

Validation of the Analytical Method for Cadmium (Cd) in Rice (*Oryza Sativa*) using the SNI 6989-84:2019

Fariz Surya Jaya, Agung Tri Prasetya

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Diterima : 10-02-2025

Disetujui : 19-05-2025

Dipublikasikan : 29-08-2025

Keywords:

Validasi

Kadmium

Beras (*Oryza Sativa*)

Abstrak

Kadmium (Cd) merupakan salah satu jenis logam berat. Beras dengan kadar Kadmium yang tinggi membuat beras tersebut tidak aman untuk dikonsumsi. Pengujian kadar Kadmium pada beras dengan uji validasi menggunakan metode SNI 6989-84:2019. Tujuan penelitian yaitu melakukan uji validasi dan mengetahui kandungan Kadmium pada beras (*Oryza Sativa*). Metode penelitian menggunakan serangkaian pengujian kurva kalibrasi, LoD dan LoQ, nilai MDL, presisi, dan akurasi. Alat yang digunakan adalah Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Hasil uji validasi yaitu nilai korelasi sudah memenuhi persyaratan dengan nilai $>0,995$, uji LoD 0,0835 dan LoQ 0,835 memenuhi persyaratan hasil dan tidak melebihi 1 ppm, nilai *recovery* dari MDL sendiri sebesar 97,36%, presisi dengan $\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$ dengan nilai secara berurutan $17,20\% < 18,94\%$ telah memenuhi syarat, dan akurasi 103,20%. Hasil penelitian sudah memenuhi persyaratan keberterimaan SNI 6989-84:2019. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dapat diterapkan dalam pengujian sampel beras. Hasil dari ketiga sampel beras yang diuji dengan pengulangan 2 kali mendapatkan rata-rata ppm Cd sebesar 0,022 ppm.

Abstract

Cadmium (Cd) is classified as a heavy metal. Rice containing high levels of cadmium is considered unsafe for human consumption. This study aims to validate and determine the cadmium content in rice (*Oryza sativa*) using the SNI 6989-84:2019 method. The research methodology involved a series of validation tests, including calibration curve analysis, determination of the limit of detection (LoD) and limit of quantification (LoQ), method detection limit (MDL), precision, and accuracy. The analysis was conducted using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). The validation results indicated that the correlation coefficient met the standard requirement with a value greater than 0.995. The LoD and LoQ values were determined to be 0.0835 and 0.835, respectively, both within the permissible threshold of less than 1 ppm. The recovery rate from the MDL was 97.36%. Precision analysis yielded a $\%RSD$ of 17.20%, which met the requirement of being below 2/3 of the CVHorwitz value (18.94%). The accuracy was determined to be 103.20%. These results comply with the acceptance criteria outlined in SNI 6989-84:2019. Based on these findings, Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) is demonstrated to be a suitable method for analyzing cadmium content in rice samples. The result of the average tested with 3 repetitions obtained a Cd ppm value of 0,022 ppm.

PENDAHULUAN

Penggunaan bahan kimia dalam budidaya pertanian untuk meningkatkan mutu beras. Beberapa jenis pupuk kimia mengandung logam berat seperti Kadmium (Widhaningtyas, 2022). Penggunaan pupuk kimia secara berlebihan terutama fosfat dan buangan industri menyebabkan peningkatan konsentrasi Kadmium di tanah. Kadmium dalam tanah dapat terserap oleh tanaman yang tumbuh di area tersebut. Kadar Kadmium yang tinggi dapat menyebabkan pencemaran tanah, pencemaran air, dan berdampak buruk bagi makhluk hidup (Qina *et al.*, 2021). Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa penumpukan fosfat meningkatkan kadar Cd tanah sebesar 0,3 hingga 1,2 g Cd/ha dalam setahun. Penggunaan pupuk fosfat lain mengandung 174 ppm Cd memberikan 100 g Cd/ha/tahun (Pakpahan *et al.*, 2019).

Secara antropogenik, logam berat muncul akibat aktivitas pertambangan, proses industri, penggunaan agrokimia, irigasi dengan air limbah, serta aktivitas di area perkotaan (Lanzerstorfer & Logiewa, 2019). Logam berat kadmium (Cd) menghambat proses pertumbuhan dan perkembangan tumbuhan. Kadmium memicu gejala-gejala serius seperti klorosis, pertumbuhan yang terhambat, pengeringan, dan pencoklatan pada ujung akar, bahkan kematian bila terpapar pada kadar kadmium yang tinggi. Kadmium mengganggu efisiensi penggunaan oksigen dalam rantai transpor elektron, menyebabkan ketidakseimbangan redoks seluler, dan mengganggu transpor ion sehingga berujung pada fitotoksitas, yaitu kerusakan fisiologis pada tumbuhan (Deng *et al.*, 2020; Genchi *et al.*, 2020).

Pengukuran kadar Kadmium teruntuk produk hasil panen petani seperti beras dapat menggunakan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) sebagai instrumen analisis. Proses ini mencakup validasi metode yang telah ditetapkan untuk memastikan akurasi dan konsistensi hasil analisis, merujuk pada SNI 6989-84:2019 yang berjudul “Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)” (BSN, 2019). Penggunaan SNI edisi 2019 merupakan standar terbaru dan tidak umum digunakan dalam analisis sampel padat. Penelitian berupa validasi untuk memastikan bahwa SNI 6989-84:2019 dapat diterapkan pada sampel beras dan untuk mengetahui kadar Kadmium dalam beras.

METODE

Penelitian menggunakan metode penelitian eksperimen. Penelitian eksperimen merupakan penelitian yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh perlakuan terhadap subjek yang diteliti (Asrin, 2022). Desain penelitian yaitu penelitian kuantitatif yang merupakan proses untuk menemukan pengetahuan melalui data numerik untuk keperluan kuantifikasi (pengukuran). Penggunaan beras (*Oryza Sativa L*) sebagai sampel dari penelitian yang dilakukan dan digunakan *simple random sampling* sebagai metode pengambilan sampel. Variabel kontrol penelitian yaitu kondisi instrument AAS, beras, cara deduksi, dan logam Kadmium. Variabel terikat penelitian yaitu kadar Kadmium, linieritas, LoD, LoQ, presisi, dan akurasi.

Alat yang digunakan yaitu Spektrofotometer Serapan atom (SSA) model Perkin Elmer Analyst 400. Pengumpulan data dari mengubah fase sampel padat ke fase cair. Analisis Kadmium pada sampel air dan limbah berdasarkan SNI 6989.84-2019. Metode validasi untuk keabsahan data meliputi linieritas, Limit Deteksi (LoD), Limit kuantitasi (LoQ), Presisi, dan Akurasi. Teknik analisis data dengan perhitungan, pengendalian mutu, dan kontrol akurasi. Berdasarkan simpangan baku dan slope dari kurva kalibrasi dari banyak deret linier (ISO, 1997):

$$LoD = \frac{3,3 \times SD_i}{\bar{X}}$$

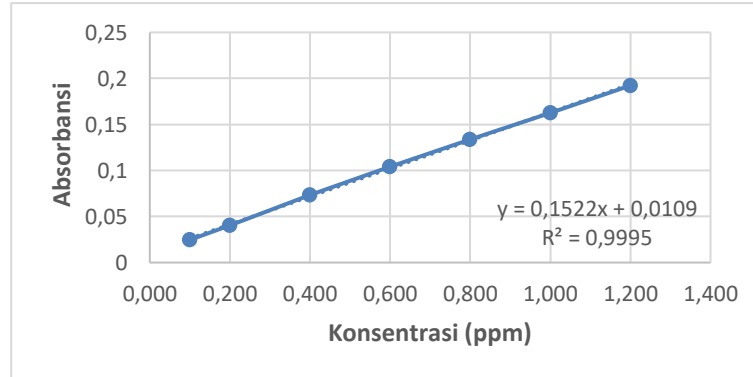
dengan SD_i adalah standar deviasi *intercept* dan $\bar{X}$ adalah rata-rata Slope. Penentuan nilai LoQ didasarkan pada perbandingan hubungan antara IDL:LoD:MDL:LoQ secara berurutan 1:2:4:10.

Metode bagian akurasi digunakan metode *recovery*, yaitu ketepatan hasil analisis didasarkan pada penambahan jumlah Cd pada nilai yang didapatkan dari analisa MDL. Penambahan Cd dalam *recovery* dilakukan pada sampel beras sebelum didestruksi. Presisi dilakukan dengan cara replikabilitas, di mana nilai Cd yang terkandung pada beras dianalisis sebanyak 3 sampel dengan metode duplo. Ketepatan nilai dari replikabilitas ditunjukkan dari rumus Horwitz.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penelitian didapatkan data absorbansi dan jumlah berat logam Cd dalam sampel beras menggunakan SNI 6989.84:2019 untuk diuji validasi metode analisis terhadap sampel padatan berupa beras (*Oryza Sativa L.*).

Pengujian kurva kalibrasi larutan standar Kadmium (Cd) digunakan panjang gelombang 228,8 nm dan 7 titik konsentrasi dengan rentang 0,1 – 1,2 mg/L; sebagai deret linier dengan pengulangan 9 kali dan didapatkan hasil pada Gambar 1. Nilai $R^2 > 0,9995$ dengan slope sebesar 0,1522 dan *intercept* sebesar 0,0109.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi

Uji linieritas digunakan untuk mengetahui kemampuan suatu metode analisis dalam memperoleh suatu hasil yang sesuai terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Penelitian oleh Harmono (2020) dijelaskan bahwa metode analisis dinyatakan linier jika korelasi koefisien $\geq 0,995$ sesuai dengan ISO/IEC 17025-2017 sehingga syarat dapat diterima untuk validasi di laboratorium. Nilai koefisien korelasi penelitian didapatkan $> 0,995$ yang termasuk nilai dengan korelasi yang baik dan sesuai. Alat yang telah terkalibrasi dapat digunakan dan memiliki respon yang baik terhadap sampel yang digunakan. Alat kalibrasi dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel padatan berupa beras (*Oryza Sativa L.*).

LoD adalah metode untuk mengukur kemampuan minimal suatu metode analisis untuk mendeteksi analit pada konsentrasi sangat rendah (Sumarno & Kusumaningtyas, 2018). Nilai LoD sebesar 0,0835 mg/L dari alat AAS menunjukkan bahwa kadar terkecil yang dapat ditunjukkan dari analit yang masih terdeteksi dari alat dan dapat dipercaya. Kadar Kadmium dalam sampel beras dapat diartikan sebagai sinyal alat terhadap analit apabila kadar Kadmium lebih besar dari limit deteksi yaitu 0,0835 mg/L. Jika hasil kurang dari nilai LoD, sinyal yang ditangkap alat merupakan gangguan atau *noise* dan tidak dapat dipercaya dikarenakan akurasi yang rendah.

LoQ adalah tingkat konsentrasi terendah dari suatu zat yang masih dapat diukur dengan tingkat ketepatan dan keakuratan yang memenuhi standar yang telah ditetapkan. Pada implementasinya, nilai LoQ didasarkan pada perbandingan hubungan antara IDL:LoD:MDL:LoQ secara berurutan 1:2:4:10 untuk menentukan nilai LoQ dan didapatkan nilai LoQ sebesar 0,835 mg/L dengan memenuhi persyaratan tertentu. LoD dan LoQ pada instrumen didapatkan dari kurva kalibrasi (ISO, 1997) berfungsi menilai kemampuan alat dalam mendeteksi analit. Jika nilai LoD dan LoQ di bawah 1 ppm, alat tersebut dianggap efektif dalam memberikan hasil analisis yang akurat. Keduanya saling terkait dalam mengevaluasi kinerja alat melalui kurva kalibrasi.

MDL adalah ukuran sensitivitas dan sekaligus batasan dari laboratorium dalam mendeteksi konsentrasi sangat rendah dari suatu zat dalam sampel secara konsisten (Hindarwati *et al.*, 2023). Nilai MDL sendiri harus mencukupi beberapa persyaratan tertentu seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai MDL

Kriteria keberterimaan	MDL < Spiked	S/N < 10	Spiked < 10*MDL	Recovery
Nilai	0,15212	6,57384	1,52118	97,36
Simpulan	DITERIMA	DITERIMA	DITERIMA	DITERIMA

Nilai MDL untuk *spiked* terendah didapatkan 0,15212 mg/L dan *spiked* terbesar sebesar 1,52118 mg/L dari nilai maksimal $10 \times \text{MDL}$ sehingga simpulan yang didapat adalah data diterima. Nilai *signal* dan *noise* yang peneliti dapatkan sebesar 6,57384 dan kurang dari 10 sehingga S/N simpulan yang didapat adalah diterima, nilai *recovery* dari MDL sendiri sebesar 97,36%.

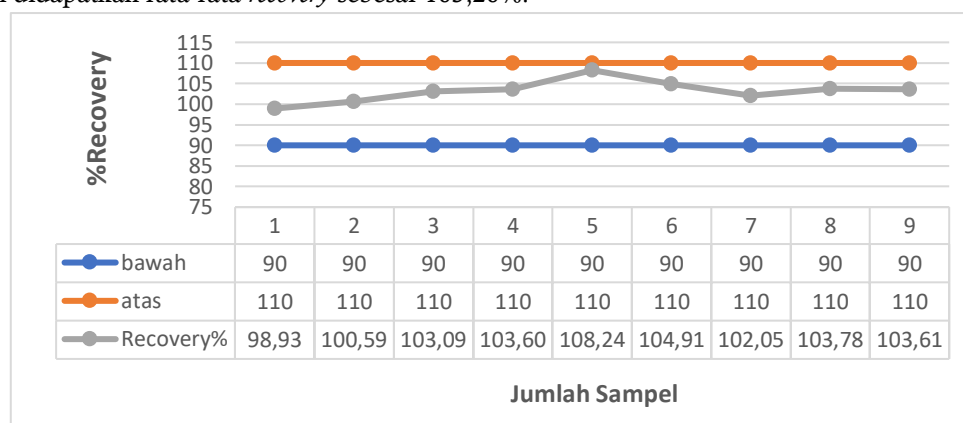
Presisi merujuk pada seberapa dekat hasil dari serangkaian pengukuran terhadap satu sama lain ketika pengukuran dilakukan dalam kondisi yang konsisten (Ulfiati *et al.*, 2017). Hasil yang didapatkan dengan menggunakan metode repeatabilitas oleh pelaksana, alat, sampel, dan laboratorium yang sama untuk memverifikasi hasil aslinya. Tiga sampel diuji pada kurva kalibrasi dengan pengulangan 2 kali didapatkan jumlah Kadmium dalam beras sebesar 0,022 ppm Cd.

Tabel 2. %RSD pada uji presisi

Replikasi	Hasil Uji (ppm)	Rata-rata	SD	%RSD	CVHortwitz	Syarat CVhorwitz $2/3 \times \text{CVHortwitz}$	RSD < $2/3 \text{CVhortwitz}$
1	0,02580						
2	0,01938	0,022	0,0037	17,20%	28,42	18,94%	17,42 < 18,9
3	0,01938						

Penelitian oleh Harmono (2020) dalam analisis logam berat dalam air permukaan dijelaskan bahwa presisi perlu dilaksanakan untuk mengetahui respon terhadap suatu analit bersifat tetap atau dalam pengulangan dari waktu ke waktu. Penelitian oleh Pratiwiningsih (2022) dalam uji kandungan logam berat Kadmium pada beras di daerah Maos dengan hasil yang menyatakan jika melebihi syarat %RSD, sampel tidak memenuhi kriteria penerimaan. Semakin kecil simpangan relatif oleh suatu metode, maka validitas metode semakin terjamin. Presisi mempengaruhi kestabilan suatu sampel yang diuji dengan suatu metode. Spektrofotometer serapan atom yang digunakan menjadi salah satu faktor ketidakstabilan suatu instrumen. Presisi penelitian yang dilakukan termasuk baik karena memenuhi syarat penerimaan %RSD pada Tabel 2.

Akurasi mencerminkan sejauh mana hasil analisis dari suatu metode menggambarkan konsentrasi sebenarnya dari analit yang diukur (Ulfiati *et al.*, 2017). Uji *recovery* (uji temu balik) adalah prosedur untuk membandingkan hasil analisis dari suatu metode baru dengan metode referensi yang terbukti akurat. Dalam uji ini digunakan kurva kalibrasi baru, dilakukan tiga kali pengukuran pada setiap tiga tingkat konsentrasi yang berbeda dengan total jumlah sembilan kali pengukuran, mencakup rentang yang ditentukan oleh ICH (2005) dan didapatkan rata-rata *recovery* sebesar 103,20%.



Gambar 2. %Recovery (Replikabilitas dalam akurasi)

Akurasi adalah ketepatan metode analisis yang menunjukkan seberapa dekat nilai terukur dengan nilai sebenarnya, serta mengukur jumlah analit yang berhasil dipulihkan setelah pengukuran. Metode ini digunakan untuk mengevaluasi kehilangan logam berat selama proses penguraian. Uji akurasi dianggap berhasil jika persentase pemulihan memenuhi syarat keberterimaan pada Gambar 2. Penelitian sebelumnya oleh Ratnawati *et al.* (2019) dalam validasi metode pengujian logam berat dengan destruksi basah menggunakan FAAS telah membuktikan penggunaan metode akurasi sebagai salah satu uji yang baik dengan presentase *recovery* terpenuhi sehingga data penelitian dapat diterima.

Penelitian konsentrasi logam Kadmium dalam beras perlu dilakukan. Hal ini ditentukan sebagai acuan bahwa sampel yang diteliti dan dianalisis dalam penelitian ini sesuai dengan Badan Standar Nasional Indonesia (SNI 7387). Kandungan Kadmium pada beras mempengaruhi kualitas beras tersebut. Kandungan Kadmium dapat berasal dari dalam tanah, kondisi pH tanah, dan penggunaan pupuk organik atau anorganik. Beras yang aman dikonsumsi adalah beras yang tidak memiliki kandungan logam berat yang tinggi. Perlu upaya untuk mengurangi kandungan logam berat pada beras dikarenakan beras masih menjadi makanan pokok bangsa Indonesia (Agustin *et al.*, 2025).

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Uji yang digunakan yaitu uji linieritas, uji LoD dan LoQ, uji presisi, dan uji akurasi dengan hasil data validasi pada Tabel 3. Setiap alat yang digunakan harus terkalibrasi sebelum melakukan pengujian sampel. Kalibrasi alat untuk mencegah terjadinya kesalahan atau *error* dalam pembacaan data hasil. Hal ini berlaku untuk semua alat yang digunakan dalam penelitian. Berbagai uji analisis dalam penelitian ini digunakan supaya kevalidan suatu metode dapat diterima dengan akurat.

Tabel 3. Data Validasi

Parameter	Hasil	Syarat	Kesimpulan
Linieritas (r^2)	0,9995	Hasil $\geq 0,9950$	Diterima
LoD	0,0835 mg/L	1,000 mg/L	Diterima
LoQ	0,835 mg/L	2,000 mg/L	Diterima
Presisi	%RSD: 17,20%	%RSD $< 2/3CV_{Horwitz}$	Diterima
	2/3CV _{Horwitz} : 18,94%	17,20% $< 18,94\%$	
Akurasi	103,20%	90% $< Hasil < 110\%$	Diterima

SIMPULAN

Validasi Kadmium dalam beras (sampel padat) menggunakan SNI 6989-84:2019 (Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)) telah memenuhi persyaratan uji analisis keberterimaan SNI 6989-84:2019. Nilai koefisien korelasi penelitian didapatkan 0,9995 yang termasuk nilai dengan korelasi yang baik dan sesuai. Nilai LoD sebesar 0,0835 mg/L dan nilai LoQ sebesar 0,835 mg/L. Uji presisi mendapatkan nilai secara berurutan 17,20% $< 18,94\%$ telah memenuhi syarat, dan akurasi dengan rata-rata *recovery* 103,20%. Hasil tingkat cemaran Kadmium dalam beras sebesar 0,022 ppm Cd yang menunjukkan kualitas sampel beras masih aman untuk dikonsumsi. Penelitian dapat dikembangkan dengan menguji sampel lain dengan uji analisis validasi yang sama. Hasil pengukuran harus lebih tinggi dari nilai LoD untuk mendapatkan ketelitian yang tinggi. Penambahan spike konsentrasi Cd yang diketahui pada beras sebelum didestruksi untuk menemukan nilai %*Recovery*. Kondisi instrumen harus sama atau tetap untuk semua pengambilan data.

REFERENSI

- Agustin, Y. S., Putri, L., Syahrani, W., Taqwim, H. A., Arlysia, V., Herbowo, C. F., & Maret, U. S. (2025). *Kandungan Kadmium (Cd) pada Jenis Beras C4 Super, C4 Raja*, 26(2024), 59–67.
- Asrin. (2022). Metode Penelitian Eksperimen. *Maqasiduna: Journal of Education, Humanities, and Social Sciences*, 2(01), 21–29. <https://doi.org/10.59174/mqs.v2i01.24>
- BSN. (2019). SNI 6989-84:2019. *Standar Nasional Indonesia*.
- Deng, X., Chen, Y., Yang, Y., Lu, L., Yuan, X., Zeng, H., & Zeng, Q. (2020). Cadmium accumulation in rice (*Oryza sativa* L.) alleviated by basal alkaline fertilizers followed by topdressing of manganese fertilizer. *Environmental Pollution*, 262, 114289. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114289>
- Genchi, G., Sinicropi, M. S., Lauria, G., Carocci, A., & Catalano, A. (2020). The Effects of Cadmium Toxicity. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(11), 1–24.

<https://doi.org/10.3390/ijerph17113782>

- Harmono, H. D. (2020). Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarutn pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer. *Indonesian Journal of Laboratory*, 2(3), 11. <https://doi.org/10.22146/ijl.v2i3.57047>
- Hindarwati, Y., Soeprbowati, T. R., Izzati, M., & Hadiyanto, H. (2023). Kontaminan Logam Berat (Pb, Cd, dan Cu) pada Tanah dari Pemupukan Berbasis Jerami Padi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 21(1), 8–14. <https://doi.org/10.14710/jil.21.1.8-14>
- ICH. (2005). *VALIDATION OF ANALYTICAL PROCEDURES: TEXT AND METHODOLOGY Q2(R1)*. 1994(November 1996).
- ISO. (1997). *Capability of Detection; Report No. ISO 11843-1*; (Vol. 2021).
- Lanzerstorfer, C., & Logiewa, A. (2019). The upper size limit of the dust samples in road dust heavy metal studies: Benefits of a combined sieving and air classification sample preparation procedure. *Environmental Pollution*, 245, 1079–1085. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.10.131>
- Pakpahan, I., Guchi, H., & Jamilah. (2019). Pemetaan Kandungan P-Tersedia, P-Total dan Logam Berat Kadmium pada Lahan Sawah di Desa Pematang Nibung Kecamatan Medang Deras Kabupaten Batu Bara. *Jurnal Agroekoteknologi FP USU*, 7(2), 448–457. <https://jurnal.usu.ac.id/agroekoteknologi>
- Pratiwiningsih, R. E., Ramadhan, M. F., & Sari, W. Y. (2022). Uji Kandungan Logam Berat kadmium (Cd) Pada Beras di Daerah Maos dengan Metode Spektrofotometri serapan atom (SSA). *Serulingmas Health Journal (SHJ)*, 2(1), 39–48.
- Qina, H., Yinliang, W., & Guosheng, S. (2021). Root Aeration Promotes Cadmium Accumulation in Rice by Regulating Iron Uptake-Associated System. *Rice Science*, 28(5), 511–520. <https://doi.org/10.1016/j.rsci.2021.07.011>
- Ratnawati, N. A., Prasetya, A., & Rahayu, E. F. (2019). Indonesian Journal of Chemical Science Validasi Metode Pengujian Logam Berat Timbal (Pb) dengan Destruksi Basah Menggunakan FAAS dalam Sedimen Sungai Banjir Kanal Barat Semarang. *J. Chem. Sci*, 8(1), 60–69. <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Sumarno, D., & KusumaNingtyas, D. I. (2018). Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi untuk Analisis Logam Timbal (Pb) dalam Air Tawar Menggunakan Alat Spektrofotometer Serapan Atom. *Buletin Teknik Litkayasa*, 16, 7–11.
- Ulfiati, R., Purnami, R., & Karina, R. M. (2017). Faktor yang Mempengaruhi Presisi dan Akurasi Data Hasil Uji dalam Menentukan Kompetensi Laboratorium (The Factor that Affect the Precision and Accuracy of Test Result Data within Determine the Laboratory Competency Level). *Lembaran Publikasi Minyak Dan Gas Bumi*, 51(1), 49–63. <http://www.journal.lemigas.esdm.go.id>