

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS
GRAPHENE OXIDE DARI KULIT SINGKONG MENGGUNAKAN
RESPONSE SURFACE METHODOLOGY UNTUK PENENTUAN
RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

(Skripsi)

Oleh

ELSA FITRIANINGSIH



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

ABSTRAK

OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI KULIT SINGKONG MENGGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* UNTUK PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN*

Oleh

ELSA FITRIANINGSIH

Penggunaan *ciprofloxacin* sebagai antibiotik dapat menghasilkan residu di lingkungan, khususnya lingkungan perairan, yang menimbulkan dampak negatif bagi ekosistem. Teknik *Dispersive Solid Phase Extraction* dipilih sebagai teknik preparasi untuk monitoring residu *ciprofloxacin* di lingkungan. *Graphene oxide* digunakan sebagai adsorben dalam teknik *Dispersive Solid Phase Extraction*. *Graphene oxide* disintesis dari limbah kulit singkong yang memiliki kandungan karbon dan selulosa yang tinggi menggunakan Metode Hummers Termodifikasi. Karakterisasi *graphene oxide* dilakukan menggunakan instrumen *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*, *X-ray Diffraction*, dan *Scanning Electron Microscopy*. Optimasi menggunakan *Response Surface Method* dilakukan untuk memperoleh kondisi penyerapan *ciprofloxacin* optimum berdasarkan dosis adsorben, pH, konsentrasi *ciprofloxacin*, dan waktu kontak dengan menggunakan Desain Box Bhenken. Kondisi penyerapan dengan kondisi pH 4,8; waktu kontak 35 menit; konsentrasi *ciprofloxacin* 908 ppb dengan penggunaan *graphene oxide* sebesar 27,37 mg mampu menghasilkan daya adsorpsi sebesar 99,92%. Hal tersebut menunjukkan bahwa *graphene oxide* dari limbah kulit singkong dapat digunakan sebagai adsorben untuk antibiotik *ciprofloxacin* yang dapat diaplikasikan untuk monitoring residu antibiotik di lingkungan perairan dan air limbah, khususnya air limbah rumah sakit.

Kata kunci: antibiotik *ciprofloxacin*, desain *box bhenken*, *dispersive solid phase extraction*, *graphene oxide*, *response surface method*

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF GRAPHENE OXIDE-BASED DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION FROM CASSAVA PEEL USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY FOR DETERMINING CIPROFLOXACIN ANTIBIOTIC RESIDUES

By

ELSA FITRIANINGSIH

The use of ciprofloxacin as an antibiotic can produce residues in the environment, especially aquatic environments, which have a negative impact on the ecosystem. The Dispersive Solid Phase Extraction Technique was chosen as a preparatory technique for monitoring ciprofloxacin residues in the environment. Graphene oxide is used as an adsorbent in Dispersive Solid-Phase Extraction Techniques. Graphene oxide is synthesized from cassava peel waste, which has a high carbon and cellulose content, using a Modified Hummers Method. The characterization of graphene oxide was carried out using Fourier Transform Infrared Spectroscopy, X-Ray Diffraction, and Scanning Electron Microscopy instruments. Optimization using The Response Surface Method was carried out to obtain optimum ciprofloxacin adsorption conditions based on adsorbent dose, pH, ciprofloxacin concentration, and contact time using the Bhenken Box Design. Adsorption conditions with a pH of 4,8; a contact time of 35 minutes; and a ciprofloxacin concentration of 908 ppb with the use of graphene oxide of 27.37 mg were able to produce an adsorption capacity of 99,92%. This shows that graphene oxide from cassava peel waste can be used as an adsorbent for the antibiotic ciprofloxacin, which can be applied to monitoring antibiotic residues in aquatic and wastewater environments, especially hospital waste water.

Keywords: *box bhenken design, ciprofloxacin, dispersive solid phase extraction, graphene oxide, response surface method*

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS
GRAPHENE OXIDE DARI KULIT SINGKONG MENGGUNAKAN
RESPONSE SURFACE METHODOLOGY UNTUK PENENTUAN
RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

Oleh

ELSA FITRIANINGSIH

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar
SARJANA SAINS

Pada

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



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

Judul Skripsi : **OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI KULIT SINGKONG MENGGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* UNTUK PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

Nama Mahasiswa : **Elsa Fitrianiingsih**

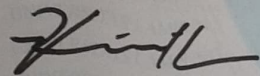
Nomor Pokok Mahasiswa : 2057011012

Program Studi : Kimia

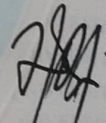
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

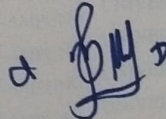


Dr. Rinawati, S.Si., M.Si.
NIP. 197104142000032001



Widiarti, S.Si., M.Si.
NIP. 198005022005012003

2. a.n Ketua Jurusan Kimia FMIPA
Sekretaris Jurusan Kimia

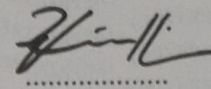


Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si.
NIP. 197406112000031002

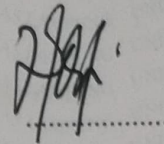
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

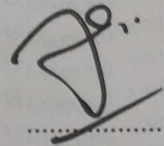
Ketua : Dr. Rinawati, S.Si., M.Si.



Sekretaris : Widiarti, S.Si., M.Si.

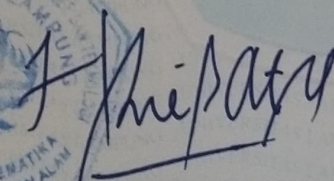


Penguji
Bukan Pembimbing : Prof. Andi Setiawan, M.Sc., Ph.D.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam




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

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 13 Juni 2024

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Elsa Fitriainingsih
Nomor Induk Mahasiswa : 2057011012
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul "**Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction Berbasis Graphene Oxide dari Kulit Singkong Menggunakan Response Surface Methodology untuk Penentuan Residu Antibiotik Ciprofloxacin**" adalah benar karya sendiri, baik gagasan, hasil, dan analisisnya. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Bandar Lampung, Juni 2024

Yang Menyatakan,



Elsa Fitriainingsih

NPM 2057011012

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Elsa Fitriyaningsih, lahir di Bogor, 22 Desember 2000 dan merupakan anak pertama dari tiga bersaudara, putri dari Bapak Muksin dan Ibu Mukminah. Saat ini penulis bertempat tinggal di Jl. Cilubang Tonggoh, Rt.03/Rw.04, Kelurahan Situ Gede, Kecamatan Bogor Barat, Kota Bogor, Jawa Barat.

Penulis memulai pendidikan di Raudhatul Athfal (RA) Annuriyah pada tahun 2005 dan lulus pada Tahun 2006. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Dasar Negeri (SD) Gunung Batu 1 dan lulus pada tahun 2012. Pada tahun 2012 penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Pertama Negeri (SMPN) 2 Ciomas dan lulus pada tahun 2015. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di Sekolah Menengah Kejuruan (SMK) Analis Kimia Nusa Bangsa Bogor dan selesai pada tahun 2019. Pada tahun 2020 penulis terdaftar sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Mandiri Masuk Perguruan Tinggi Negeri Wilayah Barat (SMMPTN Barat).

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif berorganisasi mulai sebagai kader muda dan anggota Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2020. Pada 2021 hingga 2022 penulis aktif di HIMAKI sebagai anggota Bidang Sains dan Penalaran Ilmu Kimia, penulis juga aktif menjadi anggota Bidang Penalaran di Unit Kegiatan Mahasiswa (UKM) Penelitian. Penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM-FMIPA Unila pada 2020. Penulis mengikuti kegiatan Pertukaran Pelajar (PP) di Universitas Gadjah Mada selama

satu semester pada tahun 2022. Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Suka Agung, Kecamatan Buay Bahuga, Kabupaten Way Kanan pada bulan Januari sampai Februari 2023 selama 40 hari. Pada Bulan Agustus sampai September 2023. Penulis melaksanakan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di Departemen *Research and Development* PT Phytochemindo Reksa. Penulis juga aktif berkontribusi terhadap proyek penelitian di bawah bimbingan Ibu Dr. Rinawati, M.Si, serta menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung yang diberi Judul **“Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis *Graphene Oxide* dari Kulit Singkong Menggunakan *Response Surface Methodology* untuk Penentuan Residu Antibiotik *Ciprofloxacin*”**.

MOTTO



“Cukuplah Allah sebagai penolong kami, dan Allah adalah sebaik-baiknya tempat bersandar.” (Q.S Ali Imran: 173)

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya.” (Q.S Al-Baqarah: 286)

"Jadikanlah sabar dan sholat sebagai penolongmu, sesungguhnya Allah bersama orang-orang yang sabar." (Q.S Al-Baqarah : 153)



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

Orang tuaku, Bapak Muksin dan Ibu Mukminah, yang selalu memberikan cinta, kasih sayang, dukungan, do'a, dan motivasi selama ini.

Adikku, Aditya Pebriansyah dan Khafidz Zaidan Sabat yang selalu memberikan kasih sayang, semangat, dan do'a selama ini.

Keluarga besarku yang memberikan motivasi, do'a dan penyemangatku.

Pembimbing penelitianku, Ibu Dr. Rinawati, S.Si., M.Si., Ibu Widiarti, S.Si., M.Si., dan seluruh dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah membimbing, mendidik, memberikan banyak ilmu dan pengalamannya kepadaku

Seluruh rekan-rekan saudara-saudariku keluarga besar Kimia 2020 yang selalu berbagi kebahagiaan dan almamaterku yang kubanggakan, Universitas Lampung

SANWACANA

Assalamualaikum Warrahmatullahi.Wabarakatuh.

Segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu kita nantikan syafaat-Nya di Yaumul Akhir nanti. Aamiin ya rabbal alamin sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction Berbasis Graphene Oxide dari Kulit Singkong Menggunakan *Response Surface Methodology* untuk Penentuan Residu Antibiotik *Ciprofloxacin*”**.

Penulis menyadari bahwa dalam proses pengerjaan dan penulisan skripsi ini tidak terlepas dari kesulitan dan rintangan yang penulis hadapi. Namun, Alhamdulillah semua bisa terlewati berkat rahmat dan ridho Allah SWT serta bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Ibu Dr. Rinawati, S.Si., M.Si., selaku pembimbing satu dan kepala laboratorium kimia analitik yang telah sabar membimbing, memberi masukan, motivasi, dan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Ibu Widiarti, S.Si., M.Si., selaku pembimbing dua yang telah membimbing, memberikan ilmu, motivasi dan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
3. Prof Andi Setiawan, M.Sc., Ph.D., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan, kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Prof., Dr., Ir. Yandri A.S., M.S., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan semangat dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
5. Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si., selaku Wakil Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
6. Bapak Mulyono Ph.D., selaku Wakil Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
8. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
9. Kedua orang tua yang sangat penulis cintai. Terima kasih Bapak Muksin dan Ibu Mukminah atas segala bentuk kerja keras dan pengorbanan yang telah diberikan. Terima kasih juga untuk segala cinta, kasih sayang, perhatian, dukungan, motivasi, dan do'a, yang selalu Bapak dan Mama berikan, hingga aku bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana kimia.
10. Adikku, Aditya Pebriansyah dan Khafidz Zaidan Sabat yang sangat aku sayangi, kalian selalu menjadi alasan aku dalam berjuang.
11. Keluarga besar penulis yang selalu memberikan dukungan dan do'a kepada penulis, Ibu Dini, Pak Budhi, Ibu Eppie, Ibu Ninik, Ibu Tuti, Pak Anwar, Ibu Nina dan Kak Indra yang selalu memberiku semangat dan motivasi selama kuliah.
12. Sahabat seperjuangan penelitian *Graphene Oxide* Hinaya Gita Viebriyanti, Siti Salwa Khotijah, dan Ahmad Sulaiman terima kasih sudah menjadi teman pusing, sedih, gembira selama penelitian terima kasih sudah bersedia membantu selama ini, salah satu keberuntunganku adalah mengenal kalian.
13. Kakak tingkat seperbimbingan kak Dian, kak Qudwah, kak Innama, kak Purna, kak Isro, dan kak Melati, terima kasih sudah mau membantu dan memberikan ilmu yang bermanfaat serta berbagi alat maupun bahan selama penelitian, selain itu terima kasih sudah berbagi ilmu dari sintesis sampai uji bahkan mengolah data analisis.

14. *Research* analisis instrumen Mbak Ayu, terima kasih atas ilmu dan waktunya sehingga aku bisa paham bagaimana cara melakukan mengoperasikan instrumen kimia dengan baik dan benar.
15. Sahabatku selama kuliah “BNN”, Mitha Nurmaya Angely, Amelia Mareta, Siti Salwa Khotijah, Muhammad Sabil, Ahmad Sulaiman, M. Dwi Fansang, dan Surya Ibrahim S, terima kasih kalian sudah mewarnai hidupku, membantuku, manjagaku, mendengarkan, dan menghargaiku, aku sayang kalian.
16. Sahabat seperantauan ketika pertukaran pelajar di UGM “Pulang-Pergi”, Ade Sarah Oktaviany, Yasmin Fahira, Mitha N. Angely, Mutiara Septia N, Anggun Nadhia F. A, Siti Salwa K, Geo Alfriza G, dan Tasyadinia. Terima kasih sudah saling menjaga, mendukung, memberikan semangat. Kalian luar biasa, semoga ilmu dan kebaikan kalian menjadi ladang pahala.
17. Sahabatku Syafira Putri, Jetwin Martines, Sarah Nurul Izzah, dan Rizmawati Sukma Dewi yang telah menjadi tempat untuk berkeluh kesah dan penyemangatkan.
18. Sahabat BTA45, Rifda Amalia, Habibi Noer, Abdullah Marie, Arkan Abdullah Nashif dan lain-lain yang telah memberikan semangat dari sebelum memasuki dunia perkuliahan sampai saat kuliah. Walaupun jauh, terima kasih telah saling mendoakan hal baik dan memberikan semangat. Do’aku menyertai kalian di manapun kalian berada.
19. Keluarga besar Kimia 2020, terimakasih atas segala pertemanan dan kekeluargaannya selama ini. Semoga kita semua bisa menjadi orang yang sukses di masa depan serta berguna bagi keluarga, nusa, dan bangsa.
20. Terima kasih kepada Mas Udin, Mbak Yuni. Pak Rudhi dan Pakde selaku penjaga laboratorium, gedung jurusan kimia dan administrasi yang selalu membantu saya untuk mengizinkan menggunakan ruangan seminar dan membantu pemberkasan. Semoga sehat selalu dan dilapangkan rezekinya. Aamiin.
21. Diriku “Ica” yang telah berjuang selama ini. Terima kasih sudah mau bangkit dan mencoba lagi di saat lelah, selalu bisa memotivasi, berkontemplasi, dan evaluasi diri sendiri. Berani keluar zona nyaman dan belajar hal baru,

termasuk saat memutuskan kuliah di Universitas Lampung dan mengambil topik skripsi ini. Aku bangga sama kamu di saat sekarang dan sampai kapan pun. Tidak apa-apa jika ada hal yang tidak sesuai ekspektasi *its okay it will be passed*, lihat sampai fase ini saja kamu bisa melewatinya dengan baik. Jadi, bersiap untuk melewati petualangan seru selanjutnya dalam hidup. Semoga Allah SWT dan hal-hal baik selalu menyertaimu.

22. Terima kasih kepada Abel The Weeknd, Taylor, Ariana, dan Pak Gita atas karyanya yang telah menemaniku membuat draft skripsi dan jurnal hingga semuanya bisa terselesaikan dengan baik.
23. Terima kasih kepada seluruh pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu, yang telah memberikan dukungan, do'a, dan bantuan kepada penulis.

Wassalamualaikum Warrahmatullahi Wabarakatuh.

Bandar Lampung, 15 Juni 2024

Penulis

Elsa Fitriainingsih

NPM. 2057011012

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian	5
1.3. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Antibiotik <i>Ciprofloxacin</i>	6
2.2. Kulit Singkong	8
2.3. <i>Graphene Oxide</i>	9
2.4. Karakterisasi	13
2.4.1. <i>Fourier Transform Infrared</i>	13
2.4.2. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i>	15
2.4.3. <i>X-Ray Diffraction</i>	17
2.5. <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i>	19
2.6. <i>Response Surface Method</i>	21
2.7. <i>High Performance Liquid Chromatography</i>	24
III. METODE PENELITIAN	26
3.1. Waktu dan Tempat	26
3.2. Alat dan Bahan.....	26
3.3. Prosedur Kerja	27
3.3.1. Pembuatan Grafit Dari Limbah Kulit Singkong	27
3.3.2. Pembuatan <i>Graphene Oxide</i> Menggunakan Metode Hummers Termodifikasi	28
3.3.3. Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i>	28
3.3.4. Pembuatan Fase Gerak.....	29
3.3.5. Pembuatan Larutan Induk <i>Ciprofloxacin</i>	29
3.3.6. Pembuatan Standar <i>Ciprofloxacin</i>	29
3.3.7. Pengondisian <i>High Performance Liquid Chromatography</i>	29
3.3.8. Optimasi <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> Menggunakan <i>Response Surface Method</i>	30

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1. Pembuatan Grafit Dari Limbah Kulit Singkong	33
4.2. Sintesis <i>Graphene Oxide</i>	35
4.3. Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i>	37
4.3.1. Karakterisasi dengan <i>Fourier Transform Infrared</i>	37
4.3.2. Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i>	40
4.3.3. Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i>	41
4.4. Optimasi <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i> Menggunakan <i>Response Surface Method</i>	43
4.4.1. Analisis Statistik	43
4.4.2. Efek Interaksi dalam Variabel Proses dan Pengaruhnya Terhadap Adsorpsi <i>Ciprofloxacin</i>	49
4.4.3. Penentuan Adsorpsi <i>Ciprofloxacin</i> dalam Kondisi Optimum	54
V. SIMPULAN DAN SARAN	56
5.1. Simpulan	56
5.2. Saran	57
DAFTAR PUSTAKA	58
LAMPIRAN.....	69
1. Perhitungan <i>Yield</i> Grafit dan <i>Graphene Oxide</i>	70
2. Kurva Kalibrasi Standar <i>Ciprofloxacin</i>	71
3. Data Adsorpsi <i>Ciprofloxacin</i> dengan <i>Graphene Oxide</i>	72
4. Kromatogram <i>Ciprofloxacin</i>	74

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komponen pada kulit singkong	9
2. Daftar bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi	14
3. Level variabel independen dalam desain BBD	30
4. Desain eksperimen BBD	31
5. Hasil % adsorpsi CIP dengan adsorben GO.....	44
6. Hasil <i>Analysis of Varians</i> (ANOVA).....	48
7. Koefisien statistik.....	49
8. Data kalibrasi standar CIP.....	71
9. Data adsorpsi CIP.....	72

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kimia <i>Ciprofloxacin</i>	6
2. Bentuk ion <i>Ciprofloxacin</i> dalam berbagai pH	7
3. Tahap pembentukan gugus fungsi pada <i>Graphene Oxide</i>	10
4. Struktur kimia <i>Graphene Oxide</i>	11
5. Spektra IR (A) grafit (B) <i>Graphene Oxide</i>	15
6. Mikrograf grafit (A) dan <i>Graphene Oxide</i> (B).	16
7. Spektra EDX pada grafit (a) dan <i>Graphene Oxide</i> (b).....	17
8. Karakterisasi <i>Graphene Oxide</i> dengan XRD.	19
9. Teknik DSPE.....	20
10. Proses optimasi RSM.	23
11. Eksperimen BBD.	23
12. Kromatogram CIP	25
13. Diagram alir penelitian.....	32
14. Kulit singkong kering (a), kulit singkong halus (b), arang kulit singkong (c).33	
15. Grafit kulit singkong	34
16. <i>Graphene Oxide</i> kulit singkong	37
17. Spektrum FTIR <i>Ciprofloxacin</i>	38
18. Hasil spektrum FTIR (a) grafit, (b) GO, (c) GO setelah adsorpsi.....	39
19. Difraktogram grafit dan GO kulit singkong.....	40

20. Morfologi GO kulit singkong pada (a) perbesaran 5000x dan (b) 10000x....	41
21. Komposisi unsur GO kulit singkong.....	42
22. Grafik (a) probabilitas normal residu, (b) data hasil prediksi terhadap yang sebenarnya, (c) residual vs <i>run</i> pada 29 <i>run</i>	45
23. Grafik (a) probabilitas normal residu, (b) data hasil prediksi terhadap yang sebenarnya, (c) residual vs <i>run</i>	46
24. Grafik (3D) respons permukaan dan kontur (2D): interaksi antara massa GO dan pH (a,b), interaksi antara massa GO dan waktu kontak (c,d), interaksi antara konsentrasi CIP dan pH (e,f), konsentrasi CIP dan waktu kontak (g,h), interaksi antara pH dan waktu kontak (i,j) massa adsorben dan konsentrasi CIP (k,l).....	51
25. Optimasi adsorpsi CIP dengan GO dalam bentuk <i>ramp</i>	54
26. Interaksi proses adsorpsi CIP dengan GO.....	55
27. Kurva kalibrasi standar CIP	71
28. Kromatogram standar CIP 60 ppb.....	74
29. Kromatogram standar CIP 80 ppb.....	74
30. Kromatogram standar CIP 100 ppb.....	75
31. Kromatogram standar CIP 250 ppb.....	75
32. Kromatogram blanko	75
33. Kromatogram <i>run</i> 1	76
34. Kromatogram <i>run</i> 2.....	76
35. Kromatogram <i>run</i> 3.....	76
36. Kromatogram <i>run</i> 4.....	77
37. Kromatogram <i>run</i> 5.....	77
38. Kromatogram <i>run</i> 6.....	77
39. Kromatogram <i>run</i> 7.....	78
40. Kromatogram <i>run</i> 8.....	78

41. Kromatogram <i>run</i> 9.....	78
42. Kromatogram <i>run</i> 10.....	79
43. Kromatogram <i>run</i> 11.....	79
44. Kromatogram <i>run</i> 12.....	79
45. Kromatogram <i>run</i> 13.....	80
46. Kromatogram <i>run</i> 14.....	80
47. Kromatogram <i>run</i> 15.....	80
48. Kromatogram <i>run</i> 16.....	81
49. Kromatogram <i>run</i> 17.....	81
50. Kromatogram <i>run</i> 18.....	81
51. Kromatogram <i>run</i> 19.....	82
52. Kromatogram <i>run</i> 20.....	82
53. Kromatogram <i>run</i> 21.....	82
54. Kromatogram <i>run</i> 22.....	83
55. Kromatogram <i>run</i> 23.....	83
56. Kromatogram <i>run</i> 24.....	83
57. Kromatogram <i>run</i> 25.....	84
58. Kromatogram <i>run</i> 26.....	84
59. Kromatogram <i>run</i> 27.....	84
60. Kromatogram <i>run</i> 28.....	85
61. Kromatogram <i>run</i> 29.....	85

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Air merupakan kebutuhan primer yang digunakan bagi makhluk hidup. Aktivitas sehari-hari manusia sangat bergantung pada air bersih. Penggunaan air yang tercemar dapat menimbulkan masalah kesehatan bahkan kematian. Salah satu penyebab pencemaran air yang telah menjadi permasalahan serius secara global adalah limbah dari produk farmasi. Pada beberapa negara di Benua Asia, Afrika, Eropa, dan Amerika telah ditemukan 1 hingga 200 jenis obat-obatan, termasuk antibiotik yang terdeteksi pada air permukaan, air tanah, dan air keran (Beek *et al.*, 2016). Limbah antibiotik masuk ke dalam lingkungan melalui beragam cara seperti limbah yang berasal dari rumah sakit, industri farmasi, peternakan, serta ekskresi langsung dari manusia dan hewan (Johansson *et al.*, 2014). Antibiotik banyak digunakan dalam pengobatan manusia dan hewan. Seiring dengan bertambahnya kebutuhan dan produksi terhadap antibiotik, maka peluang terjadinya peningkatan limbah antibiotik dalam lingkungan semakin tinggi. Produksi antibiotik secara global pada tahun 2030 diprediksi mencapai 69,6 miliar meningkat 200% dari tahun 2015 (Klein *et al.*, 2018). Antibiotik juga banyak digunakan pada makanan hewan ternak, tetapi sekitar 75-95% dari antibiotik yang dikonsumsi hanya dimetabolisme sebagian atau bahkan tidak dimetabolisme (Marshall and Levy, 2011).

Salah satu antibiotik yang penggunaannya telah dikenal luas adalah antibiotik *ciprofloxacin*. *Ciprofloxacin* (CIP) merupakan generasi kedua antibiotik dari golongan *fluorokuinolon* yang digunakan digunakan untuk melawan infeksi

bakteri gram-negatif seperti *Escherichia coli* dan *Salmonella* sp. Bakteri patogen gram negatif telah dilaporkan menyebabkan berbagai penyakit seperti gastroenteritis, *urinary tract* dan infeksi abdominal (Kutuzova *et al.*, 2021). CIP juga diketahui efektif melawan beberapa bakteri Gram positif seperti *Staphylococcus aureus* (Johansson *et al.*, 2014).

Konsumsi dan produksi CIP secara masif menghasilkan residu yang terdeteksi di lingkungan perairan. CIP dapat dengan mudah larut dalam berbagai kondisi pH dalam bentuk kation, anion, atau *zwitter ion* (Rostamian and Behnejad, 2018). Jika tidak ditangani, residu CIP tersebut dapat menyebabkan dampak negatif yang berbahaya karena terjadinya resistensi bakteri dan efek ekotoksilogi, efek kondrotoksik pada hewan, serta menimbulkan beberapa penyakit seperti infeksi usus dan kulit pada manusia (Azriouil *et al.*, 2022; Herrera-Hidalgo *et al.*, 2020). Oleh karena itu, perlu dilakukan monitoring residu CIP, terutama dari lingkungan perairan, agar tidak membahayakan bagi kesehatan manusia dan ekosistem yang ada.

Selama ini, telah dikembangkan teknologi pemisahan yang dapat digunakan untuk preparasi antibiotik di lingkungan secara aman dan efektif, seperti *Solid-Phase Extraction* (SPE) dan *Dispersive Solid-Phase Extraction* (DSPE) (Nejad *et al.*, 2019; Yang *et al.*, 2021). Namun, SPE memiliki kekurangan berupa alatnya yang rumit dan mahal, membutuhkan waktu yang lama, dapat memungkinkan terjadinya *plugging* pada kolom dan tidak bisa digunakan berulang (Amanda dkk., 2022; Maranata *et al.*, 2021). Maka dari itu, dikembangkan metode DSPE yang memberikan beberapa kelebihan seperti pemakaian pelarut yang sedikit, murah, serta waktu preparasi sampel yang lebih efisien jika dibandingkan dengan teknik SPE konvensional (Islas *et al.*, 2017; Nejad *et al.*, 2019). Teknik DSPE dilakukan dengan cara menambahkan sorben ke dalam larutan sampel, diikuti dengan dispersi sorben yang bertujuan memisahkan analit dari matriks kompleksnya (Islas *et al.*, 2017).

Penerapan bahan mesopori atau bahan nano, seperti *Graphene Oxide* (GO), untuk adsorpsi merupakan salah satu metode untuk menghilangkan limbah antibiotik (Kusrini *et al.*, 2019). GO memiliki sifat relatif polar dan hidrofilik, karena mengandung sejumlah besar gugus yang mengandung oksigen seperti gugus hidroksil, epoksi, dan karboksil (Ramesha *et al.*, 2011). GO juga memiliki kelebihan berupa luas permukaannya yang tinggi sehingga baik digunakan sebagai adsorben (Smith *et al.*, 2019). Umumnya, GO komersial dibuat dari grafit dengan biaya yang cukup mahal dan berasal dari grafit dengan bahan tidak terbarukan. Penggunaan limbah pertanian, seperti kulit singkong, dapat digunakan sebagai alternatif bahan baku pembuatan GO sekaligus menambah nilai ekonomis limbah kulit singkong, yang biasanya hanya dipakai sebagai bahan campuran pakan ternak.

Kulit singkong memiliki unsur karbon cukup tinggi sebesar 59,31% (Sulaiman *et al.*, 2019) serta selulosa sebesar 43,426% (Kumar *et al.*, 2021). Provinsi Lampung tercatat sebagai salah satu penghasil singkong terbesar di Indonesia. Tercatat jumlah produksi singkong di Lampung mencapai sekitar 6,68 juta ton dengan rata-rata hasil singkong sebesar 25 ton per hektar setiap musim panen (Badan Pusat Statistik, 2018). Kulit singkong sangat berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan GO untuk adsorben dalam polutan antibiotik karena seiring tingginya angka produksi, maka terjadi peningkatan jumlah limbah kulit singkong yang dihasilkan. Dalam beberapa studi yang telah dilakukan, GO dapat digunakan untuk menyerap *Cefriaxone*, *Ciprofloxacin* (Rinawati *et al.*, 2024), *Norfloxacin* (Lebron *et al.*, 2020), *Trimethoprim* dan *Isoniazid* (Salihia, *et al.*, 2021), dan antibiotik lainnya. Maka dari itu, pada penelitian ini kulit singkong digunakan sebagai bahan dasar dalam sintesis GO menggunakan metode hummers termodifikasi yang dibuktikan dengan karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), dan *X-ray Diffraction* (XRD), sehingga GO dari kulit singkong dapat digunakan sebagai adsorben dalam penyerapan residu antibiotik CIP.

Kondisi DSPE optimum residu antibiotik CIP dibutuhkan agar CIP dapat terserap secara maksimal oleh adsorben GO. Optimasi penyerapan antibiotik menggunakan GO dapat dihasilkan melalui beberapa eksperimen dengan memerhatikan parameter seperti pH, konsentrasi CIP, dosis adsorben, dan waktu kontak (Upoma *et al.*, 2022). Secara umum, untuk mendapatkan kondisi optimum dapat dilakukan metode optimasi konvensional. Namun, metode optimasi konvensional tidak efektif dan efisien karena diperlukan eksperimen berulang, di mana dalam prosesnya, memerlukan waktu dan biaya yang banyak. Informasi mengenai interaksi dari beberapa parameter sekaligus terhadap kondisi optimumnya juga belum bisa didapatkan jika menggunakan metode optimasi konvensional. Oleh karena itu, dilakukan optimasi faktor yang memengaruhi proses DSPE CIP pada GO yang berasal dari limbah kulit singkong menggunakan Teknik *Response Surface Method* (RSM).

Penggunaan RSM bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum beserta interaksi dari beberapa parameter dan pengaruh dari masing-masing parameter terhadap penyerapan antibiotik. Beberapa studi telah menunjukkan penggunaan RSM terhadap optimasi proses adsorpsi GO pada kontaminan di lingkungan perairan seperti *Methadone* (Gupta *et al.*, 2017), *Methylen Blue* pada limbah tekstil (Khiam *et al.*, 2022), dan logam berat (Khoshraftar *et al.*, 2023). Pemodelan jenis *Box Behnken Design* (BBD) dari teknik RSM dipilih untuk mendapatkan kondisi optimum DSPE CIP menggunakan adsorben GO berdasarkan parameter pH, dosis adsorben, konsentrasi residu antibiotik CIP, dan waktu kontak.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mendapatkan GO hasil sintesis dari limbah kulit singkong.
2. Mengetahui karakteristik GO dari limbah kulit singkong menggunakan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*.
3. Mengetahui kondisi optimum adsorpsi CIP berdasarkan parameter pH, waktu kontak, konsentrasi CIP, dan massa adsorben GO menggunakan teknik RSM.

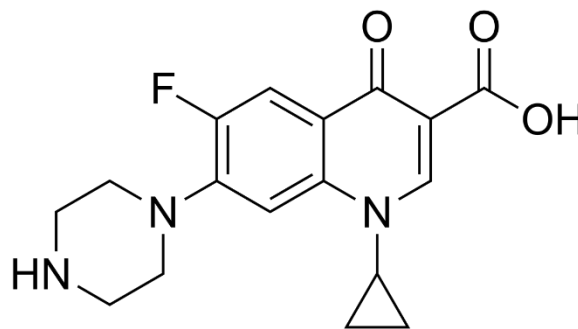
1.3 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai alternatif pemanfaatan limbah kulit singkong menjadi GO sebagai adsorben, khususnya dalam penyerapan antibiotik CIP, serta mengetahui variabel yang memengaruhi hasil adsorpsi menggunakan RSM sehingga didapatkan kondisi optimum DSPE yang dapat diaplikasikan untuk monitoring residu antibiotik CIP di lingkungan perairan dan limbah, khususnya air limbah rumah sakit.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Antibiotik *Ciprofloxacin*

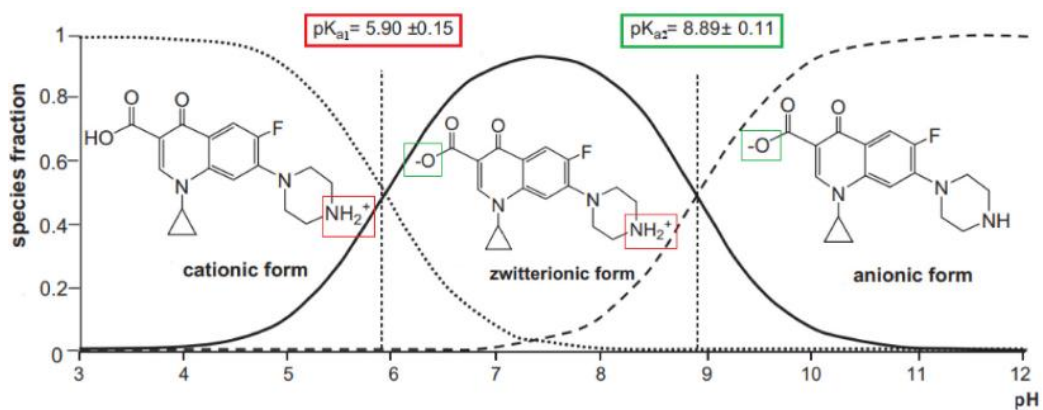
Ciprofloxacin (CIP) memiliki nama IUPAC 1-cyclopropyl-6-fluoro-1,4-dihydro-4-oxo-7-(1piperazinyl)-3-quinoline carboxylic acid dengan massa molar sebesar 331.4 g/mol dan memiliki rumus empiris $C_{17}H_{18}FN_3O_3$. CIP berbentuk bubuk putih dengan rasa pahit (Sharma *et al.*, 2010). CIP harus disimpan pada suhu 4 °C di tempat gelap untuk meminimalkan degradasi fotolitik, terutama dalam kondisi yang sedikit basa (Sharma *et al.*, 2017). CIP memiliki titik leleh pada suhu 313–315 °C, mudah larut dalam asam asetat, dan sedikit larut dalam air, metanol, etanol dan aseton (Sharma *et al.*, 2010). Struktur kimia CIP ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur kimia *Ciprofloxacin* (Sharma *et al.*, 2010).

CIP memiliki dua gugus fungsi yang dapat terionisasi, gugus 6-karboksilat dan N-4 dari substituen piperazin. CIP memiliki gugus asam karboksilat yang merupakan

asam yang lebih kuat daripada gugus amonium. Maka dari itu, konstanta ionisasi pertama pK_{a1} (6,09) menunjukkan disosiasi proton dari gugus karboksil, sedangkan pK_{a2} (8,62) menunjukkan disosiasi proton dari N-4 dalam kelompok piperazinil. Pada pH yang paling relevan secara fisiologis, nilai pK_{a2} adalah 8,25 dan terjadi disosiasi yang signifikan dari gugus asam 6-karboksilat dan basa 10-(1-piperazino), yang menghasilkan fraksi spesies zwitterionik (Sharma *et al.*, 2010). CIP memiliki muatan positif pada $pH < 5,90$, muatan netral atau zwitter ion pada $8,89 < pH < 5,90$ dan muatan negatif pada $pH > 8,89$ (Rostamian and Behnejad, 2018). Bentuk ion CIP dalam berbagai pH ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Bentuk ion *Ciprofloxacin* dalam berbagai pH (Rostamian and Behnejad, 2018).

CIP termasuk ke dalam antibiotik jenis *fluoroquinolon* yang merupakan golongan gen antibakteri dengan aktivitas sangat baik dalam melawan bakteri gram negatif dan positif terhadap patogen (Paul *et al.*, 2021). CIP yang paling banyak digunakan di seluruh dunia, dengan kelarutan 30 g/L. CIP digunakan untuk melawan infeksi bakteri gram-negatif seperti *Escherichia coli*, dan *Salmonella spp* (Kutuzova *et al.*, 2021) serta efektif melawan beberapa bakteri Gram positif seperti *Staphylococcus aureus* (Johansson *et al.*, 2014). CIP banyak digunakan untuk pengobatan berbagai macam infeksi, seperti infeksi saluran kemih, infeksi tulang atau sendi, dan tifus (Sharma *et al.*, 2017).

Kebutuhan CIP yang meningkat berbanding lurus dengan residu yang dihasilkan. Beberapa studi telah menemukan bahwa polutan CIP telah terdeteksi pada

lingkungan, khususnya di perairan. Konsentrasi rata-rata global CIP yang terdeteksi pada air limbah sebesar $10\text{-}10^3$ ng/L atau sebesar $10^2\text{-}1$ ppb sedangkan pada air permukaan sebesar $5\cdot 10^{-1}\text{-}10^5$ ng/L atau sebesar $5\cdot 10^{-4}\text{-}10^2$ ppb (Kovalakova *et al.*, 2020). Pada air limbah rumah sakit dan pabrik obat, konsentrasi CIP masing-masing mencapai 150 $\mu\text{g/L}$ dan 50 mg/L (Azzam *et al.*, 2022). Residu CIP dapat menyebabkan dampak negatif yang berbahaya karena terjadinya resistensi bakteri dan efek ekotoksilogi, efek kondrotoksik pada hewan, serta menimbulkan beberapa penyakit seperti infeksi usus dan kulit pada manusia (Azriouil *et al.*, 2022; Herrera-Hidalgo *et al.*, 2020).

2.2. Kulit Singkong

Singkong atau ubi kayu merupakan tanaman umbi-umbian yang menjadi sumber karbohidrat ketiga selain padi dan jagung. Singkong dapat tumbuh baik di daerah panas maupun curah hujan tinggi dan pada lahan tandus maupun subur, khususnya di negara tropis seperti Indonesia. Provinsi Lampung pada tahun 2018 tercatat sebagai penghasil komoditas ubi kayu terbesar di Indonesia dengan total produksi mencapai 6,68 juta ton (Badan Pusat Statistik, 2018). Persentase berat kulit singkong sebesar 10–15% dari berat umbi (Kayiwa *et al.*, 2021) yang berarti diperkirakan sebanyak 0,7-1 juta ton limbah kulit singkong dapat dihasilkan dari produksi dengan bahan olahan singkong.

Kulit singkong memiliki kandungan karbohidrat yang tinggi, serat kasar, selulosa non-pereduksi, dan HCN (asam sianida) yang dapat mengikat logam. Komponen tersebut mengandung gugus fungsi -OH, -NH₂, -SH dan -CN dan memiliki komposisi karbon (C), hidrogen (H), oksigen (O), nitrogen (N), dan sulfur (S) masing-masing sebesar 59.31, 9.78, 28.7, 2.06, dan 0.11% (Sulaiman *et al.*, 2019). Kulit singkong mengandung komponen kompleks lignoselulosa (selulosa, hemiselulosa, dan lignin) dengan perlakuan yang tepat dapat berkontribusi pada pembentukan grafit dengan memecah struktur kompleks dan menghasilkan karbon bebas (Kayiwa *et al.*, 2021). Komponen pada kulit singkong ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komponen pada kulit singkong

Komponen	Kadar (%)
Selulosa	43,626
Pati/Amilum	36,580
Hemiselulosa	10,384
Lignin	7,646
Lainnya	1,764

(Kumar *et al.*, 2021)

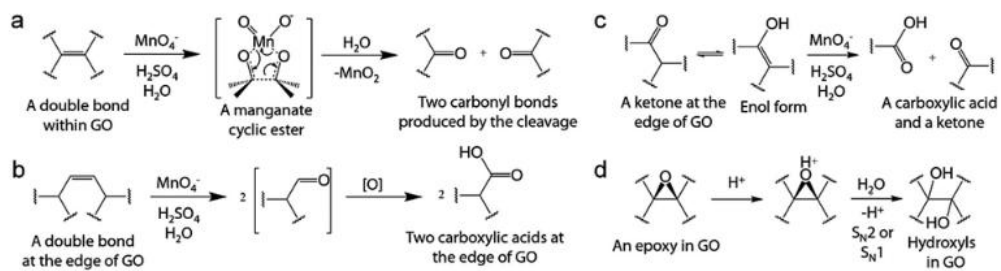
Selulosa pada kulit singkong jika diaktifkan secara kimia dan fisika dapat memiliki luas permukaan yang tinggi dan dapat digunakan sebagai adsorben. Peningkatan luas permukaan tersebut disebabkan karena adanya penguraian senyawa organik yang berlangsung sangat cepat sehingga dapat merusak susunan cincin karbon segi enam yang ada (Sulaiman *et al.*, 2019). Hal tersebut menunjukkan bahwa kulit singkong dapat digunakan sebagai bahan dasar dalam pembuatan adsorben berbasis GO.

2.3. *Graphene Oxide*

Graphene merupakan lapisan tunggal grafit dengan atom karbon yang terikat secara kovalen sp^2 dalam struktur kristal heksagonal. *Graphene* digunakan sebagai penyusun material seperti arang, grafit, *fullerene*, dan tabung nano karbon (Urade *et al.*, 2023). *Graphene* telah diterapkan sebagai material adsorben menggunakan teknik SPE atau DSPE dengan memberikan hasil yang baik (Crevillén *et al.*, 2018). Namun, kecenderungan *graphene* untuk membentuk agregasi dalam larutan akibat interaksi *Van der Waals* yang kuat dan interaksi π - π antar lapisan dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan adsorpsi (Neolaka *et al.*, 2020). Berdasarkan hal tersebut, dapat diatasi dengan turunan *graphene*, yaitu *Graphene Oxide*.

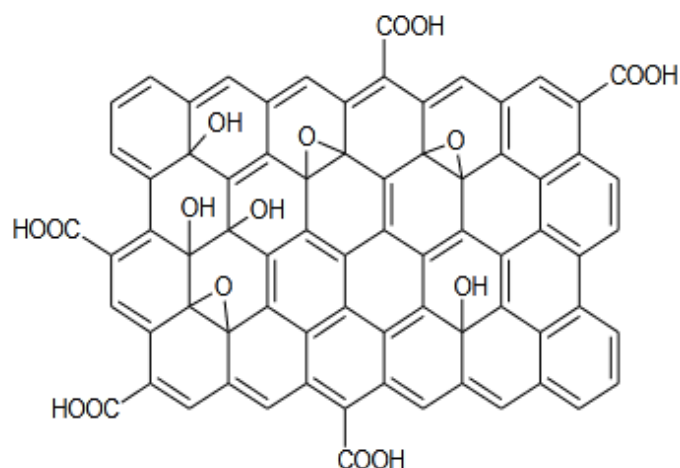
Graphene Oxide (GO) adalah struktur lapisan karbon dengan gugus fungsi =O, -OH, -O-, dan -COOH yang melekat pada kedua sisi lapisan serta tepi bidang sehingga menghasilkan campuran atom karbon yang berhibridisasi sp^2 dan sp^3 (Tohamy *et al.*, 2020). Gugus fungsi pada GO terbentuk karena adanya proses

dari beberapa tahap seperti (a) pembelahan oksidatif ikatan C=C melalui ester siklik mangan yang menghasilkan dua ikatan karbonil, (b) pembelahan oksidatif ikatan C=C yang menghasilkan dua asam karboksilat, (c) pembelahan oksidatif suatu keton membentuk satu asam karboksilat dan satu keton, dan (d) hidrolisis epoksi yang dikatalisis asam menghasilkan dua ikatan hidroksil (Kang *et al.*, 2016). Tahap pembentukan gugus fungsi pada GO ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Tahap pembentukan gugus fungsi pada *Graphene Oxide* (Kang *et al.*, 2016).

GO dan turunannya memiliki beberapa keunggulan berupa sifat listrik, kimia, dan mekanik yang baik sehingga dapat diaplikasikan pada berbagai bidang. GO memiliki fleksibilitas, stabilitas kimia dan termal yang baik serta memiliki luas permukaan tinggi yang spesifik (Smith *et al.*, 2019). Gugus fungsi oksigen polar menyebabkan GO bersifat hidrofilik dan relatif polar (Ramesha *et al.*, 2011). Hal tersebut memungkinkan GO memiliki dispersibilitas yang sangat baik dalam banyak pelarut, terutama dalam air. Selain itu, gugus fungsi yang mengandung oksigen dapat menyediakan situs reaktif untuk modifikasi kimia atau fungsionalisasi GO (Razaq *et al.*, 2022). Struktur kimia GO ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur kimia GO (Dwandaru dkk., 2019).

GO dapat digunakan sebagai adsorben untuk menyerap ion logam, pewarna, dan, dan polutan mikro organik melalui tarikan elektrostatis, ikatan hidrogen, interaksi π , dan gaya interaksi lainnya (Zhao *et al.*, 2021). Dalam beberapa studi yang telah dilakukan, GO dapat digunakan untuk menyerap *Norfloxacin* (Lebron *et al.*, 2020), *Methadone* (Gupta *et al.*, 2017), *Trimethoprim* dan *Isoniazid* (Salihia, *et al.*, 2021) dan antibiotik lainnya.

GO dapat disintesis dengan berbagai cara, seperti metode Brodie, Staudenmaier, Hummers, dan Hummers termodifikasi.

1. Metode Brodie

Benjamin Brodie mengolah grafit dalam campuran kalium klorat dan asam nitrat berasap pada suhu 60 °C kemudian dilakukan beberapa perlakuan oksidatif satu demi satu sehingga dihasilkan komposisi dengan formula. Produk yang dihasilkan larut dalam air murni, tetapi cenderung berflokulasi dalam lingkungan yang lebih asam. Sintesisnya tersebut juga membutuhkan waktu yang lama dan memicu pembentukan ClO_2 yang mudah meledak (Ikram *et al.*, 2020).

2. Metode Staudenmaier

Metode Staudenmaier berlangsung lebih cepat dibandingkan Brodie karena membantu proses oksidasi terjadi dalam satu langkah, sehingga meningkatkan

efisiensi proses. Penggunaan H_2SO_4 digunakan sebagai pengganti HNO_3 dalam proses oksidasi *graphene*. Namun, adanya penggunaan KClO_3 menyebabkan sintesis harus dalam kondisi suhu tinggi, sekitar $90\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 hari yang dapat menimbulkan risiko ledakan (Ikram *et al.*, 2020).

3. Metode Hummers

Metode Hummers merupakan metode yang lebih cepat dibandingkan dengan metode lainnya, di mana proses oksidasi dapat dilakukan dalam satu kali percobaan. Bahan KMnO_4 digunakan sebagai pengganti KClO_3 untuk mencegah terjadinya ledakan pada proses oksidasi. NaNO_3 digunakan sebagai pengganti HNO_3 yang bertujuan untuk mencegah terbentuknya kabut asam. Namun, gas beracun seperti NO_2 dan N_2O_4 dapat terbentuk pada proses sintesis (Zaaba *et al.*, 2017).

4. Metode Hummers Termodifikasi

Metode Hummers Termodifikasi dilakukan dengan meningkatkan oksidan KMnO_4 , meniadakan penggunaan NaNO_3 , dan melakukan reaksi dalam campuran dari $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$. (Santamaria *et al.*, 2019). KMnO_4 digunakan sebagai agen pengoksidator dalam suasana asam dengan H_2SO_4 . Dalam metode Hummers termodifikasi, H_2O_2 bertujuan untuk menghentikan proses oksidasi, mencegah sisa KMnO_4 bereaksi kembali dan menghilangkan pengotor logam yang terlarut (Habte and Ayele, 2019).

Metode Hummers termodifikasi dapat meningkatkan kinerja reaksi dalam sintesis GO, menghasilkan GO dan dapat digunakan untuk memproduksi GO dengan skala besar. Metode Hummer termodifikasi juga dianggap lebih ramah lingkungan karena dapat mengurangi produksi gas-gas beracun dan mencegah terjadinya ledakan apabila dibandingkan dengan metode sintesis GO lainnya (Lozano *et al.*, 2022).

Beberapa studi telah berhasil melakukan sintesis GO menggunakan metode Hummer termodifikasi pada grafit (Kusrini *et al.*, 2019; Lozano *et al.*, 2022)

dan limbah cangkang kelapa (Sujiono *et al.*, 2020). Penggunaan metode Hummers termodifikasi juga telah terbukti meningkatkan hasil sintesis hingga 70% (Frankberg *et al.*, 2015). Maka dari itu, metode Hummers termodifikasi dipilih sebagai metode dalam sintesis GO berbasis kulit singkong.

2.4. Karakterisasi

2.4.1. *Fourier Transform Infrared*

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan salah satu instrumen analisis untuk mengetahui material yang tidak diketahui. FTIR sudah digunakan untuk mengidentifikasi pengotor, komposisi, dan zat murni dari berbagai material (Khan *et al.*, 2018; Kowalczyk and Pitucha, 2019). FTIR merupakan pengembangan dalam bidang analisis yang menghasilkan diagnosis senyawa dengan lebih mudah, cepat, dan objektif (Byrne *et al.*, 2020). Spektrometer FTIR terdiri dari sumber cahaya IR, interferometer, kompartemen sampel, detektor, *amplifier*, dan komputer. Sumber cahaya menghasilkan radiasi yang mengenai sampel kemudian melewati interferometer dan mencapai detektor. Sinyal tersebut masing-masing diperkuat dan diubah menjadi sinyal digital (interferogram) oleh *amplifier* dan konverter analog ke digital. Interferogram yang dihasilkan akan diterjemahkan ke spektrum melalui algoritma transformasi fourier cepat (Khan *et al.*, 2018).

Molekul yang diidentifikasi menggunakan FTIR dapat menyerap energi *infra-red* dengan tingkat energi rotasi dan vibrasi pada ikatan kovalen yang mengalami perubahan momen dipol. Karakterisasi dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis vibrasi antar atom sehingga gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa dapat diidentifikasi (Mujiyanti dan Kunarti, 2010).

Umumnya, FTIR digunakan untuk mempelajari molekul organik, terutama peregangan getaran (*vibration stretching*) yang menyebabkan perubahan panjang ikatan dan getaran tekuk sehingga turut serta dalam menyebabkan perubahan sudut ikatan. Menurut Hukum Hooke, bertambahnya massa atom akan menggetarkan atom pada frekuensi yang lebih rendah atau energi yang lebih

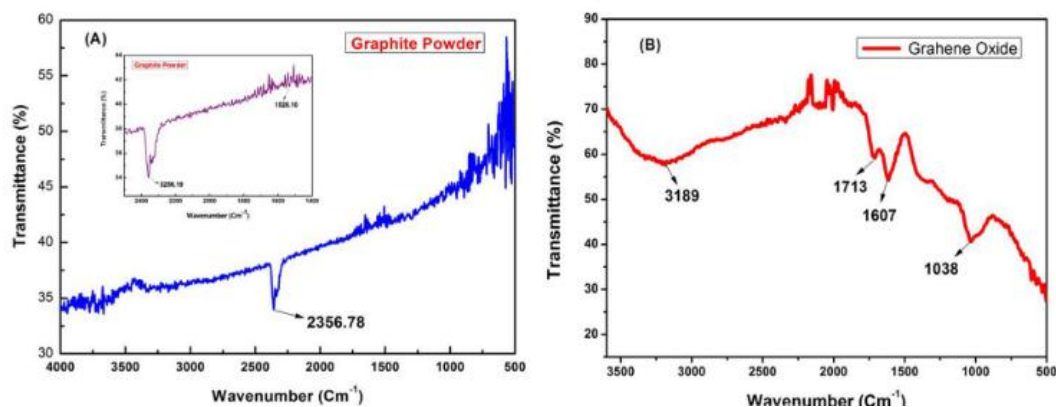
rendah (Khan *et al.*, 2018). Bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi dapat ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Daftar bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsi
3200-3550	Regangan O-H
2500-3000	O-H karboksilat
3300-3500	Peregangan N-H, amina primer menghasilkan dua puncak, amina sekunder menghasilkan satu puncak, sedangkan amina tersier tidak menghasilkan puncak
3500	O=C-N-H
2260-2220	Nitril (CN)
2950-2700	Regangan C-H, C-H aldehid
3010-3100	Regangan =C-H
1620-1680	Regangan C=C
1740-1630	Regangan C=O Aldehid, keton, ester, karboksilat, dan amida

(Khan *et al.*, 2018)

GO sebagai nanomaterial monolayer atau *few layer graphene* yang memiliki gugus fungsi oksigen, seperti gugus karboksil ($-\text{COOH}$), karbonil ($-\text{C}=\text{O}$), dan gugus fenol pada tepi lembaran, serta gugus epoksi ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$) dan hidroksil ($-\text{OH}$) pada bidang basal menghadirkan lebih banyak sisi aktif (Nazri *et al.*, 2018; Sujiono *et al.*, 2020). Spektra IR pada grafit menghasilkan puncak serapan yang teramati pada 1528 cm^{-1} dan $3256,19 \text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya ikatan C=C dan kuatnya ikatan kovalen serta lapisan kristal. Sedangkan spektra IR pada GO, menunjukkan adanya frekuensi yang tinggi di daerah $3000-3700 \text{ cm}^{-1}$, hal tersebut mengindikasikan adanya gugus O-H, bilangan gelombang 1713 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=O, bilangan gelombang 1038 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-O, bilangan gelombang 1300 cm^{-1} dan 1713 cm^{-1} masing-masing menunjukkan gugus C-OH. Terdeteksinya puncak-puncak yang berasal dari molekul karbon-oksigen menunjukkan keberhasilan sintesis GO (Shivananda *et al.*, 2023). Spektra IR pada grafit dan GO dapat ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektra IR (A) grafit (B) *Graphene Oxide* (Shivananda *et al.*, 2023).

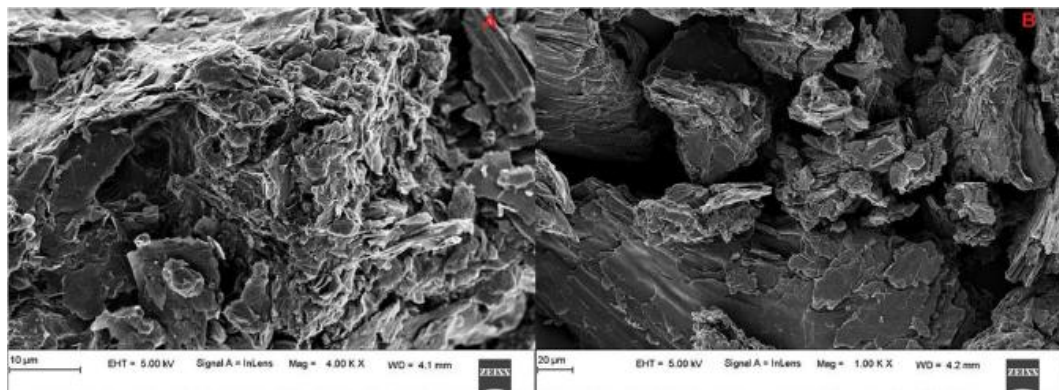
2.4.2. Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan jenis mikroskop elektron yang mampu menganalisis gambar permukaan sampel dengan resolusi yang tinggi. Prinsip kerja alat SEM adalah dengan memanfaatkan hamburan balik elektron (*electron beam*) pada permukaan objek dan mengambil gambar dengan mendeteksi elektron yang muncul pada permukaan objek (Setyaningsih dan Septiano, 2019). SEM yang dilengkapi dengan Spektroskopi Sinar-X Dispersif Energi (EDX) merupakan teknik karakterisasi pelengkap yang kuat dan mampu menganalisis morfologi, ukuran, serta komposisi kimia pada permukaan nanopartikel. EDX mampu diterapkan pada sampel yang memiliki komposisi unsur homogen dengan permukaan datar dalam kisaran volume interaksi berkas elektron primer (energi hingga 30 keV dalam SEM konvensional) dengan sampel. Hal tersebut juga bergantung terhadap energi pancaran serta nomor atom konstituen sampel. SEM EDX dapat menganalisis sampel pada volume dalam kisaran sekitar satu mikrometer kubik (Rades *et al.*, 2014).

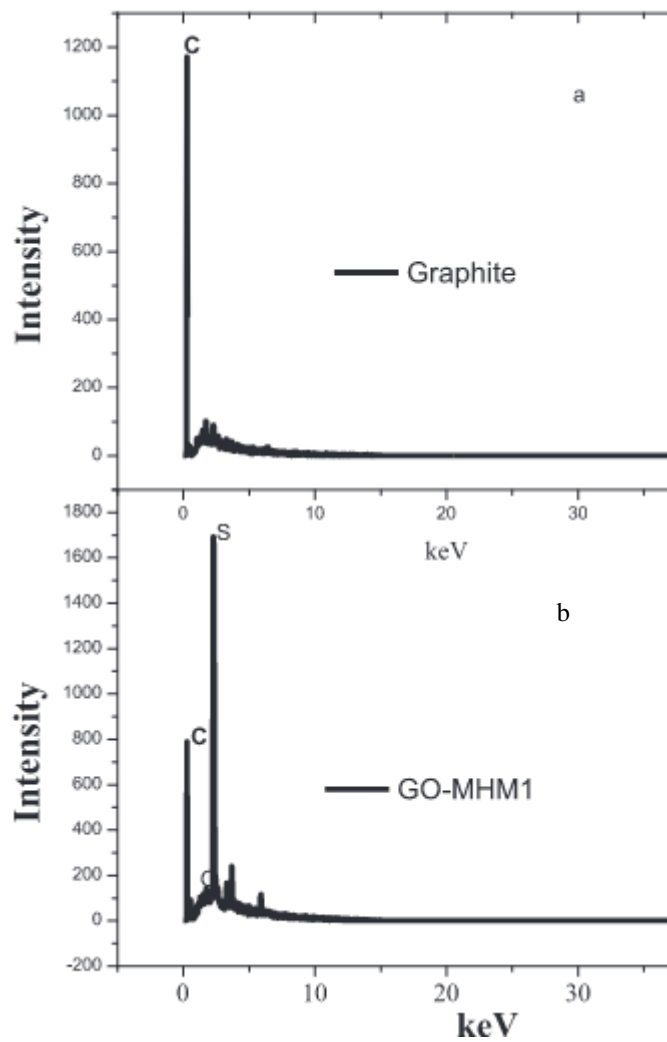
Sistem detektor EDX melakukan tampilan simultan dari semua sinar-X berenergi menengah (1-30 keV) yang dikumpulkan selama periode analisis individual. Energi sinar-X direproduksi sebagai spektrum yang merupakan plot histogram terhadap energi sinar-X. Spektrum berisi informasi semikualitatif dan semikuantitatif. Sinar-X juga dihasilkan ketika berkas elektron diperlambat oleh medan elektostatik inti atom pada unsur yang terdapat dalam spesimen. Sinar-X

membentuk radiasi kontinu yang muncul di bawah puncak spektrum (Scimeca *et al.*, 2018).

Karakterisasi menggunakan SEM pada mikrograf grafit 10 μm dengan perbesaran 40.00KX menunjukkan struktur kristal seperti fibrin. Sedangkan, mikrograf GO 20 μm menunjukkan bahwa permukaan sampel memiliki struktur yang kusut dan berlapis. GO memiliki banyak gugus yang mengandung oksigen, terlebih lagi bentuk gulungan yang diilustrasikan dalam mikrograf 2 μm (Shivananda *et al.*, 2023). Spektrum EDX dan persentase berat unsur diperoleh untuk sampel serpihan grafit dan GO seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7. Hasil analisis grafit menggunakan EDX menunjukkan adanya komposisi unsur C sebesar 95,7%, unsur O 0,3% dan C/O sebesar 318,2%. Sedangkan, komposisi pada GO yang disintesis menggunakan metode Hummers Termodifikasi menunjukkan penurunan komposisi unsur C menjadi 56,02%, dan C/O 8,3%. Komposisi unsur O mengalami kenaikan menjadi 6,73%, hal tersebut menunjukkan lebih banyak unsur O yang terbentuk pada GO. Adanya unsur lain seperti unsur sulfur (S) dimungkinkan karena adanya proses oksidasi yang belum selesai atau sisa proses oksidasi (Kigozi *et al.*, 2020). Contoh karakterisasi grafit dan GO menggunakan SEM dan EDX, masing-masing, ditunjukkan pada Gambar 6 dan 7.



Gambar 6. Mikrograf grafit (A) dan *Graphene Oxide* (B) (Shivananda *et al.*, 2023).



Gambar 7. Spektra EDX pada grafit (a) dan *Graphene Oxide* (b) (Kigozi *et al.*, 2020).

2.4.3. X-Ray Diffraction

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan teknik karakterisasi umum untuk bahan berskala nano. Analisis sampel dengan XRD memberikan informasi penting yang melengkapi berbagai metode analisis mikroskopis dan spektroskopi, seperti identifikasi fase, kemurnian sampel, ukuran kristalit, dan, morfologi. Prinsip dari XRD, yaitu ketika sinar-X mengenai bahan padat, sinar-X tersebut dihamburkan oleh elektron-elektron yang berputar mengelilingi inti atom. Gelombang-gelombang yang tersebar ini, dipancarkan ke berbagai arah dan saling mengganggu. Interferensi dapat bersifat konstruktif atau destruktif, berdasarkan

arah dan jenis interaksi gelombang (Fultz and Howe, 2013). Informasi tentang nomor atom dan posisi atom dalam sel ditentukan oleh intensitas puncak difraksi, sedangkan posisi puncak difraksi memberikan informasi tentang ukuran dan bentuk sel satuan (Lee, 2021). XRD didasarkan pada Hukum Bragg yang menyatakan perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang yang dapat ditulis dengan Persamaan 1.

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

Keterangan :

n = bilangan bulat

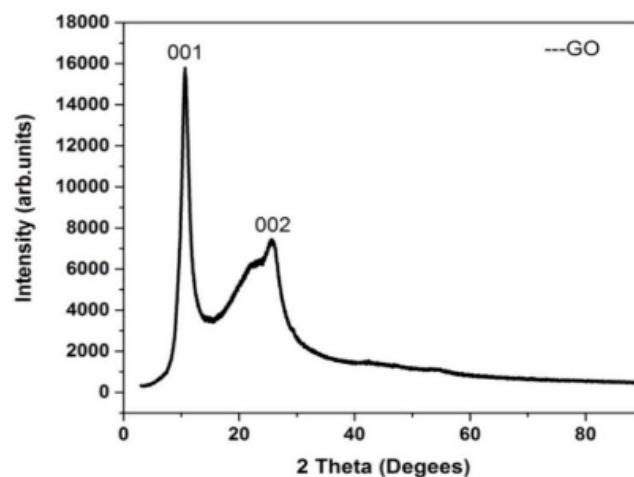
λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang

θ = sudut difraksi

Difraktogram akan memberikan informasi deretan puncak difraksi dengan intensitas relatif sepanjang nilai 2θ pada rentang yang ditentukan. Besar intensitas relatif puncak yang muncul tergantung pada banyaknya atom di dalam sampel dan distribusinya dalam material (Lee, 2021). Terdapat tiga informasi penting yang dapat diperoleh untuk mengidentifikasi fase-fase dalam suatu material yaitu, intensitas puncak, distribusi intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi, dan posisi sudut difraksi maksimum (Pratama dkk., 2019). Informasi yang diperoleh dapat dikorelasikan dengan data mikroskop untuk menguji apakah pengamatan mikroskopis pada sejumlah kecil partikel mewakili sebagian besar sampel (Holder and Raymond, 2019).

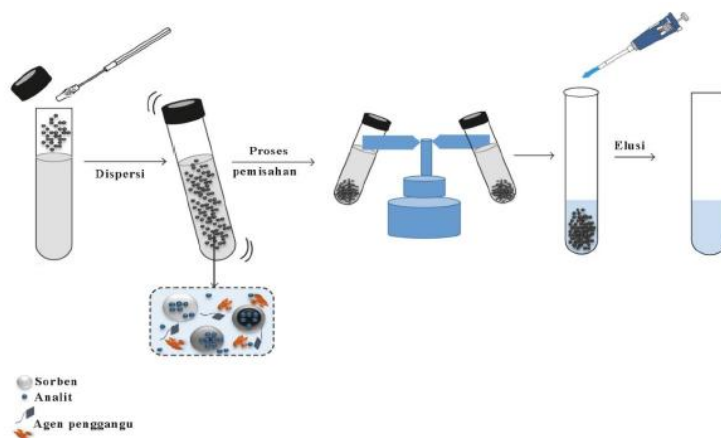
Karakterisasi GO menggunakan XRD menunjukkan hasil puncak difraksi GO diamati pada $10,64^\circ$ sesuai dengan jarak dengan lapisan sebesar 0,817 nm dan indeks (001) seperti ditunjukkan pada Gambar 9. Terdapat satu puncak difraksi yang lebar diamati pada $26,3^\circ$ dengan jarak antar lapisan sekitar 0,34 nm dan indeks (002). Puncak utama (002) grafit hilang total jika GO dikeringkan. Puncak tersebut lebih luas dan intensitasnya sangat rendah dibandingkan grafit alam dan mewakili *graphene* dengan lapisan yang berkurang (Surekha *et al.*, 2020). Contoh dari karakterisasi GO menggunakan XRD dapat ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Karakterisasi GO dengan XRD (Surekha *et al.*, 2020).

2.5. Dispersive Solid Phase Extraction

Dispersive solid phase extraction (DSPE) atau ekstraksi fase padat dispersif telah banyak digunakan sejak tahun 2000 dan telah berhasil diterapkan sebagai metode ekstraksi, isolasi, dan pembersihan dengan perlakuan analitik terhadap berbagai macam obat hewan yang digunakan dalam industri peternakan (Anastassiades *et al.*, 2003). DSPE merupakan teknik modifikasi baru dari *solid phase extraction* (SPE) yang biasa digunakan sebelum melakukan analisis kualitatif dan/atau kuantitatif. DSPE bertujuan untuk mengekstraksi senyawa target atau beberapa analit dari matriks kompleks dengan efisiensi tinggi sebagai teknik pra-perlakuan bersamaan dengan pemurnian dan peningkatan karakteristik sorben (Shukri *et al.*, 2023). DSPE dilakukan dengan menambahkan sorben ke dalam larutan sampel, diikuti dengan dispersi sorben melalui pusaran, sentrifugasi, sonikasi, pengadukan, atau pengocokan untuk meningkatkan interaksi sorben-analit. Setelah dispersi, sorben dipisahkan melalui mekanisme seperti sentrifugasi, penyaringan, dan tarikan dengan magnet eksternal (Islas *et al.*, 2017). Gambar dari teknik DSPE ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Teknik DSPE (Islas *et al.*, 2017).

DSPE memiliki beberapa keuntungan seperti prosedurnya yang lebih sederhana, cepat, dan memiliki efektifitas tinggi terhadap kontak antara fase ekstraksi dan analit. DSPE memiliki selektivitas dan kapasitas ekstraksi bergantung pada jenis sorben yang digunakan. Prosedur DSPE mencakup dispersi sorben, adsorpsi analit dari larutan sampel, pengumpulan sorben, dan elusi analit dengan pelarut yang sesuai (Hamid and Fat'Hi, 2018). Adsorpsi merupakan peristiwa pada suatu atom atau molekul ketika terdapat zat yang menempel ke permukaan zat lain akibat ketidakseimbangan gaya pada permukaan. Hal tersebut terjadi karena adanya gaya tarik atom atau molekul pada permukaan zat padat tanpa menyerap ke bagian dalam (Anggriani dkk., 2021). Teknik berbasis adsorpsi memiliki efisiensi yang besar karena menghilangkan kontaminan dan polutan biologis baik yang larut maupun tidak larut. Selain itu, teknik adsorpsi juga memiliki keunggulan berupa teknik pengoperasiannya yang mudah diterapkan dan biayanya yang murah. Beberapa studi menunjukkan bahwa teknik adsorpsi berfungsi untuk menghilangkan dan menyerap antibiotik dengan beberapa bahan seperti tanah liat smektit (Chen *et al.*, 2019), partikel kitosan asam humat batubara (Gueu *et al.*, 2019), karbon aktif (Kaiwa *et al.*, 2021).

Proses adsorpsi sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya massa adsorben, pH larutan, waktu kontak, suhu, dan ukuran molekul adsorben. Pemilihan jenis sorben sangat penting karena harus memberikan *recovery* yang tinggi dan eluat yang bersih dari senyawa yang dianalisis (Sunarmintn, 2018).

Dalam DSPE, adsorben yang tepat sangat memengaruhi hasil ekstraksi analit yang efisien. Bahan adsorben yang berstruktur nano karbon, karena luas permukaannya yang besar dan kapasitas adsorpsi yang sangat baik (Cvetković *et al.*, 2016). Secara khusus, GO memberikan kelarutan aktif dan dispersibilitas yang lebih tinggi dibandingkan *graphene* dalam larutan. Oleh karena itu, penerapan GO sebagai sorben untuk DSPE cukup menjanjikan (Ran *et al.*, 2017).

2.6. *Response Surface Method*

Respose surface method (RSM) merupakan teknik statistik yang menyediakan analisis respons yang andal dan memadai serta menghasilkan model matematika yang sesuai dengan data eksperimen dan dapat digunakan untuk mengoptimalkan proses (Pajaie and Taghizadeh, 2015). RSM bertujuan untuk mengetahui pengaruh variabel bebas terhadap respon, mendapatkan model hubungan antara variabel bebas dan respon serta mendapatkan kondisi proses yang menghasilkan respon terbaik. Selain itu, keuntungan menggunakan RSM, yaitu dapat mempermudah pencarian wilayah optimum yang efektif dan efisien (Montgomery, 2005). Hubungan antara respon dan perlakuan dapat dilihat dengan mencari bentuk hubungannya. Pada RSM, dimungkinkan untuk merepresentasikan parameter proses dalam bentuk kuantitatif seperti Persamaan 2.

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_m) \pm \varepsilon \quad (2)$$

Keterangan:

Y = respons

F = fungsi respons

ε = galat percobaan

X_m = variabel independen

Bentuk hubungan linear adalah bentuk hubungan antara respon dengan perlakuan adalah linear sehingga pendekatan fungsinya disebut *first-order model* (model pertama) seperti ditunjukkan dalam Persamaan 3.

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \varepsilon \quad (3)$$

Keterangan:

y = nilai respon

β_0 = intersep

β_1, β_2 = koefisien regresi variabel X_1, X_2

ε = *error*

Jika bentuk hubungannya merupakan kuadrat, maka pendekatan fungsinya disebut *second-order model* (model kedua) seperti ditunjukkan dalam Persamaan 4.

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \beta_{11}x_1^2 + \beta_{22}x_2^2 + \beta_{12}x_1x_2 + \varepsilon \quad (4)$$

Keterangan:

y = nilai respon

β_0 = intersep

β_1 = koefisien linier

β_{11} = koefisien kuadrat

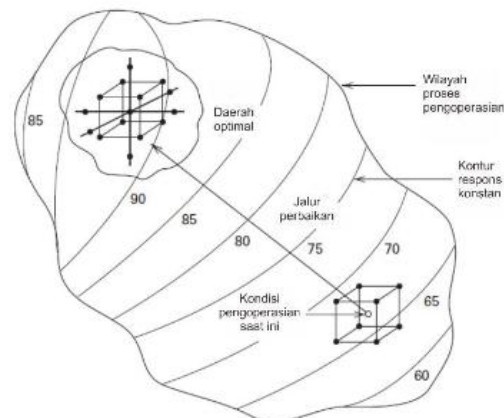
β_{12} = koefisien interaksi perlakuan

x_1 = kode perlakuan faktor ke-1

x_2 = kode perlakuan faktor ke-2

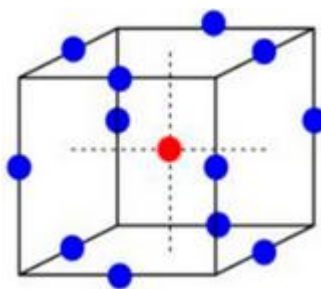
ε = *error*

Analisis permukaan respons dilakukan sebagai lanjutan dari tahapan optimasi dengan menggunakan permukaan respon yang sesuai. Jika prediksi dari fungsi respons permukaan sesuai dengan fungsi respon yang sesungguhnya, maka analisis permukaan ini akan sebanding dengan sistem yang sesungguhnya. Parameter model dapat diprediksi secara efektif jika desain eksperimental yang digunakan untuk mengumpulkan data menggunakan desain eksperimental yang tepat (Montgomery, 2017). Beberapa studi telah menunjukkan penggunaan RSM terhadap optimasi proses adsorpsi kontaminan di lingkungan perairan seperti *Methadone* (Gupta *et al.*, 2017), *Methylen Blue* pada limbah tekstil (Khiam *et al.*, 2022), dan logam berat (Khosraftar *et al.*, 2023).



Gambar 10. Proses optimasi RSM (Montgomery, 2017).

Terdapat beberapa opsi desain untuk elaborasi seperti, *Box-Behnken Design (BBD)*, *Central Composite Design (CCD)*, dan *Orthogonal Design* (Pajaie and Taghizadeh, 2015). Desain BBD digunakan untuk menyelidiki pengaruh parameter pada hubungan awal antara respons yang dievaluasi. BBD merupakan eksperimen dengan desain tiga tingkat. BBD tidak memiliki nilai *rotatability* (α) dan desain faktorial yang tertanam. Keuntungan dari model BBD adalah modelnya yang lebih sederhana karena memiliki titik desain yang lebih sedikit dibandingkan CCD dengan jumlah variabel independen yang sama.



Gambar 11. Eksperimen BBD (Wang *et al.*, 2020).

Interaksi antara variabel proses dan respon untuk memperkirakan parameter statistik ditentukan dengan *analysis of varians (ANOVA)*. ANOVA dipilih sebagai pemodelan matematis antara beberapa variabel dengan menggunakan persamaan kuadrat orde kedua setelah menilai signifikansi statistik dan berbagai kemungkinan interaksi di antara faktor proses (Roy *et al.*, 2023). Hasil ANOVA yang dipilih merupakan hasil yang mempunyai nilai R^2 terbesar. Nilai R^2

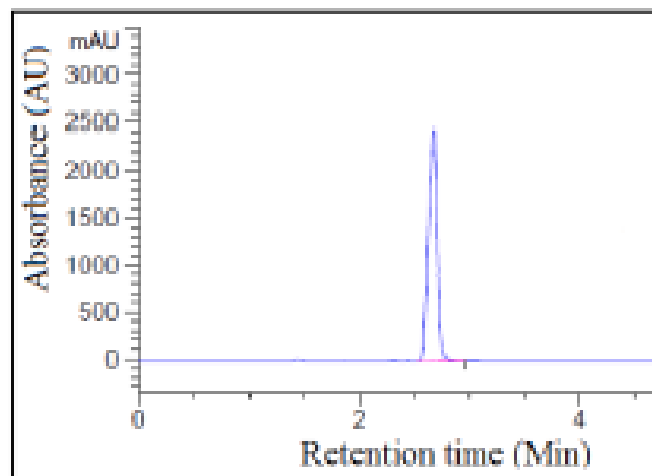
menunjukkan kemampuan model dalam menjelaskan keragaman data. Syarat kesesuaian model yang baik, yaitu memiliki nilai $R^2 > 0,8$ dan R^2 mendekati 1 menunjukkan kesesuaian yang besar antara data eksperimen dan data model yang diusulkan (Irfan *et al.*, 2022). Hasil ANOVA menunjukkan nilai komponen variabel terhadap respon. Jika nilai *P-Value* komponen variabel berpengaruh nyata (signifikan) terhadap respon, maka akan dihasilkan *P-Value* sebesar $< 0,05$ dan jika $> 0,05$ menunjukkan *P-Value* yang tidak signifikan (Ramadhani dkk., 2017). Nilai P (*P-Value*) adalah nilai yang biasa digunakan untuk menilai urgensi dari setiap koefisien. Nilai P $< 0,05$ menunjukkan syarat model yang signifikan dan baik (Redhwan *et al.*, 2020).

2.7. High Performace Liquid Chromatography

High Performace Liquid Chromatography (HPLC) merupakan jenis kromatografi kolom yang umum digunakan dalam analisis untuk memisahkan, mengidentifikasi, dan mengukur bahan kimia aktif dalam setiap elemen campuran. Pelarut mengalir dengan adanya tekanan tinggi hingga 400 atmosfer sehingga sampel dapat dipisahkan menjadi konstituen yang berbeda berdasarkan perbedaan afinitas relatif (Sadaphal and Dhamak, 2022). Prinsip pemisahan pada HPLC, yaitu sampel akan melewati kolom kemudian analit yang memiliki interaksi terkuat dengan fase diam akan terelusi lebih lama, yang menunjukkan waktu retensi terlama. Sebaliknya, sampel yang menunjukkan sedikit interaksi dengan fase diam pada kolom akan terelusi dengan cepat dan ditandai dengan waktu retensi yang singkat. Pemisahan senyawa dalam sampel dapat dilakukan melalui elusi isokratik, di mana komposisi fase gerak tetap konstan, atau melalui elusi gradien, di mana komposisi fase gerak diubah selama pemisahan menuju kondisi yang mendukung disosiasi analit dari fase stasioner (Petrova and Sauer, 2017).

CIP dapat dideteksi oleh HPLC menggunakan elusi isokratik pada suhu 25 °C dengan kolom C-18 (4,6 x 150 nm). Fase gerak terdiri asetonitril (ACN) 80% : trietanolamin (TEA) 1% 3:97 (v/v). Laju alirannya adalah 1,2 mL/menit dan volume injeksinya adalah 20 µl. Pengukuran UV dilakukan pada panjang

gelombang 280 nm. Waktu retensi yang dihasilkan antara 2,480 menit untuk sampel. Metode tersebut memiliki rata-rata standar deviasi (RSD) sebesar 0.58% yang menandakan bahwa metode tersebut memiliki tingkat presisi yang tinggi. Metode tersebut juga memiliki *limit of detection* (LOD) dan *limit of quatification* (LOQ) sebesar 0,0008 $\mu\text{g/mL}$ dan 0,0024 $\mu\text{g/mL}$ (Elgendy *et al.*, 2023). Kromatogram yang dihasilkan dari CIP ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Kromatogram CIP (Elgendy *et al.*, 2023).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan selama bulan Oktober 2023 sampai Maret 2024 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi *Graphene Oxide* (GO) menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD) di Universitas Negeri Padang, dan uji adsorpsi GO dengan antibiotik *Ciprofloxacin* (CIP) menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) di Institut Teknologi Sumatera.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas beaker, labu erlenmeyer, labu ukur, tabung reaksi, rak tabung reaksi, mortar dan alu, spinbar, tabung *centrifuge*, corong kaca, pipet tetes, pipet volume, bulp pipet, kertas saring, cawan krus, batang pengaduk, botol semprot, desikator, spatula, oven (Memmert 55), *centrifuge* (Fischer Scientific 1827001027164), *hot plate magnetic stirrer* (Stuart Biocote R200000 685), pH meter (Water Tester EZ-9901), neraca analitik (AND HR-150A 152 g/0,1 mg), ultrasonik (1510 Branson), FTIR (Shimadzu QATR-S), SEM-EDX (EVO® MA 10), XRD (XPERT PRO PANalytical PW3040/60) dan HPLC (Shimadzu LC-2050C).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah kulit singkong, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Supelco Sigmaaldrich), H_2SO_4 97% (Supelco Sigmaaldrich), KMnO_4 (MerckTM), H_2O_2 30% (Supelco Sigmaaldrich), BaCl_2 (MerckTM), antibiotik standar CIP (Hexpharm Jaya), HCl 37% (Smart-Lab), NaOH (MerckTM), trietanolamin, asam ortoposfat, metanol, asetonitril (Supelco Sigmaaldrich), dan akuades.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Pembuatan Grafit dari Limbah Kulit Singkong

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

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

3.3.2. Pembuatan *Graphene Oxide* Menggunakan Metode Hummers Termodifikasi

Grafrit sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 mL, ditambahkan H₂SO₄ 97% sebanyak 23 mL, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* dalam wadah berisi es (*ice bath*) selama 30 menit, kemudian ke dalam campuran tersebut 3 gram KMnO₄ ditambahkan secara perlahan, suhu dipertahankan agar berada di bawah 10 °C. Setelah itu, campuran diaduk pada suhu 35 °C selama 30 menit, ditambahkan 46 mL akuades setelahnya secara perlahan hingga terjadi kenaikan suhu mencapai 98 °C, kemudian didiamkan selama 15 menit (Sujiono *et al.*, 2020).

Akuades sebanyak 140 mL ditambahkan ke dalam campuran, diikuti dengan penambahan 10 mL larutan H₂O₂ 30% sembari diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit untuk mengoptimalkan reaksi oksidasi yang terjadi. Suspensi yang terbentuk kemudian dicuci berulang kali dengan HCl 5% untuk menghilangkan ion sulfat dan diuji dengan larutan barium klorida untuk memastikan ion sulfat telah hilang, ditandai dengan tidak munculnya endapan berwarna putih. Setelah itu, dicuci dengan akuades secara berulang hingga mencapai pH 5, kemudian larutan dipisahkan dengan sentrifuge dengan kecepatan 5000 rpm selama 10 menit. Endapan yang dihasilkan didispersikan dalam 450 mL akuades, lalu disonikasi selama 30 menit, kemudian disaring dengan kertas saring (20 µm). Endapan yang terpisah kemudian dikeringkan pada suhu 60 °C selama 5 jam dalam oven (Sujiono *et al.*, 2020).

3.3.3. Karakterisasi *Graphene Oxide*

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

3.3.4. Pembuatan Fase Gerak

Fase gerak terdiri dari campuran asetonitril 80%: TEA 1% (v/v) kemudian disonikasi selama 20 menit (Elgandy *et al.*, 2023)

3.3.5. Pembuatan Larutan Induk *Ciprofloxacin*

Larutan CIP 100 ppm dengan menimbang 10 mg CIP, dilarutkan dengan fasa gerak dan diasamkan dengan HCl sebanyak tiga tetes kemudian ditambahkan fasa gerak hingga mencapai tanda batas labu takar 100 mL.

3.3.6. Pembuatan Larutan Standar *Ciprofloxacin*

Larutan standar CIP 1000 ppb dibuat dengan memipet larutan CIP 100 ppm sebanyak 1 mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan fasa gerak hingga tanda tera lalu dihomogenkan, sedangkan larutan standar CIP 60;80;100;250 ppb dibuat dengan memipet larutan CIP 1000 ppb sebanyak 6;8;10;25 mL ke dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan fasa gerak hingga tanda tera, lalu dihomogenkan.

3.3.7. Pengondisian *High Performance Liquid Chromatography*

CIP dapat dideteksi oleh HPLC menggunakan elusi isokratik pada suhu 25 °C dengan kolom C-18 (4,6 x 150 nm). Fase gerak terdiri asetonitril (ACN) 80% : trietanolamin (TEA) 1% 3:97 (v/v). Laju alirannya adalah 1,2 mL/menit dan volume injeksinya adalah 20 µl. Pengukuran UV dilakukan pada panjang gelombang 277 nm (Elgandy *et al.*, 2023).

3.3.8. Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* Menggunakan *Response Surface Method*

Desain eksperimen pada DSPE dilakukan dengan metode *Box Bhenken Design* (BBD) dengan 3 level variabel berupa maksimal (+1), medium (0), dan minimal (-1) pada faktor massa adsorben, pH, waktu kontak, dan konsentrasi CIP (Tabel 3). Berdasarkan desain eksperimen menggunakan *software* Design Expert 13.0, dihasilkan 29 percobaan yang ditunjukkan pada Tabel 4. Hasil % adsorpsi yang didapatkan dari uji DSPE dijadikan sebagai variabel respon yang akan dianalisis dengan ANOVA dan dibuat grafik RSM untuk mengetahui kondisi optimum DSPE CIP dengan adsorben GO (Gupta *et al.*, 2017).

Dalam penelitian ini, percobaan dilakukan secara bergantian dan sesuai dengan nilai yang diberikan pada desain BBD (Tabel 4). Untuk setiap sampel, larutan CIP dengan konsentrasi tertentu dicampurkan dengan adsorben GO dalam jumlah tertentu dalam kondisi pH dan waktu kontak yang sudah ditentukan. GO dipisahkan dengan sentrifugasi dan filtrasi, sehingga konsentrasi CIP yang tersisa dalam larutan diukur dengan HPLC pada panjang gelombang 277 nm. Persentase adsorpsi antibiotik dianggap sebagai variabel respon menurut Persamaan 5.

$$\text{Adsorpsi (\%)} = \frac{C_o - C_x}{C_o} \times 100 \quad (5)$$

Keterangan :

Co = Konsentrasi awal CIP (ppb)

Cx = Konsentrasi akhir CIP setelah adsorpsi dalam larutan (ppb)

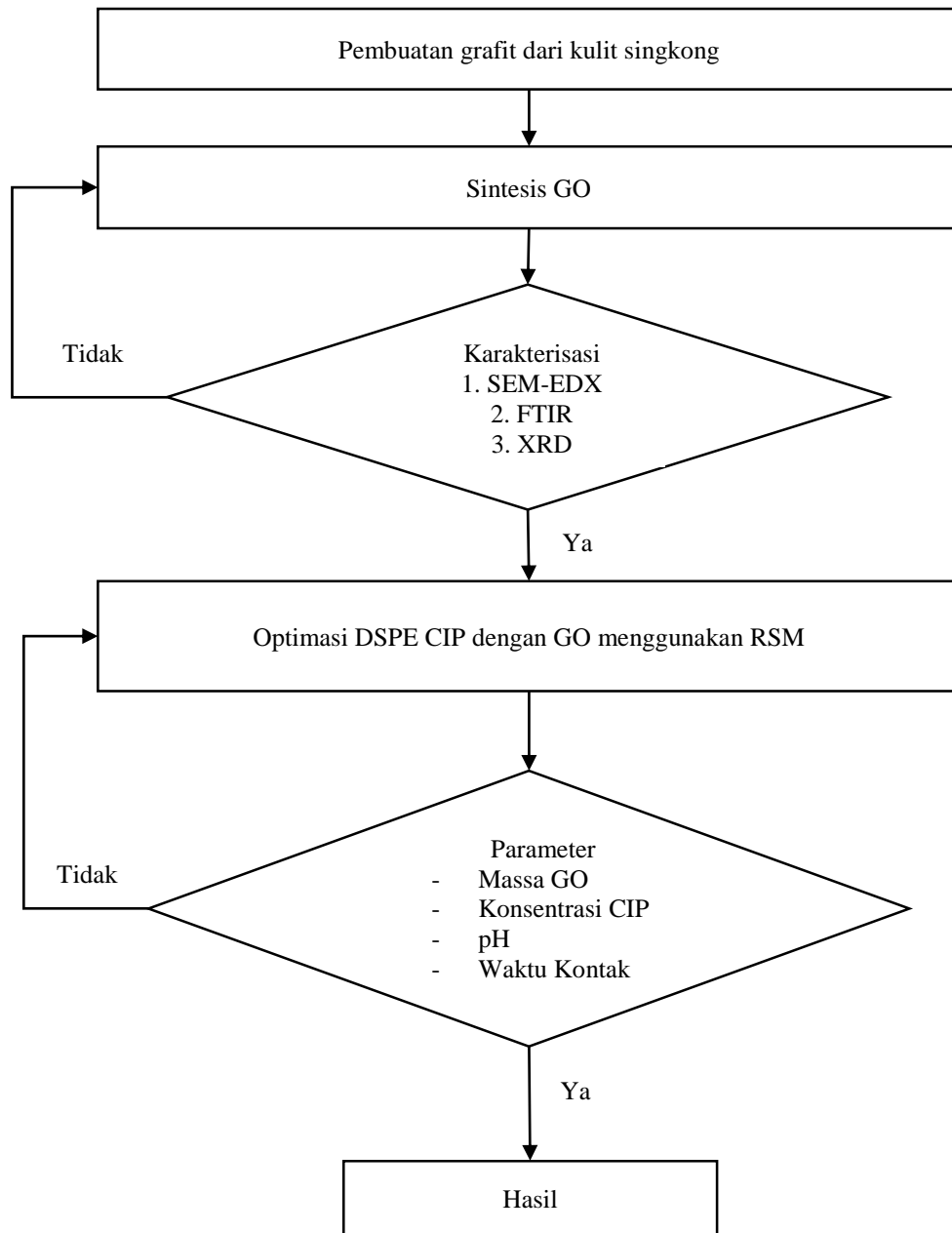
Tabel 3. Level variabel independen dalam desain BBD

Faktor	-1	0	+1
Massa adsorben GO (mg)	10	20	30
pH	2	6	10
Waktu kontak (menit)	10	35	60
Konsentrasi CIP (ppb)	300	650	1000

Tabel 4. Desain eksperimen BBD

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

Diagram alir dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 13.

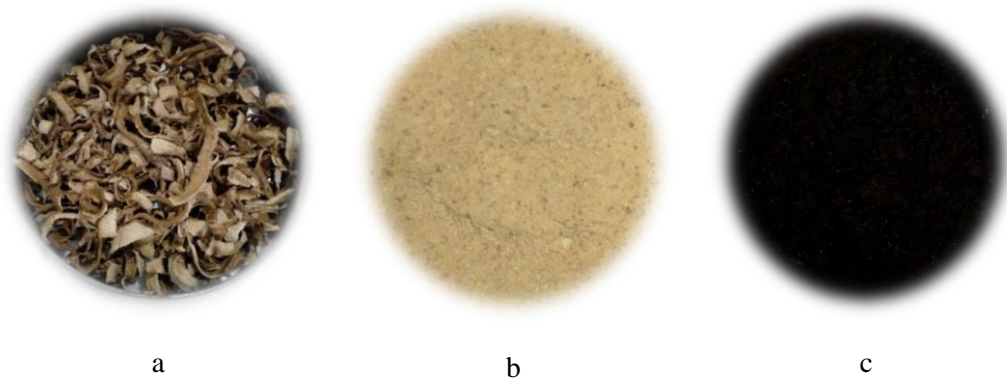


Gambar 13. Diagram alir penelitian.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Pembuatan Grafit dari Limbah Kulit Singkong

Pembuatan grafit dari limbah kulit singkong diawali dengan preparasi limbah kulit singkong. Kulit singkong dicuci bersih kemudian dijemur di bawah sinar matahari dan dioven pada suhu 110 °C untuk mengurangi kadar air dan memudahkan proses karbonisasi. Kulit singkong kering kemudian dihaluskan hingga menjadi serbuk halus kulit singkong. Kulit singkong halus melalui proses karbonisasi diubah menjadi arang. Selama proses karbonisasi, kulit singkong dipanaskan pada suhu 350 °C dalam kondisi inert. Menurut Gin *et al* (2014) suhu 350 °C merupakan suhu optimum pada proses karbonisasi kulit singkong. Hal tersebut sejalan dengan kandungan selulosa dalam kulit singkong yang dapat terdekomposisi pada suhu 300-400 °C menjadi karbon (Yap *et al.*, 2023), sehingga diperoleh arang kulit singkong yang ditunjukkan pada Gambar 14c.



Gambar 14. Kulit singkong kering (a), kulit singkong halus (b), arang kulit singkong (c).

Proses sintesis berlangsung selama 5 jam pada suhu 60 °C. Katalis $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ akan bereaksi dengan air yang ditunjukkan melalui reaksi pada Persamaan 6. Senyawa FeOOH akan terdekomposisi membentuk besi oksida dan bereaksi dengan karbon seperti yang ditunjukkan pada Persamaan 7 dan 8 (Xu *et al.*, 2020)



Senyawa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ berfungsi sebagai katalis untuk meningkatkan kristalinitas grafit. Penambahan HCl selanjutnya bertujuan untuk menciptakan suasana asam yang dapat membantu menghilangkan sisa katalis Fe dalam matriks grafit (Xu *et al.*, 2020). Pencucian dengan akuades juga dilakukan setelah sintesis grafit yang bertujuan untuk melarutkan sisa-sisa asam dan besi pada grafit. Grafit kulit singkong yang diperoleh berwarna hitam pekat dengan *yield* sebesar 86,15% yang ditunjukkan pada Gambar 15.



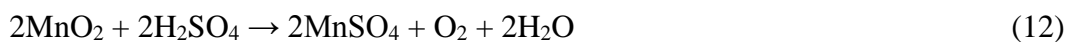
Gambar 15. Grafit kulit singkong.

4.2. Sintesis *Graphene Oxide*

Graphene Oxide (GO) disintesis dari bahan awal grafit kulit singkong menggunakan Metode Hummers termodifikasi. Grafit yang diperoleh ditambahkan dengan H_2SO_4 untuk meningkatkan reaktivitas grafit sehingga memudahkan proses sintesis GO. Suhu yang digunakan ketika sintesis GO diatur kurang dari $10\text{ }^\circ\text{C}$ untuk menghindari terjadinya ledakan. Proses sintesis grafit menjadi GO melibatkan proses oksidasi dua langkah. Oksidasi langkah I dilakukan dengan penambahan agen pengoksidasi KMnO_4 ke dalam campuran sehingga terbentuk Mn_2O_7 . Mn_2O_7 akan menyisip ke dalam grafit sehingga secara perlahan menghasilkan campuran berwarna hijau kehitaman yang ditunjukkan oleh reaksi di Persamaan 9 dan 10.

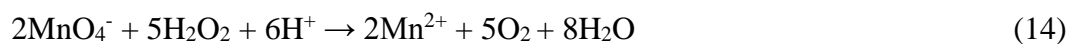


Larutan dipanaskan pada suhu $35\text{ }^\circ\text{C}$ untuk mengoptimalkan proses oksidasi yang terjadi atau disebut juga dengan proses oksidasi langkah II. Pada suhu $35\text{ }^\circ\text{C}$ Mn_2O_7 akan terdekomposisi membentuk oksigen dan ozon yang dapat mengoksidasi grafit (Persamaan 11). Pada saat yang sama, MnO_2 akan terbentuk dan bereaksi dengan H_2SO_4 berlebih, yang ditunjukkan oleh reaksi di Persamaan 12, untuk membentuk MnSO_4 . Air akan bereaksi dengan Mn_2O_7 menghasilkan asam permanganat yang larut di dalam H_2SO_4 sehingga larutan yang berwarna hijau kehitaman akan berubah menjadi warna ungu kecoklatan yang ditunjukkan oleh reaksi pada Persamaan 13.

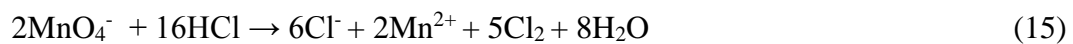


Suhu larutan yang meningkat secara cepat menandakan bahwa air bereaksi dengan sisa Mn_2O_7 . Penambahan air dilakukan untuk mencegah kenaikan suhu yang

terlalu cepat. Selain itu, penambahan air juga berpartisipasi dalam pembentukan gugus karbonil (C=O) pada *graphite oxide*. Proses pembentukan gugus fungsi *graphite oxide* ditunjukkan pada Gambar 3. Penambahan H₂O₂ 30% pada suhu 95 °C bertujuan untuk menghentikan proses oksidasi (Persamaan 14) yang ditunjukkan oleh perubahan warna larutan menjadi kuning kecoklatan dan muncul buih gelembung di permukaan larutan yang menandakan telah terjadinya proses oksidasi pada grafit (Habte and Ayele, 2019).



Larutan selanjutnya disentrifugasi untuk memisahkan supernatan dan residu *graphite oxide*. HCl 5% digunakan untuk mencuci larutan dari sisa-sisa MnO₄⁻ ketika proses oksidasi. Pencucian menggunakan HCl juga bertujuan untuk memfasilitasi proses penyisipan dalam lapisan *graphite oxide*, yang mana dalam prosesnya dilakukan penggantian ion sulfat dan mangan ke dalam lapisan *graphite oxide* secara cepat dibandingkan dengan larutan yang tidak menggunakan HCl (Chen *et al.*, 2022).



Larutan juga diuji dengan BaCl₂ dengan tujuan untuk menghilangkan ion sulfat, larutan yang terdapat ion sulfat ketika diuji dengan BaCl₂ akan membentuk endapan putih berupa BaSO₄ (Habte and Ayele, 2019). Hasil pengujian dengan BaCl₂ menandakan bahwa larutan telah bebas dari ion sulfat. Pencucian selanjutnya dilakukan dengan akuades proses pencucian dilakukan hingga mencapai pH 5, pada proses pencucian dengan akuades, larutan berubah menjadi berwarna coklat pekat yang menandakan telah hilangnya sisa-sisa ion sulfat dalam endapan. Endapan *graphite oxide* kemudian didispersikan dalam akuades dan disonikasi untuk membentuk GO dengan cara mendorong molekul pelarut di antara lapisan *graphite oxide* sehingga diperoleh lembaran GO. Proses penyaringan dan pengeringan menggunakan oven pada suhu 60 °C selama 5 jam

menghasilkan serbuk hitam GO yang ditunjukkan pada Gambar 18 dengan *yield* sebesar 35,95%



Gambar 16. *Graphene oxide* kulit singkong.

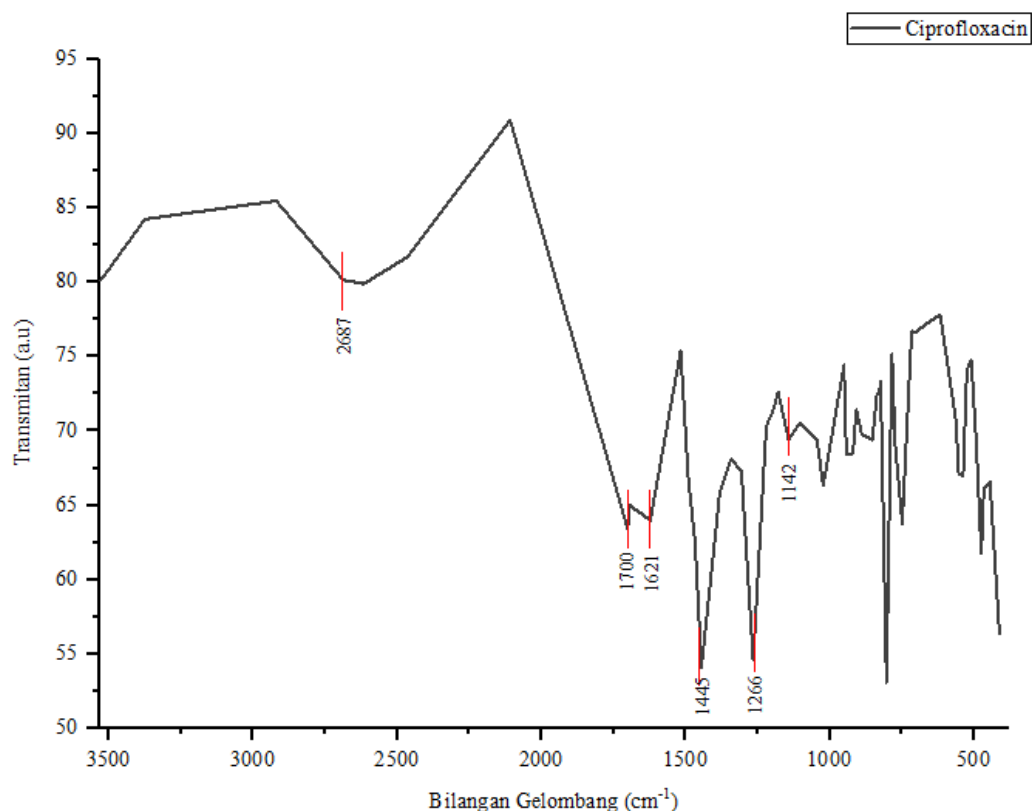
4.3. Karakterisasi *Graphene Oxide* dari Limbah Kulit Singkong

4.3.1. Karakterisasi dengan *Fourier Transform Infrared*

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui komposisi dari suatu material berdasarkan gugus fungsinya. Dalam hal ini, karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui salah satu faktor keberhasilan dalam sintesis grafit dan GO beserta adsorpsinya terhadap antibiotik CIP dan mengonfirmasi keberadaan gugus fungsi pada standar CIP. Identifikasi gugus fungsi ditunjukkan oleh spektrum IR berdasarkan puncak dari bilangan gelombang tertentu yang ditunjukkan oleh Gambar 17 dan 18.

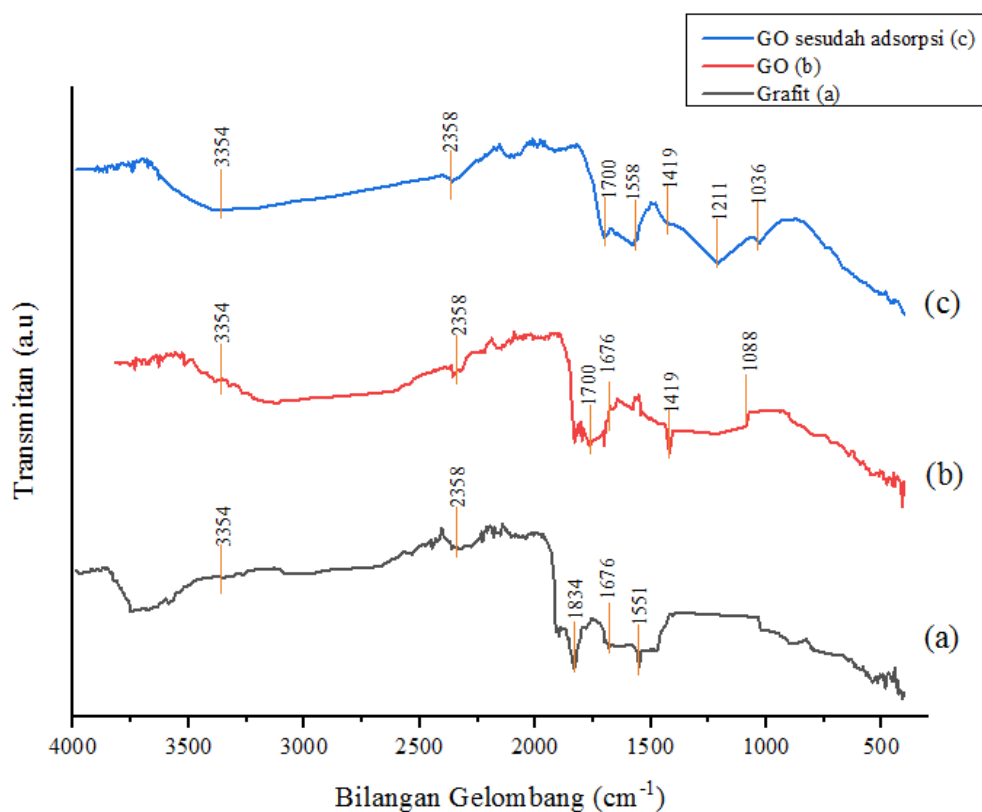
Spektrum FTIR CIP ditunjukkan pada Gambar 17. Bilangan gelombang 2687 cm^{-1} menunjukkan gugus N-H *stretch* amina, bilangan gelombang 1700 cm^{-1} dan 1621 cm^{-1} menunjukkan gugus C=O *stretch* pada COOH dan C=C aromatik, bilangan gelombang 1445 cm^{-1} menunjukkan gugus C-H *bending*, bilangan gelombang 1266 cm^{-1} menunjukkan C-O *stretch* pada COOH, bilangan gelombang 1142 cm^{-1} menunjukkan adanya C-F *stretch*, serta bilangan gelombang 3528 cm^{-1} menunjukkan gugus OH (Kowalczyk, 2020). Berdasarkan hasil

spektrum yang diperoleh, standar CIP yang digunakan mengandung gugus fungsi karbonil C=O, halida C-F, C=C aromatik, C-H *bending*, dan C-O *stretch* yang merupakan gugus fungsi dalam senyawa CIP.



Gambar 17. Spektrum FTIR *Ciprofloxacin*.

Hasil spektrum FTIR dari Grafit kulit singkong, GO kulit singkong, dan GO setelah adsorpsi CIP ditunjukkan pada Gambar 18. Berdasarkan hasil yang diperoleh, identitas grafit ditunjukkan pada bilangan gelombang 1676 cm^{-1} dan 1551 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ikatan C=C (Khan *et al.*, 2018; Kowalczuk and Pitucha, 2019), bilangan gelombang 1834 cm^{-1} menunjukkan regangan C=O, serapan 2358 cm^{-1} menunjukkan C-C (Nandiyanto *et al.*, 2022) serta bilangan gelombang 3436 cm^{-1} menunjukkan gugus -OH yang disebabkan adanya kandungan H_2O pada grafit.



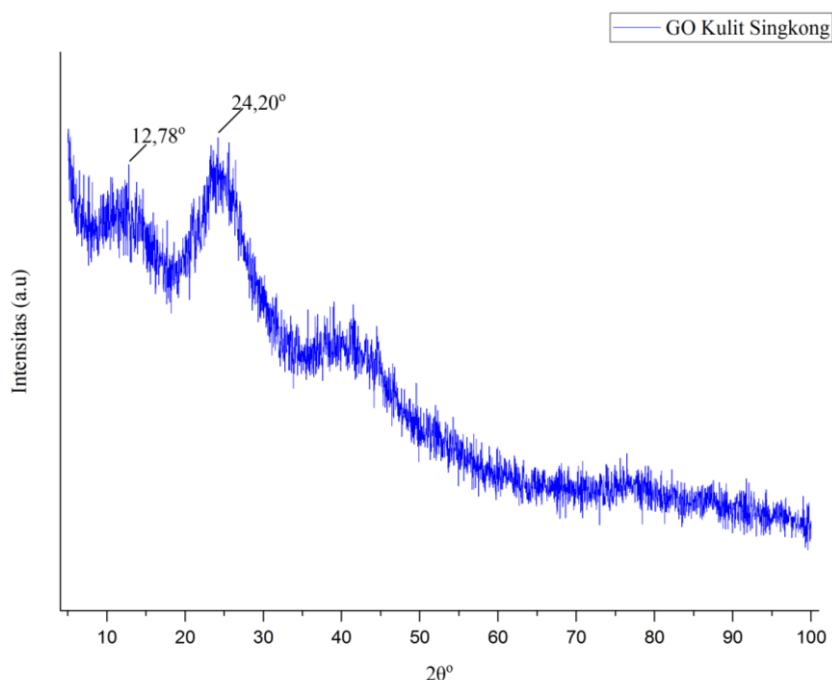
Gambar 18. Hasil spektrum FTIR (a) grafit, (b) GO, (c) GO setelah adsorpsi.

Sebagian puncak GO tetap konstan setelah mengadsorpsi CIP hal tersebut menunjukkan bahwa proses adsorpsi tidak mengubah struktur material. Hasil karakterisasi GO dan GO setelah adsorpsi ditunjukkan dengan terdeteksinya vibrasi C-O-C *stretching* masing-masing ditunjukkan pada bilangan gelombang 1036 cm^{-1} dan 1088 cm^{-1} , bilangan gelombang 1419 cm^{-1} menunjukkan vibrasi pada C-H *bending*, bilangan gelombang 1676 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan C=C, bilangan gelombang 1700 cm^{-1} menunjukkan vibrasi *stretching* C=O pada COOH (Fahmy *et al.*, 2022; Shivananda *et al.*, 2023). Serapan pada bilangan gelombang 2358 cm^{-1} menunjukkan regangan C-C serta bilangan gelombang 3354 cm^{-1} menunjukkan gugus -OH pada GO dan GO setelah adsorpsi. Terdapatnya puncak tambahan menandakan bahwa CIP telah berhasil teradsorpsi ke dalam GO, hal tersebut dibuktikan karena adanya serapan di bilangan gelombang 1211 cm^{-1} menunjukkan gugus C-F yang dimiliki oleh CIP (Kowalczyk, 2020). Bilangan gelombang 1558 cm^{-1} menunjukkan N-H *bending* dari amina sekunder (Nandiyanto *et al.*, 2022).

Berdasarkan uraian tersebut dapat disimpulkan bahwa GO memiliki gugus epoksi (C-O-C), gugus C=O karboksilat, C=C aromatik, dan C-H yang merupakan gugus fungsi utama yang dimiliki oleh GO. Serapan baru terbentuk pada bilangan gelombang 1211 cm^{-1} menunjukkan gugus C-F yang dimiliki oleh CIP, yang menunjukkan bahwa teradsorpsinya CIP oleh GO, serta terdeteksinya gugus N-H *bending* dari amina sekunder yang menandakan bahwa CIP telah berhasil teradsorpsi ke dalam GO. Namun, tidak terdeteksinya gugus C-N pada hasil karakterisasi perlu dievaluasi lebih lanjut.

4.3.2. Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction*

Tingkat kristalinitas dapat diketahui melalui perbandingan puncak yang muncul pada pola difraktogram XRD. Kristalinitas pada grafit dan GO kulit singkong ditunjukkan pada Gambar 19.

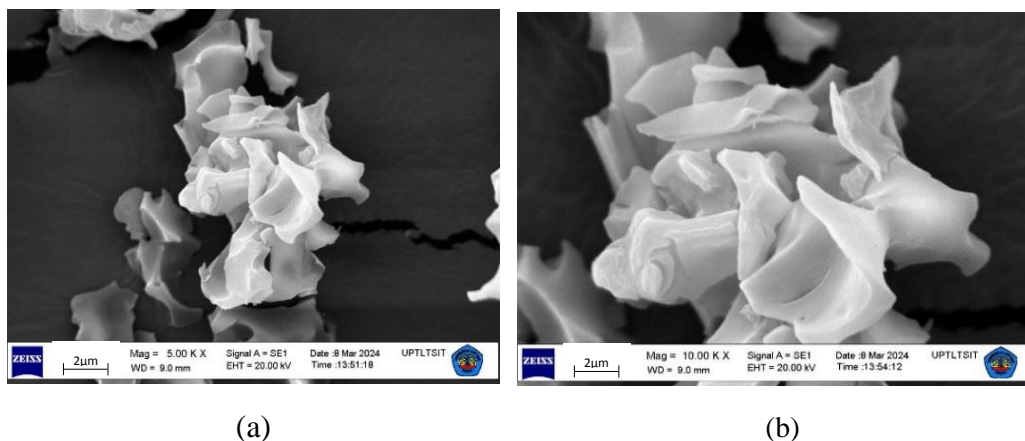


Gambar 19. Difraktogram grafit dan GO kulit singkong.

Karakterisasi GO kulit singkong menggunakan XRD diperoleh hasil dua puncak di daerah 2θ sebesar $12,78^\circ$ dan $24,20^\circ$ dengan bentuk amorf. GO memiliki karakteristik dengan puncak 2θ berkisar $9-12^\circ$ berbentuk kristalin (Donato *et al.*, 2023). Namun, mengacu pada penelitian Rinawati *et al* (2024) pola difraktogram GO yang disintesis dari bonggol jagung menghasilkan puncak 2θ sebesar 10.62° dan 23.42° dengan bentuk amorf. Perluasan dan pergeseran puncak difraksi juga dapat disebabkan oleh oksidasi grafit yang tidak sempurna dalam sintesis atau ketidakseragaman struktur yang terbentuk sehingga menimbulkan bentuk amorf (Gupta, 2017). Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa GO yang disintesis dari kulit singkong berbentuk amorf. Hal tersebut dapat disebabkan karena bahan baku grafit yang berasal dari limbah pertanian, sifat GO yang mudah menyerap kelembapan udara, serta oksidasi grafit yang tidak sempurna.

4.3.3. Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*

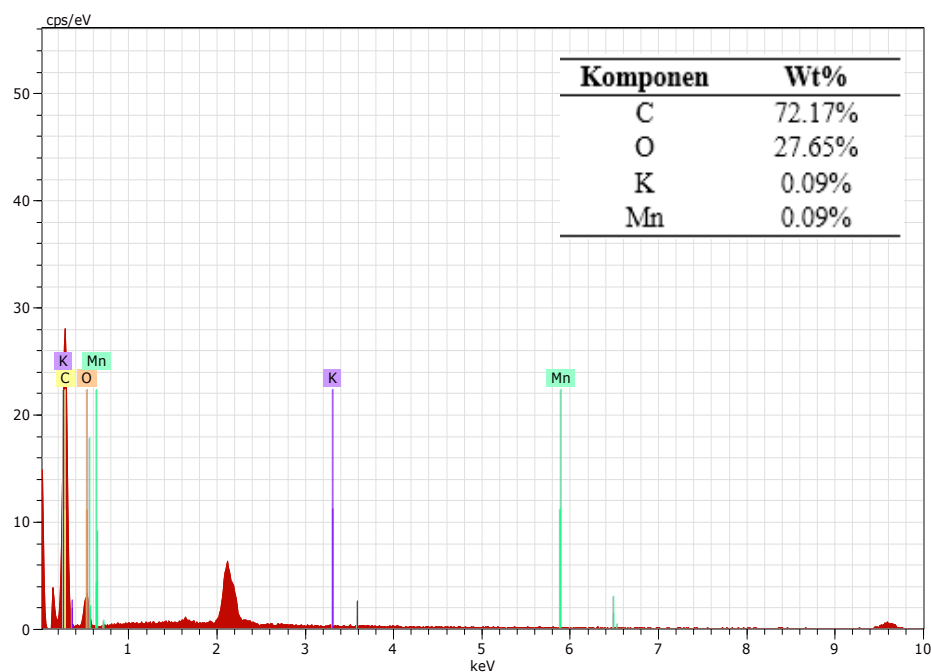
Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi dari GO kulit singkong yang ditunjukkan oleh Gambar 20. Karakterisasi berdasarkan morfologi juga merupakan salah satu indikator keberhasilan dalam sintesis GO.



Gambar 20. Morfologi GO kulit singkong pada (a) Perbesaran 5000x dan (b) 10000x.

Morfologi GO kulit singkong ditunjukkan pada Gambar 20. Gambar 20a menunjukkan morfologi berbentuk serpihan dengan lapisan pipih bercabang yang

tipis pada perbesaran 5000x. Lapisan yang terbentuk pada permukaan GO diperbesar 10000x (Gambar 20b) yang menunjukkan tumpukan selebaran tipis dengan permukaan yang halus serta terdapat bagian dengan sedikit kerutan bergelombang. Hal tersebut sejalan dengan penelitian (Rinawati *et al.*, 2024) yang menyebutkan bahwa GO memiliki morfologi dengan lembaran pipih dan luas area yang relatif besar dengan sedikit kerutan bergelombang. Terbentuknya tumpukan selebaran pipih menandakan bahwa telah terjadinya pengelupasan selama proses oksidasi dan sonikasi.



Gambar 21. Komposisi unsur GO kulit singkong.

Komposisi unsur GO kulit singkong diperoleh dengan analisis EDX yang ditunjukkan pada Gambar 21. Hasil analisis GO menunjukkan adanya komposisi unsur C sebesar 72,17% lebih banyak dibanding dengan unsur O sebesar 27,65%. Adanya sedikit komponen K dan Mn sebesar 0,09% merupakan sisa-sisa dari proses oksidasi. Hal tersebut sejalan dengan penelitian (Shivananda *et al.*, 2023) yang menyebutkan bahwa GO memiliki komposisi utama yaitu, unsur C yang lebih tinggi dibandingkan dengan unsur O. Keberadaan unsur utama C dan O merupakan komposisi unsur penyusun GO.

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX dari GO kulit singkong diperoleh hasil GO berbentuk lembaran tipis dengan sedikit kerutan bergelombang dan memiliki komposisi utama C dan O. Hal tersebut menunjukkan bahwa GO telah berhasil disintesis dari grafit kulit singkong (Rinawati *et al.*, 2024).

4.4. Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* Menggunakan *Response Surface Method*

4.4.1. Analisis Statistik

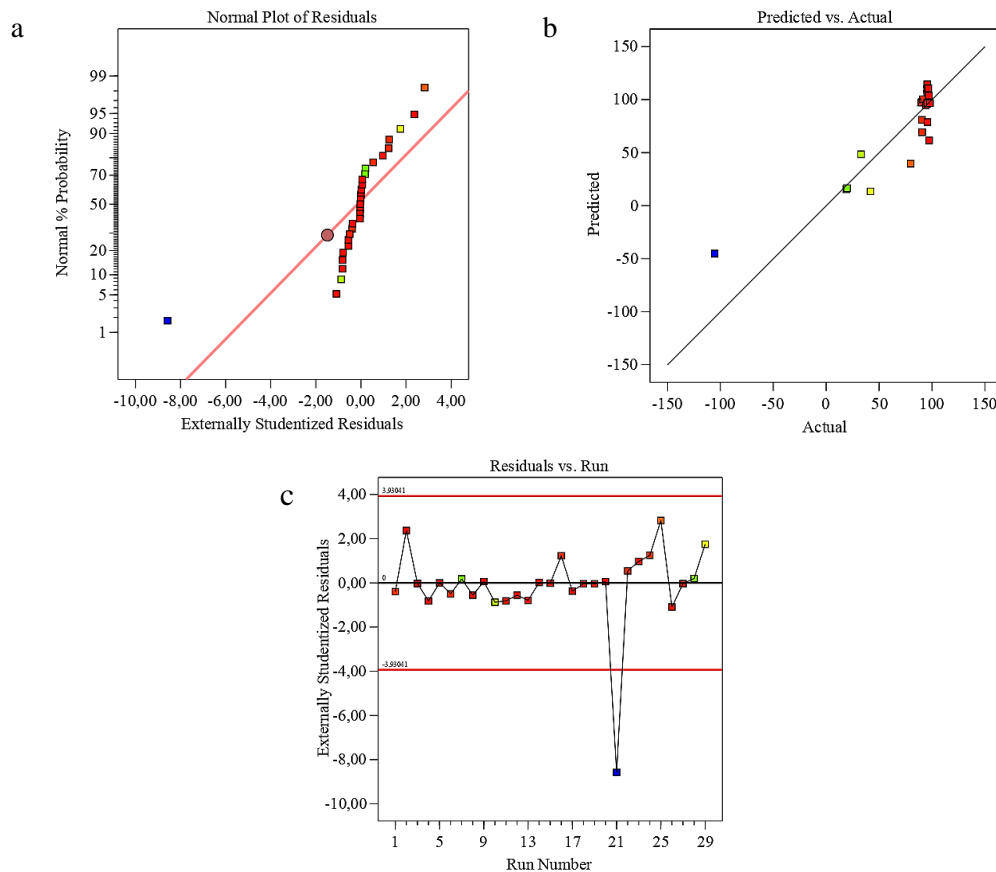
Hasil untuk optimasi penyerapan CIP melalui rancangan eksperimen BBD diperoleh dengan melakukan eksperimen sebanyak 29 *Running*. Hubungan antara respon atau penyerapan antibiotik CIP dari keempat variabel reaksi, yaitu dosis adsorben, pH, waktu kontak, dan konsentrasi CIP dievaluasi dengan menggunakan RSM berdasarkan empat level variabel untuk menampilkan kondisi proses optimasi penyerapan antibiotik CIP. Hasil desain eksperimen dan analisis statistik terhadap respon dengan penggunaan model statistik *quadratic* diperoleh melalui *software* Design Expert 13 yang ditunjukkan pada Tabel 5.

Ketepatan model dinilai menggunakan plot diagram diagnostik yang ditunjukkan pada Gambar 22. Pada grafik distribusi normal, data diplot terhadap distribusi normal teoritis sedemikian rupa sehingga titik-titiknya membentuk perkiraan garis lurus dan penyimpangan dari garis menunjukkan penyimpangan dari distribusi normal (Okolo *et al.*, 2017). Gambar 22a menunjukkan grafik distribusi normal yang kurang baik karena terdapat kumpulan data yang tidak mengikuti garis lurus serta terdapat satu *outlier*. Hal tersebut menandakan adanya penyimpangan. Gambar 22b menunjukkan grafik hasil %adsorpsi prediksi versus aktual, yang memverifikasi bahwa respons prediksi sesuai dengan data aktual atau data observasi. Secara umum, titik percobaan terletak di dekat garis lurus yang menunjukkan bahwa hasil percobaan tidak berbeda jauh dengan prediksi. Grafik residu versus *run* ditunjukkan pada Gambar 22c. Grafik residu versus *run* yang

dihasilkan menunjukkan bahwa titik-titik data tersebar secara acak dan tidak membentuk pola.

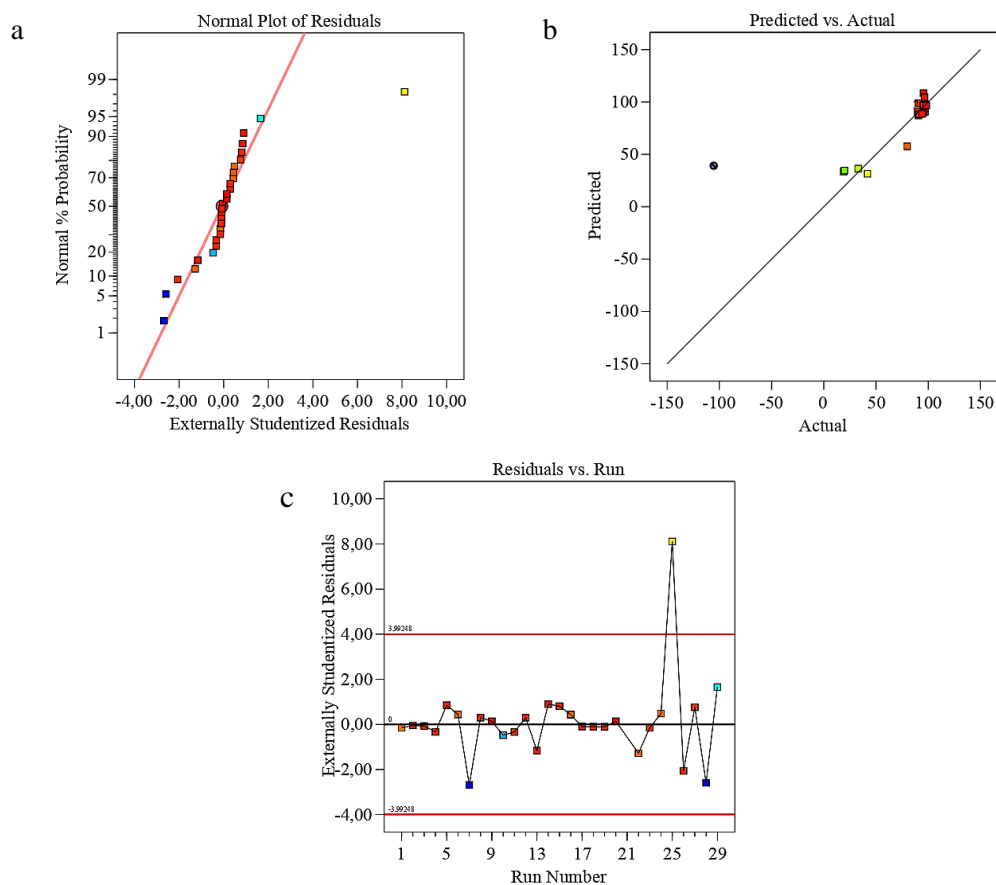
Tabel 5. Hasil % adsorpsi CIP dengan adsorben GO

<i>Run</i>	Massa GO (mg)	Konsentrasi CIP (ppb)	pH	Waktu Kontak (menit)	%Adsorpsi
1	20	650	2	10	90,02
2	20	1000	2	35	97,37
3	20	650	6	35	95,91
4	30	650	6	10	95,84
5	10	1000	6	35	96,65
6	20	300	2	35	91,38
7	30	650	10	35	19,77
8	10	650	6	60	95,89
9	20	650	6	35	98,03
10	20	1000	10	35	33,01
11	10	650	6	10	95,47
12	30	650	6	60	95,48
13	20	1000	6	10	96,58
14	30	1000	6	35	97,04
15	10	650	2	35	95,51
16	10	300	6	35	90,43
17	20	1000	6	60	97,08
18	20	650	6	35	95,60
19	20	650	6	35	95,59
20	20	650	6	35	98,03
21	20	300	10	35	-105,41
22	20	300	6	10	90,54
23	20	300	6	60	95,74
24	30	300	6	35	90,63
25	20	650	10	10	79,87
26	20	650	2	60	95,49
27	30	650	2	35	94,11
28	10	650	10	35	19,08
29	20	650	10	60	41,88



Gambar 22. Grafik (a) probabilitas normal residu, (b) data hasil prediksi terhadap yang sebenarnya, (c) residual vs run pada 29 run.

Outlier data dapat terjadi karena respon yang dihasilkan memiliki nilai yang sangat berbeda dengan pola respon data secara keseluruhan. Munculnya *outlier* pada data disebabkan oleh beberapa kemungkinan, seperti kesalahan dalam memasukkan data atau kesalahan pada saat pengukuran atau analisis data (Anderson and Whitcomb, 2016). *Outlier* data terjadi pada run 21. Penyebab adanya data *outlier* data tersebut masih belum diketahui. Namun, kemungkinan besar, hal ini disebabkan oleh variabilitas eksperimental selama persiapan atau pengujian adsorpsi CIP. Untuk memastikan kekuatan analisis, titik data *outlier* dikeluarkan dari kumpulan data kemudian dilakukan analisis ulang. Hal tersebut sejalan dengan penelitian Rocha *et al* (2023), yang mana, data *outlier* dikeluarkan kemudian dilakukan analisis ulang. *Diagnostic test* setelah data *outlier* dikeluarkan ditunjukkan pada Gambar 23.



Gambar 23. Grafik (a) probabilitas normal residu, (b) data hasil prediksi terhadap yang sebenarnya, (c) residu vs *run*.

Plot diagram diagnostik setelah data *outlier* dikeluarkan ditunjukkan pada Gambar 23. Gambar 23a menunjukkan grafik distribusi normal yang cukup baik. Secara umum, terdapat titik yang menyimpang tetapi tidak terlalu kritis. Gambar 23b menunjukkan grafik hasil %adsorpsi yang diprediksi versus aktual. Secara umum, titik percobaan terletak di dekat garis lurus, yang menunjukkan konsistensi distribusi normal. Berdasarkan grafik 23b, diperoleh garis linear dengan titik percobaan teletak di dekat garis lurus yang menunjukkan bahwa model ini memberikan perkiraan yang cukup baik terhadap hasil percobaan (Mijan *et al.*, 2017). Grafik residu versus *run* ditunjukkan pada Gambar 23c. Grafik residu versus *run* yang dihasilkan menunjukkan bahwa titik-titik data tersebar secara acak dan tidak membentuk pola. Pada keseluruhan grafik *diagnostic test* masih terdapat data *outlier* pada *run* 25. Hal tersebut disebabkan karena adanya variasi sampel dengan *range* yang cukup besar serta adanya perbedaan kondisi

penyerapan. Sampel *run 25* memiliki kondisi penyerapan massa GO 20 mg, konsentrasi CIP 650 ppb, pH 10, serta waktu kontak 10 menit. Pada *run 25* %adsorpsi yang dihasilkan sebesar 79,87% berbeda dengan *run 29* yang menghasilkan %adsorpsi sebesar 41,88% terhadap kondisi massa GO, konsentrasi CIP, pH yang sama. Hal tersebut dapat terjadi karena perbedaan waktu kontak yang dapat memengaruhi hasil adsorpsi. Pada waktu kontak 10 menit, larutan CIP dapat terserap lebih banyak ke dalam GO, sedangkan waktu kontak 35 menit memberikan hasil adsorpsi yang lebih rendah karena jumlah sisi aktif telah berkurang sehingga *run 29* menghasilkan %adsorpsi yang lebih rendah dibandingkan *run 25*. Oleh karena itu, data *outlier* pada *run 25* tidak dihilangkan untuk melihat variasi penyerapan pada berbagai kondisi.

Berdasarkan hasil desain eksperimen dan analisis statistik yang dilakukan terhadap respon dengan penggunaan model statistik kuadrat, didapatkan persamaan matematik model kedua yang ditunjukkan pada Persamaan 18. Tanda positif pada variabel dalam persamaan menunjukkan bahwa variabel tersebut memiliki pengaruh yang signifikan terhadap %adsorpsi CIP, sedangkan tanda negatif pada variabel menunjukkan pengaruh yang sebaliknya terhadap %adsorpsi CIP (Salari, 2022).

$$\begin{aligned} \% \text{Adsorpsi} = & 96,63 - 0,0123A + 1,66B - 27,52C - 2,23D + 0,0478AB + 0,5224AC \\ & - 0,1960AD - 3,03BC - 1,17BD - 10,87CD - 5,66A^2 - 1,95B^2 - \\ & 29,32C^2 + 4,84D^2 \end{aligned} \quad (18)$$

Berdasarkan hasil ANOVA, diperoleh bahwa model signifikan secara statistik dengan jumlah model kuadrat sebesar 14077,99 dan nilai P sebesar 0,0002 ($P < 0,05$). Nilai P adalah nilai yang biasa digunakan untuk menilai urgensi dari setiap koefisien. Nilai $P < 0,05$ menunjukkan syarat model yang signifikan dan baik. Berdasarkan Tabel 6, variabel pH (C) dan nilai kuadrat pH (C^2) menunjukkan hasil yang signifikan dengan nilai $P < 0,05$. Sedangkan variabel lainnya menunjukkan hasil yang tidak signifikan karena memiliki nilai $P < 0,1$.

Tabel 6. Hasil *Analysis of Varians* (ANOVA)

Sumber	Jumlah Kuadrat	Derajat Kebebasan	Rata-rata Kuadrat	Nilai F	Nilai P
Model	14077,99	14	1005,57	8,49	0,0002*
A-Massa Adsorben GO	0,0018	1	0,0018	0,0000	0,9969
B-Konsentrasi CIP	27,43	1	27,43	0,2316	0,6384
C-pH	7613,84	1	7613,84	64,28	<0,0001*
D-Waktu Kontak	59,70	1	59,70	0,5040	0,4903
AB	0,0091	1	0,0091	0,0001	0,9931
AC	1,09	1	1,09	0,0092	0,9250
AD	0,1537	1	0,1537	0,0013	0,9718
BC	22,96	1	22,96	0,1938	0,6670
BD	5,51	1	5,51	0,0465	0,8327
CD	472,50	1	472,50	3,99	0,0672
A ²	202,45	1	202,45	1,71	0,2137
B ²	22,30	1	22,30	0,1882	0,6715
C ²	5032,61	1	5032,61	42,49	<0,0001*
D ²	147,69	1	147,69	1,25	0,2844
Residual	1539,85	13	118,45		
<i>Lack of Fit</i>	1533,27	9	170,36	103,43	0,0002*
<i>Pure Error</i>	6,59	4	1,65		
<i>Cor Total</i>	15617,84	27			

Keterangan: * (signifikan)

Syarat model yang baik seharusnya memiliki nilai *lack of fit* yang tidak signifikan. Namun, nilai *lack of fit* yang diperoleh pada model ini memiliki nilai P 0,0002 dengan hasil signifikan. Nilai F yang lebih besar (untuk *lack of fit* >0,05) pada Tabel 6 menunjukkan bahwa nilai F yang tidak signifikan. Terdapat 103,43% kemungkinan terjadinya *lack of fit* yang disebabkan akibat *noise* (Behera *et al.*, 2018). *Lack of fit* yang signifikan dapat terjadi karena variasi titik desain terhadap nilai prediksinya jauh lebih besar dibandingkan variasi ulangan terhadap nilai rata-ratanya. Pada penelitian ini, *lack of fit* yang signifikan dapat disebabkan karena besarnya variasi data pada model.

Nilai R² menunjukkan kemampuan model dalam menjelaskan keragaman data. Nilai R² pada model didapatkan sebesar 0,9014 (Tabel 7). Syarat kesesuaian model yang baik, yaitu memiliki nilai R² >0,8 dan R² mendekati 1 menunjukkan kesesuaian yang besar antara data eksperimen dan data model yang diusulkan (Redhwan *et al.*, 2020). Hal tersebut menunjukkan bahwa model telah cukup

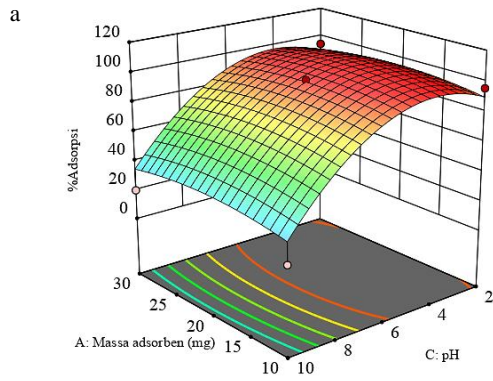
memenuhi persyaratan model yang baik (90,14%) dan hanya 9,86% dari semua variabel yang tidak bisa dijelaskan oleh model. Nilai R^2 prediksi dan R^2 yang disesuaikan harus memiliki selisih $<0,2$. Apabila nilai R^2 prediksi dan R^2 yang disesuaikan memiliki selisih $>0,2$; mengindikasikan terdapat kemungkinan masalah pada model atau data eksperimen. Berdasarkan data yang diperoleh, selisih dari nilai R^2 prediksi dan R^2 yang disesuaikan sebesar 0,4513. Nilai *adeq precision* menunjukkan hasil pengukuran rasio sinyal respons terhadap *noise*, nilai *adeq precision* >4 menunjukkan bahwa model memiliki kesesuaian antara hasil eksperimen dengan prediksi (Ibrahim *et al.*, 2022). Nilai *adeq precision* yang dihasilkan pada penelitian ini sebesar 9,6566 yang menunjukkan bahwa model ini memiliki kesesuaian antara hasil eksperimen dengan prediksi. Nilai varian koefisien (CV) menunjukkan kualitas model dalam analisis statistik. Nilai CV $<10\%$ menunjukkan tingkat *repeatability* dan *reability* model (Ibrahim *et al.*, 2022). Menurut Al-Marshadi *et al* (2021) nilai CV $>10\%$ dianggap cukup baik dan CV $>30\%$ tidak dapat diterima. Nilai CV pada model dihasilkan sebesar 12,81% yang menunjukkan nilai cukup baik serta menunjukkan tingkat *repeatability* dan *reability* model yang cukup tinggi.

Tabel 7. Koefisien statistik

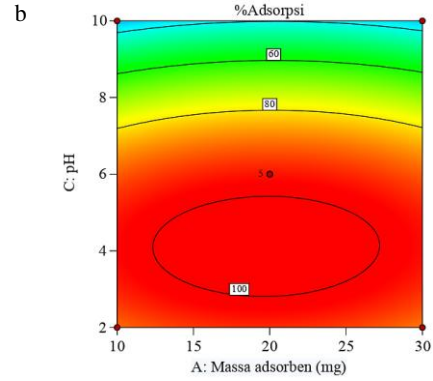
Standar Deviasi	Rata-rata	C.V (%)	R^2	R^2 yang disesuaikan	R^2 Prediksi	<i>Adeq Precision</i>
10,88	84,93	12,81	0,9014	0,7952	0,3439	9,6566

4.4.2. Efek Interaksi dalam Variabel Proses dan Pengaruhnya Terhadap Adsorpsi *Ciprofloxacin* (%)

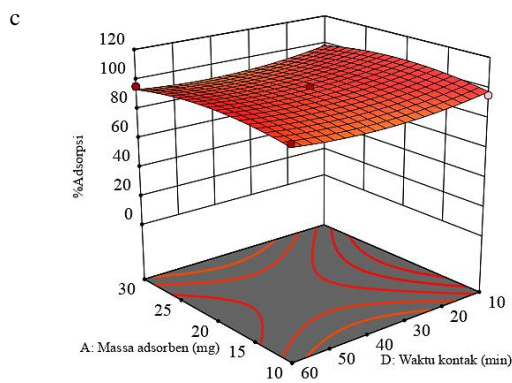
Plot permukaan interaksi tiga dimensi memberikan informasi mengenai dampak utama dari empat faktor. Pengaruh massa GO, pH, waktu kontak dan konsentrasi CIP dievaluasi untuk mengetahui produktivitas adsorpsi residu CIP yang ditunjukkan pada Gambar 24.



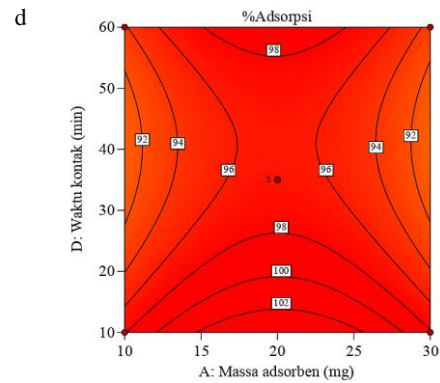
X1 : A = Massa adsorben GO (mg)
 X2 : C = pH



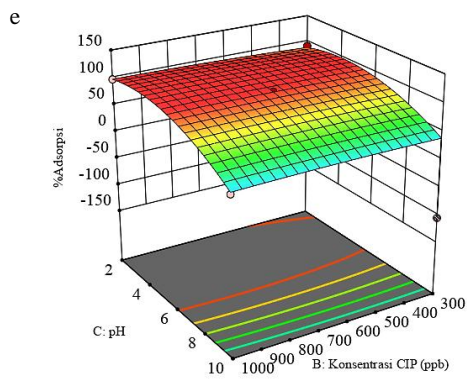
Faktor Aktual
 B : Waktu kontak (menit) = 35
 D : Konsentrasi CIP (ppb) = 650



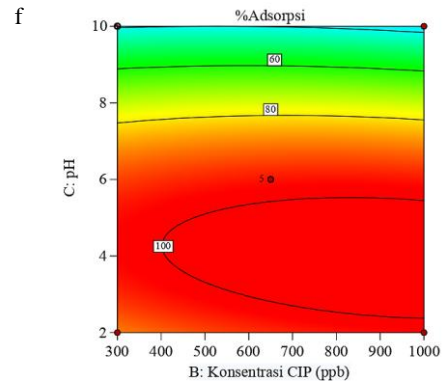
X1 : A = Massa adsorben GO (mg)
 X2 : D = Waktu kontak (menit)



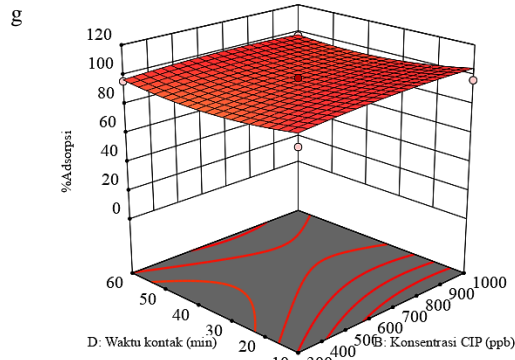
Faktor Aktual
 B : Konsentrasi CIP (ppb) = 650
 C : pH = 6



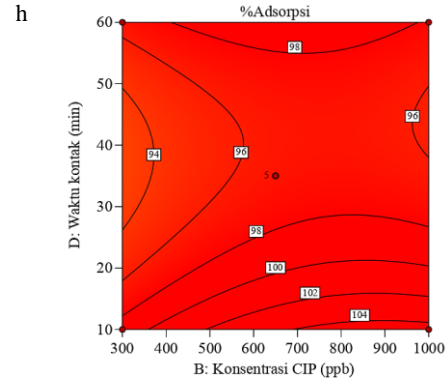
X1 : B = Konsentrasi CIP (ppb)
 X2 : C = pH



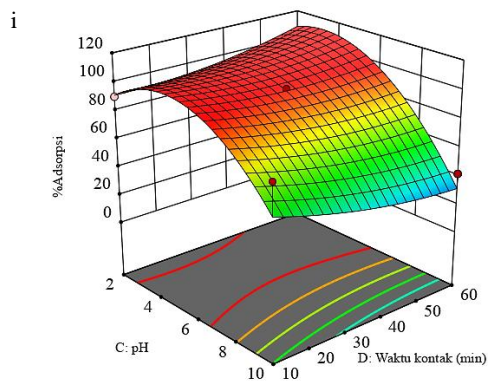
Faktor aktual
 X1 : A = Massa adsorben GO (mg) = 20
 X2 : D = Waktu kontak (menit) = 35



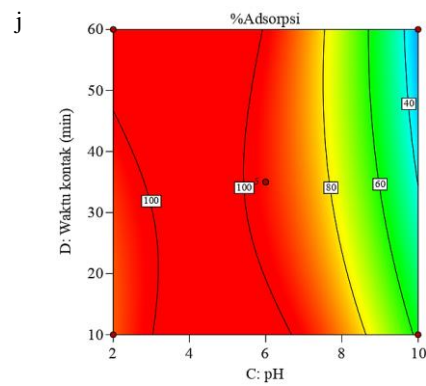
X1 : B = Konsentrasi CIP (ppb)
X2 : D = Waktu kontak (menit)



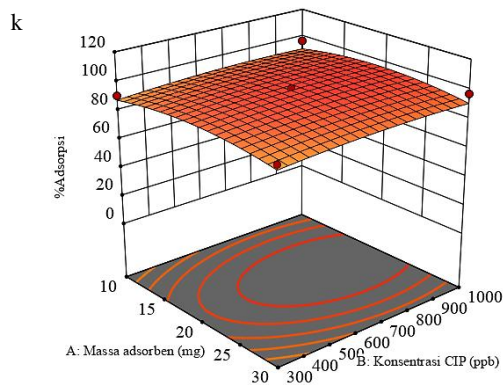
Faktor aktual
A : Massa adsorben GO (mg) = 20
D : Waktu kontak (menit) = 6



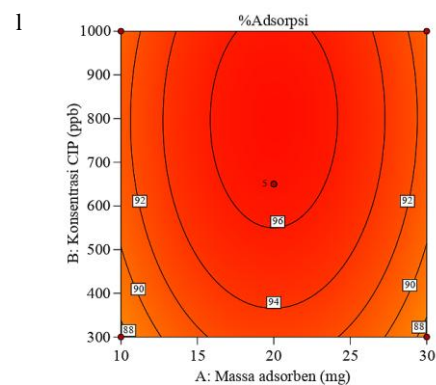
X1 : C = pH
X2 : D = Waktu kontak (menit)



Faktor aktual
A : Massa adsorben GO (mg) = 20
B : Konsentrasi CIP (ppb) = 650



X1 : A = Massa adsorben GO (mg)
X2 : B = Konsentrasi CIP (ppb)



Faktor aktual
C : pH = 6
D : Waktu kontak (menit) = 35

Gambar 24. Plot (3D) respons permukaan dan kontur (2D): interaksi antara massa GO dan pH (a,b), interaksi antara massa GO dan waktu kontak (c,d), interaksi antara konsentrasi CIP dan pH (e,f), konsentrasi CIP dan waktu kontak (g,h), interaksi antara pH dan waktu kontak (i,j) massa adsorben dan konsentrasi CIP (k,l).

Efek interaksi massa GO dan pH (Gambar 24(a,b)) menunjukkan bahwa massa GO sebesar 12-27 mg dengan kondisi larutan pada pH 2-6 diperoleh kondisi optimum yang ditunjukkan dengan warna merah pada grafik dengan produktivitas adsorpsi >95%. Efek interaksi pH dan konsentrasi CIP (Gambar 24(e,f)) menunjukkan kondisi optimum yang menghasilkan produktivitas adsorpsi >95% pada kisaran pH 3-5 dengan konsentrasi 300-500 ppb dan pH 2-5 dengan konsentrasi CIP >700 ppb menghasilkan produktivitas adsorpsi CIP $\geq 100\%$. Efek interaksi pH dan waktu kontak (Gambar 24(i,j)) menunjukkan kondisi optimum produktivitas adsorpsi CIP $\geq 100\%$ pada pH 3-5 dan waktu kontak 40-60 menit. Seiring dengan bertambahnya pH, di kisaran pH 3-5, kondisi optimum diperoleh pada semua waktu kontak yang dievaluasi (10-60 menit). Kondisi optimum sebagian besar didapatkan pada pH ≤ 5 , sedangkan pada pH > 7 hasil produktivitas adsorpsi CIP menurun (<90%) terhadap variabel massa GO, waktu kontak, dan konsentrasi CIP. Berdasarkan uraian tersebut, dapat disimpulkan bahwa variabel pH sangat berpengaruh pada penyerapan CIP.

Adsorpsi CIP tertinggi terjadi pada sekitar pH netral dan asam. Hal tersebut disebabkan karena keadaan ionik dan interaksi antara gugus amina pada CIP dan gugus karboksilat pada GO. CIP memiliki muatan positif pada pH $< 5,90$, muatan netral atau zwitter ion pada $8,89 < \text{pH} < 5,90$ dan muatan negatif pada pH $> 8,89$ seperti yang terlihat pada Gambar 2 (Rostamian and Behnejad, 2018). Gugus amina pada CIP akan terprotonasi ($-\text{NH}_3^+$) dalam kondisi asam (Ghadiri *et al.*, 2020). GO memiliki muatan titik nol (pH_{pzc}) ketika pH pada kisaran 3,6-4. Permukaan GO bermuatan positif ketika $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$ dan bermuatan negatif ketika $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pzc}}$ (Amri dan Hanifah, 2023). Menurut Chen *et al* (2015) pada pH 5, sekitar 80% gugus karboksil pada GO akan terdeprotonasi (COO^-) dan menjadi bermuatan negatif; pada pH 9, semua gugus karboksil bermuatan negatif. Oleh karena itu, pada kondisi adsorpsi pH optimum terjadi interaksi elektrostatis antara GO yang bermuatan negatif dan CIP yang bermuatan positif akibat adanya perbedaan muatan. Ketika pH > 7 GO mengalami deprotonasi tambahan, menyebabkan peningkatan keelektronegatifan dan CIP akan bermuatan negatif

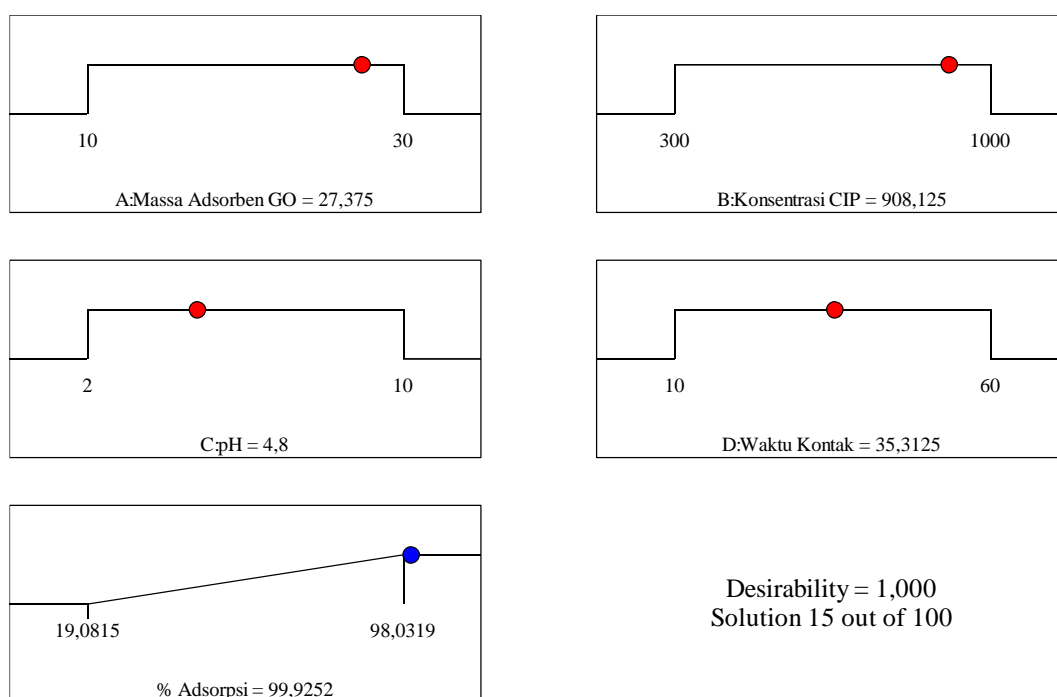
sehingga terjadinya penurunan %adsorpsi karena adanya interaksi tolak menolak pada CIP dan GO.

Efek interaksi massa GO dan waktu kontak (Gambar 24(c,d)) menunjukkan bahwa kondisi optimum diperoleh pada semua massa GO yang dievaluasi dengan waktu kontak 10-26 menit dengan produktivitas adsorpsi CIP >94%. Setelah 26 menit, laju adsorpsi menjadi sangat lambat yang disebabkan karena jumlah situs aktif yang tersedia berkurang seiring berjalannya waktu, dan akhirnya adsorben menjadi jenuh yang berdampak pada turunnya produktivitas adsorpsi CIP (Wakejo *et al.*, 2022). Efek interaksi massa GO dan konsentrasi CIP ditunjukkan pada Gambar 24(k,l)), di mana, kondisi paling optimum adsorpsi CIP diperoleh pada massa GO sebesar 15-24 mg dengan konsentrasi CIP 500-1000 ppb dengan produktivitas adsorpsi CIP >94%. Penggunaan massa GO <15 mg belum cukup optimum untuk mengadsorpsi CIP pada konsentrasi yang dievaluasi (300-1000 ppb), hal tersebut disebabkan karena sisi aktif dan luas permukaan GO untuk adsorpsi CIP belum cukup tersedia. Penggunaan massa GO >24 mg menurunkan produktivitas adsorpsi CIP pada semua konsentrasi CIP yang dievaluasi karena terjadinya peristiwa tumpang tindih selama proses adsorpsi sebagai akibat dari kepadatan adsorben sehingga dapat mengurangi jumlah sisi aktif dan luas permukaan adsorben (Jara-cobos *et al.*, 2023). Namun, secara umum, massa GO 10-30 mg mampu mengadsorpsi CIP dengan konsentrasi 300-1000 ppb dengan produktivitas adsorpsi CIP >87%.

Efek interaksi waktu kontak dan konsentrasi CIP (Gambar 24(g,h)) diperoleh hasil optimum pada semua waktu kontak (10-60 menit) dan konsentrasi CIP yang dievaluasi dengan hasil produktivitas adsorpsi CIP >90%. Hal serupa juga ditunjukkan terhadap efek interaksi waktu kontak dengan pH, di mana pada pH 3-5, semua waktu kontak yang dievaluasi memberikan kondisi optimum dengan hasil produktivitas adsorpsi CIP >90%. Berdasarkan uraian tersebut, variabel waktu kontak tidak berpengaruh cukup signifikan terhadap daya adsorpsi CIP pada variasi konsentrasi CIP dan pH asam hingga netral.

4.4.3. Penentuan Adsorpsi *Ciprofloxacin* dalam Kondisi Optimum

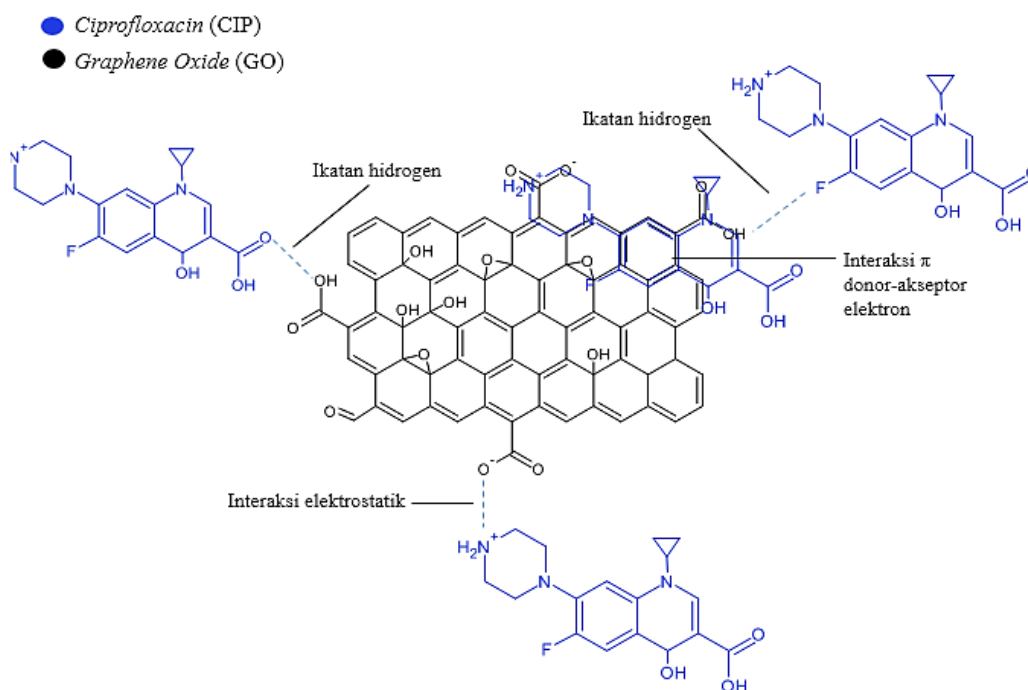
Studi optimasi dilakukan untuk mendapatkan kombinasi optimal dari kondisi adsorpsi CIP sehingga didapatkan % adsorpsi CIP maksimum. Optimasi dari respons yang dihasilkan dilakukan menggunakan pendekatan *desirability*. Dalam analisis *desirability*, total *desirability* merupakan nilai rata-rata geometri dari masing-masing *desirability*. Rentang nilai *desirability*, yaitu 0 sampai 1. Nilai *desirability* yang mendekati 1 menunjukkan nilai ketepatan optimasi (Redhwan *et al.*, 2020). Berdasarkan proses optimasi, didapatkan nilai *desirability* sebesar 1 yang ditunjukkan dalam bentuk *ramp* (Gambar 25). Hasil yang diperoleh dengan persentase adsorpsi optimum sebesar 99,92%. Hal tersebut menandakan bahwa kondisi ideal untuk adsorpsi CIP diamati pada pH 4,8; massa GO 27,37 mg; konsentrasi CIP 908 ppb dengan waktu kontak 35 menit.



Gambar 25. Optimasi adsorpsi CIP dengan GO dalam bentuk *ramp*.

CIP dapat teradsorpsi dengan GO melalui interaksi π - π donor-akseptor elektron dan ikatan hidrogen. Cincin benzena yang terikat pada gugus fluor dan nitrogen-heteroaromatik dapat menjadi akseptor elektron π karena nitrogen dan fluor

merupakan gugus yang menolak elektron dengan kuat. Gugus oksigen seperti -OH dan -COOH yang terdapat pada permukaan GO membuat cincin benzena berperan sebagai pendonor elektron π . Ikatan hidrogen terbentuk karena adanya dua gugus -C=O, satu gugus fluor pada CIP yang bermuatan parsial negatif dapat membentuk ikatan hidrogen dengan gugus -OH yang bermuatan parsial positif pada GO serta satu gugus -OH yang bermuatan parsial positif pada CIP dapat membentuk ikatan hidrogen dengan gugus -C=O yang bermuatan parsial negatif pada GO (Gamon *et al.*, 2023). Interaksi elektrostatik terjadi pada gugus amina yang terprotonasi ($-NH_2^+$) dengan gugus karboksil pada GO akan terdeprotonasi (COO^-) dalam kondisi asam, sehingga terjadi gaya tarik-menarik antara gugus yang bermuatan positif pada CIP dan gugus yang bermuatan negatif pada CIP (Chen *et al.*, 2015; Gamon *et al.*, 2023). Berdasarkan interaksi tersebut, CIP dapat teradsorpsi oleh GO yang ditunjukkan oleh Gambar 26.



Gambar 26. Interaksi pada proses adsorpsi CIP dengan GO.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

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

1. Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan pembuatan GO yang dibuktikan dengan hasil karakterisasi FTIR, XRD dan SEM-EDX.
2. GO yang telah diperoleh memiliki gugus fungsi karboksil, karbonil, epoksi, dan hidroksil berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, GO juga memiliki sudut 2θ utama sebesar $12,78^\circ$ berbentuk amorf berdasarkan hasil karakterisasi XRD, dan memiliki morfologi permukaan berupa tumpukan lembaran halus tipis dengan sedikit kerutan bergelombang berdasarkan hasil karakterisasi SEM, serta memiliki komposisi unsur C sebesar 72,17% lebih banyak dibanding dengan unsur O sebesar 27,65% berdasarkan hasil karakterisasi EDX.
3. Adsorpsi CIP dengan GO yang berasal dari kulit singkong diperoleh kondisi optimum sebesar 99,92% pada pH 4,8; massa GO 27,37 mg; konsentrasi CIP 908 ppb dan waktu kontak 35 menit pada RSM dengan tingkat *desirability* 1 yang menunjukkan ketepatan optimasi.

5.2. Saran

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah

1. Agen pengoksidasi perlu ditambahkan agar bentuk kristal dapat diperoleh ketika karakterisasi menggunakan XRD.
2. Perlu dilakukan penyesuaian model *design of experiment*, seperti dosis adsorben GO perlu dikurangi untuk melihat pengaruh adsorpsi yang signifikan terhadap interaksi pH, konsentrasi CIP, dan waktu kontak.
3. Penentuan desorpsi optimum perlu dilakukan agar adsorben GO dapat digunakan kembali.
4. Perlu dilakukan aplikasi dari kondisi penyerapan optimum yang diperoleh untuk monitoring residu antibiotik CIP di lingkungan perairan dan air limbah, khususnya air limbah rumah sakit.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhavan, O., Bijanzad, K., and Mirsepah, A. 2014. Synthesis of Graphene from Natural and Industrial Carbonaceous Wastes. *RSC Advances*. 4(39): 20441–20448.
- Al-Marshadi, A. H., Aslam, M., and Abdullah, A. 2021. Uncertainty-Based Trimmed Coefficient of Variation with Application. *Journal of Mathematics*. 2021(1): 1–6.
- Amanda, R. E., Nisyak, K., Nurdianti, W., and Febriari, W. S. 2022. Pengembangan Metode Ekstraksi Fase Padat Terdispersi Berbasis Karbon Aktif untuk Pemisahan Amoxicillin dalam Urin. *Indonesian Chemistry and Application Journal*. 5(1): 5–14.
- Amri, A., and Hanifah, Y. 2023. Synthesis of Graphene Oxide using Hummers Method as Adsorbent of Malachite Green Dye. *Indonesian Journal of Material Research*. 1(1): 29–34.
- Anastassiades, M., Lehotay, S. J, Schenck, F. J, and Food, U. S. 2003. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *Journal of AOAC International*. 86(2): 412–431.
- Anderson, M. J., and Whitcomb, P. J. 2016. *RSM Simplified: Optimizing Processes Using Response Surface Methods for Design of Experiments, Second Edition*. Taylor and Francis. UK.
- Anggriani, U. M., Hasan, A., dan Purnamasari, I. 2021. Kinetika Adsorpsi Karbon Aktif dalam Penurunan Konsentrasi Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb). *Jurnal Kinetika*. 12(02): 29–37.
- Azriouil, M., Aghris, S., Matrouf, M., Loudiki, A., Laghrib, F., Farahi, A., Bakasse, M., Saqrane, S., Lahrich, S., and El Mhammedi, M. A. 2022. Efficacy of Clay Materials for Ciprofloxacin Antibiotic Analysis in Urine and Pharmaceutical Products. *Materials Chemistry and Physics*. 279(125787): 1–10.

- Azzam, A. B., Tokhy, Y. A., El Dars, F. M., and Younes, A. A. 2022. Construction of Porous Biochar Decorated with NiS for The Removal of Ciprofloxacin Antibiotic from Pharmaceutical Wastewaters: Preparations Characterization, and Adsorption Mechanism Studies. *J. Water Process Eng.* 49(103006): 1–38.
- Badan Pusat Statistik. 2018. *Tanaman Ubi Kayu Per-Provinsi*. BPS. Jakarta
- Beek, A. D., Weber, F. A., Bergmann, A., Hickmann, S., Ebert, I., Hein, A., and Küster, A. 2016. Pharmaceuticals in The environment—Global Occurrences and Perspectives. *Environmental Toxicology and Chemistry.* 35(4): 823–835.
- Behera, S. K., Meena, H., Chakraborty, S., and Meikap, B. C. 2018. Application of Response Surface Methodology (RSM) for Optimization of Leaching Parameters for Ash Reduction from Low-Grade Coal. *International Journal of Mining Science and Technology.* 28(4): 621–629.
- Byrne, H. J., Bonnier, F., McIntyre, J., and Parachalil, D. R. 2020. Quantitative analysis of Human Blood Serum Using Vibrational Spectroscopy. *Clinical Spectroscopy.* 2(100004): 1–15.
- Chen, H., Gao, B., and Li, H. 2015. Removal of Sulfamethoxazole and Ciprofloxacin from Aqueous Solutions by Graphene Oxide. *Journal of Hazardous Materials.* 282(1): 201–207.
- Chen, N., Huang, M., Liu, C., Fang, G., Liu, G., Sun, Z., Zhou, D., Gao, Z., and Gu, C. 2019. Transformation of tetracyclines induced by Fe(III)-bearing smectite clays under anoxic dark conditions. *Water Research.* 165(114997): 1–12.
- Chen, X., Qu, Z., Liu, Z., and Ren, G. 2022. Mechanism of Oxidization of Graphite to Graphene Oxide By The Hummers Method. *ACS Omega.* 7(27): 23503–23510.
- Crevillén, A. G., Escarpa, Alberto, and Garcia, Carlos D. 2018. *Carbon-based Nanomaterials in Analytical Chemistry*. The Royal Society of Chemistry. London.
- Cvetković, J. S., Mitić, V. D., and Jovanović, V. P. S. 2016. The Evaluation of Different Sorbents and Solvent Mixtures in PAH Sample Preparation for GC /GC-MS Analysis. *J. Chem.* 5(1): 31–38.
- Design-Expert® software. Version 13. Stat-Ease, Inc. Minneapolis, USA. www.statease.com.
- Donato, K. Z., Tan, H. L., Marangoni, V. S., Martins, M. V. S., Ng, P. R., Costa, M. C. F., Jain, P., Lee, S. J., Koon, G. K. W., Donato, R. K., and Castro Neto, A. H. 2023. Graphene Oxide Classification and Standardization. *Nature.* 13(1): 6064.
- Dwandaru, W. S. B., Wisnuwijaya, R. I., and Parwati, D. L. 2019. *Nanomaterial Graphene Oxide*. UNY Press. DIY.

- Elgendy, Kh., Zaky, M., Alaa Eldin, T., and Fadel, S. 2023. Rapid HPLC Determination of Ciprofloxacin, Ofloxacin, and Marbofloxacin Alone or in A Mixture. *Results in Chemistry*. 5: 100749.
- Fahmy, A., Anis, B., Szymoniak, P., Altmann, K., and Schönhals, A. 2022. Graphene Oxide/Polyvinyl Alcohol–Formaldehyde Composite Loaded By Pb Ions: Structure and Electrochemical Performance. *Polymers*. 14(11): 2303.
- Frankberg, E. J., George, L., Efimov, A., Honkanen, M., Pessi, J., and Levänen, E. 2015. Measuring Synthesis Yield in Graphene Oxide Synthesis By Modified Hummers Method. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*. 23(9): 755–759.
- Fultz, B., and Howe, J. 2013. *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials*. Springer. London.
- Gamon, F., Tomaszewski, F., Cema, G., and Buczyńska, A., Z. 2023. Adsorption of Oxytetracycline and Ciprofloxacin on Carbon-Based Nanomaterials As Affected By pH. *Archives of Environmental Protection*. 48(2): 34–41
- Ghadiri, S. K., Alidadi, H., Nezhad, N. T., Javid, A., Roudbari, A., Talebi, S. S., Mohammadi, A. A., Shams, M., and Rezaia, S. 2020. Valorization of Biomass into Amine- Functionalized Bio Graphene for Efficient Ciprofloxacin Adsorption in Water-Modeling and Optimization Study. *PLOS ONE*. 15(4): 1–19.
- Gin, W. A., Jimoh, A., Abdulkareem, A. S., and Giwa, A. 2014. Utilization of Cassava Peel Waste As A Raw Material for Activated Carbon Production: Approach to Environmental Protection in Nigeria. *International Journal of Engineering Research*. 3(1): 35–42.
- Gueu, S., Fingueneisel, G., Zimny, T., Bartier, D., and Yao, B. K. 2019. Physicochemical Characterization of Three Natural Clays Used As Adsorbent for The Humic Acid Removal from Aqueous Solution. *Adsorption Science and Technology*. 37(1-2): 77–94.
- Gupta, V. K., Agarwal, S., Asif, M., Fakhri, A., and Sadeghi, N. 2017. Application of Response Surface Methodology to Optimize The Adsorption Performance of A Magnetic Graphene Oxide Nanocomposite Adsorbent for Removal of Methadone from The Environment. *Journal of Colloid and Interface Science*. 497: 193–200.
- Habte, A. T., and Ayele, D. W. 2019. Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide (rGO) Started from Graphene Oxide (GO) Using The Tour Method with Different Parameters. *Advances in Materials Science and Engineering*. 2019(1): 1–9.
- Hamid, Y., and Fat'Hi, M. R. 2018. A Simple Vortex-Assisted Graphene Oxide Nanosheets Dispersive Micro-Solid Phase Extraction Combined with High-Performance Liquid Chromatography for UV-Vis Detection of Tramadol in Biological Samples. *Sep. Sci. Technol*. 53(2018): 1689–1697.

- Herrera-Hidalgo, L., Gil-Navarro, M. V., Dilly Panchala, S., López-Cortes, L. E., De Alarcón, A., Luque-Márquez, R., López-Cortes, L. F., and Gutiérrez-Valencia, A. 2020. Ceftriaxone Pharmacokinetics By A Sensitive and Simple LC–MS/MS Method: Development and Application. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. 189(113484): 1–7.
- Holder, C. F., and Raymond, E. S. 2019. Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials. *ACS Nano*. 13(7): 7359–7365.
- Ibrahim, E. H., Tajuddin, N. A., Hamid, A. A., Saleh, S. H., Hadzir, N. M., Omar, R., Saaid, M., and Hamzah, N. 2022. Optimisation of Reaction Parameters in Transesterification of Waste Cooking Oil Using Response Surface Methodology. *Malaysian Journal of Chemistry*. 24(2): 97–109.
- Ikram, R., Jan, B. M., and Ahmad, W. 2020. An Overview of Industrial Scalable Production of Graphene Oxide and Analytical Approaches for Synthesis and Characterization. *Journal of Materials Research and Technology*. 9(5): 11587–11610.
- Irfan, M., Waqas, S., Arshad, U., Khan, J. A., Legutko, S., Kruszelnicka, I., Ginter-Kramarczyk, D., Rahman, S., and Skrzypczak, A. 2022. Response Surface Methodology and Artificial Neural Network Modelling of Membrane Rotating Biological Contactors for Wastewater Treatment. *Materials*. 15(5): 1932.
- Islas, G., Ibarra, I. S., Hernandez, P., Miranda, J. M., and Cepeda, A. 2017. Dispersive Solid Phase Extraction for The Analysis of Veterinary Drugs Applied to Food Samples: A Review. *International Journal of Analytical Chemistry*. 2017: 1–16.
- Jara-cobos, L., Montero, C., Menendez, M., and Pinos, V. 2023. Ciprofloxacin Removal Using Pillared Clays. *Water*. 15: 1–13.
- Johansson, C. H., Janmar, L., and Backhaus, T. 2014. Toxicity of Ciprofloxacin and Sulfamethoxazole to Marine Periphytic Algae and Bacteria. *Aquatic Toxicology*. 156: 248–258.
- Kang, J. H., Kim, T., Choi, J., Park, J., Kim, Y. S., Chang, M. S., Jung, H., Park, K. T., Yang, S. J., and Park, C. R. 2016. Hidden Second Oxidation Step of Hummers Method. *Chemistry of Materials*. 28(3): 756–764.
- Kayiwa, R., Kasedde, H., Lubwama, M., and Kirabira, J. B. 2021. Characterization and Pre-Leaching Effect on The Peels of Predominant Cassava Varieties in Uganda for Production of Activated Carbon. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*. 4(100083): 1–8.
- Khan, S. A., Khan, S. B., Khan, L. U., Farooq, A., Akhtar, K., and Asiri, A. M. 2018. Fourier Transform Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Application in Functional Groups and Nanomaterials Characterization. In S. K. Sharma (Ed.), *Handbook of Materials Characterization*. Springer International Publishing. New York.

- Khiam, G. K., Karri, R. R., Mubarak, N. M., Khalid, M., Walvekar, R., Abdullah, E. C., and Rahman, M. E. 2022. Modelling and Optimization for Methylene Blue Adsorption Using Graphene Oxide/Chitosan Composites Via Artificial Neural Network-Particle Swarm Optimization. *Materials Today Chemistry*. 24(100946): 1–14.
- Khoshraftar, Z., Masoumi, H., and Ghaemi, A. 2023. Experimental, Response Surface Methodology (RSM) and Mass Transfer Modeling of Heavy Metals Elimination Using Dolomite Powder As An Economical Adsorbent. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*. 7(100329): 1–14.
- Kigozi, M., Koech, R. K., Kingsley, O., Ojeaga, I., Tebandeke, E., Kasozi, G. N., and Onwualu, A. P. 2020. Synthesis and Characterization of Graphene Oxide from Locally Mined Graphite Flakes and Its Supercapacitor Applications. *Results in Materials*. 7(100113): 1–12.
- Klein, E. Y., Van Boeckel, T. P., Martinez, E. M., Pant, S., Gandra, S., Levin, S. A., Goossens, H., and Laxminarayan, R. 2018. Global Increase and Geographic Convergence in Antibiotic Consumption between 2000 and 2015. *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 115(15): 1–8.
- Kovalakova, P., Cizmas, L., McDonald, T. J., Marsalek, B., Feng, M., and Sharma, V. K. 2020. Occurrence and Toxicity of Antibiotics in The Aquatic Environment: A review. *Chemosphere*. 251(126351): 1–15.
- Kowalczyk, D. 2020. FTIR Characterization of the Development of Antimicrobial Catheter Coatings Loaded with Fluoroquinolones. *Coatings*. 10(9): 818.
- Kowalczyk, D., and Pitucha, M. 2019. Application of FTIR Method for the Assessment of Immobilization of Active Substances in The Matrix of Biomedical Materials. *Materials*. 12(2972): 1–13.
- Kristianingrum, S., Sulistyani, S., and Larastuti, A. R. 2022. The Effectiveness of Active Carbon Adsorbent of Cassava Peel (*Manihot Esculenta* Cranzts) in Reduce Level of Chromium Metal in Tannery Liquid Waste. *Indonesian Journal of Chemistry and Environment*. 5(2): 58–67.
- Kumar, V., Al-Gheethi, A., Asharuddin, S, M, and Othman, N. 2021. Potential of Cassava Peels As A Sustainable Coagulant Aid for Institutional Wastewater Treatment: Characterisation, Optimisation and Techno-Economic Analysis. *Chemical Engineering Journal*. 420(2): 127642.
- Kusrini, E., Suhrowati, A. A., Usman, A., Degirmenci, Dr. V., and Khalil, M. 2019. Synthesis and Characterization of Graphite Oxide, Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide from Graphite Waste Using Modified Hummers's Method and Zinc As Reducing Agent. *International Journal of Technology*. 10(6): 1093.
- Kutuzova, A., Dontsova, T., and Kwapinski, W. 2021. Application of TiO₂-Based Photocatalysts to Antibiotics Degradation: Cases of Sulfamethoxazole, Trimethoprim and Ciprofloxacin. *Catalysts*. 11(6): 728.

- Lebron, Y. A. R., Moreira, V. R., Drumond, G. P., Gomes, G. C. F., Da Silva, M. M., Bernardes, R. D. O., Jacob, R. S., Viana, M. M., De Vasconcelos, C. K. B., and Santos, L. V. D. S. 2020. Statistical Physics Modeling and Optimization of Norfloxacin Adsorption onto Graphene Oxide. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 606: 125534.
- Lee, M. 2021. *X-ray Diffraction for Materials Research from Fundamentals to Applications*. CRC Press. USA.
- Lozano, N. M., Pérez-Reynoso, F., and González-Gutiérrez, C. 2022. Eco-Friendly Approach for Graphene Oxide Synthesis By Modified Hummers Method. *Materials*. 15(20): 7228.
- Maged, A., Kharbish, S., Ismael, I. S., and Bhatnagar, A. 2020. Characterization of Activated Bentonite Clay Mineral and The Mechanisms Underlying Its Sorption for Ciprofloxacin from Aqueous Solution. *Environmental Science and Pollution Research*. 27(26): 32980–32997.
- Maranata, G. J., Surya, N. O., and Hasanah, A. N. 2021. Optimising Factors Affecting Solid Phase Extraction Performances of Molecular Imprinted Polymer As Recent Sample Preparation Technique. *Heliyon*. 7(e05934): 1–12.
- Marshall, B. M., and Levy, S. B. 2011. Food Animals and Antimicrobials: Impacts on Human Health. *Clinical Microbiology Reviews*. 24(4): 718–733.
- Mijan, N. A., Lee, H. V., Yap, T. Y. H., Abdulkrem-Alsultan, G., Mastuli, M. S., and Ong, H. C. 2017. Optimization Study of SiO₂-Al₂O₃ Supported Bifunctional Acid–Base NiO-CaO for Renewable Fuel Production using Response Surface Methodology. *Energy Conversion and Management*. 141(1): 325–338.
- Montgomery, D. C. 2005. *Introduction to: Statistical Quality Control (3th ed.)*. John Wiley and Sons Inc. Canada.
- Montgomery, D. C. 2017. *Design and Analysis of Experiments (9th Edition)*. John Wiley and Sons Inc. Arizona.
- Mujiyanti, D. R., dan Kunarti, E. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Siika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol. *Sains dan Terapan Kimia*. 4(2): 150–167.
- Nandiyanto, A. B. D., Ragadhita, R., and Fiandini, M. 2022. Interpretation of Fourier Transform Infrared Spectra (FTIR): A Practical Approach in The Polymer/Plastic Thermal Decomposition. *Indonesian Journal of Science and Technology*. 8(1): 113–126.
- Nazri, S. R. B., Liu, W. W., Khe, C. S., Hidayah, N. M. S., Teoh, Y. P., Voon, C. H., Lee, H. C., and Adelyn, P. Y. P. 2018. Synthesis, Characterization and Study of Graphene Oxide. *AIP Conference Proceedings*. 2045(2016): 3–6.

- Nejad, M. L., Pashaei, Y., Daraei, B., Forouzesh, M., and Shekarchi, M. 2019. Graphene Oxide-Based Dispersive-Solid Phase Extraction for Preconcentration and Determination of Ampicillin Sodium and Clindamycin Hydrochloride Antibiotics in Environmental Water Samples Followed By HPLC-UV Detection. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*. 18(2): 642–657.
- Neolaka, Y. A. B., Lawa, Y., Naat, J. N., Riwu, A. A. P., Iqbal, M., Darmokoesoemo, H., and Kusuma, H. S. 2020. The Adsorption of Cr(VI) from Water Samples Using Graphene Oxide-Magnetic (GO-Fe₃O₄) Synthesized from Natural Cellulose-Based Graphite (Kusambi Wood or *Schleichera oleosa*): Study of Kinetics, Isotherms and Thermodynamics. *Journal of Materials Research and Technology*. 9(3): 6544–6556.
- Okolo, B. I., Nnaji, P. C., Oke, E. O., Adekunle, K. F., Ume, C. S., and Onukwuli, O. D. 2017. Optimizing Bio-Coagulants for Brewery Wastewater Treatment Using Response Surface Methodology. *Nigerian Journal of Technology*. 36(4): 1104–1113.
- Pajaie, H. S., and Taghizadeh, M. 2015. Optimization of Nano-Sized SAPO-34 Synthesis in Methanol-to-Olefin Reaction By Response Surface Methodology. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 24: 59–70.
- Paul, S., Paul, A. B., Majumdar, S., Roy, T., Chandra, S., and Chowdhury, V. R. 2021. Formulation and Evaluation Of Ciprofloxacin Hydrochloride Encapsulated Liposomal Hydrogel for Dermal Administration. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*. 12(6): 3249–3256.
- Petrova, O. E., and Sauer, K. 2017. *High-Performance Liquid Chromatography (HPLC)-Based Detection and Quantitation of Cellular c-di-GMP*. Springer. New York.
- Pratama, R., Jalinus, N, Sari, N. R, dan Arafat, A. 2019. Analisis Struktur dan Fase Paduan Seng Mampu Terserap Tubuh untuk Aplikasi Implan Biomedis. *Ranah Research*. 1(4): 798–804.
- Rades, S., Hodoroaba, Vasile-Dan, Salge, Tobias, Thomas, Wirth, Lobera, M. Pilar, Labrador, Roberto Hanoi, Natte, Kishore, Behnke, Thomas, Gross, Thomas, and Unger, Wolfgang E. S. 2014. High-Resolution Imaging with SEM/T SEM, EDX and SAM As A Combined Methodical Approach for Morphological and Elemental Analyses of Single Engineered Nanoparticles. *RSC Advances*. 4: 49577–49587.
- Ramadhani, R. A., Riyadi, D. H. S., Triwibowo, B., dan Kusumaningtyas, R. D. 2017. Review Pemanfaatan Design Expert untuk Optimasi Komposisi Campuran Minyak Nabati Sebagai Bahan Baku Sintesis Biodiesel. *Jurnal Teknik Kimia dan Lingkungan*. 1(1): 11–16.

- Ramesha, G. K., Vijaya Kumara, A., Muralidhara, H. B., and Sampath, S. 2011. Graphene and Graphene Oxide as Effective Adsorbents Toward Anionic and Cationic Dyes. *Journal of Colloid and Interface Science*. 361(1): 270–277.
- Ran, C., Chen, D., Ma, H., and Jiang, Y. 2017. Graphene Oxide Adsorbent Based Dispersive Solid Phase Extraction Coupled with Multi-Pretreatment Clean-up for Analysis of Trace Aflatoxins in Traditional Proprietary Chinese Medicines. *Journal of Chromatography B*. 1044–1045(2017): 120–126.
- Razaq, A., Bibi, F., Zheng, X., Papadakis, R., Jafri, S. H. M., and Li, H. 2022. Review on Graphene-, Graphene Oxide-, Reduced Graphene Oxide-Based Flexible Composites: From Fabrication to Applications. *Materials*. 15(3): 1012.
- Redhwan, A. A. M., Azmi, W. H., Sharif, M. Z., Zawawi, N. N. M., and Zainal Ariffin, S. 2020. Utilization of Response Surface Method (RSM) in Optimizing Automotive Air Conditioning (AAC) Performance Exerting Al₂O₃/PAG Nanolubricant. *Journal of Physics: Conference Series*. 1532(1): 012003.
- Rinawati, Rahmawati, A., Muthia, D. R., Imelda, M. D., Latief, F. H., Mohamad, S., and Kiswandono, A. A. 2024. Removal of Ceftriaxone and Ciprofloxacin Antibiotics from Aqueous Solutions Using Graphene Oxide Derived from Corn Cob. *Global Journal of Environmental Science and Management*. 7(3): 573–588.
- Rocha, S., Ascensão, G., and Maia, L. 2022. Exploring Design Optimization of Self-Compacting Mortars with Response Surface Methodology. *Applied Sciences*. 13(18): 10428.
- Rostamian, R., and Behnejad, H. 2018. A Comprehensive Adsorption Study and Modeling of Antibiotics as a Pharmaceutical Waste By Graphene Oxide Nanosheets. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 147: 117–123.
- Roy, S., Kr Saha, A., Panda, S., and Dey, G. 2023. Optimization of Turmeric Oil Extraction in An Annular Supercritical Fluid Extractor By Comparing BBD-RSM and FCCD-RSM Approaches. *Materials Today: Proceedings*. 76(1): 47–55.
- Sadaphal, P., and Dhamak, K. 2022. Review Article on High-Performance Liquid Chromatography (HPLC) Method Development and Validation. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 73(2): 23–29.
- Salari, M. 2022. Optimization by Box–Behnken Design and Synthesis of Magnetite Nanoparticles for Removal of The Antibiotic from An Aqueous Phase. *Adsorption Science and Technology*. 2022(1): 1–13.

- Salihia, E. C., Wang, J., Gözde, K., Sena, K., and Lidija, S. 2021. Graphene Oxide As A New Generation Adsorbent for The Removal of Antibiotics from Waters. *Separation Science and Technology*. 56(3):453–461.
- Santamaria, P., Barojas, E. G., González, E. Q., Mora, E. S., and RJuárezuiz, J. D. S. 2019. Safer Modified Hummers' Method for The Synthesis of Graphene Oxide with High Quality and High Yield. *Materials Research Express*. 6(125631): 10.
- Scimeca, M., Bischetti, S., Lamsira, H. K., Bonfiglio, R., and Bonanno, E. 2018. Energy Dispersive X-ray (EDX) Microanalysis: A Powerful Tool in Biomedical Research and Diagnosis. *European Journal of Histochemistry*. 62(2841):1–10.
- Setyaningsih, N. E., dan Septiano, A. F. 2019. Optimasi Kualitas Citra Scanning Electron Microscopy (SEM) dengan Metode Contrast to Noise Ratio (CNR). *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*. 44(2): 1–5.
- Sharma, D., Patel, R. P., Zaidi, S. T. R., Sarker, Md. M. R., Lean, Q. Y., and Ming, L. C. 2017. Interplay of The Quality of Ciprofloxacin and Antibiotic Resistance in Developing Countries. *Frontiers in Pharmacology*. 8(546): 1–7.
- Sharma, P. C., Jain, A., Jain, S., Pahwa, R., and Yar, M. S. 2010. Ciprofloxacin: Review on Developments in Synthetic, Analytical, and Medicinal Aspects. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*. 25(4): 577–589.
- Shivananda, C. S., Madhu, S., Poojitha, G., Sudarshan, A. R., Jeethendra, S., and Nagi Reddy, K. 2023. Structural, Chemical and Morphological Properties of Graphite Powder, Graphene Oxide and Reduced Graphene Oxide. *Materials Today: Proceedings*. 89: 49–53.
- Shukri, D. S. M., Yahaya, N., Miskam, M., Yusof, R., Husaini Mohamed, A., Kamaruzaman, S., Nadhirah Mohamad Zain, N., and Semail, N.-F. 2023. Advances in Dispersive Solid-Phase Extraction Techniques for Analytical Quantification of Fluoroquinolone Antibiotics. *Microchemical Journal*. 193(109154): 1–17.
- Smith, A. T., LaChance, A. M., Zeng, S., Liu, B., and Sun, L. 2019. Synthesis, Properties, and Applications of Graphene Oxide/Reduced Graphene Oxide and Their Nanocomposites. *Nano Materials Science*. 1(1): 31–47.
- Sujiono, E. H., Zurnansyah, Zabrian, D., Dahlan, M. Y., Amin, B. D., Samnur, and Agus, J. 2020. Graphene Oxide Based Coconut Shell Waste: Synthesis By Modified Hummers Method and Characterization. *Heliyon*. 6(e04568): 1–8.
- Sulaiman, F., Septiani, M., Aliyasih, S., and Huda, N. 2019. Effectiveness of a Cassava Peel Adsorbent on The Absorption of Copper (Cu²⁺) and Zinc (Zn²⁺) Metal Ions. *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*. 9(4): 1296–1301.

- Sunarmintn, B. H. 2018. *Pertanian Terpadu untuk Mendukung Kedaulatan Pangan Nasional*. UGM Press. DIY.
- Surekha, G., Krishnaiah, K. V., Ravi, N., and Padma Suvarna, R. 2020. FTIR, Raman and XRD Analysis of Graphene Oxide Films Prepared By Modified Hummers Method. *Journal of Physics: Conference Series*. 1495(1): 012012.
- Tohamy, H.-A. S., Anis, B., Youssef, M. A., Abdallah, A. E. M., El-Sakhawy, M., and Kamel, S. 2020. Preparation of Eco-Friendly Graphene Oxide from Agricultural Wastes for Water Treatment. *Desalination and Water Treatment*. 191: 250–262.
- Upoma, B. P., Yasmin, S., Ali Shaikh, Md. A., Jahan, T., Haque, Md. A., Moniruzzaman, M., and Kabir, M. H. 2022. A Fast Adsorption of Azithromycin on Waste-Product-Derived Graphene Oxide Induced by H-Bonding and Electrostatic Interactions. *ACS Omega*. 7(34): 29655–29665.
- Urade, A. R., Lahiri, I., & Suresh, K. S. 2023. Graphene Properties, Synthesis and Applications: A Review. *Journal of Materials*. 75(3): 614–630.
- Wakejo, W. K., Meshasha, B. T., Kang, J. W., and Chebude, Y. 2022. Enhanced Ciprofloxacin Removal from Aqueous Solution Using A Chemically Modified Biochar Derived from Bamboo Sawdust: Adsorption Process Optimization with Response Surface Methodology. *Adsorption Science and Technology*. 2022(1): 1–23.
- Wang, C.-N., Nguyen, N.-A.-T., and Dang, T.-T. 2020. Solving Order Planning Problem Using A Heuristic Approach: The Case in A Building Material Distributor. *Applied Sciences*. 10(24): 8959.
- Xu, Z., Zhou, Y., Sun, Z., Zhang, D., Huang, Y., Gu, S., and Chen, W. 2020. Understanding Reactions and Pore-forming Mechanisms between Waste Cotton Woven and FeCl₃ During The Synthesis of Magnetic Activated Carbon. *Chemosphere*. 241(1): 125120.
- Yang, Q., Gao, Y., Ke, J., Shou, P. L., Ge, Y., Liu, Y., Guo, R., and Chen J. 2021. Antibiotics: An Overview on The Environmental Occurrence, Toxicity, Degradation, and Removal Methods. *Bioengineered*. 12(1): 7376–7416.
- Yap, Y. W., Mahmed, N., Norizan, M. N., Abd Rahim, S. Z., Ahmad Salimi, M. N., Razak, K. A., Mohamad, I. S., Abdullah, M. M. A., and Yunus, M. Y. M. 2023. Recent Advances in Synthesis of Graphite from Agricultural Bio-Waste Material: A Review. *Materials*. 16(9): 3601.
- Zaaba, N. I., Foo, K. L., Hashim, U., Tan, S. J., Liu, W.-W., and Voon, C. H. 2017. Synthesis of Graphene Oxide using Modified Hummers Method: Solvent Influence. *Procedia Engineering*. 184: 469–477.

Zhao, Y., Liu, Y., Zhang, X., and Liao, W. 2021. Environmental Transformation of Graphene Oxide in The Aquatic Environment. *Chemosphere*. 262(127885): 1–15.