

**ANALISIS KANDUNGAN LOGAM BERAT KADMIUM (Cd) PADA  
BEKATUL KEMASAN DENGAN DESTRUKSI REFLUKS SECARA  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
ADINDA DWI DAMAYANTI  
NIM. 18630045**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2023**

**ANALISIS KANDUNGAN LOGAM BERAT KADMIUM (Cd) PADA  
BEKATUL KEMASAN DENGAN DESTRUKSI REFLUKS SECARA  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ADINDA DWI DAMAYANTI**  
**NIM. 18630045**

**Diajukan Kepada:**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**Universitas Islam Negeri (UIN) 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**  
**2023**

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT KADMIUM (Cd) PADA BEKATUL  
KEMASAN DENGAN DESTRUKSI REFLUKS SECARA  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
ADINDA DWI DAMAYANTI  
NIM. 18630045**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 23 Juni 2023**

**Pembimbing I**



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

**Pembimbing II**



**Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I  
NIDT. 19890113 20180201 1 224**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**



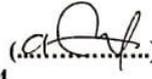
**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT KADMIUM (Cd) PADA BEKATUL  
KEMASAN DENGAN DESTRUKSI REFLUKS SECARA  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ADINDA DWI DAMAYANTI**  
NIM. 18630045

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan untuk  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 22 Juni 2023

<b>Penguji Utama</b>	: Dr. Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	
<b>Ketua Penguji</b>	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIDT. 19830125 20160801 2 068	
<b>Sekretaris Penguji</b>	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	
<b>Anggota Penguji</b>	: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I NIDT. 19890113 20180201 1 224	

Mengesahkan,  
Ketua Program Studi



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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Adinda Dwi Damayanti  
NIM : 18630045  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Analisis Kadar Logam Berat Kadmium (Cd) pada Bekatul Kemasan dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adalah benar-benar hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran 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 perbuatan tersebut.

Malang, 15 Juni 2023  
Yang Membuat Pernyataan,



Adinda Dwi Damayanti  
NIM. 18630045

v

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Alhamdulillahirabbil 'aalamiin*

Segala puji bagi Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad Saw. beserta keluarga dan para Sahabat

\*\*\*

Karya ilmiah ini, penulis persembahkan kepada orang-orang tersayang yaitu Bapak Suparno, Ibu Umi Nawiyah, Sandy Prayoga, dan Ella Awik Tamara atas segala do'a dan semangat yang diberikan kepada penulis selama penyelesaian tugas akhir ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada keluarga penulis, kakek, tante, sepupu dan keponakan yang selalu memberikan semangat.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, dan Bapak Oky Bagas Prasetyo, M, Pd, I selaku dosen pembimbing yang telah sabar memberikan arahan, nasehat dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Ibu Dr. Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen penguji yang dengan sabar memberikan masukan dan arahan, serta kepada seluruh Ibu Bapak dosen dan laboran Prodi Kimia atas segala ilmu yang telah diberikan.

Terima kasih penulis ucapkan kepada sahabat-sahabat (Fitria maulidia anwar "nyai", Muhammad Aldo Shandyka "mydoo", trisna, safira, ipe, nida, alfianita, ica, karlo, efril dan rofiqur), dan rekan di lab analitik (mbak uca, mbak istin, oliv, azmi, ovi, Imelda, nita, siti, zia dan semua) yang memberikan semangat selama penyelesaian tugas akhir

## MOTTO

*“Orang lain gak akan paham struggle dan masa sulitnya kita, yang mereka ingin tahu hanya bagian success stories saja. Jadi, berjuanglah untuk diri sendiri meskipun gak akan ada yang tepuk tangan. Kelak, diri kita di masa depan akan sangat bangga dengan apa yang kita perjuangkan hari ini. Jadi tetap berjuang ya!”*

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum Warrahmatullahi Wabarakatuh*

Alhamdulillahirabbil'alamiin, segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir mata kuliah metodologi penelitian yang berjudul **“Analisis Kandungan Logam Berat Kadmium (Cd) pada Bekatul Kemasan dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”**. Sholawat dan salam tetap tercurahkan kepada nabi besar Muhammad SAW yang telah menjadi suri tauladan yang baik bagi kita. Penulis menyadari bahwasannya penulisan tugas akhir metodologi penelitian tidak akan terwujud tanpa adanya motivasi dari berbagai pihak. Sehingga penulis mengucapkan terimakasih kepada:

- 1 . Bapak Suparno dan Ibu Umi Nawiyah selaku kedua orang tua saya yang telah memberikan motivasi, dukungan dan doa serta nasihat.
- 2 . Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku ketua Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- 3 . Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah membimbing dan memberi arahan untuk menyelesaikan proposal skripsi.
- 4 . Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I selaku dosen pembimbing agama yang telah mengarahkan dan memberi saran.
- 5 . Seluruh dosen Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan, sehingga dapat menyelesaikan proposal skripsi.

- 6 . Seluruh teman kelas A yang selalu memberikan motivasi dan semangat dalam menyelesaikan penyusunan skripsi.

Malang, 15 Juni 2023

penulis

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>17</b>
1.1 Latar Belakang .....	17
1.2 Rumusan Masalah .....	23
1.3 Tujuan Penelitian.....	24
1.4 Manfaat Penelitian.....	24
1.5 Batasan Masalah.....	25
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>26</b>
2.1 Bekatul.....	26
2.2 Kadmium .....	29
2.2.1 Kandungan Kadmium (Cd) pada Bekatul dan Sumber Kontaminan .....	29
2.2.2 Akumulasi Kadmium (Cd) Pada Tanaman.....	31
2.2.3 Dampak Cd Terhadap Kesehatan .....	33
2.3 Metode Destruksi <i>Refluks</i> .....	35
2.4 Spektroskopi Serapan Atom .....	37
2.5 Gangguan-gangguan pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	39
2.6 Uji One Way Anova .....	40
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>43</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	43
3.2 Alat dan Bahan .....	43
3.2.1 Alat .....	43
3.2.2 Bahan.....	43
3.3 Rancangan Penelitian .....	43
3.4 Tahapan Penelitian .....	44
3.5 Cara Kerja.....	45
3.5.1 Pengambilan dan Preparasi Sample .....	45
3.5.2 Pengaturan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	45
3.5.3 Pembuatan Larutan Standard Kadmium (Cd) .....	45
3.5.4 Penentuan Komposisi Larutan Pendestruksi Terbaik Menggunakan Refluks.....	46
3.5.5 Penentuan Volume Larutan Pendestruksi Terbaik Menggunakan Refluks.....	47
3.5.7 Analisis Data .....	49

<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>51</b>
4.1 Pembuatan Kurva Standar Kadmium (Cd).....	51
4.2 Penentuan Komposisi Zat Pendestruksi Terbaik.....	51
4.3 Penentuan Volume Zat Pendestruksi Terbaik .....	52
4.4 Penentuan Kadar Kadmium (Cd) dalam Bekatul .....	53
<b>BAB V.....</b>	<b>59</b>
5.1 Kesimpulan.....	59
5.2 Saran.....	59
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>60</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan Gizi Beras Merah dan Putih , .....	28
Tabel 2.2 Kandungan Gizi Bekatul .....	28
Tabel 2.3 Batas Maksimum Cemarannya Kadmium (Cd) dalam Pangan .....	19
Tabel 2.4 Parameter yang Harus Diperhatikan dalam Analisis Logam Berat .....	27
Tabel 2.5 Persyaratan Kandungan Pupuk Organik .....	33
Tabel 3.1 Variasi Komposisi Larutan Pendestruksi .....	43
Tabel 3.2 Variasi Volume Larutan Pendestruksi .....	44
Tabel 3.3 Hasil Analisis Kadar Logam Kadmium (Cd).....	45
Tabel 4.1 Kadar Kadmium pada Bekatul Kemasan dalam Berbagai Variasi Komposisi Zat Pengoksidasi dengan <i>One Way Anova</i> .....	53
Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Kadar Kadmium pada Bekatul Kemasan dengan Variasi Volume Zat Pengoksidasi .....	54
Tabel 4.3 Kadar Kadmium pada Bekatul Kemasan dalam Berbagai Variasi Volume Zat Pengoksidasi dengan <i>One Way Anova</i> .....	57

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Beras.....	11
Gambar 2.2 Dinamika Logam Berat pada Tanah dan Tanaman.....	17
Gambar 2.3 Tahapan umum atomisasi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	25
Gambar 2.4 Skema Umum Komponen pada Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	26
Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Logam Kadmium (Cd).....	49
Gambar 4.2 Grafik Kadar Kadmium (Cd) dalam Masing-masing Bekatul .....	56

**DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	65
Lampiran 2. Diagram Alir.....	66
Lampiran 3. Perhitungan.....	72
Lampiran 4. Data Hasil Instrumen .....	75
Lampiran 5. Kurva Standar .....	78
Lampiran 6. Hasil perhitungan SPSS.....	82
Lampiran 7. Dokumentasi Perlakuan.....	84

## ABSTRAK

Damayanti, A. D. 2023. **Analisis Kandungan Logam Berat Kadmium (Cd) pada Bekatul Kemasan dengan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si, Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

---

Kata kunci: Bekatul, logam Berat Cd, Metode destruksi, spektroskopi serapan atom.

Bekatul merupakan bahan pangan fungsional dari pengolahan padi. Pada proses penanaman padi terdapat penggunaan pupuk anorganik yang mengandung logam berat berdampak terhadap padi yang menjadi sumber bekatul. Pupuk anorganik diketahui mengandung senyawa logam berat seperti cadmium (Cd). Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui komposisi terbaik dan volume optimum zat pengoksidasi untuk destruksi pada bekatul serta mengetahui kadar kadmium pada bekatul kemasan melalui Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Tahapan yang dilakukan meliputi pencampuran sampel bekatul, kemudian dilakukan destruksi basah tertutup menggunakan komposisi terbaik zat pengoksidasi yaitu (1:1), (5:2), dan (8:2) antara  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  pada  $100^\circ\text{C}$  selama 3 jam. di lanjut dengan destruksi menggunakan variasi volume zat pengoksidasi 10, 20,30, 40, dan 50 mL antara  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  pada  $100^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Komposisi dan volume optimum zat pengoksidasi yang terbaik digunakan untuk pengujian kadar kadmium (Cd) pada masing-masing sampel bekatul menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 228,8 nm. Selanjutnya data yang diperoleh dianalisis dengan uji *One WayAnova*.

Hasil penelitian memperlihatkan bahwa komposisi optimum zat pengoksidasi antara  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  adalah (8:1) dan volume optimum adalah 50 mL. Kemudian di analisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 228,8 nm. Selanjutnya data yang diperoleh dianalisis dengan uji *One WayAnova*. Pengukuran kadar kadmium pada bekatul kemasan didapatkan 3,82 mg/Kg (Bekatul Putih 1), 4,83 mg/Kg (Bekatul Putih 2), 4,09 mg/Kg (Bekatul Hitam 1), 4,23 mg/Kg (Bekatul Hitam 2), 4,07 mg/Kg (Bekatul Merah 1), dan 4,90 mg/Kg (Bekatul Merah 2).

## ABSTRACT

Damayanti, A. D. 2023. **Analysis of Cadmium (Cd) Heavy Metal Content in Packaged Rice bran with Reflux Destruction by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, The State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si, Advisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

---

Keyword: rice bran, Cd heavy metal, destruction method, atomic absorption spectroscopy.

Bran is a functional food ingredient from rice processing. In the rice planting process, the use of inorganic fertilizers containing heavy metals has an impact on rice which is a source of rice bran. Inorganic fertilizers are known to contain heavy metal compounds such as cadmium (Cd). The purpose of this study was to determine the best composition and optimum volume of oxidizing agent for destruction in rice bran and to determine the cadmium content in packaged rice bran through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

The steps taken included mixing the rice bran samples, then closed wet destruction using the best compositions of oxidizing agents (1:1), (5:2), and (8:2) between  $\text{HNO}_3$  and  $\text{H}_2\text{O}_2$  at  $100^\circ\text{C}$  for 3 hours. followed by destruction using varying volumes of oxidizing agent 10, 20, 30, 40, and 50 mL between  $\text{HNO}_3$  and  $\text{H}_2\text{O}_2$  at  $100^\circ\text{C}$  for 3 hours. The optimum composition and volume of the best oxidizing agent was used to test the levels of cadmium (Cd) in each rice bran sample using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) at a wavelength of 228.8 nm. Furthermore, the data obtained was analyzed by the One Way Anova test.

The results showed that the optimum composition of the oxidizing agent between  $\text{HNO}_3$  and  $\text{H}_2\text{O}_2$  was (8:1) and the optimum volume was 50 mL. Then analyzed with Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) at a wavelength of 228.8 nm. Furthermore, the data obtained was analyzed by the One Way Anova test. Measurement of cadmium levels in packaged rice bran found 3.82 mg/Kg (White Bran 1), 4.83 mg/Kg (White Bran 2), 4.09 mg/Kg (Black Bran 1), 4.23 mg/Kg (Black Bran 2), 4.07 mg/Kg (Red Bran 1), and 4.90 mg/Kg (Red Bran 2).

## مستخلص البحث

دامايانتي ، أ. د. ٢٠٢٢. تحليل محتوى الكاديوم (Cd) من المعادن الثقيلة في نخالة التغليف عن طريق تدمير الارتجاع بواسطة التحليل الطيفي للامتصاص الذري (SSA). البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: ديانا جنديرا ديوي، الماجستير. المشرف الثاني: أوكي باجاس براسيتيو، الماجستير

**الكلمات الرئيسية:** نخالة، قرص مضغوط للمعادن الثقيلة، طريقة التدمير، مطيافية الامتصاص الذري.

نخالة الأرز هي عنصر غذائي وظيفي من معالجة الأرز. في عملية زراعة الأرز، هناك استخدام الأسمدة غير العضوية التي تحتوي على معادن ثقيلة لها تأثير على الأرز الذي هو مصدر نخالة الأرز. من المعروف أن الأسمدة غير العضوية تحتوي على مركبات معدنية ثقيلة مثل الكاديوم (Cd). الهدف من هذا البحث هو تحديد أفضل تكوين وحجم مثالي للعوامل المؤكسدة للتدمير في نخالة الأرز وتحديد مستويات الكاديوم في النخالة المعبأة من خلال التحليل الطيفي للامتصاص الذري (SSA).

تشمل المراحل المنفذة خلط عينات النخالة، ثم التدمير الرطب المغلق باستخدام أفضل تركيبة من العوامل المؤكسدة، وهي (١ : ١) و (٢ : ٥) و (٢ : ٨) بين  $HNO_3$  و  $H_2O_2$  عند ١٠٠ درجة مئوية لمدة ٣ ساعات. يليه التدمير باستخدام اختلافات حجم العوامل المؤكسدة من ١٠ و ٢٠ و ٣٠ و ٤٠ و ٥٠ مل بين  $HNO_3$  و  $H_2O_2$  عند ١٠٠ درجة مئوية لمدة ٣ ساعات. من الأفضل استخدام التركيب والحجم الأمثل للعوامل المؤكسدة لاختبار مستويات الكاديوم (Cd) في عينات النخالة الفردية باستخدام التحليل الطيفي للامتصاص الذري (SSA) بطول موجي يبلغ ٢٢٨.٨ نانومتر. علاوة على ذلك، تم تحليل البيانات التي تم الحصول عليها باستخدام اختبار One Way Anova.

أظهرت النتائج أن التركيب الأمثل للعوامل المؤكسدة بين  $HNO_3$  و  $H_2O_2$  كان (٨ : ١) والحجم الأمثل كان ٥٠ مل. ثم تم تحليلها بواسطة مطيافية الامتصاص الذري (SSA) بطول موجي ٢٢٨.٨ نانومتر. علاوة على ذلك، تم تحليل البيانات التي تم الحصول عليها باستخدام اختبار One Way Anova. تم الحصول على قياس مستويات الكاديوم في نخالة الأرز المعبأة ٣.٨٢ مغ / كغ (النخالة البيضاء ١)، ٤.٨٣ مغ / كغ (النخالة البيضاء ٢)، ٤.٠٩ مغ / كغ (النخالة السوداء ١)، ٤.٢٣ مغ / كغ (النخالة السوداء ٢)، ٤.٠٧ مغ / كغ (النخالة الحمراء ١)، و ٤.٩٠ مغ / كغ (النخالة الحمراء ٢).

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Bekatul merupakan produk samping dari pengolahan padi menjadi beras. Bekatul diperoleh dari proses penggilingan padi yang berasal dari lapisan terluar beras yaitu antara butir beras dan kulit padi berwarna coklat (Sukma, 2010). Dalam proses penggilingan padi, bagian sekam akan terpisah dan diperoleh beras pecah kulit (*brown rice*). Tahapan proses penyosohan beras bertujuan untuk menghilangkan dedak dan bekatul dari bagian endosperma beras, sehingga diperoleh beras yang berwarna putih. Semakin tinggi derajat penyosohan beras, maka beras yang diperoleh akan semakin putih, namun semakin miskin zat gizi. Bekatul merupakan bagian terluar bulir beras yang terbuang selama proses penyosohan beras (Thahir, 2010).

Kandungan zat gizi yang dimiliki bekatul yaitu protein 13,11 – 17,19 persen, lemak 2,52 – 5,05 persen, karbohidrat 67,58 – 72,74 persen, dan serat kasar 370,91 -387,3 kalori serta kaya akan vitamin B, terutama vitamin B1 (*thiamin*). Berdasarkan sumbernya, protein yang terdapat dalam bekatul dapat dimanfaatkan untuk dibuat suatu produk yang dimungkinkan dapat mengatasi masalah kurang gizi. Selain memiliki kandungan protein yang cukup tinggi bekatul juga tergolong sebagai bahan makanan yang aman untuk dikonsumsi (Wulandari, 2010).

Beras putih, beras merah, ketan putih, dan ketan hitam merupakan berbagai varietas beras yang sudah sangat dikenal oleh masyarakat Indonesia. Bekatul yang berasal dari keempat varietas beras tersebut memiliki karakteristik kandungan senyawa yang beragam. Bekatul beras putih memiliki kandungan protein tertinggi,

yaitu 20,48%. Kandungan serat kasar tertinggi adalah bekatul beras merah, yaitu 10,08%. Bekatul ketan putih memiliki kandungan lemak dan abu tertinggi, yaitu 16,68% dan 11,80%. Bekatul ketan hitam memiliki kadar karbohidrat dan air tertinggi dibandingkan dengan bekatul jenis lain, yaitu 57,69% dan 9,54% (Puspitarini, dkk., 2012).

Hingga saat ini, upaya pengembangan bekatul sebagai pangan fungsional masih terhalang beberapa kendala, antara lain kurangnya kesadaran masyarakat tentang manfaat kesehatan bekatul, kualitas bekatul yang belum terstandar, belum banyak industri hilir yang tertarik untuk mengembangkan bekatul, serta pencemaran lingkungan yang berdampak terhadap kualitas padi yang menjadi sumber bekatul (Tuarita, dkk., 2016). Hal ini menjadi tantangan tersendiri bagi pengembangan bekatul mengingat potensinya terhadap kesehatan yang sangat menjanjikan. Selain itu, terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan selama pengolahan dan penanganan untuk menjaga kualitas bekatul.

Penggunaan pupuk anorganik, peningkatan kegiatan pembangunan, aktivitas kendaraan bermotor, dan kegiatan industri disinyalir dapat menimbulkan dampak negatif terhadap kualitas tanah persawahan tempat padi ditanam jika tanpa diikuti pengelolaan lingkungan yang baik (Suriani, 2016). Akibat pencemaran tersebut, pertumbuhan tanaman terganggu sampai gagal panen, selain dari itu, keberadaannya di dalam tanah sawah perlu diwaspadai, dalam jangka panjang kandungan unsur-unsur logam berat di dalam tanah dapat membahayakan kesehatan makhluk hidup, termasuk manusia. Unsur-unsur logam berat di dalam tanah dapat terserap dan terangkut melalui akar tanaman, kemudian masuk ke

dalam jaringan tanaman, dan terakumulasi di dalam buah atau bagian tanaman yang dikonsumsi (Hanbranani, 2014).

Logam berat di dalam tanah akan bersifat toksik apabila melampaui batas kritis kebutuhan tanaman, seperti logam berat Timbal (Pb), Kadmium (Cd) dan Seng (Zn) yang dapat dihasilkan dari berbagai sumber seperti polusi udara, cat rumah tua, limbah pertambangan, limbah domestik serta penggunaan pestisida (Kurnia, 2011). Undang-Undang R.I. No.32 Tahun 2009 tentang Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup, pada pasal 1 ayat 14 disebutkan bahwa pencemaran lingkungan adalah masuk atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi dan komponen lain ke dalam lingkungan hidup oleh kegiatan manusia, sehingga melampaui baku mutu lingkungan hidup yang telah ditetapkan.

Hal ini berkaitan dengan firman Allah SWT dalam QS. Ar-Rum: 41 yang berbunyi:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya:” Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (kejalan yang benar) “(Q.S. Al-Rum 30:41).

Menurut Tafsir Al-Mishbah, sikap yang diuraikan dalam ayat tersebut mengacu pada sikap-sikap yang mempersekutukan Allah Swt., mengabaikan tuntunan-tuntunan agama yang berdampak buruk terhadap diri mereka, masyarakat dan lingkungan. Kata (ظَهَرَ) zhahara mulanya diartikan sebagai “terjadinya sesuatu di permukaan bumi”, sehingga menjadi tampak dan terang karena terjadi di permukaan. Menurut al-Ashfahani, kata (الْفَسَادُ) al-fasad berarti “keluarnya dari keseimbangan baik sedikit maupun banyak”. Beberapa ulama kontemporer memahami kata al-fasad ini sebagai kerusakan lingkungan karena ayat di atas mengkaitkan fasad dengan kata darat dan laut (Shihab, 2000).

Manusia seringkali lalai dalam melaksanakan tugasnya. Manusia memanfaatkan kekayaan alam namun tidak diiringi dengan usaha pelestariannya. Kerusakan alam akibat perlakuan buruk dan keserakahan manusia mengakibatkan kesengsaraan pada manusia sendiri contohnya pencemaran perairan dan daratan. Pencemaran tersebut sangat berbahaya bagi makhluk hidup dan lingkungan sekitar. Seperti halnya pencemaran di daerah persawahan akibat dari penggunaan pupuk yang berlebihan dan bahan-bahan berbahaya yang larut dalam tanah. Sehingga dapat menyebabkan kandungan logam berat dapat masuk kedalam tanaman, kemudian dikonsumsi oleh manusia. Beberapa logam berat tersebut contohnya kadmium (Cd).

Kadmium (Cd) merupakan mineral yang tergolong mikroelemen, merupakan logam berat dan berpotensi menjadi bahan toksik. Jika terakumulatif dalam tubuh, maka berpotensi menjadi bahan toksik pada makhluk hidup. Masuknya kadmium (Cd) ke dalam tubuh makhluk hidup dapat melalui 6 saluran pencernaan (*Gastrointestinal*), saluran pernafasan (*Inhalasi*) dan penetrasi melalui kulit (*Topikal*) (Setyorini, 2003). Logam berat kadmium (Cd) diketahui dapat mengumpul di dalam tubuh suatu organisme dan tetap tinggal dalam tubuh dalam jangka waktu yang lama sebagai racun yang terakumulasi. Peraturan Badan Pengawasan Obat dan Makanan No 13 tahun 2014 batas cemaran logam berat untuk kadmium (Cd) yaitu sebesar 0,3 mg/kg (Maghrabi, 2014).

Salah satu metode untuk menentukan kandungan logam berat kadmium (Cd) adalah menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Spektroskopi serapan atom adalah analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya pada gelombang tertentu oleh atom logam. Spektroskopi serapan atom memiliki

kelebihan menganalisis sampel dalam jumlah sedikit dengan kepekaan, ketelitian, dan selektivitas yang sangat tinggi (Fadhillah, 2016).

Sebelum dilakukan analisis, sampel terlebih dahulu didestruksi. Refluks merupakan metode destruksi basah yang diikuti pemansan. Metode destruksi basah lebih baik dibandingkan destruksi kering karena potensi hilangnya unsur logam sangat kecil dan proses oksidasi lebih cepat menggunakan suhu rendah (Amaral, 2016). Kartikasari (2016) menyatakan bahwa metode destruksi basah tertutup (refluks) merupakan metode destruksi terbaik untuk menentukan kadar logam berat kadmium (Cd) pada sampel apel. Begitu juga penelitian lain, metode destruksi terbaik untuk menentukan kadar logam berat pada sampel bayam adalah menggunakan metode refluks (Resti, 2016).

Proses destruksi membutuhkan zat asam yang kuat seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , dan  $\text{HCl}$ . Perbedaan perbandingan zat pendestruksi yang digunakan dapat mempengaruhi hasil analisis menggunakan spektroskopi serapan atom. Pencampuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  digunakan sebagai larutan pendestruksi karena  $\text{HNO}_3$  dapat memutus ikatan organologam, sedangkan  $\text{H}_2\text{O}_2$  sebagai larutan pengoksidasi dan menjernihkan warna (Wulandari, dkk, 2013). Dalam penelitian Mustofa, (2017) mengenai analisis Cd dalam obat tradisional, dari tiga jenis pengoksidasi yaitu  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$  (3:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HCl}$  (1:3), dan  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (10:4), diperoleh jenis zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (10:4) diperoleh kadar 0,4666 mg/kg. Pada penelitian Hasanah, (2018) mengenai analisis cadmium (Cd) dalam obat tradisional dengan menggunakan zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3 - \text{HCl}$  yaitu (1 : 3), (3 : 1) dan (6:1) diperoleh kadar berturut-turut yaitu 0,265 mg/Kg, 0,168 mg/Kg dan 0,128 mg/Kg. Pada penelitian Maghrabi (2014) dalam jurnalnya mengenai analisis

kadar Cd pada obat herbal dengan menggunakan zat pengoksidasi  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{HNO}_3$  (4:10) diperoleh kadar Kadmium 0,360 mg/kg. Selain itu, Hasil penelitian Harsanti (2018) menunjukkan bahwa kandungan Cd dalam tanah sawah di Bekasi dan Karawang akibat cemaran limbah industri adalah cukup tinggi, yaitu 0,2 ppm dalam beras yang mendekati batas kritis dari WHO 0,24 ppm Cd, sedangkan di kecamatan Rojog Tangerang kandungan kadmium (Cd) dalam beras yaitu 0,367 ppm.

Menurut penelitian Ghazanfarirad, dkk. (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) diperoleh kandungan logam kadmium kisaran 0,043-0,147 mg/kg. Tidak hanya itu, menurut penelitian Haque, dkk. (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. Sedangkan menurut Ahmed, dkk. (2015) melacak timbal dalam dua sereal pokok yaitu beras dan gandum di Bangladesh menggunakan metode destruksi basah sistem tertutup dengan pendestruksi asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan asam peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dengan perbandingan (5:2) diperoleh cemaran timbal (Pb) dalam beras sebesar 0,713 mg/kg dan dalam gandum yaitu 0,221 mg/kg.

Selain faktor variasi komposisi pelarut, volume pelarut juga berpengaruh terhadap hasil destruksi. Menurut Ubay (2011) faktor-faktor yang mempengaruhi proses destruksi adalah jenis pelarut, suhu, lama waktu, pengadukan, ukuran partikel, dan rasio antara pelarut dan sampel. Jika rasio pelarut-bahan baku besar maka akan memperbesar pula jumlah senyawa yang terlarut. Akibatnya laju destruksi akan semakin meningkat. Hal tersebut juga sesuai dengan penelitian

(Amaral, 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 diperoleh % *recovery* yang tinggi untuk logam Cd yaitu 97,2%.

Berdasarkan uraian di atas, penelitian akan dilakukan untuk mengetahui kandungan kadmium (Cd) dalam bekatul. Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih. Metode destruksi yang digunakan adalah refluks dengan variasi larutan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  yaitu 1:1; 5:2; 8:1. Variasi total volume yang digunakan adalah 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL. Sedangkan penentuan kadar logam kadmium (Cd) menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

## 1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini antara lain :

1. Berapakah komposisi zat pendestruksi terbaik yang digunakan untuk analisis kadar logam berat kadmium (Cd) pada bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?
2. Berapakah volume optimum larutan pendestruksi yang digunakan untuk analisis kadar logam berat kadmium (Cd) pada bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?
3. Berapakah kadar logam berat kadmium (Cd) pada bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih menggunakan metode refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dalam penelitian ini antara lain :

1. Untuk mengetahui komposisi zat pendestruksi terbaik yang digunakan untuk analisis kadar logam berat kadmium (Cd) pada bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Untuk mengetahui volume optimum larutan pendestruksi yang digunakan untuk analisis kadar logam berat kadmium (Cd) pada bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih dengan refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
3. Untuk mengetahui kadar logam berat kadmium (Cd) dalam bekatul yang berasal dari beras merah, beras hitam, dan beras putih menggunakan metode destruksi refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Adapun manfaat pada penelitian ini antara lain :

1. Memberikan informasi tentang komposisi zat pendestruksi terbaik untuk analisis logam berat kadmium (Cd) dalam bekatul kemasan menggunakan metode destruksi refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Memberikan informasi tentang volume optimum larutan pendestruksi terbaik untuk analisis logam berat kadmium (Cd) dalam bekatul menggunakan metode destruksi refluks secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3. Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai adanya kadar logam berat kadmium (Cd) dalam bekatul kemasan.

### **1.5 Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah pada penelitian ini antara lain :

1. Sampel yang digunakan terdiri dari 6 merek bekatul kemasan yang di dapat dari pasar online (*e commerce*).
2. Bekatul yang digunakan adalah jenis beras hitam, beras putih, dan beras merah dalam kemasan.
3. Metode yang digunakan adalah metode destruksi basah tertutup menggunakan refuks dengan variasi zat pendestruksi  $\text{HNO}_3$ :  $\text{H}_2\text{O}_2$  adalah 1:1; 5:2; dan 8:1. dan variasi total volume larutan yang digunakan adalah 10, 20, 30, 40, dan 50 mL.

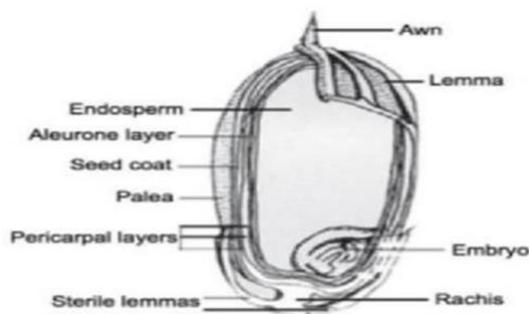
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Bekatul

Bekatul (*bran*) merupakan lapisan luar berwarna krem atau coklat muda dari beras yang terlepas saat proses penggilingan gabah menjadi beras. Bekatul berasal dari kulit ari padi-padian hasil penggilingan padi yang telah disaring dan dipisahkan dari sekam (kulit luar gabah). Penggilingan padi menghasilkan bekatul sekitar 8-12% (Luthfianto, dkk., 2017). Bekatul merupakan campuran lapisan aleuron dan pericarp yang terlepas dalam proses penggilingan padi. Proses penggilingan dan penyosohan beras akan menghasilkan 16-28% sekam (*hulls*), 6-11% dedak (*bran*), 2- 4% bekatul (*polish*), dan sekitar 60% endosperma (*white rice*).

Beras merupakan makanan pokok yang cukup dominan terhadap pemenuhan kebutuhan kalori dalam sehari-hari masyarakat Asia yang masih relatif cukup tinggi. Sebagai contoh, Laos dan Myanmar konsumsi beras per kapita per tahunnya hingga saat ini masing-masing mencapai sekitar 179 kg dan 190 kg, sementara Indonesia masih sekitar 142 kg (Nuryani, 2013).



**Gambar 2. 1** Struktur Beras

Dalam produksi beras terdapat gabah yang akan disosoh menjadi beras utuh atau beras pecah kulit (*whole rice/brown rice*), yang kemudian disosoh kembali, menghasilkan beras, dedak, dan bekatul (Pranata, dkk., 2021). Bekatul beras terdiri dari lapisan perikarpus, lapisan biji, nuselus, dan lapisan aleuron, yang menyusun 7% dari berat gabah (Pranata dkk, 2021). Secara kimia, bekatul beras putih tersusun oleh 4-8% mineral (besi, fosfor, dan magnesium), 11-13% protein, 11,5% serat, dan 20% dalam bentuk minyak (Pranata, dkk., 2021).

Berdasarkan komposisi gizinya, bekatul beras putih memiliki keunggulan dari pada tepung gandum (Pranata, dkk., 2021). Keunggulan pada kadar protein, mineral, dan serat pangan menunjukkan bahwa bekatul beras putih memiliki potensi untuk menggantikan tepung gandum, dan cocok dikonsumsi oleh orang yang sedang ingin mengurangi konsumsi karbohidrat. Akan tetapi, kandungan lemak yang lebih tinggi pada bekatul beras putih merupakan sebuah hambatan bagi pengolahannya karena dapat menyebabkan ketengikan, sehingga tidak dapat disimpan dalam waktu lama (Pranata, dkk., 2021).

Keunggulan zat gizi pada bekatul beras putih dapat memberikan berbagai manfaat bagi kesehatan. Serat diketahui mampu mencegah penyakit jantung koroner, stroke, hipertensi, diabetes, obesitas, dan gangguan pencernaan (Pranata, dkk., 2021). Antioksidan yang terkandung dalam bekatul maupun minyak bekatul mampu memberikan antioksidan, penurunan kadar kolesterol darah, pencegah pertumbuhan tumor, anti-diabetes, dan regulasi glukosa dalam darah (Pranata, dkk., 2021). Spesifikasi kandungan beras merah, putih, dan hitam yang juga meliputi serat, karbohidrat, protein, dan asam lemak esensial ditampilkan pada Table 2.1.

**Tabel 2.1** Kandungan gizi beras merah, hitam, dan putih

Sumber : (Huang, dkk.,2005; Hernawan, dkk., 2016; Riza, 2012; Abdullah, 2017)

Jenis beras yang memiliki pigmen warna merah pada hampir seluruh bagian permukaannya disebut beras merah (*Oryza nivara*). Sedangkan jenis beras yang memiliki pigmen warna hitam pada hampir seluruh bagian permukaannya disebut beras hitam. Warna merah dan hitam pada beras merah dan hitam disebabkan oleh adanya kandungan antosianin yang terdapat pada lapisan perikarp hingga lapisan luar endosperm beras (Indrasari, dkk., 2010).

Kandungan Antosianin adalah senyawa fenolik yang masuk dalam kelompok flavonoid yang berperan penting bagi tanaman itu sendiri dan bermanfaat untuk kesehatan manusia (Indriyani, dkk., 2013). Kandungan antosianin pada beras merah dan hitam dapat berfungsi sebagai antioksidan (Suliantini, dkk., 2011). Kandungan serat beras merah dapat 5 kali lebih tinggi dibandingkan dengan beras putih. Serat yang terdapat pada beras merah mampu menurunkan kadar kolesterol dengan menghambat penyerapan karbohidrat, lemak, dan protein berlebih melalui mekanisme peningkatan garam empedu. Menurut Huang, dkk. (2005) bahwa gizi gizi bekatul dituliskan seperti pada Table 2.2.

**Tabel 2.2** Kandungan gizi bekatul

Dapat dilihat pada Tabel 2.2 kandungan terbanyak pada beras adalah karbohidrat. Karbohidrat yang terdapat pada bekatul meliputi selulosa, himeselulosa dan pati (Hrgrove, 1994). Ikatan kimia antara selulosa dengan logam berat Cd ditampilkan pada Gambar 2.2.

**Gambar 2.2** Ikatan kimia antara selulosa dengan logam Cd (Erni, 2011)

Selulosa ini berpotensi sebagai adsorben karena gugus –OH. Adanya gugus –OH menyebabkan terjadinya sifat polar pada adsorben. Dengan demikian selulosa lebih kuat menyerap zat yang bersifat polar dari pada zat yang kurang polar. Mekanisme serapan yang terjadi antara gugus –OH yang terikat pada permukaan dengan ion logam yang bermuatan positif merupakan mekanisme pertukaran ion. Interaksi antara gugus –OH dengan ion logam juga memungkinkan melalui mekanisme pembentukan kompleks koordinasi karena atom oksigen pada gugus –OH mempunyai pasangan elektron bebas, Ion-ion  $\text{Cd}^{2+}$  akan berinteraksi kuat dengan anion yang bersifat basa kuat seperti –OH. Ikatan antara ion  $\text{Cd}^{2+}$  dengan –OH pada selulosa melalui pembentukan ikatan koordinasi, dimana pasangan elektron bebas dari O pada OH akan berikatan dengan ion logam  $\text{Cd}^{2+}$  membentuk ikatan kompleks melalui ikatan kovalen (Erni, 2011).

**2.2 Kadmium****2.2.1 Kandungan Kadmium (Cd) pada Bekatul dan Sumber Kontaminan**

Logam berat dalam tanah pada prinsipnya berada dalam bentuk bebas (*mobile*) maupun tidak bebas (*immobile*). Logam berat dapat bersifat racun dan terserap oleh tanaman dalam keadaan bebas. Sedangkan dalam bentuk tidak bebas dapat berikatan dengan hara, bahan organik, ataupun anorganik lainnya. Dengan kondisi tersebut, logam berat selain akan mempengaruhi ketersediaan hara tanaman juga dapat mengkontaminasi hasil panen. Jika logam berat memasuki lingkungan tanah, maka akan terjadi keseimbangan dalam tanah, kemudian akan terserap oleh tanaman melalui akar, dan selanjutnya akan terdistribusi kebagian tanaman lainnya.

Pencemaran logam berat seperti besi (Fe), Mangan (Mn), Seng (Zn), Kadmium (Cd), Cromium (Cr), Tembaga (Cu), Timbal (Pb), Nikel (Ni) dan Raksa

(Hg), berdasarkan sudut pandang toksikologi, logam berat ini dapat dibagi dalam dua jenis. Jenis pertama adalah logam berat esensial, dimana keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun. Contoh logam berat ini adalah Zn, Cu, Fe, Co, Mn, Ni dan sebagainya. Sedangkan jenis kedua adalah logam berat tidak esensial atau beracun, dan dimana keberadaannya dalam tubuh masih belum diketahui manfaatnya atau bahkan dapat bersifat racun, seperti Hg, Cd, Pb, Cr dan lain-lain. Logam berat ini dapat menimbulkan efek kesehatan bagi manusia tergantung pada bagian mana logam berat tersebut terikat dalam tubuh. Apabila kepekatan logam-logam ini tinggi dari biasa akan menjadi ancaman bagi kesehatan manusia jika memasuki rantai makanan (Yudo, 2006).

Kadmium merupakan logam berwarna putih perak, lunak, mengkilap, tidak larut dalam basa, mudah bereaksi, serta menghasilkan Kadmium Oksida bila dipanaskan. Kadmium memiliki nomor atom 48, berat atom 112,4, titik leleh  $321^{\circ}\text{C}$ , titik didih  $767^{\circ}\text{C}$  dan memiliki masa jenis  $8,65 \text{ g/cm}^3$  (Widowati dkk, 2008).

Terpapar akut oleh kadmium (Cd) menyebabkan gejala mual, muntah, diare, kram otot, anemia, dermatitis, pertumbuhan lambat, kerusakan ginjal dan hati, dan gangguan kardiovaskuler, emphysema dan degenerasi testicular. Perkiraan dosis mematikan akut adalah sekitar 500 ppm untuk dewasa dan efek dosis akan nampak jika terabsorpsi 0,043 ppm per hari. Gejala akut keracunan Cd adalah sesak dada, kerongkongan kering dan dada terasa sesak, nafas pendek, nafas terengah-engah, distress dan bisa berkembang ke arah penyakit radang paru-paru, sakit kepala dan menggigil, bahkan dapat diikuti dengan kematian. Gejala kronis

keracunan Cd yaitu nafas pendek, kemampuan mencium bau menurun, berat badan menurun, gigi terasa ngilu dan berwarna kuning keemasan.

Kadmium mengkontaminasi lingkungan, air, dan makanan. Studi yang dilaporkan oleh Sutrisno dan Kuntastyuti menemukan bahwa lahan pertanian di Indonesia mengalami pencemaran logam berat ini. Air sumur di Driyo Gresik mengalami pencemaran kadmium dan berefek terhadap peningkatan kadar kadmium dalam darah penduduknya (Sutrisno dan Budiyo, 2004). Menurut Silvia (2019) yang melakukan analisis kadar Cd pada beras diperoleh hasil kadar Kadmium dengan pengulangan pertama sebesar 1,676 ppm dan pengulangan kedua sebesar 1,576 ppm. Selain itu berdasarkan penelitian Hendi (2022) dalam jurnalnya mengenai analisis kadar Cd pada beras di desa Nameng diperoleh kadar Cd pada tanah sebesar 0,618 mg/kg, pada gabah sebesar 0,0027 mg/kg, pada beras sebesar 0,0059 mg/kg. Menurut Zhou (2016).

### **2.2.2 Akumulasi Kadmium (Cd) Pada Tanaman**

Pencemaran logam berat yang tidak terkendali, memberi peluang terakumulasinya logam tersebut dalam lingkungan. Logam berat dapat terserap ke dalam jaringan tanaman melalui akar dan stomata daun, selanjutnya akan masuk ke dalam siklus rantai makanan (Alloway, 1990). Logam berat yang terakumulasi pada jaringan tubuh apabila melebihi batas toleransi, dapat menimbulkan keracunan bagi tumbuhan, hewan maupun manusi. Pencemaran ini terjadi diantaranya di sebabkan oleh :

### **Gambar 2. 3** Dinamika Logam Berat pada Tanah dan Tanaman

1. Air limbah dari tempat penimbunan sampah, limbah rumah tangga, serta limbah industri seperti industri kertas yang langsung dibuang ke tanah secara tidak memenuhi syarat. Berdasarkan penelitian Silvia (2019) mengenai analisis kandungan kadmium pada tanaman padi yang terdapat pada daerah industri modern cikande diperoleh kontaminan logam berat Cd tinggi yaitu sebesar 1,676 ppm yang digunakan sebagai irigasi.

2. Pemberian pupuk berlebih dapat meningkatkan kadar Kadmium dalam tanah. Pupuk yang sering digunakan pada tanaman obat di Indonesia adalah pupuk organik. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Sukarjo (2018) Penggunaan pupuk anorganik berdampak dalam tumbuhan diperoleh hasil penyerapan kadmium diakar tertinggi masing – masing pada pupuk kompos, urea, SP36, KCl dan Phonska berturut-turut 2.33; 2.14; 3.71; 3.71; 4.49 ppm. Dalam jangka pendek, penambahan pupuk organik dan anorganik tidak secara signifikan meningkatkan kandungan kadmium di dalam tanah. Kontaminasi kadmium dalam tanah diserap oleh akar, jerami dan beras. Pupuk yang digunakan dalam kegiatan pertanian juga merupakan pemasok logam berat dalam tanah. Allowed (1998) menyebutkan kisaran logam berat yang ada dalam pupuk dapat dilihat pada Tabel 2.3.

**Tabel 2.3** Kisaran umum konsentrasi logam berat pada pupuk, pupuk kandang, kapur, dan kompos (mg/Kg).

3. Sumber pencemaran logam Cd juga berasal dari udara akibat pembakaran bahan bakar. Berdasarkan penelitian Fitriana (2021) di peroleh kandungan kadmium pada

tanaman tertinggi pada persawahan dengan jarak 100 meter dari emisi yaitu  $0.061 \mu\text{m}$ . Partikel logam berat ini sebelum jatuh pada permukaan tanaman akan melayang – layang di udara bebas. Kemudian jatuh di permukaan tanaman dan terjadi proses sedimentasi akibat gaya gravitasi dan pengendapan akibat hujan. Semakin jauh lokasi tanaman dari ruas jalan semakin sedikit jumlah kontaminasi logam berat pada tanaman.

4. Selain itu aktivitas gunung berapi dapat menimbulkan abu vulkanik yang dapat mencemari tanaman padi. Berdasarkan Milala (2011) abu vulkanik dari gunung mengandung logam Cd sebesar  $0,514 \text{ mg/kg}$ . Posisi Tawangmangu yang berada di lereng gunung Lawu memungkinkan akan adanya cemaran Cd tersebut. Meskipun gunung Lawu sekarang masih dalam kondisi inaktif, erupsi dan abu vulkanik pada saat terakhir letusan tentunya masih ada dalam tanah di sekitar lereng gunung Lawu. Selain itu, dilansir dari Sindonews (2014) abu vulkanik gunung Kelud pada tahun 2014 juga sampai pada daerah lereng gunung Lawu. Adapun kandungan Kadmium dalam tanah dapat berasal dari batuan sedimen. rata-rata kandungan Kadmium dalam tanah secara alamiah adalah  $0.06 \text{ mg/kg}$ .

### **2.2.3 Dampak Cd Terhadap Kesehatan**

Kadmium (Cd) dalam tubuh terakumulasi dalam hati dan terutama terikat sebagai metalotionein mengandung unsur sistein, Kemungkinan besar pengaruh toksisitas kadmium (Cd) disebabkan oleh interaksi antara kadmium (Cd) dan protein tersebut, sehingga menimbulkan hambatan terhadap aktivitas kerja enzim. Menurut BPOM (2014), batas maksimum cemaran kadmium (Cd) dalam pangan ditampilkan pada Tabel 2.4.

**Tabel 2.4** Batas maksimum cemaran kadmium (Cd) dalam pangan

Sampel	Komposisi	Batas Maksimum
1	Sereal tanpa dedak dan lembaga selain biji gandum dan beras	0.1 mg/kg
2	Beras dan tepung beras	0.4 mg/kg
3	Dedak, lembaga, biji gandum	0.3 mg/kg

Beberapa penelitian epidemiologi menemukan ada kaitan antara kadmium di dalam darah maupun di dalam urin yang berkaitan dengan penyakit. Konsentrasi kadmium 2,28  $\mu\text{g/L}$  memiliki faktor resiko terjadinya kanker payudara pada wanita (Peng, dkk., 2015). Survey yang dilakukan *National Health and Nutrition Examination Survey* (1999–2006) ditemukan kadar kadmium 0,41  $\mu\text{g/L}$  memiliki faktor resiko gagal ginjal kronis (a Navas-Acien, dkk., 2009). Penelitian di korea oleh *Korea National Health and Nutrition Examination Survey* (KNHANES) menemukan bahwa dengan kadar konsentrasi kadmium di dalam darah sebesar 1,53  $\mu\text{g/L}$  memiliki faktor resiko terjadinya IHD (Infark Heart Disease) kadmium memperburuk pasien dengan peritoneal dialisis (Lee, dkk., 2011). Logam ini juga menurunkan kepadatan tulang (Schutee, dkk., 2008). Bahkan tingginya logam ini dalam darah berasosiasi dengan penurunan fungsi paru.

Berdasarkan table di atas, di Indonesia batas maksimum cemaran logam berat kadmium (Cd) sebesar 0,3 mg/kg diatur dalam n Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 5 Tahun 2018 tentang batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan olahan. Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan olahan dirumuskan oleh Panitia Teknis 67-02 Bahan Tambahan Pangan dan Kontaminan.

### 2.3 Metode Destruksi *Refluks*

Destruksi basah merupakan proses dimana memutuskan ikatan antara unsur logam dan matriks sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator yang akan di peroleh logam bebas yang akan di analisis (Raimon, 1993). Proses destruksi basah menggunakan larutan asam yang kuat antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik (Amaral, dkk. 2016)

Destruksi basah lebih sedikit penggunaan bahannya dibandingkan destruksi kering. Senyawa organik akan lebih mudah hancur dengan proses destruksi basah. Prinsip dasar destruksi basah untuk menghancurkan senyawa organik dengan suhu rendah dengan penggunaan asam nitrat yang bertujuan untuk menghindari hilangnya mineral akibat penguapan (Amaral, dkk. 2016). Penggunaan asam nitrat berguna untuk mengoksidasi senyawa organik (C,H,O) dalam sampel menjadi CO<sub>2</sub>, dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Tha, dkk., 2013). Selain itu, dalam proses pendestruksi di tambah H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang berfungsi sebagai katalisator untuk mempercepat proses destruksi.

Destruksi basah tertutup dengan refluks merupakan metode dengan cara memasukkan sampel dalam labu alas bulat yang dilengkapi kondensor pendingin yang dialiri air. Prinsip penggunaan refluks adalah menguap pada saat suhu tinggi dengan menggunakan pelarut volatil sehingga membentuk embun pada kondensor. Kondensor di sambungkan dengan air yang berfungsi sebagai pendingin yang mengubah uap menjadi embun dan masuk kembali kedalam tabung. Sampel

didestruksi menggunakan larutan pendestruksi dengan temperatur 120<sup>0</sup>C. Selama 3-4 jam lalu di dinginkan dan di saring (Amaral, dkk. 2016).

Analisis yang di lakukan oleh Sulyaman, dkk. (2015) yaitu menganalisis kandungan logam berat dalam beberapa seral di Nigeria menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan refluks dan yang akhirnya di analisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Sampel yang di masukkan dala tabung refluks dengan mencampurkan HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, kemudian di refluks dalam heating mantle pada suhu 90<sup>0</sup>C - 100<sup>0</sup>C. Hasil destruksi kemudian di dinginkan dalam suhu ruang dan disaring.

Asam nitrat sering digunakan sebagai zat pendestruksi karena termasuk asam kuat. Penggunaan zat ini sebagai pendestruksi karena merupakan zat pendestruksi yang baik. Hasil penelitian Amaral, dkk. (2016) menunjukkan bahwa HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dapat menjadi larutan pendestruksi yang baik untuk analisis logam berat Hg pada ikan hiu. HNO<sub>3</sub> sering digunakan dalam pelarutan logam atau destruksi karena dapat melarutkan banyak logam kecuali Ga, Al, Cr, Th. Logam-logam tersebut sangat lambat larut dengan HNO<sub>3</sub>.

Larutan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) berfungsi untuk memutus ikatan senyawa kompleks organo logam, sedangkan penambahan asam peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) menjadikannya larutan yang tidak meninggalkan sisa padatan organik (Araujo, dkk., 2008). Penambahan asam peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dapat mengurangi kandungan karbon pada hasil destruksi dan juga berfungsi sebagai reagen pengoksidasi yang dapat menyempurnakan reaksi. Campuran asam peroksida digunakan sebagai katalis dan memaksimalkan proses destruksi selain asam nitrat (Araujo, dkk., 2008).

Penggunaan zat pengoksidasi campuran dianggap lebih efektif dari pada hanya menggunakan satu jenis zat pengoksidasi saja. Zat pengoksidasi campuran akan lebih mudah mengabsorpsi sampel serta memutus ikatan-ikatan senyawa organik yang terdapat dalam sampel. Zat campuran juga disebut sebagai campuran dua senyawa yang sesuai, dan lebih efektif jika digunakan untuk mendestruksi sampel organik (Eliyana, 2018).

#### **2.4 Spektroskopi Serapan Atom**

Spektroskopi Serapan Atom adalah suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam fase gas. Metode ini seringkali mengandalkan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom atom berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam dalam sampel (Amaral, 2016). Prinsip dasar Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merupakan metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik-teknik ini didasarkan pada emisi dan absorpsi dari uap atom. Komponen kunci pada metode SSA adalah sistem (alat) yang dipakai untuk menghasilkan uap atom dalam sampel (Khopkar, 2010).

Larutan sampel disemprotkan ke dalam nyala dengan menggunakan nebulizer. Nebulizer berfungsi untuk mengubah larutan menjadi butir-butir kabut aerosol kemudian partikel-partikel kabut aerosol akan masuk ke nyala bersama dengan aliran gas bakar yaitu asetilen dan udara dan senyawa dalam sampel akan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya. Kemudian terjadi eksitasi atom karena penyerapan energi radiasi dari lampu katoda berongga (Hollow Cathode Lamp). Kemudian radiasi dari lampu katoda akan dipisahkan berdasarkan panjang



Hubungan antara serapan atom dengan konsentrasi dapat dinyatakan dengan hukum *Lambert-Beer*, yaitu

$$I = I_0 - abc$$

$$\text{Log } I_0/I = abc$$

Dimana:  $I_0$  = Intensitas mula-mula

$I$  = Intensitas sinar yang ditransmisikan

$a$  = Intensitas molar

$b$  = Tinggi tungku pembakaran

$c$  = Konsentrasi atom

Hubungan antara serapan atom konsentrasi dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi melalui kurva kalibrasi yang dibuat dari larutan standar berdasarkan logam yang ditentukan (Amaral, 2016).

## **2.6 Gangguan-gangguan pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

Gangguan-gangguan (*interference*) pada SSA adalah peristiwa-peristiwa yang menyebabkan pembacaan absorbansi unsur yang dianalisis menjadi lebih kecil atau lebih besar dari nilai yang sesuai dengan konsentrasinya dalam sampel. Gangguan-gangguan yang dapat terjadi dalam SSA yaitu gangguan yang berasal dari matriks sampel yang mana dapat mempengaruhi banyaknya sampel yang mencapai nyala. Gangguan kimia yang dapat mempengaruhi jumlah atau banyaknya atom yang terjadi di dalam nyala. (Rohman, 2010). Terbentuknya atom-atom netral yang masih dalam keadaan azas di dalam nyala sering terganggu oleh

dua peristiwa kimia yaitu: disosiasi senyawa- senyawa yang tidak sempurna, dan ionisasi atom-atom di dalam nyala.

Gangguan oleh absorbansi yang disebabkan bukan oleh absorbansi atom yang dianalisis melainkan absorbansi oleh molekul-molekul yang tidak terdisosiasi di dalam nyala.

Adanya gangguan-gangguan di atas dapat diatasi dengan menggunakan cara sebagai berikut

- a. Penggunaan nyala atau suhu atomisasi yang lebih tinggi.
- b. Penambahan senyawa penyangga.
- c. Pengekstraksian unsur yang akan dianalisis
- d. Pengekstraksian ion atau gugus pengganggu

Gangguan oleh penyerapan non-atomik (*non atomic absorption*). Gangguan jenis ini berarti terjadinya penyerapan cahaya dari sumber sinar yang bukan berasal dari atom-atom yang akan dianalisis. Penyerapan non-atomik dapat disebabkan oleh adanya penyerapan cahaya oleh partikel-partikel padat yang berada dalam nyala. Cara mengatasi gangguan penyerapan non atomik ini adalah bekerja pada panjang gelombang yang lebih besar atau pada suhu yang lebih tinggi (Nur, 2018).

## 2.7 Uji One Way Anova

Analisis variasi atau *analysis of variance* (ANNOVA) merupakan metode analisis statistika yang termasuk kedalam cabang statistika inferensi. Uji dalam annova 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 annova merupakan solusi yang tepat untuk mengatasi permasalahan tersebut (Resti, 2016).

Annova satu arah (*one way annova*) digunakan apabila yang akan di analisis terdiri dari dua jenis variabel yang terikat dan bebas. Analisis menggunakan uji annova dapat disimpulkan dengan (Kartikasari, 2016) :

1. Apabila  $H_0$  ditolak dengan  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , 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 faktor- faktor yang membuat nilai % *recovery* lebih besar dari 100% antara lain tidak pastian . Penyebab ketidakpastian dalam penelitian kurva standar ini adalah adanya ketidak pastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan alat maupun dalam pembacaan skala. Selain itu faktor temperatur juga ikut berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan adanya ketidakpastian baku (Resti, 2016).

Menurut Kartika (2016), beberapa faktor yang mempengaruhi ketidaktepatan dan ketidaktelitian dalam pengukuran antara lain :

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.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini dilakukan pada bulan Agustus – Maret 2023 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

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

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian kali ini yaitu seperangkat alat instrument seperangkat alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merek *Varian Spectra AA 240*, seperangkat alat refluks, lemari asam, botol kaca, neraca analitik, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, pipet volume, pipet tetes, pipet ukur, *beaker glass*, bola hisap, mortar, alu, botol semprot, labu ukur, corong gelas, dan kertas saring *Whatman No.42*.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya 2 kemasan bekatul beras, 2 kemasan bekatul beras putih dan 2 kemasan bekatul beras hitam, larutan stok  $\text{Cd}(\text{NO}_3)$  1000 ppm (E- Merck),  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% (Smartlab),  $\text{HNO}_3$  65% p.a (E-Merck), Aquades.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah experimental laboratory yaitu analisis kadmium (Cd) dalam bekatul beras merah, putih dan beras hitam kemasan. Sampel

didestruksi menggunakan metode destruksi basah tertutup refluks, dengan variasi komposisi dan total volume zat pendestruksi. Selanjutnya kadar kadmium dianalisa menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

Preparasi sampel dilakukan dengan mengambil masing-masing sampel, diblender kemudian diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh, lalu disimpan di dalam desikator. Selanjutnya dibuat kurva standard kadmium (Cd) untuk menentukan zat dan total volume pendestruksi terbaik pada metode destruksi basah refluks, masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi ditambahkan HNO<sub>3</sub> 65% dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% sebanyak 20 mL sesuai Tabel 3.1 lalu dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Selanjutnya diletakkan dalam heating mantle lalu didestruksi selama 3 jam pada suhu 100<sup>0</sup>C. Selanjutnya komposisi terbaik yang didapatkan digunakan untuk mencari total volume terbaik dengan langkah yang sama seperti sebelumnya, dan menggunakan variasi total volume sesuai pada Tabel 3.2. Tahap selanjutnya adalah menentukan kadar logam berat kadmium (Cd) dalam sampel bekatul kemasan dengan menggunakan komposisi dan total volume zat pendestruksi terbaik yang sudah didapatkan menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 228,8 nm.

### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan Penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1) Pengambilan dan preparasi sampel
- 2) Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
- 3) Pembuatan kurva standard kadmium (Cd)

- 4) Penentuan oksidator terbaik menggunakan metode *refluks*
- 5) Penentuan kadar logam kadmium pada sampel bekatul kemasan
- 6) Analisis data

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel**

Penelitian dilakukan menggunakan sampel bekatul kemasan jenis beras merah, hitam dan beras putih. Sampel bekatul kemasan didapat dari pasar online (*e commerce*). Masing-masing sampel bekatul kemasan ditimbang 10 gram lalu dihaluskan dan diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh. Sampel kemudian disimpan didesikator agar terhindar dari kontaminasi udara (Kim dkk, 2018).

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

Seluruh larutan standard kadmium (Cd) dan sampel dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) varian spectra AA 240 pada panjang gelombang 228,8 nm, laju alir asetilen 2,5 L/menit, dan laju alir udara 10,0L/menit.

#### **3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Kadmium (Cd)**

Kurva standar kadmium (Cd) 10 mg/mL diperoleh dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku Cd 1000 mg/mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan HNO<sub>3</sub> 65% hingga tanda batas. Larutan standard kadmium (Cd) untuk kurva standard dibuat dengan cara memindahkan 0; 1; 2; 4; dan 6 mL larutan baku 10 mg/mL kedalam labu ukur 50 mL kemudian ditambahkan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas. Larutan ini mengandung konsentrasi kadmium (Cd) 0; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1,2 mg/mL. Semua larutan standar dianalisis dengan spektroskopi

serapan atom (SSA) pada kondisi optimum dan akan diperoleh data berupa absorbansi dari masing-masing konsentrasi (Rohman, 2017).

### 3.5.4 Penentuan Komposisi Larutan Pendestruksi Terbaik Menggunakan Refluks

**Tabel 3.1** Variasi Komposisi Larutan Pendestruksi

Sampel	Komposisi HNO <sub>3</sub> 65% dan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%
Sampel campuran	1:1 (sebanyak 20 mL)
	5:2 (sebanyak 20 mL)
	8:1(sebanyak 20 mL)

Sampel bekatul kemasan yang terdiri dari bekatul kemasan dari beras merah, hitam dan beras putih masing-masing diambil 1 gram dimasukkan ke dalam beaker glass. Sampel diambil 1 gram lalu ditambahkan dengan HNO<sub>3</sub> 65% dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% sebanyak sesuai Tabel 3.1.(Ghazanfarirad, dkk., (2014);Ahmed, dkk., (2015); dan Haque, dkk., (2021)). Sampel kemudian dipindahken ke labu alas bulat dan diletakkan di dalam heating mantle dan didestruksi dengan suhu 100°C selama 3 jam. Setelah proses destruksi selesai labu alas bulat dikeluarkan dan didinginkan pada suhu ruang, dan hasil destruksi disaring menggunakan kertas *Whattman* no. 41. Hasil penyaringan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya dilakukan analisis kadar logam berat kadmium (Cd) menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 228,8 nm (Kim dkk, 2016).Setelah diketahui kadar logam berat kadmium (Cd) yang terkandung dalam bekatul, dilakukan uji lanjut menggunakan uji varian *one way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi komposisi larutan pendestruksi, selanjutnya

dilakukan uji metode uji lainnya untuk mengetahui volume optimum zat pengoksidasi terbaik yang diperoleh dalam destruksi sampel.

### 3.5.5 Penentuan Volume Larutan Pendestruksi Terbaik Menggunakan Refluks

**Tabel 3.2** Variasi Volume Larutan Pendestruksi

Sampel	Variasi Volume HNO <sub>3</sub> 65% dan H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%
Sampel campuran	10 mL
	20 mL
	30 mL
	40 mL
	50 mL

Langkah kerja yang dilakukan yaitu, sampel bekatul kemasan yang terdiri dari bekatul kemasan beras merah, hitam, dan beras putih. Diletakkan masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi ke dalam beaker glass lalu ditambahkan dengan HNO<sub>3</sub> 65% dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% dengan komposisi terbaik yang didapatkan pada poin 3.5.4 dengan variasi volume sesuai Tabel 3.2. Kemudian dipindahkan ke dalam labu alas bulat lalu diletakkan di dalam heating mantle dan didestruksi selama 3 jam pada suhu 100°C. Setelah proses destruksi selesai, labu alas bulat dikeluarkan dan didinginkan pada suhu ruang kemudian disaring dengan kertas *Whattman* no. 41. Hasil penyaringan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL. Dilakukan tiga kali ulangan dan dilanjutkan analisis kadar logam berat kadmium (Cd) menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 228,8 nm (Kim dkk, 2016). Setelah diketahui kadar logam berat kadmium (Cd) yang terkandung dalam bekatul, dilakukan uji lanjut menggunakan uji varian *one way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi volume larutan

pendestruksi, selanjutnya dilakukan uji metode uji lainnya untuk mengetahui kadar cadmium yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.6 Penentuan Kadar Kadmium (Cd) Dalam Bekatul Kemasan

**Tabel 3.3** Hasil Analisis Kadar Logam Kadmium (Cd)

<b>Kadar Kadmium (Cd) (mg/kg)</b>			
Sampel	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Bekatul Beras Putih (1)	Bekatul Beras Putih (1)	Bekatul Beras Putih (1)	Bekatul Beras Putih (1)
Bekatul Beras Putih (2)	Bekatul Beras Putih (2)	Bekatul Beras Putih (2)	Bekatul Beras Putih (2)
Bekatul Beras Merah (1)	Bekatul Beras Merah (1)	Bekatul Beras Merah (1)	Bekatul Beras Merah (1)
Bekatul Beras Merah (2)	Bekatul Beras Merah (2)	Bekatul Beras Merah (2)	Bekatul Beras Merah (2)
Bekatul Beras Hitam (1)	Bekatul Beras Hitam (1)	Bekatul Beras Hitam (1)	Bekatul Beras Hitam (1)
Bekatul Beras Hitam (2)	Bekatul Beras Hitam (2)	Bekatul Beras Hitam (2)	Bekatul Beras Hitam (2)

Langkah kerja yang dilakukan yaitu, sampel bekatul kemasan yang terdiri dari bekatul kemasan beras merah, hitam, dan beras putih diletakkan masing-masing 1 gram sampel yang sudah dipreparasi ke dalam *beaker glass* lalu ditambahkan dengan  $\text{HNO}_3$  65% dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% dengan komposisi terbaik yang didapatkan pada poin 3.5.4 dengan variasi volume terbaik yang didapatkan pada poin 3.5.5. Kemudian dipindahkan ke dalam labu alas bulat lalu diletakkan di dalam *heating mantle* dan didestruksi selama 3 jam pada suhu 100 °C.. Setelah proses destruksi selesai, labu alas bulat dikeluarkan dan didinginkan pada suhu ruang kemudian disaring dengan kertas *Whattman* no. 41. Hasil penyaringan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL. Dilakukan tiga kali ulangan dan dilanjutkan analisis

kadar logam berat kadmium (Cd) menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 228,8 nm (Kim dkk, 2018).

### 3.5.7 Analisis Data

Berdasarkan hubungan konsentrasi dan absorbansi pada data kurva kalibrasi standar dapat diketahui nilai *slope* dan *Intersep*. Konsentrasi sampel ini dapat diketahui dengan cara memasukkan sampel dalam persamaan linier:

$$y = ax + b$$

Keterangan:

Y= absorbansi/luas daerah di bawah kurva

X= konsentrasi (ppm)

A= *intersep*/ titik potong pada sumbu Y

B= *slope*

Berdasarkan perhitungan regresi linear, dapat diketahui kadar logam berat kadmium (Cd) dengan menggunakan persamaan:

$$\text{kadar logam (mg/kg)} = \frac{b \times v}{w}$$

Keterangan:

B : kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

V : volume akhir

W : berat contoh (Kg)

Dari analisis menggunakan variasi komposisi zat pendestruksi dilakukan uji varian *one way annova*, yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi dan

volume zat pendestruksi terhadap kadar logam berat kadmium (Cd) dengan kesimpulan sebagai berikut:

1. Penentuan pengaruh komposisi dan volume larutan zat pengoksidasi terhadap 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 kadmium (Cd) dalam masing-masing bekatul kemasan. Larutan hasil destruksi dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) untuk mengetahui kadar kadmium yang terkandung dalam bekatul.

#### **4.1 Pembuatan Kurva Standar Kadmium (Cd)**

Kurva standar merupakan bagian terpenting dalam melakukan pengujian kadar suatu unsur dalam analisis kimia. Kurva standar dibuat dengan persamaan regresi linear yaitu  $y = ax + b$ , dimana  $y$  merupakan absorbansi sedangkan  $a$  dan  $b$  yaitu konstanta yang akan ditentukan oleh nilai slope. Perbandingan antara kurva absorbansi dengan larutan standar akan memperoleh kurva garis lurus. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar ( $x$ ) terhadap absorbansi ( $y$ ), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi linear tersebut.

#### **4.2 Penentuan Komposisi Zat Pendestruksi Terbaik**

Proses destruksi pada tahap ini menggunakan campuran larutan pengoksidasi dengan variasi  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (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. Hasil kadar logam kadmium tertinggi yang didapatkan dari variasi komposisi larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1),

Kadar kadmium tertinggi yang ditunjukkan oleh Tabel 4.1 bahwa

diperoleh hasil komposisi 8:1 sebesar  $1,74 \pm 0,09$  mg/kg lebih besar dari pada komposisi 5:2 dengan kadar kadmium yang di peroleh sebesar  $1,41 \pm 0,18$  mg/kg dan pada komposisi 1:1 hasil yang di peroleh paling kecil yaitu sebesar  $1,28 \pm 0,12$  mg/kg. Namun kadar tersebut tidak berbeda jauh maka dari itu di beri tanda a untuk komposisi 1:1 dan 5:2 sedangkan pada komposisi 8:1 berbeda jauh maka diberi tanda b. Hasil pengukuran kadar kadmium pada bekatul kemasan dengan variasi komposisi zat pengoksidasi ditunjukkan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Kadar kadmium pada bekatul kemasan dalam berbagai variasi komposisi zat pengoksidasi dengan *One Way Anova*

Keterangan: huruf yang berbeda menunjukkan nilai perbedaan yang signifikan dengan tingkatkesalahan 0,050

Hasil dari uji statistik menggunakan *one way anova* (ANOVA) dengan tingkat kepercayaan hasil uji 95% yang merujuk pada Lampiran L.5.1 menunjukkan nilai signifikasi sebesar 0,018. Dimana hasil signifikasi  $t < 0,05$  yang artinya terdapat pengaruh yang signifikan antara komposisi pelarut terhadap kadar kadmium yang diperoleh dari destruksi refluk menggunakan SSA. Hasil eksperimen kadar logam kadmium (Cd) tertinggi didapatkan dari  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1). Maka, komposisi tersebut akan digunakan dalam proses optimasi selanjutnya yaitu penentuan volume optimum zat pendestruksi.

### 4.3 Penentuan Volume Zat Pendestruksi Terbaik

Pada proses destruksi ini, digunakan komposisi  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (8:1) sesuai dengan hasil optimasi sebelumnya. Adapun variasi volume larutan pendestruksi yang digunakan yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 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. Hasil pengukuran kadar kadmium pada bekatul kemasan dengan variasi volume zat pengoksidasi ditunjukkan pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2** Kadar kadmium pada bekatul kemasan dalam berbagai variasi volume zat pengoksidasi dengan *One Way Anova*

Berdasarkan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa hasil kadar kadmium pada bekatul campuran dengan variasi volume 10; 20; 30; 40; 50 mL mengalami peningkatan. Dan pada volume 50 mL tidak berbeda jauh dengan hasil volume 40 mL. Dapat dilihat dari Tabel 4.2 di atas terdapat penamaan kadar dengan simbol “a”, “b”, dan “c”, dimana pada kadar volume 10, 20, dan 30 mL tidak ada pengaruh yang signifikan. Untuk volume 40 mL sebenarnya sudah optimum dengan kadar sebesar  $2,41 \pm 0,11$  mg/kg. Namun dicari untuk 50 mL ternyata hasil tidak jauh dari yang optimum di peroleh pada volume 40 mL maka dari itu di beri simbol “d” dengan kadar sebesar  $4,90 \pm 0,45$  mg/kg.

Hasil dari uji statistik menggunakan *one way anova* (ANOVA) dengan tingkat kepercayaan hasil uji 95% yang merujuk pada Lampiran L.5.1 menunjukkan nilai signifikansi sebesar 0,00. Dimana hasil signifikansi  $t < 0,05$  yang artinya terdapat pengaruh yang signifikan antara volume pelarut terhadap kadar kadmium yang diperoleh dari destruksi refluk menggunakan SSA. Hasil eksperimen kadar logam kadmium (Cd) tertinggi didapatkan dari variasi volume  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  50 mL. Maka volume tersebut akan digunakan dalam proses optimasi selanjutnya yaitu penentuan kadar kadmium dalam bekatul.

#### **4.4 Penentuan Kadar Kadmium (Cd) dalam Bekatul**

Proses penentuan kadar kadmium dalam masing-masing bekatul

menggunakan metode destruksi basah (refluks) pada suhu 100°C selama 3 jam dengan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  (5:2) sebanyak 50 mL. Sampel yang akan dianalisis berjumlah enam. Pada Gambar 4.2 menunjukkan seluruh hasil kadar kadmium yang terdeteksi melebihi batas aman yang ditetapkan BPOM.

**Gambar 4.2** Grafik kadar kadmium (Cd) dalam masing-masing bekatul

Kadar kadmium yang di dapatkan menunjukkan Bekatul Hitam 2 yang memiliki kadar terbesar yaitu 4,09 mg/kg. Dan kadar kadmium yang terkecil terdapat pada Bekatul Putih 1 sebesar 3,82 mg/kg. Menurut peraturan Direktorat jendral pengawas obat dan makanan No.12 tahun 2014 tentang persyaratan mutu batas maksimum dari cemaran logam berat untuk (Cd)  $\leq 0,3$  mg/Kg (BPOM, 2014). Maka jika dilihat dari hasil rata-rata analisis menggunakan SSA untuk logam Cd melebihi ambang batas yang ditetapkan oleh BPOM kadmium pada sampel dapat dilihat dalam Table 4.3

Berdasarkan Tabel 4.3 simbol yang sama pada Bekatul Putih 1, Bekatul Putih 2, Bekatul Hitam 1, Bekatul Hitam 2, Bekatul Merah 1, dan Bekatul Merah 2 yaitu “a” yang mana tidak ada perbedaan yang jauh antara besar kadar satu sama lain . namun pada sampel Bekatul Putih 2 dan Bekatul Hitam 2 terdapat simbol “b” dimana kadar kadmium yang di peroleh lebih besar dan tidak ada perbedaan yang jauh antara besar kadar Bekatul Putih 2 dan Bekatul Hitam 2.

**Tabel 4.3** Kadar kadmium pada bekatul kemasan dalam berbagai variasi Jenis bekatul dengan *One Way Anova*

Keterangan: huruf yang berbeda menunjukkan nilai perbedaan yang signifikan dengan tingkatkesalahan 0,050

Hasil dari uji statistik menggunakan *one way anova* (ANOVA) dengan tingkat kepercayaan hasil uji 95% yang merujuk pada Lampiran L.5.1 menunjukkan nilai signifikansi sebesar 0,000. Dimana hasil signifikansi  $t < 0,05$  yang artinya terdapat pengaruh yang signifikan antara sampel terhadap kadar kadmium yang di peroleh dari destruksi refluk menggunakan SSA.

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. Bekatul merupakan salah satu makanan yang Allah rezekikan kepada manusia, tetapi tidak semua bekatul yang terdapat di bumi kita 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. Segala sesuatu yang mendatangkan mudharat untuk diri perlu dihindari dengan senantiasa berpikir dengan akalnya untuk mensyukuri nikmat Allah, contohnya dengan cara memilih produk yang telah teregistrasi halal. 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. 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 cadmium (Cd) yang melebihi kadar maksimum yang ditetapkan oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan merupakan salah satu jenis makanan yang tidak termasuk halal dan thayyib. Seperti dijelaskan pada surat An-Nahl ayat 114

إِنَّ اللَّهَ يَأْمُرُ بِالْعَدْلِ وَالْإِحْسَانِ وَإِيتَاءِ ذِي الْقُرْبَىٰ وَيَنْهَىٰ عَنِ الْفَحْشَاءِ وَالْمُنْكَرِ  
وَالْبَغْيِ ۗ يَعِظُكُمْ لَعَلَّكُمْ تَذَكَّرُونَ

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:114).

Berdasarkan tafsir al-Misbah ayat tersebut memberikan perintah kepada orang mukmin untuk bersyukur kepada Allah terhadap nikmat yang telah diberikan dengan memakan atau menggunakan sesuatu yang halal dan juga thayyib. Bukan hanya sekedar halal atau thayyib, melainkan keduanya harus terpenuhi (Nuraini, 2018). Allah mengganti nikmat tersebut dengan keburukan terhadap orang-orang yang mengingkari nikmat Allah. Seperti halnya cemaran logam cadmium (Cd) pada bekatul dapat menjadikan bekatul yang semula thayyib menjadi tidak baik karena adanya cemaran yang berasal dari bahan maupun kontaminasi alat saat produksi dan seiring berjalannya waktu akan menimbulkan akumulasi pada tubuh sehingga tubuh dapat mengalami keracunan, seperti gangguan peredaran darah, pusing, gangguan sistem reproduksi dan gangguan pencernaan (Widowati, dkk. 2008).

Seperti dijelaskan pada surat Ali-Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ۚ ۱۹۰ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا  
وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۚ ۱۹۱

Artinya :*"Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang yang berakal." : (Yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka."*

Menurut Shihab (2002) dalam Tafsir Al-Mishbah menjelaskan bahwa dalam ayat ini Allah memerintahkan hamba-Nya untuk berfikir. Dia mengarahkan agar hamba-Nya menggunakan pikirannya dan memperhatikan pergantian antara siang dan malam semuanya dipenuhi dengan tanda-tanda kebesaran Allah. Manusia sebagai makhluk hidup yang diberi kelebihan akal diperintahkan oleh Allah untuk senantiasa berfikir, menganalisis dan menafsirkan sepanjang waktu bahwa Allah SWT menciptakan alam semesta dan segala isinya tidak ada yang sia-sia. Akal bebas berpikir seluas-luasnya untuk memikirkan kejadian alam, namun terbatas dalam memikirkan dzat Allah Swt. Salah satu implementasi dari seorang ulul albab yaitu melakukan penelitian.

Manusia sebagai makhluk yang berakal tidak hanya diperintahkan untuk beriman saja, namun juga untuk berilmu. Menuntut ilmu dalam islam tidak hanya belajar tentang ilmu agama seperti tauhid, fikih, dan sebagainya, tetapi juga mempelajari ilmu-ilmu lain seperti ilmu sosial, sains, kedokteran dan ilmu lain yang bermanfaat bagi kemaslahatan umat manusia. Melakukan sebuah riset merupakan salah satu cara kita mendapatkan ilmu. Sebagai contohnya adalah dengan melakukan analisis kadar kadmium pada kemasan bekatul. 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 kadmium (Cd) dalam bekatul kemasan, yang secara umum bekatul tersebut dikonsumsi masyarakat sebagai sereal diet, dan digunakan sebagai bahan tambahan pangan.

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 di dalamnya. Selain itu, dapat dilakukan pengolahan terhadap bekatul agar kandungan logamnya turun, seperti menjadikannya minyak bekatul atau diolah dalam sebuah makanan bahan pangan lainnya.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

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

1. Variasi komposisi pendestruksi terbaik untuk analisis kadar logam kadmium (Cd) dalam bekatul kemasan adalah komposisi larutan  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (8:1).
2. Variasi volume terbaik untuk analisis kadar logam kadmium (Cd) dalam bekatul kemasan adalah dengan variasi volume 50 mL.
3. Kadar logam Kadmium (Cd) dalam bekatul menggunakan destruksi basah tertutup(refluks) pada masing-masing sampel dengan merek Bekatul Putih 1, Bekatul Putih 2, Bekatul Hitam 1, Bekatul Hitam 2, Bekatul Merah 1, dan Bekatul Merah 2 sebesar  $3,82 \pm 0,21$ ;  $4,83 \pm 0,16$ ;  $4,09 \pm 0,16$ ;  $4,23 \pm 0,18$ ;  $4,07 \pm 0,25$ ; dan  $4,90 \pm 0,45$  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 uji lanjutan dengan menggunakan metode destruksi menggunakan *microwave* karena adanya penggunaan energi gelombang mikro selain panas dan penambahan asam kuat sehingga hasil destruksi menjadi lebih baik.
2. Pengolahan bekatul untuk mengurangi kadar kadmium sebelum dikonsumsi

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, B. 2017. Peningkatan Kadar Antosianin Beras Merah dan Beras Hitam Melalui Biofortifikasi. *Jurnal Litbang Pertanian* . Vol 36. No 2.1-91.
- Al-Anshori, J. 2005. *Spektroskopi Serapan Atom. Materi Ajar disajikan dalam Pelatihan Instrumentasi Analisa Kimia* Universitas Padjadjaran. Desember.
- Alloway, B.J. 1990. *Heavy Metals in Soil*. Jhon Willey and Sons Inc, New York.
- Amaral, C. D. B; Fialho, L. L; Camargo, F.P. R; Pirola, C dan Nóbrega, J. A. 2016. *Investigation of Analyte Losses Using Microwave-Assisted Sample Digestion and Closed Vessels with Venting*. *Talanta*. 354– 59.
- Apriyantono, A.; D. Fardiaz; N.L. Puspitasari; Sedarnawati dan S. Budiyanto. (1989). *Analisis Pangan*. IPB Press. Bogor.
- Araujo, R. G. O; Macedo, S. M; Korn, M. G. A; Pimentel, M. F; Bruns, R. E. dan Ferreira, S. L. C. 2016. *Mineral Composition of Wheat Flour Consumed in Brazilian Cities*. *J. Braz. Chem. Soc.* Volume 19. Nomer 5: 935–42.
- Budijanto S., Sukarno, dan Kusbiantoro B. 2010. *Inaktivasi Enzim Lipase untuk Stabilisasi Bekatul (Maksimum FFA 5%) 4 Varietas Padi sebagai Bahan Ingredien Pangan Fungsional yang dapat disimpan 6 Bulan*. Laporan Hasil Penelitian KKP3T, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- (BPOM RI) Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2014. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 12 Tahun 2014 *Tentang Persyaratan Mutu Obat Tradisional*. Jakarta: BP POM.
- Departemen Agama RI. 2009. Al-Qur'an dan Terjemahnya. Jakarta: PT. Syigma. Exemedia Arkanleema. Departemen Pendidikan Nasional.
- Eliyana, L. (2018). *Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Buah Pare (Momordica charantia L) dengan menggunakan variasi komposisi zat pengoksidasi secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)* (Doctoral dissertation, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim).
- Faroon, O., Ashizawa D.V.M.A., Wright S., Tucker P., Jenkins, K. 2012. *Toxicological Profile for Cadmium*, U.S. Department of Health and Human Services Public Health Service Agency for Toxic Substances and Disease Registry.

- Ghazanfarirad., & Chen, T. 2014. *SPE Speciation Of Inorganic Arsenic In Rice Followed By Hydride-Generation Atomic Fluorescence Spectrometric Quantification*. *Talanta*, 119, 202–206.
- Haque, Md. Anwarul, 2021. *Detection and Quantification of Heavy Metals and Toxins in Rice Bran Related Products*. *Journal Of Biological Science*, vol. 7, pp. 1-2.
- Harsanti, ES., Andreas,W. 2018. Konsentrasi Kadmium (Cd) dalam Gabah Padi dan Tanah Sawah Tadah Hujan Akibat Pemberian Pupuk Secara Rutin. *Jurnal Ecolab*. Vol 12. No 1:1-52.
- Hasanah, F. 2018. *Analisis Kadar Logam Kadmium (Cd) dan Timbal (Pb) dalam Akar Ginseng Jawa dengan Variasi Rasio Zat Pengoksidasi Campuran HNO<sub>3</sub> - HCl dan Sediaan Sampel*. Skripsi UIN Malang. 1-124.
- Hayati, N. 2013. *Analisis Merkuri dalam Sediaan Krim “A” dan “B” (Tidak Terdaftar) yang di Beli Melalui Internet (Secara Online)*. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Universitas Surabaya*, vol. 2, no. 2, pp 1-12.
- Hernawan, E., Vita, M. 2016. Analisis Karakteristik Fisikokimia Beras Putih, Beras Merah, dan Beras Putih (*Oryza Sativa L.* , *Oryza Nivara* Dan *Oryza Sativa L, Indica*). *Jurnal Kesehatan Bakti Tunas Husada* . Vol 15. No 1: 1-13.
- Indrasari, Siti Dewi., Wibowo, Prihadi., Purwani, EY. 2010. *Evaluasi Mutu Fisik, Mutu Giling, dan Kandungan Antosianin Kultivar Beras Merah*. *Jurnal penelitian pertanian tanaman pangan*. Vol 29. No 1. 1-7.
- Indriyani, F. Nurhidajah., dan Suyanto, A. 2013. *Karakteristik Fisik, Kimia dan Sifat Organoleptik Tepung Beras Merah Berdasarkan Variasi Lama Pengeringan*. *Jurnal Pangan dan Gizi*. 04 (08) :27-34.
- Kartikasari, M. 2016. *Analisis Logam Timbal (Pb) pada Buah Apel (Pylus Malus L.) dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Lee, M., Park S.K., Hub,H., Lee,S. 2011. *Cadmium Exposure And Cardiovascular Disease In The 2005 Korea National Health And Nutrition Examination Survey*. *Environ Res.*:111(1): 1171–176.

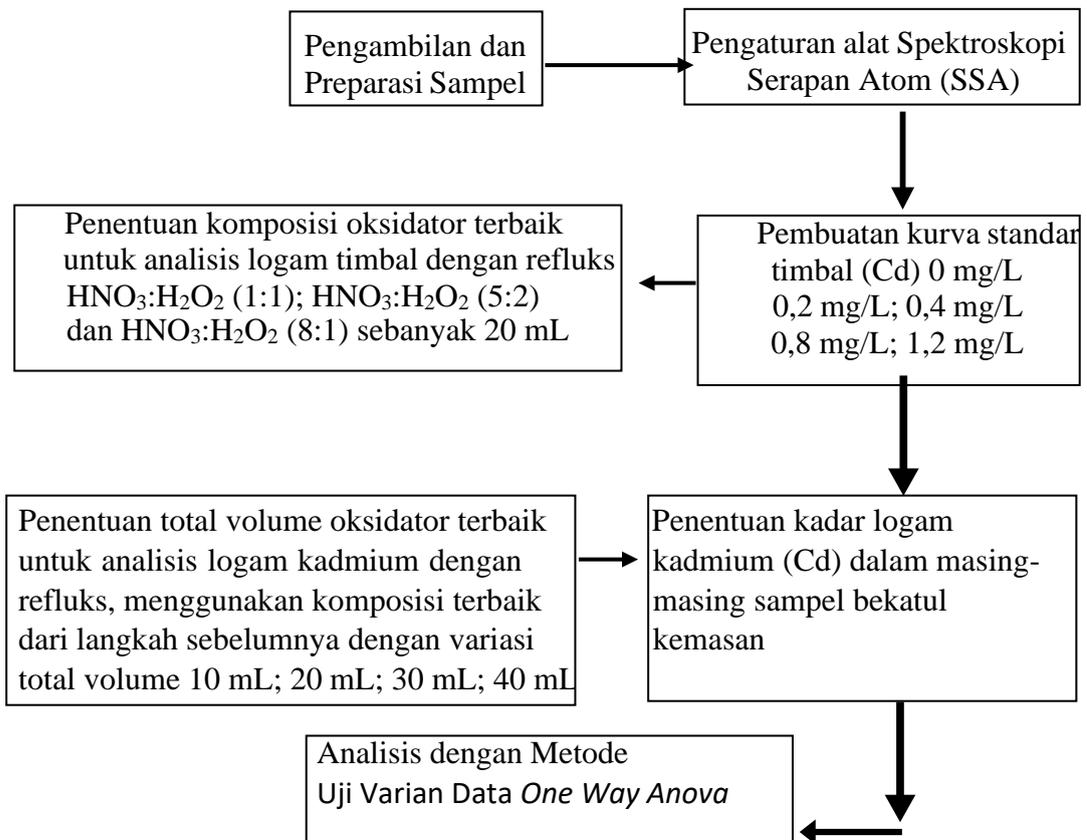
- Fitrianah, L., & Purnama, A. R. (2021). Pola sebaran spasial logam berat kadmium di sungai kawasan industri Berbek Kabupaten Sidoarjo. *Journal of Research and Technology*, 7(1), 41-50.
- Luthfianto, D., Noviyanti, R. D., & Kurniawati, I. 2017. *Karakterisasi Kandungan Zat Gizi Bekatul pada Berbagai Varietas Beras di Surakarta. Jurnal Kesehatan*,2(1),376.
- Maghrabi, I. A. 2014. Determination of Some Mineral and Heavy Metals in Saudi Arabia Popular Herbal Drugs Using Modern Techniques. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, Vol. 8(39): 1000-1005
- Milala, I.V.B.R. 2011. Penetapan Kadar Mg, Fe, Pb, dan Cd dalam Abu Letusan Gunung Sinabung Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Skripsi. Medan: Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara.
- Mustofa, M Hidayatul. 2017. *Penentuan Kadar Logam Kadmium (Cd) dalam Jamu Pegal Linu Menggunakan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom*. Skripsi. 1-103.
- Navas-Acien A., Tellez-Plaza,M., Guallar,E., Muntner, P., Silbergeld E., Jaar, B., Weaver,V. 2009. Blood Cadmium and Lead and Chronic Kidney Disease in US Adults: A Joint Analysis. *American Journal of Epidemiology*. 170(9)
- Nuraini. 2018. *Halalan Thayyiban Alternatif Qurani untuk Hidup Sehat*. Al-Mu'ashirah. Vol.15 No.1.
- Nuryani. 2013. *Potensi Substitusi Beras Putih dengan Beras Merah Sebagai Makanan Pokok untuk Perlindungan Diabetes Melitus*. Media Gizi Masyarakat Indonesia. Vol. 3. No. 3. 157-168.
- Pranata, FS., Cotitama, Claudia., Swasti, YR. 2021. Manfaat Bekatul Beras Putih dan Angkak Dalam Pembuatan Cookies dan Roti. *Muhammadiyah Journal of Nutrition and Food Science*. Vol. 2. No. 1. e-issn: 2722–2942
- Puspitarini, Riza., Rahayuni, Arintina. 2012. Kandungan Serat, Lemak, Sifat Fisik, dan Tingkat Penerimaan Es Krim dengan Penambahan Berbagai Jenis Bekatul Beras dan Ketan. *Journal of nutrition college*. Vol 1. No 1. 1-9.
- Resti, Anisa. 2016. *Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) pada Daun Bayam (Amaranthus Spp.) Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)*. Skripsi UIN Malang. 1-108.

- Setyorini. 2003. *Kadar Logam Berat dalam Pupuk*. Prosiding Seminar Nasional Peningkatan Kualitas Lingkungan dan Produk Pertanian. Puslitbang Tanah dan Agroklimat. Bogor.
- Siddique, N. A dan M, Mujeeb. 2013. Determination of Heavy Metal in Medicinal Plants by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). *International Journal of Phytotherapy Research*. ISSN 2278-5701.
- Shihab, M.Quraish. 2000. *Tafsir Al Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Q. (2002). *Tafsir Al-Mishbah* (Vol. 13). Tangerang. Lentera Hati. <http://journal.um-surabaya.ac.id/index.php/JKM/article/view/2203>
- Sukarjo, W. Purbalisa, Handayani C.O., Harsanti E.S.. 2018. 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 G.G. Gumilar. 2010. Pengkayaan Asam Lemak Tak Jenuh pada Bekatul dengan Cara Fermentasi Padat Menggunakan *Aspergillus Terreus*. *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*. Vol.1, No.1, 66-72.
- Suliantini, NWS; Gusti R. Sadimantara; Teguh Wijayanto; dan Muhidin. 2011. *Pengujian Kadar Antosianin Padi Gogo Beras Merah Hasil Koleksi Plasma Nutfah Sulawesi Tenggara*. *Crop Agro* Vol.4 No.2.
- Suriani. 2016. *Analisis Kandungan Logam Berat Timbal (Pb), Kadmium (Cd) dan Seng (Zn) Pada Tanah Sawah Kelurahan Paccinong Kecamatan Sumbaopu Gowa*. Skripsi. Uin Alauddin.
- Sutrisno, Budiyo. 2004. Pengaruh Pencemaran Kadmium pada Air Sumur untuk Minum dan Memasak Terhadap Kesehatan Wanita Di Desa Bambe Kecamatan Driyorejo, Gresik. *J. Kesehat Lingkung Indonesia*. 3(1).
- Sutrisno, Kuntastyuti H., 2015. *Pengelolaan Cemarann Kadmium pada Lahan Pertanian di Indonesia*. *Buletin Palawija*. 13(1).
- Sylvia, D. (2019). Analisis Sifat Fisik, dan Kimia pada Tanaman Padi (*Oriza Sativa* L.) yang Terdapat di Daerah Industri Modern Cikande. *Jurnal Farmamedika (Pharmamedika Journal)*, 4(2), 48-53.
- Thahir R. 2010. *Revitalisasi Penggilingan Padi Melalui Inovasi Pendukung Swasembada Beras dan Persaingan Global*. *Buletin Pengembangan Inovasi Pertanian*. Vol. 3(3): 171–183.

- Tuarita, M. Z., Sadek, N. F., Sukarno., Yuliana, N. d., dan Budijanto, S. 2016. *Pengembangan Bekatul sebagai Pangan Fungsional: Peluang, Hambatan, dan Tantangan. Southeast Asian Food and Agricultural Science and Technology (SEAFAST) Center.*
- Ubay, bey. 2011. *Ekstraksi Padat-Cair*. [www.ekstraksi-padat-cair.html](http://www.ekstraksi-padat-cair.html).
- Widowati, H. 2008. *Plin*. El Hayah 1 (4): 167-173.
- Wulandari, A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma Cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. Volume 2. Nomer 2.
- Yudo S. 2006. *Kondisi Pencemaran Logam Berat di Perairan Sungai DKI Jakarta*. JAI. 2(1):1-13.

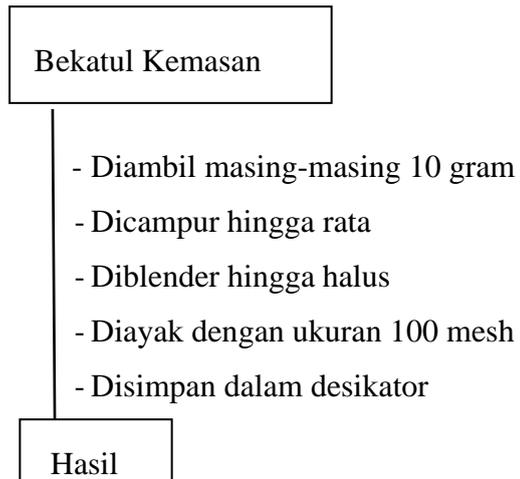
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian



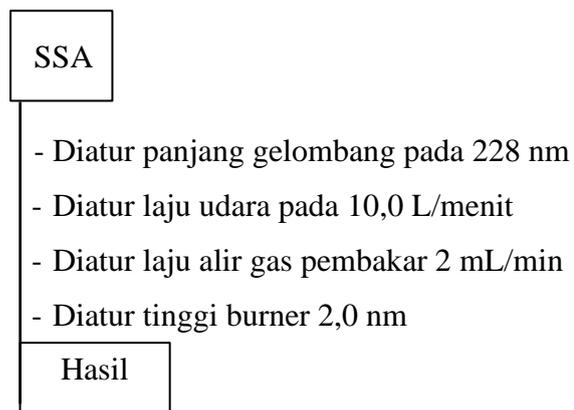
## Lampiran 2. Diagram Alir

### 2.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel Bekatul



Nb: Bekatul kemas terdiri dari beras hitam, putih dan merah

### 2.2 Pengaturan SSA Untuk Cd



### 2.3 Pembuatan Kurva Standar Cd

Larutan stok kadmium 1000 ppm

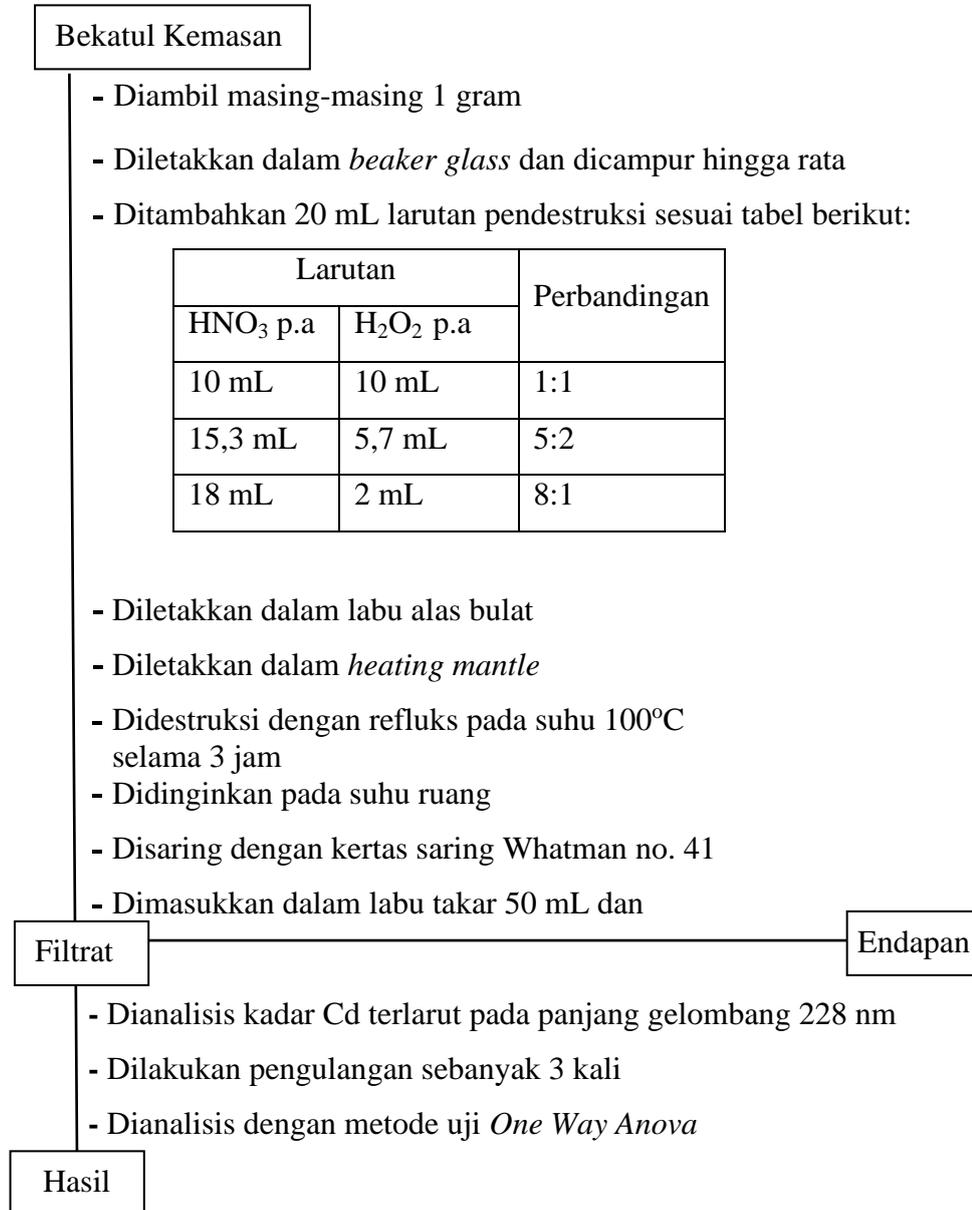
- Dipipet 1 ml larutan Cd 1000 ppm
- Dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan ditandabatas dengan HNO<sub>3</sub> 65%

Larutan standar Cd 10 ppm

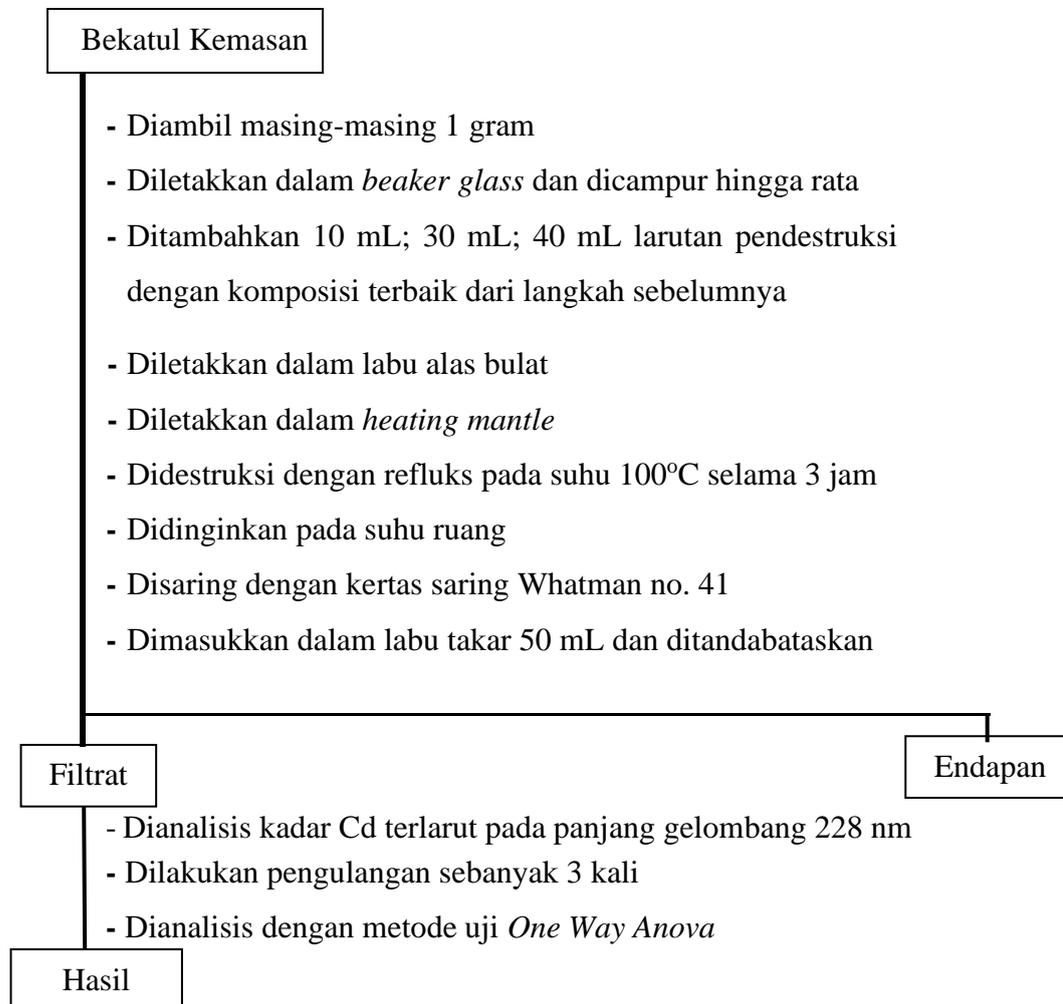
- Dipipet masing-masing 0; 1; 2; 4; 6 mL larutan standar 10 ppm kedalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 65% sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar Cd 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2 ppm
- Diukur dengan SSA pada panjang gelombang 228 nm

Hasil

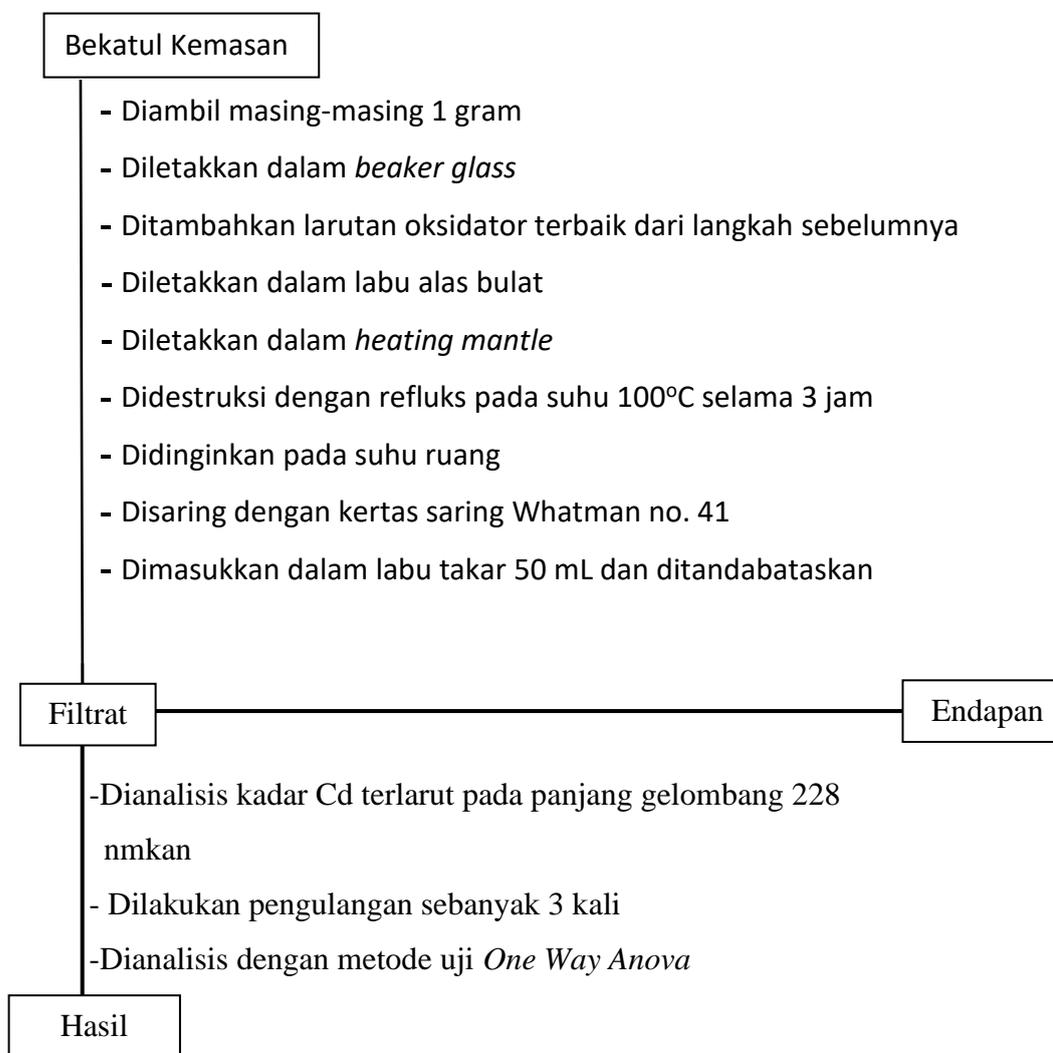
## 2.4 Penentuan Komposisi Oksidator Terbaik Menggunakan Refluks



## 2.5 Penentuan Total Volume Terbaik Menggunakan Refluks



## 2.6 Penentuan Kadar Kadmium dalam Bekatul Kemasan



### Lampiran 3. Perhitungan

#### 3.1 Kurva Standar Cd

##### 1. Pembuatan Kurva Standar Cd

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

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

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

$$\text{Berat} = \frac{\text{Mr Cd}(\text{NO}_3)_2 \times 1000 \text{ mg}}{\text{Ar Cd}}$$

$$= \frac{\text{mol} \times 1000 \text{ mg}}{236,4208 \text{ g} \times 1000 \text{ mg}} = 112 \text{ mol}$$

$$= 2.110,9 \text{ mg}$$

$$= 2,1109 \text{ g}$$

Jadi, 2,1109 gram  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  dilarutkan dalam 1000 mL larutan aquadest dan menjadi larutan baku Cd 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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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%

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### 3.3 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

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

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

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

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

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

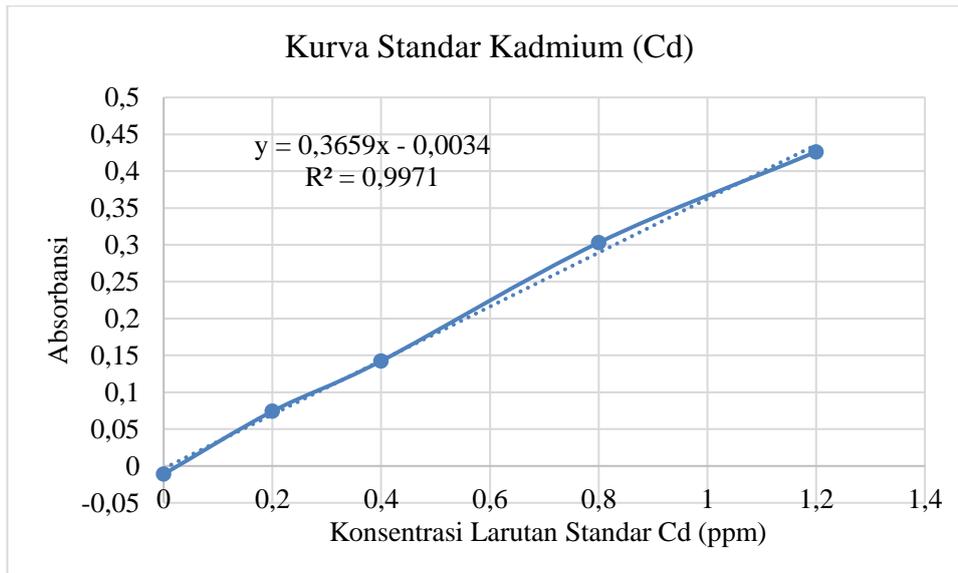
$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 1 \text{ M}}{14,34 \text{ M}}$$

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

## Lampiran 4. Data Hasil Instrumen

### L.4.1 Pengukuran Kurva Standar

Standar Cd (ppm)	Absorbansi
0	-0,0111
0,2	0,0742
0,4	0,1424
0,8	0,3030
1,2	0,4262



### L.4.2 Perhitungan Kadar Kadmium pada Penentuan Komposisi Terbaik Zat Pengoksidasi

Komposisi Zat Pengoksidasi (20mL) HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Absorbansi Ulangan				Kadar Cd Instrumen Ulangan			
	1	2	3	rata"	1	2	3	rata"
01:01	0,0194	0,0185	0,0225	0,020133	0,062312	0,059852	0,070784	0,064316
05:02	0,0232	0,0253	0,0187	0,0224	0,072697	0,078437	0,060399	0,070511
08:01	0,0287	0,0301	0,0265	0,028433	0,087729	0,091555	0,081716	0,087000

Persamaan:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,3659x - 0,0034$$

Rumus:

$$\text{Kadar Cd Instrumen (B)} = (y - b) / 0,3659 = (0,0194 - 0,0034) / 0,3659 = 0,062312107$$

Kadar Cd Sebenarnya Ulangan			
u1	u2	u3	rata"
1,246242	1,197048	1,415687	1,286326
1,453949	1,568735	1,20798	1,410221
1,754578	1,831101	1,634326	1,740002

Kadar Cd sebenarnya (C) = (B x fp) / W

Contoh kadar sebenarnya Cd 01:01(C) : (0,062312 x 0,02) / 0.0001 = 1,24624

#### L.4.3 Perhitungan Kadar Kadmium pada Penentuan Volume Terbaik Zat Pengoksidasi

Volume Pengoksidasi (mL) HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Absorbansi Ulangan				Kadar Cd Instrument Ulangan			
	1	2	3	rata"	u1	u2	u3	rata"
10	0,0139	0,0112	0,0155	0,013533	0,047281	0,039902	0,051653	0,046279
20	0,0204	0,022	0,0237	0,022033	0,065045	0,069418	0,074064	0,069509
30	0,0201	0,0169	0,0174	0,018133	0,064225	0,05548	0,056846	0,05885
40	0,0186	0,0159	0,0215	0,018667	0,060126	0,052747	0,068051	0,060308
50	0,0174	0,0159	0,0174	0,0169	0,056846	0,052747	0,056846	0,05548

Persamaan:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,3659x - 0,0034$$

Rumus:

$$\text{Kadar Cd instrumen (B)} = (y - b) / a$$

Contoh Kadar Cd instrumen 10 mL: (0,0139 - 0,0034) / 0,3659 = 0,047281

Volume Pengoksidasi (mL) HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Kadar Cd Sebenarnya Ulangan			
	u1	u2	u3	rata"
10	0,472807	0,399016	0,516535	0,462786
20	1,300902	1,388357	1,481279	1,390179
30	1,926756	1,664389	1,705384	1,76551
40	2,907898	2,689259	2,722055	2,773071
50	2,842307	2,637333	2,842307	2,773982

Kadar Cd sebenarnya (C) = (B x fp) / W

Contoh Kadar Cd sebenarnya 10 mL: (0,0139 x 0,01) / 0.0001 = 0,472807

#### L.4.4 Perhitungan Kadar Kadmium pada Sampel Bekatul Kemasan

Sampel 50 mL(8:1) HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Absorbansi Ulangan				Kadar Cd Instrumen Ulangan		
	1	2	3	rata"	u1	u2	u3
Bekatul Putih jenis 1	0,0236	0,0238	0,0264	0,0246	0,073791	0,074337	0,081443
Bekatul Putih jenis 2	0,0326	0,0306	0,0327	0,031967	0,098388	0,092922	0,098661
Bekatul Hitam jenis 1	0,0265	0,0244	0,0287	0,026533	0,081716	0,075977	0,081807
Bekatul Hitam jenis 2	0,0261	0,0287	0,028	0,0276	0,080623	0,087729	0,085816
Bekatul Merah jenis 1	0,0255	0,0252	0,0285	0,0264	0,078983	0,078163	0,087182
Bekatul Merah jenis 2	0,0355	0,0331	0,0289	0,0325	0,106313	0,099754	0,088275

Persamaan:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,3659x - 0,0034$$

Rumus:

$$\text{Kadar Cd instrumen (B)} = (y - b) / a$$

$$\text{Contoh kadar instrumen bekatul putih 1 : } (0,0236+0,0034)/0,3659=0,07379$$

Sampel 50 mL (8:1) HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Kadar Cd Sebenarnya Ulangan			
	u1	u2	u3	rata"
Bekatul Putih 1	3,689533	3,716863	4,072151	3,826182
Bekatul Putih 2	4,919377	4,646078	4,933042	4,832832
Bekatul Hitam 1	4,085816	3,798852	4,090371	4,090371
Bekatul Hitam 2	4,031156	4,386444	4,29079	4,23613
Bekatul Merah1	3,949166	3,908172	4,359115	4,072151
Bekatul Merah 2	5,31566	4,987702	4,413774	4,905712

$$\text{Kadar Cd sebenarnya (C)} = (B \times fp) / W$$

$$\text{Contoh Kadar Cd sebenarnya Bekatul Putih jenis 1: } (0,073791 \times 0,05) / 0,0001 = 3,689533$$

## LAMPIRAN 5. Data Hasil Analisis SPSS

### 5.1 Hasil One Way Anova pada Penentuan Komposisi Terbaik Zat Pengoksidasi

#### Test of Homogeneity of Variances

kadar CD

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
.867	2	6	.467

#### Descriptives

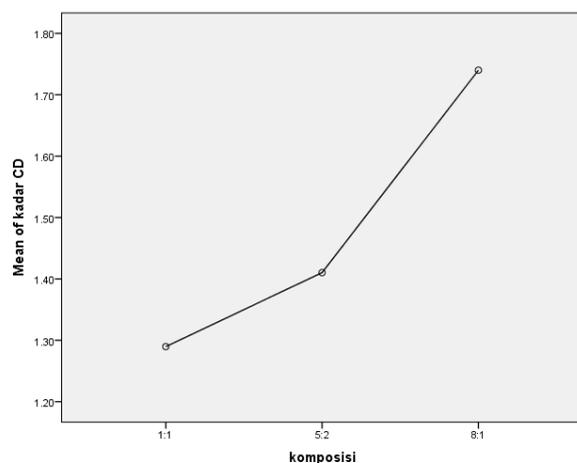
kadar CD

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
					1:1	3		
5:2	3	1.4102	.18431	.10641	.9524	1.8681	1.21	1.57
8:1	3	1.7400	.09919	.05727	1.4936	1.9864	1.63	1.83
Total	9	1.4800	.23523	.07841	1.2991	1.6608	1.20	1.83

#### ANOVA

kadar CD

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.326	2	.163	8.391	.018
Within Groups	.117	6	.019		
Total	.443	8			



kadar CD

Tukey B

komposisi	N	Subset for alpha = 0.05	
		1	2
1:1	3	1.2897	
5:2	3	1.4102	
8:1	3		1.7400

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

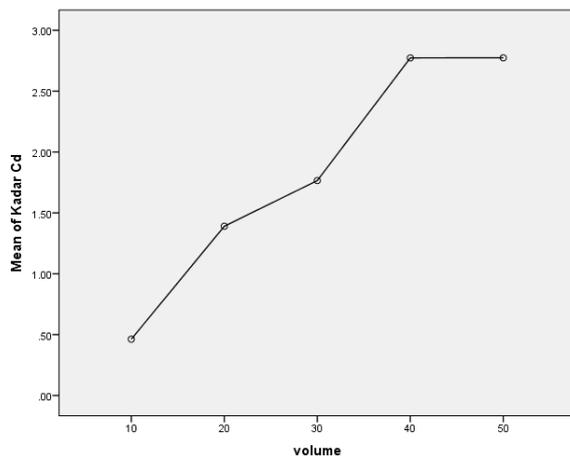
a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

5.2 Hasil One Way Anova pada Penentuan Volume Terbaik Zat Pengoksidasi

Descriptives

Kadar Cd

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
					10	3		
20	3	1.3902	.09020	.05208	1.1661	1.6143	1.30	1.48
30	3	1.7655	.14114	.08149	1.4149	2.1161	1.66	1.93
40	3	2.7731	.11791	.06808	2.4802	3.0660	2.69	2.91
50	3	2.7740	.11834	.06832	2.4800	3.0680	2.64	2.84
Total	15	1.8331	.91265	.23564	1.3277	2.3385	.40	2.91



ANOVA

Kadar Cd

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.

Between Groups	11.542	4	2.885	242.509	.000
Within Groups	.119	10	.012		
Total	11.661	14			

## Test of Homogeneity of Variances

Kadar Cd

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.099	4	10	.409

Kadar Cd

Tukey B

volume	N	Subset for alpha = 0.05			
		1	2	3	4
10	3	.4628			
20	3		1.3902		
30	3			1.7655	
40	3				2.7731
50	3				2.7740

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

### 5.3 Hasil One Way Anova pada Penentuan Volume Terbaik Zat Pengoksidasi

## Descriptives

kadar sampel

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
					BP1	3		
BP2	3	4.8328	.16188	.09346	4.4307	5.2350	4.65	4.93
BH1	3	3.9917	.16701	.09642	3.5768	4.4066	3.80	4.09
BH2	3	4.2361	.18384	.10614	3.7794	4.6928	4.03	4.39
BM1	3	4.0694	.25143	.14516	3.4448	4.6940	3.91	4.36
BM2	3	4.9057	.45650	.26356	3.7717	6.0397	4.41	5.32
Total	18	4.3103	.47842	.11276	4.0724	4.5482	3.69	5.32

## kadar sampel

## Tukey B

variasi sampel	N	Subset for alpha = 0.05	
		1	2
BP1	3	3.8262	
BH1	3	3.9917	
BM1	3	4.0694	
BH2	3	4.2361	
BP2	3		4.8328
BM2	3		4.9057

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

## Test of Homogeneity of Variances

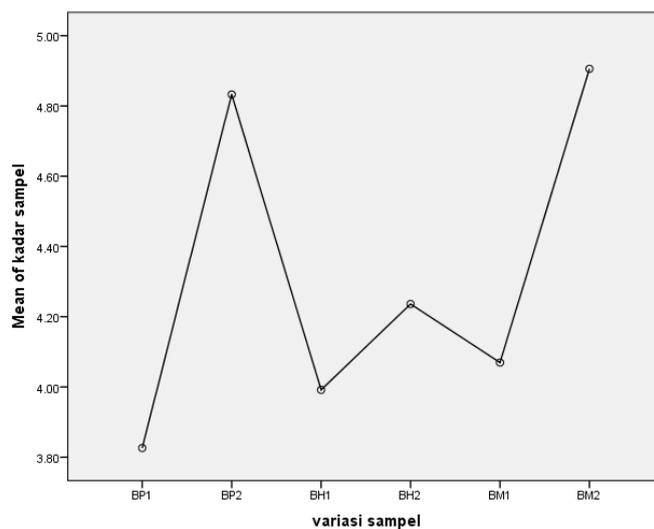
## kadar sampel

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.509	5	12	.259

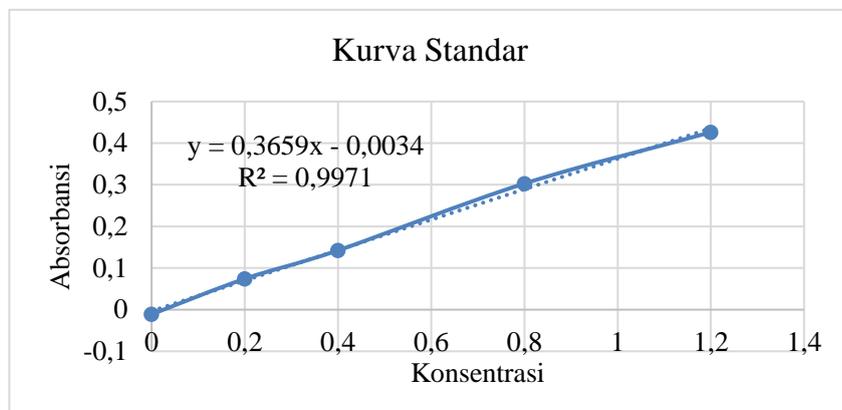
## ANOVA

## kadar sampel

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	3.081	5	.616	9.127	.001
Within Groups	.810	12	.068		
Total	3.891	17			



## Lampiran 6. Kurva Standar



sampel	konsentrasi	y	y'	(y-y')	(y-y') <sup>2</sup>
blanko	0	-0,0111	-0,0034	-0,0077	0,00005929
standar 1	0,2	0,0742	0,06978	0,00442	1,95364E-05
standar 2	0,4	0,1424	0,14296	-0,00056	3,136E-07
standar 3	0,8	0,303	0,28932	0,01368	0,000187142
standar 4	1,2	0,4262	0,43568	-0,00948	8,98704E-05
				jumlah	0,000356153
				SD X/Y	0,0298392778
				LOD	0,2446510888
				LOQ	0,816997242

LOD = limit deteksi (parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat atau instrumen)

LOQ = limit kuantitas (konsentrasi terendah dari analit yang masih dapat ditentukan dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi)

$$\begin{aligned}
 \text{a. } SD_{x/y} &= \sqrt{\sum ((y - \hat{y})^2) : (n-1)} \\
 &= \sqrt{(0,000356153) : (5-1)} \\
 &= 0,0298392778
 \end{aligned}$$

b.  $LOD = 3 \times SD \text{ x/y slope}$   $3 \times 0,0298392778 \text{ ppm}$   
 $= 0,0895178334 \text{ ppm}$   $0,3659$   
 $= 0,2446510888 \text{ ppm}$

c.  $LOQ = 10 \times SD \text{ x/y slope}$   
 $= 10 \times 0,0298392778 \text{ ppm} / 0,3659$   
 $= 0,816997242 \text{ ppm}$

**Lampiran 7. Dokumentasi Perlakuan****(Sampel Bekatul)****( Preparasi Sampel )****( Penimbangan Sampel )****(Sampel Campuran)****(Refluk)****(Hasil Refluk)****(Penyaringan)****(Sampel yang di SSA)**

