

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian ini dilakukan dengan penelitian kuasi eksperimental dengan membandingkan tujuh kelompok sediaan alga hijau: 1) sediaan serbuk alga hijau 4 g, 2) sediaan granul alga hijau 4 g, 3) sediaan hidrogel alga hijau 2 g, 4) sediaan hidrogel alga hijau 4 g, 5) sediaan hidrogel alga hijau 6 g, 6) sediaan hidrogel serbuk alga hijau 0 g, 7) kontrol menggunakan filter zeolit. Setiap kelompok sediaan hidrogel kemudian diuji dengan kualitas hidrogel meliputi organoleptik, viskositas, pH, rasio *swelling* dan fraksi gel. Selanjutnya seluruh kelompok diuji kemampuan desalinasi terhadap air payau dan diuji kualitas air payau hasil proses desalinasi menggunakan parameter suhu, pH, *Total Suspended Solid* (TSS), *Total Dissolved Solids* (TDS), kadar natrium dan kalsium.

3.2 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan November 2022 hingga Februari 2023 di Lab. Farmasetika Fakultas Farmasi Universitas Buana Perjuangan dan Lab. Institut Pertanian Bogor.

3.3 Bahan dan Alat

Alga hijau (*Spirogyra hyalina*), PVP, Agar, Karagenan, KCl, PEG, Gliserol, Aquadest, Erlenmayer 250 ml, Gelas kimia 1 L, Galon kosong, Kertas saring, Blender, oven, saringan mesh 30, 60, pipet tetes, batang pengaduk, Autoklaf, spatula, gelas beaker, timbangan analitik (*Ohaus*), Cetakan hidrogel 0,8 cm, pH meter (*Lovibond Senso Direct*), Termometer, Seperangkat alat filtrasi, Rak jemur, *magnetic stirrer*, kertas membran 0,8 μm , TDS meter, dan Spektrofotometer Serapan Atom (*Thermoscientific*).

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yang terlibat pada penelitian ini adalah 7 kelompok sediaan alga hijau meliputi: 1) sediaan serbuk alga hijau 4 g, 2) sediaan granul alga hijau 4 g, 3) sediaan hidrogel alga hijau 2 g, 4) sediaan hidrogel alga hijau 4 g, 5) sediaan hidrogel alga hijau 6 g, 6) sediaan hidrogel menggunakan serbuk alga hijau 0 g, 7) kontrol menggunakan filter zeolit.

3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah untuk uji kualitas hidrogel dan pengujian kualitas air hasil desalinasi air payau meliputi uji viskositas, uji homogenitas, uji organoleptik, pH, suhu, TSS (*Total Suspended Solid*), TDS (*Total Dissolved Solids*), fraksi gel, rasio swelling kadar natrium dan kalium

3.4.3 Definisi Operasional Variabel

Berikut ini adalah tabel definisi operasional variabel.

Tabel 3. 1 Definisi Operasional Variabel

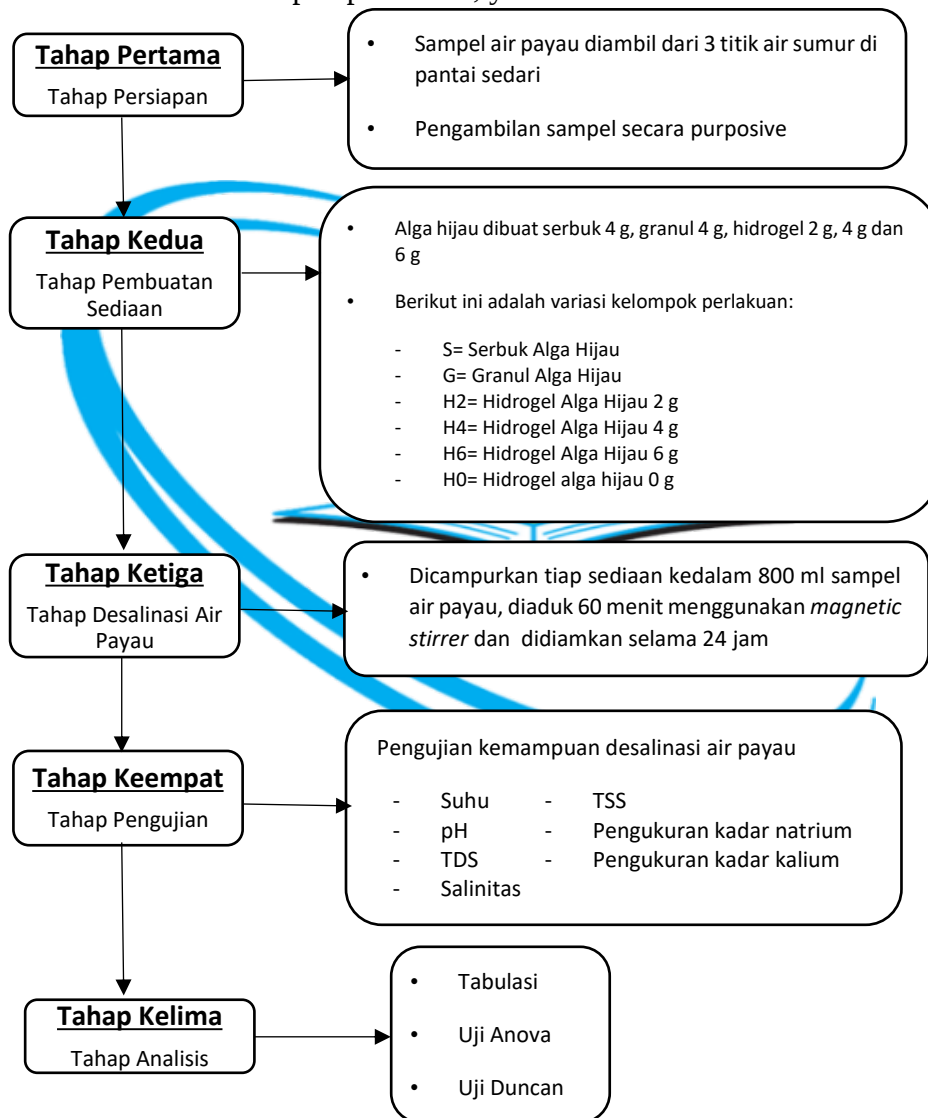
No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil ukur
Variabel Bebas					
1	Sediaan alga hijau	Dari sediaan hidrogel alga dibuat dalam tujuh variasi kelompok dengan variasi yaitu 1) sediaan serbuk alga hijau 4 g, 2) sediaan granul alga hijau 4 g, 3) sediaan hidrogel alga hijau 2 g, 4) sediaan hidrogel alga hijau 4 g, 5) sediaan hidrogel alga hijau 6 g, 6) menggunakan konsentrasi hidrogel serbuk alga hijau 0 g, 7) menggunakan filter zeolit		Nominal	S: sediaan serbuk alga hijau G: sediaan granul alga hijau H2: sediaan hidrogel alga hijau 2 g H4: sediaan hidrogel alga hijau 4 g H6: sediaan hidrogel alga hijau 6 g H0: sediaan hidrogel serbuk alga hijau 0 g K: kontrol menggunakan filter zeolit.

Variabel Terikat					
1	Uji viskositas	Viskositas dari hidrogel alga yang ditunjukkan menggunakan viskometer brookfield	Viskometer Brookfield	Rasio	cP
2	Uji organoleptic	Pengujian hidrogel alga menggunakan panca indera dengan mengamati bentuk, warna dan bau dari sediaan hidrogel	Panca indera	Nominal	Warna Bau Bentuk
3	Uji homogenitas	Pengujian hidrogel alga berdasarkan homogenitasnya dengan cara dioleskan pada sekeping kaca atau bahan transparan yang cocok dan harus menunjukkan susunan yang homogen	Kaca	Nominal	1 = Homogen 2=Tidak Homogen
4	uji pH	Pengujian hidrogel alga berdasarkan Uji pH yang ada dalam gel menggunakan alat pH meter	pH meter	Rasio	pH
5	Suhu	Pengujian suhu desalinasi air payau menggunakan alat thermometer	Thermomete	Rasio	Celcius
6	Total Dissolved Solids (TDS)	Jumlah zat yang terlarut dalam air payau hasil desalinasi menggunakan alat TDS meter	TDS meter	Rasio	Ppm
7	Total Suspended Solid (TSS)	Jumlah bahan tersuspensi yang menyebabkan kekeruhan air, yang diuji setelah proses desalinasi air payau	Filter apparatus	Rasio	mg
8	Fraksi gel	Pengujian hidrogel dengan mengamati kandungan air hidrogel	Oven	Rasio	%
9	Rasio Swelling	Pengujian hidrogel dengan mengamati pengembangan hidrogel	Beaker glas	Rasio	%
10	Kadar ion natrium	Kadar ion natrium yang terkandung dalam air payau hasil proses desalinasi	AAS	Rasio	%

11	Kadar kalsium ion	Kadar ion kalsium yang terkandung dalam air payau hasil proses desalinasi	AAS	Rasio	%
----	-------------------	---	-----	-------	---

3.5 Tahap Penelitian

Berikut ini adalah tahapan penelitian, yaitu



Tabel 3. 2 Diagram Alir Penelitian

3.6 Prosedur Penelitian dan Teknik Pengumpulan Data

3.6.1 Tahap Persiapan sampel penelitian

Air payau diperoleh dari 3 titik air sumur yang ada di pesisir pantai Sedari Karawang. Sampel air sumur adalah air sumur milik penduduk yang memenuhi kriteria sebagai berikut: jenis sumur gali atau sumur pompa dangkal dengan kedalaman 7- 10 m atau 10–30 m dari permukaan tanah.

3.6.2 Preparasi Sediaan Alga (Modifikasi Septiawan *et al.*, 2020; Nurlaela 2012)

Alga yang digunakan hasil dari budidaya masyarakat di daerah, Karawang. Alga seberat 6 kg dicuci terlebih dahulu dan dikeringkan di udara selama 24 jam dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 80°C sampai berat menjadi konstan.

1. Pembuatan serbuk Alga Hijau

Alga Hijau yang sudah kering diblender serta diayak menggunakan ayakan 30 mesh. Serbuk hasil ayakan kemudian digunakan dalam proses desalinasi air payau.

2. Granul Alga Hijau

Seberat 500 g alga hijau dimasukan 1000 mL air dan dicampurkan menggunakan tangan selama 10 menit, adonan alga hijau dibuat granul dengan cara dimasukan kedalam loyang mesh 60 dan ditekan. Hasil granul basah yang didapatkan kemudian di keringkan menggunakan oven suhu 60°C.

3. Hidrogel Alga Hijau (Modifikasi Kartika *et al.*, 2015)

Dibuat Sediaan hidrogel dalam 4 formula masing-masing formula dengan jumlah kadar alga yang berbeda yaitu formula 1 dengan berat alga hijau 0 g, formula 2 dengan berat alga hijau 2 g,

formula 3 alga hijau 4 g dan formula 4 alga hijau 6 g, berikut ini adalah tabel formulasi sediaan gel alga hijau.

Tabel 3. 3. Formulasi Sediaan Hidrogel Alga Hijau

Bahan- bahan	Khasiat	Formula H0	Formula H2	Formula H4	Formula H6
Alga hijau	Zat aktif	-	2 g	4 g	6 g
PVP	Pensuspensi	1 g	1 g	1 g	1 g
Agar	Pengental	1,5 g	1,5 g	1,5 g	1,5 g
Karagenan	Penstabil	1 g	1 g	1 g	1 g
Kcl	Pendispersi	0,1 g	0,1 g	0,1 g	0,1 g
PEG	Humektan	1,5 ml	1,5 ml	1,5 ml	1,5 ml
Gliserol	Plastisizer	5 ml	5 ml	5 ml	5 ml
Aquadest	Pelarut	ad 100 ml	ad 100 ml	ad 100 ml	ad 100 ml

Keterangan:

H2 =hidrogel dengan kandungan serbuk alga hijau 2 g

H4 = hidrogel dengan kandungan serbuk alga hijau 4 g

H6 = hidrogel dengan kandungan serbuk alga hijau 6 g

H0 = Hidrogel dengan kandungan alga hijau 0 g

Cara pembuatan sediaan hidrogel yaitu dengan cara: 1) masukan aquadest sebanyak 89 ml kedalam erlenmayer 250 ml dan tambahkan karagenan 1 g, agar 1,5 g, karagenan 1 g, kcl 0,1 g aduk ad homogen, 2) dimasukan PEG 1,5 ml dan Gliserol 5 ml di dalam erlenmayer yang sama aduk samapai merata dan tutup erlenmayer menggunakan kapas, 3) masukan kedalam autoklaf selama 15 menit, 4) tambahkan kadar alga hijau yang berbeda-beda dari setiap formulanya 2 g, 4 g, dan 6 g untuk kontrol negatifnya tidak ada kosnterasi dari alga hijaunya. Sediaan kemudian dicetak berbentuk bulat dengan diameter 0,8 cm.

3.5.3 Pengukuran Kualitas Hidrogel

1. Uji Viskositas

Sediaan hidrogel hasil pencampuran dimasukan kedalam gelas kimia 100 mL. Uji viskositas dilakukan menggunakan *viscometer brookfield* terhadap 100 mL sediaan hidrogel. Viskositas hidrogel yang baik sebesar 2000 - 4000 cps (Ardana *et al.*, 2015).

2. Uji Organoleptik

Pengujian ini dilakukan dengan pengamatan menggunakan kaca arloji yang dilihat dari segi bentuk, warna, dan bau dari hidrogel yang dibuat. Hidrogel biasanya transparan dengan konsistensi semi-padat.

3. pH

pH hidrogel diuji menggunakan pH meter, data yang ditunjukan oleh alat kemudian dicatat.

4. Rasio Swelling

Rasio *swelling* diuji dengan menimbang hidrogel seberat 3 g, setelah itu ditambahkan aquadest dalam 8 ml dan direndam selama 60 menit, lalu ditimbang berat hidrogel yang sudah direndam pada 5 menit pertama, 15 menit, 25 menit, 35 menit, 45 menit, 55 menit dan 60 menit (Rahayuningdyah *et al.*, 2020). Perhitungan rasio *swelling* menggunakan rumus:

$$\% \text{ Rasio Swelling} = \frac{W_s - W_d}{W_d} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan:

Wd = Berat hidrogel awal

Ws = Berat hidrogel yang sudah direndam

5. Fraksi Gel

Pengujian ini dilakukan dengan menimbang hidrogel seberat 3 g, kemudian direndam dalam 20 ml aquades selama 24 jam, lalu

dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 50°C selama kurang lebih 4 jam dan ditimbang beratnya (Rahayuningdyah *et al.*, 2020). Perhitungan fraksi gel menggunakan rumus:

$$\% \text{ fraksi gel} = \frac{W_1}{W_0} \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan:

W0 = Berat hidrogel awal

W1 = Berat hidrogel yang sudah di oven

3.5.4 Proses Desalinasi Air Payau (Modifikasi Purwaningtyas *et al.*, 2020)

Tiap sampel air payau sebanyak 800 ml dimasukkan kedalam gelas kimia 1 L yang berbeda, kemudian tiap gelas kimia tersebut berturut-turut dicampurkan dengan serbuk alga 20 g, granul alga 20 g, dan hidrogel alga berbagai variasi konsentrasi (2 g, 4 g, 6 g, dan 0 g) dengan jumlah masing-masing 20 g. proses desalinasi dilakukan pada suhu 30°C kemudian dilakukan pengadukan selama 60 menit menggunakan *magnetic stirer* dengan kecepatan 200 rpm, dan didiamkan selama 24 jam dan disaring. Air hasil desalinasi air payau kemudian dilakukan pengukuran untuk menguji kualitas air yang dihasilkan.

3.5.5 Pengukuran Kemampuan Desalinitas dan Kualitas Air Payau (Modifikasi Talan *et al.*, 2021)

1. Suhu

Pengukuran suhu. masukkan Termometer ke dalam sampel air dan tunggu 2-5 menit hingga termometer menunjukkan nilai yang stabil kemudian catat hasilnya.

2. pH

Air payau diuji pH menggunakan pH meter, data yang ditunjukkan oleh alat kemudian dicatat

3. *Total Dissolved Solids (TDS)*

Pengukuran TDS digunakan TDS meter, kemudian air payau dan air sungai hasil proses desalinasi masing-masing diambil 250 ml dimasukkan kedalam gelas kimia. Alat TDS meter dimasukkan kedalam gelas kimia tersebut, angka yang ditunjukkan alat TDS meter kemudian dicatat.

4. *Total Suspended Solid (TSS) (Modifikasi Rinawati et al., 2016)*

Pada pengukuran TSS, sampel sebanyak 250 ml dimasukkan ke dalam gelas kimia lalu disiapkan dengan pompa vakum, kertas saring ditempatkan di bawah corong Buchner dan dijepit, kemudian sampel dituangkan melalui corong Buchner ke dalam *buchner flask*. Filter yang dihasilkan dalam cawan kemudian diuapkan hingga kering dalam penangas air. Setelah itu, masukkan cawan tersebut ke dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam, lalu dinginkan cawan tersebut didalam desikator. Angkat kertas saring tersebut dan ditimbang, catat hasilnya (sebagai berat akhir). Perhitungan TSS menggunakan rumus:

$$\text{Bobot TSS per liter} = \frac{A - B \times 1000}{\text{Volume uji}} \quad (3.3)$$

Keterangan:

A = berat kertas saring + residu kering (mg)

B = berat kertas saring (mg)

5. *Salinitas*

Sampel air payau diuji menggunakan alat TDS meter untuk mengetahui kadar salinitas pada air payau diambil sebanyak 100 ml dimasukkan kedalam gelas kimia data yang ditunjukan oleh alat kemudian dicatat.

6. *Pengukuran kadar Natrium (Modifikasi Paweka, 2017; Modifikasi Sugiharta & Jubaedah, 2020)*

6.1 Preparasi Larutan Standar

1. Larutan baku natrium NaNO_3 timbang 1000 mg tambahkan dalam 15 ml HNO_3
2. Kemudian pipet konsentrasi standar 80%, 100%, dan 120% ke dalam labu ukur yang berbeda dengan volume 0,24 ml; 0,30 ml; dan 0,36 ml dan dilarutkan menggunakan aquades sampai tanda batas.

6.2 Preparasi Sampel

1. Sampel air payau dari tiga titik air sumur masukan kedalam gelas ukur 100 ml sebanyak 15 ml setiap sampel airnya.
2. Tambahkan 15 ml HNO_3 0,02 M dan masukan aquadest sampai tanda batas.
3. Dinginkan lalu didihkan kembali hingga gas NO_2 nya hilang.
4. Dinginkan, lalu di saring ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan hingga tanda tera dan homogenkan.

6.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Buat kurva kalibrasi dengan melakukan hal berikut:

1. Atur alat SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk alat untuk menguji setiap logam.
2. Isapkan larutan baku ke dalam instrumen SSA melalui pipa kapiler secara bergantian, kemudian baca dan catat setiap serapan.
3. Jika selisih hasil pengukuran lebih dari 2%, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pertama dan langkah kedua apabila selisih kurang dari atau sama dengan 2%, ambil hasil rata-ratanya.
4. Buat kurva kalibrasi dari data kedua di atas atau tentukan persamaan garis lurus.

6.4 Deret standar

Saat menentukan deret standar, hidupkan blower pada instrumen lalu atur panjang gelombang yang digunakan untuk logam natrium menjadi 589 nm. Selanjutnya *set condition* pada instrumen menggunakan larutan pembanding dengan konsentrasi tertinggi untuk menguji kadar natrium, jika sudah terkondisikan maka lakukan analisis larutan pembanding dari konsentrasi terendah ke konsentrasi tertinggi dan akan muncul kurva hasil deret standar atau nilai regresi linier pada deret standar dengan batas minimum 0.9950 untuk mencapai standar akurasi pengukuran.

6.5 Pengukuran pada alat spektroskopi serapan atom

1. Spektroskopi serapan atom diaktifkan, kemudian absorbansi blanko diukur sebanyak 3 kali.
2. Pengukuran absorbansi dilakukan untuk 3 variasi larutan standar
3. Ukur absorbansi larutan sampel.
4. Data yang diperoleh selanjutnya disimpan sesuai dengan nama sampel

6.6 Perhitungan

1. Kandungan logam dalam sampel dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Kandungan logam } (\mu\text{g/g}) = \frac{\left(\frac{\mu\text{g}}{\text{mL}} \text{ logam dari kurva kalibrasi} \right) \times V}{m} \quad (3.4)$$

Keterangan :

V = volume pelarutan, dalam ml

M = bobot contoh, dalam gram

2. Hitung kadar logam dalam benda uji dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis lurus dan perhatikan hal-

hal berikut: Selisih kadar maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran duplo adalah 2%, rata-ratakan hasilnya; Apabila hasil pengukuran nilai serapan setiap logam contoh uji lebih besar dari nilai serapan larutan baku dengan konsentrasi tertinggi yang masih dalam batas linier, ulangi pengujian dengan cara mengencerkan contoh uji; Apabila hasil perhitungan kadar logam lebih kecil dari 1,0 mg/L, ulangi pengujian dengan menggunakan metoda ekstraksi atau metoda tungku karbon.

7. Pengukuran kadar Kalium (Modifikasi Sugiharta & Jubaedah, 2020; Modifikasi Paweka, 2017)

7.1 Preparasi Larutan Standar

1. Ditimbang KCl sebanyak 134,2 mg ditambahkan 5 ml HCl 6 N dimasukkan kedalam labu takar 100 ml
2. Lalu Dipipet dengan konsenterasi standar 80%, 100%, dan 120% dalam labu ukur yang berbeda dengan volume 0,8; 1,0; dan 1,2 ml dan dilarutkan dengan aquadestilata sampai tanda batas.

7.2 Preparasi Sampel

Pipet setiap sampel dari tiga nomor *batch* yang berbeda untuk menganalisis kandungan kalium ke dalam labu ukur 100 ml yang berbeda dengan konsentrasi 100%. Pipet sampel kalium 1,0 atau 1000 ppm, kemudian dilarutkan dengan aquadest dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas.

7.3 Kurva Kalibrasi

Buat kurva kalibrasi dengan melakukan hal berikut:

5. Atur alat SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk alat untuk menguji setiap logam.

6. Isapkan larutan baku ke dalam instrumen SSA melalui pipa kapiler secara bergantian, kemudian baca dan catat setiap serapan.
7. Jika selisih hasil pengukuran lebih dari 2%, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pertama dan langkah kedua apabila selisih kurang dari atau sama dengan 2%, ambil hasil rata-ratanya.
8. Buat kurva kalibrasi dari data kedua di atas atau tentukan persamaan garis lurus.

7.4 Deret standar

Saat menentukan deret standar, hidupkan blower pada instrumen lalu atur panjang gelombang yang digunakan untuk logam natrium menjadi 766,5 nm. Selanjutnya *set condition* pada instrumen menggunakan larutan pembanding dengan konsentrasi tertinggi untuk menguji kadar natrium, jika sudah terkondisikan maka lakukan analisis larutan pembanding dari konsentrasi terendah ke konsentrasi tertinggi dan akan muncul kurva hasil deret standar atau nilai regresi linier pada deret standar dengan batas minimum 0.9950 untuk mencapai standar akurasi pengukuran.

7.5 Pengukuran pada alat spektroskopi serapan atom

1. Spektroskopi serapan atom diaktifkan, kemudian absorbansi blanko diukur sebanyak 3 kali.
2. Pengukuran absorbansi dilakukan untuk 3 variasi larutan standar
3. Ukur absorbansi larutan sampel.
4. Data yang diperoleh selanjutnya disimpan sesuai dengan nama sampel

7.6 Perhitungan

1. Kandungan logam dalam sampel dihitung dengan rumus berikut :

$$\text{Kandungan logam } (\mu\text{g/g}) = \frac{\left(\frac{\mu\text{g}}{\text{mL}} \text{ logam dari kurva kalibrasi} \right) \times V}{m} \quad (3.4)$$

Keterangan :

V = volume pelarutan, dalam ml

M = bobot contoh, dalam gram

2. Hitung kandungan logam sampel dengan menggunakan kurva kalibrasi atau persamaan garis lurus, perhatikan hal-hal berikut: perbedaan maksimum yang diperbolehkan antara dua pengukuran (duplo) adalah 2%, rata-rata hasil; Apabila hasil pengukuran nilai absorbansi masing-masing logam pada sampel uji lebih besar dari nilai absorbansi larutan standar dengan konsentrasi tertinggi yang masih dalam batas linier, pengujian diulangi dengan mengencerkan sampel uji; jika hasil perhitungan kadar logam lebih kecil dari 1,0 mg/L, ulangi pengujian dengan menggunakan metoda ekstraksi atau metoda tungku karbon.

3.7 Analisis Data

Tiap variasi kelompok diperiksa terhadap hasil kualitas air payau hasil proses menggunakan *Total Suspended Solid (TSS)*, *Total Dissolved Solids (TDS)*, dan kadar natrium dan kalium. Data yang diperoleh dianalisis ANOVA dan apabila ada beda nyata dilanjutkan dengan uji Duncan pada taraf kepercayaan 95%.