

Optimasi pH, Massa Adsorben, Konsentrasi, Waktu Kontak, dan Pelarut Desorpsi pada *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis Karbon Aktif dari Kayu Bakau untuk Penentuan Residu *Ciprofloxacin*

Innamaa Trina^{1*}, Rinawati¹, Agung Abadi Kiswandono¹, Suharso¹, Dian Herasari¹, dan Andi Setiawan¹

¹Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Lampung, Indonesia; e-mail: innamaatrina06@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan mengoptimalkan metode Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) berbasis karbon aktif dari kayu bakau untuk penentuan residu *ciprofloxacin* sebagai upaya mengurangi potensi pencemaran perairan oleh antibiotik. Karbon aktif yang digunakan memenuhi standar SNI 06-3730-1995. Karakterisasi SEM-EDX menunjukkan pori-pori lebih terbuka setelah aktivasi, dengan peningkatan kadar karbon dari 86,72% menjadi 87,71% serta penurunan oksigen dari 13,28% menjadi 12,29%. Analisis FTIR mengonfirmasi adanya gugus OH, C=O, C=C, dan C-O yang berperan dalam adsorpsi. Optimasi DSPE menunjukkan kondisi optimum pada konsentrasi 2 ppm, pH 4, massa adsorben 20 mg, dan waktu kontak 50 menit, dengan efisiensi adsorpsi 79,85%. Kondisi desorpsi terbaik diperoleh menggunakan pelarut asam asetat:metanol (2:8) dengan efisiensi 80,51%. Analisis isoterm menunjukkan bahwa model Langmuir maupun Freundlich hanya memberikan kecocokan moderat, sehingga diperlukan pendekatan isoterm lain untuk memahami mekanisme adsorpsi secara lebih komprehensif. Validasi metode menggunakan UV-Vis menunjukkan linearitas sangat baik dengan nilai R sebesar 0,9975, serta sensitivitas memadai dengan LoD 0,0461 ppm dan LoQ 0,1536 ppm. Nilai RSD 4,3518% dan recovery 80,89% memenuhi kriteria validasi analitik. Hasil ini menunjukkan bahwa karbon aktif kayu bakau berpotensi digunakan sebagai adsorben dalam penentuan dan pengolahan residu *ciprofloxacin* pada lingkungan perairan.

Kata kunci: Karbon Aktif, Kayu Bakau, Adsorpsi, Optimasi DSPE, *Ciprofloxacin*

ABSTRACT

This study aims to optimize a Dispersive Solid Phase Extraction (DSPE) method using activated carbon derived from mangrove wood for determining ciprofloxacin residues, as an effort to reduce potential aquatic pollution caused by persistent antibiotics. The activated carbon used met the quality requirements of SNI 06-3730-1995. SEM-EDX characterization showed more open pores after activation, with an increase in carbon content from 86.72% to 87.71% and a decrease in oxygen content from 13.28% to 12.29%. FTIR analysis confirmed the presence of OH, C=O, C=C, and C-O functional groups involved in adsorption. DSPE optimization indicated optimum conditions at 2 ppm ciprofloxacin, pH 4, 20 mg adsorbent, and 50-minute contact time, achieving 79.85% adsorption efficiency. Optimal desorption was obtained using acetic acid:methanol (2:8) with an efficiency of 80.51%. Adsorption isotherm analysis showed that both Langmuir and Freundlich models exhibited moderate fits, suggesting the need for alternative models to better explain the underlying adsorption mechanism. Method validation using UV-Vis spectroscopy demonstrated excellent linearity with an R value of 0.9975, and adequate sensitivity with LoD of 0.0461 ppm and LoQ of 0.1536 ppm. The RSD value of 4.3518% and recovery of 80.89% met analytical validation criteria. Overall, the findings indicate that mangrove-derived activated carbon has promising potential as an adsorbent for determining and treating ciprofloxacin residues in aquatic environments.

Keywords: Activated Carbon, Mangrove Wood, Adsorption, DSPE Optimization, *Ciprofloxacin*

Citation: Trina, I., Rinawati, Kiswandono, A. A., Suharso, Herasari, D., Setiawan, A. (2025). Optimasi pH, Massa Adsorben, Konsentrasi, Waktu Kontak, dan Pelarut Desorpsi pada *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis Karbon Aktif dari Kayu Bakau untuk Penentuan Residu *Ciprofloxacin*. Jurnal Ilmu Lingkungan, 23(6), 1509-1517, doi:10.14710/jil.23.6.1509-1517

1. PENDAHULUAN

Peningkatan penggunaan antibiotik dalam berbagai sektor, seperti industri, obat-obatan,

peternakan, pertanian, dan akuakultur, berpotensi merusak lingkungan perairan akibat meningkatnya resistensi bakteri (Wardani dkk., 2022). Salah satu

antibiotik yang menjadi perhatian adalah *ciprofloxacin*, yang sering digunakan untuk pengobatan manusia dan hewan. Ciprofloxacin tidak sepenuhnya dimetabolisme oleh tubuh, sehingga residunya dapat mencemari lingkungan perairan jika tidak terurai dengan baik (Faleye *et al.*, 2018; Muslim *et al.*, 2020). Antibiotik ini merupakan turunan fluoroquinolone generasi kedua yang digunakan untuk menghambat pertumbuhan bakteri (Agustanty dan Budi, 2022). Dengan sifatnya yang stabil dan sulit terurai, *ciprofloxacin* menjadi ancaman serius bagi ekosistem perairan (Diniz *et al.*, 2021).

Pada konsentrasi *Ciprofloxacin* telah terdeteksi dalam air limbah rumah sakit dengan konsentrasi mencapai $34 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ (Rodrigues-Silva *et al.*, 2019) dan bahkan hingga $\geq 310 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ dalam tangki aerasi lumpur aktif selama proses pengolahan limbah, yang dapat menghambat aktivitas bakteri (Diniz *et al.*, 2021). Nilai tersebut jauh melebihi *predicted no-effect concentration* (PNEC) *ciprofloxacin* yang dilaporkan sekitar $1,2 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$, sehingga menandakan potensi risiko ekologis yang signifikan. Keberadaan residu antibiotik ini pada konsentrasi tinggi dapat menimbulkan dampak ekotoksikologi terhadap organisme akuatik, termasuk gangguan pertumbuhan dan perubahan fungsi biologis (Hunge *et al.*, 2023; Muslim *et al.*, 2020). Oleh karena itu, pengembangan metode pemantauan yang efisien terhadap residu *ciprofloxacin* sangat diperlukan.

Berbagai teknik analisis, seperti kromatografi, spektrofotometri UV-Vis, dan elektroforesis kapiler (CE) yang digabungkan dengan spektrometer massa (MS), telah digunakan untuk mendeteksi antibiotik dalam matriks lingkungan. Namun, kompleksitas matriks lingkungan menjadikan proses analisis lebih menantang (Khataei *et al.*, 2022). Preparasi sampel yang presisi sangat diperlukan untuk memisahkan analit dari matriks, meskipun metode ekstraksi cair-cair masih sering digunakan. Sayangnya, metode ini memerlukan banyak pelarut organik dan waktu yang lama (Rinawati *et al.*, 2019). Sebagai alternatif, *Dispersive Solid Phase Extraction* (DSPE) menjadi pilihan yang lebih efektif. DSPE menawarkan keunggulan berupa efisiensi biaya, minim penggunaan pelarut, serta proses yang cepat dan mudah (Rinawati *et al.*, 2024). Dalam DSPE, karbon aktif sering dipilih sebagai adsorben karena memiliki pori-pori besar yang mendukung proses adsorpsi (Bruni *et al.*, 2023).

Pengembangan karbon aktif berbahan alam, seperti kayu bakau, menjadi solusi yang menjanjikan. Kayu bakau kaya akan karbon dan tersedia melimpah di Indonesia (Abas *et al.*, 2015; Manousi *et al.*, 2021). Saat ini, kayu bakau sebagian besar hanya dimanfaatkan untuk bahan bakar arang, filter air, dan briket, sementara sisanya sering terbuang tanpa pengolahan lebih lanjut (Maryudi *et al.*, 2021). Padahal, kayu bakau memiliki potensi besar sebagai bahan baku karbon aktif karena struktur keras dan padat serta kandungan karbonnya yang mencapai $\geq 45\%$ (Paryanto dkk., 2019). Melalui serangkaian

proses konversi dan aktivasi kimia, kayu bakau dapat diolah menjadi karbon aktif yang efektif untuk pengolahan limbah.

Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa karbon aktif berbasis kayu bakau mampu mengadsorpsi *ciprofloxacin* dari lingkungan perairan (Tran *et al.*, 2022). Aktivasi karbon aktif menghasilkan pori-pori besar yang terbentuk secara merata, meningkatkan kapasitas adsorpsi (Masthura dan Putra, 2018; Putri dan Musfirah, 2019; Udyani dkk., 2019). Namun, penerapan karbon aktif kayu bakau dalam metode *dispersive solid phase extraction* (DSPE) untuk analisis *ciprofloxacin* masih memerlukan optimasi pada beberapa parameter operasional, seperti pH larutan, massa adsorben, konsentrasi awal, waktu kontak, serta jenis pelarut desorpsi, yang sangat menentukan efisiensi ekstraksi. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan mengoptimasi parameter-parameter DSPE tersebut guna memperoleh kondisi terbaik untuk pemisahan dan penentuan residu *ciprofloxacin* di lingkungan perairan.

2. METODE PENELITIAN

2.1. Preparasi dan Pembuatan Karbon Aktif dari Kayu Bakau

Limbah kayu bakau diperoleh dari Ekowisata Mangrove Desa Gebang "Petengoran," Kecamatan Teluk Pandan, Kabupaten Pesawaran, Provinsi Lampung. Kayu bakau dibersihkan dari kotoran, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Setelah kering, kayu bakau dikarbonisasi dengan cara pirolisis sederhana menggunakan wadah logam kedap udara pada suhu tinggi ($\pm 400\text{--}600^\circ\text{C}$) selama ± 3 jam. Hasil karbonisasi berupa karbon kayu bakau dihancurkan menggunakan alat penggiling dan diayak dengan ukuran 106 mikron (Trina *et al.*, 2022).

Karbon yang lolos ayakan selanjutnya diaktivasi dengan dua metode: aktivasi fisika dan aktivasi kimia. Aktivasi fisika dilakukan dengan memanaskan karbon sebanyak 500 gram dalam tanur pada suhu 500°C selama 1 jam, kemudian didinginkan dalam desikator hingga suhu stabil. Aktivasi kimia dilakukan dengan merendam karbon aktif hasil aktivasi fisika tanpa pengadukan dalam larutan H_3PO_4 10% sebanyak 1 liter selama 24 jam. Setelah direndam, karbon aktif disaring, dibilas dengan akuades hingga pH netral, dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam, dan didinginkan kembali dalam desikator hingga suhunya stabil.

2.2. Uji Kualitas dan Karakterisasi Karbon Aktif

Karbon aktif yang dihasilkan dan tidak diaktivasi dilakukan uji kualitas berdasarkan standar mutu SNI 06-3730-1995 tentang karbon aktif yaitu rendemen, kadar air, kadar abu, kadar zat menguap, kadar karbon terikat, dan daya serap iod. Sedangkan pada karakterisasi SEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan adsorben dan melihat komposisi yang terkandung dalam karbon aktif, serta FTIR untuk mengidentifikasi jenis-jenis gugus fungsi yang dapat mengindikasikan komposisi pada adsorben.

2.3. Optimasi Parameter Ekstraksi Ciprofloxacin dengan Metode DSPE

2.3.1. pH Optimum

Karbon aktif sebanyak 20 mg dicampur dengan 20 mL larutan *ciprofloxacin* 2 ppm pada pH berbeda (2, 3, 4, 5, dan 6). Campuran diaduk, disentrifugasi, dan disaring. Filtrat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.3.2. Massa Optimum

Variasi massa karbon aktif (10, 15, 20, 25, dan 30 mg) diuji dengan larutan *ciprofloxacin* 2 ppm pada pH optimum. Filtrat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2.3.3. Konsentrasi Optimum

Larutan *ciprofloxacin* dengan konsentrasi berbeda (2, 4, 6, 8, dan 10 ppm) diuji dengan karbon aktif massa optimum pada pH optimum.

2.3.4. Waktu Kontak Optimum

Massa karbon optimum diuji dengan konsentrasi optimum pada waktu kontak 20, 30, 40, 50, dan 60 menit, kemudian dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.3.5. Pelarut Desorpsi Optimum

Pelarut metanol, etanol, dan asam asetat-metanol (2:8) diuji untuk desorpsi *ciprofloxacin* dari karbon aktif pada kondisi optimum.

2.4. Validasi Metode

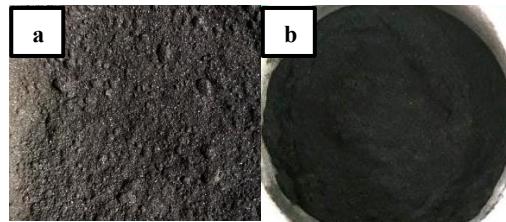
Prosedur validasi metode mencakup uji linearitas dengan menentukan hubungan konsentrasi dan absorbansi, penghitungan LoD dan LoQ berdasarkan standar deviasi presisi dan slope kurva kalibrasi, uji presisi melalui pengukuran berulang untuk menghitung % RSD, serta uji akurasi dengan metode recovery untuk menilai ketepatan analisis.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Preparasi Kayu Bakau dan Pembuatan Karbon Aktif

Karbon aktif dari kayu bakau berhasil dibuat melalui proses pembersihan, karbonisasi, dan aktivasi. Pada tahap akhir, karbon aktif yang diaktifkan secara kimia menggunakan larutan H_3PO_4 10% menunjukkan perbedaan signifikan dibandingkan karbon yang belum diaktifkan (Khuluk, 2016). Karbon aktif hasil aktivasi memiliki tekstur serbusk yang lebih halus dan ringan, sedangkan karbon sebelum aktivasi cenderung bertekstur lebih padat dan berat yang dapat dilihat pada Gambar 1. Aktivasi fisika pada suhu 500°C selama 1 jam serta aktivasi kimia selama 24 jam efektif meningkatkan jumlah pori dan luas permukaan karbon aktif, yang dapat dilihat dari perubahan struktur fisik dan karakteristik visual (Masthura dan Putra, 2018; Tran et al., 2022). H_3PO_4 berperan melarutkan zat pengotor pada karbon yang tidak menguap selama proses aktivasi fisika,

membentuk pori-pori baru, dan meningkatkan daya serap karbon aktif (Kadang dkk., 2020).



Gambar 1. Karbon (a) Sebelum, (b) Sesudah Aktivasi

3.2. Uji Kualitas Karbon Aktif

Uji kualitas karbon aktif kayu bakau bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat karbon aktif yang berpengaruh terhadap kualitas karbon aktif yang dihasilkan. Penentuan uji kualitas karbon aktif dalam penelitian ini mengacu pada SNI-06-3730-1995 (Badan Standardisasi Nasional, 1995). Hasil dari penelitian dapat dilihat pada Tabel 1.

3.3. SEM-EDX (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray)

Analisis SEM-EDX digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dan komposisi unsur pada karbon sebelum dan sesudah aktivasi. Hasil SEM dengan pembesaran 5000x menunjukkan bahwa permukaan karbon sebelum aktivasi memiliki pori-pori yang belum terbentuk sempurna dengan pengotor yang menutupi pori-pori (Gambar 2). Setelah aktivasi, permukaan karbon menjadi lebih terbuka dengan pori-pori yang terbentuk baik (Gambar 3). Aktivator berupa H_3PO_4 berperan signifikan dalam menghilangkan pengotor seperti hidrokarbon dan tar selama karbonisasi (Wang et al., 2017).

Berdasarkan fraktogram EDX, persen atom unsur C sebelum aktivasi sebesar 86,72% meningkat menjadi 87,71%, sedangkan unsur O turun dari 13,28% menjadi 12,29%. Hal ini sejalan dengan penelitian Tran et al. (2022) yang menunjukkan peningkatan unsur C dari 76,86% menjadi 86,74% dan penurunan unsur O dari 20,74% menjadi 12,22%. Peningkatan atom karbon dan penurunan oksigen terjadi karena proses aktivasi mengurangi gugus oksigen, seperti karbonil ($C=O$) dan hidroksil ($-OH$), melalui pemanasan, sehingga meningkatkan proporsi karbon dalam struktur karbon aktif (Tran et al., 2022).

3.4. FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

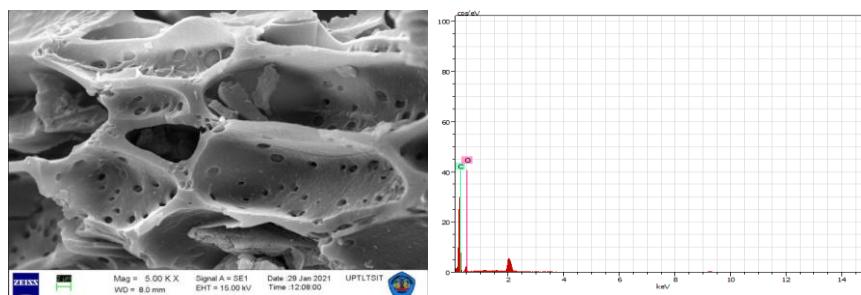
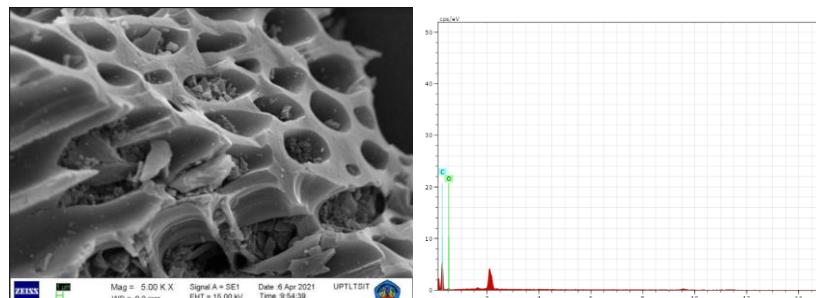
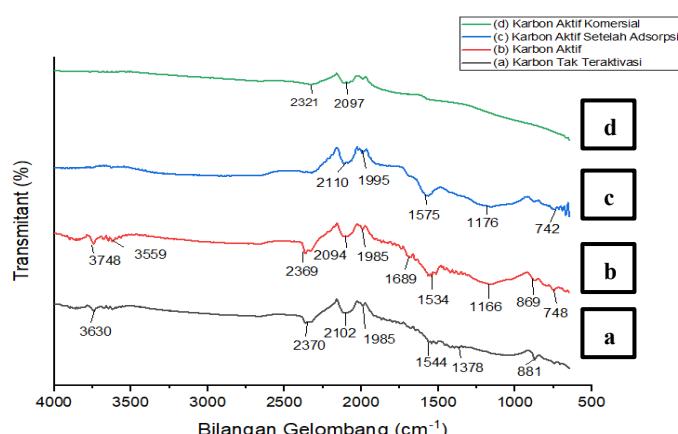
Spektrum FTIR menunjukkan perubahan intensitas dan posisi puncak yang mencerminkan perbedaan gugus fungsi selama proses aktivasi dan adsorpsi. Pada karbon sebelum aktivasi (Gambar 4a), pita lebar di sekitar $3500\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus hidroksil ($O-H$) dari air teradsorpsi atau gugus alkohol, sedangkan pita pada 2370 cm^{-1} dan 2102 cm^{-1} mengindikasikan interaksi CO_2 (Pal et al., 2020). Pita di 1544 cm^{-1} , 1378 cm^{-1} , dan 881 cm^{-1}

menunjukkan regangan C=C dan C-H yang mencerminkan struktur alkil atau aromatik dalam karbon. Setelah aktivasi (Gambar 4b), karbon aktif menunjukkan bilangan gelombang pada 1985 cm^{-1} (gugus karbonil, C=O) dan 1689 cm^{-1} (gugus C=C aromatik), membuktikan peningkatan senyawa aromatik. Selain itu, pita di 1166 cm^{-1} mengindikasikan regangan C-O dari alkohol atau ester, sementara 869 cm^{-1} dan 748 cm^{-1} terkait vibrasi tambahan struktur pori atau interaksi permukaan.

Setelah adsorpsi ciprofloxacin (Gambar 4c), perubahan intensitas pada pita hidroksil (O-H) di sekitar $3500\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$ dan karbonil (C=O) menunjukkan adanya interaksi antara ciprofloxacin dengan gugus fungsi pada permukaan karbon aktif, terutama gugus hidroksil dan karbonil. Pada karbon aktif komersial (Gambar 4d), terdapat gugus fungsi yang serupa dengan karbon aktif hasil modifikasi, yang menunjukkan bahwa karbon aktif dari kayu bakau berhasil dibuat dengan kinerja yang dapat dibandingkan dengan karbon aktif komersial.

Tabel 1. Hasil Uji Kualitas Karbon Berdasarkan SNI 06-3730-1995

Identifikasi Karakteristik	Karbon Teraktivasi	Karbon yang tidak Teraktivasi	SNI 06-3730- 1995	Keterangan
Rendemen	60,4%	-	-	Memenuhi
Kadar Air	4,382%	12,115 %	Maks.15%	Memenuhi
Kadar Abu	8,526%	9,01%	Maks.10%	Memenuhi
Kadar Zat Menguap	20,900%	24,697%	Maks.25%	Memenuhi
Kadar Karbon Terikat	70, 574%	63,187%	Min 60%	Memenuhi
Daya Serap Iod	1065, 96 mg	850, 23 mg	Min.750 mg	Memenuhi

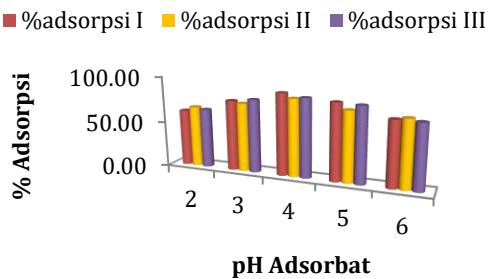
**Gambar 1.** Hasil SEM-EDX Karbon yang Tidak Diaktivasi**Gambar 2.** Hasil SEM-EDX Karbon yang Telah Diaktivasi**Gambar 4.** Hasil Spektrum FTIR (a) Karbon (b) Karbon Aktif (c) Karbon Aktif setelah Adsorpsi (d) Karbon Aktif Komersial

3.5. Optimasi Parameter Ekstraksi Ciprofloxacin Menggunakan Metode DSPE

3.5.1. Penentuan pH Optimum

Berdasarkan hasil, adsorpsi ciprofloxacin dengan karbon aktif mencapai kondisi optimum pada pH 4 dengan tingkat adsorpsi rata-rata sebesar 85,39%. Pada pH 4, *ciprofloxacin* berada dalam bentuk kationik (CIP^+) karena protonasi gugus amina, sedangkan karbon aktif bermuatan negatif akibat deprotonasi sebagian gugus karboksil dan hidroksil pada permukaannya. Interaksi dominan yang terjadi adalah gaya tarik elektrostatis antara CIP^+ dan karbon aktif bermuatan negatif, diperkuat oleh potensi ikatan hidrogen dan gaya van der Waals. Kondisi pH ini juga mendukung keseimbangan ion H^+ , sehingga kompetisi ion dengan *ciprofloxacin* untuk situs adsorpsi tetap terkendali. Hal ini menghasilkan efisiensi adsorpsi maksimum pada pH 4 (Tran et al., 2022).

Secara teori, Pada $\text{pH} < 5,90$, ciprofloxacin dalam bentuk kationik (CIP^+) berinteraksi dengan karbon aktif melalui pertukaran kation, tetapi tolakan elektrostatis pada pH rendah mengurangi efisiensi adsorpsi. Pada $\text{pH} > 8,89$, *ciprofloxacin* dalam bentuk anionik (CIP^-) mengalami tolakan elektrostatis dengan karbon aktif bermuatan negatif, sehingga kapasitas adsorpsi menurun. Dalam rentang pH 5,90–8,89, *ciprofloxacin* berbentuk *zwitter ion* dengan interaksi elektrostatis yang lebih stabil antara gugus bermuatan positif dan karbon aktif bermuatan negatif, menghasilkan adsorpsi paling optimal (Tran et al., 2022). Pengaruh pH terhadap adsorpsi *ciprofloxacin* dapat dilihat pada Gambar 5.

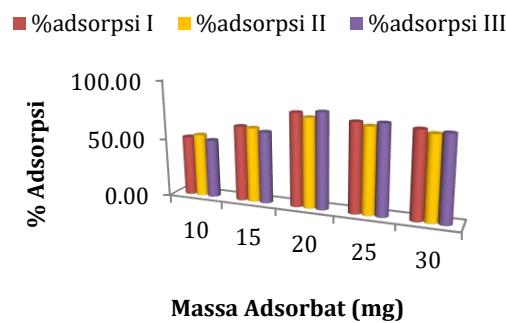


Gambar 5. Hasil Uji Adsorpsi Berdasarkan Pengaruh pH Adsorbat

3.5.2. Penentuan Massa Optimum

Penentuan massa optimum bertujuan untuk mengidentifikasi jumlah adsorben yang paling efektif dalam menyerap antibiotik ciprofloxacin. Proses ini dilakukan dengan variasi massa adsorben sebesar 10; 15; 20; 25; dan 30 mg, menggunakan larutan adsorbat berkonsentrasi 2 ppm pada pH 4 dengan waktu kontak 30 menit. Hasil pengujian pengaruh massa adsorben terhadap efisiensi adsorpsi ditampilkan pada Gambar 6. Berdasarkan Gambar 6, hubungan antara tingkat adsorpsi dan massa karbon aktif terlihat meningkat seiring penambahan massa adsorben hingga mencapai kondisi optimum pada massa 20 mg, dengan tingkat adsorpsi rata-rata

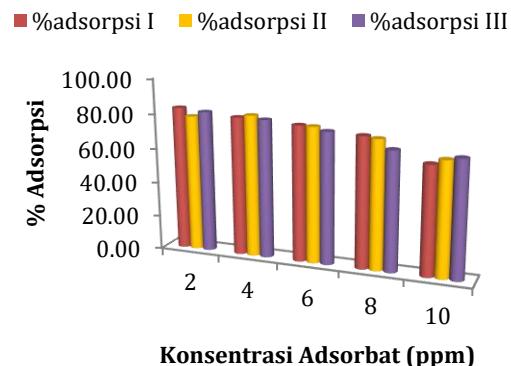
sebesar 78,29%. Namun, pada massa 25 mg dan 30 mg, tingkat adsorpsi menurun akibat kejemuhan larutan ciprofloxacin, yang menyebabkan konsentrasi zat terlarut lebih rendah dibandingkan dengan massa adsorben yang lebih kecil. Fenomena ini juga dipengaruhi oleh terjadinya interaksi saling tumpang tindih antar partikel adsorben sehingga sisi aktif menjadi kurang efektif (Rinawati et al., 2024). Hal ini didukung dengan penelitian Muhamir dkk. (2021) yang menegaskan bahwa struktur pori dan luas permukaan karbon aktif sangat mempengaruhi kapasitas adsorpsi mengenai kejemuhan larutan pada massa adsorben yang lebih tinggi.



Gambar 6. Hasil Uji Adsorpsi Berdasarkan Pengaruh Massa Adsorben

3.5.3. Penentuan Konsentrasi Optimum

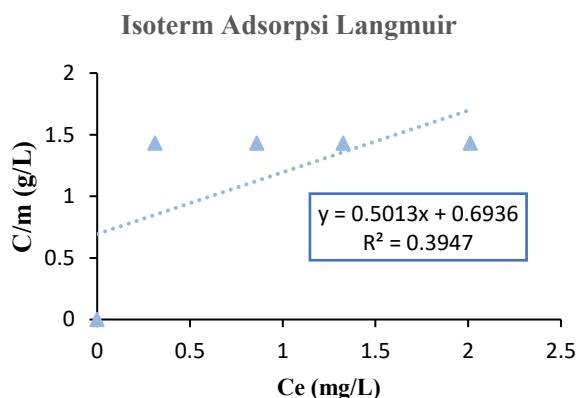
Penentuan konsentrasi optimum dilakukan untuk mengetahui konsentrasi adsorbat optimum yang dapat diserap dengan baik oleh adsorben. Uji adsorpsi yang didasarkan pada penentuan konsentrasi adsorbat dilakukan dengan variasi 2; 4; 6; 8; dan 10 ppm menggunakan massa adsorben sebanyak 20 mg dan adsorbat pada pH 4 dengan waktu kontak 30 menit. Hasil uji adsorpsi yang dipengaruhi oleh konsentrasi adsorbat dapat dilihat pada Gambar 7.



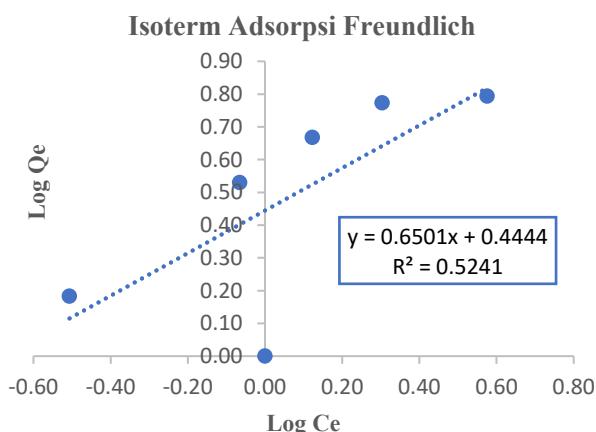
Gambar 7. Hasil Uji Adsorpsi Berdasarkan Pengaruh Konsentrasi Adsorbat

Hasil variasi konsentrasi larutan *ciprofloxacin* pada Gambar 7 menunjukkan bahwa adsorpsi *ciprofloxacin* oleh karbon aktif mencapai kondisi optimum pada konsentrasi 2 ppm dengan tingkat

adsorpsi rata-rata sebesar 81,02%. Pada konsentrasi 4; 6; 8; dan 10 ppm, tingkat adsorpsi mengalami penurunan. Semakin kecil konsentrasi adsorbat, semakin sedikit sisi aktif yang tertutup, sehingga pada konsentrasi tinggi, lebih banyak sisi aktif karbon aktif yang terhalang oleh adsorbat. Peningkatan konsentrasi adsorbat dapat meningkatkan interaksi *ciprofloxacin* dengan karbon aktif hingga mencapai kejemuhan, yang kemudian menurunkan efisiensi adsorpsi. Pada konsentrasi tinggi, kejemuhan dan tumpang tindih partikel adsorben mengurangi efektivitas sisi aktif karbon aktif, sehingga pemilihan konsentrasi yang optimal sangat penting untuk memaksimalkan proses adsorpsi (Rinawati *et al.*, 2024).



Gambar 8. Grafik Isoterm Langmuir



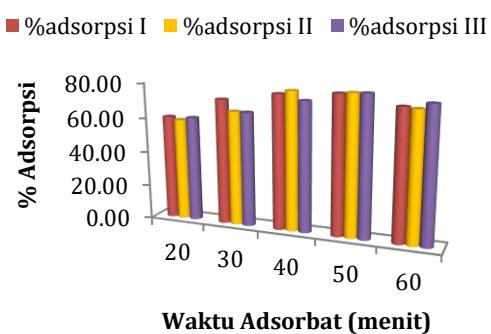
Gambar 9. Grafik Isoterm Freundlich

Tingkat adsorpsi yang telah diperoleh pada Gambar 7 selanjutnya digunakan untuk menentukan model isoterm adsorpsi yaitu isoterm Langmuir dan isoterm Freundlich. Model isoterm adsorpsi digunakan untuk memahami interaksi antara adsorben dan adsorbat serta kemampuan adsorben dalam mengadsorpsi senyawa *ciprofloxacin* (Wang *et al.*, 2017). Melalui model isoterm tersebut dapat ditentukan bentuk lapisan karbon aktif dan distribusi permukaan pori-pori karbon aktif (Huang *et al.*, 2014).

Pada model isoterm Langmuir dan Freundlich dapat dilihat pada Gambar 8 dan 9. Berdasarkan model Langmuir, hubungan antara C/m dan C_e menghasilkan persamaan $y = 0,5013x + 0,6936$ dengan koefisien determinasi $R^2 = 0,3947$. Sementara itu, pada model Freundlich, hubungan antara log Q_e dan log C_e menghasilkan persamaan $y = 0,6501x + 0,4444$ dengan nilai $R^2 = 0,5241$, yang sedikit lebih tinggi dibandingkan Langmuir. Meskipun demikian, kedua nilai R^2 tersebut berada pada kategori moderat, sehingga kesesuaian kedua model masih terbatas. Secara teoritis, model Freundlich menggambarkan adsorpsi pada permukaan heterogen dengan pembentukan multilayer, sedangkan model Langmuir mengasumsikan permukaan homogen dan pembentukan monolayer (Tran *et al.*, 2022). Namun, mengingat nilai R^2 yang belum tinggi, hasil ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi *ciprofloxacin* oleh karbon aktif dalam penelitian ini tidak sepenuhnya dijelaskan oleh kedua model tersebut. Oleh karena itu, disarankan untuk mempertimbangkan model isoterm lain, seperti Temkin atau Dubinin-Radushkevich (D-R), untuk memperoleh pemahaman yang lebih komprehensif mengenai mekanisme adsorpsi.

3.5.4. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Penentuan waktu optimum dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum pada interaksi antibiotik *ciprofloxacin* dalam larutan terhadap adsorben. Uji adsorpsi yang didasarkan pada penentuan waktu kontak dilakukan dengan variasi 20; 30; 40; 50; dan 60 menit menggunakan massa adsorben sebanyak 20 mg, adsorbat pada pH 4, dan konsentrasi adsorbat 2 ppm. Hasil uji adsorpsi yang dipengaruhi waktu kontak dapat dilihat pada Gambar 10.

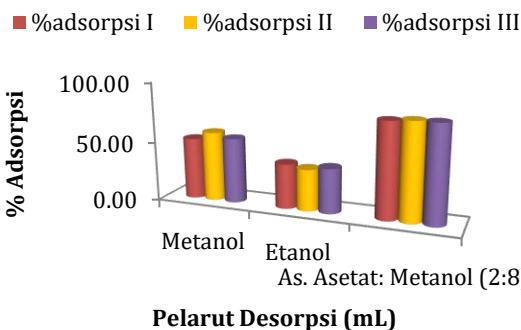


Gambar 10. Hasil Uji Adsorpsi Berdasarkan Pengaruh Waktu Kontak

Hasil variasi waktu kontak pada Gambar 10 menunjukkan bahwa proses adsorpsi *ciprofloxacin* oleh karbon aktif mencapai kondisi optimum pada waktu kontak 50 menit dengan tingkat adsorpsi rata-rata sebesar 79,50 %. Pada waktu kontak 60 menit terjadi penurunan tingkat adsorpsi. Hal ini terjadi karena interaksi antara karbon aktif dan *ciprofloxacin*

menyebabkan daya adsorpsi karbon aktif menurun, mengurangi efektivitas sisi aktif, sehingga terjadi kejemuhan adsorben akibat berkurangnya luas permukaan yang tersedia. Akibatnya, sebagian senyawa *ciprofloxacin* terdesorpsi kembali (Tran *et al.*, 2022).

3.5.5. Penentuan Pelarut Desorpsi



Gambar 11. Hasil Uji Desorpsi Berdasarkan Pengaruh Desorpsi Pelarut

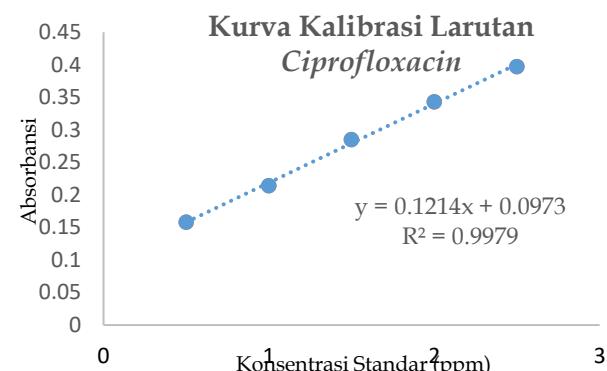
Hasil variasi pelarut desorpsi pada Gambar 11 menunjukkan bahwa proses desorpsi *ciprofloxacin* mencapai kondisi optimum menggunakan pelarut asam asetat-metanol (2:8) dengan tingkat desorpsi rata-rata sebesar 80,07 %. Hal ini menunjukkan bahwa pelarut asam asetat-metanol (2:8) memiliki efisiensi elusi *ciprofloxacin* yang lebih baik dibandingkan dengan pelarut metanol dan etanol (Rinawati *et al.*, 2024). Meskipun *ciprofloxacin* dapat larut dalam metanol, penambahan asam asetat meningkatkan efektivitas metanol dalam mengelus *ciprofloxacin* serta membantu menembus adsorben dengan memutus ikatan hidrogen antara *ciprofloxacin* dan karbon aktif. Asam asetat-metanol memiliki polaritas tinggi karena mengombinasikan sifat asam asetat sebagai pelarut polar kuat dan metanol sebagai pelarut polar sedang. Polaritas ini membuat campuran lebih efektif memutus ikatan adsorbat dan adsorben dibandingkan metanol dan etanol, yang memiliki polaritas lebih rendah dibandingkan campuran asam asetat-metanol. Metanol dan etanol hanya mampu berinteraksi melalui ikatan hidrogen dan gaya van der Waals, sehingga kurang efektif dalam memutus ikatan kuat. Sebaliknya, asam asetat dalam campuran dapat membentuk interaksi ionik yang lebih kuat karena sifatnya yang lebih asam, meningkatkan efisiensi desorpsi (Rinawati *et al.*, 2024).

3.6. Validasi Metode

Validasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa metode pengujian yang digunakan untuk uji tertentu memenuhi persyaratan yang diperlukan, sehingga hasil uji dapat dievaluasi secara objektif. Hasil dari uji validasi ini digunakan untuk menilai kualitas, tingkat kepercayaan, dan konsistensi hasil analisis.

3.6.1. Uji Linearitas

Uji linieritas menunjukkan korelasi antar konsentrasi larutan terhadap absorbansi. Pada penelitian ini dilakukan dengan cara membuat variasi konsentrasi 0,5; 1; 1,5; 2; dan 2,5 ppm diukur nilai absorbansinya dan dibuat kurva kalibrasi sehingga diperoleh persamaan garis lurus dan koefisien korelasi (*r*) yang digunakan untuk menunjukkan hubungan linier pada analisis regresi linier $y=bx+a$ dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 12. Kurva Kalibrasi Larutan *Ciprofloxacin*

Dari kurva kalibrasi tersebut dapat ditentukan persamaan garis yang dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel. Persamaan garis yang didapat dari kurva kalibrasi diatas adalah $y = 0,1214x + 0,0973$ dengan koefisien korelasi sebesar $0,9979 < r^2 < 1$ dapat dinyatakan bahwa hasil data linearitas tersebut valid. Nilai koefisien korelasi yang diperoleh dikatakan baik jika memenuhi persyaratan yaitu $> 0,99$ (AOAC, 2016) dan $0,9970$ (Chan *et al.*, 2004). Kurva kalibrasi tersebut sesuai dengan standar pengendalian mutu sifat yang tercantum pada SNI 6989.20-2009 dan kurva kalibrasi di atas dapat digunakan jika sampel < 9 mg/L.

3.6.2. Uji LoD dan LoQ

Limit of Detection (LoD) dan *Limit of Quantitation* (LoQ) merupakan parameter penting dalam penentuan kadar *ciprofloxacin* menggunakan karbon aktif. LoD mengacu pada konsentrasi terendah dari analit yang dapat dideteksi, sedangkan LoQ adalah konsentrasi terendah yang dapat diukur dengan akurasi dan presisi yang memadai.

Berdasarkan persamaan kurva kalibrasi maka diperoleh nilai LoD yaitu sebesar 0,0460 ppm dan LoQ sebesar 0,1535 ppm. Berdasarkan hasil tersebut, persyaratan uji sensitivitas terpenuhi karena setiap konsentrasi pengukuran memberikan hasil yang signifikan. Jika dibandingkan dengan penelitian Babita *et al.* (2023) nilai LoD (*Limit of Detection*) yang diperoleh adalah 0,310 µg/mL dan LoQ (*Limit of Quantification*) sebesar 0,718 µg/mL. Nilai-nilai ini menunjukkan bahwa metode menggunakan spektrofotometri UV memiliki sensitivitas yang cukup baik dalam mendeteksi dan mengukur *ciprofloxacin*.

pada konsentrasi rendah. LoD yang rendah mengindikasikan kemampuan metode untuk mendeteksi kadar yang sangat kecil, sementara LoQ yang lebih tinggi menunjukkan konsentrasi terendah yang dapat diukur dengan akurasi yang memadai.

3.6.3. Uji Presisi

Presisi adalah ukuran kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari serangkaian pengukuran ulangan yang sama. Presisi diukur sebagai simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi. Simpangan baku ini dapat memberikan informasi tentang seberapa dekat data antar satu sama lain. Penentuan presisi menunjukkan kedekatan hasil pengukuran dari beberapa pengulangan pada sampel yang homogen. Presisi dinyatakan sebagai standar deviasi (SD) atau standar deviasi relatif (RSD).

Presisi dikatakan baik jika memiliki nilai simpangan baku relatif (RSD) kurang dari 2% untuk konsentrasi analit dalam rentang 0-150% (IUPAC, 2002). Namun, menurut AOAC (2016), nilai RSD untuk *repeatability* (RSD_r) seharusnya kurang dari 15%. Untuk tingkat kepercayaan 95%, nilai RSD yang baik umumnya berada di bawah 5% (Christian, 1994). Hal ini menunjukkan bahwa metode analisis harus konsisten dan dapat diandalkan dalam memberikan hasil yang akurat pada berbagai konsentrasi analit. %RSD yang diperoleh pada penelitian ini yaitu 4,3518 % dengan nilai simpangan baku sebesar 0,0153. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan telah sesuai dan dapat digunakan untuk analisis *ciprofloxacin*.

3.6.4. Uji Akurasi

Akurasi adalah parameter yang mengukur kedekatan hasil analisis dengan konsentrasi analit sebenarnya, biasanya dinyatakan sebagai persentase perolehan kembali (% recovery). Validasi metode analisis, khususnya terkait akurasi melibatkan penggunaan sampel dengan konsentrasi analit yang diketahui untuk memastikan hasil yang valid. Sampel dengan konsentrasi analit tertentu digunakan untuk menguji kemampuan metode mendeteksi analit dengan tepat. Selain itu, sampel tanpa analit digunakan untuk memastikan tidak ada kontaminasi atau sinyal palsu dalam pengukuran (AOAC, 2016).

Dalam pengujian akurasi menggunakan metode spike, sejumlah analit ditambahkan ke sampel yang tidak mengandung analit untuk mengevaluasi kemampuan metode dalam mengukur konsentrasi analit. Hasil pengukuran dibandingkan dengan konsentrasi yang diketahui untuk menghitung % recovery, sehingga dapat menilai ketepatan dan akurasi metode analisis yang digunakan. Menurut AOAC (2016), rentang maksimum % recovery untuk kadar analit 1 ppm adalah antara 80% hingga 110%.

Hasil yang diperoleh dari pengukuran akurasi, nilai rata-rata % recovery yang diperoleh sebesar 80,89%. Hasil ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan memberikan akurasi yang baik karena berada dalam rentang yang ditetapkan. Selain itu, 1516

literatur lain juga mendukung batasan ini. Sebagai contoh, dalam penelitian oleh Nugraha dkk. (2023), % recovery untuk analisis paracetamol berkisar antara 97,2% hingga 102,3%, memenuhi kriteria AOAC (2016) dan menunjukkan akurasi yang baik.

4. KESIMPULAN

Karbon aktif dari kayu bakau yang diaktifasi telah memenuhi standar mutu SNI 06-3730-1995 tentang karbon aktif. Hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX menunjukkan peningkatan porositas dengan kandungan karbon yang meningkat dari 86,72% menjadi 87,71% dan penurunan kandungan oksigen dari 13,28% menjadi 12,29%. Analisis FTIR mengidentifikasi adanya gugus fungsi OH, C=O, C=C, dan C-O, yang berperan dalam proses adsorpsi ciprofloxacin. Optimasi DSPE menunjukkan kondisi optimum pada konsentrasi ciprofloxacin 2 ppm, pH 4, massa adsorben 20 mg, dan waktu kontak 50 menit dengan efisiensi adsorpsi mencapai 79,85%. Pelarut desorpsi terbaik adalah asam asetat:metanol (2:8) dengan desorpsi sebesar 80,51%. Proses adsorpsi ciprofloxacin mengikuti model isoterm Freundlich, yang menunjukkan pembentukan lapisan multilayer pada permukaan pori karbon aktif yang heterogen. Hasil uji validasi metode DSPE berbasis karbon aktif kayu bakau memiliki linearitas, sensitivitas, presisi, dan akurasi yang memadai untuk analisis ciprofloxacin pada konsentrasi rendah.

DAFTAR PUSTAKA

- Abas, S. N. A., Ismail, M. H. S., Siajam, S. I., & Kamal, M. L. (2015). Development of novel adsorbent-mangrove-alginate composite bead (MACB) for removal of Pb(II) from aqueous solution. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 50, 182-189. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2014.11.013>
- Agustanty, A., & Budi, A. (2022). POLA RESISTENSI BAKTERI VIBRIO CHOLERAE TERHADAP ANTIBIOTIK CIPROFLOXACIN DAN TETRACYCLINE POLA. *Journal Health & Science : Gorontalo Journal Health and Science Community*, 5(3), 73–78. <https://doi.org/10.35971/gojhes.v5i3.13611>
- AOAC. (2016). Guidelines for Standard Method Performance Requirements. AOAC INTERNATIONAL. <https://doi.org/10.1093/9780197610145.005.006>
- Babita, K., Kalra, K., Rajpoot, N., Joshi, P., & 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. <https://doi.org/10.13005/bpj/2621>
- Badan Standardisasi Nasional. (1995). SNI 06-3730-1995: Arang Aktif Teknis.
- Bruni, P., Avino, P., Ferrone, V., Pilato, S., Barbacane, N., Canale, V., Carlucci, G., & Ferrari, S. (2023). Preparation of Fe3O4-Reduced Graphene-Activated Carbon from Wastepaper in the Dispersive Solid-Phase Extraction and UHPLC-PDA Determination of Antibiotics in Human Plasma. *Separations*, 10(2). <https://doi.org/10.3390/separations10020115>
- Chan, C.C., H.L.Y. C. Lee, X. Zhang. (2004). Analytical Method Validation and Instrumental Performance

- Trina, I., Rinawati, Kiswandono, A. A., Suharso, Herasari, D., Setiawan, A. (2025). Optimasi pH, Massa Adsorben, Konsentrasi, Waktu Kontak, dan Pelarut Desorpsi pada *Dispersive Solid Phase Extraction* Berbasis Karbon Aktif dari Kayu Bakau untuk Penentuan Residu Ciprofloxacin. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 23(6), 1509-1517, doi:10.14710/jil.23.6.1509-1517
- Verification. Willey Intercine A. John Willy and Sons, Inc Publication
- Christian, G. D. (1994). *Analytical Chemistry* (5th Editio). John Wiley and Sons.
- Diniz, V., Rath, G., Rath, S., Rodrigues-Silva, C., Guimarães, J. R., & Cunha, D. G. F. (2021). Long-term ecotoxicological effects of ciprofloxacin in combination with caffeine on the microalga *Raphidocelis subcapitata*. *Toxicology Reports*, 8, 429–435. <https://doi.org/10.1016/j.toxrep.2021.02.020>
- Faleye, A. C., Adegoke, A. A., Ramluckan, K., Bux, F., & Stenström, T. A. (2018). Antibiotic Residue in the Aquatic Environment: Status in Africa. *Open Chemistry*, 16(1), 890–903. <https://doi.org/10.1515/chem-2018-0099>
- Huang, L., Wang, M., Shi, C., Huang, J., & Zhang, B. (2014). Adsorption of tetracycline and ciprofloxacin on activated carbon prepared from lignin with H₃PO₄ activation. *Desalination and Water Treatment*, 52(13–15), 2678–2687. <https://doi.org/10.1080/19443994.2013.833873>
- Hunge, Y. M., Yadav, A. A., Kang, S. W., Jun Lim, S., & Kim, H. (2023). Visible light activated MoS₂/ZnO composites for photocatalytic degradation of ciprofloxacin antibiotic and hydrogen production. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 434, 114250. <https://doi.org/10.1016/J.JPHOTOCHEM.2022.114250>
- International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). 2002. Compendium of Chemical Terminology (Gold Book).
- Kadang, M. R. A. M., Anas, M., & Mongkito, V. H. R. . (2020). Efek variasi Konsentrasi zat aktivator H₃PO₄ terhadap daya serap karbon aktif cangkang kemiri. *Jurnal Penelitian Pendidikan Fisika*, 5(4), 328–333.
- Khataei, M. M., Epi, S. B. H., Lood, R., Spéglé, P., Yamini, Y., & Turner, C. (2022). A review of green solvent extraction techniques and their use in antibiotic residue analysis. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 209, 114487. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2021.114487>
- Manousi, N., Deliyanni, E. A., Rosenberg, E., & Zachariadis, G. A. (2021). Ultrasound-assisted magnetic solid-phase extraction of polycyclic aromatic hydrocarbons and nitrated polycyclic aromatic hydrocarbons from water samples with a magnetic polyaniline modified graphene oxide nanocomposite. *Journal of Chromatography A*, 1645, 462104. <https://doi.org/10.1016/J.CHROMA.2021.462104>
- Maryudi, M., Salamah, S., & Rahayu, A. (2021). The Capability of Mangrove Charcoal in Adsorption Process of Indigosol Substance in Wastewater of Batik Industry. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 10(2), 69–74. <https://doi.org/10.15294/jbat.v10i2.33351>
- Masthura, M., & Putra, Z. (2018). Karakterisasi Mikrostruktur Karbon Aktif Tempurung Kelapa dan Kayu Bakau. *Elkawnie*, 4(1), 45–54. <https://doi.org/10.22373/ekw.v4i1.3076>
- Muhajir, A., Machdar, I., & Mariana, M. (2021). Produksi karbon aktif arang tempurung kelapa menggunakan kombinasi metode aktivasi secara kimia dan steam tekanan rendah. *Jurnal Litbang Industri*, 11(2), 110. <https://doi.org/10.24960/jli.v11i2.7104.110-116>
- Muslim, Z., Novrianti, A., & Irnameria, D. (2020). Resistance Test of Bacterial Causes of Urinary Tract Infection Against Ciprofloxacin and Ceftriaxone Antibiotics. *Jurnal Teknologi Dan Seni Kesehatan*, 11(2), 203–212. <https://doi.org/10.36525/sanitas.2020.19>
- Nugraha, F., Kurniawan, H., & Yastiara, I. (2023). Penetapan Kadar Paracetamol dalam Jamu di Kota Pontianak Menggunakan Instrumen Spektrofotometri UV-Vis. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Education*, 3(1), 77–87. <https://doi.org/10.37311/ijpe.v3i1.18876>
- Paryanto, P., Saputro, M. E., & Nugroho, R. A. (2019). Produksi Karbon Aktif Dari Buah Mangrove Menggunakan Aktivator Kalium Hidroksida. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 4(1), 2012–2014. <https://doi.org/10.31942/inteka.v4i1.2684>
- Putri, W., & Musfirah. (2019). Efektivitas Arang Aktif Kayu Bakau Terhadap Penurunan Kadar Logam Besi (Fe) Air Sumur Gali. *Fakultas Kesehatan Masyarakat, Universitas Ahmad Dahlan*.
- Rinawati, R., Kiswandono, A. A., Juliasih, N. L. G. R., & Permana, F. D. (2019). Pemanfaatan Karbon Aktif Sekam Padi sebagai Adsorben Phenantrena dalam Solid Phase Extraction. *Al-Kimiya*, 6(2), 75–80. <https://doi.org/10.15575/ak.v6i2.6495>
- Rinawati, Rahmawati, A., Muthia, D. R., Imelda, M. D., Latief, F. H., Mohamad, S., & Kiswandono, A. A. (2024). Removal of ceftriaxone and ciprofloxacin antibiotics from aqueous solutions using graphene oxide derived from corn cob. *Global Journal of Environmental Science and Management*, 10(2), 573–588. <https://doi.org/10.22035/gjesm.2024.02.10>
- Rodrigues-Silva, C., Porto, R. S., dos Santos, S. G., Schneider, J., & Rath, S. (2019). Fluoroquinolones in hospital wastewater: Analytical method, occurrence, treatment with ozone and residual antimicrobial activity evaluation. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 30(7), 1447–1457. <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190040>
- Tran, Q. T., Do, T. H., Ha, X. L., Nguyen, H. P., Nguyen, A. T., Ngo, T. C. Q., & Chau, H. D. (2022). Study of the Ciprofloxacin Adsorption of Activated Carbon Prepared from Mangosteen Peel. *Applied Sciences (Switzerland)*, 12(17). <https://doi.org/10.3390/app12178770>
- Udyani, K., Purwaningsih, D. Y., Setiawan, R., & Yahya, K. (2019). Pembuatan Karbon Aktif Dari Arang Bakau Menggunakan Gabungan Aktivasi Kimia dan Fisika Dengan Microwave. *IPTEK*, 23, 39–46. <https://doi.org/10.31284/j.iptek.2019.v23i1>
- Wang, M., Li, G., Huang, L., Xue, J., Liu, Q., Bao, N., & Huang, J. (2017). Study of ciprofloxacin adsorption and regeneration of activated carbon prepared from Enteromorpha prolifera impregnated with H₃PO₄ and sodium benzenesulfonate. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 139(January), 36–42. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2017.01.006>
- Wardani, G. A., Octavia, A. N., Fathurohman, M., Hidayat, T., & Nofiyanti, E. (2022). Arang Aktif Ampas Tebu Termodifikasi Kitosan sebagai Adsorben Tetrasiklin: Pemanfaatan Metode Kolom. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 8(3), 280–291. <https://doi.org/10.22487/kovalen.2022.v8.i3.16090>