

## SINTESIS NANOKITOSAN DARI LIMBAH CANGKANG HALILING (*Filopaludina javanica*) KALIMANTAN SELATAN

Siska Musiam\*, Noor Aisyah  
Akademi Farmasi ISFI Banjarmasin

\*Email: [siska.musiam@gmail.com](mailto:siska.musiam@gmail.com)

Artikel diterima: 23 Agustus 2019; Disetujui: 19 Oktober 2019

### ABSTRAK

Haliling (*Filopaludina javanica*) biasa dikonsumsi sebagai lauk oleh masyarakat Kalimantan Selatan dengan cara diambil bagian dagingnya, kemudian cangkangnya dibuang sebagai limbah yang belum termanfaatkan. Penelitian ini memanfaatkan limbah dari cangkang haliling sebagai bahan baku sintesis kitosan. Kitosan adalah polimer alami multiguna yang digunakan dalam bidang biomedis sebagai pelindung bahan aktif obat. Serbuk cangkang haliling dideproteinasi dengan larutan NaOH 4%(b/v) perbandingan 10:1 dengan cara direfluks selama 2 jam pada temperatur 100°C. Hasil reaksi deproteinasi kemudian didemineralisasi dengan larutan HCl 1 N perbandingan 15:1 yang diaduk selama 2 jam pada temperatur kamar. Selanjutnya hasil reaksi demineralisasi dilakukan depigmentasi dengan larutan NaOCl 0,315%(b/v) perbandingan 10:1 yang diaduk selama 2 jam pada temperatur 40°C sehingga didapatkan kitin. Reaksi deasetilasi dilakukan terhadap kitin menggunakan larutan NaOH 60%(b/v) perbandingan 20:1 dengan cara direfluks selama 2 jam pada temperatur 80°C sehingga diperoleh kitosan. Nanopartikel kitosan disintesis menggunakan metode gelasi ionik dengan pengikat silang sodium tripolifosfat. Produk yang didapat diketahui merupakan kitosan berdasarkan hasil analisis FTIR yang menunjukkan munculnya gugus amina -NH<sub>2</sub> pada bilangan gelombang 3300-3500 cm<sup>-1</sup> dengan ukuran rata-rata nanopartikel kitosan sebesar 500 nm.

**Kata kunci:** *Filopaludina javanica*, Haliling, Kitin, Kitosan, Sintesis

### ABSTRACT

*Haliling (Filopaludina javanica) is usually consumed as a side dish by the people of South Kalimantan by taking part of the meat, then the shell is disposed as untapped waste. This research utilizes the waste from the haliling shell as raw material for chitosan synthesis. Chitosan is a multipurpose natural polymer used in the biomedical field as a protective active drug. Haliling shell powder deproteinated with a solution NaOH 4%(w/v) of 10:1 ratio by refluxing for 2 hours at 100°C. The results of the deproteination reaction were demineralized with a solution of HCl 1 N of 15:1 ratio which was stirred for 2 hours at room temperature. Furthermore, the demineralization reaction results are depigmented with a solution of NaOCl 0.315%(w/v) of 10:1 ratio which was stirred for 2 hours at 40°C to obtain chitin. Deacetylation reaction was carried out on chitin using a solution of NaOH 60%(w/v) of 20:1 ratio by refluxing it for 2 hours at 80°C so*

that chitosan was obtained. Chitosan nanoparticles were synthesized using the ionic gelation method with sodium tripolyphosphate crosslinker. The product obtained is known as chitosan based on the results of FTIR analysis which shows the emergence of the -NH<sub>2</sub> amine group at wave number 3300-3500 cm<sup>-1</sup> with an average size of chitosan nanoparticles of 500 nm.

**Keywords:** Filopaludina javanica, Haliling, Chitin, Chitosan, Synthesis

## PENDAHULUAN

Haliling merupakan jenis keong kecil yang hidup berkoloni di air yang tidak berarus. Haliling dengan nama ilmiah *Filopaludina javanica* termasuk hewan invertebrata filum Mollusca, kelas Gastropoda, dan famili Viviparidae. Haliling keberadaannya sangat melimpah di Kalimantan Selatan karena luas wilayah persawahan mencapai 235.677 hektar. Haliling dilindungi oleh cangkang yang terdiri atas kalsium dan fosfor, sedangkan bagian tubuhnya mengandung 15% protein, 2,4% lemak, dan sekitar 80% air (Andriyani, 2015). Daging haliling dapat dikonsumsi sebagai lauk untuk makan. Jika dilihat dari kandungan gizinya maka haliling dapat dijadikan sebagai makanan alternatif kesehatan. Masyarakat Kalimantan Selatan mengolah haliling menjadi lauk dengan cara direbus dan

ditambahkan bumbu rempah. Cara makannya dengan menghisap bagian bawah haliling sampai dagingnya keluar. Kemudian cangkang dari haliling tersebut dibuang sebagai limbah yang tidak bernilai guna.

Beberapa penelitian sebelumnya telah memanfaatkan cangkang hewan Mollusca sebagai bahan baku dalam sintesis kitosan. Prayogo dan Rachmawani (2011) telah meneliti kandungan kitosan dari cangkang kapah. Budi dan Mafidyah (2014) telah memanfaatkan cangkang keong mas untuk pembuatan kitosan yang diaplikasikan sebagai adsorben logam besi (Fe) di air sumur. Victor M., dkk., (2016) telah memanfaatkan kitosan dari limbah cangkang bekicot sebagai adsorben logam berat seng (Zn) (Prayogo & Rachmawani, 2011; Budi & Mafidyah, 2014; Victor M., Andhika & Syauqiah, 2016).

Kitosan merupakan polimer turunan dari kitin yang banyak ditemukan dalam hewan invertebrata (Akmarina & Sriwidodo, 2016). Kitosan memiliki sifat biokompatibilitas, biodegradasi, dan *bioresorbable* yang baik, serta bersifat non-toksik (Fadli, Ervina, Drastinawati, & Huda, 2016). Sesuai dengan sifat tersebut maka kitosan digunakan dalam bidang kosmetik, farmasi, serta imobilisasi sel dan enzim (Hastuti & Tulus, 2015). Kitosan nanopartikel mempunyai keunggulan, yaitu lebih stabil, luas permukaan lebih tinggi, dapat dijadikan matriks berbagai jenis obat, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan eksipien sekaligus bahan aktif dalam suatu sediaan farmasi (Rismana, Kusumaningrum, Bunga, Nizar, & Marhamah, 2014).

Pada penelitian ini dilakukan sintesis kitosan ukuran nanopartikel dari limbah cangkang haliling yang belum termanfaatkan yang ada di Kalimantan Selatan. Nanokitosan yang terbentuk dapat dikembangkan lebih lanjut untuk acuan dan alternatif pengembangan sistem pelepasan obat yang terkendali.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, seperangkat alat refluks, termometer, ayakan 60 mesh, *magnetic stirrer*, *sentrifuge*, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR Shimadzu), *Scanning Electron Microscope* (SEM VEGA3 TESCAN). Bahan-bahan yang digunakan adalah limbah cangkang haliling, akuades, HCl (Merck), NaOH (Merck), NaOCl (Teknis), NaCl (Merck), sodium tripolifosfat (Na-TPP) (Merck), indikator universal (Merck), dan kertas saring.

### Sintesis Kitosan dari Limbah Cangkang Haliling

Limbah cangkang haliling dicuci dengan air hangat dan direbus selama 1 jam, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Limbah kemudian dihaluskan dan diayak pada ayakan 60 mesh. *Deproteinasi*: Hasil ayakan dimasukkan ke dalam labu alas bulat 500 ml dan ditambahkan NaOH 4%(b/v) dengan perbandingan 10 : 1, kemudian direfluks selama 2 jam pada temperatur 100°C disertai

pengadukan. Hasil refluks dicuci dengan akuades sampai netral, kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 60°C sampai kering. *Demineralisasi*: Hasil deproteinasi ditambahkan HCl 1 N dengan perbandingan 15 : 1, diaduk selama 2 jam pada temperatur kamar, kemudian dicuci dengan akuades sampai netral, dan dikeringkan pada suhu 60°C. *Depigmentasi*: Hasil demineralisasi ditambahkan NaOCl 0,315% dengan perbandingan 10 : 1, diaduk selama 2 jam pada temperatur 40°C. Hasilnya disaring dan dikeringkan sehingga diperoleh kitin. *Deasetilasi*: Kitin yang didapat ditambahkan NaOH 60% dengan perbandingan 20 : 1, direfluks pada suhu 80°C selama 2 jam sehingga dihasilkan kitosan (Amaliyah, Ngadiwiyana, Sarjono, & Ismiyarto, 2018; Dompeipen, Kaimudin, & Dewa, 2016). Karakterisasi kitosan hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsinya.

#### Sintesis Nanopartikel Kitosan

*Metode Gelasi Ionik*: Sebanyak 1 ml asam asetat glasial diencerkan menjadi 100 ml dengan akuades.

Sebanyak 0,1 gram kitosan dilarutkan dalam asam asetat glasial encer. Sebanyak 0,25 gram Na-TPP dilarutkan dalam 100 ml akuades, kemudian larutan kitosan ditambahkan dengan larutan TPP per tetes sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Larutan agak kental yang dihasilkan disentrifugasi dengan kecepatan 6000 rpm selama 1 jam. Suspensi dinetralkan dengan akuades kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam (Amaliyah et al., 2018; Martien, Adhyatmika, Farida, & Sari, 2012). Karakterisasi nanokitosan hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan SEM untuk mengetahui ukuran partikelnya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis Kitosan dari Limbah Cangkang Haliling

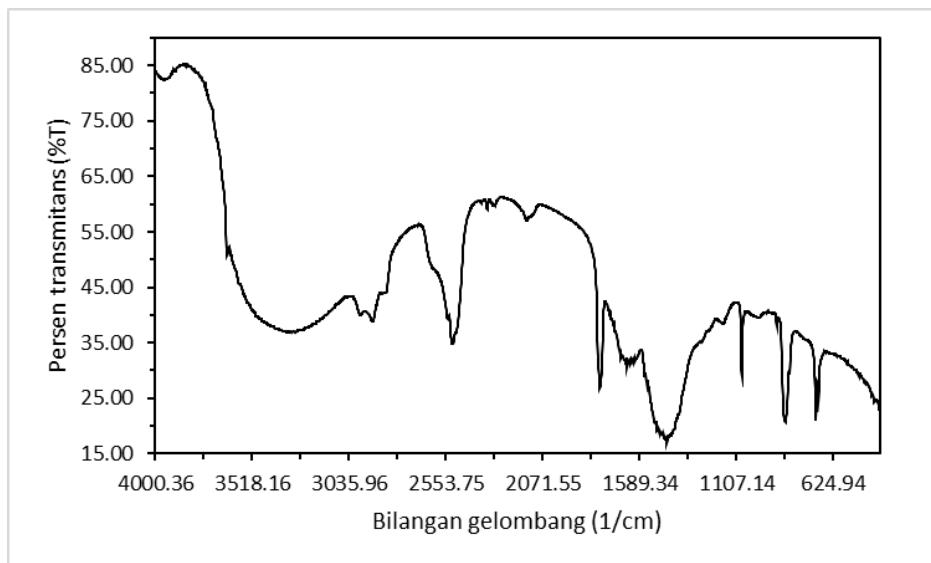
Limbah cangkang haliling didapatkan dari Desa Berangas Timur, Kecamatan Alalak, Kabupaten Barito Kuala. Untuk memastikan nama latin dan keseragaman dari spesies yang diteliti dilakukan fiksasi cangkang sebanyak 3 buah untuk dideterminasi di Museum Zoologi Sekolah Ilmu

dan Teknologi Hayati ITB. Hasil determinasi didapatkan bahwa cangkang yang diteliti berasal dari spesies *Filopaludina javanica* atau nama umumnya adalah Siput Sawah dan nama daerah Kalimantan Selatan adalah Haliling.

Proses isolasi kitin melalui tahap deproteinasi, demineralisasi, dan depigmentasi. Deproteinasi adalah tahap untuk mendekstruksi protein di dalam cangkang haliling dengan menggunakan larutan basa yaitu NaOH 4%. Setelah protein berhasil dihilangkan maka dilanjutkan ke tahap demineralisasi menggunakan HCl yang bertujuan untuk menghilangkan mineral seperti logam-logam berat yang melekat di dalam cangkang karena haliling berasal dari daerah rawa-rawa yang tingkat keasamannya tinggi. Tahap berikutnya adalah depigmentasi untuk menghilangkan warna gelap cangkang sehingga didapatkan produk kitin yang berwarna putih sebanyak 8,5135 gram. Kitin yang didapatkan sebanyak 7,919 gram diubah menjadi kitosan dengan cara

menghilangkan gugus asetilnya menggunakan larutan basa NaOH. Proses deasetilasi didapatkan serbuk kitosan sebanyak 4,448 gram.

Identifikasi gugus fungsi dengan FTIR dilakukan untuk menentukan apakah proses deasetilasi kitin menjadi kitosan sudah berhasil dilakukan. Dari Gambar 1 dapat dilihat bahwa muncul puncak pada bilangan gelombang  $3300-3500\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus fungsi N-H amina. Reaksi pembentukan kitosan dari kitin merupakan reaksi hidrolisa suatu amida oleh suatu basa sehingga menghasilkan amina. Kitin adalah suatu amida yang direaksikan dengan NaOH sebagai basa pada tahap deasetilasi sehingga menghasilkan suatu amina yaitu kitosan (Pratiwi, 2014). Mekanisme reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan diawali dengan adisi gugus -OH dari basa ke dalam gugus amida dari kitin, kemudian diikuti dengan eliminasi gugus asetil sehingga yang tersisa dalam rantai polimer adalah gugus amina kitosan.



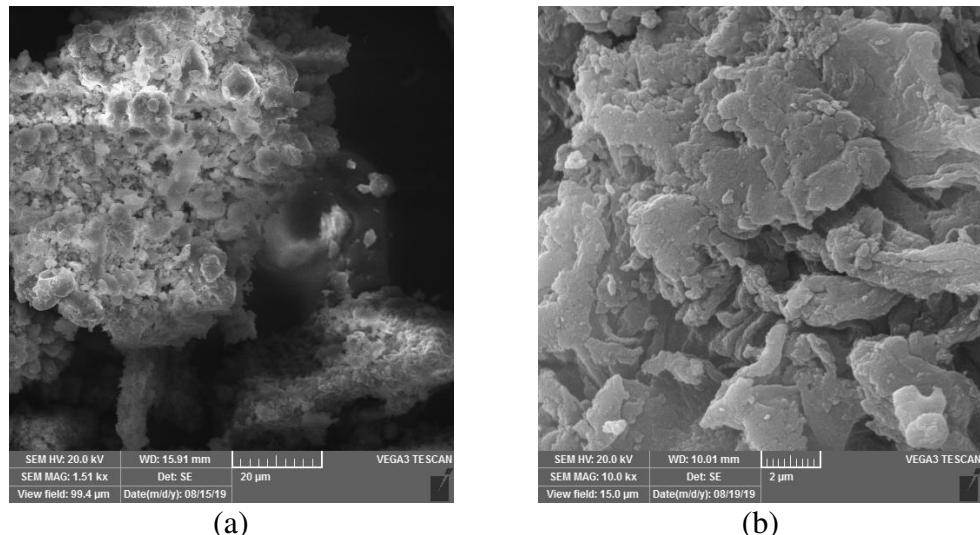
**Gambar 1.** Spektrum FTIR kitosan hasil sintesis

### Sintesis Nanopartikel Kitosan

Nanopartikel kitosan disintesis menggunakan metode gelasi ionik dengan pengikat silang (*crosslinking*) sodium tripolifosfat (Na-TPP). Proses sintesis nanopartikel kitosan ini menghasilkan produk sebanyak 0,99 gram.

Ukuran partikel diamati menggunakan SEM dengan perbesaran antara 1500 sampai 10000 kali. Kitosan hasil sintesis dapat diamati dengan perbesaran 1500 kali didapatkan ukuran partikel terkecilnya sekitar  $\pm 60 \mu\text{m}$  (Gambar 2a), sedangkan nanokitosan hasil

sintesis diamati pada perbesaran 10000 kali didapatkan ukuran partikel terkecilnya sekitar  $\pm 0,5 \mu\text{m}$  atau 500 nm (Gambar 2b). Gambar 2 juga menunjukkan bahwa morfologi dari kitosan maupun nanokitosan yang dihasilkan berbentuk struktur yang tidak teratur (amorf). Padatan amorf memiliki keunggulan untuk pemanfaatan dalam bidang farmasi karena bioavailabilitasnya lebih bagus dan lebih mudah diabsorbsi oleh tubuh (Chairunnisa & Wardhana, 2016), sehingga hasil penelitian ini berpotensi untuk diaplikasikan lebih lanjut.



**Gambar 2.** (a) Hasil SEM partikel kitosan dengan perbesaran 1500 kali; (b) hasil SEM partikel nanokitosan dengan perbesaran 10000 kali

## KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa limbah cangkang haliling (*Filopaludina javanica*) Kalimantan Selatan dapat disintesis menjadi kitosan. Kitosan hasil sintesis dapat dibuat menjadi nanokitosan melalui metode gelasi ionik dengan hasil ukuran partikel rata-rata sebesar 500 nm.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat (DRPM), Direktorat Jenderal Riset dan Pengembangan (Dirjen Risbang), Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi

(Kemenristekdikti) yang telah memberikan kepercayaan kepada penulis untuk mendapatkan hibah Penelitian Dosen Pemula (PDP).

## DAFTAR PUSTAKA

- Akmarina, C. A., & Sriwidodo. (2016). Artikel Review: Aplikasi Kitosan dalam Bidang Farmasetik. *Farmaka*, 14(2), 318–330.
- Amaliyah, N., Ngadiwiyana, Sarjono, P. R., & Ismiyarto. (2018). Antibacterial Activity of Cinnamic Acid - Chitosan Encapsulation. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 21(1), 8–12.
- Andriyani, P. R. (2015). Fauna Lahan Basah “HALILING.” Retrieved August 15, 2018, from <https://pllbmfmpaunlam.wordpress.com/2015/03/02/fauna-lahan->

- basah-haliling/
- Budi, P. M., & Mafidyah, S. H. (2014). *Pembuatan Kitosan dari Cangkang Keong Mas untuk Adsorben Fe pada Air Sumur*. Universitas Sebelas Maret.
- Chairunnisa, P. S., & Wardhana, Y. W. (2016). Karakterisasi Kristal Bahan Padat Aktif Farmasi: Review. *Farmaka*, 14(1), 17–32.
- Dompeipen, E. J., Kaimudin, M., & Dewa, R. P. (2016). Isolasi Kitin dan Kitosan dari Limbah Kulit Udang. *Majalah BIAM*, 12(1), 32–38.
- Fadli, A., Ervina, Drastinawati, & Huda, F. (2016). Sintesis Kitosan Dari Cangkang Udang (pp. 16–23). Riau.
- Hastuti, B., & Tulus, N. (2015). Sintesis Kitosan dari Cangkang Kerang Bulu (Anadara inflata) sebagai Adsorben Ion Cu<sup>2+</sup>. In *Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia VII*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Martien, R., Adhyatmika, A., Farida, V., & Sari, D. P. (2012). Perkembangan Teknologi Nanopartikel dalam Sistem Penghantaran Obat, (August 2015).
- Pratiwi, R. (2014). Manfaat Kitin dan Kitosan bagi Kehidupan Manusia. *Oseana*, 39(1), 35–43.
- Prayogo, E., & Rachmawani, D. (2011). Studi Kandungan Kitosan Cangkang Kapah (Meretrix sp.) di Pantai Amal Lama, 4(2), 21–28.
- Rismana, E., Kusumaningrum, S., Bunga, O., Nizar, & Marhamah. (2014). Pengujian Aktivitas Antiacne Nanopartikel Kitosan – Ekstrak Kulit Buah Manggis (Garcinia mangostana). *Media Litbangkes*, 24(1), 19–27.
- Victor M., S., Andhika, B., & Syauqiah, I. (2016). Pemanfaatan Kitosan dari Limbah Cangkang Bekicot (Achatina fulica) sebagai Adsorben Logam Berat Seng (Zn). *Konversi*, 5(1), 22–26.