

VALIDASI METODE ANALISIS LOGAM BERAT Pb, Cu, DAN Zn DALAM SAUS TOMAT X dari PASAR TRADISIONAL L di KOTA BLITAR dengan ICPS

Stevanie Sondakh

stevaniesondakh@yahoo.com

Abstrak -Pada jaman modern ini, saus tomat banyak dikonsumsi sebagai pelengkap saat mengkonsumsi makanan lainnya seperti ayam goreng, bakso, kentang goreng dan banyak makanan lainnya. Dalam saus tomat dikhawatirkan terdapat logam berat yang kemungkinan berasal dari proses pembuatan dan pengemasannya. Batasan kadar cemaran logam yang terkandung dalam saus tomat sudah ditetapkan melalui peraturan SNI 01-3546-2004. Pada penelitian ini dilakukan validasi metode analisis penetapan kadar Pb, Cu, dan Zn dalam saus tomat dengan ICPS agar metode ini dapat digunakan dikemudian hari untuk menganalisis kadar logam berat yang terdapat pada saus tomat, karena metode yang diambil dari AOAC ditujukan untuk analisis logam dalam limbah padatan sedangkan yang di analisis adalah saus tomat yang berbentuk semisolid. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan hasil linieritas kurva baku logam Pb yang memberikan nilai $r = 0,9996$ dan $V_{x0} = 2,27\%$, logam Cu yang memberikan nilai $r = 0,9998$ dan $V_{x0} = 1,67\%$, serta logam Zn yang memberikan nilai $r = 0,9997$ dan $V_{x0} = 2,17\%$. Panjang gelombang selektif untuk masing-masing logam Pb 283,306 nm, Cu 324,754 nm, dan Zn 213,856 nm. Nilai LLOD dan LLOQ yang diperoleh untuk logam Pb adalah 0,291 ppm dan 0,971 ppm, logam Cu adalah 0,215 ppm dan 0,718 ppm, dan logam Zn adalah 0,279 ppm dan 0,929 ppm. Harga % *recovery* logam Pb berkisar antara 84,09-91,54% ($\bar{X} = 88\%$), logam Cu berkisar antara 91,34-93,44% ($\bar{X} = 91,89\%$), logam Zn berkisar antara 90,97-92,98% ($\bar{X} = 92,61\%$). Sedangkan presisi yang dihasilkan memenuhi persyaratan KV. Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan dalam penetapan kadar Pb, Cu, dan Zn dalam saus tomat memenuhi persyaratan validasi.

Kata Kunci: Validasi Metode, Saus Tomat, Cemaran logam, ICPS.

PENDAHULUAN

Saus tomat merupakan bahan tambahan pangan yang paling sering digunakan di masyarakat namun saus tomat dapat tercemar oleh logam berat baik karena bahan bakunya yang tercemar oleh logam berat yang berasal dari alam meliputi

air, tanah dan udara karena meningkatnya polusi ataupun selama proses pembuatan (kontaminasi dari mesin).

Untuk mengantisipasi keracunan logam berat di lingkungan masyarakat maka perlu dilakukan pengawasan yang ketat terhadap saus tomat yang beredar di masyarakat terkait logam berat karena kadar logam berat yang berlebihan atau di atas batas normal dapat menimbulkan masalah kesehatan dan dapat berakibat pada kematian. Persyaratan saus tomat terkait logam berat diatur oleh SNI 01-3546-2004.

Agar dapat menganalisis logam berat dalam saus tomat yang berbentuk semisolid dengan tepat, maka metode analisis yang diambil dari AOAC tahun 2005 tentang logam berat dalam *solid waste* perlu divalidasi terlebih dahulu.

METODE PENELITIAN

Bahan penelitian yang digunakan adalah larutan baku Pb 1000 ppm, larutan baku Cu 1000 ppm, larutan baku Zn 1000 ppm, HNO₃ pekat p.a, HNO₃ 50% (v/v), HCl pekat p.a, H₂O₂ 30% p.a, Aqua demineralisata, Gas argon.

Alat yang digunakan untuk analisis logam berat adalah ICPS Fison 3410+ dan panjang gelombang yang digunakan untuk Pb, Cu dan Zn berturut-turut adalah 283,306 nm, 324,754 nm, dan 213,856 nm. Sebelum dilakukan analisa kadar logam berat dengan ICPS, dilakukan destruksi basah terlebih dahulu. Disiapkan sampel dengan cara: Ditimbang sampel dengan wadahnya kemudian dicatat. Sampel dipindahkan ke dalam *blender jar*, dan jika perlu, wadah sampel dibilas dengan air yang telah diukur kemudian air hasil pembilasan dimasukkan ke dalam *blender jar*. Sampel di *blender* agar didapatkan campuran homogen. Sampel ditimbang secara akurat kira-kira 2 g dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 250 ml, dan dicatat hasil penimbangan. Ditambahkan 10 ml 50% HNO₃, kemudian ditutup dengan kaca arloji dan direfluks selama 10-15 menit pada suhu 95°C. Larutan dibiarkan dingin, ditambahkan 5 ml HNO₃ pekat dan ditutup kembali dengan kaca arloji yang baru, direfluks selama 30 menit pada suhu 95°C. Larutan dibiarkan dingin, ditambahkan 5 ml HNO₃ pekat dan ditutup kembali dengan kaca arloji yang baru, direfluks selama 30 menit pada suhu 95°C. Larutan

diuapkan hingga tersisa 5 ml. Larutan dibiarkan dingin, ditambahkan 2 ml air dan 3 ml 30% H₂O₂, ditutup dengan kaca arloji dan dihangatkan sampai gelembung berkurang atau mereda. Larutan dibiarkan dingin, ditambahkan 7 ml 30% H₂O₂ yang dibagi menjadi 7 kali, masing-masing 1 ml ke dalam larutan sambil dihangatkan. Larutan dibiarkan dingin, ditambahkan 5 ml HCl pekat dan 10 ml air, ditutup dengan kaca arloji dan direfluks kembali selama 15 menit tanpa mendidih. Larutan dibiarkan dingin dan diencerkan sampai 100 ml dengan air dan dihomogenkan. Larutan disaring untuk menghilangkan partikel-partikel sisa.

Hasil penyiapan sampel kemudian dianalisis dengan menggunakan *ICPS Fisons ARL 3410+* untuk mengetahui kandungan logam Pb, Cu, dan Zn. Untuk melakukan % *Recovery* caranya sama dengan analisis sampel, namun sebelumnya ditambahkan terlebih dahulu dengan baku kerja yang telah dibuat sebelumnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Panjang gelombang yang digunakan untuk Pb, Cu dan Zn berturut-turut adalah 283,306 nm, 324,754 nm, dan 213,856 nm. Dari kurva baku kerja didapatkan hasil linieritas logam Pb yang memberikan nilai $r = 0,9996$ dan $V_{x0} = 2,27\%$; logam Cu yang memberikan nilai $r = 0,9998$ dan $V_{x0} = 1,67\%$; serta logam Zn yang memberikan nilai $r = 0,9997$ dan $V_{x0} = 2,17\%$. Hasil tersebut memenuhi persyaratan r hitung $> r$ tabel, dalam penelitian ini digunakan r tabel 0,754, dan V_{x0} masuk dalam rentang 2-3% (Yuwono et al, 1999), sehingga dapat dikatakan bahwa hasil di atas memenuhi persyaratan linieritas. Kemudian dilakukan uji presisi dengan cara mengambil 3 konsentrasi, yang kemudian masing-masing konsentrasi diamati 3 kali. Suatu metode dikatakan presisi bila memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (KV) $\leq 2\%$ (Harmita, 2004). Hasil yang diperoleh menunjukkan presisi yang baik karena memenuhi persyaratan tersebut.

Nilai LLOD dan LLOQ yang diperoleh untuk logam Pb adalah 0,291 ppm dan 0,971 ppm; logam Cu adalah 0,215 ppm dan 0,718 ppm dan logam Zn adalah 0,279 ppm dan 0,929ppm Hasil pengamatan intensitas unsur logam Pb, Cu, dan

Zn pada sampel menunjukkan hasil di bawah LLOD dan LLOQ sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel saus tomat X tidak mengandung unsur logam Pb, Cu, dan Zn.

Setelah itu dilakukan uji akurasi yang ditunjukkan dari hasil % *recovery* dengan menggunakan *placebo method*. Digunakan *placebo method* karena sampel yang dianalisa tidak mengandung logam berat Pb, Cu, dan Zn. Hasil % *recovery* yang baik adalah 80-120% (Harmita, 2004). Harga % *recovery* logam Pb berkisar antara 84,09-91,54% dengan rata-rata 88%, logam Cu berkisar antara 91,34-93,44% dengan rata-rata 91,89%, logam Zn berkisar antara 90,97-92,98% dengan rata-rata 92,61%. Nilai % *recovery* yang diperoleh memenuhi persyaratan akurasi sehingga metode ini dapat digunakan untuk menganalisis kadar logam berat Pb, Cu, dan Zn yang terdapat dalam sampel saus tomat X.

KESIMPULAN DAN SARAN

Metode analisis logam berat Pb, Cu, dan Zn dalam saus tomat X dari pasar tradisional L di kota Blitar dengan ICPS memenuhi persyaratan validasi metode, yang meliputi selektivitas dengan panjang gelombang logam Pb 283,306 nm, logam Cu 324,754 nm, dan logam Zn 213,856 nm; linieritas kurva baku logam Pb yang memberikan nilai $r = 0,9996$ dan $V_{x0} = 2,27\%$, logam Cu yang memberikan nilai $r = 0,9998$ dan $V_{x0} = 1,67\%$, serta logam Zn yang memberikan nilai $r = 0,9997$ dan $V_{x0} = 2,17\%$; nilai LLOD dan LLOQ yang diperoleh untuk logam Pb adalah 0,291 ppm dan 0,971 ppm, logam Cu adalah 0,215 ppm dan 0,718 ppm, dan logam Zn adalah 0,279 ppm dan 0,929ppm; sampel saos tomat tidak mengandung logam berat Pb, Cu, Zn dimana dilakukan pengujian akurasi dengan *placebo method* dan diperoleh harga % *recovery* logam Pb berkisar antara 84,09-91,54% ($\bar{X} = 88\%$), logam Cu berkisar antara 91,34-93,44% ($\bar{X} = 91,89\%$), logam Zn berkisar antara 90,97-92,98% ($\bar{X} = 92,61\%$); dan presisi yang dihasilkan memenuhi persyaratan KV. Oleh karena itu metode ini dapat digunakan untuk penetapan kadar Pb, Cu, dan Zn dalam saus tomat.

Dari hasil yang diperoleh dari penelitian menunjukkan bahwa metode yang digunakan valid, sehingga penulis menyarankan metode tersebut digunakan untuk analisis logam berat Pb, Cu, dan Zn dalam saus tomat lainnya dengan ICPS. Selain itu, penulis juga menyarankan untuk dilakukannya analisis untuk unsur logam lainnya (Hg, As, dan Sn) dalam saus tomat yang diatur dalam SNI 01-3546-2004.

LAMPIRAN

Lampiran 1: Perhitungan Persamaan Regresi, Nilai Koefisien Korelasi (r), LLOD (*Lower Limit of Detection*), LLOQ (*Lower Limit of Quantitation*) dan Vxo Berdasarkan Kurva Baku Pb (283,306 nm)

Konsentrasi (ppm)	Intensitas	\hat{y}	$(y-\hat{y})^2$
0	0,068	0,069148159	$1,318271153 \times 10^{-6}$
1	0,089	0,088879758	$1,445792615 \times 10^{-8}$
2	0,108	0,108611357	$3,737584428 \times 10^{-7}$
2,5	0,121	0,118477157	$6,364734986 \times 10^{-6}$
4	0,145	0,148074555	$9,452893601 \times 10^{-6}$
5	0,170	0,167806154	$4,812956665 \times 10^{-6}$
6	0,189	0,187537753	$2,138163929 \times 10^{-6}$
8	0,226	0,227000951	$1,00190446 \times 10^{-6}$
10	0,266	0,266464149	$2,154349867 \times 10^{-7}$
			$\Sigma (y-\hat{y})^2 = 2,569257615 \times 10^{-5}$

$$\left. \begin{array}{l} a=0,069148159 \\ b=0,019731598 \\ r=0,999623362 \end{array} \right\} y = a+bx = 0,069148159+0,019731598x$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{2,569257615 \times 10^{-5}}{7}} = 1,915820456 \times 10^{-3}$$

$$S_{x_0} = \frac{1,915820456 \times 10^{-3}}{0,019731598} = 0,097094029$$

$$V_{x_0} = \frac{0,097094029}{4,277777778} \times 100\% = 2,269730563\%$$

$$\text{LLOD} = 0,291282088 \text{ ppm} \rightarrow I = 0,074895621$$

$$\text{LLOQ} = 0,970940296 \text{ ppm} \rightarrow I = 0,088306364$$

Lampiran 2: Perhitungan Persamaan Regresi, Nilai Koefisien Korelasi (r), LLOD (Lower Limit of Detection), LLOQ (Lower Limit of Quantitation) dan V_{xo} Berdasarkan Kurva Baku Cu (324,754 nm)

Konsentrasi (ppm)	Intensitas	\hat{y}	$(y-\hat{y})^2$
0	0,025	0,026477474	$2,182931251 \times 10^{-6}$
1	0,100	0,09800222	$3,991121683 \times 10^{-6}$
2	0,169	0,169526967	$2,776942244 \times 10^{-7}$
2,5	0,203	0,20528934	$5,241078103 \times 10^{-6}$
4	0,313	0,312576459	$1,793866475 \times 10^{-7}$
5	0,392	0,384101205	$6,239095323 \times 10^{-5}$
6	0,447	0,455625951	$7,440704406 \times 10^{-5}$
8	0,604	0,598675444	$2,835089487 \times 10^{-5}$
10	0,739	0,741724936	$7,425279191 \times 10^{-5}$
			$\Sigma (y-\hat{y})^2 = 1,844463833 \times 10^{-4}$

$$\left. \begin{array}{l} a = 0,026477474 \\ b = 0,071524746 \\ r = 0,999794169 \end{array} \right\} y = a + bx = 0,026477474 + 0,071524746x$$

Lampiran 3: Perhitungan Persamaan Regresi, Nilai Koefisien Korelasi (r), LLOD (*Lower Limit of Detection*), LLOQ (*Lower Limit of Quantitation*) dan V_{xo} Berdasarkan Kurva Baku Zn (213,856)

Konsentrasi (ppm)	Intensitas	\hat{y}	$(y-\hat{y})^2$
0	0,039	0,054510786	$2,405845072 \times 10^{-4}$
1	0,609	0,611118654	$4,488698251 \times 10^{-6}$
2	1,158	1,167726523	$9,460524656 \times 10^{-5}$
2,5	1,420	1,446030457	$6,775846838 \times 10^{-4}$
4	2,317	2,280942259	$1,300160695 \times 10^{-3}$
5	2,830	2,837550127	$5,700441636 \times 10^{-5}$
6	3,416	3,394157995	$4,770731855 \times 10^{-4}$
8	4,598	4,507373731	$8,213120638 \times 10^{-3}$
10	5,533	5,620589467	$7,671914731 \times 10^{-3}$
			$\Sigma (y-\hat{y})^2 = 0,018736536$

$$\left. \begin{array}{l} a = 0,054510786 \\ b = 0,556607868 \\ r = 0,999654814 \end{array} \right\} y = a + bx = 0,054510786 + 0,556607868x$$

Lampiran 4: Perhitungan Presisi (KV) dari Intensitas Kurva Baku Logam Pb

Konsentrasi	Intensitas	\bar{x} , SD, KV
1,0 ppm	0,089	$\bar{x} = 0,089$ $SD = 5,773 \times 10^{-4}$ $KV = 0,65\%$
	0,089	
	0,090	
4,0 ppm	0,151	$\bar{x} = 0,150$ $SD = 1 \times 10^{-3}$ $KV = 0,67\%$
	0,150	
	0,149	
8,0 ppm	0,225	$\bar{x} = 0,227$ $SD = 3,786 \times 10^{-3}$ $KV = 1,67\%$
	0,224	
	0,231	

Contoh Perhitungan:

Konsentrasi 1,0 ppm

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{5,773 \times 10^{-4}}{0,089} \times 100\% = 0,65\%$$

Lampiran 5: Perhitungan Presisi (KV) dari Konsentrasi Kurva Baku Logam Pb

Konsentrasi	Intensitas	\bar{x}	\bar{x} , SD, KV
1,0 ppm	0,089	1,006093835	\bar{x} = 1,023 ppm SD = 0,029 ppm KV = 2,86%
	0,089	1,006093835	
	0,090	1,056773965	
4,0 ppm	0,151	4,14826189	\bar{x} = 4,098 ppm SD = 0,051 ppm KV = 1,24%
	0,150	4,09758176	
	0,149	4,04690163	
8,0 ppm	0,225	7,898591504	\bar{x} = 7,983 ppm SD = 0,192 ppm KV = 2,40%
	0,224	7,847911374	
	0,231	8,202672284	

Contoh Perhitungan:

Konsentrasi 1,0 ppm:

$$\begin{array}{l} \text{Intensitas 1} = 0,089 \xrightarrow{\bar{x}} 1,006093835 \text{ ppm} \\ \text{Intensitas 2} = 0,089 \xrightarrow{\bar{x}} 1,006093835 \text{ ppm} \\ \text{Intensitas 3} = 0,090 \xrightarrow{\bar{x}} 1,056773965 \text{ ppm} \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} \text{Intensitas 1} \\ \text{Intensitas 2} \\ \text{Intensitas 3} \end{array}} \right\} \bar{x} = 1,023 \text{ ppm}$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,029}{1,023} \times 100\% = 2,86\%$$

Lampiran 6: Perhitungan Presisi (KV) dari Intensitas Kurva Baku Logam Cu

Konsentrasi	Intensitas	\bar{x} , SD, KV
1,0 ppm	0,100	$\bar{x} = 0,1$ SD = 0 KV = 0%
	0,100	
	0,100	
4,0 ppm	0,313	$\bar{x} = 0,316$ SD = $3,056 \times 10^{-3}$ KV = 0,97%
	0,317	
	0,319	
8,0 ppm	0,595	$\bar{x} = 0,600$ SD = $5,033 \times 10^{-3}$ KV = 0,84%
	0,605	
	0,601	

Lampiran 7: Perhitungan Presisi (KV) dari Konsentrasi Kurva Baku Logam Cu

Konsentrasi	Intensitas	\bar{x}	\bar{x} , SD, KV
1,0 ppm	0,100	1,027931301 ppm	$\bar{x} = 1.028$ ppm SD = 0 ppm KV = 0%
	0,100	1,027931301 ppm	
	0,100	1,027931301 ppm	
4,0 ppm	0,313	4,005921595 ppm	$\bar{x} = 4,053$ ppm SD = 0,043 ppm KV = 1,05%
	0,317	4,061846296 ppm	
	0,319	4,089808646 ppm	
8,0 ppm	0,595	7,948612972 ppm	$\bar{x} = 8,023$ ppm SD = 0,070 ppm KV = 0,88%
	0,605	8,088424723 ppm	
	0,601	8,032500022 ppm	

Lampiran 8: Perhitungan Presisi (KV) dari Intensitas Kurva Baku Logam Zn

Konsentrasi	Intensitas	\bar{x} , SD, KV
1,0 ppm	0,603	$\bar{x} = 0,609$ SD = $5,292 \times 10^{-3}$ KV = 0,87%
	0,611	
	0,613	
4,0 ppm	2,328	$\bar{x} = 2,311$ SD = 0,023 KV = 0,98%
	2,285	
	2,319	
8,0 ppm	4,679	$\bar{x} = 4,647$ SD = 0,028 KV = 0,60%
	4,627	
	4,635	

Lampiran 9: Perhitungan Presisi (KV) dari Konsentrasi Kurva Baku Logam Zn

Konsentrasi	Intensitas	\bar{x}	\bar{x} , SD, KV
1,0 ppm	0,603	0,985414049 ppm	$\bar{x} = 0,996$ ppm SD = $9,507 \times 10^{-3}$ ppm KV = 0,95%
	0,611	0,999786825 ppm	
	0,613	1,003380019 ppm	
4,0 ppm	2,328	4,084543794 ppm	$\bar{x} = 4,053$ ppm SD = 0,041 ppm KV = 1,01%
	2,285	4,007290125 ppm	
	2,319	4,068374422 ppm	
8,0 ppm	4,679	8,308343232 ppm	$\bar{x} = 8,251$ ppm SD = 0,050 ppm KV = 0,61%
	4,627	8,214920191 ppm	
	4,635	8,229292966 ppm	

Lampiran 10: Perhitungan Kadar Logam Pb, Cu dan Zn Berdasarkan Konsentrasi dalam Sediaan Saus Tomat

Konsentrasi Sampel (ppm)	Unsur Logam	Intensitas	\bar{x} , SD, KV (%)
20328	Pb	0,064	$\bar{x} = 0,066$ SD = $1,527 \times 10^{-3}$ KV = 2,326%
		0,066	
		0,670	
	Cu	0,027	$\bar{x} = 0,026$ SD = $5,773 \times 10^{-4}$ KV = 2,192%
		0,026	
		0,026	
	Zn	0,106	$\bar{x} = 0,106$ SD = $5,773 \times 10^{-4}$ KV = 0,546
		0,105	
		0,106	
20359	Pb	0,065	$\bar{x} = 0,067$ SD = 2×10^{-3} KV = 2,985%
		0,069	
		0,067	
	Cu	0,027	$\bar{x} = 0,027$ SD = 0 KV = 0%
		0,027	
		0,027	
	Zn	0,092	$\bar{x} = 0,094$ SD = $2,082 \times 10^{-3}$ KV = 2,207%
		0,096	
		0,095	
20537	Pb	0,068	$\bar{x} = 0,066$ SD = $2,082 \times 10^{-3}$ KV = 3,170%
		0,065	
		0,064	
	Cu	0,027	$\bar{x} = 0,026$ SD = $1,155 \times 10^{-3}$ KV = 4,499%
		0,025	
		0,025	
	Zn	0,126	$\bar{x} = 0,128$ SD = $4,041 \times 10^{-3}$ KV = 3,149%
		0,133	
		0,126	

Pada penelitian ini tidak dilakukan perhitungan yang lebih lanjut karena intensitas logam Pb, Cu dan Zn yang teramati dalam sampel lebih kecil daripada intensitas LLOD unsur logam Pb, Cu, dan Zn yaitu 0,075; 0,042; 0,210 sehingga dapat disimpulkan bahwa produk saus tomat X tidak mengandung unsur logam Pb, Cu dan Zn.

Lampiran 11: Perhitungan % Recovery Pb dari Sediaan Saus Tomat

Konsentrasi Sampel (ppm)	Baku yang ditambahkan (ppm)	Intensitas	Konsentrasi baku yang ditemukan kembali (ppm)	% Recovery	\bar{x} , SD, KV (%)
20731	2,0	0,103	1,715615654	85,78	\bar{x} = 84,09 SD = 1,46 KV = 1,74%
		0,102	1,664935524	83,25	
		0,102	1,664935524	83,25	
20240	3,0	0,123	2,729218253	90,97	\bar{x} = 91,54 SD = 0,98 KV = 1,07%
		0,123	2,729218253	90,97	
		0,124	2,779898382	92,66	
20582	5,0	0,362	4,45234267	89,05	\bar{x} = 88,37 SD = 1,17 KV = 1,33%
		0,356	4,35098241	87,02	
		0,359	4,45234267	89,05	

Contoh Perhitungan:

$$\%Recovery = \frac{C \text{ yang Ditemukan Kembali (ppm)}}{C \text{ yang Seharusnya}} \times 100\%$$

- %Recovery sampel dengan konsentrasi 20731 ppm

➤ 0,103 $\xrightarrow{\bar{x}}$ 1,715615654 ppm

$$\%Recovery = \frac{1,715615654 \text{ ppm}}{2,0} \times 100\% = 85,78\%$$

➤ 0,102 $\xrightarrow{\bar{x}}$ 1,664935524 ppm

$$\%Recovery = \frac{1,664935524 \text{ ppm}}{2,0} \times 100\% = 83,25\%$$

➤ 0,102 $\xrightarrow{\bar{x}}$ 1,664935524 ppm

$$\%Recovery = \frac{1,664935524 \text{ ppm}}{2,0} \times 100\% = 83,25\%$$

- $KV = RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{1,46}{84,09} \times 100\% = 1,74\%$

Lampiran 12: Perhitungan % Recovery Cu dari Sediaan Saus Tomat

Konsentrasi Sampel (ppm)	Baku yang ditambahkan (ppm)	Intensitas	Konsentrasi baku yang ditemukan kembali (ppm)	% Recovery	\bar{x} , SD, KV (%)
20683	2,0	0,157	1,824858281	91,24	\bar{x} = 91,71 SD = 1,46 KV = 1,59%
		0,160	1,866801806	93,34	
		0,156	1,810877106	90,54	
20596	3,0	0,219	2,691691137	89,72	\bar{x} = 90,97 SD = 1,42 KV = 1,57%
		0,221	2,719653487	90,65	
		0,225	2,775578187	92,52	
20614	5,0	0,362	4,690999175	93,82	\bar{x} = 92,98 SD = 0,84 KV = 0,90%
		0,356	4,607112124	92,14	
		0,359	4,64905565	92,98	

Lampiran 13: Perhitungan % Recovery Zn dari Sediaan Saus Tomat

Konsentrasi Sampel (ppm)	Baku yang ditambahkan (ppm)	Intensitas	Konsentrasi baku yang ditemukan kembali (ppm)	% Recovery	\bar{x} , SD, KV (%)
20155	2,0	1,106	1,889102317	94,46	\bar{x} = 93,05 SD = 1,39 KV = 1,50
		1,075	1,833407812	91,67	
		1,090	1,860356766	93,02	
20192	3,0	1,588	2,755062049	91,84	\bar{x} = 91,34 SD = 0,43 KV = 0,47
		1,575	2,731706288	91,06	
		1,576	2,733502885	91,12	
20179	5,0	2,661	4,68281058	93,66	\bar{x} = 93,44 SD = 0,26 KV = 0,28
		2,657	4,675624192	93,51	
		2,647	4,657658223	93,15	

Lampiran 15: Persyaratan SNI 01-3546-2004 Tentang Saus Tomat

No	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Keadaan		
1.1	Bau	-	Normal
1.2	Rasa	-	Normal khas tomat
1.3	Warna	-	Normal
2.	Jumlah Padatan Terlarut	Brix, 20 ⁰ C	Min 30
3.	Keasaman, dihitung sebagai asam asetat	%b/b	Min 0,8
4.	Bahan tambahan makanan		
4.1	Pengawet		Sesuai dengan SNI 01-0222-1995 dan peraturan dibidang makanan yang berlaku
4.2	Pewarna		Sesuai dengan SNI 01-0222-1995 dan peraturan dibidang makanan yang berlaku
5.	Cemaran logam		
5.1	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks 1,0
5.2	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks 50,0
5.3	Seng (Zn)	mg/kg	Maks 40,0
5.4	Timah (Sn)	mg/kg	Maks 40,0
5.5	Raksa (Hg)	mg/kg	Maks 0,03
6.	Arsen (As)	mg/kg	Maks 1,0
7.	Cemaran Mikroba		
7.1	Angka lempeng total	koloni/g	Maks 2x10 ²
7.2	Kapang dan Khamir	koloni/g	Maks 50

DAFTAR RUJUKAN

- Afrianti LH, 2008, *Teknologi Pengawet Pangan*, Bandung, Alfabeta.
- Anderson R, 1991, *Sample Pretreatment and Separation: Analytical Chemistry by Open Learning*, Singapore, John Wiley & Sons, Bab 3-4.
- Astawan PD, 2008, *Bahaya Logam Berat dalam Makanan*, 21 September 2008, (online), (<http://nasional.kompas.com/read/2008/09/21/11254074/Bahaya.Logam.Berat.dalam.Makanan.html> diakses 5 Juni 2012).
- Connel, W.W., Mill G.J., 1995, *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*, Penerjemah Yanti Koeter. UI Press, Jakarta, Hal. 345-349.

- Darmono, 2008, *Lingkungan Hidup dan Pencemaran*, Jakarta, Universitas Indonesia (UI-Press), Bab 4, 76.
- Desrozier, N.W., 1988, *Teknologi Pengawetan Makanan*, Edisi Ke-3, Penerjemah Muldjohardjo, UI-Press, Hal 230-235.
- Eaton AD, Clesceri LS, Rice EW, Greenberg AE, 2005, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 21st edition, Maryland, Port City Press, 3-7.
- Ebdon L, Evans EH, Fisher A, & Hill SJ, 1998, *An Introduction to Analytical Atomic Spectrometry*, New York, Wiley.
- Gandjar IG, Rohman A, 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Yogyakarta, Pustaka Pelajar, Bab XVII.
- Ganiswara, S. G., 1995, *Farmakologi dan Terapi*, Edisi ke-4, Fakultas Kedokteran, Universitas Indonesia, Jakarta, hal. 781-799.
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. I, No. 3.
- Horwitz W, Latimer GW, 2005, *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 18th edition, Vol. 1, Gaithersburg: AOAC International, Chapter 9, p.46-50.
- James CS, 1999, *Analytical Chemistry of Foods*, Aspen Publisher Inc., Maryland.
- Manning J. Thomas, Grow R. William, 1997, *Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry*, Valdosta State University, Valdosta.
- Morris B. Jacobs P, 1958, *Chemical Analysis of Foods dan Food Products*, New York, D. Van Nostrand Company.
- Nielsen S. Suzane, 2010, *Food Analysis Laboratory Manual*, 2nd edition, London, Springer.
- Palar H, 2008, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta, Bab 1-6, 5-90.
- Pearson D, 1976, *The Chemical Analysis of Foods*, Churchill Livingstone, New York, 68-100.
- Pomeranz Y & Meloan C, 1992, *Food Analysis Theory and Practice*, 2nd edition, New York, Van Nostrand Reinhold Company.

- Robinson JW, 1996, *Atomic Spectroscopy*, Second edition, Marcel Dekker Inc., USA, Chapter 6.
- Skoog A. Douglas, West M. Donald, 1992, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Vol 1, Forth Worth, Saunders College Pub.
- SNI (Standar Nasional Indonesia), 01-3546-2004, *Saus Tomat*, 2.
- Tondok & Kallo, 2011, *Pembuatan Saus Tomat*, (online), (<http://www.sulsel.deptan.litbang.go.id> diakses 5 Juni 2012).
- Underwood, E.J., 1973, *Trace Element, in Toxican Occurin Naturaly Foods*, National Academic of Science, Washington, D.C., p. 43-45.
- Widowati IM, Sastiono MD, & Jusuf R, 2008, *Efek Toksik Logam: Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*, Penerbit ANDI, Yogyakarta.
- Winarno FG, 1992. *Kimia Pangan dan Gizi*, Penerbit PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Yuwono M, Mulja M, Indrayanto G, 1999, *HPLC*, Unit Layanan Konsultasi dan Kerjasama Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, Surabaya.