antibiotics Used during the covid-19 Pandemic Threaten Human Health. *Environmental Sciences Europe* 33(1).
- Chiou, C. T. 2002. Partition and Adsorption of Organic Contaminants in Environmental Systems. *John Wiley & Sons, Inc.* New Jersey. 257 p.
- Chusnul. 2017. *Spektroskopi IR*. Diakses Pada tanggal 27 Desember 2022 Pukul 20.01 WIB. [www.scribd.com](http://www.scribd.com).
- Debbarma, J., Peetam, M., and Mitali, S. 2019. From Agrowaste To Graphene Nanosheets: *Chemistry and Synthesis, Fullerenes Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 27(6): 482–485.
- Departemen Kesehatan RI. 2011. Keputusan Kementerian Kesehatan Republik Indonesia NOMOR 2406/MENKES/PER/XII/2011. Tentang Pedoman Umum Penggunaan Antibiotik.
- Dimiev, A. M., Shukhina, K., & Khannanov, A. 2020. Mechanism of the Graphene Oxide Formation: *The Role of Water, Reversibility of the Oxidation, and Mobility of the C–O Bonds Carbon*. 166, 1–14.
- Dwandaru, W. S. B., Wisnuwijaya, R. I., & Parwati, D. L. 2019. *Nanomaterial Graphene Oxide*. UNY Press. Yogyakarta.
- Farajzadeh, M. A., Mohebbi, A., Izadyar, M., Mogaddam, M. R. A., & Pezhhanfar, S. 2021. Facile Preparation of Nitrogen–Doped Amorphous Carbon Nanocomposite As An Efficient Sorbent in Dispersive Solid Phase Extraction. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*. 2(3): 1–19.
- Fathia Azka. 2018. Sintesis Dan Karakterisasi Graphene oxide Terkombinasi Nanopartikel Perak Dalam Fase Cair. *Jurnal physics FPMIPA*. Universitas Negeri Yogyakarta.

- Fikri, A. A., & Dwandaru, W. S. B. 2016. Pengaruh Variasi Konsentrasi Surfaktan Dan Waktu Ultrasonikasi Terhadap Sintesis Material *Graphene* Dengan Metode Liquid Sonification Exfoliation Menggunakan Tweeter Ultrasonication Graphite Oxide Generator. *Jurnal Fisika*. 5(3): 188–197.
- Gumbo, T., 2011. *General Principles of Antimicrobial Therapy*. In: L. Brunton, ed. *Godman & Gillman's The Pharmacological Basis of Therapeutics*. 12th. s.1.: McGraw-Hill, pp 1366 – 1383
- Habte, A. T. (2019). Synthesis and Characterization of Reduced Graphene oxide (rgo) Started From Graphene oxide (go) Using The Tour Method with Diffrence Parameters. *Advances in Materials Science and Engineering*, 1- 9.
- Harmita. 2006. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian. 117-135.
- Hatta, H., Moonti, M. R., Ernikawati, Maesrah, Moito, Y. S., Aripin, N., Bahmid, H., Olii, S. H., Bahu, A. S., M., A., Igirisa, N., Febrianto, Ramli, F., & Setiawan, I. 2022. Pemberdayaan Masyarakat Melalui Pelatihan Pembuatan Dodol Jagung Di Desa Tri Rukun Kecamatan Wonosari Kabupaten Boalemo Herman. *Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Graphene oxiderontalo*, 4(1): 1-9.
- Hidayati et al. 2021 Emerging contaminants detected in aquaculture sites in Java, Indonesia. *Science of the Total Environment*, vol. 773, p. 145057.
- Horwitz, W. 1995. Protocols For the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies. *Pure Appl. Chem*. 67: 331-343.
- Husnah, M., Hafizh, A., Fakhri, F., Rohman, Akfity, H., Aimon, and Ferry, I., 2017. Modified Marcano Method for Improving Electrical Properties of Reduced Graphene oxide (RGO). *Materials Research Express*. 4(6): 064001.
- Ickecan D et al. 2017. Eco-Friendly Synthesis and Characterization of Reduced Graphene oxide. *Journal of Physics: Conference Series*. 902 012027.
- Javid, jalvandi. 2016. *Novel Chemical and Physical Approaches for Sustainable Drug Release from Biodegradable Electrospun Nanofibres*.
- Jawad, A. H., Saud Abdulhameed, A., Wilson, L. D., Syed-Hassan, S. S. A., ALothman, Z. A., & Rizwan Khan, M. 2021. High Surface Area and Mesoporous Activated Carbon From KOH-Activated Dragraphene Oxiden Fruit Peels for Methylene Blue Dye Adsorption: Optimization and Mechanism Study. in *Chinese Journal of Chemical Engineering* (Vol. 32, pp. 281–290).

- Kementerian Pertanian. 2021. *10 Provinsi Jagung tertinggi tahun 2020*. Databoks.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. UI Press. Jakarta : 315.
- Khatibi, S. A., Hamidi, S., and Siahi, M. R. 2021. Current Trends in Sample Preparation By Solid-Phase Extraction Techniques for the Determination of Antibiotic Residues in Foodstuffs: *a review*. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(20): 3361–3382.
- Kigraphene oxidezi, M., Koech, R.K., Kingsley, O., Ojeage, I., Tebandeke, E., Kasozi, G.N., Onwualu, A.P. 2020. Synthesis and Characterization of Graphene oxide from Locally Mined Graphite Flakes and it super capacitor Applications. *Results in Materials*. 7(1); 1-12.
- Kroschwitz, J. T. 1990. *Polimer Characterization and Analysis*. John Wiley & Sons, Inc. New York.
- Li, F., Zhao, D. L., Bai, L. Z., and Zhang, D. D. 2013. Fabrication of Nano Hollow Graphene Oxide Spheres Via Water-In-Oil Emulsion. *Applied Mechanics and Materials*, 320, 540–543.
- Li, J., Xiangqiong, Z., Tianhui, R., and Emile, V. D. H. 2014. The Preparation of Graphene oxide and Its Derivatives and Their Application in Bio-Tribological Systems. *Lubricants* 2(3): 137–61.
- Marcano, D. C., Kosynkin, D. V., Berlin, J. M., Sinitskii, A., Sun, Z. Z., Slesarev, A., Alemany, L. B., Lu, W. & Tour, J. M. 2010. Improved Synthesis of Graphene Oxide. *Acs Nano* 4(8), 4806–481
- Mhemeed, A. H. 2018. A General Overview on the Adsorption. *Indian Journal of Natural Sciences*. 9: 16127-16131.
- Mu, S. J., Yu, C. S., Li, H. X., Si, D. L., Te, H., and Hong, B. T. 2013. X-Ray Diffraction Pattern of Graphite Oxide. *Chinese Physics Letters* 30(9): 10–13.
- Muzakir, A. 2012. *Karakterisasi Material ; Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung.
- Neolaka, Y. A. B., Yosep, L., Johnson, N., Naat, A. A. P. R., Munawar, I., Handoko, D., and Heri, S. K. 2020. The Adsorption of Cr(VI) from Water Samples Using Graphene oxide-Magnetic (Graphene Oxide-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Synthesized from Natural Cellulose-Based Graphite (Kusambi Wood or Schleicheria Oleosa): *Study of Kinetics, Isotherms and Thermodynamics*. *Journal of Materials Research and Technology* 9(3): 6544–56.
- Nikolic, J. S., Vesna, P. S. J., Marija, V., Dimitrijevic, D. J. C., Ljiljana, P. S., Ljubisa, B. N., and Violeta, D. M. 2017. Dispersive Solid-Phase Extraction

Clean up Combined with Soxhlet Extraction for the Determination of 16 PAHs in Soil Samples by GC-MS. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry* 97(2): 112–23.

Ningrum, E.P., Pratiwi, A.D., Adhityasmara. 2021. Penggunaan Antibiotika Pada Pasien Covid-19 Di Rumah Sakit ‘X’ Kota Semarang. Yayasan Pharmasi Semarang. *Jurnal Ilmiah Cendekia Eksakta*. ISSN 2528-5912.

Nurhanisah, Y. 2021. Usai Vaksinasi, Segera Laporkan Bila Terjadi KIPPI | Indonesia Baik. <https://Indonesiabaik.id/infografis/usai-vaksinasi-segera-lapor-bila-terjadi-kipti>

Özgan, Ş., and Eskalen, H. 2020. Electrical Properties of the Octyl Cyanobiphenyl Nematic Liquid Crystal Dispersed with Graphene oxide. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(22), 19787-19796.

Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Dan Kehutanan Republik Indonesia. 2016. No. 68 *Tentang Baku Mutu Air Limbah Domestik*.

Pijoh, J. E. E., Palandeng, H. M. F., & Ottay, R. I. 2021. *Gambaran Kandungan Antibiotik pada Sedimen Kawasan Pesisir Teluk Manado*. 9(2): 341–345.

Putri, N, A., dan Supardi, Z. 2023. Sintesis dan Karakterisasi Graphene Oxide (GO) dari Bahan Alam Tempurung Kelapa. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*. 12(2): 47-55.

Rahimpoor, R., Abdulrahman, B., Davood, N., Farshid, G. S., and Maryam, F. 2020. Sensitive Determination of Urinary Muconic Acid Using Magnetic Dispersive-Solid-Phase Extraction by Magnetic Amino-Functionalised UiO-66. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry* 00(00): 1–14.

Ratnasari, D. 2009. *Makalah X-Ray Diffraction (XRD)*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta

Richana, Nur, Tun Tedja Irawadi, M. Anwar Nur, Illah Sailah, Khaswar Syamsu, and Yandra Arkenan. 2007. *Ekstraksi Xilan Dari Tongkol Jagung*. *J. Pascapanen* 4(1):38–43.

Rinawati., Hidayat, D., Supriyanto, R., PermanaD. F., and Yunita, I. 2019. Adsorption of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons using Low-Cost Activated Carbon Derived from Rice Husk. *Journal of Physics*. 1338: 012005.

Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji. *Deepublish*. Yogyakarta. 17-21.

- Roja, S. I. 2021. Optimasi Metode Dispersive Solid Phase Extraction (dSPE) Menggunakan Adsorben Karbon Aktif dari Padi (*Oryza sativa*) Untuk Penentuan Senyawa Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs). Skripsi. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Sanjayadi, Violita, L. B. 2020. Penetapan Kadar Tetrasiklin dalam Air Limbah dengan High Performance Liquid Chromatography-Photodiode Array Detector (HPLC-PDA). *Jurnal Farmasi Galenika :Galenika Journal of Pharmacy*,6(1), 237-242.
- Satuan Tugas Penanganan Covid-19. 2022. *Data pemantauan kasus covid-19 di Indonesia*. [https://covid19.graphene oxide.id/peta-sebaran](https://covid19.grapheneoxide.id/peta-sebaran)
- Shao, Y., Zhou, L., Bao, C., Ma, J., Liu, M., Wang, F. 2016. Magnetic Responsive Metal–Organic Frameworks Nanosphere with Core–Shell Structure for Highly Efficient Removal of Methylene Blue. *Chemical Engineering Journal*. 283: 1127–1136.
- Ścigalski, P., and Kosobucki, P. 2020. Recent Materials Developed for Dispersive Solid Phase Extraction. *Molecules*. Basel. Switzerland. 25(21): 1–26.
- Socrates G.2001. *Infrared and Raman Characteritic Group Frequencies: Tables and Charts Third Edition*. England: John Willey & Sons Ltd.
- Subroto dan Tjahjati. 2001. *Pedoman Pengobatan Hewan Ternak. Bentang Pustaka*. Yogyakarta.
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana, B., dan Dimiyati, A. 2015. Scanning Electron Microscopy (SEM) Study for Oxidation Process of Zirconium Alloy. *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*, 9(1): 44-50
- 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), 2-3.
- Tohamy, H. S., Badawi, A., Mohamed, A. Y., Amira, E. M. A., Mohamed, E., and Samir, K. 2020. Preparation of Eco-Friendly Graphene oxide from Agricultural Wastes for Water Treatment. *Desalination and Water Treatment* 191: 250–62.
- P2001. Cleaner Production of Carbon Adsorbents by Utilizing Agricultural Waste Corn Cob. *Resources,Conservation and Recycling* 32(1):43–53.
- Vasileios Alampanos, Victoria Samanidou, and Ioannis Papadoyannis. Trends in Sample Preparation for the HPLC Determination of Penicillins in Biofluids : *Journal of Applied Bioanalysis*, vol. 5, no. 1, pp. 9-17, 2019.



- Wahid, Ahamed & Najim, Safaa & Radey, Hawraa. 2022. Removing of Some Heavy Metals from Cutting Rock Samples by Using Nano Graphene Oxide. *International Journal of Health Sciences*.
- Xu, Y., Wang, Y., Wan, J., & Ma, Y. (2020). Reduced Graphene Oxide-Supported Metal Organic Framework As A Synergistic Catalyst for Enhanced Performance on Persulfate Induced Degradation of Trichlorophenol. *Chemosphere*, 240.
- Xu, Z., Yuwei, Z., Zhenhua, S., Daofang, Z., Yuanxing, H., Siyi, G., and Weifang, C. 2020. Understanding Reactions and Pore-Forming Mechanisms between Waste Cotton Woven and FeCl<sub>3</sub> during the Synthesis of Magnetic Activated Carbon. *Chemosphere* 241: 125120.
- Zahra Ramezani, Fatemeh Kardani, Nadereh Rahbar, Ahmad Babapoor, and Fariba Bahrami. 2019. Dispersive Solid Phase Extraction Headspace Sampling in Gas ChromatographyMass Spectrometric Analysis of Volatiles: Application to Separation of Polycyclic: *Journal of the Brazilian Chemical Society*, vol. 30, no. 4, pp. 764-771.
- Zhang, Z., Yuping, W., Xiaowei, L., Yingyu, W., Hui, L., Qin, F., Yawen, S. T., and Xi, X. 2017. Multi-Class Method for the Determination of Nitroimidazoles, Nitrofurans, and Chloramphenicol in Chicken Muscle and Egg by Dispersive-Solid Phase Extraction and Ultra-High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Food Chemistry* 217: 182–90.
- Zhao, X., Wang, J., and Wang, S. 2018. Development of Water-Compatible Molecularly Imprinted Solid-Phase Extraction Coupled With High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry for The Detection of Six Sulfonamides in Animal-Derived Foods. *Journal of Chromatography A*. 1574: 9–17.