

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA BEKATUL DENGAN  
DESTRUKSI REFLUKS SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM  
(SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MITA WAHYUNING TYAS  
NIM. 17630112**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA BEKATUL DENGAN  
DESTRUKSI REFLUKS SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM  
(SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
MITA WAHYUNING TYAS  
NIM. 17630112**

**Diajukan kepada :  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA BEKATUL DENGAN  
DESTRUKSI REFLUKS SECARA SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM  
(SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**MITA WAHYUNING TYAS**  
NIM. 17630112

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:  
Tanggal: 24 Mei 2022

**Pembimbing I**



**Diana Candra Dewi, M.Si**  
NIP. 19770720 200312 2 001

**Pembimbing II**



**Rifatul Mahmudah, M.Si**  
NIDT.19830125 20160801 2 068

Mengetahui,  
Ketua Program Studi



**Rachmawati Singsih, M.Si**  
NIP. 19810811 200801 2 010

ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA BEKATUL DENGAN  
DESTRUKSI REFLUKS SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM  
(SSA)

SKRIPSI

Oleh :  
MITA WAHYUNING TYAS  
NIM.17630112

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal : 24 Mei 2022

Ketua Penguji : Suci Amalia, M.Sc  
NIP. 19821104 200901 2 007

(.....)

Anggota Penguji I : Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si  
NIP. 19890527 201903 2 016

(.....)

Anggota Penguji II : Diana Candra Dewi, M.Si  
NIP. 19770720 200312 2 001

(.....)

Anggota Penguji III : Rif'atul Mahmudah, M.Si  
NIDT. 19830125 20160801 2 068

(.....)

Mengetahui,  
Ketua Program Studi

  
Rachmawati Angsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010

iii

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Mita Wahyuning Tyas

NIM : 17630112

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Bekatul dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau fikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atau perbuatan tersebut.

Malang, 24 Mei 2022  
Yang membuat pernyataan



Mita Wahyuning Tyas  
NIM. 17630112

## **MOTTO**

**“bersungguh-sungguhlah dalam melakukan hal, maka kemenangan akan menantimu”**

## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Assalamualaikum Wr. Wb

Senantiasa memanjatkan syukur kehadiran Allah Swt. yang telah melimpahkan segala rahmat, hidayah dan kesehatan sehingga saya dapat menyelesaikan karya tulis ini. Tak lupa sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad Saw.

Karya tulis ini saya persembahkan kepada orang-orang yang sayangi dan berjasa bagi hidup saya. Pertama, kepada kedua orang tua saya (Dulchilmin dan Lilik Faridah yang telah memberikan saya semangat, doa, kasih sayang yang tak terhingga, dan nasehat, semoga Allah Swt. membalas segala kebaikan beliau dan senantiasa memberikan kesehatan dan Panjang umur. Kedua, kepada seluruh orang yang telah berjasa dalam membantu penulisan ini baik dosen, teman, saudara dan sahabat saya, semoga selalu diberikan Kesehatan dan semua kebaikan dibalas oleh Allah Swt. Amiiin.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penyusun panjatkan atas kehadiran Allah Swt. atas segala limpahan rahmat, hidayah serta inayah-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul **“Analisis Kadar Timbal (Pb) Pada Bekatul dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad saw, yang telah membimbing kita untuk berada di jalan yang diridhai Allah Swt.

Penulis pada kesempatan ini ingin menghaturkan ucapan terimakasih sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, selaku dosen pembimbing penelitian yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan nasehat kepada penulis selama menyelesaikan proposal ini.
4. Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si, selaku dosen pembimbing agama dalam penulisan proposal ini.
5. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
6. Kedua orang tua penulis dan seluruh keluarga yang memberi dukungan dan doa tanpa henti.
7. Semua rekan-rekan paling berpengaruh dalam keseharian proses penulisan, Lukman Hakim, Rodoh Nofitasari, Arni Meilina, Fuad Fahni, yang selalu menjadi tempat keluh kesah dan pemberi solusi.
8. Seluruh teman-teman Sauna, yang telah memberikan dukungan, semangat dan motivasi kepada penulis dalam proses penyusunan skripsi ini.
9. Teman-teman dari Angkatan 2017 dan kakak tingkat yang telah memberikan bantuan, semangat, dan saran selama proses penelitian

dilakukan.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari kata sempurna, oleh karena itu kritik dan saran sangat diterima dengan senang hati. Akhir kata semoga dengan penyusunan skripsi ini dapat memberikan manfaat dan ide baru bagi kita semua.  
Amin

Malang, Mei 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN TUGAS AKHIR .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....	xii
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
ABSTRAK .....	xiv
ABSTRACT.....	xv
مستخلص البحث.....	xvi
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah .....	7
1.5 Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>9</b>
2.1 Bekatul ( <i>Rice Bran</i> ) .....	9
2.2 Logam Berat .....	10
2.2.1 Timbal (Pb) .....	11
2.3 Destruksi dengan Bantuan Refluks.....	13
2.4 Analisis Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	15
2.4.1 Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	15
2.4.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	19
2.5 Metode Kurva Standar .....	20
2.6 Uji <i>One Way Anova</i> .....	22
2.7 Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam.....	23
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>27</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	27
3.2 Alat dan Bahan .....	27
3.2.1 Alat .....	27
3.2.2 Bahan .....	27
3.3 Rancangan Penelitian .....	27
3.4 Tahapan Penelitian.....	28
3.5 Cara Kerja.....	29
3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel.....	29
3.5.2 Pengaturan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Logam Pb .....	29
3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb) .....	29
3.5.4 Penentuan Komposisi Larutan Pendestruksi Terbaik .....	30
3.5.5 Penentuan Volume Larutan Pendestruksi Terbaik.....	31

3.5.6 Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Masing-masing Bekatul.	32
3.5.7 Analisis Data .....	32
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>34</b>
4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel.....	34
4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb).....	35
4.3 Penentuan Komposisi Zat Pendestruksi Terbaik .....	37
4.4 Penentuan Volume Zat Pendestruksi Terbaik.....	39
4.5 Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Masing-masing Bekatul .....	40
4.6 Kandungan (Pb) pada Bekatul Menurut Perspektif Islam .....	43
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>46</b>
5.1 Kesimpulan .....	46
5.1 Saran .....	46
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>47</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>54</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1: Skema umum atomisasi pada spektroskopi serapan atom (SSA)	16
Gambar 4.1: Grafik kurva standar timbal (Pb).....	36
Gambar 4.2: Grafik kadar timbal (Pb) dalam masing-masing bekatul .....	41

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1: Kandungan gizi bekatul.....	10
Tabel 2.2: Nyala penetapan timbal (Pb) .....	19
Tabel 3.1: Variasi komposisi larutan pendestruksi.....	30
Tabel 3.2: Variasi volume larutan pendestruksi.....	31
Tabel 3.3: Hasil analisis kadar logam timbal (Pb).....	32

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Rancangan Penelitian.....	54
Lampiran 2: Diagram Alir.....	55
Lampiran 3: Perhitungan.....	60

## ABSTRAK

Tyas, Mita Wahyuning. 2021. **Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Bekatul dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Proposal Penelitian. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

---

**Kata Kunci:** Bekatul, Timbal (Pb), Refluks.

Bekatul merupakan pangan fungsional yang dimanfaatkan untuk suplemen dan bahan tambahan pada produksi makanan. Suatu produk bekatul dapat terkontaminasi cemaran timbal (Pb) yang berasal dari pupuk, tanah sawah, air irigasi, dan udara. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan komposisi dan volume zat pendestruksi terbaik dalam bekatul menggunakan destruksi basah tertutup (refluks) dan mengetahui kadar logam berat timbal pada sampel.

Penelitian ini berjalan secara *experimental laboratory*, perlakuan yang dilakukan meliputi penentuan komposisi dan volume pengoksidasi terbaik dengan cara mencampurkan seluruh jenis sampel kemudian didestruksi menggunakan refluks dalam suhu 100°C selama 3 jam dengan variasi komposisi HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (1:1); HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (5:2) dan HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (8:1), hasil terbaik digunakan untuk tahap penentuan volume terbaik dengan variasi 10, 20, 30, dan 40 mL. Spektroskopi Serapan Atom (SSA) digunakan untuk memeriksa semua produk hasil destruksi. Komposisi dan volume terbaik akan digunakan dalam analisis kadar logam timbal dalam masing-masing bekatul.

Hasil penelitian menunjukkan komposisi dan volume zat pendestruksi terbaik menggunakan destruksi basah tertutup (refluks) yaitu komposisi HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (8:1) dalam volume 30 mL. Kadar logam timbal (Pb) yang didapatkan dalam masing-masing bekatul dengan merek ME 1, HI 1, ME 2, dan HI 2 sebesar 27,48±1,31 mg/kg; 24,82±1,60 mg/kg; 24,33±1,25 mg/kg; dan 25,16±1,89 mg/kg.

## ABSTRACT

Tyas, Mita Wahyuning. 2021. **Analysis of Lead (Pb) Levels in Rice bran with Reflux Destruction by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Proposal. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Advisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

---

**Keywords:** Rice Bran, Lead (Pb), Reflux

Rice bran is a functional food that is used as a supplement and additives in food production. Rice bran can be contaminated by lead (Pb) from fertilizer, soil, irrigation water, and air. The goal of this study was to find the best composition and volume digesting agent utilizing closed wet digestion (reflux), as well as the heavy metal concentration of lead in several types of packaged bran.

This research was done as an experimental laboratory, the research was carried out comprised determining the best composition and volume of digestion agent, by mixing all types of samples and then digesting them using reflux at 100°C for 3 hours with composition variations of HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (1:1), HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (5:2), and HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (8:1). The best composition was used to determine the best volume with variations of 10, 20, 30, and 40 mL. Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) was used to examine all of the digestion products (AAS). The best composition and volume would be used for analyzing lead (Pb) metal content in sample.

The results showed the optimal digesting agent composition and volume for closed wet digestion (reflux) was HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (8:1) in a volume of 30 mL. The levels of lead (Pb) obtained in each bran with brands ME 1, HI 1, ME 2, and HI 2 were 27.48±1.31 mg/kg; 24.82±1.60 mg/kg; 24.33±1.25 mg/kg; and 25.16±1.89 mg/kg.

## نبذة مختصرة

تياس ، ميتا واهيونينغ. ٢٠٢٢. تحليل مستوى الرصاص (Pb) في نخالة الأرز مع تدمير الجزر بواسطة مطيافية الامتصاص الذري (AAS). قسم الكيمياء بكلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المستشار ١. د بيان جانديرا ديوي الماجستير , المسرقة الثانية : رفعة المحمودة الماجستير

### الكلمات المفتاح: نخالة, قيادة (Pb), ارتداد

نخالة الأرز غذاء وظيفي يستخدم كمكملات ومضافات في إنتاج الغذاء. يمكن أن يكون منتج نخالة الأرز ملوثاً بالرصاص (Pb) التي تأتي من الأسمدة وحقول الأرز, مياه الري, والجو. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد تركيب وحجم أفضل العوامل المدمرة في نخالة الأرز باستخدام الهضم الرطب المغلق (ارتداد). ومعرفة المحتوى المعدني الثقيل للرصاص في عدة أنواع من نخالة الأرز المعبأة.

يتم إجراء هذا البحث في مختبر تجريبي, تضمنت المعاملة التي تم إجراؤها تحديد تركيبة وحجم أفضل عامل مؤكسد عن طريق خلط جميع أنواع العينات ثم هضمها باستخدام الراجع  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) في درجة حرارة الغرفة.  $100^\circ\text{C}$  لمدة ٣ ساعات بتركيبات مختلفة يتم استخدام أفضل النتائج لمرحلة .  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1) dan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (5:2) تحديد الحجم الأفضل مع الاختلافات ١٠ميلي, ٢٠ ميلي, ٣٠ ميلي و ٤٠ ميلي. تم تحليل جميع نواتج التدمير باستخدام مطيافية الامتصاص الذري (AAS). سيتم استخدام أفضل تركيبة وحجم في تحليل مستويات الرصاص في كل نخالة

نتيجة البحث يوضح تكوين وحجم أفضل عامل تدمير باستخدام الهضم الرطب المغلق (الارتجاع) أي التركيب  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1) مع الصوت ٣٠ ميلي. محتوى معدن و ME 1 الرصاص (Pb) التي يتم الحصول عليها في كل نخالة مع العلامة التجارية كانت مجم / كجم ؛  $24.82 \pm 1.60$  ملغم / كجم ؛  $27.48 \pm 1.31$  HI 2 و ME 2 و HI 1 و  $24.33 \pm 1.25$  مجم / كجم ؛ و  $25.16 \pm 1.89$  ملغم / كجم.

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Bekatul merupakan salah satu produk samping dari proses penggilingan yang terletak pada bagian terluar bulir beras (Thahir, 2010). Meskipun hanya produk samping, bekatul mengandung sejumlah senyawa penting seperti fenolik, serat pangan yang tinggi, vitamin, dan mineral. Senyawa-senyawa tersebut memiliki fungsi sebagai anti kanker, anti hipokolesterolemik, dan anti aterogenik (Henderson, *et al.*, 2012). Selain itu, bekatul juga dikonsumsi oleh penderita diabetes, untuk menurunkan kadar gula dalam tubuh.

Berbagai kelebihan tersebut menjadikan bekatul dimanfaatkan sebagai pangan fungsional seperti sereal dan minyak bekatul (Tuarita, *et al.*, 2017). Peluang pengembangan bekatul sebagai pangan fungsional masih sangat terbuka tetapi, beberapa penelitian menunjukkan terdapat cemaran logam pada bekatul, seperti Filon, *et al* (2013) menyatakan bahwa pada tahun 2010 ditemukan kadar timbal (Pb) dalam bekatul sebesar 0,234-0,278 mg/kg. Hal ini menunjukkan bahwa penting untuk menganalisis cemaran logam dalam bekatul yang bertujuan mengetahui standar kelayakan bekatul untuk dikonsumsi.

Sebagai umat muslim harus memiliki standar makanan yang layak untuk dikonsumsi, standar wajib tersebut yaitu halal dan memberikan manfaat bagi tubuh. Makanan yang halal dan thayyib akan memberikan dampak yang positif bagi kita umat islam. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah Swt. dalam Qur'an Surah Al Baqarah ayat 168 yang berbunyi:

يَا أَيُّهَا النَّاسُ كُلُوا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلَالًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوا خُطُوَاتِ الشَّيْطَانِ إِنَّهُ لَكُمْ  
عَدُوٌّ مُّبِينٌ

Artinya: “*Hai sekalian manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi, dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaitan, karena sesungguhnya syaitan itu adalah musuh yang nyata bagimu*”

Allah Swt. memperbolehkan manusia untuk mengonsumsi segala makanan yang ada di muka bumi selagi itu halal dan baik bagi tubuh. Secara umum halal adalah thayyib (halalan thayyiban) yang mana mencakup tiga hal yaitu, sesuai selera alamiah manusia, bermanfaat dan tidak membahayakan tubuh manusia serta diperoleh dengan cara yang benar dan dipergunakan untuk hal yang benar (Wahyuni, 2013). Sehingga, makanan yang mengandung zat kimia beracun seperti logam berat timbal (Pb) dengan kadar yang melebihi ambang batas tidak masuk ke dalam makanan halal dan thayyib karena dapat membahayakan tubuh manusia.

Timbal merupakan logam berat yang toksik, yang sudah alami berada dalam tanah tempat padi tumbuh. Tetapi, apabila masuk ke dalam tubuh dapat menurunkan kinerja beberapa organ tubuh seperti ginjal, bahkan hingga mengalami kerusakan otak (Marianti, *et al*, 2018). Timbal yang masuk ke dalam tubuh dapat berasal dari makanan yang kita konsumsi (Khairuddin, 2018). Hal tersebut didukung oleh beberapa riset. Silalahi, *et al* (2018) menyatakan bahwa cemaran Pb pada tanaman padi dapat mencapai 10 kali lipat lebih tinggi karena sifatnya yang anaerobik. Sumber pencemaran tersebut dapat berasal dari tanah, udara, sumber irigasi air, serta pestisida yang digunakan selama proses penanaman.

Beberapa penelitian membuktikan bahwa terdapat cemaran timbal (Pb) dalam padi, beras bahkan gabah. Cahaya (2017) menentukan kandungan logam timbal pada padi di daerah Perbaungan, kabupaten Serdang. Penentuan cemaran logam dilakukan dalam enam jenis sampel, dan ditemukan kandungan timbal

sebesar 1,749-3,279 mg/kg. Mulyadi (2013) melakukan sebuah penelitian analisis cemaran logam timbal (Pb) dalam gabah pada lahan sawah di Pati (Jawa Tengah) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), pada tahun 2009 ditemukan kandungan logam timbal sebesar 0,23-1,23 ppm.

Ketika beras dapat mengandung kadar logam timbal yang cukup mengkhawatirkan, dimungkinkan dalam bekatul juga dapat mengandung cemaran logam berat serupa yang lebih tinggi. Tetapi, penelitian mengenai hal tersebut di Indonesia belum ada yang melakukan. Sehingga, menjadi tujuan dari penelitian ini untuk menganalisis kadar logam timbal dalam bekatul. Selain itu, penelitian ini sangat penting untuk dilakukan karena mengingat peminat untuk memanfaatkan bekatul sebagai pangan fungsional semakin meningkat. Hal tersebut terkait dengan berbagai manfaat yang terkandung didalamnya. Bekatul termasuk dalam jenis sereal, menurut peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan tahun 2018 batas kadar timbal dalam sereal dan produk sereal sebesar 0,25 mg/kg (Peraturan BPOM, 2018).

Kadar suatu logam berat dan timbal (Pb) dalam bekatul dapat ditentukan dengan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA), suatu metode analisis yang dapat digunakan untuk mengetahui keberadaan dan kadar logam berat dalam berbagai bahan. Sampel yang akan dianalisis terlebih dahulu harus dipreparasi menggunakan proses destruksi basah tertutup dengan refluks. Metode tersebut dipilih karena memiliki kelebihan dibandingkan dengan metode destruksi kering atau basah terbuka, diantaranya efisien, kemungkinan kontaminasi dari udara kecil, dan unsur-unsur yang mudah menguap tidak mudah hilang (Jalbani, *et al* 2014). Selain itu, menurut Rachmawati, *et al* (2015) proses pengerjaannya sederhana,

oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut. Metode destruksi basah tertutup, prosesnya menggunakan bantuan asam kuat seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , dan  $\text{HCl}$  agar senyawa dalam sampel dapat menjadi unsur yang akan diteliti.

Proses destruksi pada suatu sampel agar berjalan secara maksimal, dibutuhkan optimasi komposisi dan volume asam pendestruksi. Menurut Kristianingrum (2012) pemilihan asam pendestruksi terbaik sangatlah penting, karena dapat mempengaruhi kadar logam yang dihasilkan. Hal tersebut juga sesuai dengan penelitian Jalbani, *et al* (2014) yang melakukan analisis elemen beracun pada beras komersial di Pakistan menggunakan optimasi komposisi  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan total volume 5 mL dan 8 mL. Hasil yang didapatkan komposisi  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan total volume 8 mL memberikan % *recovery* yang tinggi untuk logam Cd dan Pb yaitu 97,2% dan 93,6%.

Penggunaan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) disini sebagai oksidator kuat, pemutus ikatan logam dengan senyawa organik, sedangkan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) berfungsi untuk membantu menyempurnakan proses destruksi yang dilakukan oleh asam nitrat. Penggabungan kedua asam tersebut akan memaksimalkan proses destruksi (Rachmawati, *et al.*, 2015). Berdasarkan kajian literatur tersebut menunjukkan bahwa variasi asam pendestruksi yang digunakan dapat mempengaruhi hasil analisis.

Ghazanfarirad, *et al* (2014) menentukan kandungan logam berat dalam beras impor yang masuk ke Iran menggunakan campuran larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1). Hasil yang didapatkan terdapat cemaran timbal dalam beras impor dengan kisaran 0,043-0,147 mg/kg. Tidak hanya itu, Haque, *et al* (2021) mendeteksi logam berat pada bekatul menggunakan komposisi larutan pendestruksi

$\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1) dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hasil yang didapatkan yaitu kadar timbal (Pb) kurang dari 0,5 ppm. Ahmed, *et al* (2015) juga melacak beberapa elemen salah satunya, timbal dalam dua sereal pokok (beras dan gandum) di Bangladesh menggunakan metode destruksi basah sistem tertutup dengan larutan pendestruksi asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan asam peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) (5:2). Hasil yang diperoleh dari penelitian tersebut kadar untuk cemaran timbal (Pb) dalam beras sebesar 0,713 mg/kg dan dalam gandum yaitu 0,221 mg/kg.

Berdasarkan beberapa kajian literatur yang ada, dilakukan sebuah penelitian dengan tujuan menganalisis kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel bekatul beras hitam dan merah yang dijual di pasar online (*e commerce*) menggunakan proses destruksi dengan bantuan refluks dan dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penggunaan jenis bekatul tersebut dikarenakan kandungan logam timbal yang cukup tinggi terkandung dalam jenis beras merah dan hitam. Hal ini dikarenakan kedua beras tersebut masih mengandung kulit terluar atau bekatul. Sampel yang telah dikumpulkan dipreparasi dan kemudian akan didestruksi.

Pada proses destruksi digunakan campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam berbagai variasi, dengan tujuan mencari komposisi dan volume zat pendestruksi terbaik untuk mendekomposisi logam Pb dalam bekatul. Sampel yang telah melewati proses-proses destruksi akan dianalisis kadar timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm. Kadar yang keluar dari instrument SSA akan dihitung kadar sebenarnya dan diolah menggunakan *one way* ANOVA untuk mengetahui pengaruh atau tidaknya variasi yang digunakan terhadap kadar logam timbal (Pb) dalam bekatul. Hasil yang didapatkan akan menunjukkan bekatul yang digunakan sebagai sampel layak

dikonsumsi atau tidak. Hasil dari penelitian ini dapat meminimalisir kasus keracunan akibat cemaran logam berat khususnya timbal (Pb).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian latar belakang diatas maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut:

1. Berapa komposisi zat pendestruksi terbaik yang digunakan untuk analisis kadar logam berat timbal (Pb) pada bekatul dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?
2. Berapa volume larutan pendestruksi terbaik yang digunakan untuk analisis kadar logam berat timbal (Pb) pada bekatul dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?
3. Berapa kadar logam timbal (Pb) dalam masing-masing bekatul menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan uraian rumusan masalah diatas, maka tujuan dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui komposisi larutan pendestruksi terbaik yang digunakan untuk analisis kadar logam berat timbal (Pb) pada bekatul dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
2. Untuk mengetahui volume larutan pendestruksi terbaik yang digunakan untuk analisis kadar logam berat timbal (Pb) pada bekatul dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

3. Untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam masing-masing bekatul menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

#### **1.4 Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan belum terdaftar BPOM, 2 sampel terdaftar PIRT
2. Sampel didapat dari pasar online (*e-commerce*)
3. Bekatul yang digunakan jenis beras merah dengan kode ME 1, ME 2 dan beras hitam dengan kode HI 1, HI 2
4. Metode yang digunakan adalah metode destruksi basah tertutup menggunakan refluks dengan zat pendestruksi  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1);  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (5:2) dan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1) sebanyak 20 mL
5. Variasi volume larutan yang digunakan 10 mL, 20 mL, 30 mL, dan 40 mL

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat penelitian ini diantaranya sebagai berikut:

1. Mengetahui komposisi dan volume zat pengoksidasi terbaik untuk penentuan logam timbal (Pb) dalam bekatul menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
2. Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai cemaran logam berat timbal (Pb) dalam bekatul
3. Memberikan informasi mengenai sumber-sumber pencemaran logam berat timbal (Pb) dalam bekatul

**BAB II**  
**TINJAUAN PUSTAKA**

**2.1 Bekatul (*Rice Bran*)**

Kebanyakan masyarakat ketika mendengar kata bekatul akan mengaitkannya dengan pakan ternak, hal ini karena bekatul merupakan hasil samping dari proses penggilingan gabah menjadi beras yang umumnya terbuang begitu saja. Lapisan terluar beras yang terlepas selama proses penggilingan antara butir beras dan kulit padi berwarna krem hingga coklat itulah yang disebut dengan bekatul (Sukma, 2010). Selama proses penggilingan akan dihasilkan sekitar 8-12% bekatul (Luthfianto, 2017). Bekatul halus yang dihasilkan dari proses penggilingan mencapai 4-6 juta ton per tahun (Nursalim dan Razali, 2007).

Proses penggilingan gabah untuk menghilangkan bagian sekamnya akan memperoleh hasil berupa beras pecah kulit. Bagian dari beras pecah kulit terdapat *bran* (dedak dan bekatul, *endosperma*, dan *embrio*). Endosperma juga memiliki bagian tersendiri yaitu kulit ari (lapisan aleurone) dan bagian berpati. Ketika bagian endosperma mengalami proses penyosohan menghasilkan dedak, bekatul dan beras sosoh (Astawan, 2009). Proses penyosohan akan mengikis 7,5% dari bobot awal, angka tersebut merupakan bekatul yang memiliki kadar selulosa dan hemiselulosa yang paling tinggi (Nursalim dan Razali, 2007).

Pemanfaatan dari bekatul sebelumnya masih terbatas, tetapi saat ini bekatul mulai diperjual belikan dalam bentuk curah maupun kemasan dengan berbagai merk. Tidak hanya itu bekatul saat ini juga digunakan sebagai bahan pangan fungsional, seperti tepung bekatul yang dimanfaatkan sebagai bahan tambahan pada biskuit atau kue. Hal ini karena bekatul memiliki nutrisi yang baik diantaranya:

**Tabel 2.1** Kandungan gizi bekatul (Huang *et al.*, 2005)

Kandungan Gizi	Jumlah
Karbohidrat	48,3-50,7%
Protein Kasar	15,7-17,2%
Lemak Kasar	23,3-24,9%
Kadar Air	9,61-14,74%
Serat	6,2-31,5%
Kadar Abu	9,2-11,3%

## 2.2 Logam Berat

Logam adalah material yang keras, terbagi menjadi dua jenis yaitu logam berat dan logam ringan. Logam berat merupakan suatu unsur alami yang ada di dalam tanah dengan densitas lebih dari 5 gr/cm<sup>3</sup>. Sedangkan logam ringan adalah logam dengan densitas kurang dari 5 gr/cm<sup>3</sup>. Logam yang tergolong dalam logam berat merupakan salah satu dari bahan pencemar lingkungan, dan beberapa diantaranya merupakan unsur yang sangat berbahaya. Beberapa jenis logam berat pencemar lingkungan yaitu arsen (As), timbal (Pb), merkuri (Hg) dan kadmium (Cd) (Endrinaldi, 2010). Namun, logam berat juga terdapat dalam kadar rendah.

Logam berat dengan kadar rendah diperlukan oleh makhluk hidup untuk pengaturan fungsi fisiologis tubuh. Selenium (Se), tembaga (Cu), besi (Fe) dan zink (Zn) adalah beberapa jenis logam berat yang memiliki peran penting bagi tubuh manusia. Sedangkan arsen (As), timbal (Pb), kadmium (Cd) adalah jenis logam berat yang termasuk kategori logam beracun dan berbahaya bagi kehidupan makhluk hidup (Nasution, 2009). Kandungan logam berat dalam suatu makanan tak terkecuali dalam bekatul yang digunakan sebagai bahan pangan fungsional, merupakan hal yang harus dihindari karena akan menimbulkan efek berbahaya bagi kesehatan manusia. Oleh karena itu, terdapat Peraturan Badan Pengawasan Obat dan Makanan (BPOM) yang mengatur regulasi batas maksimum logam berat dalam

suatu bekatul yang termasuk ke dalam jenis serealialia yaitu. Batas maksimum kadar logam timbal dalam serealialia yaitu 0,25 mg/kg.

### 2.2.1 Timbal (Pb)

Timbal atau yang sering disebut dengan nama timah hitam adalah logam padat pada suhu kamar yang berkilau dengan warna putih kebiruan atau kelabu keperakan. Timbal merupakan kelompok logam berat golongan IVA dengan nomor atom 82 dan berat atom 207,2 serta memiliki titik leleh pada 327,5°C dan titik didih pada 1740°C di atmosfer. Secara kimiawi timbal memiliki titik uap yang rendah. Sifat dari logam ini sangat lunak sehingga dapat dipotong dengan pisau, sehingga mudah dibentuk. Timbal ditemukan di alam kebanyakan dalam bentuk senyawa dengan molekul lain, misalnya dalam bentuk  $PbBr_2$  dan  $PbCl_2$  (Gusnita, 2012).

Keberadaan logam timbal di bumi paling sedikit jika dibandingkan dengan logam berat lainnya. Dalam skala kecil timbal terdapat pada batu-batuan, penguapan lava, tanah, dan tumbuhan. Logam ini sering digunakan sebagai bahan *coating* karena tahan terhadap korosi atau karat. Tidak hanya itu, timbal juga memiliki sifat yang tahan panas dan mudah dibentuk sehingga dimanfaatkan dalam pembuatan bahan kimia, pewarna, amunisi. Beberapa produk logam dibuat dari timbal murni yang kemudian diubah menjadi berbagai bentuk (Palar, 2004). Disamping manfaat timbal, logam ini juga dapat menimbulkan kerugian.

Kerugian dari timbal (Pb) yaitu ketika masuk ke dalam tubuh dapat menyebabkan keracunan. Logam ini masuk kedalam tubuh dalam bentuk persenyawaan melalui makanan, minuman, udara ataupun lapisan kulit. Timbal yang masuk melalui makanan, akan masuk ke dalam saluran pencernaan dan dapat masuk dalam darah. Akumulasi persenyawaan logam timbal yang masuk melalui

pernafasan oral kulit akan masuk ke darah yang kemudian dapat menuju jaringan lunak seperti hati, ginjal dan saraf (DepKes, 2001). Timbal yang berasal dari darah dan jaringan lunak akan diekskresikan melalui keringat, urin, dan feses (Riyadina, 1997).

Seseorang yang terpapar logam timbal (Pb) dapat menyebabkan gangguan pada sistem hemopoitik yaitu terjadinya anemia karena sintesis globin yang menurun. Tidak hanya itu, logam ini dapat menyebabkan gangguan pada sistem saraf, jika keracunan dalam kadar tinggi akan menimbulkan kerusakan pada otak, atau gangguan otak seperti, halusinasi. Keracunan timbal juga memiliki resiko terjadi gangguan pada sistem ginjal, persenyawaan timbal yang ada pada sirkulasi darah akan masuk ke dalam bagian dari ginjal yaitu glomerulus, dimana glomerulus adalah tempat pemisahan akhir dari semua bahan yang dibawa oleh darah. Maka, seluruh timbal yang terlarut dalam darah akan terdistribusi ke sistem ginjal, hal ini yang akan membuat sistem ginjal mengalami kerusakan (Darmono, 2011). Kadar maksimum Pb yang masih tergolong aman dalam darah anak-anak adalah 10 µg/dl darah, sedangkan untuk orang dewasa adalah 10-25 µg/dl darah (Depkes, 2001).

Pencemaran logam timbal (Pb) dapat berasal dari alam atau hasil samping kegiatan manusia. Secara alamiah timbal telah tersebar luas di alam, seperti pada batuan, tanah dan tumbuhan. Kandungan Pb pada batuan sekitar 10-20 mg/kg. Sedangkan pada tanah sekitar 5-25 mg/kg dan secara alami pada tumbuhan mengandung timbal sekitar 2,5 mg/kg berat daun kering (Mukono, 2002). Cemaran timbal pada air tanah berkisar pada 1-60 µg/l, sedangkan pada air permukaan seperti sungai dan danau mengandung cemaran logam timbal (Pb) sebesar 1-10 µg/l. Kandungan timbal pada air tawar lebih tinggi dibandingkan pada air laut. Menurut

Rizkiana, *et al* (2017) kandungan logam timbal di air laut kawasan nelayan berkisar pada 0,06-2,37 mg/l. Sedangkan di pantai California (USA) menunjukkan mengandung cemaran timbal pada angka 0,08-0,4  $\mu\text{g/l}$ . Kontaminasi logam pada air yang disebabkan karena pembuangan limbah akan membuat tanaman pada sektor pertanian juga ikut tercemar, apabila air tersebut digunakan untuk irigasi.

Udara juga mengandung logam timbal, secara alamiah udara mengandung timbal sebesar 0,0006  $\mu\text{g/m}^3$ . Tubuh yang terkontaminasi oleh logam timbal dapat berasal dari udara atau makanan. Udara yang penuh polusi dari kendaraan bermotor akan sangat beresiko tinggi mengandung kadar timbal. Kadar timbal yang terkandung dalam udara pada daerah pengecatan berkisar pada 0,007  $\mu\text{g/m}^3$  (Kasanah, 2016). Sedangkan pada daerah dengan lalu lintas yang padat mengandung kadar timbal hingga 2-8  $\text{mg/m}^3$  (Astawan, 2005). Tanaman seperti padi yang tumbuh pada daerah yang dekat dengan jalan raya atau kawasan juga sangat beresiko tercemar logam timbal, tidak hanya itu cemaran timbal dapat berasal dari tanah yang telah diberi pestisida bulldog 25 EC dan disiram dengan air irigasi yang sudah tercemar akan membuat tanaman yang tumbuh di atas tanah tersebut ikut tercemar logam timbal (Alloway, 1990).

### **2.3 Destruksi dengan Bantuan Refluks**

Destruksi basah adalah suatu proses yang bertujuan memutus ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel, sehingga diperoleh logam bebas yang nantinya dapat dianalisis (Raimon, 1993). Proses destruksi basah membutuhkan larutan asam kuat untuk merombak senyawa organik yang terkandung dalam sampel. Asam-asam kuat tersebut seperti asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), asam perklorat

(HClO<sub>4</sub>) dan asam klorida (HCl), yang dapat digunakan secara tunggal maupun campuran (Mulyadi, 2007).

Destruksi basah lebih baik dibandingkan dengan kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang tinggi seperti destruksi kering (Sumardi, 1981). Pada umumnya senyawa organik akan lebih mudah hancur dengan proses destruksi basah. Prinsip dasar dari destruksi basah sendiri yaitu, penggunaan asam nitrat untuk menghancurkan zat organik dengan suhu rendah yang bertujuan untuk menghindari hilangnya mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989). Proses destruksi sampel dibantu dengan penggunaan asam nitrat yang berfungsi untuk mengoksidasi senyawa organik (C, H, O) dalam sampel menjadi CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub> (Diniz, *et al*, 2013). Selain itu, dalam prosesnya ditambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCL, atau H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang berfungsi sebagai agen pengoksidasi untuk mempercepat proses destruksi.

Destruksi dengan metode refluks adalah metode destruksi basah tertutup dengan cara memasukkan sampel ke dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air. Prinsip menggunakan refluks yaitu menguap pada suhu tinggi ketika menggunakan pelarut volatile, tetapi ketika terbentuk uap akan mengakibatkan timbul embun pada kondensor. Kondensor disambungkan lalu dialiri air yang berfungsi sebagai pendingin, sehingga uap yang keluar dari tabung akan kembali mengembun dan masuk kembali ke dalam tabung. Sampel didestruksi menggunakan larutan pendestruksi dan dipanaskan pada temperatur 120°C selama 3-4 jam, setelah proses destruksi sampel didinginkan kemudian disaring (Darmono, 1995).

Sulyaman, *et al* (2015) menganalisis kandungan logam berat dalam beberapa sereal dari Nigeria. Sampel yang didapatkan dihaluskan, diayak, didestruksi menggunakan refluks, dan yang terakhir dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Sampel yang sudah kering dimasukkan ke dalam labu refluks dan ditambahkan campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$ , kemudian didiamkan beberapa jam dalam suhu ruang. Selanjutnya direfluks dalam *heating mantle* pada suhu  $90^\circ\text{C}$ - $100^\circ\text{C}$  hingga larutan jernih. Hasil destruksi didinginkan dalam suhu ruang, lalu disaring dan dipindahkan dalam labu ukur 100 mL, diencerkan hingga tanda batas.

## **2.4 Analisis Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

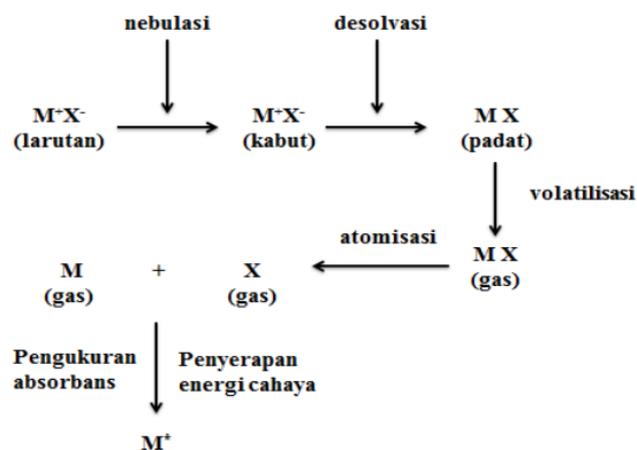
### **2.4.1 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

Spektroskopi serapan atom (SSA) merupakan metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam fase gas. Metode ini mengandalkan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom-atom logam berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam dalam sampel (Rohman, 2007). Spektroskopi ini digunakan untuk menentukan unsur-unsur logam dan metaloid, yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog, *et al*, 2000). Dalam penelitian ini analisis dilakukan dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Pemilihan metode spektrofotometer serapan atom (SSA) sangat tepat karena memiliki sensitifitas tinggi, mudah, murah, sederhana, cepat, dan cuplikan yang dibutuhkan sedikit (Supriyanto, *et al*, 2007). Selain itu spektroskopi ini digunakan untuk analisis kualitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit (*Ultratrace*). Cara analisis ini memberikan kadar total dari unsur logam dalam suatu sampel yang

tidak bergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut. Karena memiliki kepekaan yang tinggi maka sangat cocok untuk analisis logam dengan batas deteksi kurang dari 1 ppm. Spektroskopi serapan atom bekerja berdasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral dalam bentuk gas (Rohman, 2007).

Teknik analisis SSA berdasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. Atom-atom akan mengalami transisi apabila menyerap energi. Sebagian besar atom akan berada pada *ground state*, dan kecilnya (tergantung suhu) yang tereksitasi akan memancarkan cahaya dengan gelombang yang khas untuk atom tersebut ketika kembali ke *ground state*. Detektor akan mendeteksi energi terpancar tersebut (Harmita, 2006). Skema kerja umum dari metode ini adalah sebagai berikut:



**Gambar 2.1** Skema umum atomisasi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (Basset, *et al*, 1994)

Secara umum proses atomisasi yang terjadi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) melalui beberapa tahapan yaitu (Chasten, 2000):

1. *Nebulizer* mencampur asetilena (bahan bakar) dan oksidan (udara dan dinitrogen oksida) menciptakan tekanan.

2. Tekanan tersebut mengakibatkan sampel terserap masuk kedalam ruang *nebulizer*
3. *Glass bead* dan *mixing padlle* didalam chamber menciptakan campuran yang heterogen dari (bahan bakar dan oksidan) serta aerosol sampel
4. Campuran akan mengalir langsung ke kepala burner
5. Sampel cair tidak mengalir menuju nyala, melainkan terkumpul di bagian bawah dari *nebulizer* dan mengalir secara gravitasi menuju tempat pembuangan
6. Nyala memecah analit dan mengubahnya menjadi bentuk atom
7. Kemudian monokromator akan mengisolasi sinar dari analit dan memisahkannya dari sinar lain yang ditimbulkan oleh nyala
8. Detektor akan menentukan intensitas sinar yang keluar dari monokromator dan mengubahnya dalam bentuk energi listrik

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berprinsip pada cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada gelombang tertentu, bergantung pada sifat unsurnya. Jika larutan yang mengandung suatu garam logam dihembuskan kedalam suatu nyala (seperti asetilen yang terbakar di udara), akan terbentuk uap yang mengandung atom-atom dari logam tersebut. Beberapa atom logam dalam gas ini akan tereksitasi dari tingkat energi rendah menuju tingkat energi yang lebih tinggi untuk memungkinkan pemancaran radiasi yang karakteristik dari logam tersebut. Atom-atom keadaan dasar akan menyerap energi cahaya yang gelombang resonansinya khas untuk tiap-tiap atom, yang pada umumnya adalah radiasi yang akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dari keadaan dasar. Jadi apabila cahaya dengan gelombang resonansi tersebut dilewatkan nyala yang mengandung

atom-atom yang bersangkutan, maka cahaya itu akan diserap dan jauhnya penyerapan berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam keadaan nyala atau dikenal dengan hukum Lambert-Beer (Mulja.J.C., 1991).

Hukum absorpsi sinar (Lambert-Beer) berlaku pada spektrofotometer absorpsi sinar ultraviolet, sinar tampak maupun sinar merah, dan juga berlaku pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Bunyi dari hukum Lambert: apabila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi. Sedangkan hukum Beer berbunyi: intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut (Khopkar, 1990).

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} = \epsilon bc \dots \dots \dots (2.2)$$

Dimana:

$I_0$  = intensitas sumber sinar

$I_t$  = intensitas sinar yang diteruskan

$\epsilon$  = absorbtivitas molar (mol/liter)

$b$  = tebal nyala (nm)

$c$  = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar (ppm)

$A$  = absorbansi

Dari persamaan 2.2 dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day dan Underwood, 2002).

### 2.4.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Bagian-bagian dari instrumentasi spektroskopi serapan atom adalah sebagai berikut:

a. Sumber radiasi

Sumber radiasi yang digunakan adalah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang dilapisi dengan logam tertentu (Rohman, 2007).

b. Tempat sampel

Dalam analisis dengan SSA, sampel yang dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral. Menurut Rohman (2007), salah satu alat yang berfungsi untuk mengubah sampel menjadi uap atom-atomnya adalah dengan nyala (*flame*), sampel yang berupa cairan akan diubah menjadi bentuk uap atomnya untuk proses atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas yang digunakan, misalnya gas asetilen-udara suhunya sebesar 220°C. Pada sumber nyala ini asetilen yang berfungsi sebagai bahan pembakar, sedangkan udara sebagai bahan pengoksidasi. Pemilihan macam bahan bakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingan keduanya sangat berpengaruh terhadap suhu nyala.

Berikut adalah nyala yang diperlukan untuk penetapan unsur Pb, serta batas deteksinya:

**Tabel 2.2** Nyala penetapan timbal (Pb) (Iskandar *et al.*, 2017)

Logam	Panjang Gelombang (nm)	Tipe Nyala	Jenis lampu	Batas Deteksi ( $\mu\text{g/mL}$ )
Pb	217	UA	Lampu katoda timbal	0,015

c. Monokromator

Monokromator merupakan alat yang berfungsi memisahkan dan memilih spektrum sesuai dengan panjang gelombang yang digunakan dalam analisis dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan oleh lampu katoda berongga. Dalam sebuah monokromator terdapat pemecah sinar, alat ini berputar dengan frekuensi percepatan tertentu (Rohman, 2007).

d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Umumnya digunakan tabung foton (*photomultiplier tube*). Ada dua cara yang dapat digunakan dalam sistem deteksi yaitu yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu, dan yang hanya memberikan respon terhadap radiasi resonansi (Rohman, 2007).

e. *Amplifier*

*Amplifier* adalah alat untuk memperkuat sinyal yang diterima dari detektor sehingga dapat dibaca alat pencatat hasil (Rohman, 2007).

f. *Readout*

*Readout* adalah alat penunjuk atau pencatat hasil. Hasil dapat berupa angka atau kurva yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Rohman, 2007).

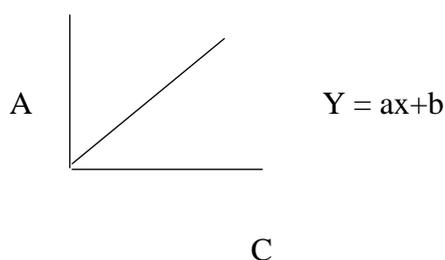
## 2.5 Metode Kurva Standar

Analisis secara kuantitatif menggunakan SSA, sampel harus diperlakukan ke dalam bentuk larutan. Perlakuan sampel tergantung dari macam dan jenis sampel. Syarat pembuatan larutan sampel yaitu: (1) langsung dilarutkan dengan pelarut yang sesuai; (2) sampel dilarutkan dalam suatu asam; (3) sampel dilarutkan

dalam suatu basa atau dilebur terlebih dahulu dengan basa kemudian hasil leburan dilarutkan ke dalam pelarut yang sesuai. Pelarut apapun yang dipilih untuk analisis menggunakan SSA, larutan yang dihasilkan harus jernih, stabil dan tidak mengganggu zat-zat yang menimbulkan gangguan (Rohman, 2007).

Metode kurva standar diawali dengan pembuatan larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi yang diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), yang kemudian diperoleh grafik hubungan antara konsentrasi I dengan absorbansi (A), yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = b. konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva standar atau dimasukkan dengan persamaan regresi linear pada kurva standar (Syahputra, 2004).

Grafik Kurva Standar



Keterangan:

A = Absorbansi

C = Konsentrasi

Metode kurva standar dilakukan dengan pembacaan ulang (*recall*) untuk sampel selanjutnya terhadap kurva terdahulu, sehingga waktu yang digunakan lebih efektif dan efisien. Metode kurva standar bisa digunakan untuk menggantikan metode adisi standar untuk menganalisis timbal (Pb) dalam sampel walaupun secara performa analitik metode adisi standar lebih sensitif daripada kurva standar, namun

metode adisi standar membutuhkan waktu pengerjaan yang lebih lama. Hal ini disebabkan ketika akan menganalisis sebuah sampel harus membuat kurva terlebih dahulu. Kelebihan dari metode kurva standar yaitu ketika banyak sampel yang akan dianalisis dengan waktu pengerjaannya membutuhkan waktu relatif singkat, sehingga kurva standar ini bisa digunakan sebagai alternatif metode dengan syarat zat pengoksidasi harus cocok dan sesuai dengan kondisi sampel yang akan dianalisis.

## 2.6 Uji One Way Anova

Analisis variasi atau analysis of variance (ANOVA) adalah suatu metode analisis statistika yang termasuk ke dalam cabang statistika inferensi. Uji yang digunakan dalam anova menggunakan uji F, karena proses pengujiannya menggunakan lebih dari 2 sampel. Anova digunakan untuk melakukan analisis komparasi *multivariable*. Teknik analisis komparatif dengan menggunakan tes “t” yaitu dengan mencari perbedaan yang signifikan dari dua buah mean hanya efektif apabila jumlah variabelnya dua. Sehingga anova merupakan solusi yang dapat mengatasi permasalahan tersebut, karena teknik analisis komparatifnya lebih baik (Horwitz, 1975).

Anova satu arah (*one way anova*) digunakan apabila yang akan dianalisis terdapat dua jenis variabel yaitu terikat dan bebas. Analisis menggunakan uji Anova dapat diperoleh kesimpulan:

1. Apabila  $H_0$  ditolak dan  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka faktor tersebut berpengaruh terhadap suatu variabel.

2. Apabila  $H_0$  diterima dan  $F$  hitung  $<$   $F$  tabel, maka faktor tersebut tidak berpengaruh terhadap suatu variabel.

Terdapat beberapa faktor yang membuat nilai % *recovery* lebih besar dari 100% atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya. Faktor yang pertama yaitu ketidakpastian. Ketidakpastian dalam penelitian kurva standar terjadi karena adanya ketidakpastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan alat maupun pembacaan skala. Tidak hanya itu, faktor juga berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan adanya ketidakpastian baku.

Faktor-faktor yang mempengaruhi ketidaktepatan dan ketidaktelitian dalam pengukuran adalah:

1. Penimbangan yang tidak tepat, pemindahan analit dan baku yang tidak sesuai.
2. Ekstraksi analit dari suatu matriks yang tidak efisien.
3. Penggunaan buret, pipet, dan labu takar yang tidak benar.
4. Pengukuran menggunakan alat yang tidak terkalibrasi.
5. Kegagalan dalam melakukan analisis blanko
6. Pemilihan kondisi pengukuran yang menyebabkan kerusakan analit.
7. Kegagalan untuk menghilangkan gangguan oleh bahan tambahan dalam pengukuran analit.

## **2.7 Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam**

Makanan merupakan kebutuhan pokok manusia sebagai salah satu makhluk hidup ciptaan Allah Swt. untuk kelangsungan hidupnya. Allah memperbolehkan seluruh manusia memakan makanan yang telah diberikan Allah di bumi ini, namun

tetap harus memperhatikan kualitas dari makanan tersebut. Kualitas dari suatu makanan yang dikonsumsi dapat berpengaruh terhadap kualitas hidup dan perilaku makhluk hidup yang mengonsumsinya. Oleh karena itu, Allah telah memerintahkan kepada manusia untuk selalu memperhatikan makanan yang dikonsumsi, hal ini sudah tertuang dalam surah Abasa ayat 24:

فَلْيَنْظُرِ الْإِنْسَانُ إِلَى طَعَامِهِ

Artinya: “Maka hendaklah manusia itu memperhatikan makanannya.”

Memperhatikan segala makanan dapat dilakukan dengan cara mencari tahu kehalalan dan kethayyiban suatu makanan yang hendak kita konsumsi. Makanan halal adalah makanan yang diperbolehkan dalam syariat islam, sedangkan makanan thayyib adalah makanan yang memberikan manfaat baik bagi kesehatan tubuh (Shihab, 2000. Makanan halal dan thayyib dibagi dalam beberapa kategori (Samsuddin, 2020):

1. Halal secara zatnya
2. Halal secara memperolehnya
3. Halal secara pengolahannya
4. Halal secara penyajiannya
5. Halal secara prosesnya

Bekatul merupakan jenis makanan yang berasal dari tumbuhan, pada dasarnya segala sesuatu yang berasal dari tumbuhan dapat dikatakan halal. Hal ini ditinjau dari kategori halal secara zatnya, yang artinya pada dasarnya makanan tersebut halal untuk dikonsumsi karena berasal dari sesuatu yang diperbolehkan dalam islam dan tidak membahayakan kesehatan tubuh (thayyib). Namun, bekatul

dapat dikatakan haram dan tidak thayyib apabila tidak memenuhi jenis-jenis makanan halal dan thayyib seperti berikut (Kasmawati, 2014):

1. Segala macam makanan yang tidak mengandung unsur menjijikkan dan kotor
2. Semua jenis makanan yang tidak mendatangkan mudharat bagi kesehatan jasmani, moral dan akal
3. Semua jenis makanan yang tidak diharamkan di dalam Al-Qur'an dan hadis

Bekatul yang merupakan dari bagian beras sangat memungkinkan mengandung cemaran logam timbal (Pb). Suatu bekatul yang mengandung timbal dapat keluar dari kategori makanan halal dan thayyib. Hal tersebut dikarenakan logam timbal bersifat racun, yang dapat memberikan dampak buruk bagi kesehatan tubuh. Bekatul dapat dikatakan haram ketika bekatul yang awalnya halal karena zatnya, dapat menjadi haram akibat cemaran timbal di dalamnya yang akan mendatangkan mudharat bagi kesehatan jasmani (Kasmawati, 2014). Selain itu, sudah ditetapkan sebuah regulasi mengenai batas maksimum timbal dalam bekatul oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) yaitu sebesar 0,25 mg/kg, apabila bekatul yang mengandung cemaran timbal lebih dari itu dapat dikatakan berbahaya dan tidak layak dikonsumsi.

Allah memerintahkan untuk memperhatikan makanan tentu memiliki hikmah besar untuk manusia kedepannya, karena dengan mencermati dan memperhatikan makanan merupakan bentuk *ikhtiar* dalam menjaga kesehatan. Makanan halal dan thayyib selain berpengaruh terhadap kesehatan juga berpengaruh terhadap doa yang kita panjatkan kepada Allah SWT, seperti hadis yang diriwayatkan dari Sahl bin Abdullah yang berkata “*Barangsiapa memakan makanan halal selama 40 hari, maka doanya akan mudah dikabulkan*”, dari hadis

ini kita tahu bahwa pengaruh makanan halal dan baik sangat besar kepada umat manusia.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan November 2021-Februari 2022 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, labu ukur, pipet tetes, pipet volume, dan alat-alat gelas laboratorium lainnya, kertas saring Whatman no 41, seperangkat alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA), seperangkat alat refluks.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2 kemasan bekatul beras merah dan 2 kemasan bekatul beras hitam yang belum terdaftar BPOM, larutan  $\text{HNO}_3$  p.a (65%), larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a (30%), larutan baku standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dan aquabides.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah *experimental laboratory*, yaitu analisis timbal (Pb) dalam bekatul beras merah, dan hitam yang belum terdaftar BPOM. Sampel didestruksi menggunakan refluks, dengan variasi komposisi dan volume zat pendestruksi dan kadar timbal dianalisis menggunakan SSA.

Preparasi sampel dilakukan dengan mengambil masing-masing sampel, diblender kemudian diayak dengan ukuran 100 mesh dan disimpan dalam desikator. Selanjutnya dibuat kurva standar timbal (Pb). Kemudian untuk menentukan zat dan volume pendestruksi terbaik, digunakan refluks dengan cara menimbang masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi kemudian dicampur hingga rata. Ditambahkan ditambahkan HNO<sub>3</sub> 65% dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% sebanyak 20 mL sesuai tabel 3.1 lalu didiamkan selama 1 jam pada suhu ruang, selanjutnya dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Selanjutnya diletakkan dalam *heating mantle*, lalu didestruksi selama 3 jam pada suhu 100°C. Selanjutnya komposisi terbaik yang didapatkan digunakan untuk mencari volume terbaik dengan langkah yang sama seperti sebelumnya, dan menggunakan variasi volume sesuai tabel 3.2. Tahap selanjutnya adalah menentukan analisis logam timbal (Pb) dalam sampel bekatul kemasan dengan menggunakan komposisi dan volume zat pendestruksi terbaik yang sudah didapatkan menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

#### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini meliputi:

1. Pengambilan dan preparasi sampel
2. Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar timbal (Pb)
4. Penentuan komposisi larutan pendestruksi terbaik
5. Penentuan volume larutan pendestruksi terbaik
6. Penentuan kadar logam timbal pada masing-masing sampel bekatul

## 7. Analisis data

### 3.5 Cara Kerja

#### 3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Penelitian yang akan dilakukan menggunakan sampel bekatul kemasan jenis beras hitam dan merah yang belum terdaftar BPOM dan dibeli di pasar online (*e-commerce*). Masing-masing sampel bekatul kemasan ditimbang 10 gram lalu dihaluskan selanjutnya diayak dengan ukuran 100 mesh. Sampel tersebut disimpan dalam desikator agar terhindar dari kontaminasi udara (Kim, *et al.*, 2018).

#### 3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Seluruh larutan standar timbal (Pb) dan sampel dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Varian Spectra AA 240 pada kondisi panjang gelombang 217 nm, laju alir asetilen 2,5 L/menit, dan laju alir udara 10,0 L/menit

#### 3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

Pembuatan kurva standar timbal 10 mg/L diperoleh dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku Pb 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas. Larutan standar timbal (Pb) untuk kurva standar dibuat dengan cara memindahkan 0 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 6 mL larutan baku 10 mg/mL ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan HNO<sub>3</sub> 0,5 M dan ditandabatkan, larutan ini mengandung konsentrasi timbal 0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; 1,2 mg/L. Seluruh larutan standar timbal (Pb) dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada kondisi optimum, akan diperoleh data berupa absorbansi dari masing-masing konsentrasi (Rohman, 2007).

### 3.5.4 Penentuan Komposisi Larutan Pendestruksi Terbaik

Langkah kerja yang dilakukan yaitu, sampel bekatul kemasan yang terdiri dari bekatul kemasan beras hitam, dan merah yang yang belum terdaftar BPOM, diletakkan masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi ke dalam beaker glass lalu dicampur hingga rata, kemudian ditimbang sampel campuran tersebut sebanyak 1 gram. Ditambahkan HNO<sub>3</sub> 65% dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% sebanyak 20 mL sesuai tabel 3.1, lalu didiamkan selama 1 jam pada suhu ruang, kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Selanjutnya diletakkan dalam *heating mantle*, lalu didestruksi dengan suhu 100°C selama 3 jam. Setelah proses destruksi selesai, labu alas bulat dikeluarkan dan didinginkan pada suhu ruang, kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no. 41. Hasil dari proses penyaringan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan menggunakan HNO<sub>3</sub> 1 M hingga tanda batas. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Setelah itu dianalisis kadar timbal menggunakan Spektroskopi Serapan Atom pada panjang gelombang 217 (Kim, *et al.*, 2018).

**Tabel 3.1** Variasi komposisi larutan pendestruksi

Sampel	Komposisi	Referensi
Sampel campuran	1:1 (sebanyak 20 mL)	Ghazanfarirad, <i>et al</i> 2014
	5:2 (sebanyak 20 mL)	Ahmed, <i>et al</i> 2015
	8:1 (sebanyak 20 mL)	Haque, <i>et al</i> 2021

Setelah diketahui kadar logam timbal yang terkandung diuji lebih lanjut menggunakan uji varian *one way anova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi komposisi larutan pendestruksi, selanjutnya dilakukan metode uji lainnya untuk mengetahui kadar terbaik yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.5 Penentuan Volume Larutan Pendestruksi Terbaik

Langkah kerja yang dilakukan yaitu, sampel bekatul kemasan yang terdiri dari bekatul kemasan beras hitam, dan merah yang yang belum terdaftar BPOM, diletakkan masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi ke dalam beaker glass lalu dicampur hingga rata, kemudian ditimbang sampel campuran tersebut sebanyak 1 gram. Ditambahkan  $\text{HNO}_3$  65% dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% dengan komposisi terbaik yang didapatkan dari langkah 3.5.5 dengan variasi volume sesuai tabel 3.2, lalu didiamkan selama 1 jam pada suhu ruang, kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Selanjutnya diletakkan dalam *heating mantle*, lalu didestruksi dengan suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Setelah proses destruksi selesai, labu alas bulat dikeluarkan dan didinginkan pada suhu ruang, kemudian disaring dengan kertas saring Whattman no. 41. Hasil dari proses penyaringan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan menggunakan  $\text{HNO}_3$  1 M hingga tanda batas. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Setelah itu dianalisis kadar timbal menggunakan Spektroskopi Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm (Kim, *et al.*, 2018).

**Tabel 3.2** Variasi volume larutan pendestruksi

Sampel	Variasi Volume
Sampel campuran	10 mL
	30 mL
	40 mL

Setelah diketahui kadar logam timbal yang terkandung diuji lebih lanjut menggunakan uji varian *one way anova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi volume larutan pendestruksi, selanjutnya dilakukan metode uji lainnya untuk mengetahui kadar terbaik yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.6 Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Masing-masing Sampel Bekatul

Langkah kerja yang dilakukan yaitu, sampel bekatul kemasan yang terdiri dari bekatul kemasan beras hitam dan merah yang yang belum terdaftar BPOM, diletakkan masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi ke dalam beaker glass. Ditambahkan HNO<sub>3</sub> 65% dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% dengan komposisi dan volume terbaik yang didapatkan pada langkah 3.5.5 dan 3.5.6 dengan, lalu didiamkan selama 1 jam pada suhu ruang, kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Selanjutnya diletakkan dalam *heating mantle*, lalu didestruksi dengan suhu 100°C selama 3 jam. Setelah proses destruksi selesai labu alas bulat dikeluarkan dan didinginkan pada suhu ruang, kemudian disaring dengan kertas saring Whattman no. 41. Hasil dari proses penyaringan dimasukkan ke dalam labu takar labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan menggunakan HNO<sub>3</sub> 1 M hingga tanda batas. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Setelah itu kadar timbal dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm.

**Tabel 3.3** Hasil analisis kadar logam timbal (Pb)

Sampel	Kadar Timbal (Pb) (mg/kg)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Bekatul beras hitam (jenis 1)	HI 1 (U <sub>1</sub> )	HI 1 (U <sub>2</sub> )	HI 1 (U <sub>3</sub> )
Bekatul beras hitam (jenis 2)	HI 2 (U <sub>1</sub> )	HI 2 (U <sub>2</sub> )	HI 2 (U <sub>3</sub> )
Bekatul beras merah (jenis 1)	ME 1 (U <sub>1</sub> )	ME 1 (U <sub>2</sub> )	ME 1 (U <sub>3</sub> )
Bekatul beras merah (jenis 2)	ME 2 (U <sub>1</sub> )	ME 2 (U <sub>2</sub> )	ME 2 (U <sub>3</sub> )

### 3.5.7 Analisis Data

Absorbansi (A) yang diperoleh dari pembuatan kurva standar dihubungkan dengan konsentrasi (C) lalu diinterpolasikan ke dalam persamaan linear  $Y = ax + b$

$$Y = \text{Absorbansi sampel}$$

$$X = \text{Konsentrasi sampel}$$

$A = \text{Intersep}$

$B = \text{Slope}$

Berdasarkan perhitungan regresi linear, dapat diketahui kadar logam timbal dengan menggunakan persamaan:

$$\text{Kadar logam (mg/kg)} = \frac{bxV}{W} \dots\dots\dots(3.1)$$

Keterangan :

$b$  = Kadar yang terbaca instrument (mg/L)

$V$  = Volume akhir

$W$  = Berat contoh (Kg)

Dari analisis menggunakan variasi komposisi zat pendestruksi dilakukan uji varian *anova*, yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi dan volume zat pendestruksi terhadap kadar logam timbal (Pb) dengan kesimpulan sebagai berikut:

1. Penentuan pengaruh komposisi dan volume larutan zat pengoksidasi terhadap kadar logam
  - Jika  $H_0$  ditolak, maka ada pengaruh komposisi atau volume larutan zat pengoksidasi terhadap kadar logam
  - Jika  $H_0$  diterima, maka tidak ada pengaruh komposisi atau volume larutan zat pengoksidasi terhadap kadar logam

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui komposisi dan volume zat pendestruksi terbaik menggunakan destruksi basah tertutup (refluks). Hasil optimasi terbaik akan digunakan untuk analisis kadar timbal (Pb) dalam masing-masing bekatul kemasan. Larutan hasil destruksi dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) untuk mengetahui kadar timbal yang terkandung dalam bekatul.

#### **4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel**

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah bekatul kemasan. Bekatul kemasan yang digunakan berjumlah empat jenis, dua sampel sudah terdaftar PIRT dengan merk ME 1, HI 1 dan dua sampel tidak terdaftar PIRT dengan merk ME 2, HI 2. Sampel didapatkan dari pembelian melalui toko online (*e-commerce*). Jenis bekatul yang digunakan adalah dari beras merah dan hitam. Alasan pemilihan bekatul dengan jenis beras merah dan hitam karena keduanya memiliki kandungan gizi yang tergolong tinggi sehingga, banyak diminati untuk dimanfaatkan sebagai pangan fungsional.

Preparasi sampel dilakukan dengan menimbang tiap sampel bekatul sebanyak 10 g. Selanjutnya dihaluskan menggunakan blender dan diayak dengan ukuran 100 mesh. Tujuan dihaluskan agar bekatul tercampur secara merata dan perlakuan diayak bertujuan agar ukuran dari bekatul sama rata. Sampel tersebut disimpan dalam plastik klip dan diletakkan dalam desikator agar tidak terkontaminasi udara.

Sampel yang telah usai dipreparasi, akan didestruksi untuk memutus ikatan logam dengan senyawa organik.

Pada awal penelitian dilakukan, menggunakan metode *microwave* domestik dan *kjeldahl*, tetapi proses destruksi dari kedua alat tersebut kurang maksimal. Sehingga, untuk memperbaiki kekurangan tersebut, selanjutnya digunakan destruksi sistem tertutup dengan refluks. Proses destruksi menggunakan refluks dengan bantuan *heating mantle* dilakukan selama 3 jam pada suhu 100°C. Tujuan menggunakan suhu 100°C agar asam nitrat dengan titik didih 121°C dan hidrogen peroksida 150,2°C tidak cepat menguap sebelum proses dekomposisi selesai. Selama proses destruksi berlangsung akan dihasilkan gas berwarna kecoklatan, gas coklat yang timbul menandakan senyawa organik dalam sampel sedang mengalami proses dekomposisi.

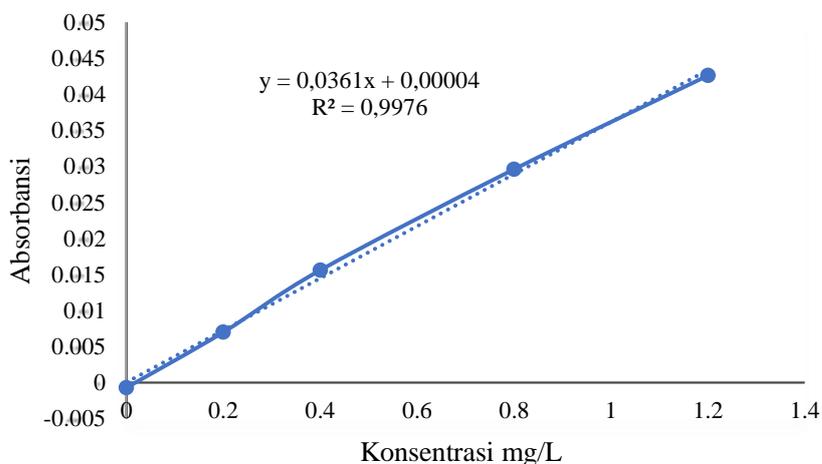
#### **4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)**

Pembuatan kurva standar merupakan salah satu bagian penting dalam penentuan konsentrasi dalam sebuah sampel, dibuat dari sederetan larutan standar dengan rentang tertentu yang bertujuan untuk menganalisis konsentrasi larutan sampel dari hasil pengukuran suatu sampel. Hasil kurva standar yang baik adalah yang berbentuk linear. Kelinearan tersebut didapatkan apabila sumbu x (konsentrasi) dan sumbu y (absorbansi) berbanding lurus, yang artinya konsentrasi semakin tinggi nilai absorbansi juga semakin tinggi, begitu sebaliknya.

Pembuatan kurva standar dimulai dari pengenceran larutan induk timbal nitrat  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  E-Merck 1000 ppm menjadi 10 mg/L. Kemudian, dibuat larutan standar timbal dengan rentang konsentrasi 0-1,2 mg/L sebanyak 50 mL. Pembuatan larutan

standar ini berfungsi sebagai rentang pembacaan kadar timbal yang akan dianalisis dengan SSA, karena diasumsikan kadar yang terbaca pada SSA berada diantara 0-1,2 mg/kg. Apabila berada di luar rentang tersebut maka hasil tersebut memiliki nilai keakuratan yang rendah, hal ini berkaitan dengan *limit of detection* (LOD), atau batas terkecil instrumen Spektroskopi Serapan Atom untuk menganalisis atau mengukur sejumlah analit.

Kurva standar yang dibuat akan menghasilkan persamaan regresi linear  $y = ax + b$  sehingga dapat ditarik garis lurus. Dimana  $y$  adalah absorbansi,  $a$  adalah slope, yang artinya nilai sensitifitas dari metode pengujian,  $x$  adalah konsentrasi analit, dan  $b$  adalah *intercept* yang artinya nilai respon instrument terhadap blanko. Kurva standar timbal (Pb) disajikan pada Gambar 4.1



**Gambar 4.1** Grafik kurva standar timbal (Pb)

Dilihat hasil grafik kurva standar pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi maka semakin tinggi pula nilai absorbansinya. Persamaan regresi dari kurva standar logam timbal (Pb) yang didapatkan yaitu  $y = 0,0361x + 0,00004$ , dengan nilai  $R^2 = 0,9976$ ,  $R^2$  yang menunjukkan hubungan linieritas antara konsentrasi analit dan absorbansi. Nilai linearitas yang diperoleh

memenuhi syarat yang ditetapkan yaitu  $R^2 > 0,99$ , hal ini menandakan instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

### 4.3 Penentuan Komposisi Zat Pendestruksi Terbaik

Logam timbal dalam bekatul ditemukan terikat pada kuat pada senyawa organik pada bekatul. Oleh karena itu, dilakukan penentuan komposisi zat pendestruksi terbaik dengan tujuan untuk mengetahui komposisi mana yang paling maksimal dalam mendekomposisi senyawa organik pada bekatul, sehingga proses destruksi selanjutnya dapat berjalan secara efektif dan menghasilkan kadar timbal tertinggi. Larutan zat pendestruksi yang digunakan yaitu campuran asam nitrat dan hidrogen peroksida.

Pemilihan asam nitrat karena merupakan reagen oksidator dengan kapasitas mengoksidasi yang tinggi dibandingkan jenis asam lain dan dapat melarutkan logam dalam kondisi panas dengan baik. Sedangkan, penambahan  $H_2O_2$  pekat bertujuan untuk menghilangkan padatan organik selama proses destruksi. Ketika  $HNO_3$  dan  $H_2O_2$  dicampurkan akan menghasilkan kekuatan asam yang baik, yang mana  $HNO_3$  berperan untuk memutus ikatan senyawa kompleks dengan logam dan  $H_2O_2$  menjadi agen pengoksidasi yang menyempurnakan reaksi sehingga proses destruksi berjalan maksimal (Yawar, *et al*, 2010)

Proses destruksi pada tahap ini menggunakan campuran larutan pengoksidasi dengan variasi  $HNO_3:H_2O_2$  (1:1);  $HNO_3:H_2O_2$  (5:2) dan  $HNO_3:H_2O_2$  (8:1) sebanyak 20 mL. Komposisi yang baik ditunjukkan dengan banyak logam yang

berubah bentuk menjadi bentuk garamnya, yaitu  $M-(NO)_x$ . Reaksi yang terjadi antara sampel dengan larutan pendestruksi adalah sebagai berikut (Wulandari dan Sukei, 2013):



Pada Reaksi 4.1 menunjukkan bahwa dalam proses destruksi terjadi reaksi redoks. Akibat dari reaksi redoks yaitu senyawa organik yang dimisalkan dengan  $Pb(CH_2O)_x$ , akan terdekomposisi oleh asam nitrat. Disamping adanya reaksi redoks, proses destruksi oleh asam nitrat akan menghasilkan gas  $CO_2$  dan  $NO_2$ , terbentuknya kedua gas ini mengakibatkan peningkatan tekanan dalam proses destruksi, sehingga logam timbal (Pb) mengalami pemutusan ikatan dari senyawa organik dan membentuk garam  $Pb(NO_3)_2$ , dimana terbentuknya garam tersebut mengindikasikan proses destruksi telah terjadi dan akan ditandai dengan hasil larutan yang jernih. Garam  $Pb(NO_3)_2$  akan terionisasi membentuk Timbal (II) dan ion nitrat.

Hasil kadar logam timbal tertinggi yang didapatkan dari variasi komposisi larutan pendestruksi  $HNO_3+H_2O_2$  (8:1), sebesar  $20,99 \pm 3,03$  mg/kg. Hasil ini menunjukkan campuran asam nitrat dengan hidrogen peroksida dengan perbandingan 8:1 mampu melarutkan logam berat timbal paling maksimal. Semakin banyak asam nitrat ( $HNO_3$ ) yang digunakan semakin banyak senyawa organik yang terdekomposisi, karena kapasitas mendekomposisi dari asam nitrat terhadap senyawa organik seperti lemak, protein dan karbohidrat tinggi (Matuesicz, *et al.*, 2003).

Hasil dari uji statistik menggunakan *one way anova* (ANOVA) dengan tingkat kepercayaan hasil uji 95% yang merujuk pada Lampiran L.5.1 menunjukkan nilai F hitung sebesar 0,737, dan F tabel sebesar 5,32. Nilai F tabel didapatkan melalui perhitungan derajat bebas pembilang dan penyebut d (N1) dan df (N2) berdasarkan jumlah variabel dan jumlah sampel, kemudian dikorelasikan dengan tabel signifikansi 0,05. Nilai F hitung dan F tabel yang didapat menunjukkan bahwa  $F_{hitung} < F_{tabel}$ , maka  $H_0$  diterima dan  $H_1$  ditolak, artinya tidak terdapat pengaruh variasi komposisi larutan pendestruksi terhadap kadar logam timbal dalam bekatul. Selain itu dilihat dari hasil Tukey, menunjukkan bahwa dari ketiga komposisi yang digunakan tidak menghasilkan perbedaan yang nyata antara satu dengan yang lain. Meskipun, hasil analisis dari ANOVA dan uji lanjutan Tukey menyatakan bahwa variasi komposisi dari zat pengoksidasi tidak memberikan dampak yang signifikan terhadap kadar timbal yang berhasil didestruksi dalam bekatul. Tetapi, hasil eksperimen kadar logam timbal (Pb) tertinggi didapatkan dari komposisi  $HNO_3+H_2O_2$  (8:1). Maka, komposisi tersebut akan digunakan dalam proses optimasi selanjutnya yaitu penentuan volume zat pendestruksi terbaik.

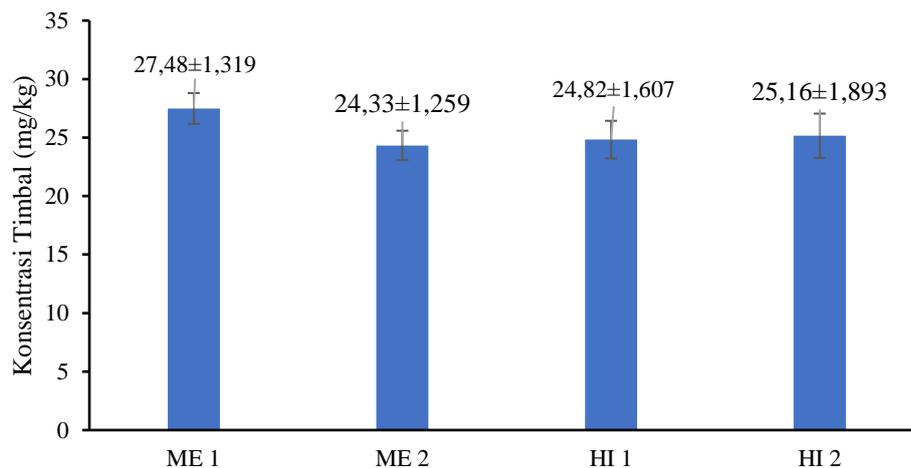
#### **4.4 Penentuan Volume Zat Pendestruksi Terbaik**

Pada proses destruksi ini, digunakan komposisi  $HNO_3+H_2O_2$  (8:1) sesuai dengan hasil optimasi sebelumnya. Adapun variasi volume larutan pendestruksi yang digunakan yaitu 10, 20, 30, dan 40 mL dengan 3 kali pengulangan untuk mendapatkan kevalidan dan keakuratan hasil destruksi pada masing-masing variasi. Hasil dari proses destruksi dianalisis dengan SSA dan dihitung kadar sebenarnya.

Kadar timbal yang didapatkan dari variasi volume 10 mL, 20 mL dan 30 mL semakin meningkat dan pada volume 40 mL kadar timbalnya turun, tetapi tidak signifikan. Data tersebut kemudian diolah menggunakan *one way anova* dengan tingkat kepercayaan 95%. Hasil dari pengolahan data merujuk pada Lampiran L.5.2 yang menunjukkan nilai F hitung sebesar 42,328 dengan nilai F tabel 4,84. Sehingga, dapat diartikan bahwa  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, yang artinya terdapat pengaruh variasi total volume terhadap kadar timbal dalam bekatul kemasan. Selain itu, jika dilihat dari hasil Tukey, hasil yang didapat menunjukkan variasi volume 10 mL dan 20 mL berbeda nyata dengan variasi volume 30 mL dan 40 mL.

#### **4.5 Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Bekatul**

Proses penentuan kadar timbal dalam masing-masing bekatul menggunakan metode destruksi basah (refluks) pada suhu 100°C selama 3 jam dengan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3$  p.a +  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a (8:1) sebanyak 30 mL. Sampel yang akan dianalisis berjumlah empat yaitu merk ME 1, HI 1 yang sudah terdaftar PIRT dan ME 2, HI 2 yang tidak terdaftar PIRT. Rata-rata kadar timbal (Pb) pada masing-masing merk bekatul ditunjukkan dalam diagram batang pada Gambar 4.5.



**Gambar 4.2** Grafik kadar timbal (Pb) dalam masing-masing bekatul

Pada Gambar 4.2 menunjukkan seluruh hasil kadar timbal yang terdeteksi melebihi batas aman yang ditetapkan oleh BPOM yaitu sebesar 0,25 mg/kg. Hasil ini sangat memungkinkan karena bekatul merupakan kulit terluar beras yang dapat berfungsi mencegah migrasi logam berat masuk ke dalam bulir beras (Savalas, *et al*, 2021). Sehingga, logam timbal akan terakumulasi pada kulit beras (bekatul).

Kandungan logam timbal yang tinggi dalam bekatul dimungkinkan mayoritas berasal dari pupuk fosfat dan pestisida yang digunakan selama proses penanaman padi. Menurut, Charlena (2004) pupuk fosfat mengandung logam timbal sebesar 5-156 ppm. Menurut Sukarjo, *et al* (2018) kompos mengandung logam timbal sebesar 29,45 ppm, pupuk urea dan pupuk anorganik Phonska mengandung logam timbal sebesar 28,46 ppm dan 31,82 ppm, dimana pupuk kompos juga dapat meningkatkan kandungan timbal dalam tanah.

Kandungan logam timbal dalam pupuk fosfat, pestisida maupun kompos yang digunakan dapat mengendap dalam tanah berikatan dengan senyawa organik dalam tanah, sehingga sangat memungkinkan jika cemaran timbal dalam bekatul juga

berasal dari tanah sawah. Kandungan timbal dalam tanah juga dapat berasal dari dari batuan yang berada dalam tanah, juga sumber pengairan yang terserap.

Kandungan timbal dalam bekatul juga dapat berasal dari air irigasi yang digunakan selama proses penanaman padi. Menurut Sukarjo, *et al* (2019), asupan harian logam timbal pada sawah irigasi sekitar 3,826 mg/hari. Cemaran logam timbal dalam air sumber irigasi pertanian. Sumber pencemar dalam air irigasi dapat berasal dari limbah industri yang dibuang ke sungai, sehingga ketika air sungai tersebut digunakan sebagai sumber irigasi kandungan timbalnya terserap oleh akar tanaman dan terakumulasi hingga pada bagian bekatul.

Tidak hanya itu, udara juga dapat menjadi sumber pencemaran timbal dalam bekatul. Kendaraan bermotor yang melewati jalan menghasilkan produk gas buang TEL (*tetra ethyl lead*) yang mengakibatkan polusi udara, partikel-partikel timbal yang terkandung didalamnya bertebaran di udara dan dapat jatuh ke dalam tanah, air, sehingga mempengaruhi peningkatan kadar timbal dalam suatu tanaman yang tumbuh pada daerah tersebut. Daerah dengan lalu lintas yang padat pada tahun 2017, kadar timbal yang terkandung dalam udaranya sebesar 0,617-1,184  $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ , dimana semakin banyak jumlah kendaraan yang melintas semakin tinggi kadar timbal yang terkandung dalam udara (Purwoko dan Prastiwi, 2017). Oleh karena itu, pada tahun 2022 dengan pertumbuhan penduduk dan angka kendaraan pribadi maupun umum yang melintasi jalan raya baik dalam kota maupun desa semakin meningkat, sehingga dapat dipastikan cemaran timbal yang terkandung dalam udara sekitar semakin bertambah.

#### 4.6 Kandungan Timbal (Pb) pada Bekatul Menurut Perspektif Islam

Bekatul merupakan sereal diet, karena dipercaya mampu menurunkan total kolesterol dan kolesterol jahat dalam tubuh. Hal tersebut merupakan salah satu upaya untuk memelihara tubuh agar tetap sehat. Mengkonsumsi bekatul merupakan salah satu bentuk ikhtiar kepada Allah Swt. Sebagaimana Firman Allah SWT dalam surah Al-Maidah ayat 88:

وَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا ۗ وَاتَّقُوا اللَّهَ الَّذِي أَنْتُمْ بِهِ مُؤْمِنُونَ

Artinya : “Dan makanlah makanan yang halal lagi baik dari apa yang Allah telah rezekikan kepadamu, dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya”

Bekatul merupakan salah satu makanan yang Allah rezekikan kepada manusia, tetapi tidak semua bekatul yang terdapat di bumi kita halal dan baik untuk dikonsumsi. Halal berarti makanan yang diperbolehkan oleh agama dari segi hukumnya. Sedangkan makanan yang baik merupakan makanan yang tidak memberikan dampak buruk bagi kesehatan. Bekatul dengan kandungan logam timbal (Pb) yang melebihi kadar maksimum yang ditetapkan oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan merupakan salah satu jenis makanan yang tidak termasuk halal dan thayyib.

Mengkonsumsi makanan halal dan baik tidak hanya memberikan manfaat bagi kita sebagai umat muslim, tetapi juga merupakan bentuk syukur bagi seorang muslim atas segala nikmat yang telah Allah berikan kepada kita. Sebagaimana firman Allah SWT dalam Q.S An-Nahl ayat 114:

فَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاشْكُرُوا نِعْمَتَ اللَّهِ إِنَّ كُنْتُمْ إِيَّاهُ تَعْبُدُونَ

Artinya: “Maka makanlah yang halal lagi baik dari rezeki yang telah diberikan Allah kepadamu; dan syukurilah nikmat Allah, jika kamu hanya menyembah kepada-Nya”

Q.S An-Nahl ayat 114 mengandung makna bahwa Allah memerintahkan umat manusia meninggalkan segala perbuatan Jahiliyah, bersamaan dengan perintah mengkonsumsi makanan yang halal lagi baik dari rezeki yang telah Allah sediakan kepada kita, dan tidak lupa untuk selalu bersyukur atas segala nikmat yang diberikan kepada seluruh hambaNya.

Bekatul merupakan salah satu nikmat yang telah Allah berikan kepada kita, dari tahun ke tahun tingkat konsumsi bekatul semakin tinggi baik digunakan sebagai bahan tambahan pangan atau dikonsumsi secara langsung. Orang-orang awam di luar sana hanya tergiur dengan manfaat yang dijanjikan setelah mengkonsumsi bekatul tanpa mengetahui kandungan zat berbahaya yang terkandung didalamnya. Oleh karena itu, dilakukan sebuah penelitian mengenai penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dalam bekatul kemasan, yang secara umum bekatul tersebut dikonsumsi masyarakat sebagai sereal diet, dan digunakan sebagai bahan tambahan pangan.

Hasil dari penelitian ini, diperoleh rata-rata kadar timbal (Pb) dalam bekatul merah dengan merek ME 1 dan ME 2 yaitu 27,48 mg/kg dan 23,99 mg/kg, sedangkan dalam bekatul hitam dengan merek HI 1 dan HI 2, sebesar 24,82 mg/kg dan 25,12 mg/kg. Kadar yang didapatkan sangat tinggi apabila dibandingkan dengan kadar yang ditetapkan oleh BPOM mengenai kadar logam timbal (Pb) dalam sereal dan turunannya yaitu sebesar 0,25 mg/kg. Cemar timbal dalam bekatul tersebut dapat berasal dari pupuk fosfat yang digunakan secara berlebihan pada proses penanaman, selain itu juga dapat berasal dari faktor logam timbal yang terakumulasi dalam tanah, air sumber irigasi yang tercemar limbah dan faktor terakhir adalah udara dengan tingkat polusi tinggi.

Menurut Setyawan (2004), kandungan timbal yang melebihi batas aman dalam suatu makanan dapat menyebabkan keracunan dengan efek gangguan ginjal, sistem saraf dan otak. Bekatul dengan kandungan timbal yang melebihi batas aman, termasuk makanan tidak baik (tidak thayyib), karena tidak memberikan keberkahan, kenikmatan, dan kebaikan, tetapi memberikan dampak buruk bagi kesehatan tubuh manusia. Sedangkan jika ditinjau dari segi halal, bekatul tersebut masih termasuk makanan halal. Dikarenakan prinsip utama halal menurut islam yaitu segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah Swt. adalah halal dan tidak ada yang diharamkan, kecuali ada nash yang terdapat dalam Al-quran maupun hadis yang menyatakan haram, seperti haramnya membunuh karena mengenai jiwa (nyawa), haramnya minum khamar karena langsung mengenai akal, haramnya murtad karena langsung mengenai agama (Syarifuddin, 2009).

Allah Swt. telah memerintahkan kepada umatNya untuk menolak dan selalu menghindari sesuatu yang berbahaya (mudharat), maka sebagai umat yang taat kepada Allah Swt. lebih baik untuk mencari solusi agar tetap dapat menikmati manfaat bekatul dengan kandungan timbalnya lebih rendah. Seperti menggunakan pupuk fosfat sesuai dengan batas aman, penanaman eceng gondok di sekitar perairan untuk menurunkan kadar timbal didalamnya. Selain itu, dapat dilakukan pengolahan terhadap bekatul agar kandungan logamnya turun, seperti menjadikannya minyak bekatul atau diolah dalam sebuah makanan yang berfungsi sebagai bahan tambahan pangan.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Penelitian dengan judul Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Bekatul dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Variasi komposisi pendestruksi terbaik untuk analisis kadar logam timbal (Pb) dalam bekatul adalah komposisi larutan  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (8:1).
2. Variasi volume terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam bekatul adalah dengan variasi volume 30 mL.
3. Kadar logam timbal (Pb) dalam bekatul menggunakan destruksi basah tertutup (refluks) pada masing-masing sampel dengan merek ME 1, HI 1, ME 2, dan HI 2 sebesar  $27,48 \pm 1,31$  mg/kg;  $24,82 \pm 1,60$  mg/kg;  $24,33 \pm 1,25$  mg/kg; dan  $25,16 \pm 1,89$  mg/kg.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka ada beberapa hal yang perlu dilakukan untuk proses pengembangan dari penelitian ini:

1. Perlu dilakukan penentuan kadar logam timbal dalam bekatul yang diketahui kondisi lingkungannya.
2. Perlu dilakukan analisis kadar logam timbal dalam bekatul dengan berbagai jenis genotip.
3. Disarankan untuk melakukan analisis timbal pada bekatul dan jenis beras yang sama.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adebayo, O. A., Ipinmoroti, O. K., Ajayi, O. 2006. Leaching of Sphalerite with Hydrogen Peroxide and Nitric Acid Solutions. *J of Minerals and Materials Characterization & Engineering*. 5(2)
- Alloway, B.J, 1990. *Heavy Metals in Soil*. New York: Jhon Willey and Sons Inc
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. New York: John Willey & Sons.
- Astawan, M. 2005. Bahaya Kontaminasi Logam Berat Dalam Sayuran dan Alternatif Pencegahan Pencemarannya. *Buletin Teknologi Pasca Panen Pertanian*. 1(3)
- Astawan, M. 2009. *Sehat Dengan Hidangan Kacang dan Biji-Bijian*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Basset, J.R., C. Denney, G.H, Jeffrey, J. Mendhom. 1994. Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Jakarta: EGC.
- BPOM RI. 2018. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 05 Tahun 2018 Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Pangan Olahan. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- Chasten, T. G. 2000. *Atomic Absorbtion Spectroscopy*. Texas: Department of Chemistry, Sam Houston State University.
- Chen, G., & Chen, T. 2014. *SPE Speciation Of Inorganic Arsenic In Rice Followed By Hydride-Generation Atomic Fluorescence Spectrometric Quantification*. *Talanta*, 119, 202–206.
- Concha, G., Broberg, K., Grander, M., Cardozo, A., Palm, B., Vahter, M. 2010. High Level Exposure to Lithium, Boron, and Arsenic via Drinking Water in the Andes of Northern Argentina. *Journal Environment Science Technology*. 44(23).
- Crecelius, W. D., Cragin, M. D., Meacher, M. D., dan Menzel, B. D. 1999. A marker basket Survey of Inorganic arsenic in Food. *Journal Food and Chemical Toxicology*. 37(8).
- Damayanti E., Kustiyah L., Khalid M., dan Farizal H. 2007. Aktivitas Antioksidan Bekatul Lebih Tinggi daripada Jus Tomat dan Penurunan Antioksidan Serum setelah Intervensi Minuman Kaya Antioksidan. *Jurnal Gizi dan Pangan*. Vol. 5(3)
- Darmono. 2001. *Lingkungan Hidup dan Pencemarannya*. Jakarta: Universitas Indonesia (UI-Press).

- Day, JR, R. A., Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga
- Endrinaldi. 2010. Logam-Logam Berat Pencemar Lingkungan dan Efek Terhadap Manusia. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. 4(1).
- Fahey, J.W. 2005. *Moringa Oleifera: A Review Of The Medical Evidence For Its Nutritional, Thrapeutic, And Prophylactic Properties Part I*. USA: Trees for Live Journal.
- Filon J., Jolanta Ustymowicz-Farbiszewska, Jan Karczewski. 2013. Lead Content In Cereal Products As A Population Health Threat Marker: A Case Study In The Province Of Podlasie. *J. Elem.* 391-401
- Ginting, E., Silalahi, J., Putra, E, D. 2018. Analysis of Arsenic in Rice in Medan, North Sumatera Indonesia by Atomic Absorption Spectrophotometer. *Journal of Chemistry*. 34(5)
- Go, P., Sudiarta, I. W., & Suarya, P. 2019. Kadar Fe Dan Zn Dalam Krim Kental Manis Kemasan Kaleng Expire Dan Non Expire Menggunakan Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) Untuk Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Jurnal Kimia*, 172.
- Goulden, F., Kennaway, E.L & Urquhart, M.E. 1952. Arsenic in The Suspended matter of Town Air. *J. Cancer*. 6(1)
- Gusnita D. 2012. Pencemaran logam berat timbal (Pb) di Udara dan Upaya Penghapusan Bensin Bertimbal. *Jurnal Berita Dirgantara*. 13(3).
- Hamid, A., Siregar, S. H., Anita, S. 2020. Analisis Kandungan Logam Timbal (Pb) Dan Cadmium (Cd) Pada Tanah Perkebunan Dan Tanaman Jambu Biji (Psidium Guajava) Di Desa Perawang Barat Kabupaten Siak. *Advancing the World of Information and Environment*. 3(2)
- Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi FMPIA UI.
- Harrington, J. M., Middaugh, J. P., Morse, D. L., & Housworth, J. 1978. A Survey of a Pollution Exposed to High Concentration of Arsenic in Well Water in Fairbanks, Alaska, *Am. Journal Epidemiol.* 108.
- Henderson A.J., Ollila C.A., Kumar A., Borreses E.C., Raina K., Agarwal R., Ryan E.P. 2012. Chemopreventive Properties of Dietary Rice Bran: Current Status and Future Prospects. *Advances in Nutrition*. 3
- Hindarwati Y., Soeprbowati R. T., Sudarmo. 2018. Heavy Metal Content in Terraced Rice Fields at Sruwen Tenganan Semarang – Indonesia. *EDP Science*

- Hopenhayn, C. 2006. Arsenic in Drinking Water: Impact on Human Health. *Review Article*. Hal: 103–107.
- Horwitz, W., Alan, S., Helen, R., Douglas, L. 1975. Official Methods of Analysis Iran. *Journal of Enviromental and Public Health, Article 962727*.
- Huang S.C., Shiau., Liu., Chu., and Hwang. 2005. Effects Of Rice Bran On Sensory And Physico-Chemical Properties Of Emulsified Pork Meatballs. *J. of Meat Science*. 70: 613–619.
- Idera, F., Omotola, O., Adedayo, A., Paul, U. J. 2015. Comparison of Acid Mixtures Using Conventional Wet Digestion Methods for Determination of Heavy Metals in Fish Tissues. *J. Scientific Research & Reports*. 8(7).
- Iskandar, B., Panggabean, A. S., & Kartika, R. 2017. Validasi Metode Penentuan Arsenik Pada Sampel Air Sumur Bor Dengan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom Di PT. Geoservices Balikpapan. *Jurnal Kimia FMIPA UNMUL*. 34-39
- Istarani, F., & Pandebesie, S., 2014. Studi Dampak Arsen (As) dan Kadmium (Cd) terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan. *Jurnal Teknik Pomits*. 3(1).
- Jiang, S., Shi, C., Wu, J., 2012. Genotypic Differences In Arsenic, Mercury, Lead And Cadmium In Milled Rice (*Oryza Sativa L.*). *International J. of Science and Nutrition*. 63(4).
- Kapaj, S., Peterson, H., Liber, K., dan Bhattacharya, P. (2013). Human Health Effects from Chronic Arsenic Poisoning. *Journal of Environmental Science and Health*. 41(10).
- Kasanah, M., Setiani, O., Joko, T. 2016. Hubungan Kadar Timbal (Pb) Udara Dengan Kadar Timbal (Pb) Dalam Darah Pada Pekerja Pengecatan Industri Karoseri Di Semarang. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. 4(3).
- Kharisma T. 2015. Studi Hipokolesterolemik Beras Analog Secara In Vivo Pada Tikus (SD). *Tesis di Institut Pertanian Bogor*.
- Khopkar, S.M., Dan Underwood, A.L. 2010. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Kim, S, Y., Seo Dongwon., Yoo Miyoung., & Lee K, G. 2018. Analysis of Arsenic Species in Processed Rice Bran Products Using HPLC-ICP-MS. *Journal of Food Science*. 0(0).
- Kingston, H. M. dan Haswell, S. J. 1997. *Microwave-Enhanced Chemistry: Fundamentals, Sample Preparation and Applications*. Washington, USA: American Chemical Society.
- Luthfianto, D., Noviyanti dan Kurniawati. 2017. Karakterisasi Kandungan Zat Gizi Bekatul Pada Berbagai Varietas Beras Di Surakarta. *J. Urecol*. 371-376.

- Lunde, L. 1972. The Absorbtion and Metabolism of Arsenic in Fish. *Technologische Undersokelser*. 5(1)
- Manjusha, R., Dash, K., Karunasagar, D., Arunachalam, J. 2008. Determination of Trace Elements in Indian Rice by ETAASandICP-AES. *Article in Atomic Spectroscopy*. 29(2)
- Marianti, A., Isnaeni, W., Anatiasara, D. 2018. EDTA Sebagai Agen Proteksi Ginjal pada Tikus yang Dipapar Timbal Asetat. *Jurnal MIPA*. 41(1).
- Mataveli, L., Marcia L., Luciana, J., Edna, E., Richard Matsuzaki & Paulo Tiglia. 2016. Total Arsenic, Cadmium, and Lead Determination in Brazilian Rice Samples Using ICP-MS. *Research Article*.
- Matusiewicz, H. 2003. *Wet Digestion Method*. Poland: Politechnika Poznańska, Department of Analytical Chemistry.
- Merismon., Budianta D., Napoleon., Hermansyah. 2017. The Contamination Of Pb And Cd In The Intensive Paddy Field At Musi Rawas Regency, South Sumatera Indonesia. *Article in Pollution Research*.
- Muchtadi. 2009. *Destruksi Basah Dan Kering*. Makassar: UNHAS Press
- Mukono, H.J. 2002. *Pencemaran Udara Dan Pengaruhnya Terhadap Gangguan Saluran Pernafasan*. Surabaya: UNAIR Press
- Mulja, .C dan Miller, J.N. 1991. *Statistika untuk Kimia Analitik Edisi Kedua Terjemahan Suroso*. Bandung: Penerbit ITB.
- Mulyadi. 2013. Logam Berat Pb Pada Tanah Sawah Dan Gabah Di Sub-Das Juwana Jawa Tengah. *Agrologia*. 2(2).
- Mulyani, O. 2007. Studi Perbandingan Cara Destruksi Basah pada Beberapa Sampel Tanah Asal Aliran Sungai Citarum dengan Metode Konvensional dan Bomb Teflon. *Tesis*. Bandung: ITB
- Namik, K., Aras, O., dan Ataman, Y. 2006. *Trace Element Analysis of Food And Diet*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry. 66-67.
- NAS. 1977. *Medical And Biologic Effects Of Inveromental Pollutants: Arsenic*. Washington: DC National Academy of Science
- Nasution, B. M. 2009. *Penetapan Kadar Logam Timbal Dan Cadmium Dalam Madu Tak Bermerek Secara Spektroskopi Serapan Atom*. Medan: Universitas Sumatera Utara

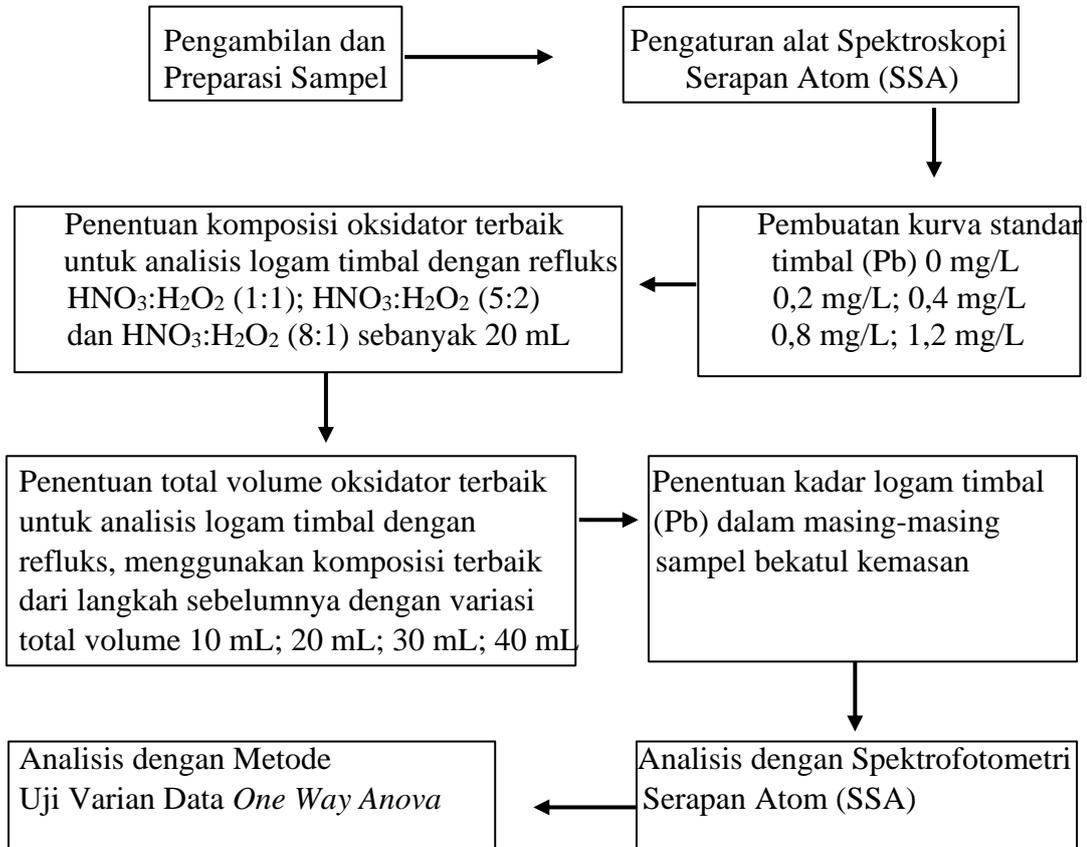
- Nursalim, Y. dan Razali, Z.Y. 2007. *Bekatul Makanan Yang Menyehatkan*. Jakarta: PT. Agro Media Pustaka.
- Oliveira, R., Ana, C., Mariana, A., Aline, L., Anderson, S. 2016. Evaluation Of Sample Preparation Methods For The Determination Of As, Cd, Pb, And Se In Rice Samples By GF AAS. *Microchemical Journal*. 124.
- Organic Trade Association, Amerika. 2015. Arsenic in Food and Agriculture, An Assessment by the Organic Trade Association. *Arsenic White Paper*. Hal: 1-3.
- Palar, H. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Penerbit Rineka Cipta.
- Payus Carolyn., & Talip, A, F., 2014. Assessment of Heavy Metals Accumulation in Paddy Rice (*Oryza sativa*). *Journal of Agricultular Research*. 9(41).
- Porter, E.K dan Petterson, P. J. 1977. *Biochemistry Of Arsenic And Polluted Sites In S.W. England In: Hemphill, D.D., Ed. Trace Substance In Environmental Health-IX, A Symposium*. Columbia: University of Missouri Press.
- Purwoko, D., Prastiwi, D. E., 2017. Pengaruh Lokasi Dan Waktu Pengukuran Sumber Bergerak (Kendaraan) Dengan Kandungan Timbal (Pb) Pada Udara Underpass Di Simpang Lima Mandai Kota Makassar. *Jurnal Sulolipu*. 17(2)
- Qardhawy, Y. 2000. *As Sunnah Sebagai Sumber Ilmu Pengetahuan dan Peradaban*. Jakarta: Pustaka Al-Kautsar.
- Raimon. 1993. Perbandingan Metode Destruksi Basah Dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Pros. Lok. Nas. Spektrofotometri Serapan Atom*.
- Retka, J., Maksymoicz, A., Karmasz, D., 2010. Determination of Cu, Ni, Zn, Pb, Cd by ICP-MS and Hg by AAS in Plant Samples. *Journal Chemistry*. 1(1).
- Riyadina W. 1997. *Pengaruh pencemaran Pb (plumbum) terhadap Kesehatan*. *Media Litbangkes*. 7(3).
- Rizkiana, L., Karina, S., Nurfadillah. 2017. Analisis Timbal (Pb) pada Sedimen dan Air Laut di Kawasan Pelabuhan Nelayan Gampong Deah Glumpang Kota Banda Aceh. *Jurnal Ilmiah Kelautan dan Perikanan Unsyiah*. 2(1).
- Rodiana, Y., Masitoh, S., Maulana, H., dan Nurhasni. 2013. Pengkajian Metode untuk Analisis total logam berat dalam sedimen menggunakan microwave digestion. *Jurnal Ecolab*. 7(2)
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar

- Ruangwises, S., Saipan, P., Tengjaroenkul., & Ruangwises, N. 2012. Total and Inorganic Arsenic in Rice and Rice Bran Purchased in Thailand. *Journal of Food Protection*. 75(4).
- Rudakova, E.V., Karakis, K.D., Sidorshina, E.T. 1988. The Role Of Plant Cell Walls In The Uptake And Accumulation Of Metal Ions. *Fiziol. Biochim. Kult. Rast.* 20:3-12.
- Savalas, L. R. T. Loka, I. N, Jannatin, Ardhuha. 2021. Chemical Analysis of Rice from Converted-to-Organic Paddy Field in Lombok Island. *J. Chem.* 9 (1)
- Setyawan, A. D. 2004. Pencemaran Logam Berat Fe, Cd, Cr, dan Pb pada Lingkungan Mangrove di Provinsi Jawa Tengah. *Enviro* 4 (20): 45-49. Semarang
- Shahbazi, K., Beheshti, M., 2019. Comparison Of Three Methods For Measuring Heavy Metals In Calcareous Soils Of Iran. *Research Article Applied Science*. 1:154
- Shihab, Q. 1997. *Membumikan Al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat*. Bandung: Mizan.
- Shobha, N., & Kalshetty, B. 2017. Assessment Of Heavy Metals In Green Vegetables And Cereals Collected From Jamkhandi Local Market, Bagalkot, India. *J Chem.* 10(1).
- Silalahi, J., Sanggam, D, Margareth, R , Icha, N., & Yosy, C. E. 2018. Analysis Of Arsenic In Raw And Cooked Rice By Atomic Absorption Spectrophotometer. *Food and Agro-Technology*.
- Siriangkawut, W., Sittichan, P., Ponghong, K., Chantiratikul, P., 2017. Stripping Voltammetric Determination Of Trace Cadmium And Lead In Thai Organic Unpolished Rice After Ultrasound-Assisted Digestion. *Journal of Food Composition an Analysis*. 59
- Skoog, D. A. 2000. *Principles of Instrumental Analysis*. USA: USB College Publishing.
- Smith, E., Juhasz, A. L., Weber, J., dan Naidu, R. (2008). Arsenic Uptake and Speciation in Rice Plants Grown Under Greenhouse Conditions with Arsenic Contaminated Irrigation Water. *Journal Science Total Environment*. 392(21).
- Sukar. 2003. Sumber dan Terjadinya Arsen di Lingkungan (Review). *Jurnal Ekologi Kesehatan*. 2(2).

- Sukarjo, W. Purbalisa, Handayani C.O., Harsanti E.S.. 2019. Penilaian Resiko Kontaminasi Logam Berat Di Lahan Sawah Dan Tanaman Padi Di Das Brantas, Kabupaten Jombang. *J. Tanah dan Sumberdaya Lahan*. 6(1)
- Sukma, L.N., Zackiyah, dan Gumilar G.G.. 2010. Pengkayaan asam lemak tak jenuh pada bekatul dengan cara fermentasi padat menggunakan *Aspergillus terreus*. *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*. 1(1).
- Supriyanto, C., Samin., dan Zainul, K. 2007. Analisis Cemaran Logam Berat Pb, Cu, Dan Cd Pada Ikan Air Tawar Dengan Metode Spektrofotometri Nyala Serapan Atom (SSA). *Prosiding Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir*. Yogyakarta. ISSN 1978-0176.
- Suzuki, Y., Fujii, N., & Mouri, T. 1974. *Environmental Contamination Around a Smeltery by Arsenic*. Shikoku Ogaku Zashi. 30
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Yogyakarta: Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII.
- Syarifuddin, A. 2009. *Ushul Fiqh*. Jakarta : Kencana.
- Thahir, R., Nugraha, S., Sunarmani., Yulianingsih. 2006. Pengaruh Penyosohan Terhadap Mutu Fisik Dan Cemaran Logam Pada Beras Giling. *J. Pertanian*. 4 (1)
- Thahir R. 2010. Revitalisasi Penggilingan Padi melalui Inovasi Pendukung Swasembada Beras dan Persaingan Global. *Buletin Pengembangan Inovasi Pertanian*. Vol. 3(3)
- Verloo, M. 1993. *Chemical Aspect of Soil Pollution*. Amsterdam: ITC-Gen Publication
- Xue, J., Zartarian, V., Wang, S., Liu, S., dan Georgopoulos, P. 2010. Probabilistic Modeling of Dietary Arsenic Exposure and Dose and Evaluation with 2003-2004 NHANES (National Health and Nutrition Examination Survey) Data. *Journal Environmental Health Perspectives*. 118(3).
- Yawar, W., Naeem, K., Akhter, P., Rehana, I., Saeed, M. 2009 Assessment of three digestion procedures for Zn contents in Pakistani soil by flame atomic absorption spectrometry. *Journal of Saudi Chemical Society*. 125-129.
- Zakaria Z., Zulkafflee N., Redzuan N., Selamat J., & Issmail M., 2021. Understanding Potential Heavy Metal Contamination, Absorption, Translocation and Accumulation in Rice and Human Health Risks. *Review Article*

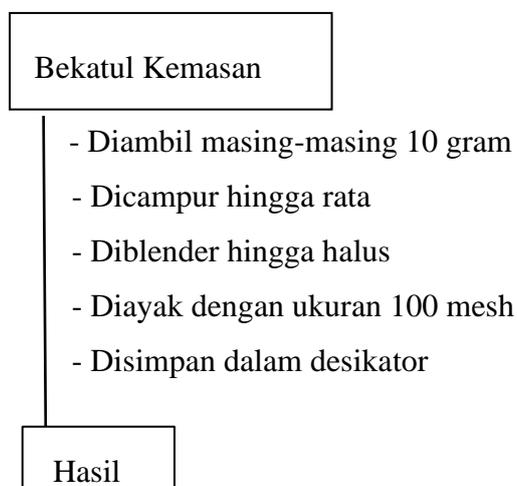
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian



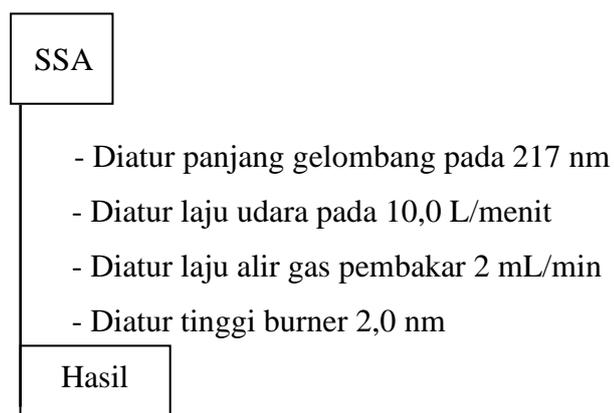
## Lampiran 2. Diagram Alir

### 2.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel Bekatul



Nb: Bekatul kemas terdiri dari beras hitam dan merah yang belum terdaftar BPOM

### 2.2 Pengaturan SSA Untuk Pb



### 2.3 Pembuatan Kurva Standar Pb

Larutan stok timbal 1000 ppm

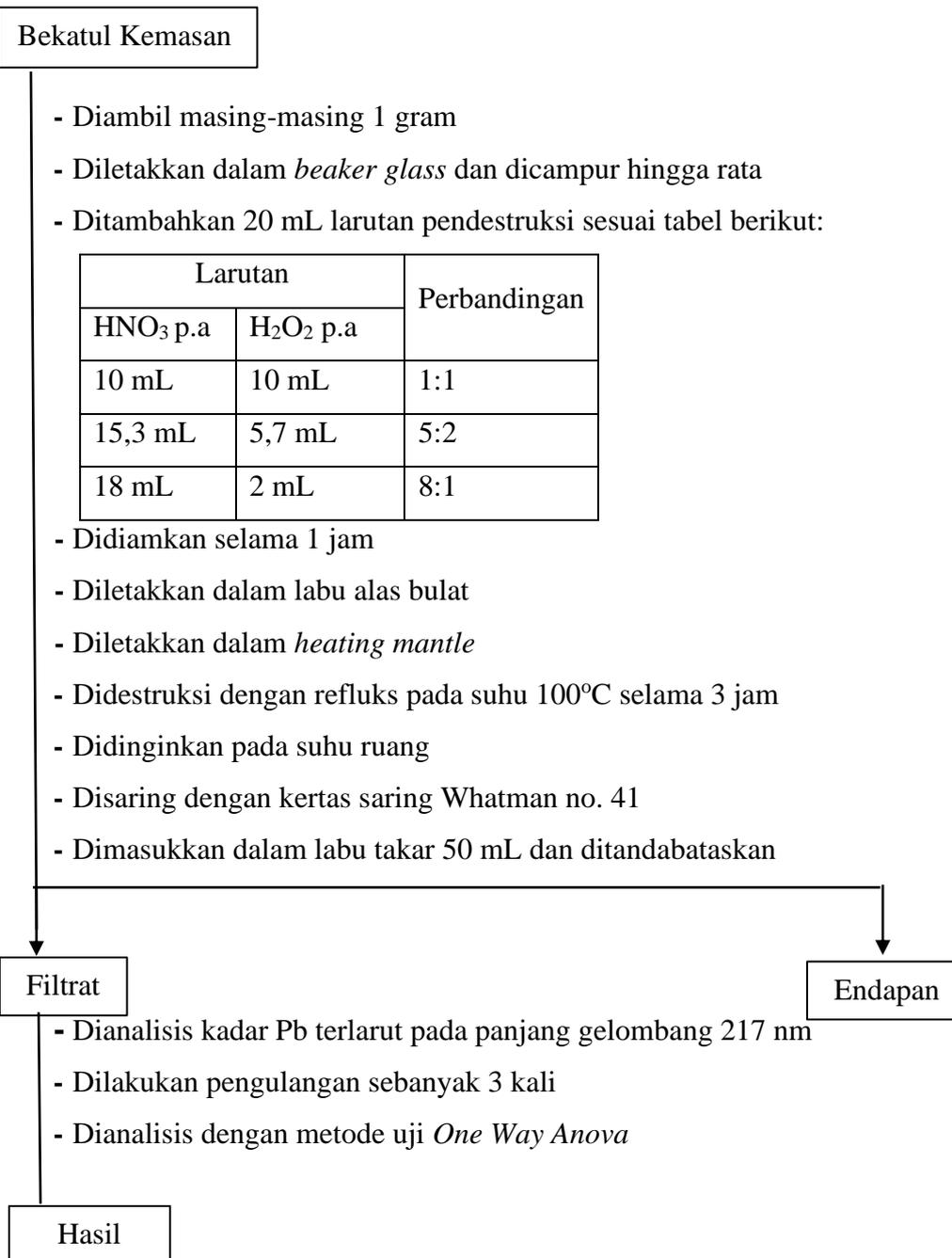
- Dipipet 1 ml larutan Pb 1000 ppm
- Dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 65%

Larutan standar Pb 10 ppm

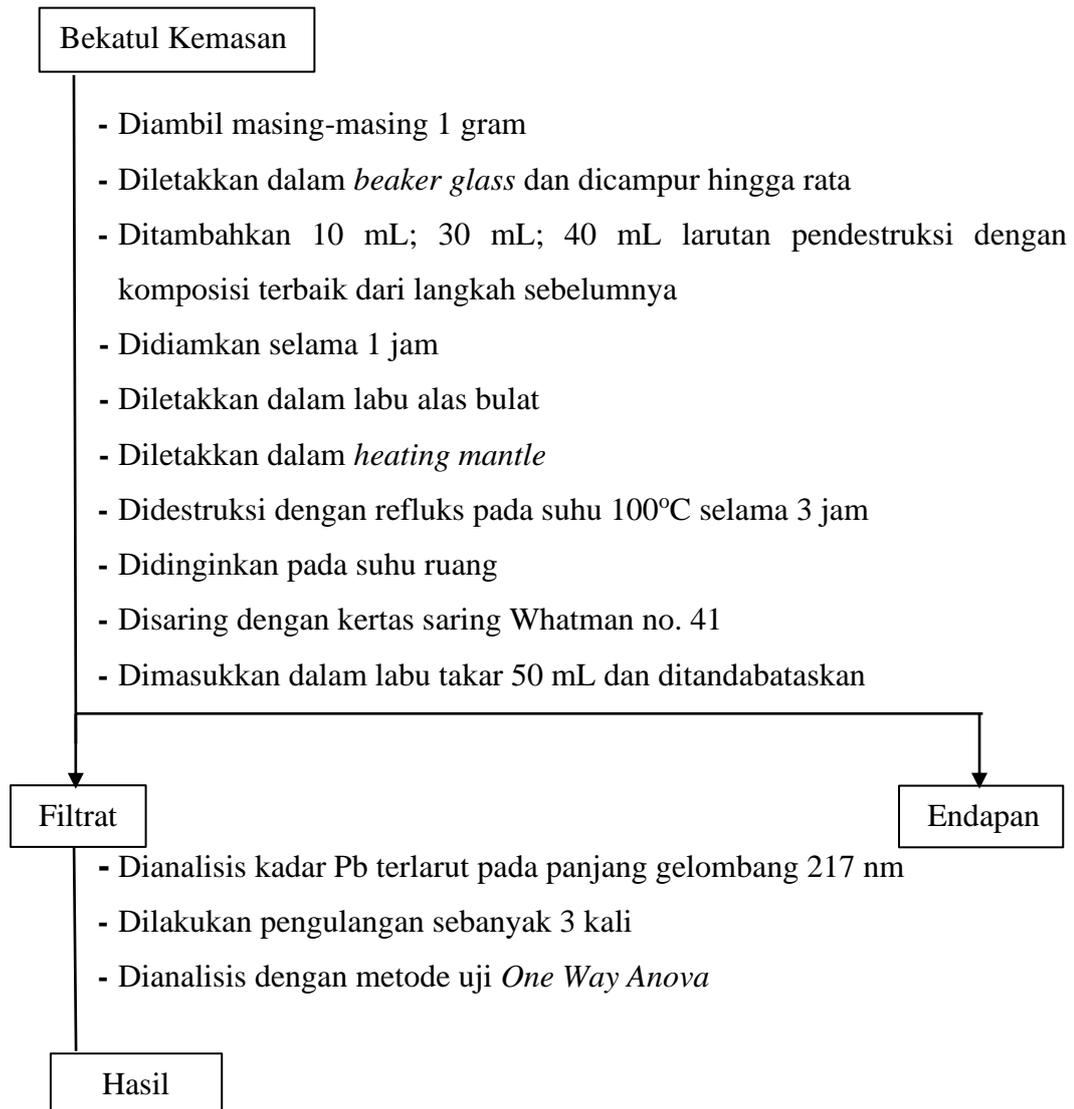
- Dipipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6 mL larutan standar 10 ppm kedalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 65% sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar Pb 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2 ppm
- Diukur dengan SSA pada panjang gelombang 217 nm

Hasil

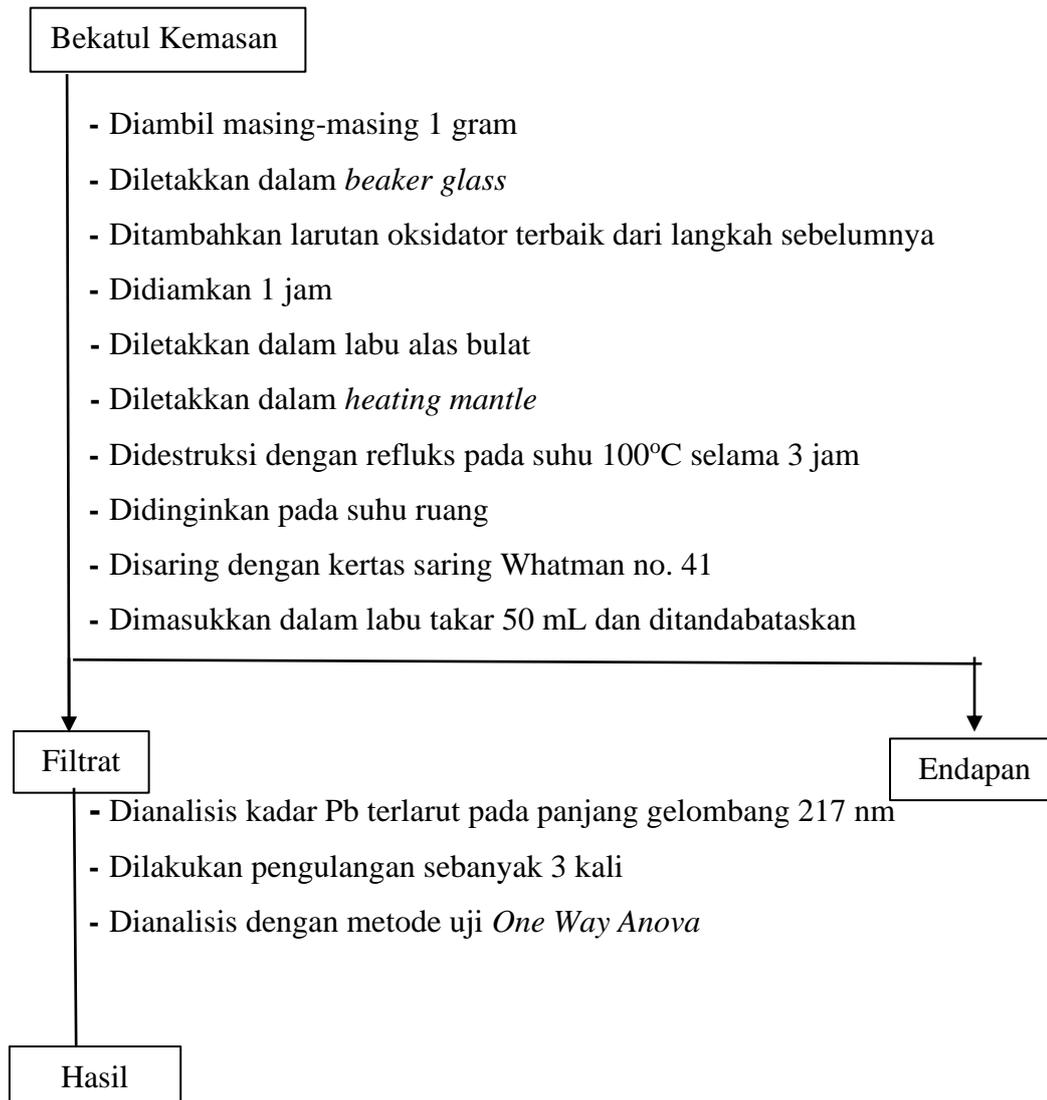
## 2.4 Penentuan Komposisi Oksidator Terbaik Menggunakan Refluks



## 2.5 Penentuan Total Volume Terbaik Menggunakan Refluks



## 2.6 Penentuan Kadar Timbal dalam Bekatul Kemasan



### Lampiran 3. Perhitungan

#### 1. Pembuatan Kurva Standar Pb

Pembuatan larutan stok 1000 ppm  $\text{Pb}^{2+}$  dalam  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

$\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2 = 331 \text{ g/mol}$

$\text{Ar Pb} = 207 \text{ g/mol}$

$$\begin{aligned} \text{Berat} &= \frac{\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2 \times 1000 \text{ mg}}{\text{Ar Pb}} \\ &= \frac{331 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1000 \text{ mg}}{207 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= 159897 \text{ mg} \\ &= 1,59897 \text{ g} \end{aligned}$$

**Jadi**, 1,59897 gram  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dilarutkan dalam 1000 mL larutan aquadest dan menjadi larutan baku Pb 1000 mg/L

a) Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm dalam 100 mL

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 10 mg/L dibuat dengan 1 mL larutan stok 1000 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan  $\text{HNO}_3$  65%

b) Pembuatan larutan standar 0 ppm

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 0 mg/L dibuat dengan 0 mL larutan stok 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan  $\text{HNO}_3$  65%

c) Pembuatan larutan standar 0,2 ppm

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 0,2 mg/L dibuat dengan 1 mL larutan stok 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 65%

d) Pembuatan larutan standar 0,4 ppm

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 0,4 mg/L dibuat dengan 2 mL larutan stok 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 65%

d) Pembuatan larutan standar 0,8 ppm

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,8 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 0,8 mg/L dibuat dengan 4 mL larutan stok 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 65%

e) Pembuatan larutan standar 1,2 ppm

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 1,2 mg/L dibuat dengan 6 mL larutan stok 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 65%

## 2. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 0,5 M

Diketahui :  $\rho \text{ HNO}_3 \text{ 65\%} = 1,39 \text{ gr/cm}^3$ ;  $M_r \text{ HNO}_3 = 63 \text{ gr/mol}$

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \%}{m_r}$$

$$M = 63 \text{ gr/mol}$$

$$M = 14,34 \text{ M}$$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 14,34 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \times 0,5 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 0,5 \text{ M}}{14,34 \text{ M}}$$

$$V_1 = 34,87 \text{ mL}$$

### 3. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 1 M

Diketahui :  $\rho$  HNO<sub>3</sub> 65% = 1,39 gr/cm<sup>3</sup>; Mr HNO<sub>3</sub> = 63 gr/mol

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \%}{mr}$$

$$M = 63 \text{ gr/mol}$$

$$M = 14,34 \text{ M}$$

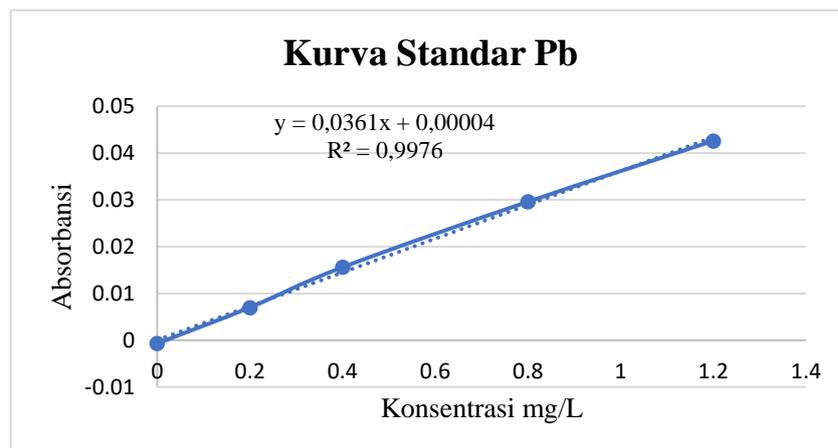
$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 14,34 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \times 1 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 1 \text{ M}}{14,34 \text{ M}}$$

$$V_1 = 69,73 \text{ mL}$$

## 5. Kurva Standar



- Linearitas ditunjukkan dengan nilai R<sup>2</sup> = 0,9976
- Sensitivitas ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) = 0,0361

