

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS
GRAPHENE OXIDE DARI CANGKANG KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* UNTUK
PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

(Skripsi)

Oleh

**AVIANA HANIFAH LUTFI
2117011079**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

ABSTRAK

OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI CANGKANG KELAPA SAWIT MENGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* UNTUK PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN*

Oleh

AVIANA HANIFAH LUTFI

Penggunaan antibiotik terus meningkat salah satunya *Ciprofloxacin* (CIP) menimbulkan kekhawatiran mengenai pencemaran lingkungan perairan. *Graphene Oxide* (GO) yaitu material nano karbon dari cangkang kelapa sawit (CKS) dikembangkan sebagai adsorben alternatif dalam proses penyerapan antibiotik. Hal ini karena, kandungan karbon pada CKS tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai GO untuk proses adsorpsi residu antibiotik CIP. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan adsorben GO dari limbah CKS dan mengoptimalkan penggunaannya pada teknik *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) untuk penghilangan CIP. Metode yang digunakan berupa Hummers termodifikasi untuk mensintesis GO dari CKS. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR, SEM-EDX, UV-Vis dan XRD. Optimasi penyerapan CIP diidentifikasi melalui analisis RSM dengan *Box Behnken Design* (BBD) berdasarkan pH, dosis GO, dan waktu kontak. Hasil menunjukkan kondisi optimum pada pH 3,4; massa GO 37,90 mg; dan waktu kontak 58,84 menit dengan efisiensi adsorpsi berdasarkan hasil percobaan sebesar 84,28%. Nilai prediksi model sebesar 97,73% menunjukkan kesesuaian model baik. Mengindikasikan bahwa GO dari limbah CKS berpotensi sebagai adsorben alternatif yang efektif dan ramah lingkungan pada teknik DSPE dalam pengolahan limbah residu antibiotik CIP.

Kata kunci: antibiotik, *box behnken design*, *ciprofloxacin*, *graphene oxide* (GO), limbah cangkang kelapa sawit, *response surface methodology*

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION BASED ON GRAPHENE OXIDE FROM PALM SHELL WASTE USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY FOR THE DETERMINATION OF CIPROFLOXACIN RESIDUES

By

AVIANA HANIFAH LUTFI

The use of antibiotics continues to one of which is Ciprofloxacin (CIP) raises concerns about the pollution of the aquatic environment. Graphene Oxide (GO) which is a carbon nanomaterial from oil palm shells (CKS) was developed as an alternative adsorbent in the process of antibiotic absorption. absorption of antibiotics. This is because the carbon content in CKS is high so that it can be utilized as GO for the adsorption process of CIP antibiotic residues. This research aims to develop GO adsorbent from CKS waste and optimize its use in Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) technique for CIP removal. The method used was Hummers modified to synthesize GO from CKS. Characterization was performed using FTIR, SEM-EDX, UV-Vis and XRD. Optimization of CIP absorption was identified through RSM analysis with Box Behnken Design (BBD) based on pH, GO dosage, and contact time. Results showed optimum conditions at pH 3.4; GO mass of 37.90 mg; and contact time of 58.84 min with adsorption efficiency based on experimental results of 84.28%. experiment of 84.28%. The model prediction value of 97.73% indicates good model accuracy. Indicates that GO from CKS waste has the potential to be an effective and environmentally friendly alternative adsorbent in DSPE technology for the treatment of CIP antibiotic residue waste.

Key words: antibiotics, *box behnken design*, *ciprofloxacin*, *graphene oxide* (GO), palm shell waste, *response surface methodology*

**OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS
GRAPHENE OXIDE DARI CANGKANG KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* UNTUK
PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

Oleh

AVIANA HANIFAH LUTFI

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
2025**

Judul : **OPTIMASI *DISPERSIVE SOLID PHASE EXTRACTION* BERBASIS *GRAPHENE OXIDE* DARI CANGKANG KELAPA SAWIT MENGGUNAKAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY* UNTUK PENENTUAN RESIDU ANTIBIOTIK *CIPROFLOXACIN***

Nama Mahasiswa : **Aviana Hanifah Lutfi**

Nomor Pokok Mahasiswa : 2117011079

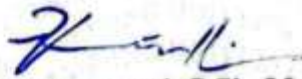
Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



MENYETUJUI

1. **Komisi Pembimbing**

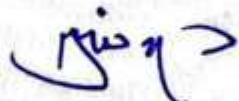


Dr. Rinawati, S.Si., M.Si.
NIP. 197104142000032001



Dr. Herlian Eriska Putra
NIP. 198304212006041006

2. **Wakil Dekan Bidang Akademik dan Kerja Sama**
FMIPA Universitas Lampung



Mulyono, Ph.D.
NIP. 197406112000031002

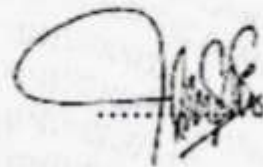
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

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

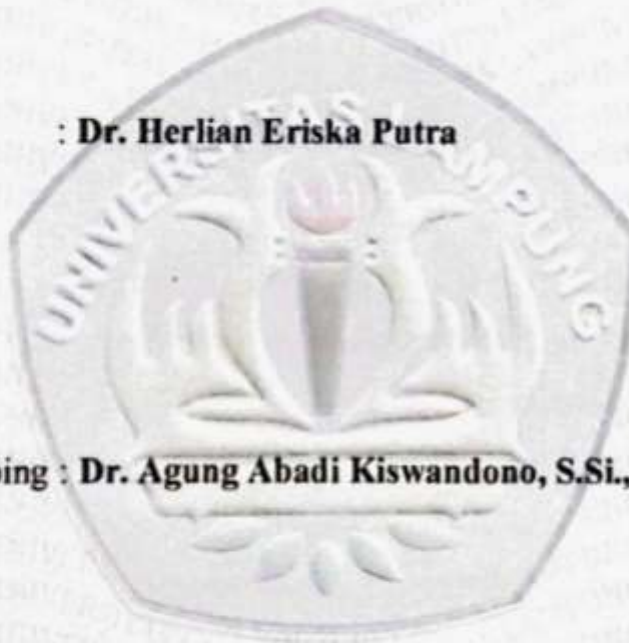
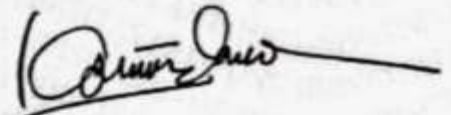


Sekretaris : Dr. Herlian Eriska Putra



Penguji

Bukan Pembimbing : Dr. Agung Abadi Kiswandono, S.Si., M.Sc.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 20 Juni 2025

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama	: Aviana Hanifah Lutfi
Nomor Pokok Mahasiswa	: 2117011079
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi	: Universitas Lampung

Menyatakan dengan ini sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “**Optimasi Dispersive Solid Phase Extraction Berbasis Graphene Oxide dari Cangkang Kelapa Sawit 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, 20 Juni 2025

Yang Menyatakan



Aviana Hanifah Lutfi
NPM. 2117011079

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Aviana Hanifah Lutfi, lahir di Bandar Lampung, Jumat 30 Mei 2003 dan merupakan anak bungsu dari dua bersaudara, putri dari Bapak Anwar Arifin dan Ibu Suyati. Penulis bertempat tinggal di Jl. Ir. Sutami, Desa Sindang Sari, RT. 001/RW.002, Kecamatan Tanjung Bintang, Kabupaten Lampung Selatan, Lampung.

Pendidikan penulis dimulai di TK Al-Azhar II (2008-2009). Pendidikan Sekolah Dasar di SDN 1 Purwodadi Simpang (2009-2015). Pendidikan Sekolah Menengah Pertama di SMPN 1 Tanjung Sari (2015-2018). Pendidikan Sekolah Menengah Kejuruan di SMK-SMTI Bandar Lampung (2018-2021). Pada tahun 2021 penulis diterima sebagai Mahasiswa Universitas Lampung, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selama menjadi mahasiswa penulis aktif mengikuti organisasi. Pada tahun 2021-2022 sebagai kader muda dan anggota biro penerbitan HIMAKI serta sebagai anggota biro kemuslimahan ROIS-FMIPA serta sebagai legislator muda DPM Univeristas. Penulis pernah mengikuti kegiatan sosial seperti Karya Wisata Ilmiah (KWI) BEM-FMIPA pada 2021 dan menjadi *volunteer campaign* secara daring. Pada tahun 2023-2024 aktif sebagai kepala biro kemuslimahan ROIS-FMIPA bersamaan dengan MBKM Magang Industri di Dinas Lingkungan Hidup Provinsi Lampung. Penulis juga melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Batu Menyan, Kecamatan Teluk Pandan, Kabupaten Pesawaran pada 2024 selama 40

hari. Penulis melakukan penelitian di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Lampung sejak Bulan Oktober-Maret 2025 yang diberi Judul “Optimasi *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis *Graphene Oxide* dari Cangkang Kelapa Sawit Menggunakan *Response Surface Methodology* untuk Penentuan Residu Antibiotik *Ciprofloxacin*”

. MOTTO



“Maha Suci Allah. Tidak ada pengetahuan bagi kami, selain yang telah engkau ajarkan kepada kami. Sesungguhnya Engkalah yang Maha Mengetahui lagi Maha Bijaksana”

(Q.S Al-Baqarah : 31)

“Maka nikmat Allah yang manakah yang kamu dustakan?.”

(Q.S Ar-Rahman : 13)

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan”

(Q.S Al-Insyirah : 5)

“Maha Suci Allah yang menjadikan di langit gugusan bintang-bintang dan Dia juga menjadikan padanya matahari dan bulan yang bersinar”

(Q.S Al-Furqon : 61)

“Apa urusanku dengan dunia ini? Hubunganku dengan dunia ini seperti seorang musafir yang mencari naungan di bawah pohon, lalu pergi dan meninggalkannya”

(HR. At-Tirmidzi dan Ibnu Majah)

“Run and Fly”

(Penulis)

PERSEMBAHAN



Dengan mengucap alhamdulillahirobbil'alamin puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, shalawat semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang senantiasa diharapkan syafaatnya. Kupersembahkan karya sederhana ini sebagai wujud cinta, bakti, dan tanggung jawabku kepada:

Orang Tuaku Tersayang

Bapak Anwar Arifin, S.T. dan Ibu Suyati, yang selalu hadir memberikan cinta, kasih sayang, dukungan, do'a, dan motivasi dalam menyelesaikan karya ini.

Kakakku dan keluarga besar yang selalu memberi semangat dan motivasi dalam menyelesaikan karya ini.

Pembimbing penelitianku, Dr. Rinawati, S.Si., M.Si. dan Dr. Herlian Eriska Putra serta dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila atas dedikasi dalam membimbing, mendidik, dan memberikan banyak ilmunya.

Almamater Kebangganku

Univeristas Lampung

SANWACANA

Assalamu'alaikum Warahmatullahi 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 dinantikan 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 Cangkang Kelapa Sawit 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 itu semua bisa terlewati berkat rahmat dan ridho Allah SWT serta bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Ibu Dr. Rinawati, S.Si., M.Si., selaku pembimbing satu yang telah sabar membimbing, memberikan ilmu, motivasi dan memberikan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Dr. Herlian Eriska Putra selaku pembimbing dua yang telah membimbing, memberikan ilmu, masukan serta saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Agung Abadi Kiswandono, S.Si. M.Sc., selaku penguji dan pembahas yang telah memberikan kritik, saran, dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

4. Ibu Dr. Nurhasanah, S.Si. M.Si., selaku dosen pembimbing akademik yang memberikan dukungan dan arahan kepada penulis, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
5. Ibu Mita Rilyanti S.Si. M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung atas ketulusan dedikasinya.
6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si., Selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung atas ketulusan dedikasinya.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah mengajarkan ilmu yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menjadi mahasiswa jurusan kimia.
8. Kedua orang tuaku tersayang. Terima kasih kepada Ayah bernama Anwar Arifin, S.T. dan Mamak bernama Suyati atas segala dukungan, pengorbanan, do'a dan memberikan usaha terbaiknya untuk mendukung penulis meraih impian hingga bisa menyelesaikan studi dan menjadi seorang sarjana kimia. Aku persembahkan gelar ini kepada kalian orang tua terbaik yang tidak pernah absen memastikan kesehatan dan kebutuhanku dan semoga Allah selalu bersama kalian aamiin.
9. Kakak dan keluarga besar penulis termasuk mbah kakung, mbah uti, bulek, om, dan semua sepupu yang selalu mendukung penulis, kemudian memberikan pelukan terhangat sebagai tempat pulang melepas rindu dari kesibukan perkuliahan.
10. Sahabat seperjuangan penelitian Rima, Amel, Aranca, Hafiz terima kasih sudah menjadi teman melalui suka dan duka selama penelitian. Sejak disatukan dalam tim tanpa rencana, saya beruntung karena adanya kalian penelitian tidak terasa begitu menyeramkan dan lab tidak sepi hanya suara kipas dan alat sonikasi. Pusing bersama, uji adsorpsi pagi-pagi, olah data sampai sore. Walau jarang kumpul lengkap. Tapi, banner kita lucu banget.
11. Asrama Putri Ayu atau Kita Ramean: Hanna, Rika, Lili, Ulma, Tyas, Hasma, Nadira, Ayu, Caca, Vanessa. Pertama, terima kasih sudah hadir menjadi kesebelasan tapi bukan pemain bola. Bersama-sama menjadi pejuang S.Si. Ramai, *excited*, heboh, kompak, malu-maluin dikit, jago kandang, dan terlalu

banyak definisi untuk kalian semua. Terima kasih atas segala acara dadakan dari laut hingga ke gunung semoga harimu Rabu terus.

12. Sahabat Kembara Nakal Berlima Hanna, Rika, Ulma, dan Rima. Terima kasih karena kalian semua walaupun mulanya kita asing momen perkuliahan terasa menyenangkan dan berkesan. *"See you on top guys"*.
13. Saudari RHA, terima kasih telah bersama dalam hampir 24/7 menyelesaikan studi ini dengan baik dan menjadi bagian dari perjalanan ini, Semoga Allah membalas setiap kebaikan kalian dengan kebahagiaan tak bertepi.
14. Kakak tingkat seperbimbingan Kak Dian, Kak Salwa, Kak Elsa, Kak Hinaya, dan Kak Sulaiman terima kasih sudah memberikan ilmu dan menemani perjalanan selama penelitian dari nol tidak mengerti dan banyak tanya-tanya, berbagi alat maupun bahan, selalu mendukung dan memberikan semangat kepada penulis. Terima kasih banyak dan maaf telah banyak merepotkan semoga kakak semua sehat selalu dan sukses.
15. Teman-teman Laboratorium Kimia Analitik yang menemani dan menjadi motivasi selama penelitian sehingga menjadi semangat bagi penulis. Pertama kali memulai penelitian ini lab begitu sepi dan hening, kalian memberikan warna pada lab analitik.
16. Sisters Pimpinan Rois, terima kasih telah menjadi penyemangat, selalu saling mendoakan dan mendukung penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Berkelanalah muslimah Al-Muharib semoga Allah selalu menjaga kita tetap istiqomah.
17. *To myself, for standing tall through the storm and choosing to rise every day, you did beautifully. This journey was not perfect but enough. Viva La Vida!*

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.

Bandar Lampung, 20 Juni 2025
Penulis



Aviana Hanifah Lutfi
NPM. 2117011079

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR GAMBAR.....	xviii
I. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tujuan Penelitian	4
1.3. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1. Antibiotik <i>Ciprofloxacin</i>	6
2.2. Cangkang Kelapa Sawit.....	8
2.3. <i>Graphene Oxide</i>	10
2.4. Karakterisasi	14
2.4.1. <i>Fourier Transform Infrared</i>	14
2.4.2. <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i>	17
2.4.3. <i>X-Ray Diffraction</i>	19
2.5. <i>Dispersive Solid Phase Extraction</i>	20
2.6. <i>Response Surface Method</i>	22
2.7. <i>UV-Vis Spectrophotometry</i>	26
III. METODE PENELITIAN	28
3.1. Waktu dan Tempat.....	28
3.2. Alat dan Bahan.....	28
3.3. Prosedur Kerja	29
3.3.1. Pembuatan Grafit dari Limbah Cangkang Kelapa Sawit	29
3.3.2. Pembuatan GO dengan Metode Hummers Termodifikasi	29
3.3.3. Karakterisasi GO.....	30
3.3.4. Pembuatan Larutan Induk CIP	30
3.3.5. Pembuatan Larutan Standar CIP	31
3.3.6. Optimasi DSPE menggunakan RSM	31

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34
4.1. Pembuatan Grafit dari Limbah CKS.....	34
4.2. Pembuatan GO dengan Metode Hummers Termodifikasi.....	35
4.3. Karakterisasi GO.....	37
4.3.1. Karakterisasi dengan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	37
4.3.2. Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	39
4.3.3. Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	40
4.3.4. Karakterisasi dengan <i>UV-Vis Spectrophotometry</i>	42
4.4. Optimasi DSPE Menggunakan RSM.....	44
4.4.1. Analisis Statistik.....	44
4.4.2. Efek Interaksi dalam Variabel Proses dan dan Pengaruhnya Terhadap Adsorpsi CIP (%).....	48
4.4.3. Validasi Percobaan dengan Uji Konfirmasi RSM Terhadap % adsorpsi CIP.....	51
V. SIMPULAN	53
5.1. Simpulan	53
5.2. Saran	54
DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN.....	64
1. Optimasi DSPE	65
2. Perhitungan <i>Yield</i> Grafit dan GO	68
3. Data % adsorpsi CIP dengan Optimasi RSM.....	70
4. Perhitungan Uji Konfirmasi	72

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kajian properti CKS.....	9
2. Daftar bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi	15
3. Level variabel independen dalam desain BBD	31
4. Desain eksperimen BBD	32
5. Data % adsorpsi CIP dengan optimasi RSM	44
6. Penentuan model statistik.....	45
7. Data <i>Analysis of Variations</i> (ANOVA).....	46
8. Koefisien statistik.....	47
9. Hasil uji konfirmasi optimasi adsorpsi CIP menggunakan ramp 98.....	52
10. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan pH optimum.....	65
11. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan massa GO optimum.....	67
12. Data rata-rata uji adsorpsi penentuan waktu kontak optimum.....	68
13. Data % <i>yield</i> grafit modifikasi suhu pirolisis	68
14. Kurva kalibrasi penentuan % adsorpsi CIP dengan optimasi RSM.....	70
15. Data perhitungan % adsorpsi CIP dengan optimasi RSM	71
16. Kurva kalibrasi uji konfirmasi optimasi RSM terhadap % adsorpsi CIP.....	73
17. Data perhitungan uji konfirmasi optimasi adsorpsi CIP ramp 98.....	73

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur kimia CIP	6
2. Distribusi CIP sebagai fungsi pH.....	7
3. CKS dan derivatnya	8
4. Struktur kimia GO.....	11
5. Perkembangan sintesis GO	12
6. Skema oksidasi grafit menjadi graphite oxide	13
7. Tahap pembentukan gugus fungsi pada GO	14
8. Spektrum IR grafit murni dan GO	16
9. Prinsip kerja SEM	17
10. Karakterisasi GO dengan SEM-EDX.....	18
11. Karakterisasi GO-CKS dengan SEM-EDX	18
12. Difraktogram grafit murni dan GO	20
13. Teknik DSPE.....	21
14. Proses optimasi dengan RSM.....	24
15. Skema teknik RSM	25
16. Skema instrumen spektrofotometer UV-Vis	26
17. Kurva linearitas CIP pada 270 nm	27
18. Grafik UV-Vis pada Grafit dan GO	27
19. Skema diagram alir penelitian.....	33
20. a) Limbah CKS b) CKS setelah digiling c) grafit CKS.	35
21. Sintesis GO-CKS.	37
22. Spektrum FTIR (a) grafit-CKS dan (b) GO-CKS.	38
23. Difraktogram (a) grafit-CKS dan (b) GO-CKS.	39

24. SEM (a) dan (b) grafit-CKS; (c) dan (d) GO-CKS.	41
25. Analisis EDX GO-CKS.....	42
26. Grafik UV-Vis (a) grafit-CKS dan (b) GO-CKS	43
27. Grafik (a) probabilitas normal residu, (b) data hasil prediksi terhadap yang sebenarnya, (c) residual vs <i>run</i> pada 17 <i>run</i>	45
28. Plot (3D) respons permukaan dan kontur (2D): interaksi antara pH dan massa GO (a,b); interaksi antara pH dan waktu kontak (c,d); interaksi antara massa GO dan waktu kontak (e,f).....	48
29. Interaksi kimia dalam adsorpsi GO dan CIP.....	50
30. Uji konfirmasi adsorpsi CIP menggunakan <i>ramp</i> 98.....	52
31. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh pH optimum	65
32. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh massa GO optimum.....	67
33. Hasil uji adsorpsi berdasarkan pengaruh waktu kontak optimum	68
34. Kurva kalibrasi penentuan % adsorpsi CIP dengan optimasi RSM.....	70
35. Kurva kalibrasi uji konfirmasi RSM terhadap % adsorpsi CIP	72

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Air adalah komponen vital bagi kehidupan seluruh makhluk hidup. Manusia dan makhluk hidup lainnya tidak dapat dipisahkan dari air yang menjadi salah satu sumber dalam kehidupan (Kurniawan dkk., 2022). Air tercemar dapat menyebabkan masalah kesehatan serius. Limbah farmasi adalah salah satu sumber pencemaran air global (Fang *et al.*, 2019). Beberapa tahun terakhir, pada sampel lingkungan yang diambil dari 71 negara di seluruh dunia mengungkapkan adanya 631 bahan kimia dan residu obat-obatan. Misalnya, di Eropa tercatat 113 *Pharmaceuticals and Personal Care Products* (PPCP) termasuk antibiotik terdapat di air permukaan (Rajput *et al.*, 2024). Studi di negara-negara Asia termasuk Indonesia tepatnya Teluk Jakarta ditemukan 20 senyawa limbah farmasi dengan konsentrasi terbanyak mengandung antibiotik termasuk ibuprofen, dan tramadol (Nozaki *et al.*, 2023).

Limbah antibiotik berasal dari air limbah farmasi, residu farmasi hewan, antibiotik manusia yang tidak dimetabolisme, dan antibiotik kadaluarsa (Zheng *et al.*, 2022). 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). Aplikasi antibiotik pada sektor peternakan mencapai 80% sebagai *growth promotor*, terapi, serta mencegah penyakit pada unggas sehingga dengan meningkatnya hasil.

peternakan menimbulkan masalah kesehatan akibat residu antibiotik (Widhi dan Saputra, 2021).

CIP termasuk antibiotik jenis *fluoroquinolon* yang terkenal telah digunakan untuk mengobati infeksi bakteri (Faujiah dkk., 2023). CIP efektif melawan bakteri Gram negatif yakni *Enterococcus spp.*, *Klebsiella pneumonia*, *Acinetobacter baumannii*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Enterobacter species* dan Gram positif *Staphylococcus aureus* dengan cara menghambat proses replikasi DNA yaitu dengan mengikatkan diri pada sebuah enzim DNA *gyrase* (sebuah tipe II topoisomerase) yang menyebabkan keretakan ganda pada kromosom bakteri (Kherroubi *et al.*, 2024; Ahmad *et al.*, 2024). Di rumah sakit Indonesia, *fluoroquinolon* termasuk CIP menyumbang 13,5% dari resep antibiotik (Limato *et al.*, 2022). Deteksi CIP pada danau sebanyak 6,5 mg/L, lalu limbah industri farmasi dilaporkan memiliki konsentrasi antara 31-50 mg/L. Di sisi lain, air minum mentah jauh lebih rendah, yakni sebesar 0,032 mg/L. Residu CIP seperti antibiotik lainnya yang terakumulasi dalam tubuh organisme, akan menimbulkan ancaman kesehatan yang serius (Hayri-Senel *et al.*, 2024). Oleh sebab itu, perlu dilakukan monitoring residu CIP, terutama dari lingkungan perairan, agar tidak membahayakan bagi kesehatan manusia dan ekosistem yang ada.

Telah berkembang teknologi pemisahan yang aman dan efektif seperti *Solid-Phase Extraction* (SPE) dan *Dispersive Solid-Phase Extraction* (DSPE) untuk preparasi antibiotik di lingkungan (Nejad *et al.*, 2019; Yang *et al.*, 2021). DSPE memiliki keunggulan dengan efisiensi tinggi dalam ekstraksi dan konsentrasi analit tanpa perlu kolom SPE, mengurangi penggunaan pelarut dan ramah lingkungan. Dengan sorben canggih, DSPE meningkatkan interaksi analit, selektivitas, dan kapasitas adsorpsi, sehingga memberikan hasil analisis andal dalam matriks cair kompleks (Hagarová and Nemček, 2021). Sorben ditambahkan ke dalam larutan sampel dalam DSPE, lalu sorben tersebut didispersikan untuk mengisolasi analit dari matriks yang kompleks (Nejad *et al.*, 2019). DSPE ini mendukung adsorpsi pada bahan-bahan mesopori dengan memanfaatkan sifat strukturalnya yang unik untuk meningkatkan efisiensi dalam berbagai aplikasi salah satunya memiliki luas permukaan yang sangat tinggi, yang secara signifikan

meningkatkan kemampuan adsorpsi kontaminan, termasuk logam berat dan polutan organik pada remediasi sistem pengolahan air (Zhang *et al.*, 2024).

Bahan mesopori atau bahan nano, seperti *Graphene Oxide* (GO) dalam hal ini efektif untuk menghilangkan limbah antibiotik melalui adsorpsi (Cruz-Cruz *et al.*, 2023). GO bersifat polar dan hidrofilik, kaya akan gugus oksigen seperti hidroksil, epoksi, dan karboksil (Nebol'sin *et al.*, 2020; Yu *et al.*, 2020). GO juga memiliki kelebihan berupa luas permukaan yang relatif besar sehingga baik digunakan sebagai adsorben (Widyaningrum dkk., 2021). Umumnya, GO komersial dibuat dari grafit dengan biaya yang cukup mahal dan berasal dari grafit dengan bahan tidak terbarukan. Penggunaan limbah seperti cangkang kelapa sawit dapat digunakan sebagai alternatif bahan baku pembuatan GO sekaligus menambah potensi ekonomi cangkang kelapa sawit, yang umumnya hanya untuk bahan campuran pakan ternak dan pembuatan briket.

Cangkang Kelapa Sawit (CKS) mengandung sebanyak 51,6% karbon (Kasih dkk., 2020); 26,27% selulosa, 12,61% hemiselulosa, dan 42,96% lignin (Permana dkk., 2019). Provinsi Lampung tercatat sebagai salah satu penghasil kelapa sawit terbesar di Indonesia. Tercatat jumlah produksi kelapa sawit di Provinsi Lampung mencapai 209,58 ribu ton dengan rata-rata luas perkebunan 109,339 Ha (BPS, 2024). Dalam setiap ton akan menghasilkan 6,5% limbah CKS (Labibah dkk., 2024). Seiring dengan tingginya produksi yang menghasilkan limbah CKS tersebut maka pemanfaatan terhadap potensi limbah CKS sebagai bahan dasar pembuatan GO untuk adsorben dalam polutan antibiotik akan mudah dilakukan. Beberapa penelitian yang telah dilakukan GO dari CKS mampu menyerap *Fenentrena* dan *Benzoapirena* (Sambo *et al.*, 2024).

Pentingnya untuk memperhatikan parameter seperti pH, waktu kontak, dan massa adsorben GO supaya memperoleh kondisi penyerapan optimum residu antibiotik di lingkungan perairan dengan melakukan beberapa percobaan (Lin and Cen, 2022). Metode optimasi konvensional membutuhkan banyak pengulangan dan waktu. Hal ini mengakibatkan efisiensi pengoptimalan yang rendah. Teknik *Response Surface Methodology* (RSM) mengatasi keterbatasan ini dengan

perancangan eksperimen (*Design of Experiment*) dimana semua faktor bervariasi secara bersamaan selama serangkaian percobaan (Fathur dkk., 2018). RSM digunakan untuk mengetahui kondisi optimum beserta interaksi dari beberapa parameter dan pengaruh dari masing-masing parameter terhadap penyerapan antibiotik. Studi sebelumnya telah menunjukkan penggunaan RSM untuk menghilangkan antibiotik, seperti *Cephalexin* dan CIP dari lingkungan perairan (Alishiri *et al.*, 2023; Rinawati *et al.*, 2024).

Pada penelitian ini dilakukan optimasi faktor yang memengaruhi proses DSPE CIP pada GO yang berasal dari limbah CKS menggunakan RSM model *Box-Behnken Design* (BBD) untuk mengoptimalkan pH, waktu kontak, dan massa adsorben GO. Lalu, karakterisasi GO dari limbah dari CKS dilakukan menggunakan teknik *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *UV-Vis Spectrophotometry*, dan *X-ray Diffraction* (XRD).

1.2. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memperoleh GO hasil sintesis dari limbah cangkang kelapa sawit.
2. Mendapatkan hasil karakteristik GO dari limbah cangkang kelapa sawit menggunakan FTIR, XRD, UV-Vis dan SEM-EDX.
3. Mengetahui kondisi optimum adsorpsi CIP terhadap parameter pH, waktu kontak, dan massa adsorben GO dengan teknik RSM.

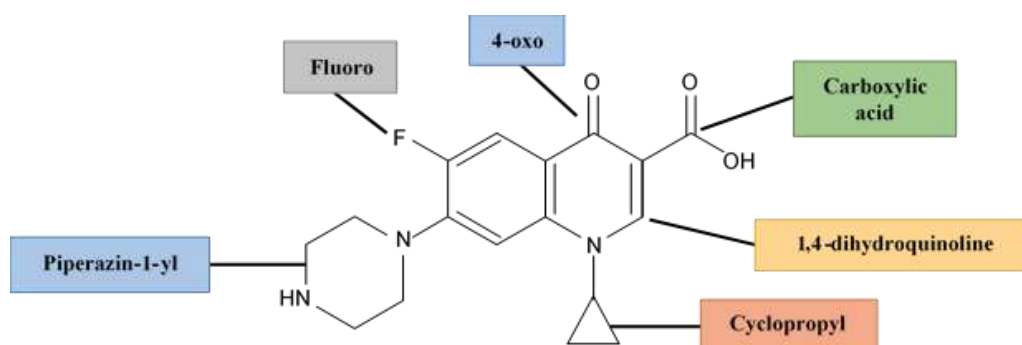
1.3. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai alternatif pemanfaatan limbah cangkang kelapa sawit menjadi GO sebagai adsorben penyerapan antibiotik CIP pada teknik DSPE serta mengetahui variabel yang memengaruhi hasil adsorpsi menggunakan RSM sehingga didapatkan kondisi yang optimum.

II. TINJAUAN PUSTAKA

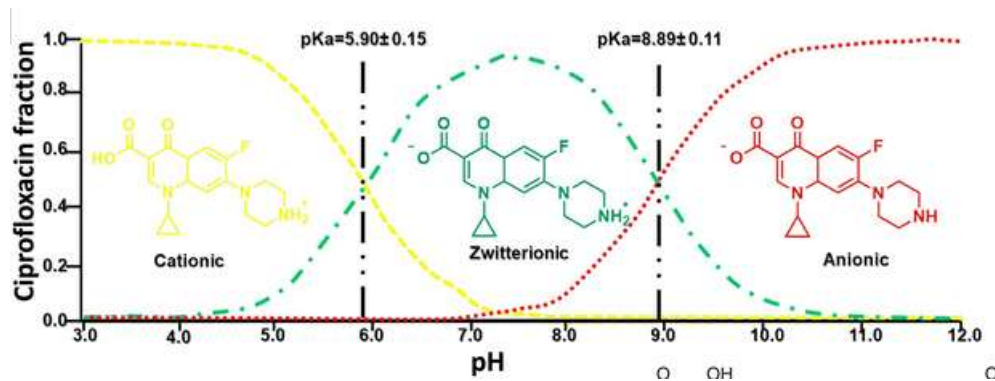
2.1. Antibiotik Ciprofloxacin

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 $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ berupa *fluoroquinolon* dan sebagai agen infeksi dengan spektrum yang luas, berbentuk bubuk kristal berwarna kuning muda dan sifat kimianya dengan struktur yang ditunjukkan pada Gambar 1 (Gaubu *and* Saxena, 2023). Sifat fisika dan kimia CIP antara lain polaritas (0,28 log P), pKa (6,09), kelarutan air (30 mg/L), dan log Kow (0,28). Kelarutan CIP bergantung pada nilai pH sehingga kelarutan tertinggi (>40 mg/mL) terjadi pada pH 4–5, yang berhubungan dengan CIP dalam bentuk hidroklorida, jika nilai pH diatur oleh HCl. CIP hampir tidak dapat larut pada pH 7, sedangkan kelarutannya meningkat seiring dengan meningkatnya nilai pH (Ozumchelouei *et al.*, 2020). Struktur kimia CIP ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur kimia CIP (Gaubu *and* Saxena, 2023).

CIP ada dalam tiga keadaan dalam larutan: bentuk kationik (dengan gugus amina terprotonasi dalam larutan dengan nilai pH di bawah $5,90 \pm 0,15$), bentuk anionik (dengan gugus asam karboksilat terdeprotonasi dalam larutan dengan nilai pH diatas $8,89 \pm 0,11$), dan bentuk zwitterionik (Crapnell *et al.*, 2023). Distribusi CIP sebagai fungsi pH ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Distribusi CIP sebagai fungsi pH (Crapnell *et al.*, 2023).

CIP termasuk antibiotik jenis *fluoroquinolon* yang terkenal telah digunakan untuk mengobati infeksi bakteri (Faujiah dkk., 2023). CIP efektif melawan bakteri Gram negatif yakni *Enterococcus spp.*, *Klebsiella pneumonia*, *Acinetobacter baumannii*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Enterobacter species* dan Gram positif *Staphylococcus aureus* dengan cara menghambat proses replikasi DNA yaitu dengan mengikatkan diri pada sebuah enzim DNA *gyrase* (sebuah tipe II topoisomerase) yang menyebabkan keretakan ganda pada kromosom bakteri (Kherroubi *et al.*, 2024; Ahmad *et al.*, 2024). Di rumah sakit Indonesia, *fluoroquinolon* termasuk CIP menyumbang 13,5% dari resep antibiotik (Limato *et al.*, 2022). Secara klinis CIP digunakan untuk infeksi tulang dan sendi, infeksi saluran pernapasan, infeksi saluran kemih, infeksi mata, bakteri superfisial, dll (Kherroubi *et al.*, 2024). Namun CIP bersifat toksik terhadap semua organ tubuh, termasuk otak, jantung, ginjal, paru-paru, sistem saraf, dalam air rentan terhadap fotolisis di bawah sinar matahari dan *non-biodegradable* (Gaubas and Saxena, 2023).

Deteksi CIP pada danau sebanyak 6,5 mg/L, lalu limbah industri farmasi dilaporkan memiliki konsentrasi antara 31-50 mg/L. Di sisi lain, air minum mentah jauh lebih rendah, yakni sebesar 0,032 mg/L. Residu CIP seperti antibiotik

lainnya dapat terakumulasi dalam tubuh organisme, sehingga menimbulkan ancaman kesehatan yang serius. Oleh karena itu, dengan konsentrasi CIP tinggi di beberapa jenis air dan sulit dilakukan degradasi berpotensi ekotoksistas maka adsorpsi CIP secara efektif perlu dilakukan (Hayri-Senel *et al.*, 2024).

2.2. Cangkang Kelapa Sawit

Salah satu limbah pengolahan minyak kelapa sawit dalam jumlah yang cukup besar adalah cangkang kelapa sawit (Vitri dan Herman, 2019). Cangkang Kelapa Sawit (CKS) adalah bagian paling keras pada buah kelapa sawit (Tarigan dkk., 2023). CKS umumnya hanya digunakan untuk bahan bakar boiler dan sebagai bahan dalam pembuatan briket (Anggoro *et al.*, 2023). CKS secara umum memiliki sifat fisik dengan memiliki bentuk yang tidak teratur, flak, angular, sirkular, atau poligonal, tergantung pada metode ekstraksi. Tekstur permukaan CKS ini cukup halus di kedua sisi, dengan bagian yang patah menunjukkan tekstur yang kasar dan berduri dan berat jenis kisaran 1,17-1,62 (Ting *et al.*, 2020). Berikut ini CKS dan derivatnya ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. CKS dan derivatnya (Alfatah *et al.*, 2022).

Provinsi Lampung tercatat sebagai salah satu penghasil kelapa sawit terbesar di Indonesia. Tercatat jumlah produksi kelapa sawit di Provinsi Lampung mencapai 209,58 ribu ton dengan rata-rata luas perkebunan 109,339 Ha (BPS, 2024). Dalam setiap ton akan menghasilkan 6,5% limbah CKS (Labibah dkk., 2024). CKS mengandung sebanyak 51,6% karbon (Kasih dkk., 2020); 26,27% selulosa; 12,61% hemiselulosa; dan 42,96% lignin (Permana dkk., 2019). Kajian lebih lanjut tentang properti CKS telah dirangkum pada Tabel 1.

Tabel 1. Kajian properti CKS

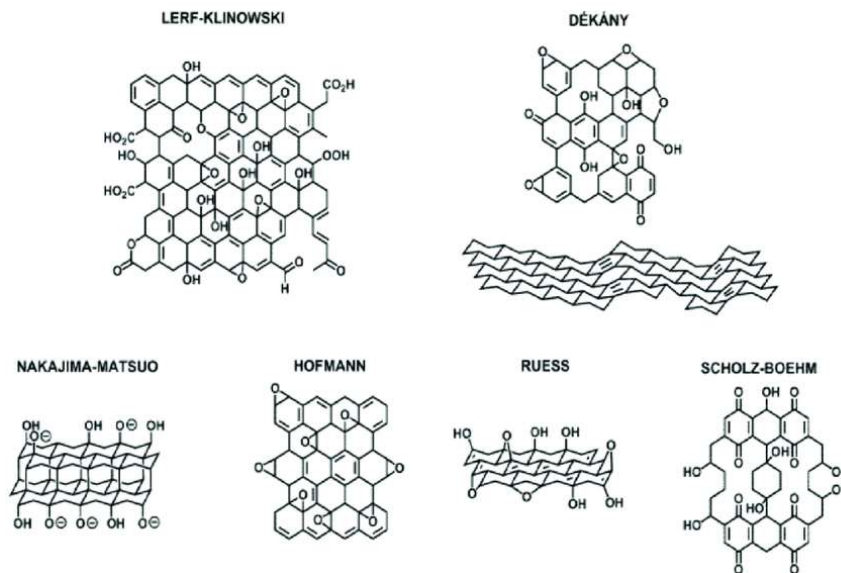
Properti	Unit	Nilai
Rumus molekul	—	CH _{1,61} O _{0,51}
Fisik		
Berat jenis (SSD)	—	1,30
Ketebalan dalam minyak	%	2,33
Porositas	%	10,98
Luas permukaan BET	m ² /g	1,60
Luas permukaan mikropori	m ² /g	0,20
Lignoselulosa		
Selulosa	wt%	20,8
Hemiselulosa	wt%	22,7
Lignin	wt%	50,7
Ekstraktif	wt%	4,8
Abu	wt%	1.0
Proksimat		
Kadar air	wt%	3,03
Volatil	wt%	69,66
Karbon tetap	wt%	16,64
Abu konten	wt%	10,67
Unsur		
Karbon	wt%	50,73
Hidrogen	wt%	5,97
Nitrogen	wt%	0,36
Oksigen	wt%	40,38
Sulfur	wt%	0,06
pH	—	4,0

(Alfatah *et al.*, 2022)

Perlakuan yang tepat terhadap komponen lignoselulosa, khususnya lignin, dapat menyebabkan pembentukan bahan karbon, termasuk grafit, melalui proses seperti karbonisasi dan aktivasi (Okolie *et al.*, 2021). Aktivasi selulosa dalam CKS secara signifikan meningkatkan luas permukaannya, menjadikannya adsorben yang efektif untuk berbagai polutan. Peningkatan ini disebabkan oleh dekomposisi senyawa organik yang dapat merusak integritas struktural selulosa, terutama cincin karbon heksagonal. Proses aktivasi, baik kimia maupun fisik seperti aktivasi uap, menghasilkan struktur mesoporosa dalam karbon aktif yang berasal dari CKS menjadi GO dan berhasil dilakukan untuk antibiotik *Fenentrena* dan *Benzoapirena* (Sambo *et al.*, 2024). Hal tersebut menunjukkan bahwa CKS dapat digunakan sebagai bahan dasar dalam pembuatan adsorben berbasis GO.

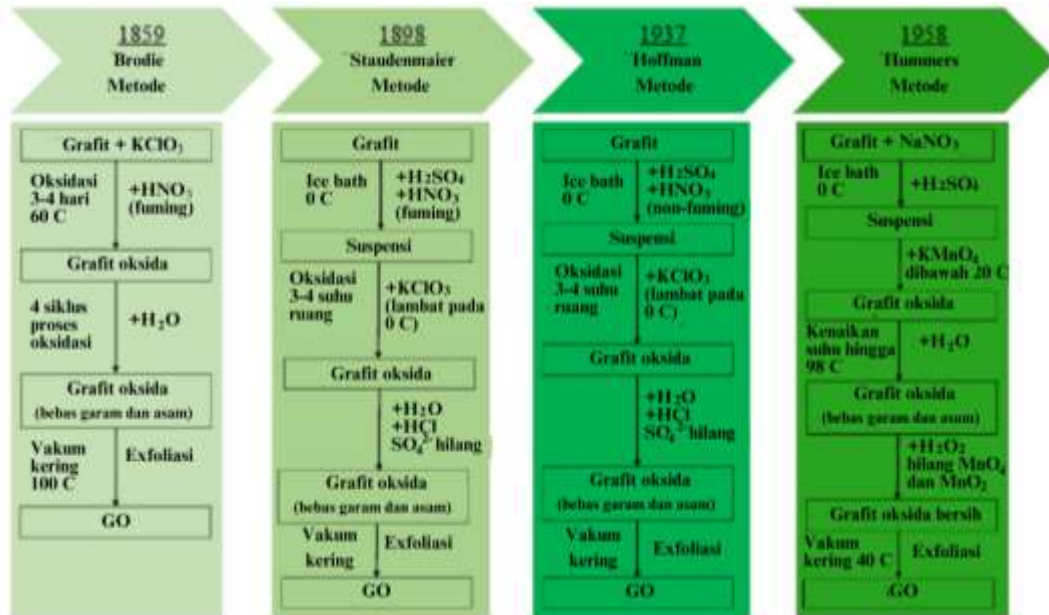
2.3. *Graphene Oxide*

Graphene Oxide (GO) biasanya disintesis dari grafit alami. Grafit merupakan mineral alami yang dapat ditemukan pada batuan metamorf, dan juga dapat disintesis dari silikon karbida (SiC) melalui berbagai metode. Pada penelitian ini dimanfaatkan CKS sebagai bahan dasar grafit hingga diperoleh biomassa GO (Mursyidah *et al.*, 2023). Material seperti grafit dimanfaatkan untuk menyusun *Graphene*. *Graphene* adalah lapisan atom tunggal atom karbon yang tersusun dalam pola heksagonal (Urade *et al.*, 2023). *Graphene* efektif menghilangkan kontaminan air dengan efisiensi tinggi sebagai adsorben polutan. Namun, kecenderungan *graphene* untuk membentuk agregasi dalam larutan akibat interaksi *Van der Waals* yang kuat dan interaksi $\pi - \pi$ antar lapisan dapat mengurangi luas permukaan dan kemampuan adsorpsi (Machado *et al.*, 2024). Hal ini, dapat diatasi dengan turunan *graphene*, yaitu *Graphene Oxide* (GO).



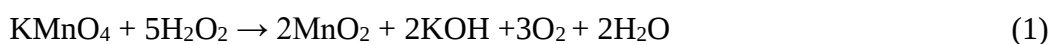
Gambar 4. Struktur kimia GO (Trikkalioitis *et al.*, 2021).

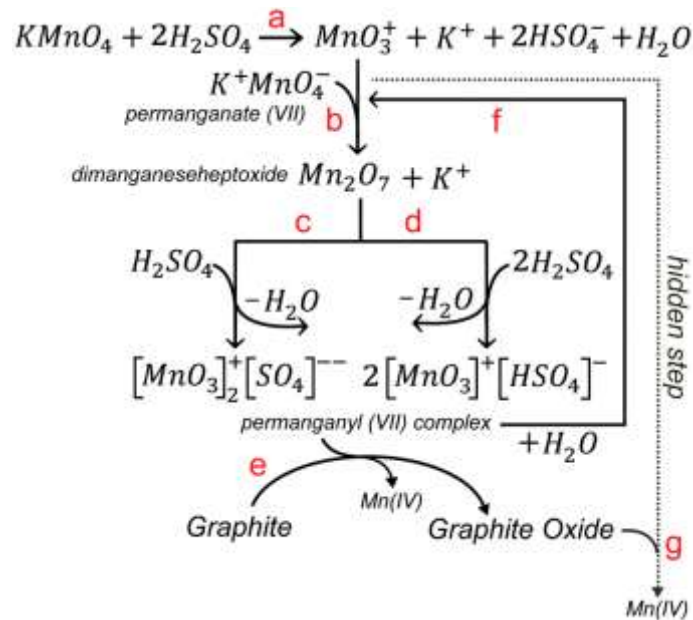
GO adalah bahan nano berbasis karbon yang berasal dari *graphene*, terdiri dari lapisan tunggal atom karbon hibridisasi sp^2 yang disusun dalam kisi sarang lebah heksagonal (Ayreen *et al.*, 2024). Struktur kimia GO ditunjukkan pada Gambar 4. GO bersifat hidrofilik, dan struktur kimia pada bagian basal dan tepinya mengandung gugus-gugus fungsional oksigen, yaitu gugus hidroksil, karboksil, alkoksil, dan epoksil. Sifat-sifat fisis GO bergantung pada metode sintesis yang digunakan (Anwar *et al.*, 2024). GO memiliki sifat unik sebagai keunggulannya seperti luas permukaan yang relatif besar, konduktivitas listrik yang tinggi, stabilitas kelembaman kimia, porositas tinggi, dan kekuatan mekanik yang kuat dengan aplikasi pada bidang energi, lingkungan hingga kesehatan (Widyaningrum dkk., 2021). Pada studi yang telah dilakukan GO mampu menyerap antibiotik seperti *Fenentrena* dan *Benzoapirena* (Sambo *et al.*, 2024). GO dapat disintesis dengan berbagai cara, seperti metode Brodie, Staudenmaier, Hummers seperti dijelaskan pada Gambar 5.



Gambar 5. Perkembangan sintesis GO (Trikkalotis *et al.*, 2021).

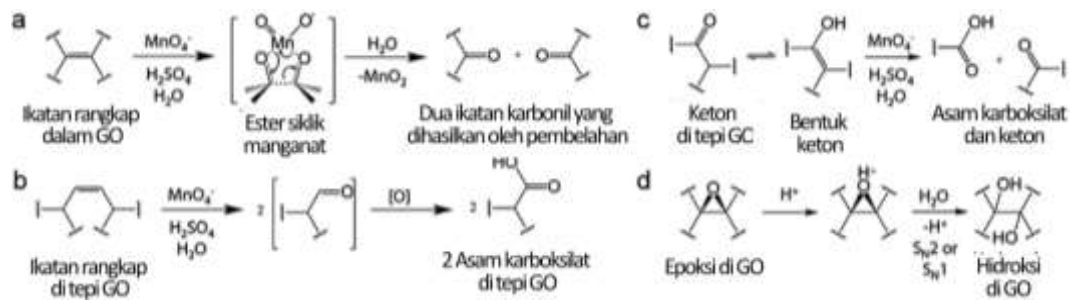
Metode Hummers pada penjelasan diatas mengalami perkembangan menjadi Metode Hummers Termodifikasi dengan meningkatkan oksidan KMnO₄, dan tidak menggunakan NaNO₃, dan melakukan reaksi dalam campuran dari H₂SO₄/H₃PO₄ (Santamaria *et al.*, 2019). KMnO₄ digunakan sebagai agen pengoksidasi dalam suasana asam dengan H₂SO₄. KMnO₄ akan bereaksi dengan H₂SO₄ membentuk MnO₃⁺ yang menandakan terjadinya proses oksidasi. MnO₃⁺ menjadi MnO₇ yang berperan dalam reaksi tahap I metode Hummers termodifikasi. Mn₂O₇ bereaksi dengan H₂SO₄ menghasilkan kompleks permanganil(VII) yang tereduksi menjadi Mn(IV) dan mengoksidasi grafit menjadi *graphite oxide*. Mn(IV) akan bereaksi lebih lanjut dengan asam sulfat membentuk garam mangan sulfat, sedangkan MnO₄⁻ berperan dalam proses oksidasi tahap II (*Hidden step*) setelah penambahan air sebelum penambahan H₂O₂ (Brisebois and Siaj, 2020). H₂O₂ akan menghentikan proses oksidasi. Proses oksidasi telah selesai ditandai munculnya buih kecil serta larutan berwarna kuning kecoklatan reaksi ditunjukkan pada Persamaan 1 (Anwar *et al.*, 2024). Skema proses oksidasi grafit menjadi GO ditunjukkan pada Gambar 6.





Gambar 6. Skema oksidasi grafit menjadi *graphite oxide* (Brisebois and Siaj, 2020).

Tahap pertama pembentukan gugus fungsi pada GO proses pengelupasan kulit grafit menjadi *graphene*. Larutan yang dihasilkan diencerkan dengan menambahkan 500 mL air deionisasi sambil diaduk secara kuat. Penambahan air demineralisasi secara perlahan pada tahap ini menyebabkan reaksi eksoterm dan mengubah spesies oksidasi sebelumnya Mn_2O_7 dan MnO_3^+ menjadi MnO_4^- , yang dapat mengoksidasi grafena. Pada kondisi ini, alkena dapat melakukan reaksi pembelahan oksidatif yang mengarah pada pembentukan dua karbonil (Gambar. 7a) dan pembelahan oksidatif ikatan rangkap $\text{C}=\text{C}$ menghasilkan dua asam karboksilat (Gambar. 7b). Epoksida dapat mengalami hidrolisis menjadi hidroksil (Gambar. 7d), sementara keton di tepi GO mungkin rentan terhadap pembelahan, yang mengarah pada pembentukan keton dan asam karboksilat (Gambar. 7c). Oksidasi tambahan ini kemudian mengubah domain sp^2 yang masih utuh dan meningkatkan jumlah relatif karbonil, hidroksil, fungsi lakton, dan asam karboksilat, sehubungan dengan jumlah fungsi epoksida. Reaksi dilengkapi dengan KMnO_4 , suspensi diolah dengan 5 mL H_2O_2 30%. Campuran kemudian dicuci dengan HCl dan air, diikuti dengan penyaringan dan pengeringan, sehingga diperoleh lembaran GO (Kadari *et al.*, 2018). Tahap pembentukan gugus fungsi pada GO ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Tahap pembentukan gugus fungsi pada GO (Brisebois *and* Siaj, 2020).

Keunggulan Hummers termodifikasi antara lain sederhana, biaya produksi lebih rendah serta bahan yang digunakan ramah lingkungan, produk yang dihasilkan lebih teratur dan membutuhkan waktu sedikit lebih cepat pada saat melakukan percobaan (Aryani dan Mu'awanah, 2023). Pada penelitian ini dipilih Hummers termodifikasi sebagai metode dalam sintesis GO pada CKS karena studi sebelumnya telah berhasil dilakukan pada tempurung kelapa, tandan kosong kelapa sawit, biji karet, kulit singkong dan sekam padi (Anwar *et al.*, 2024; Noer *et al.*, 2024; Rinawati *et al.*, 2024; Yamin dkk., 2024).

2.4. Karakterisasi

2.4.1. *Fourier Transform Infrared*

Fourier Transform Infrared (FTIR) adalah alat untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada dalam molekul organik. FTIR mengukur penyerapan radiasi elektromagnetik di wilayah inframerah oleh sampel yang ditempatkan pada jalur cahaya. Frekuensi terjadinya penyerapan akan bergantung pada sifat sampel sehingga dapat digunakan untuk mengidentifikasi sifat sampel. Teknik ini memberikan spektrum yang mengandung sejumlah besar pita serapan sehingga informasi lebih lanjut dapat diperoleh mengenai struktur senyawa organik. FTIR mencakup rentang 10 cm^{-1} hingga 13.000 cm^{-1} (Voonna, 2024). Kelebihan FTIR berupa sangat sensitif, pemindaian cepat, tidak invasif sehingga tidak mengurangi atau menghilangkan waktu preparasi, membutuhkan sedikit sampel dan mampu

menganalisis berbagai jenis matriks, termasuk padatan, bubuk, film, gel, cairan dan gas serta tidak menghasilkan limbah (Johnson *et al.*, 2023). Kelebihan ini memposisikan spektroskopi FTIR sebagai teknik landasan dalam kimia analitik, ilmu material, dan penelitian biologi, mendorong kemajuan dalam berbagai disiplin ilmu.

Dalam FTIR radiasi infra merah dilewatkan melalui sampel berinteraksi dengan ikatan molekul, menyebabkan penyerapan pada frekuensi tertentu sesuai dengan mode getaran. Cahaya yang ditransmisikan atau dipantulkan diolah melalui interferogram yang berisi informasi tentang spektrum serapan sampel hasilnya puncak serapan karakteristik yang menunjukkan struktur dan komposisi molekul. Proses ini memungkinkan akuisisi spektral resolusi tinggi dan analisis kuantitatif, informasi detail tentang ikatan kimia dan dinamika molekuler (Siddique, 2024). Bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi dapat ditunjukkan pada Tabel 2.

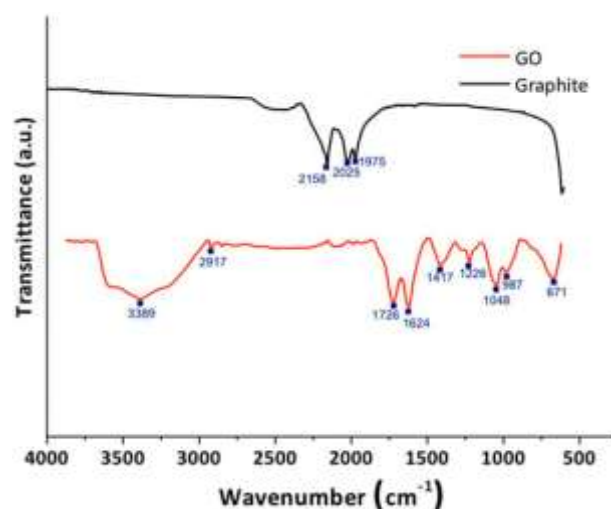
Tabel 2. Daftar bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi	Senyawa
3600–3200	Regangan O-H	Air, alkohol
3100–3000	Regangan C-H	Alkena
3060–3020	Regangan C-H	Cincin aromatik
2960–2860	Regangan C-H	CH ₃ /CH ₂
~1750	Regangan C=O	Karboksilat
1750–1715	Regangan C=O	Ester
1700–1600	Regangan C=O	Amida
1666–1640	Regangan C=C	Alkena
1625–1590, 1590–1575, 1525–1470, 1465–1430	Regangan C=C	Cincin aromatik
1470–1435	Deformasi vibrasi -C-H-	Metoksi
1390–1330	Deformasi O-H	Fenol
1382–1317	Deformasi C-O-H	Fenol
1310–1210, 1120–1020	Vibrasi C-O	Alkil aril eter
1260–1180	Regangan C-O	Fenol
1225–1075	Regangan C-C	Fenil-karbonat
1230–1030	Regangan C-O	Ester, alkohol
1200–1185	Vibrasi goyang	Metoksi
1150–1040	Vibrasi regangan	Fenol
900–700	Deformasi C-H luar bidang	Cincin aromatik
~720	Deformasi O-H luar bidang	Cincin aromatik

(Johnson *et al.*, 2023)

GO sebagai bahan nano berbasis karbon yang berasal dari *graphene* bersifat hidrofilik, dan struktur kimia pada bagian basal dan tepinya mengandung gugus-gugus fungsional oksigen, yaitu gugus hidroksil, karboksil, alkoksil, dan epoksil (Anwar *et al.*, 2024). Hal ini akan terlihat pada spektrum FTIR yang telah dibuktikan oleh Ruiz *et al* (2019) melalui spektrum FTIR pada grafit murni akan menunjukkan sedikit sinyal serapan, karena perbedaan keadaan muatan antar atom karbon. Perbedaan yang lemah ini menyebabkan dipol listrik terinduksi menjadi sangat kecil sehingga memberikan spektrum yang sangat bersih. Hal ini menjelaskan bahwa ketika perlakuan oksidasi digunakan pada material, pita yang sesuai dengan gugus fungsi teroksidasi muncul, yang menunjukkan bahwa proses oksidasi berhasil.

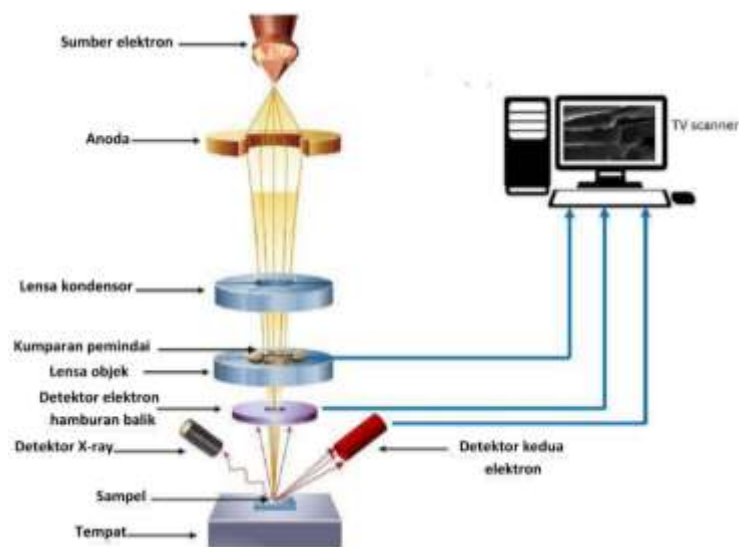
Spektrum GO ditunjukkan pita pada 3389 cm^{-1} , yang sesuai dengan vibrasi regangan gugus hidroksil (O–H). Pita pada 2917 cm^{-1} sesuai dengan getaran gugus karboksil ikatan (C–H) hibridisasi sp^3 . Pita pada 1726 cm^{-1} berhubungan dengan getaran regangan gugus karbonil (C=O). Pita pada 1624 cm^{-1} berhubungan dengan mode regangan jaringan kerangka karbon sp^2 gugus aromatik (C=C). Hal ini juga terbukti, menurut beberapa hasil yang dilaporkan dalam literatur, bahwa GO yang diperoleh mengandung beberapa gugus fungsi oksigen, seperti gugus hidroksil, karboksil, dan epoksi, yang sesuai dengan pita yang disajikan pada 1417 , 1226 , 1048 , 987 , dan 671 cm^{-1} . Spektrum IR pada grafit murni dan GO dapat ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum IR grafit murni dan GO (Ruiz *et al.*, 2019).

2.4.2. Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray

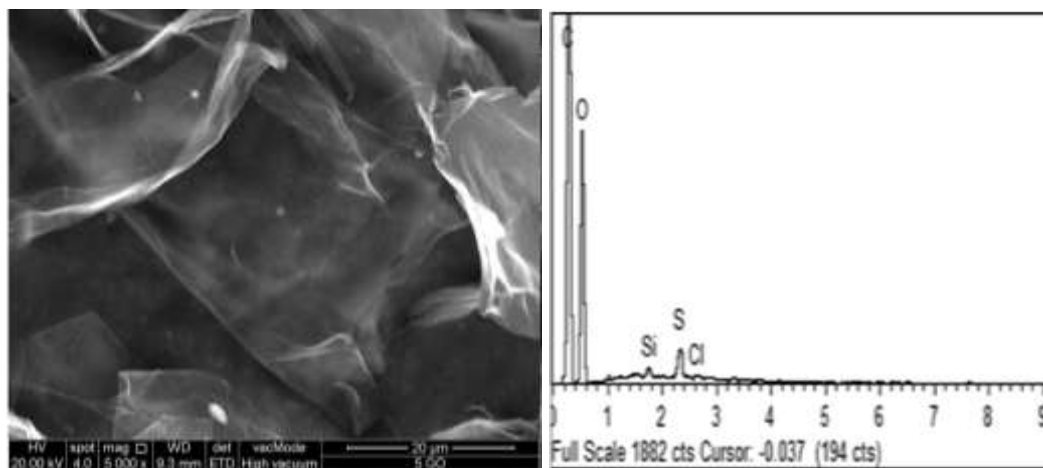
Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah teknik yang memungkinkan pencitraan permukaan spesimen. Teknik ini memanfaatkan interaksi antara elektron dengan spesimen untuk menghasilkan gambar topologi. Dengan perbesaran yang lebih tinggi melampaui kemampuan mata telanjang manusia (Abd Mutalib *et al.*, 2017). Spektroskopi Sinar-X Dispersif Energi (EDX) yang digunakan bersama dengan SEM merupakan teknik karakterisasi pelengkap yang kuat dan mampu menganalisis morfologi, ukuran, serta komposisi kimia pada permukaan nanopartikel. Komposisi atau jumlah nanopartikel di dekat dan pada permukaan dapat diperkirakan menggunakan EDX, asalkan mengandung beberapa ion logam berat. Misalnya, nanopartikel seperti perak, emas, dan paladium pada permukaan dapat dengan mudah diidentifikasi menggunakan EDX. Unsur dengan nomor atom rendah sulit dideteksi oleh EDX (Titus *et al.*, 2018).



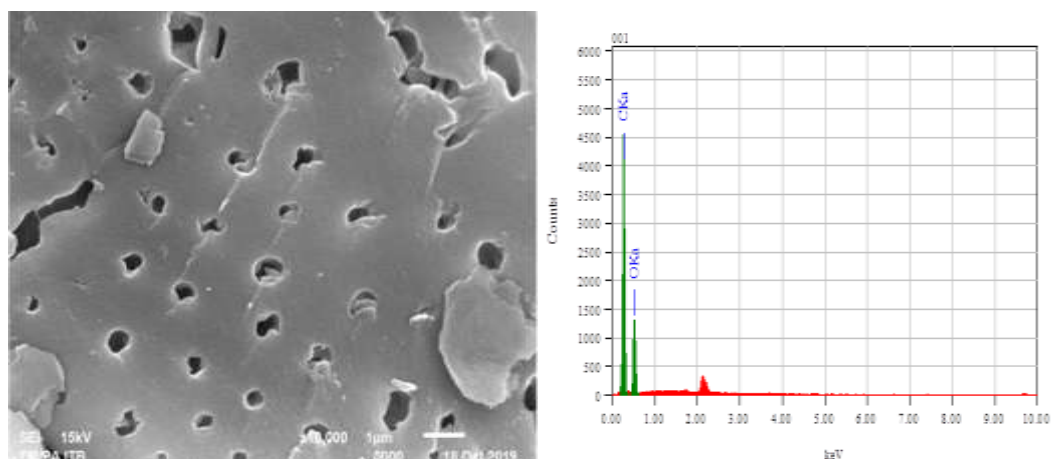
Gambar 9. Prinsip kerja SEM (Nuwarapaksha *et al.*, 2024).

Prinsip teknik SEM-EDX melibatkan pengoperasian SEM bersamaan dengan EDX. Seperti ditunjukkan pada Gambar 9, mikroskop SEM berfungsi dengan menghasilkan seberkas elektron yang dipancarkan dari katoda emitor dalam senjata elektron. Sinar ini kemudian dipercepat dan difokuskan oleh anoda dan serangkaian lensa elektromagnetik. Setelah berkas elektron mengenai sampel,

elektron, elektron sekunder, dan sinar-X dikeluarkan dari sampel. Detektor EDX mengumpulkan elektron-elektron hamburan balik yang dipancarkan, elektron sekunder, dan sinar-X, mengubahnya menjadi sinyal yang ditransmisikan ke tampilan yang mirip dengan layar televisi. EDX dapat menentukan unsur apa saja yang ada dalam sampel dan memperkirakan proporsi masing-masing unsur dengan memeriksa spektrum energi. Bersama-sama, SEM memberikan pencitraan resolusi tinggi pada permukaan sampel, sedangkan EDX memberikan informasi tentang susunan unsur sampel (Nuwarapaksha *et al.*, 2024). Berikut ini contoh SEM-EDX pada GO dan GO-CKS ditunjukkan pada Gambar 10 dan 11.



Gambar 10. Karakterisasi GO dengan SEM-EDX (Khiam *et al.*, 2022).



Gambar 11. Karakterisasi GO-CKS dengan SEM-EDX (Mursyidah *et al.*, 2023).

2.4.3. X-Ray Diffraction

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan teknik karakterisasi umum untuk bahan berskala nano (Khan *et al.*, 2020). XRD adalah teknik karakterisasi material yang penting dan banyak digunakan untuk identifikasi dan kuantifikasi struktur kristal. XRD berfungsi dengan mengukur intensitas dan posisi puncak dari pola difraksi yang dihasilkan ketika sinar-X mengenai sampel. Setiap mineral atau padatan kristalin memiliki pola XRD yang unik, yang berfungsi sebagai "sidik jari" untuk identifikasi. Prinsip dasar dari XRD didasarkan pada hukum Bragg, yang digunakan untuk menghitung jarak antar bidang (*interplanar spacing*) dari kristal. Ketika sinar-X mengenai permukaan kristal, sinar tersebut akan dipantulkan pada sudut tertentu, dan pola difraksi yang dihasilkan dapat dianalisis untuk menentukan struktur kristal, ukuran kristalit, serta parameter kisi. XRD juga dapat memberikan informasi tentang proporsi mineral dalam campuran dan digunakan dalam berbagai aplikasi teknik, termasuk pengukuran stres residu dan pengukuran ukuran kristalit (Ali *et al.*, 2022).

Difraksi fenomena interferensi konstruktif dari sinar-X yang terjadi ketika sinar tersebut mengenai struktur atom yang teratur dalam padatan. Interferensi ini dapat bersifat konstruktif atau destruktif, tergantung pada arah dan jenis interaksi gelombang. Difraksi terjadi karena adanya pengaturan periodik dari struktur atom dalam zat padat, yang menyebabkan pembentukan puncak-puncak pada grafik XRD. Semakin pendek periodisitas, semakin tinggi sudut difraksi yang diamati, dan sebaliknya. Hukum Bragg adalah prinsip dasar dalam difraksi sinar-X yang menjelaskan kondisi untuk interferensi konstruktif dari gelombang yang dipantulkan oleh bidang-bidang atom dalam kristal. Hukum ini dinyatakan dalam bentuk Persamaan 2.

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

Keterangan :

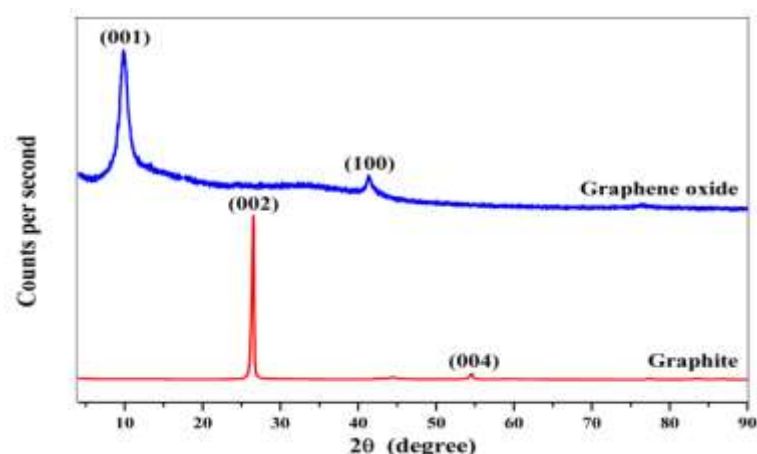
n = bilangan bulat

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 (Sumari *et al.*, 2020). Karakterisasi XRD yang dilakukan oleh Ain *et al* (2019) menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengidentifikasi struktur unit seluler (*d-spacing*) dalam mengonfirmasi keberhasilan sintesis GO. Dalam kasus grafit murni, terdapat puncak XRD yang kuat pada $2\theta = 26,5^\circ$ (002) dan sedikit puncak pada $2\theta = 54,5^\circ$ (004) dengan jarak *d* masing-masing 3,5 Å dan 1,9 Å. Pola XRD GO menunjukkan puncak difraksi (001) pada $2\theta = 9,9^\circ$ (jarak *d* 8,9 Å) dan puncak difraksi (100) pada $2\theta = 42,0^\circ$ (jarak *d* 2,13 Å) ditunjukkan pada Gambar 12.

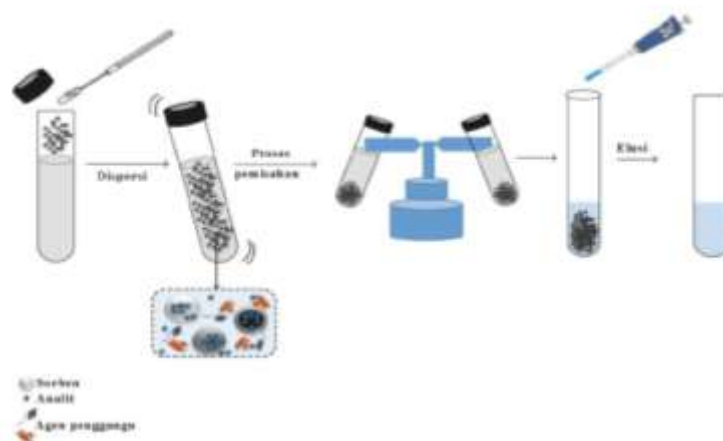


Gambar 12. Difraktogram grafit murni dan GO (Ain *et al.*, 2019).

2.5. Dispersive Solid Phase Extraction

Sejak pertama kali diperkenalkan pada tahun 2003 *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) atau ekstraksi fase padat dispersif, telah sering digunakan untuk ekstraksi, prakonsentrasi, dan pembersihan sampel obat hewan untuk perawatan analitis. DSPE memiliki variasi seperti *Dispersive micro SPE* (D- μ -SPE) dan *Magnetic Solid Phase Extraction* (MSPE). DSPE merupakan variasi dinamis dan mini dikembangkan untuk memperoleh teknik mikroekstraksi yang lebih cepat, lebih sederhana, dan murah yang memerlukan lebih sedikit sorben

dalam kisaran μg – mg . Munculnya DSPE sebagai teknik modifikasi baru dari *Solid Phase Extraction* (SPE) yang umumnya digunakan sebelum melakukan analisis kualitatif dan/atau kuantitatif 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 13.



Gambar 13. Teknik DSPE (Islas *et al.*, 2017).

DSPE memiliki keunggulan dengan efisiensi tinggi dalam ekstraksi dan konsentrasi analit tanpa perlu kolom SPE, mengurangi penggunaan pelarut dan ramah lingkungan. Penggunaan sorben yang canggih pada DSPE meningkatkan interaksi analit, selektivitas, dan kapasitas adsorpsi, sehingga memberikan hasil analisis andal dalam matriks cair kompleks (Hagarová *and* Nemček, 2021). Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan pada lapisan permukaan atau antarfasa yang mengalami ketidakseimbangan gaya yang terjadi karena adanya gaya tarik atom atau molekul padat tanpa menyerap ke bagian dalam (Amna dan Shahab, 2024). Teknik berbasis adsorpsi memiliki efisiensi yang besar karena menghilangkan kontaminan dan polutan biologis baik yang larut atau tidak larut, pengoperasiannya mudah dan ekonomis.

Beberapa penelitian menunjukkan teknik ini efektif dalam menyerap antibiotik menggunakan berbagai bahan seperti tanah liat gunung berapi (Coviello *et al.*, 2021), kerangka logam organik (Mendoza *et al.*, 2024), dan GO (Huong *et al.*, 2024). Faktor yang memengaruhi proses adsorpsi meliputi massa adsorben, pH larutan, waktu kontak, dan konsentrasi analit sehingga pemilihan jenis sorben yang tepat sangat penting untuk mencapai *recovery* tinggi dan eluat bersih. GO berstruktur nano karbon menawarkan luas permukaan besar dan kapasitas adsorpsi yang sangat baik sehingga menjadi pilihan menjanjikan untuk DSPE (Li *et al.*, 2024).

2.6. *Response Surface Method*

Response Surface Method (RSM) suatu teknik statistika dan matematika yang berperan dalam penetapan solusi dari permasalahan yang berkaitan dengan proses, formula, maupun kombinasi keduanya dalam mencari kondisi optimum. RSM digunakan untuk mengevaluasi pengaruh variabel independen terhadap kinerja respons dan untuk memprediksi respons optimal. Penggunaan RSM dapat mengurangi konsumsi bahan kimia dan memfasilitasi pelaksanaan eksperimen yang diperlukan untuk mendapatkan kondisi optimal variabel. RSM telah digunakan dalam penelitian untuk menghilangkan polutan, seperti antibiotik *Cephalexin* dan CIP dari lingkungan perairan (Alishiri *et al.*, 2023). Menurut Sopyan *et al* (2021) RSM dengan nama lain *Box-Wilson Methodology* memungkinkan untuk merepresentasikan parameter proses dalam bentuk kuantitatif seperti Persamaan 3.

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_m) \pm \varepsilon \quad (3)$$

Keterangan:

Y = respons
 F = fungsi respons
 ε = galat percobaan
 X_m = variabel independen

RSM menghubungkan sebuah respon atau variabel luaran (*output*) dengan data masukan (*input*) yang mempengaruhinya. Jika ditemukan suatu daerah dengan respon optimum, maka dibuat model untuk menghubungkan ke daerah tersebut sehingga analisis dapat dilakukan untuk mencapai daerah optimal. Dalam penggunaan RSM harus berurutan sesuai dengan prosedur. Ketika suatu kejadian fisik berada jauh dari titik optimum, maka model 1 digunakan Persamaan 4:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \varepsilon \quad (4)$$

Keterangan:

y = nilai respon
 β_0 = intersep
 β_1, β_2 = koefisien regresi variabel X_1, X_2
 ε = *error*

Persamaan 4 merupakan model regresi linear multiple dengan dua variabel bebas.

Variabel bebas ini disebut dengan regresor atau variabel memprediksi. β_0 merupakan nilai intersep yang tetap. β_1, β_2 merupakan koefisien regresi parsial dimana β_1 mengukur perubahan y setiap perubahan unit x_1 begitu pula β_2 mengukur perubahan y setiap perubahan unit x_2 . Model persamaan ini akan mendekatkan peneliti pada daerah optimum melalui jalur pengoptimasian. Setelah daerah optimum ditemukan maka model 2 digunakan Persamaan 5:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon \quad (5)$$

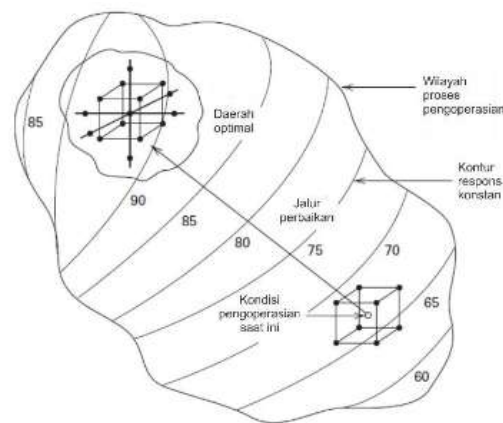
Keterangan:

y = nilai respon
 β_0 = intersep
 β_1 = koefisien linier
 β_{11} = koefisien kuadratik
 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 tahap optimasi dengan menggunakan permukaan respon yang sesuai. Jika prediksi dari fungsi respons permukaan sesuai dengan fungsi sebenarnya, analisis ini mencerminkan sistem yang sesungguhnya. Parameter model dapat diprediksi secara efektif jika data dikumpulkan menggunakan *design of experiments* yang tepat dapat dilihat pada

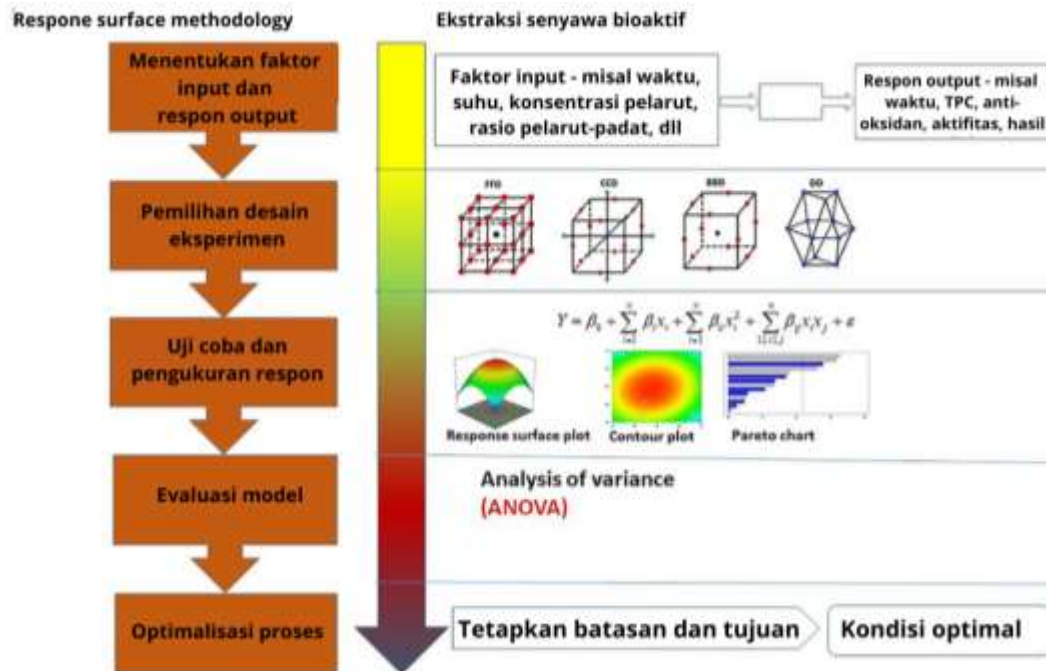
Gambar 14. Menurut Mousavi *et al* (2018) *design of experiments* (DoE) salah satu teknik paling umum untuk mengidentifikasi dan mengendalikan faktor efektif dalam optimasi proses. Dalam teknik ini menggunakan metode statistik, proses DoE terdiri dari tiga langkah dasar antara lain.

- 1) *Screening* (identifikasi faktor-faktor efektif pada *output*).
- 2) Optimasi (penentuan ruang optimal).
- 3) Validasi model (konfirmasi perkiraan).



Gambar 14. Proses optimasi dengan RSM (Sopyan *et al.*, 2021).

Beberapa pilihan DoE diantaranya *one factor at a time* (OFAT), *Taguchi design* (TD), *Box-Behnken design* (BBD), *central composite design* (CCD), *D-optimal* (DO), *Dohrlert design* (DD) dan *simplex method* (SM), and *artificial neural network* (AAN) (Boshagh and Rostami, 2020). Pendekatan BBD adalah desain orde kedua yang diperkenalkan pada tahun 1960. BBD didasarkan pada desain faktorial pecahan tiga level (-1, 0, +1) dan dapat diterapkan pada masalah yang memiliki tiga faktor atau lebih. Banyaknya percobaan yang diperlukan dalam desain ini adalah $2k(k-1) + n_c$, dimana k dan n_c masing-masing adalah banyaknya faktor dan titik pusat. Keunggulan BBD lebih ekonomis daripada DoE lain contohnya CCD karena membutuhkan lebih sedikit percobaan (Triandri dan Fitrianti, 2023). Skema teknik RSM ditunjukkan pada Gambar 15.

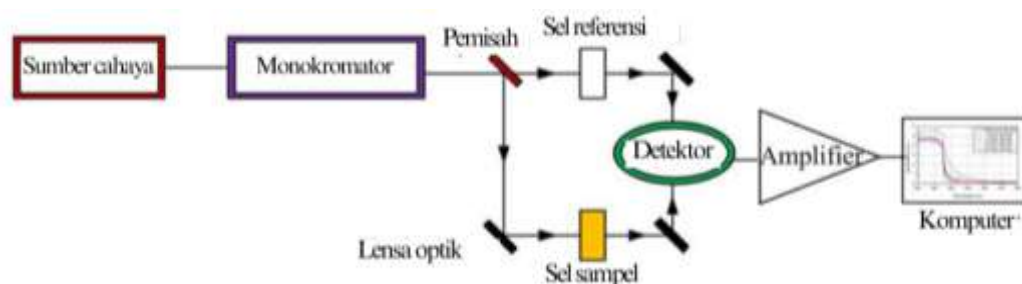


Gambar 15. Skema teknik RSM (Weremfo *et al.*, 2023).

Setelah pengumpulan data, analisis statistik menggunakan metode seperti ANOVA dilakukan untuk menarik kesimpulan objektif. Perangkat lunak statistik membantu dalam proses ini, dari pemilihan desain hingga pembuatan model. ANOVA menguji signifikansi model dan istilah-istilah di dalamnya. Setelah model dianggap sesuai, langkah berikutnya adalah mengidentifikasi bagian data yang tidak dapat dijelaskan oleh model (Triandri dan Fitrianti, 2023). Koefisien determinasi (R^2) dan nilai p dari ANOVA digunakan untuk menentukan penerimaan model. Koefisien determinasi R^2 yang tinggi dan standar deviasi yang rendah digunakan dalam menentukan model yang paling tepat untuk proses adsorpsi sehingga R^2 tidak boleh $< 0,8$. Semakin tinggi nilai R^2 akan semakin baik pula prediksi modelnya. Nilai p digunakan untuk mengevaluasi signifikansi setiap bagian dalam model dengan tingkat kepercayaan 95%, jika nilai $\leq 0,05$ dianggap tidak signifikan dan nilai $p < 0,0001$ model akan dianggap sangat baik. *F-Value* yang mencapai 93,45 menunjukkan seberapa signifikan model dan variabel-variabelnya. Semakin tinggi *F-Value* menunjukkan signifikansi istilah yang lebih besar terhadap respons (Onu *et al.*, 2021).

2.7. UV-Vis Spectrophotometry

UV-Vis Spectrophotometry atau spektrofotometer UV-Vis adalah teknik analisis yang populer di laboratorium kimia analisis, yang sering digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu senyawa dengan mengukur adsorbansi pada panjang gelombang tertentu. Alat ini berfungsi untuk mengukur daya serap cahaya oleh suatu cairan yang mengandung kromofor, sehingga memberikan informasi mengenai konsentrasi zat terlarut dalam sampel. Kelebihan metode spektrofotometer UV-Vis termasuk sensitivitas yang baik dan akurasi yang tinggi, menjadikannya pilihan yang direkomendasikan untuk analisis kualitatif serta pengukuran kadar kimia dalam sampel. Metode ini sering dipakai untuk analisis cepat, memudahkan pengukuran tanpa perlu pemisahan senyawa kompleks yang mungkin ada dalam sampel. Meskipun ada beberapa keterbatasan, metode ini tetap sangat efektif, khususnya dalam menentukan konten senyawa seperti kafein dalam kopi yang dapat memberikan hasil yang akurat dan presisi dalam waktu singkat. Oleh karena itu, spektrofotometer UV-Vis menjadi alat yang sangat berharga dalam berbagai aplikasi analisis di bidang kimia (Hidayah dkk., 2024). Dibawah ini adalah skema instrumen spektrofotometer UV-Vis yang ditunjukkan pada Gambar 16.

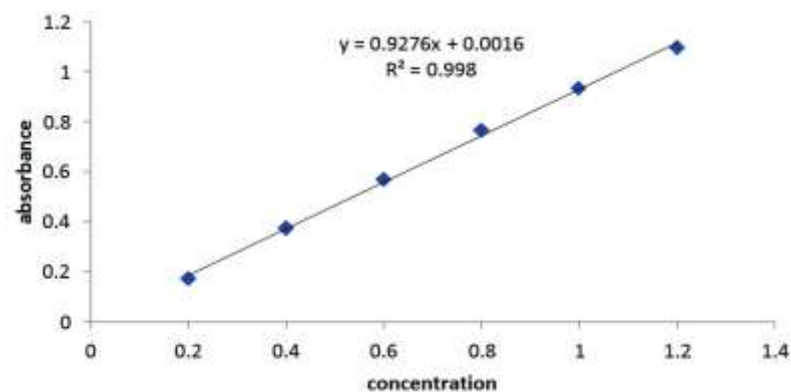


Gambar 16. Skema instrumen spektrofotometer UV-Vis (Alshehawy *et al.*, 2021).

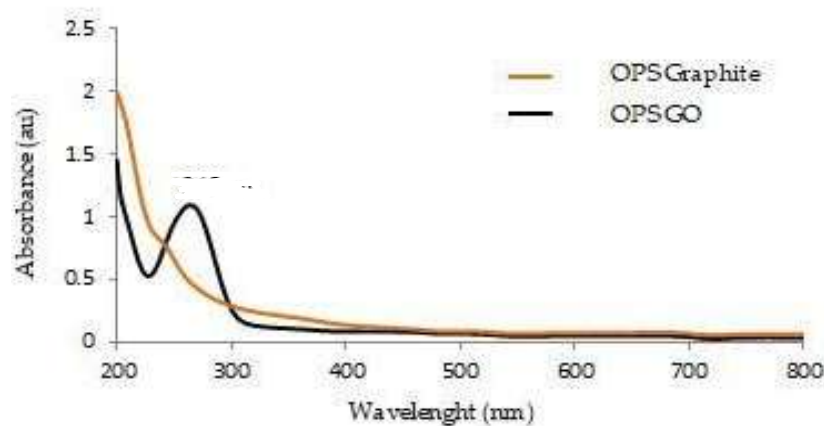
Prinsip kerja secara umum berdasarkan pengukuran panjang gelombang dan intensitas cahaya UV dan terlihat yang diserap oleh sampel sebagai fungsi dari panjang gelombang. Sampel diberikan radiasi UV (*ultraviolet*) pada panjang gelombang 180-380 nm atau cahaya terlihat (*visible light*) pada panjang gelombang 380-780 nm. Penyerapan radiasi menyebabkan promosi elektron dari

keadaan dasar ke keadaan terangsang pada kelompok fungsional kromofor. Data penyerapan ini akan dihasilkan oleh spektrofotometer UV-Vis dalam bentuk transmitansi atau absorbansi sebagai spektrum UV-Vis (Pratiwi *et al.*, 2022). Instrumen ini dipilih melihat keberhasilannya dalam pengukuran antibiotik *tetrasiklin*, *ampicillin* dan *fluoroquinolon* (Esati dkk., 2023; Lin and Cen, 2022; Talpur *et al.*, 2020).

Penetapan konsentrasi CIP membutuhkan kurva kalibrasi dengan mengukur serapan CIP pada rentang panjang gelombang 200-400 nm menggunakan akuades dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Gambar 17 menunjukkan linearitas yang diperoleh 0,2-1,2 µg/ml dengan nilai presisi LOD 0,310 dan LOQ 0,718 menandai ketepatan metode tinggi (Babita *et al.*, 2023). Sedangkan grafik panjang gelombang maksimum grafit dan GO akan mengkonfirmasi keberhasilan proses sintesis. Contoh grafik UV-Vis grafit-OPS dan GO-OPS dilihat pada Gambar 18.



Gambar 17. Kurva linearitas CIP pada 270 nm (Babita *et al.*, 2023).



Gambar 18. Grafik UV-Vis pada Grafit dan GO (Mursyidah *et al.*, 2023).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan selama bulan Oktober-Maret 2025 di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi GO dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) di BRIN, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan di UPT LTSIT Universitas Lampung, dan uji adsorpsi GO dengan antibiotik *Ciprofloxacin* (CIP) dilakukan dengan UV-Vis *Spectrophotometer* di Universitas Lampung.

3.2. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas beker, Erlenmeyer, labu ukur, tabung reaksi, rak tabung reaksi, mortar dan alu, corong kaca, pipet tetes, pipet volume, bulb pipet, kertas saring, cawan krus, batang pengaduk, spatula, botol semprot, neraca analitik (AND HR-150A 152 g/0,1 mg), *hot plate magnetic stirrer* (Stuart Biocote R200000 685), spinbar, *centrifuge* (Fischer Scientific 1827001027164), tabung *centrifuge*, oven (Heareus), pH meter (XS pH 60 Vio Lab), ultrasonik (1510 Branson), FTIR (Agilent Cary 630), SEM-EDX (JSM-IT200 + EDS JEOL), XRD (D8 Advance (Bruker)) dan UV-Vis *Spectrophotometer* (Shimadzu UV-1780).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah cangkang kelapa sawit (PTPN VII Bekri Lampung Tengah), H_2SO_4 pekat (Supelco Sigmaaldrich), KMnO_4 (MerckTM), H_2O_2 30% (Supelco Sigmaaldrich), BaCl_2 (MerckTM), antibiotik standar CIP (Hexpharm Jaya), HCl 37% (Smart-Lab), dan akuades.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Pembuatan Grafit dari Limbah Cangkang Kelapa Sawit

Prosedur awal yang dilakukan yaitu siapkan CKS yang sudah dibersihkan dan dijemur selama tiga hari. Kemudian letakkan CKS kedalam wadah tahan panas, dan masukkan kedalam oven dengan temperatur $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam (Egidia, 2021). CKS yang telah dikeringkan kemudian di pirolisis dengan modifikasi pada suhu pada $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama tiga jam (Nasir *et al.*, 2017). Sampel pirolisis kemudian diayak dengan ukuran partikel 300 mesh diperoleh biomassa grafit (Mursyidah *et al.*, 2023).

3.3.2. Pembuatan GO dengan Metode Hummers Termodifikasi

Grafit sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 mL, ditambahkan H_2SO_4 pekat sebanyak 23 mL, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* dalam wadah berisi es (*ice bath*) selama 30 menit, kemudian ke dalam campuran tersebut 3 gram KMnO_4 ditambahkan secara perlahan, suhu dipertahankan agar berada di bawah $10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Setelah itu, campuran diaduk pada suhu $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit, ditambahkan 46 mL akuades setelahnya secara perlahan hingga terjadi kenaikan suhu mencapai $98\text{ }^{\circ}\text{C}$, kemudian didiamkan selama 15 menit (Akhavan *et al.*, 2014).

Akuades sebanyak 140 mL ditambahkan ke dalam campuran, diikuti dengan penambahan 10 mL larutan H_2O_2 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 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 GO

Karakterisasi gugus fungsi dilakukan menggunakan FTIR, untuk mengetahui morfologi, identifikasi unsur, dan komposisi kuantitatif dilakukan menggunakan SEM-EDX, tingkat kristalinitas diidentifikasi menggunakan XRD serta mengetahui panjang gelombang maksimum adsorben menggunakan UV-Vis *Spectrophotometry*.

3.3.4. Pembuatan Larutan Induk CIP

Larutan induk CIP 500 ppm dibuat dengan cara 50 mg dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tanda tera, lalu dihomogenkan.

3.3.5. Pembuatan Larutan Standar CIP

Larutan baku CIP 100 ppm dibuat dengan memipet larutan induk CIP 500 ppm, lalu dibuat larutan baku CIP 50 ppm dengan memipet larutan baku CIP 100 ppm untuk pengenceran pada 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm dan blanko berupa akuades untuk pengukuran absorbansi filtrat dan menentukan panjang gelombang maksimum.

3.3.6. Optimasi DSPE menggunakan RSM

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, dan waktu kontak Tabel 3. Rentang variabel yang digunakan ini telah diperluas setelah melakukan optimasi DSPE terlampir pada Lampiran 1. Berdasarkan desain eksperimen menggunakan *software* Design Expert 13.0, dihasilkan 17 percobaan. 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 (Rinawati *et al.*, 2024).

Tabel 3. Level variabel independen dalam desain BBD

Faktor	-1	0	+1
pH	2	5	8
Massa adsorben GO (mg)	5	27,5	50
Waktu kontak (menit)	10	35	60

Dalam penelitian ini, percobaan dilakukan secara bergantian dan sesuai dengan nilai yang diberikan pada desain BBD . Untuk setiap sampel, larutan CIP dengan konsentrasi tetap 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 Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 270 nm yang

diberikan pada desain BBD (Tabel 4). Persentase adsorpsi antibiotik dianggap sebagai variabel respon menurut Persamaan 6.

$$\text{Adsorpsi (\%)} = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100\% \quad (6)$$

Keterangan :

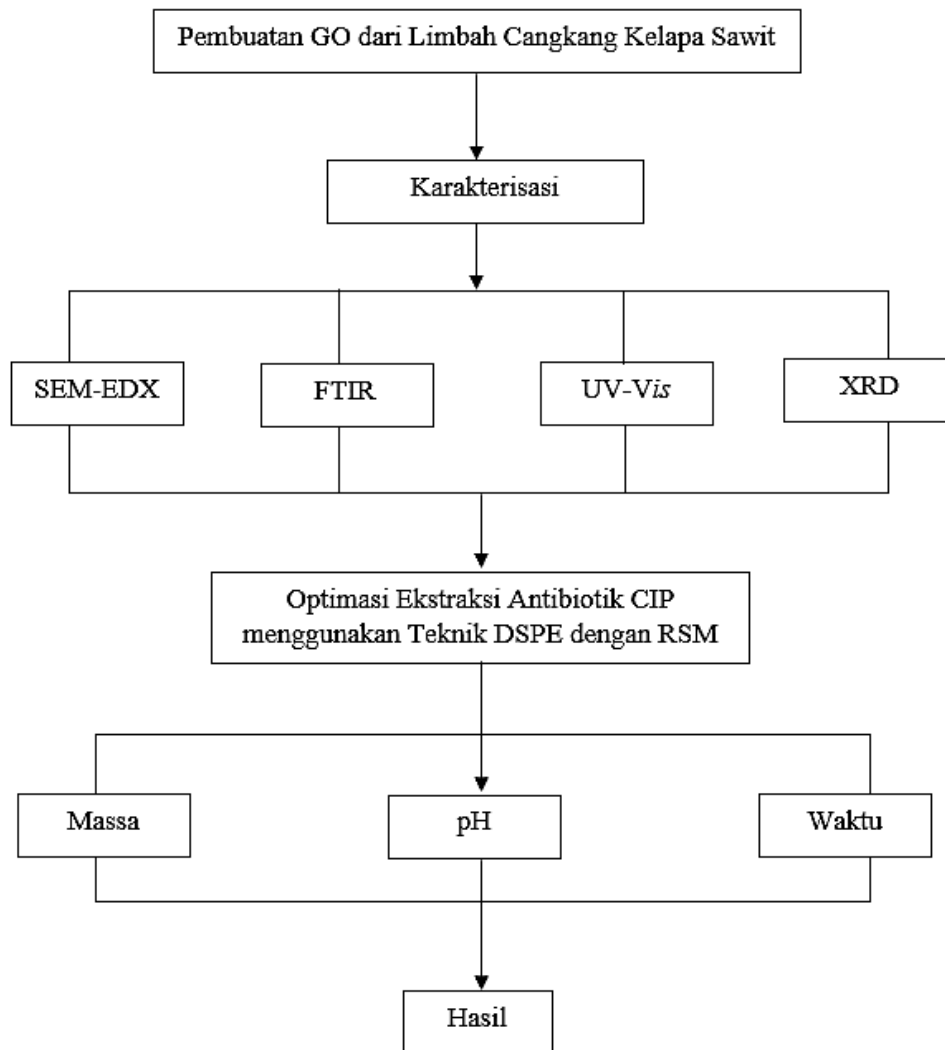
C_o = Konsentrasi awal CIP (ppm)

C_e = Konsentrasi akhir CIP setelah adsorpsi dalam larutan (ppm)

Tabel 4. *Desain eksperimen BBD*

<i>Run</i>	<i>pH</i>	<i>Massa Adsorben GO (mg)</i>	<i>Waktu Kontak (min)</i>
1	5	27,5	35
2	5	50	10
3	5	27,5	35
4	8	27,5	10
5	2	5	35
6	5	50	60
7	8	27,5	60
8	2	27,5	10
9	2	27,5	60
10	5	27,5	35
11	5	5	60
12	8	5	35
13	5	27,5	35
14	5	27,5	35
15	2	50	35
16	8	50	35
17	5	5	10

Diagram alir dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 19 berikut ini.



Gambar 19. Skema diagram alir penelitian.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

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

1. Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis GO yang dibuktikan dengan hasil karakterisasi XRD, FTIR, SEM-EDX, serta UV-Vis.
2. GO yang telah diperoleh memiliki gugus fungsi karboksil, karbonil, epoksi, dan hidroksil melalui hasil karakterisasi FTIR, spektrum UV-Vis mengidentifikasi GO pada serapan 201 nm, GO juga memiliki sudut 2 θ utama sebesar 12,09° berbentuk amorf berdasarkan hasil karakterisasi XRD, dan memiliki morfologi permukaan berupa tumpukan lembaran tipis berdasarkan hasil karakterisasi SEM, serta memiliki komposisi unsur C sebesar 63,26% lebih banyak dibanding dengan unsur O sebesar 36,74% melalui hasil karakterisasi EDX.
3. Adsorpsi CIP oleh GO dari cangkang kelapa sawit mencapai 84,28% dalam kondisi optimum pada pH 3,4; massa GO 37,90 mg; dan waktu kontak 58,84 menit. Validasi model RSM memperoleh prediksi 97,73%, interval kepercayaan 95%, dan *desirability* 1 memperkuat kesesuaian antara hasil percobaan dan prediksi. Mengindikasikan bahwa GO dari limbah CKS berpotensi sebagai adsorben alternatif yang efektif dan ramah lingkungan pada teknik DSPE dalam pengolahan limbah residu antibiotik CIP.

5.2. Saran

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya yaitu:

1. Perlu dilakukan uji desorpsi untuk dapat dilakukan penggunaan kembali adsorben GO.
2. Perlu meninjau hasil uji konfirmasi RSM sehingga hasil percobaan dapat ditingkatkan mendekati nilai prediksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abd Mutalib, M., Rahman, M. A., Othman, M. H. D., Ismail, A. F., and Jaafar, J. 2017. Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-Dispersive X-Ray (EDX) Spectroscopy. *In Membrane Characterization*. Elsevier B.V. Malaysia.
- Ahmad, A. A. M., Abdelgalil, S. Y., Khamis, T., Abdelwahab, A. M. O., Atwa, D. N., and Elmowalid, G. A. 2024. Thymoquinone' Potent Impairment of Multidrug-Resistant Staphylococcus aureus NorA Efflux Pump Activity. *Scientific Reports* 14(1): 1–11.
- Ain, N., Sarah, S. A., Azmi, N., Bujang, A., and Ab Mutalib, S. R. 2023. Response Surface Methodology (RSM) Identifies The Lowest Amount of Chicken Plasma Protein (CPP) in Surimi-Based Products with Optimum Protein Solubility, Cohesiveness, and Whiteness. *CYTA - Journal of Food*. 21(1): 646–655.
- Ain, Q. T., Haq, S. H., Alshammari, A., Al-Mutlaq, M. A., and Anjum, M. N. 2019. The Systemic Effect of PEG-nGO Induced Oxidative Stress In Vivo In A Rodent Model. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. 10(1): 901–911.
- Akhavan, O., Bijanzad, K., and Mirsepah, A. 2014). Synthesis of Graphene from Natural and Industrial Carbonaceous Wastes. *RSC Advances*. 4(39): 20441–20448.
- Alfatah, T., Mistar, E. M., Syabriyana, M., and Supardan, M. D. 2022. Advances in Oil Palm Shell Fibre Reinforced Thermoplastic and Thermoset Polymer Composites. *Alexandria Engineering Journal*. 61(6): 4945–4962.
- Ali, A., Chiang, Y. W., and Santos, R. M. 2022. X-Ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *Minerals*. 12(2): 1–25.
- Alishiri, M., Abdollahi, S. A., Neysari, A. N., Ranjbar, S. F., Abdoli, N., and Afsharjahanshahi, M. 2023. Removal of Ciprofloxacin and Cephalexin Antibiotics in Water Environment by Magnetic Graphene Oxide Nanocomposites; Optimization using Response Surface Methodology. *Results in Engineering*. 20(10): 101507.
- Amna, S., and Shahab, A. 2024. Sintesis Karbon Aktif dari Batang Kelapa Sawit Menggunakan Aktivator Asam Fosfat (H₃PO₄) Active Carbon Syntetic from

- Palm Oil Trunk Using Activator Phosphoric Acid (H_3PO_4). *Jurnal Teknik Patra Akademika*. 15(01): 1–11.
- Anggoro, R. S., Bimantio, M. P., dan Adisetya, E. 2023. Pemanfaatan Cangkang Kelapa Sawit Sebagai Bahan Campuran pada Pembuatan Paving Blok. *Jurnal Online Mahasiswa INSTIPER*. 1(3): 1984–1991.
- Anwar, D. I., Khumaisah, L. L., dan Haryadi, E. R. 2024. Potensi Limbah Cangkang Biji Karet dan Sekam Padi untuk Bahan Dasar Grafena Oksida Tereduksi (rGO) Sebagai Adsorben Penjernih Minyak. *Jurnal Teknik Kimia*. 9(2): 129–135.
- Aryani, T., dan Mu'awanah, I. A. U. 2023. Kajian Awal Sintesis Reduced Graphene Oxide (rGO) Metode Iradiasi Microwave dan Ultrasonikasi. *Jurnal Kolaboratif Sains*. 6(8): 1055–1060.
- Ayreen, Z., Khatoon, U., Kirti, A., Sinha, A., Gupta, A., Lenka, S. S., Yadav, A., Mohanty, R., Naser, S. S., Mishra, R., Chouhan, R. S., Samal, S. K., Kaushik, N. K., Singh, D., Suar, M., and Verma, S. K. 2024. Perilous Paradigm of Graphene Oxide and Its Derivatives in Biomedical Applications: Insight to Immunocompatibility. *Biomedicine and Pharmacotherapy*. 176(116842): 1–22.
- Babita, K., Kalra, K., Rajpoot, N., Joshi, P., and Pokhriyal, V. 2023. Simultaneous Estimation of Ciprofloxacin and Tinidazole by U.V Spectrophotometer using a Hydrotropic Solubilization Technique. *Biomedical and Pharmacology Journal*. 16(1): 399–404.
- Boshagh, F., and Rostami, K. 2020. A Review of Application of Experimental Design Techniques Related to Dark Fermentative Hydrogen Production. *Journal of Renewable Energy and Environment*. 7(2): 27–42.
- BPS. 2024. *Provinsi Lampung dalam Angka 2024*. BPS Provinsi Lampung. Lampung
- Brisebois, P. P., and Siaj, M. 2020. Harvesting Graphene Oxide Years 1859 to 2019: A Review of Its Structure, Synthesis, Properties and Exfoliation. *Journal of Materials Chemistry C*. 8(5): 1517–1547.
- Chen, X., Qu, Z., Liu, Z., and Ren, G. 2022. Mechanism of Oxidization of Graphite to Graphene Oxide by the Hummers Method. 7(27): 23503–23510.
- Corry Egidia. 2021. *Studi Lama Waktu Proses Water Treatment Dan Konsentrasi Graphene Oxide Cangkang Kelapa Sawit Dalam Mendapatkan Kualitas Air Injeksi*. Universitas Islam Riau.
- Coviello, D., García-Martínez, J. B., Buccione, R., Scrano, L., Barajas-Solano, A. F., and Brienza, M. 2021. Natural Clay-Based Materials for the Removal of Antibiotics from Contaminated Water. *Chemical Engineering Transactions*. 88(July): 1183–1188.
- Crapnell, R. D., Adarakatti, P. S., and Banks, C. E. 2023. Electroanalytical Overview: the Measurement of Ciprofloxacin. *Sensors and Diagnostics*.

3(1): 40–58.

- Cruz-Cruz, A., Rivas-Sanchez, A., Gallareta-Olivares, G., González-González, R. B., Cárdenas-Alcaide, M. F., Iqbal, H. M. N., and Parra-Saldívar, R. 2023. Carbon-Based Materials: Adsorptive Removal of Antibiotics from Water. *Water Emerging Contaminants and Nanoplastics*. 2(1): 1–17.
- Fang, W., Peng, Y., Muir, D., Lin, J., and Zhang, X. 2019. A critical review of synthetic chemicals in surface waters of the US, the EU and China. *Environment International*. 131(July): 104994.
- Fathur, A. R., Hendrawan, Y., Rosalia Dewi, S., and Malin Sutan, S. 2018. Optimasi Nilai Rendemen Dalam Pembuatan Virgin Coconut Oil (VCO) Menggunakan Pemasaran Suhu Rendah dan Kecepatan Sentrifugasi Dengan Response Surface Methodology (RSM). *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis Dan Biosistem*. 6(3): 218–228.
- Faujiah, P., Hijriani, B. I., dan Kurniawan, E. 2023. The Inhibition Activity Of Endophytic Bacteria Of Papaya Leaves (*Carica papaya* L.) Against *Staphylococcus Aureus*. *Journal of Natural Sciences*, 1(4): 101–106.
- Gaub, P., and Saxena, A. 2023. Ciprofloxacin Properties, Impacts, and Remediation. *CAB Reviews: Perspectives in Agriculture, Veterinary Science, Nutrition and Natural Resources*. 17(2): 1–9.
- Hagarová, I., and Nemček, L. 2021. Application of Metallic Nanoparticles and Their Hybrids as Innovative Sorbents for Separation and Pre-concentration of Trace Elements by Dispersive Micro-Solid Phase Extraction: A Minireview. In *Frontiers in Chemistry*. 9(May): 1–9.
- Hayri-Senel, T., Kahraman, E., Sezer, S., Erdol-Aydin, N., and Nasun-Saygili, G. 2024. Photocatalytic Degradation of Ciprofloxacin from Water with Waste Polystyrene and TiO₂ Composites. *Heliyon*. 10(25433): 1-13.
- Hidayah, H., Mudrikah, S., Amelia, T., dan Helsen. 2024. Perbandingan Metode Analisis Instrumen HPLC dan Spektrofotometer UV- VIS. *Jurnal Ilmiah Wahana Pendidikan*. 10(13): 377–386.
- Huong, N. T., Linh, V. Q., Thinh, N. N., and Thu, L. D. 2024. Fabrication of Graphene Oxide for Application in Removing Tetracycline Hydrochloride in Aqueous Solution. *JST: Engineering and Technology for Sustainable Development*. 34(3): 8–15.
- 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. In *International Journal of Analytical Chemistry*. 2017: 1–16.
- Johnson, J. B., Walsh, K. B., and Naiker, M. 2023. *The Use of Infrared Spectroscopy for the Quantification of Bioactive Compounds in Food : A Review*. 28(04): 1–34.
- Kadari, M., Belarbi, M., Belarbi, E. H., and Chaker, Y. 2018. Nano-Sensor Based

- on Ionic Liquid Functionalized Graphene Modified Electrode for Sensitive Detection of Tetrahydrofuran. *Lecture Notes in Networks and Systems*. 35(1): 486–491.
- Kasih, T. S. D., Taufik, M., dan Khair, M. 2020. Pembuatan Karbon Aktif dari Limbah Cangkang Kelapa Sawit (*Elaeis Guineensis*) Menggunakan Metoda Sonikasi. *Periodic*. 9(2): 60–64.
- Khan, H., Yerramilli, A. S., D'Oliveira, A., Alford, T. L., Boffito, D. C., and Patience, G. S. 2020. Experimental Methods in Chemical Engineering: X-Ray Diffraction Spectroscopy—XRD. *Canadian Journal of Chemical Engineering*. 98(6): 1255–1266.
- Kherroubi, L., Bacon, J., and Rahman, K. M. 2024. Navigating Fluoroquinolone Resistance in Gram-Negative Bacteria: A Comprehensive Evaluation. *JAC-Antimicrobial Resistance*. 6(4): 1–20.
- Khiam, Goh Kheng, Karri, Rama Rao, Mubarak, Nabisab Mujawar, Khalid, Mohammad, Walvekar, Rashmi, Abdullah, Ezzat Chan and Rahman, M. 2022. Modelling and Optimization for Methylene Blue Adsorption using Graphene oxide/Chitosan Composites via Artificial Neural Network-Particle Swarm Optimization. *Materials Today Chemistry*. 24(1): 100946.
- Khoddam, M. A., Norouzbeigi, R., Velayi, E., and Cavallaro, G. 2024. Statistical-based optimization and mechanism assessments of Arsenic (III) adsorption by ZnO-Halloysite nanocomposite. *Scientific Reports*, 14(1): 1-19.
- 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 of the United States of America*. 115(15): E3463–E3470.
- Kurniawan, I., Sholeh, A., dan Mariadi, P. D. 2022. Pemeriksaan Amonia dalam Air Menggunakan Metode Fenat dengan Variasi Suhu dan Waktu Inkubasi. *Gunung Djati Conference Series*. 7(1): 77–82.
- Labibah, A. N. C., Yuliono, G. K. Q., Chairunniza, N. D., dan Nurrohman, Thalia Putri dan Radianto, D. O. 2024. Upaya Pemanfaatan Limbah Kelapa Sawit. *Jurnal Sains Student Research*, 2(2): 148–153.
- Li, Z., Zhang, S., Zhu, G., and Xing, J. 2024. Use of Graphene Oxide for The Removal of Norfloxacin and Ceftriaxone Antibiotics from Aqueous Solution: Process Optimization using Response Surface Approach. *Frontiers in Environmental Science*. 12(8): 1–11.
- Limato, R., Lazarus, G., Dernison, P., Mudia, M., Alamanda, M., Nelwan, E. J., Sinto, R., Karuniawati, A., Rogier van Doorn, H., and Hamers, R. L. 2022. Optimizing Antibiotic Use in Indonesia: A Systematic Review and evidence Synthesis to Inform Opportunities for Intervention. *The Lancet Regional Health - Southeast Asia*. 2(6): 1–23.
- Lin, Y., and Cen, S. 2022. Content Determination of Ampicillin by Ni(ii)-

- Mediated UV-Vis Spectrophotometry. *RSC Advances*. 12(16): 9786–9792.
- Machado, A. B., Schmitt, P., Maraschin, T. G., Osorio, D. M. M., Basso, N. R. de S., and Berlese, D. B. 2024. Adsorption Capacity of Pollutants from Water by Graphene and Graphene-Based Materials: A Bibliographic Review. *Contribuciones a Las Ciencias Sociales*. 17(2): e4707.
- Mendoza, M. M., Cuesta, C. A. M., Sánchez, M. A. Z., Montiel, E. C. P., Berbudez, A. M. and, and González, C. P. 2024. *Metal Organic Frameworks Used as Antibiotic Removal Agents in Water*. Intech. Croatia
- Mousavi, L., Tamiji, Z., and Khoshayand, M. R. 2018. Applications and Opportunities of Experimental Design for The Dispersive Liquid–Liquid Microextraction Method - A Review. *Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids*. 190(1): 335–356.
- Mursyidah, Nur Hadziqoh, Binti Mod Zaid, H., and Rahmayeni, F. 2023. The Effect of Graphene Oxide Biomass as Filtration Loss Control Agent of Water-Based Mud Fluid. *International Journal of Natural Science and Engineering*. 7(2): 172–181.
- Nainggolan, E. A., dan Amwar, D. 2023. Optimasi Kondisi Blansir Terhadap Whiteness Index Tepung Umbi Kayu Menggunakan Response Surface Methodology (RSM). *Fruitset Sains* 10(6): 418–425.
- Nasir, S., Hussein, M. Z., Yusof, N. A., and Zainal, Z. 2017. Oil Palm Waste-Based Precursors As A Renewable and Economical Carbon Sources for the Preparation of Reduced Graphene Oxide from Graphene Oxide. *Nanomaterials*. 7(7): 1–18.
- Nebol'sin, V. A., Galstyan, V., and Silina, Y. E. 2020. Graphene Oxide and Its Chemical Nature: Multi-Stage Interactions Between the Oxygen and Graphene. *Surfaces and Interfaces*. 21(100763): 1-70.
- Nejad, L. M., 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.
- Noer, Z., Tan, D., Harahap, M. S., Harsa, M., Merry, S., and Pasaribu, G. 2024. Analysis and Characterization of Graphene Oxide Derived from Oil Palm Empty Fruit Bunch Using X-Ray Diffraction. *Journal of Technomaterial Physics*. 06(02): 127–131.
- Nozaki, K., Tanoue, R., Kunisue, T., Tue, N. M., Fujii, S., Sudo, N., Isobe, T., Nakayama, K., Sudaryanto, A., Subramanian, A., Bulbule, K. A., Parthasarathy, P., Tuyen, L. H., Viet, P. H., Kondo, M., Tanabe, S., and Nomiyama, K. 2023. Pharmaceuticals and Personal Care Products (PPCPs) in Surface Water and Fish from Three Asian Countries: Species-specific Bioaccumulation and Potential Ecological Risks. *Science of the Total*

Environment. 866(161258):1-14.

- Nuwarapaksha, T. D., Dissanayaka, D. M. N. S., Udumann, S. S., Vinujan, S., and Atapattu, A. J. 2024. Exploring the Impact of Pyrolysis Temperature on Nutrient Composition of *Gliricidia sepium* Biochar: A Comprehensive Study. *Technology in Agronomy*. 4(1): 2–10.
- Okolie, J. A., Nanda, S., Dalai, A. K., and Kozinski, J. A. 2021. Chemistry and Specialty Industrial Applications of Lignocellulosic Biomass. *Waste and Biomass Valorization*. 12(5): 2145–2169.
- Onu, C. E., Nwabanne, J. T., Ohale, P. E., and Asadu, C. O. 2021. Comparative Analysis of RSM, ANN and ANFIS and the Mechanistic Modeling in Eriochrome Black-T dye Adsorption using Modified Clay. *South African Journal of Chemical Engineering*. 36(July): 24–42.
- Ozumchelouei, E. J., Hamidian, A. H., Zhang, Y., and Yang, M. 2020. Physicochemical Properties of Antibiotics: A Review with an Emphasis on Detection in the Aquatic Environment. *Water Environment Research*. 92(2): 177–188.
- Permana, E., Tarigan, I. L., Gusti, D. R., dan Lestari, I. 2019. Analisis Mutu Karbon Aktif dari Cangkang Kelapa Sawit Menggunakan Larutan Aktifator $ZnCl_2$. *Jurnal Teknologi*. 12(2): 170–175.
- Pratiwi, R. A., Nandiyanto, A. B. D., Bayu, A., dan Nandiyanto, D. 2022. How to Read and Interpret UV-VIS Spectrophotometric Results in Determining the Structure of Chemical Compounds. *Indonesian Journal of Educational Research and Technology*. 2(1): 1–20.
- Prodan, D., Moldovan, M., Furtos, G., Sarosi, C., Filip, M., Perhait, I., Carpa, R., Popa, M., Cuc, S., Varvara, S., and Popa, D. 2021. *Applied Sciences Synthesis and Characterization of Some Graphene Oxide Powders Used as Additives in Hydraulic Mortars*. 11(11330): 1–16.
- Rajput, P., Kumar, P., Priya, A. K., Kumari, S., Shiade, S. R. G., Rajput, V. D., Fathi, A., Pradhan, A., Sarfraz, R., Sushkova, S., Mandzhieva, S., Minkina, T., Soldatov, A., Wong, M. H., and Rensing, C. 2024. Nanomaterials and Biochar Mediated Remediation of Emerging Contaminants. *Science of The Total Environment*. 916(170064).
- Ratih, D., Siburian, R., and Andriayani. 2018. The Performance of Graphite/N-Graphene and Graphene/N-Graphene as Electrode in Primary Cell Batteries. *Rasayan Journal of Chemistry*. 11(4): 1649–1656.
- Rinawati, Isro, A., Fitrianiingsih, E., Rahmawati, A., Kiswandono, A. A., and Nitti, F. 2024. *Enhancing Ciprofloxacin Removal : Unveiling the Potential of Graphene Oxide Synthesised from Cassava Peels through Box-Behnken Design Optimisation*. 12(4): 1–20.
- Ruiz, S., Tamayo, J. A., Ospina, J. D., Porras, D. P. N., Zapata, M. E. V., Hernandez, J. H. M., Valencia, C. H., Zuluaga, F., and Tovar, C. D. G. 2019. Antimicrobial Films Based on Nanocomposites of Chitosan/Poly(Vinyl

- alcohol)/Graphene Oxide for Biomedical Applications. *Biomolecules*. 9(3): 1–17.
- Sahoo, D.K., Dalai, B., Dash, S. and Parida, C., 2023. A New Perception to the Spectroscopic, Dielectric and Impedance Behavior of Graphene Oxide. *Ferroelectrics*. 603(1): 185-209.
- Sambo, G. N., Adeola, A. O., and Muhammad, S. A. 2024. Oil Palm Waste-Derived Adsorbents for The Sequestration of Selected Polycyclic Aromatic Hydrocarbon in Contaminated Aqueous Medium. *Applied Water Science*. 14(6): 1–13.
- Santamaria, G., B, E. G., Arojas, Gonzalez, E. Q., Mora, E. S., Ruiz, M. Q., Santamaria-Juarez, D., and J. 2019. Safer Modified Hummars Method for Synthesis of Graphene Oxide with Higher Quality and High Yeild. *Materials Research Express*. 6(12): 1–31.
- 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(10): 109154.
- Siddique, I. 2024. Exploring Functional Groups and Molecular Structures: A Comprehensive Analysis using FTIR Spectroscopy. *SSRN Electronic Journal*. 9(2): 70–76.
- Sopyan, I., Zuhrotun, A., dan Hidayat Rifky, I. 2021. Design-Expert Sebagai Alat Optimasi Formulasi Sediaan Farmasi. *Majalah Farmaksetika*. 6(1): 99–120.
- Sujiono, E. H., Zurnansyah, Zabrian, D., Dahlan, M. Y., Amin, B. D., Samnur, and Agus, J. 2020. Graphene Oxide Based Coconut Shell Waste: Synthesis by modified Hummers Method and Characterization. *Heliyon*. 6(8): 1–8.
- Talpur, M. M. A., Pirzada, T., and Arain, M. A. 2020. Application of UV-Visible Spectrophotometric Method for the Estimation of Ciprofloxacin HCL and Levofloxacin Hemihydrate (antibiotics) in Marketed Drugs. *Journal of the Chemical Society of Pakistan*. 42(5): 679–686.
- Tarigan, M., Oktavianty, H., dan Kusumastuti. 2023. Pembuatan Briket Arang dari Cangkang Kelapa Sawit dan Ampas Tebu Menggunakan Perekat Tapioka. *Agroforetech*. 1(3): 1969–1975.
- Ting, T. Z. H., Rahman, M. E., Lau, H. H., Ting, M. Z. Y., and Pakrashi, V. 2020. Oil Palm Kernel Shell - A Potential Sustainable Construction Material. In *Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials: 1-5*. Elsavier Inc.
- Titus, D., James Jebaseelan Samuel, E., and Roopan, S. M. 2018. Nanoparticle Characterization Techniques. In *Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles*. Elsevier Inc.
- Triandri, P., dan Fitrianti, D. 2023. Peranan Metode Desain Eksperimen dalam Formulasi Sediaan Farmasi. *Jurnal Riset Farmasi*. 3(1): 57–64.

- Trikkaliotis, D. G., Christoforidis, A. K., Mitropoulos, A. C., and Kyzas, G. Z. 2021. Graphene Oxide Synthesis, Properties and Characterization Techniques: A Comprehensive Review. *ChemEngineering*. 5(3): 1–24.
- Urade, A. R., Lahiri, I., and Suresh, K. S. 2023. Graphene Properties, Synthesis and Applications: A Review. *Jom*. 75(3): 614–630.
- Vitri, G., dan Herman, H. 2019. Pemanfaatan Limbah Kelapa Sawit Sebagai Material Tambahan Beton. *Jurnal Teknik Sipil ITP*. 6(2): 78–87.
- Voonna, D. T. R. 2024. Infrared Spectroscopy. In *Futuristic Trends in Chemical, Material Sciences and Nano Technology Vol. 3*. India.
- Wei, J., Guo, Q., Ding, L., Gong, Y., Yu, J., and Yu, G. 2019. *Understanding the Effect of Different Biomass Ash Additions on Pyrolysis Product Distribution , Char Physicochemical Characteristics , and Char Gasi fi cation Reactivity of Bituminous Coal*. 33(4): 3068-3076.
- Weremfo, A., Abassah-Oppong, S., Adulley, F., Dabie, K., and Seidu-Larry, S. 2023. Response Surface Methodology As A Tool to Optimize The Extraction of Bioactive Compounds from Plant Sources. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 103(1): 26–36.
- Widhi, A. P. K. N., dan Saputra, I. N. Y. 2021. Residu Antibiotik Serta Keberadaan Escherichia Coli Penghasil ESBL pada Daging Ayam Broiler di Pasar Kota Purwokerto. *Jurnal Kesehatan Lingkungan Indonesia*. 20(2): 137–142.
- Widyaningrum, B. A., D. Apriani., P. Amanda., Ismadi., and S. 2021. Synthesis and Characterization of Graphene Oxide Composite With Fe₃O₄. *Materials Science- Poland*. 22(2): 101–109.
- Winarni, S., Sunengsih, N., and Ginanjar, I. 2021. Multi Responses taguchi optimization using overlaid contour plot and desirability function. *Journal of Physics: Conference Series*. 1776(1): 1-9.
- Yamin, M. A., Aritonang, S., dan Murniati, R. 2024. Grafen untuk Aplikasi Penyerapan Gelombang Radar Mikro: Dari Sintesis Graphene Oxide (GO) Berbasis Tempurung Kelapa Muthi'ah. *Jurnal Rekayasa Material, Manufaktur, Dan Energi*. 7(2): 281–288.
- Yang, Q., Gao, Y., Ke, J., Show, 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.
- Yasmin, S., Azam, M. G., Hossain, M. S., Akhtar, U. S., and Kabir, M. H. 2024. Efficient Removal of Ciprofloxacin from Aqueous Solution Using Zn–C Battery Derived Graphene Oxide Enhanced by Hydrogen Bonding, Electrostatic and π - π Interaction. *Heliyon*. 10(12): 1-17.
- Yu, W., Sisi, L., Haiyan, Y., and Jie, L. 2020. Progress in the Functional Modification of Graphene/Graphene Oxide: A Review. *RSC Advances*.

10(26): 15328–15345.

Zhang, P., He, M., Teng, W., Li, F., Qiu, X., Li, K., and Wang, H. 2024. Ordered Mesoporous Materials for Water Pollution Treatment: Adsorption and Catalysis. *Green Energy and Environment*. 9(8): 1239–1256.

Zheng, S., Wang, Y., Chen, C., Zhou, X., Liu, Y., Yang, J., Geng, Q., Chen, G., Ding, Y., and Yang, F. 2022. Current Progress in Natural Degradation and Enhanced Removal Techniques of Antibiotics in the Environment: A Review. *International Journal of Environmental Research and Public Health*. 19(17): 1–31.