

Lampiran 1

Skema Kerja Pembuatan ESI Rhodamin B Tipe Kawat Terlapis Berbasis Kitosan

L.1.1 Pembuatan larutan induk rhodamin B Na 0,5 M

Rhodamin B

- Ditimbang 23,95 gram.
- Dimasukkan dalam gelas kimia 100 mL.
- Dilarutkan dengan sedikit aquades
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas

Larutan Rhodamin B 0,5 M

NaOH

- Ditimbang 2 gram.
- Dimasukkan dalam gelas kimia 100 mL.
- Dilarutkan dengan sedikit aquades
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas

NaOH 0,5 M

COOH + NaOH

- Larutan Rhodamin B dicampurkan dengan larutan NaOH

Rhodamin B Na 0,5 M

L.1.2 Preparasi kitosan

Kitosan

- Ditimbang 1 gram.
- Dilarutkan dalam 40 mL asam asetat 3% (v/v).
- Diaduk dengan stirer hingga homogen selama 24 jam.

Larutan kitosan

L.1.3 Pembuatan membran ESI Rhodamin B berbasis kitosan

Larutan kitosan

- Ditimbang dan ditambahkan DOP dan PVC sesuai perbandingan pada tabel:

Komposisi Membran	Komposisi Bahan (g)		
	Kitosan	PVC	DOP
1	0,02	0,40	0,58
2	0,03	0,39	0,58
3	0,04	0,40	0,56
4	0,05	0,38	0,57
5	0,06	0,39	0,55
6	0,06	0,39	0,55

- Ditambahkan pelarut THF sebanyak 3 mL pada masing-masing komposisi membran.

Larutan membran

L.1.4 Preparasi kawat platina (Pt)

Kawat Pt

- Dicuci dengan 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°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°C selama 12 jam.

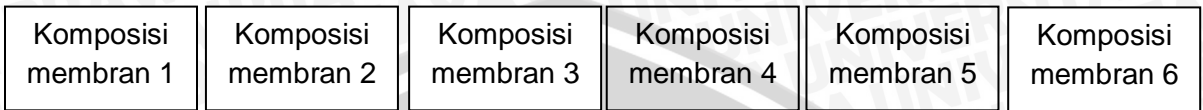
Kawat Pt bermembran kitosan

- Didinginkan selama 24 jam.
- Direndam dalam larutan rhodamin B Na 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



ESI Rhodamin B tipe kawat

- Direndam dalam larutan rhodamin B Na 0,5 M selama 30 menit.
- Dibilas dengan sedikit aquades.
- Dikeringkan pada suhu ruang selama 10-60 menit.
- Diukur potensial larutan rhodamin B Na 5×10^{-3} ; 10^{-3} ; 5×10^{-4} ; 10^{-4} ; 5×10^{-5} ; dan 10^{-5} M.
- Dibuat grafik hubungan antara potensial E (mV) dengan $-\text{Log}(\text{COO}^-)$.
- 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 rhodamin B Na 0,5 M dengan variasi waktu 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80 menit.
- Diukur potensial larutan rhodamin B Na 5×10^{-3} ; 10^{-3} ; 5×10^{-4} ; 10^{-4} ; 5×10^{-5} ; dan 10^{-5} M.
- Dibuat grafik hubungan antara potensial E (mV) dengan $-\text{Log}(\text{COO}^-)$.
- Ditentukan harga faktor Nernst.

Waktu perendaman membran optimum

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

Larutan rhodamin B Na 5×10^{-3} ; 10^{-3} ; 5×10^{-4} ; 10^{-4} ; 5×10^{-5} ; dan 10^{-5}

- Diukur harga potensial (E).
- Dibuat grafik hubungan antara potensial E (mV) dengan $-\text{Log}(\text{COO}^-)$.
- Ditentukan harga faktor Nernst, rentang konsentrasi linier, dan batas deteksi.

Data

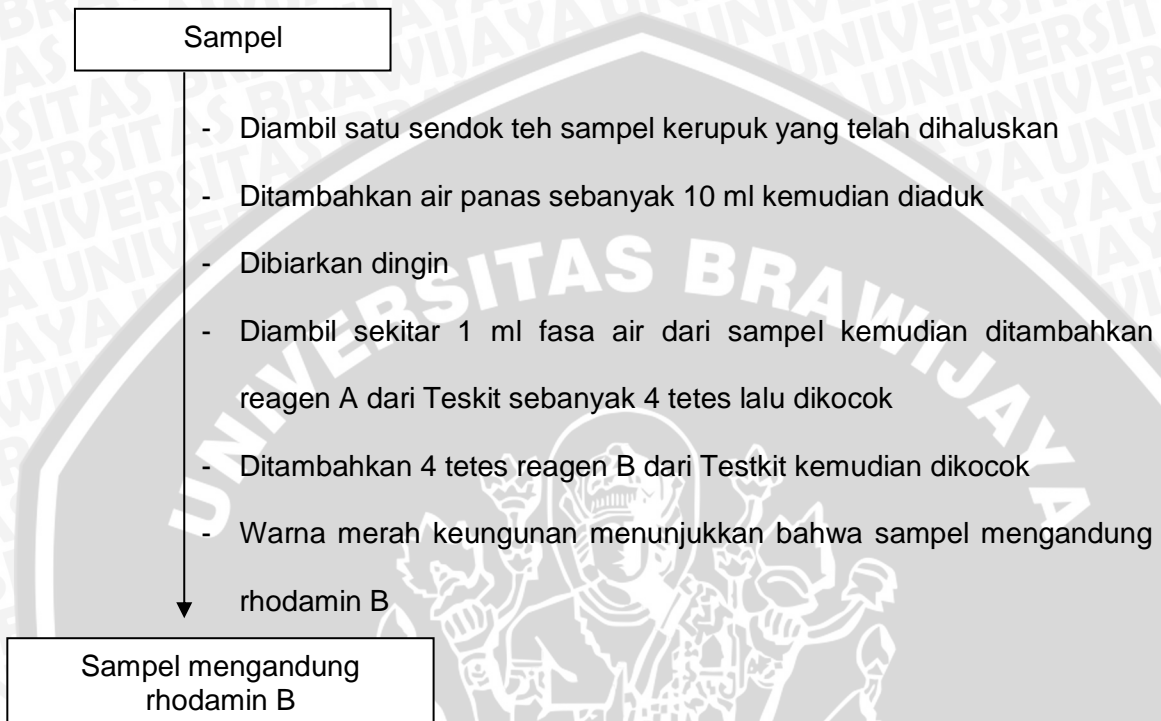
L.1.4 Preparasi sampel rhodamin B pada jajanan

Sampel

- Ditimbang 5 g.
- Dimasukkan ke erlenmeyer 250 ml yang bertutup
- Ditambahkan 100 ml larutan amonia 2% dalam etanol 70 %
- Didiamkan semalaman 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
- Lapisan eter dicuci dengan larutan NaOH 0,5% sebanyak 5 ml
- Terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan eter dan lapisan air
- Lapisan air bagian bawah dibuang
- Lapisan 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

L.1.5 Pengujian sampel kerupuk menggunakan Testkit rhodamin B



Lampiran 2

Perhitungan dan Pembuatan Larutan

L.2.1. 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.2.2. Preparasi Kitosan

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

L.2.3. Perhitungan dan Pembuatan Larutan Rhodamin B 0,5 M 100,0 ml

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

L.2.4. Perhitungan dan Pembuatan Larutan NaOH 0,5 M

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

$$= 0,5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 2,0 \text{ gram}$$

L.2.5. Perhitungan dan pembuatan larutan rhodamin B Na 1×10^{-1} - 1×10^{-8} M

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

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

Dipipet 10 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-2} M dari rhodamin B Na 1×10^{-1} M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-1} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-2} \text{ M} \\ V_1 &= 5,0 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-3} M dari rhodamin B Na 1×10^{-2} M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-2} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-3} \text{ M} \\ V_1 &= 5,0 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-4} M dari rhodamin B Na 10^{-3} M maka:

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 10^{-3} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-4} \text{ M} \\ V_1 &= 5,0 \text{ ml} \end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-5} M dari rhodamin B Na 10^{-4} M maka:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-4} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-5} \text{ M} \\V_1 &= 5,0 \text{ ml}\end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-6} M dari rhodamin B Na 10^{-5} M maka:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-5} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-6} \text{ M} \\V_1 &= 5,0 \text{ ml}\end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-7} M dari rhodamin B Na 10^{-6} M maka:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-6} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-7} \text{ M} \\V_1 &= 5,0 \text{ ml}\end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 rhodamin B Na 10^{-8} M dari rhodamin B Na 10^{-7} M maka:

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 10^{-7} \text{ M} &= 50 \text{ ml} \times 10^{-8} \text{ M} \\V_1 &= 5,0 \text{ ml}\end{aligned}$$

Dipipet 5 ml rhodamin B Na 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 3

Data Hasil Penelitian

L.3.1 Pengukuran potensial larutan uji rhodamin B pada rentang pH 4-7

Tanggal	pH	Pengulangan 1 (mV)	Pengulangan 2 (mV)	Pengulangan 3 (mV)	Rata-rata	CV (%)
18 Juni 2013	4	-8	-6.7	-5.2	-6.6	-21.1
18 Juni 2013	5	57,1	58,2	56,1	57,1	1,8
18 Juni 2013	6	11,8	12,1	12	11,9	1,3
18 Juni 2013	7	-32,3	-32,5	-32,8	-32,5	-0,7

L.3.2 Pengukuran potensial larutan uji rhodamin B pada rentang suhu 25 °C - 50°C

Tanggal	Suhu	Pengulangan 1 (mV)	Pengulangan 2 (mV)	Pengulangan 3 (mV)	Rata-rata	CV (%)
12 Juli 2013	25°C	57,1	58,2	56,1	57,1	1,83
12 Juli 2013	30°C	54,9	54,6	55,6	55,03	0,93
12 Juli 2013	35°C	52,7	53,7	54,5	53,6	1,68
12 Juli 2013	40°C	37,9	39	40,7	39,2	3,59
12 Juli 2013	45°C	46,7	45,9	44,2	45,6	2,79
12 Juli 2013	50°C	36,2	35,7	37,3	36,4	2,24

L.3.3 Pengukuran potensial larutan uji rhodamin B dengan ion asing Cl^-

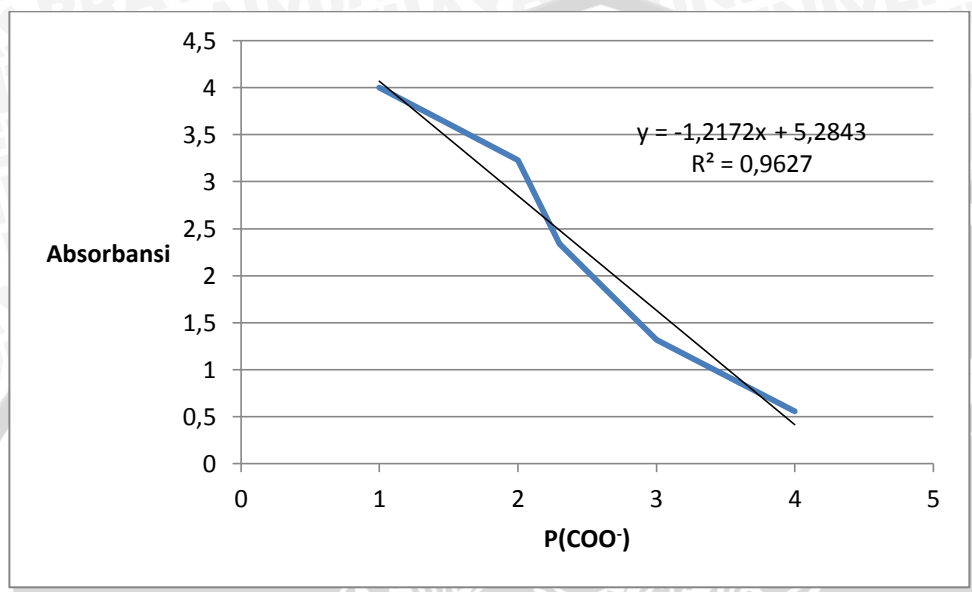
$\text{P}(\text{COO}^-)$	Pengulangan 1 (mV)	Pengulangan 2 (mV)	Pengulangan 3 (mV)
1	220	225	221
2	279	282	280
3	329	330	330
4	403	402	401
R^2	0,9939	0,9934	0,9954
Rentang konsentrasi	$10^{-1}-10^{-4}$		
Slope	59,9	57,9	59
SD slope	1,001665		
Rata-rata slope	58,93333		
CV(%)	1,699658		

L.3.4 Pengukuran potensial larutan uji rhodamin B dengan ion asing asetat

$\text{P}(\text{COO}^-)$	Pengulangan 1 (mV)	Pengulangan 2 (mV)	Pengulangan 3 (mV)
1	196	198	195
2	267	266	264
3	281	280	283
4	374	375	374
R^2	0,9349	0,9314	0,947
Rentang konsentrasi	$10^{-1}-10^{-4}$		
Slope	54,8	54,5	55,6
SD slope	0,5686241		
Rata-rata slope	54,966667		
CV (%)	1,0344889		

L.3.5 Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometri

L.3.5.1 Kurva standar spektrofotometri



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

L.3.5.2 Absorbansi sampel

Spektrofotometri				
Sampel	absorbansi	P(COO)	M	ppm
Dinoyo I	0.661	3.7983	1.591×10^{-4}	76.21
Dinoyo II	0.472	3.953	1.114×10^{-4}	53.36
Blimbing	0.537	3.9000	1.258×10^{-4}	60.26

L.3.6 Pengukuran potensial sampel menggunakan ESI rhodamin B

Sampel	ESI			
	potensial (mV)	P(COO ⁻)	M	ppm
Dinoyo I	298	3.72	1.911×10^{-4}	91.57
Dinoyo II	312	3.958	1.1×10^{-4}	52.69
Blimbing	306	3.85	1.38×10^{-4}	66.1



L.3.7 Hasil uji-t menggunakan 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