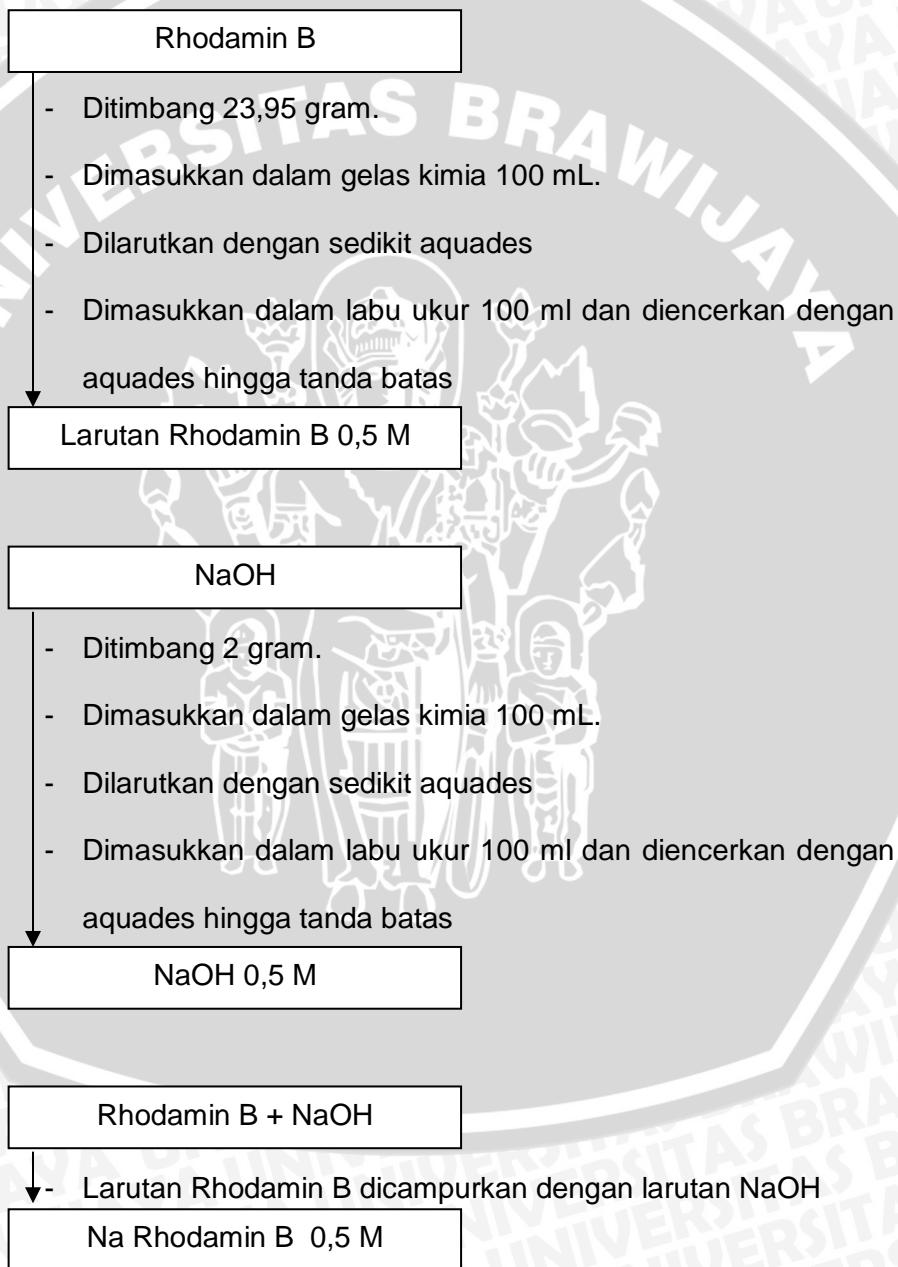
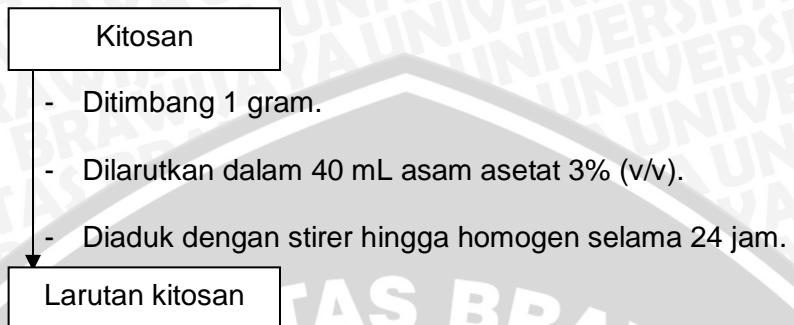
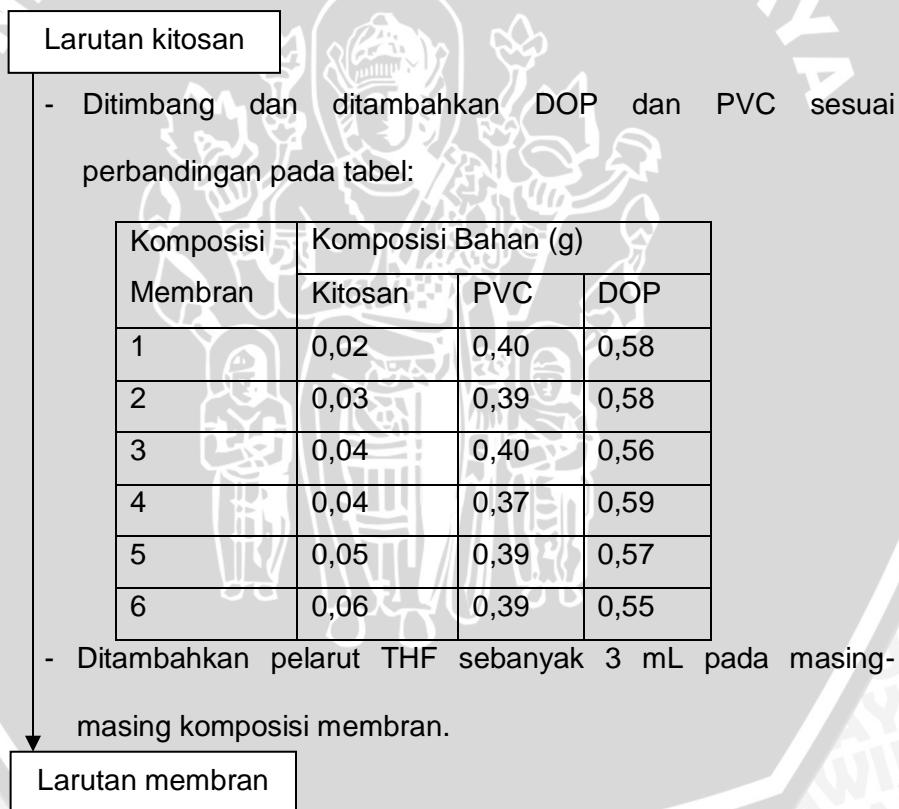


**Lampiran 1****Skema Kerja Pembuatan Esi Rhodamin B Tipe Kawat Terlapis Berbasis Kitosan****L.1.1 Pembuatan larutan induk rhodamin B 0,5 M**

### L.1.2 Preparasi kitosan



### L.1.3 Pembuatan membran ESI Rhodamin B berbasis kitosan



#### L.1.4 Preparasi kawat platina (Pt)

##### Kawat Pt

- Dicuci dengan  $\text{HNO}_3$  36 % (b/b).
- Dibilas dengan aquades.
- Dibilas dengan alkohol 96%.
- Dilakukan pembilasan sebanyak 3 kali.
- Dikeringkan pada suhu ruang
- Dipanaskan dalam oven pada suhu  $50^\circ\text{C}$  selama 30 menit.

##### Kawat Pt kering

#### L.1.5 Pembuatan ESI Rhodamin B tipe kawat terlapis

##### Larutan membran

- Dicelupkan pada ujung kawat Pt ( $\pm 1,5$  cm).
- Dikeringkan pada suhu ruang selama 30 menit.
- Dipanaskan dalam oven pada suhu  $50^\circ\text{C}$  selama 12 jam.

##### Kawat Pt bermembran kitosan

- Didinginkan selama 24 jam.
- Direndam dalam larutan Na Rhodamin B 0,5 M selama 30 menit.
- Dibilas dengan sedikit aquades.
- Dikeringkan pada suhu ruang selama 10-60 menit.

##### ESI Rhodamin B tipe kawat



### L.1.6 Optimasi komposisi bahan penyusun membran ESI Rhodamin B berbasis kitosan

Komposisi membran 1	Komposisi membran 2	Komposisi membran 3	Komposisi membran 4	Komposisi membran 5	Komposisi membran 6
---------------------	---------------------	---------------------	---------------------	---------------------	---------------------



- ESI Rhodamin B tipe kawat
- Direndam dalam larutan Na Rhodamin B 0,5 M selama 30 menit.
  - Dibilas dengan sedikit aquades.
  - Dikeringkan pada suhu ruang selama 10-60 menit.
  - Diukur potensial larutan Na Rhodamin B  $5 \times 10^{-3}$ ;  $10^{-3}$ ;  $5 \times 10^{-4}$ ;  $10^{-4}$ ;  $5 \times 10^{-5}$ ; dan  $10^{-5}$  M.
  - Dibuat grafik hubungan antara potensial E (mV) dengan - Log (COO<sup>-</sup>).
  - Ditentukan harga faktor Nernst.

Komposisi membran optimum

L.1.7 Optimasi waktu perendaman membran ESI Rhodamin B tipe kawat terlapis berbasis kitosan

ESI Rhodamin B tipe kawat

- Direndam dalam larutan Na Rhodamin B 0,5 M dengan variasi waktu 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80 menit.
- Diukur potensial larutan Na Rhodamin B  $5 \times 10^{-3}$ ;  $10^{-3}$ ;  $5 \times 10^{-4}$ ;  $10^{-4}$ ;  $5 \times 10^{-5}$ ; dan  $10^{-5}$  M.
- Dibuat grafik hubungan antara potensial E (mV) dengan - Log (COO<sup>-</sup>).
- Ditentukan harga faktor Nernst.

Waktu perendaman membran optimum

L.1.3 Faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, dan batas deteksi

Larutan Na Rhodamin B  $5 \times 10^{-3}$ ;  $10^{-3}$ ;  $5 \times 10^{-4}$ ;  $10^{-4}$ ;  $5 \times 10^{-5}$ ; dan  $10^{-5}$

- Diukur harga potensial (E).
- Dibuat grafik hubungan antara potensial E (mV) dengan - Log (COO<sup>-</sup>).
- Ditentukan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, dan batas deteksi.

Data

#### L.1.4 Preparasi sampel rhodamin B pada jajanan

##### Sampel

- Ditimbang 5 g.
- Dimasukkan ke erlenmeyer 250 ml yang bertutup
- Ditambahkan 100 ml larutan amonia 2% dalam etanol 70 %
- Didiamkan semalam hingga pewarna terlarut
- Disaring dengan kertas saring whatman
- Dipindahkan ke gelas ukur
- Diuapkan di atas hot plate selama 4 jam pada suhu 65°C
- Dilarutkan dengan 30 ml aquades sambil diaduk dengan batang pengaduk.
- Dimasukkan ke dalam corong pisah 250 ml
- Ditambahkan 6 ml larutan natrium hidroksida 10% dan dikocok
- Diekstraksi dengan 30 ml dietil eter
- Dikocok dan didiamkan hingga larutan membentuk 2 lapisan
- Lapisan air dibuang
- Ekstrak eter dicuci dengan larutan NaOH 0,5% sebanyak 5 ml
- Terbentuk 2 lapisan aitu lapisan eter dan lapisan air
- Lapisan air bagian bawah dibuang
- Ekstrak eter diekstraksi 3 kali, tiap kali dengan 10 ml asam klorida 0,1 N hingga lapisan eter tidak berwarna lagi
- Lapisan eter dibuang
- Ekstrak asam klorida ditampung dalam labu tentukur 50 ml
- Ditambahkan asam klorida 0,1 N sampai tanda

Larutan sampel rhodamin B

**Lampiran 2****Skema Kerja Karakterisasi Rhodamin B Tipe Kawat Terlapis Berbasis Kitosan****L.2.1 Faktor Nernst dan Rentang Konsentrasi Pengukuran****ESI Rhodamin B tipe kawat**

- Dicelupkan dalam larutan uji Na Rhodamin B dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  
 $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M
- Masing-masing konsentrasi diulang sebanyak 3 kali
- Dilakukan pembacaan potensial jika sudah konstan
- Data hasil pengukuran dibuat grafik  $E_{sel}$  (mV) vs – log (COO<sup>-</sup>)
- Kurva yang didapatkan adalah garis lurus dengan *slope/kemiringan* sebesar -2.303 RT/nF yang merupakan faktor Nernst.

**Data**

### L.2.2 Batas Deteksi

#### ESI Rhodamin B tipe kawat

- Dicelupkan dalam larutan uji Na Rhodamin B dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M
- Masing-masing konsentrasi diulang sebanyak 3 kali
- Dilakukan pembacaan potensial jika sudah konstan
- Data hasil pengukuran dibuat grafik Esel (mV) vs – log (COO<sup>-</sup>)
- Kurva yang didapatkan adalah garis lurus dengan slope/kemiringan sebesar -2.303 RT/nF
- membuat garis singgung pada fungsi garis lurus dan garis melengkung pada kurva
- Perpotongan dari kedua garis tersebut kemudian diekstrapolasikan ke sumbu x sehingga batas deteksi dari ESI dapat diketahui

Data

### L.2.3 Waktu Respon

#### ESI Rhodamin B tipe kawat

- Dicelupkan dalam larutan uji Na Rhodamin B dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M
- Dihitung selang waktu yang dibutuhkan ESI untuk mencapai potensial yang konstan
- Masing-masing konsentrasi diulang sebanyak 3 kali
- Dibuat kurva  $t =$ waktu vs  $p =$ potensial

Data

### L.2.4 Usia Pemakaian

#### ESI Rhodamin B tipe kawat

- Dicelupkan dalam larutan uji Na Rhodamin B dengan konsentrasi  $1 \times 10^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-8}$  M
- Masing-masing konsentrasi diulang sebanyak 3 kali
- Dilakukan pembacaan potensial jika sudah konstan
- Data hasil pengukuran dibuat grafik  $E_{sel}$  (mV) vs  $-\log (\text{COO}^-)$
- Kurva yang didapatkan adalah garis lurus dengan slope/kemiringan sebesar  $-2.303 \text{ RT/nF}$  yang merupakan faktor Nernst.
- Dilihat seberapa jauh penyimpangannya dari nilai yang Nernstian ( $59,2 \pm 5 \text{ mV/decade konsentrasi}$ )

Data

### Lampiran 3

#### Perhitungan dan Pembuatan Larutan

##### L.3.1. Pembuatan Larutan Asam asetat 3% (v/v)

Larutan asam asetat 3% v/v dibuat dengan cara memipet asam asetat 100% sebanyak 3 ml ke dalam labu ukur 100 ml kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas

##### L.3.2. Preparasi Kitosan

Ditimbang kitosan powder seberat 1 gram kemudian ditambah dengan 40 ml asam asetat 3% (v/v) dan distirer 24 jam.

##### L.3.3. Perhitungan dan Pembuatan Larutan Rhodamin B 0,5 M 100 ml

- Molaritas rhodamin B = 0,5 mol/L
- BM rhodamin B = 479 g/mol
- Volume = 100 ml
- Massa Rhodamin B =  $M \times V \times Mr$   
=  $0,5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \times 470 \text{ g/mol}$   
= 23.95 gram

##### L.3.4. Perhitungan dan Pembuatan Larutan NaOH 0,5 M

- Molaritas NaOH = 0,5 mol/L
- BM NaOH = 40 g/mol
- Volume = 100 ml
- Massa Rhodamin B =  $M \times V \times Mr$   
=  $0,5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$   
= 2 gram



### L.3.5. Perhitungan dan pembuatan larutan Na Rhodamin B $1 \times 10^{-1}$ - $1 \times 10^{-8}$ M

- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-1}$  M dari Na Rhodamin B 0,5 M maka

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 0,5 \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-1} \text{ M} \\ V_1 &= 10 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 10 ml Na Rhodamin B 0,5 M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas

- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-2}$  M dari Na Rhodamin B  $1 \times 10^{-1}$  M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-1} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-2} \text{ M} \\ V_1 &= 5 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-1}$  M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas

- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-3}$  M dari Na Rhodamin B  $1 \times 10^{-2}$  M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-2} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-3} \text{ M} \\ V_1 &= 5 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-2}$  M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas

- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-4}$  M dari Na Rhodamin B  $10^{-3}$  M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-3} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-4} \text{ M} \\ V_1 &= 5 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-3}$  ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas

- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-5}$  M dari Na Rhodamin B  $10^{-4}$  M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-4} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-5} \text{ M} \\ V_1 &= 5 \text{ ml} \end{aligned}$$

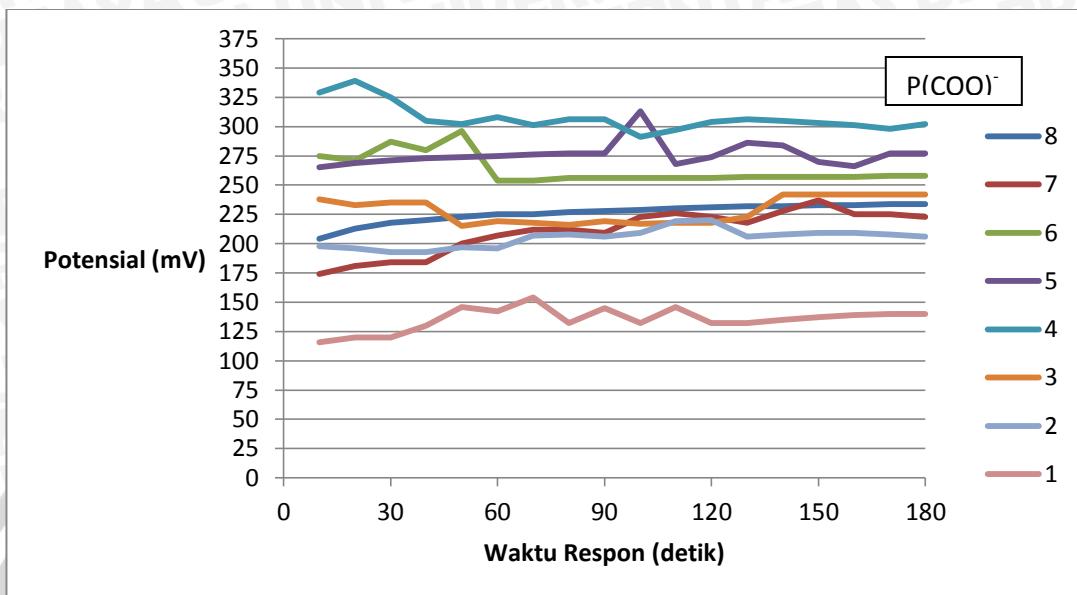
Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-4}$  M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas

- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-6}$  M dari Na Rhodamin B  $10^{-5}$  M maka:  
 $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$   
 $V_1 \times 10^{-5} \text{ M} = 50 \text{ ml} \times 10^{-6} \text{ M}$   
 $V_1 = 5 \text{ ml}$   
Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-5}$  M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas
- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-7}$  M dari Na Rhodamin B  $10^{-6}$  M maka:  
 $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$   
 $V_1 \times 10^{-6} \text{ M} = 50 \text{ ml} \times 10^{-7} \text{ M}$   
 $V_1 = 5 \text{ ml}$   
Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-6}$  M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas.
- Larutan Na Rhodamin B  $10^{-8}$  M dari Na Rhodamin B  $10^{-7}$  M maka:  
 $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$   
 $V_1 \times 10^{-7} \text{ M} = 50 \text{ ml} \times 10^{-8} \text{ M}$   
 $V_1 = 5 \text{ ml}$   
Dipipet 5 ml Na Rhodamin B  $10^{-7}$  M ke dalam gelas kimia, ditambah sedikit aquades. Kemudian, ditambahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50ml. Lalu, ditambahkan aquades sampai tanda batas.

**Lampiran 4****Data Hasil Penelitian****L.4.1 Karakterisasi Rhodamin B****L.4.1.1 Faktor Nernst, Rentang Konsentrasi Linier dan Limit Deteksi**

P(COO <sup>-</sup> )	potensial ESI rhodamin B (mV)			rata-rata
	1	2	3	
1	132	144	142	139.33
2	193	204	200	199.00
3	242	261	256	253.00
4	306	322	320	316.00
5	277	242	236	251.67
6	258	235	232	241.67
7	223	233	239	231.67
8	225	234	248	235.67
Slope	57.1	59.1	59	58.40
slope rata-rata			58.4	
% Kesalahan relatif	2,3%	1,2%	1,03%	1,51%
R <sup>2</sup>			0.999	
SD slope			1.13	
CV (%)			1.93	
batas deteksi			9,713 x 10 <sup>-5</sup> M atau 46,53 ppm	
rentang konsentrasi			10 <sup>-1</sup> -10 <sup>-4</sup> M	

#### L.4.1.2 Waktu Respon



#### L.4.1.3 Usia Pakai

Tanggal	Waktu	Slope/ Harga Faktor Nenrst	intersept	R2
09/07/2013	1	56.6	61,5	0.981
10/07/2013	2	56.6	77,5	0,997
11/07/2013	3	57.1	75,5	0,999
12/07/2013	4	59.3	72	0,996
15/07/2013	7	57.8	66,5	0,997
16/07/2013	8	57,5	64	0,971
17/07/2013	9	58.3	70,5	0,982
18/07/2013	10	56.4	72,5	0,995
22/07/2013	14	58.5	64.5	0,988
24/07/2013	16	55.5	93,5	0,97
26/07/2013	18	51.2	107	0,994

Perhitungan untuk Menentukan persamaan tetapan potensial ( $E^0$ ) sebagai Fungsi Waktu (t)

L.4.1.4 Persamaan tetapan potensial ( $E^0$ ) sebagai fungsi waktu untuk selang waktu pengukuran selama 16 hari pertama

Awal + 1 hari

$$\begin{aligned}\Delta E^0 &= \left( \frac{E^0_{awal} - E^0 + Hari}{1} \right) \\ &= \left( \frac{61,5 - 77,5}{1} \right) \\ &= -16 \text{ mV/ hari}\end{aligned}$$

Awal + 4 hari

$$\begin{aligned}\Delta E^0 &= \left( \frac{E^0_{awal} - E^0 + 4 Hari}{4} \right) \\ &= \left( \frac{61,5 - 72}{4} \right) \\ &= -4,25 \text{ mV/hari}\end{aligned}$$

Awal + 7 hari

$$\begin{aligned}\Delta E^0 &= \left( \frac{E^0_{awal} - E^0 + 7 Hari}{7} \right) \\ &= \left( \frac{61,5 - 66,5}{7} \right) \\ &= -0,71 \text{ mV/ hari}\end{aligned}$$

Awal + 9 hari

$$\begin{aligned}\Delta E^0 &= \left( \frac{E^0_{awal} - E^0 + 9 Hari}{9} \right) \\ &= \left( \frac{61,5 - 70,5}{9} \right) \\ &= -1 \text{ mV/ hari}\end{aligned}$$

Awal + 14 hari

$$\begin{aligned}\Delta E^0 &= \left( \frac{E^0_{awal} - E^0 + 14 Hari}{14} \right) \\ &= \left( \frac{61,5 - 64,5}{14} \right)\end{aligned}$$



$$= -0,21 \text{ mV/ hari}$$

Awal + 16 hari

$$\Delta E^0 = \left( \frac{E^0_{awal} - E^0 + 16 \text{ Hari}}{16} \right)$$

$$= \left( \frac{61,5 - 93,5}{16} \right)$$

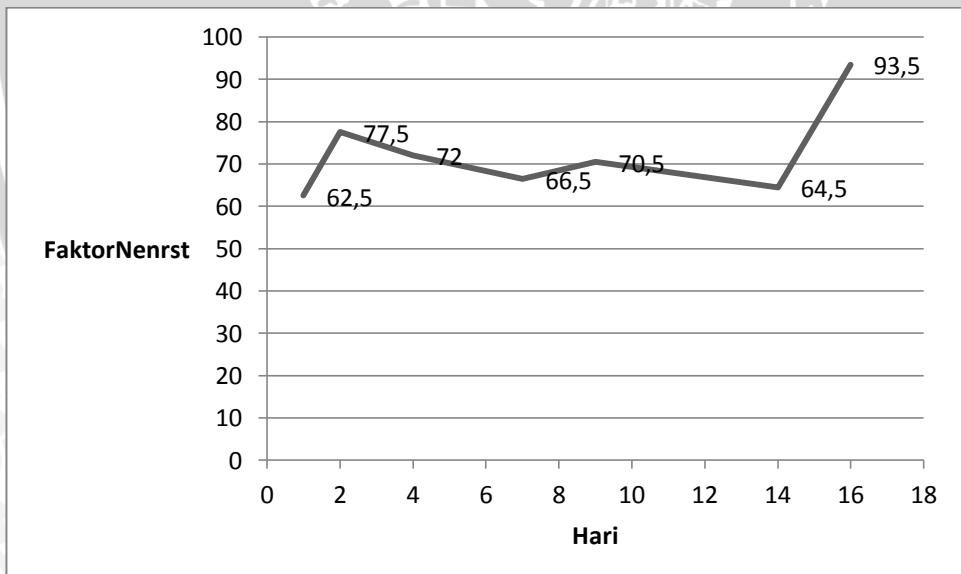
$$= -2 \text{ mV/ hari}$$

Rata-rata perubahan  $E^0$  sebagai fungsi waktu adalah:

$$\Delta E^0 \text{ rata - rata} = \left( \frac{-16 - 4,25 - 0,71 - 1 - 0,21 - 2}{16} \right) \text{ mv/ hari}$$

$$= -1,51 \text{ mV/ hari}$$

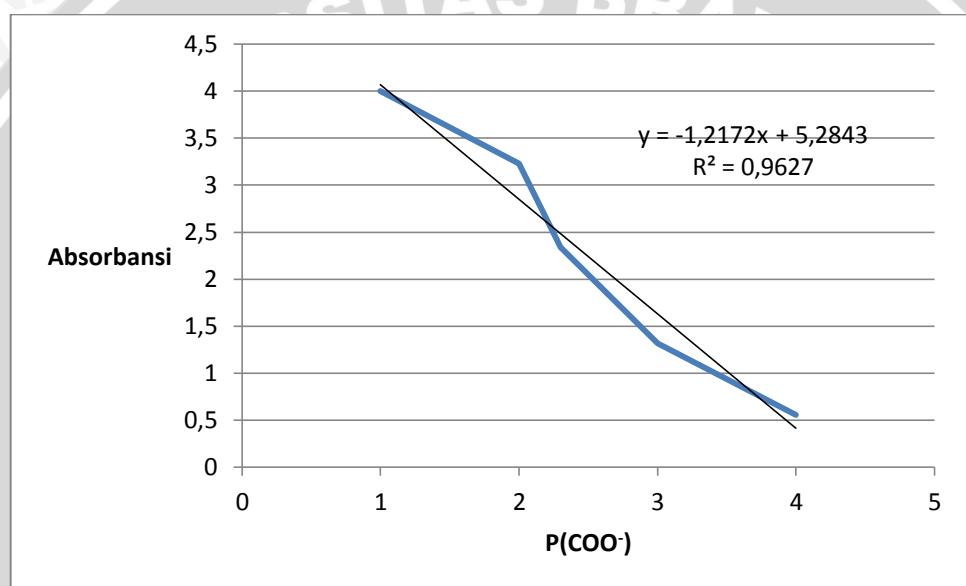
Persamaan tetapan potensial ( $E^0$ ) sebagai fungsi waktu yang diperoleh adalah  
 $E^0 = (61,5 + 1,51) \text{ mV/hari}$



## L4.2 Pengujian Sampel

### L.4.2.1 Kurva Standar Spektrofotometri

P(COO-)	absorbansi
1	4
2	3.23
2.3	2.34
3	1.32
4	0.56



### L.4.2.2 Absorbansi Sampel dan Potensial Sampel

Spektrofotometri				
	absorbansi	P(COO)	M	ppm
dinoyo 1	0.661	3.7983	$1.591 \times 10^{-4}$	76.21
blimbing	0.537	3.9000	$1.258 \times 10^{-4}$	60.26
dinoyo 2	0.472	3.953	$1.114 \times 10^{-4}$	53.36

ESI				
	potensial (mV)	P(COO-)	M	ppm
dinoyo	298	3.72	$1.911 \times 10^{-4}$	91.57
blimbing	306	3.85	$1.38 \times 10^{-4}$	66.1
dinoyo 1	312	3.958	$1.1 \times 10^{-4}$	52.69

### L.4.2.3 Hasil Uji-t dengan SPSS

#### → T-Test

[DataSet0]

**Paired Samples Statistics**

	Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1 Spektroppm	63.2767	3	11.71989	6.76648
ESlppm	70.1200	3	19.74928	11.40225

**Paired Samples Correlations**

	N	Correlation	Sig.
Pair 1 Spektroppm & ESLppm	3	.999	.030

**Paired Samples Test**

	Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)			
	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference							
				Lower	Upper						
Pair 1 Spektroppm - ESLppm	-6.84333	8.06196	4.65458	-26.87036	13.18369	-1.470	2	.279			

