

VALIDASI METODE DAN PENETAPAN KADAR FLAVONOID TOTAL SEDIAAN PEMBERSIH WAJAH ROSELLA BERBASIS AIR MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV - VIS

Hidayah Anisa Fitri*, Almira Eka Maharani, Suparman.

Informasi Penulis

Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Purwokerto, Jl K.H.Ahmad Dahlan, Banyumas, 53182, Jawa Tengah, Indonesia

*Korespondensi

Hidayah Anisa Fitri
Email: hidayah.anisa.f@ump.ac.id

Abstrak

Ekstrak bunga rosella diketahui kaya akan senyawa flavonoid antosianin yang memiliki aktifitas sebagai antipolutan, sehingga berpotensi untuk dikembangkan sebagai sediaan kosmetik pembersih wajah. Berdasarkan pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya telah didapatkan formula optimum sediaan berbasis air, yaitu *facial wash gell* dan *micellar water* ekstrak bunga rosella. Analisis kandungan senyawa kimia dalam kedua sediaan sangat penting dilakukan agar dapat mengetahui kadar flavonoid antosianinnya dalam rangka evaluasi mutu produk yang telah dikembangkan. Dalam proses analisis, metode pengujian yang digunakan harus valid untuk menjamin bahwa metode yang digunakan telah sesuai dengan tujuannya. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode dan menganalisis kadar flavonoid total dalam sediaan *facial wash gell* dan *micellar water* ekstrak bunga rosella. Pengujian dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis dimana penentuan validitas metode dilakukan dengan menganalisis nilai parameter linearitas, LOD, LOQ, presisi dan akurasinya. Berdasarkan pada hasil analisis validasi metode, seluruh parameter analisis yang diuji telah memenuhi syarat. Kandungan senyawa flavonoid total pada sediaan *facial wash gell* dan *micellar water* yang ditetapkan dengan metode yang telah valid sebesar $0,482 \pm 0,008$ mgQE/g dan $0,136 \pm 0,001$ mgQE/g.

Kata kunci : *gell, micellar water, rosella, spektrofotometri UV-vis, validasi*

VALIDATION OF METHOD AND DETERMINATION OF TOTAL FLAVONOID CONTENT OF WATER-BASED ROSELLA FACIAL CLEANSER USING UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY

Abstract

Rosella flower extract is known rich in flavonoid anthocyanin that has activity as antipollutants. So it has potential to be developed as a facial cleansing products. On previous studies, the optimum formula of roselle flower extract facial wash gell and micellar water has been obtained as water-base cleansing face products. Analysis of the of chemical compounds in both formula is essential to be conducted in order to determine their flavonoid content for their quality evaluation. In the analysis process, validated method should be used to ensure the method is performed in accordance to its purpose. This study aimed to validate the method and analyze total flavonoid content in the optimum formula of facial wash gell and micellar water containing rosella flower extract. The research was conducted using a UV-Vis spectrophotometry and method's validity was determined by analyzing linearity, LOD, LOQ, precision and accuracy parameter. Based on the results of the validation, all parameters of the analysis tested were qualified. The total flavonoid content of facial wash gell and micellar water determined by the valid method were 0.482 ± 0.008 mg QE/g and 0.136 ± 0.001 mg QE/g.

Keywords: *gell, micellar water, roselle, spectrophotometry UV-vis, validation*

PENDAHULUAN

Bunga dari tumbuhan rosella merupakan bunga yang memiliki berbagai manfaat bagi kesehatan (Da-Costa-Rocha dkk., 2014; Karmana, 2023; Riaz & Chopra, 2018; Sarhadynejad dkk., 2019). Kandungan senyawa flavonoid antosianin yang tinggi di dalamnya diketahui memiliki aktifitas sebagai antipolutan sehingga dapat dikembangkan menjadi sediaan kosmetik pembersih (Catroux dkk., 2001; Nuryanti dkk., 2012). Sediaan antiopolutan mengandung ekstrak bunga rosella diharapkan dapat membantu membersihkan permukaan kulit wajah dari penumpukan kotoran seperti PM (*particulate matters*) dan polutan lain di udara yang dapat memicu berbagai permasalahan pada kulit (English dkk., 2003; Kim dkk., 2016; Koohgoli dkk., 2017).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Falaahdin (2022) dan Maulani (2022), telah didapatkan formula optimum sediaan *facial wash gell* dan *micellar water* antipolutan yang mengandung ekstrak bunga rosella. Kedua sediaan yang telah dikembangkan memiliki parameter parameter krusial memenuhi syarat sebagai sediaan pembersih wajah berbasis air. Namun dalam proses pengembangannya masih diperlukan pengujian yang berhubungan dengan kandungan senyawa kimia dalamnya agar dapat menjamin kualitas sediaan yang telah dibuat. Senyawa bahan alam seperti flavonoid dalam bentuk ekstrak cenderung memiliki stabilitas yang rendah mengingat kualitas ekstrak yang digunakan sangat dipengaruhi oleh proses yang panjang dalam pembuatannya. Dimulai dari penentuan usia panen sampai dengan proses ekstraksinya (Oktami dkk., 2021).

Proses formulasi dan penyimpanan produk tentu juga dapat memiliki pengaruh dalam stabilitas senyawa yang dikandung setelah diformulasikan menjadi sediaan. Kadar suatu senyawa dalam sediaan umumnya akan mengalami penurunan selama waktu penyimpanan karena dapat terjadi penguraian seiring waktu, terutama apabila proses penyimpanan yang tidak sesuai. Penentuan kadar flavonoid dalam *facial wash gell* dan *micellar water* ekstrak bunga rosella penting untuk diketahui untuk mengevaluasi kandungan senyawa aktif pasca optimasi formula yang telah dikembangkan

dan agar dapat memberikan petunjuk mengenai kestabilan kimia senyawa dalam sistem pada uji stabilitas di masa mendatang (Oktami dkk., 2021; Yulianti dkk., 2013).

Metode spektrofotometri UV-Vis banyak digunakan dan diterima untuk analisis senyawa flavonoid karena mudah dilakukan, cepat, cukup spesifik dan hanya dibutuhkan jumlah sampel yang kecil dalam analisisnya. Selain itu metode ini juga selama bertahun-tahun telah secara reliabel dapat digunakan untuk analisis kualitatif atau kuantitatifnya (Mabry dkk., 2012; Patel dkk., 2022). Sehingga metode ini dapat digunakan untuk menganalisis kandungan senyawa flavonoid dalam sediaan *facial wash gell* dan *micellar water* yang mengandung senyawa flavonoid. Namun demikian, dalam melakukan pengujian, diperlukan metode yang tervalidasi.

Validasi metode adalah serangkaian proses penilaian parameter tertentu pada suatu metode analisis sebagai cara untuk membuktikan bahwa parameter yang dinilai tersebut telah memenuhi syarat sesuai dengan klaim penggunaannya (Harmita, 2004). Validasi suatu metode tidak terbatas dilakukan pada metode yang benar-benar baru, melainkan juga dapat dilakukan ulang pada metode yang sudah dianggap *established* seperti pada metode pengujian kadar flavonoid total menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Hal ini disebabkan karena adanya perbedaan kondisi, reagen dan instrumen dapat menyebabkan perbedaan hasil pengujian meskipun metode yang digunakan sama (Sukmawati, 2018). Valid atau tidaknya suatu metode analisis yang digunakan dapat dinilai dari pemenuhan syarat parameter uji validasi yang dilakukan.

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode analisis dan menetapkan kandungan senyawa flavonoid total dalam formula optimal *facial wash gell* dan *micellar water* yang mengandung ekstrak bunga rosella. Parameter validasi krusial yang ditetapkan dalam penelitian ini adalah linearitas, LOD, LOQ, presisi dan akurasi. Pengujian dengan metode yang valid nantinya dapat diaplikasikan dalam evaluasi stabilitas kimia produk guna menjamin kualitasnya.

METODE

Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aquadest, AlCl₃ 10% (Merck), kuersetin (Sigma Aldrich), etanol PA (Merck), natrium asetat 1M (Merck), sediaan produk *facial wash gell* (mengandung ekstrak bunga rosella 1%) dan *micellar water* (mengandung ekstrak bunga rosella 1%). Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat gelas (Pyrex), kuvet kaca dan instrumen spektrofotometri UV-Vis (Shimadzu).

Tahapan Penelitian

1. Preparasi pembuatan larutan standar, reagen dan sampel uji

Larutan standar yang diperlukan pada penelitian adalah larutan stok kuersetin 500ppm dan 100ppm dalam etanol p.a. Larutan stok 500ppm dibuat seri pengenceran 25ppm, 50ppm, 100ppm 125ppm, dan 150ppm. Untuk pengujian senyawa flavonoid total dibuat larutan AlCl₃ 10% dalam aquadest, dan larutan natrium asetat 1M.

Preparasi larutan sampel uji dilakukan dengan membuat larutan stok produk dalam etanol p.a. Untuk sampel *facial wash gell* dibuat larutan stok dengan konsentrasi 20% sedangkan sampel *micellar water* sebesar 30%. Larutan stok *facial wash gell* dibuat dengan memipet 2mL sediaan ke dalam labu takar 10mL, kemudian diadkan dengan etanol sampai dengan tanda. Sedangkan sampel *micellar water* dibuat dengan memipet 3mL sediaan ke dalam labu takar 10mL dan diadkan dengan etanol sampai tanda.

2. Penentuan panjang gelombang maksimal dan *operating time*

Penentuan panjang gelombang maksimal dilakukan dengan membuat campuran uji yang telah diinkubasi terhindar dari cahaya selama 35 menit untuk kemudian dibaca pada panjang gelombang 400-800 sampai didapatkan absorbansi pada panjang gelombang maksimal. Adapun campuran yang dibaca absorbansinya adalah campuran 1mL kuersetin 100ppm, 0,2 mL AlCl₃, 0,2 mL Na asetat 1M, 3mL etanol PA dan diadkan dengan

aqua dest sampai 10mL (Kementrian Kesehatan Republik Indonesia, 2017).

Penetapan *operating time* dilakukan dengan membuat campuran uji yang sama seperti untuk pembacaan panjang gelombang maksimal namun absorbansinya dibaca tiap dua menit pada panjang gelombang maksimal sampai didapatkan waktu dengan absorbansi yang stabil (Asmorowati dan Lindawati, 2019).

3. Penetapan kadar flavonoid total
Hasil data uji lima seri konsentrasi kuersetin diplotkan dalam hubungan regresi linier dengan x sebagai konsentrasi (ppm) dan y sebagai absorbansi. Sehingga didapatkan suatu persamaan $y = bx + a$. Selanjutnya dicari nilai x sebagai konsentrasi (C) dengan memasukan data y yang merupakan data absorbansi sampel. Untuk menetapkan kadar flavonoid totalnya data C kemudian dimasukkan ke dalam persamaan berikut yang mengacu pada Fitri and Pamungkasih (2022) dan Kementrian Kesehatan Republik Indonesia (2017) dengan modifikasi :

$$\text{Kadar flavonoid total (mgQE/g)} = \frac{C (\text{ppm}) \times V (\text{mL}) \times fp}{1000 \times W (\text{g})} \quad (1)$$

Keterangan :

C : konsentrasi senyawa dalam cuplikan (ppm)

V : volume larutan uji sebelum pengenceran (mL)

fp : faktor pengenceran larutan uji

W : bobot bahan uji (g)

Replikasi dilakukan secara triplo

4. Penetapan linearitas
Linearitas didapatkan dengan menghitung rata-rata nilai koefisien korelasi (r) pada persamaan regresi yang didapatkan dari hasil *plotting* lima seri konsentrasi senyawa kuersetin (kurva baku kuersetin) dengan sumbu x adalah konsentrasi (ppm) dan y adalah absorbansi. Replikasi dilakukan secara triplo (Harmita, 2004).
5. Penetapan LOD (*Limit of Detection*) dan LOQ (*Limit of Quantification*)

Nilai batas deteksi dan batas kuantifikasi dapat dihitung secara statistik dari data absorbansi kurva baku kuersetin yang dilakukan secara triplo. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan rumus (Harmita, 2004):

$$LOD = \frac{3 \times Sb}{b} \quad (2)$$

$$LOQ = \frac{10 \times Sb}{b} \quad (3)$$

Keterangan :

K : konstanta; untuk LOD =3 untuk LOQ = 10

Sb : simpangan baku

b : slope

6. Penetapan nilai presisi

Penetapan nilai presisi dilakukan untuk kuersetin dan flavonoid sampel produk *facial wash gell* dan *micellar water*.

Nilai presisi untuk kuersetin dilakukan dengan membuat larutan kuersetin dengan konsentrasi 100 ppm. Untuk campuran larutan yang dibaca absorbansinya volume kuersetin yang digunakan adalah 2mL sedangkan sampel produk adalah 1mL. Dilakukan replikasi sebanyak enam kali dan masing masing replikasi dibaca duplo.

Data absorbansi sampel kemudian dihitung SD dan RSDnya dengan rumus berikut (Harmita, 2004):

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(y-\bar{y})^2}{n-1}} \quad (4)$$

$$RSD = \frac{SD}{Rata-rata} \times 100\% \quad (5)$$

Keterangan :

y : absorbansi sampel

\bar{y} : rerata absorbansi sampel

n : jumlah replikasi

Digunakan juga rumus 2/3 CV Horwitz sebagai pembanding %RSD untuk validasi nilai presisi dari data yang didapatkan. Adapun rumus CV Horwitz adalah sebagai berikut :

$$CV (\%) = 2^{1-0,5 \cdot \log C} \quad (6)$$

Dimana C adalah konsentrasi sampel (ppm).

7. Penetapan nilai akurasi

Penetapan nilai akurasi hanya dilakukan untuk sampel produk *facial wash gell* dan *micellar water*. Metode addisi dilakukan untuk penetapan validitas akurasi metode yang digunakan untuk menganalisis sampel. Larutan

stok masing-masing sampel *facial wash gell* (20%) dan *micellar water* (30%) ditambahkan dengan 20ppm, 30ppm dan 40ppm kuersetin. Selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansinya. Analisis dilakukan dengan menghitung % recovery atau persentase perolehan kembali dengan rumus berikut (Harmita, 2004) :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(Cf - CA)}{(C^*A)} \times 100\% \quad (7)$$

Keterangan :

Cf : konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

CA: konsentrasi sebenarnya

C*A : konsentrasi analit yang ditambahkan.

8. Penetapan kadar sampel

Untuk penetapan kadar flavonoid total pada sampel yang diuji, diambil masing-masing 1mL atau 2mL larutan yang akan diuji (larutan seri konsentrasi kuersetin, sampel *facial wash gell* dan sampel *micellar water*) kemudian ditambahkan 0,2mL AlCl₃, 0,2mL natrium asetat 1M, 3mL etanol PA dan diadkan 10mL dengan aquadest sampai batas tanda. Selanjutnya larutan dibolak balik dan diinkubasi terhindar dari cahaya sesuai dengan *operating time* dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimal. Adapun larutan blanko yang digunakan adalah campuran tanpa sampel. Pengujian dilakukan secara replikasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Panjang Gelombang Maksimal dan Operating time

Hasil penentuan panjang gelombang maksimum dan *operating time* pada penelitian ini dapat dilihat pada **Gambar 1** dimana serapan tertinggi sampel yang diuji terbaca pada panjang gelombang 431 nm dengan absorbansi tertinggi yaitu 0,451. Sedangkan *operating time* yang didapatkan adalah 34 menit pada panjang gelombang maksimal.

Panjang gelombang maksimal dan *operating time* merupakan dua hal krusial yang harus dilakukan dalam melakukan analisis untuk menetapkan senyawa flavonoid total menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Penentuan panjang gelombang maksimal dan *operating time* pada penelitian ini menggunakan senyawa kuersetin yang telah membentuk kompleks dengan logam

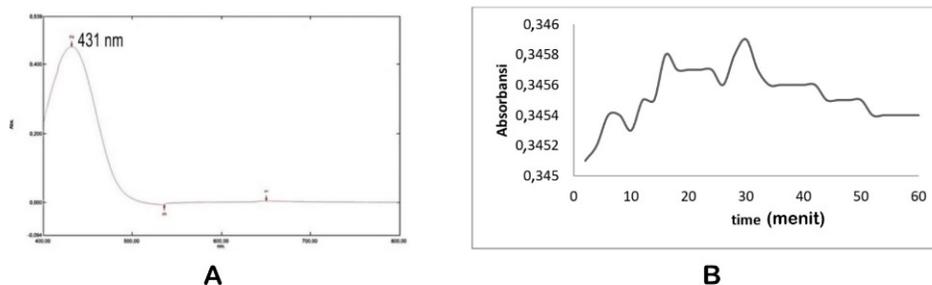
AlCl_3 (**Gambar 2**) yang nantinya dianggap sebagai sebagai kadar flavonoid total yang setara dengan kuersetin.

Penggunaan panjang gelombang maksimal pada metode spektrofotometri harus dilakukan karena senyawa uji akan memiliki absorbansi maksimal pada panjang gelombang maksimal dan bersifat spesifik sehingga meminimalkan kesalahan dan memungkinkan untuk dilakukan keberulangan pengujian (Pangastuti dan K.s, 2017; Sukmawati, 2018; Yunita dkk., 2019). Panjang gelombang maksimal pada penelitian ini yaitu 431 nm yang masih masuk pada range panjang gelombang maksimal untuk penetapan kadar flavonoid total dengan metode yang sama, yaitu antara 400-450nm (Aminah dkk., 2017).

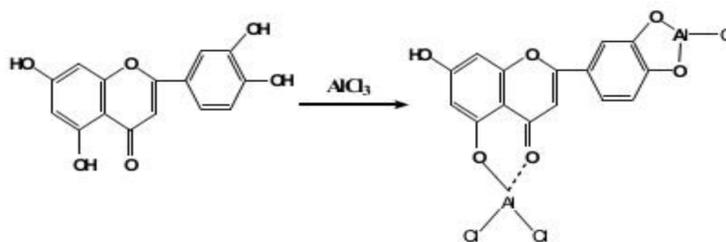
Senyawa flavonoid termasuk kuersetin dan antosianin adalah senyawa polifenol yang pasti dapat dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer karena minimal memiliki satu

cincin aromatis dengan ikatan rangkap terkonjugasi (Mabry dkk., 2012). Selain cincin aromatis, struktur gugus hidroksil pada struktur cincin B yang saling ortho dapat dengan mudah diidentifikasi dengan metode spektrofotometri ketika membentuk senyawa kompleks dengan senyawa logam seperti AlCl_3 dalam suasana asam (Shraim dkk., 2021).

Reaksi kompleks (**Gambar 2**) yang terjadi dalam analisis penentuan kadar flavonoid dengan AlCl_3 membutuhkan waktu atau *operating time*. *Operating time* adalah waktu yang dibutuhkan oleh suatu senyawa untuk membentuk senyawa kompleks yang stabil (Yunita dkk., 2019). *Operating time* ditetapkan sejak terlihat adanya absorbansi yang stabil sebelum terjadinya penurunan nilai absorbansi yang bertahap yang diukur pada panjang gelombang maksimal. *Operating time* untuk sampel dapat berbeda-beda yang salah satunya dapat dipengaruhi oleh bentuk sampel yang diuji (Pekal, 2014).



Gambar 1. Grafik Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (A) dan *Operating Time* (B)



Gambar 2. Reaksi Kompleks Kuersetin dengan AlCl_3 (Gurtanti dkk., 2017)

Pembacaan absorbansi sampel sebaiknya tidak dilakukan sebelum atau setelah *operating time*. Apabila dilakukan sebelumnya, maka absorbansi tidak akan maksimal karena senyawa kompleks yang terbentuk belum sempurna, sedangkan

apabila dilakukan setelahnya maka kemungkinan besar senyawa telah rusak (Pratiwi, 2020). *Operating time* pada penelitian ini yaitu 34 menit yang sejalan dengan penelitian serupa yang dilakukan oleh Asmorowati dan Lindawati (2019).

Validasi Kurva Baku Kuersetin

Kurva baku kuersetin pada penelitian ini perlu divalidasi karena kurva baku inilah yang nantinya menjadi standar untuk menentukan kandungan senyawa flavonoid total pada sampel sebagai kuersetin. Parameter kurva baku kuersetin meliputi linearitas, LOD, LOQ dan presisinya. Hasil analisis validasi kuersetin dapat dilihat pada **Tabel 1**.

Linearitas pada kurva baku merupakan parameter yang menunjukkan adanya hubungan antara dua variabel yang bernilai sebanding pada *range* konsentrasi yang digunakan. Dalam metode spektrofotometri UV-Vis, nilai linearitas dapat memberikan informasi bahwa pengujian telah memenuhi hukum lambert beer, dimana absorbansi akan sebanding dengan konsentrasi (Velavan, 2015). Semakin linear suatu data hasil kurva baku, maka akan semakin menunjukkan kinerja metode yang semakin baik (Fatimah dkk., 2018).

Nilai linearitas dapat dilihat dari nilai *r* (koefisien korelasi) atau *slope* yang didapatkan dari persamaan regresi linier pada hasil pengeplotan data antara dua variabel. Linearitas dapat diterima jika nilai *r* mendekati 1 (Azizah dkk., 2014). Pada penelitian ini, nilai *r* kurva baku kuersetin yang didapatkan adalah 0,9981 yang artinya telah memenuhi syarat. Persamaan regresi linear yang didapat adalah $y = 0,0052x + 0,0984$ dimana sumbu *x* adalah konsentrasi dan sumbu *y* adalah absorbansi.

Tiap metode dan instrumen memiliki keterbatasan analisis sehingga penentuan LOD dan LOQ dalam analisis perlu untuk dilakukan agar tidak menimbulkan bias perhitungan (Tulandi, 2015). LOD atau *limit of detection* adalah suatu parameter yang menunjukkan batas minimal konsentrasi analit yang dapat dideteksi dengan metode dan instrumen yang digunakan (Harmita, 2004). Sedangkan LOQ atau *limit of quantification* adalah suatu parameter yang menunjukkan batas minimal analit yang dapat dianalisis secara akurat dan presisi (Nofita dkk., 2020). Metode penelitian ini memiliki LOD sebesar 8,345ppm sedangkan LOQ nya adalah 27,817ppm.

Presisi merupakan suatu parameter yang menunjukkan bahwa metode uji dapat memberikan kesamaan hasil apabila dilakukan secara berulang-ulang. Selain derajat keterulangan, presisi juga menunjukkan tingkat ketelitian atau keseksamaan dari metode uji yang dilakukan dengan analisis, alat, reagen, dan waku yang sama (Harmita, 2004).

Nilai presisi diketahui dari nilai simpangan baku (SD) dan dinyatakan dalam persen simpangan baku (% RSD). Suatu metode dikatakan presisi apabila %RSD kurang dari 2% atau kurang dari 2/3% dari CV horwitz (Harmita, 2004). Pada penelitian ini didapatkan hasil nilai %RSD metode sebesar 1,899% memenuhi syarat karena kurang dari 2% dan kurang dari nilai 2/3 %CV Horwitz yaitu 5,334%.

Validasi Metode Analisis Facial wash Gell Rosella dan Micellar water Rosella

Parameter analisis yang divalidasi untuk sampel produk *facial wash gell* dan *micellar water* yang digunakan pada penelitian ini ada dua, yaitu presisi dan akurasi. Pada penelitian ini tidak dilakukan proses preparasi yang rumit karena basis sediaan adalah air dan seluruh bahan yang digunakan telah larut dalam pembawanya sehingga menghasilkan cuplikan yang jernih dan dapat dianalisis secara spektrofotometri. Hasil validasi metode analisis untuk parameter keduanya dapat dilihat pada **Tabel 2**. Pada penelitian ini didapatkan nilai presisi untuk kedua sediaan yang memenuhi syarat, yaitu kurang dari 2%. %RSD untuk sediaan *facial wash gell* dan *micellar water* masing masing adalah 1,45% dan 1,215%.

Akurasi adalah suatu parameter yang memberikan jaminan bahwa metode dapat memberikan hasil yang mendekati dengan nilai sebenarnya (Harmita, 2004). Pada penelitian ini penetapan nilai akurasi dilakukan dengan metode addisi, yaitu penambahan senyawa standar standar yang telah diketahui konsentrasinya dalam sampel.

Senyawa standar yang ditambahkan pada masing-masing sampel sediaan adalah senyawa kuersetin dengan seri konsentrasi 20ppm, 30ppm dan 40ppm. Suatu metode dikatakan akurat apabila % perolehan kembalinya atau % *recovery* nya masuk dalam rentang keberterimaan sebesar 80%-120%

(Harmita, 2004). Pada penelitian ini didapatkan % recovery kedua sampel sediaan yang memenuhi syarat, yaitu 89,779% untuk *facial wash gell* dan 88,746% untuk sediaan micellar water.

Berdasarkan pada data hasil analisis dapat disimpulkan bahwa metode analisis memiliki keberulangan, ketelitian, serta akurasi yang baik untuk digunakan pada uji penetapan kadar flavonoid total dalam sampel sediaan.

Tabel 1. Hasil validasi kurva baku kuersetin

Parameter	Nilai	Keterangan
Linearitas	r = 0,9981	Memenuhi syarat
LOD	8,345 ppm	-
LOQ	27,817 ppm	-
Presisi	%RSD = 1,899%	Memenuhi syarat

Tabel 2. Hasil Validasi Parameter Presisi dan Akurasi Sediaan *Facial Wash Gell* dan *Micellar Water* Rosella

Sediaan	Presisi (%RSD)	Akurasi (%Recovery)	Keterangan
<i>Facial wash gell</i>	1,450	89,779	Memenuhi syarat
<i>Micellar water</i>	1,215	88,746	Memenuhi syarat

Penetapan Kadar Flavonoid Total dalam Sediaan *Facial wash Gell* dan *Micellar water* Rosella

Metode pengujian yang telah valid kemudian digunakan untuk menetapkan kadar flavonoid total dalam sediaan. Hasil penetapan kadar flavonoid total dalam sediaan dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Kadar senyawa flavonoid total pada kedua sediaan masing masing adalah 0,482 mgQE/g untuk sediaan *facial wash* ekstrak rosella dan 0,135

mgQE/g. Kadar yang ditetapkan juga berada di atas batas LOD dan LOQ yang telah ditetapkan sehingga hasil analisis kadar yang dilakukan telah terjamin validitasnya.

Meskipun pada penelitian ini kadar flavonoid total, termasuk senyawa antosianin dalam sediaan telah dapat ditetapkan, namun metode analisis masih perlu dikembangkan terutama untuk analisis senyawa flavonoid yang lebih spesifik yang terkandung di dalam ekstrak yang digunakan dalam formulasi, yaitu senyawa antosianin.

Tabel 3. Hasil Penetapan Kadar Flavonoid Total Sampel Sediaan

replikasi	Konsentrasi (ppm)	Kandungan senyawa flavonoid total (mgQE/g)	Rerata kandungan senyawa flavonoid total (mgQE/g)
Sediaan <i>facial wash gell</i>			
1	94,739	0,473	0,482 ± 0,008
2	96,846	0,484	
3	98,000	0,490	
Sediaan <i>micellar water</i>			
1	40,307	0,134	0,136 ± 0,001
2	41,076	0,136	
3	41,461	0,138	

KESIMPULAN

Metode penetapan kadar sediaan pembersih wajah berbasis air pada percobaan ini telah valid karena parameter linearitas, LOD, LOQ, presisi dan akurasi seluruhnya telah memenuhi syarat. Kandungan senyawa flavonoid total pada sediaan *facial wash gell* dan *micellar water* yang ditetapkan dengan metode yang valid sebesar $0,482 \pm 0,008$ mgQE/g dan $0,136 \pm 0,001$ mgQE/g.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LPPM Universitas Muhammadiyah Purwokerto yang telah membiayai penelitian ini melalui program hibah internal penelitian pemula tahun 2022/2023.

PUSTAKA

Aminah, A., Tomayahu, N., & Abidin, Z. (2017). Penetapan kadar flavonoid total ekstrak etanol kulit buah alpukat (*Persea Americana* Mill.) Dengan metode spektrofotometri *UV-Vis*. *Jurnal Fitofarmaka Indonesia*, 4(2), Article 2. <https://doi.org/10.33096/jffi.v4i2.265>

Asmorowati H, Lindawati NY, 2019, Penetapan kadar flavonoid total buah alpukat biasa (*Persea americana* Mill.) dan alpukat mentega (*Persea americana* Mill.) dengan metode spektrofotometri *UV-Vis*, *Jurnal Ilmiah Farmasi*, 15(2), Article 2. doi: [org/10.20885/jif.vol15.iss2](https://doi.org/10.20885/jif.vol15.iss2).

Azizah DN, Kumolowati E, Faramayuda F, 2014, Penetapan kadar flavonoid metode $AlCl_3$ pada ekstrak metanol kulit buah kakao (*Theobroma cacao* L.). *Kartika: Jurnal Ilmiah Farmasi*, 2(2), Article 2, doi: [org/10.26874/kjif.v2i2.14](https://doi.org/10.26874/kjif.v2i2.14)

Catroux P, Cotovio J, Pruche F, 2001, The use of anthocyanins in cosmetic compositions to protect against pollution, especially toxic gases and ozone (Patent FR2809003A1), patents.google.com/patent/FR2809003A1/en.

Da-Costa-Rocha I, Bonnlaender B, Sievers H, Pischel I, Heinrich M, 2014, *Hibiscus sabdariffa* L. a phytochemical and pharmacological review, *Food Chemistry*, 165, 424–443, doi: [org/10.1016/j.foodchem.2014.05.002](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.05.002).

English JSC, Dawe RS, Ferguson J, 2003, Environmental effects and skin disease, *British Medical Bulletin*, 68, 129–142, doi: [org/10.1093/bmb/ldg026](https://doi.org/10.1093/bmb/ldg026).

Falahdin FI, 2022, Optimasi formula facial wash gel ekstrak kuncup bunga rosella (*Hibiscus sabdariffa* L.), Skripsi Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

Fatimah SF, Aisyah V, Nurani LH, Edityaningrum CA, 2018, Validasi metode analisis β -karoten dalam ekstrak etanol 96% spirulina maxima dengan spektrofotometri visibel. *Media Farmasi: Jurnal Ilmu Farmasi*, 15(1), Article 1, doi: [org/10.12928/mf.v15i1.12354](https://doi.org/10.12928/mf.v15i1.12354).

Fitri HA, Pamungkasih CO, 2022, Pengaruh proses pembuatan tisane “wedang uwuh” terhadap kandungan polifenol dan aktifitas penangkap radikal bebasnya. *PHARMACY: Jurnal Farmasi Indonesia (Pharmaceutical Journal of Indonesia)*, 19(1), Article 1. doi: [org/10.30595/pharmacy.v19i1.12827](https://doi.org/10.30595/pharmacy.v19i1.12827).

Gurtanti A, Annisa J, Mughniy M, Rizqi FD, 2017, Effect of regional variation on the total flavonoid level of ethanol extract of mangosteen (*Garcinia mangostana*) peels / *JKKI : Jurnal Kedokteran dan Kesehatan Indonesia*, journal.uui.ac.id/JKKI/article/view/8203.

Harmita H, 2004, Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 117–135, doi: [org/10.7454/psr.v1i3.3375](https://doi.org/10.7454/psr.v1i3.3375).

Karmana IW, 2023, Artikel Review: Bioaktivitas bunga rosella (*hibiscus sabdariffa* l.) beserta pemanfaatannya. *Educatoria: Jurnal Ilmiah Ilmu Pendidikan*, 3(3), Article 3, doi: [org/10.36312/educatoria.v3i3.200](https://doi.org/10.36312/educatoria.v3i3.200).

Kemenkes RI, 2017, Farmakope Herbal Indonesia Edisi II (II), Kemenkes RI.

Kim KE, Cho D, Park HJ, 2016, Air pollution and skin diseases: Adverse effects of airborne particulate matter on various skin diseases, *Life Sciences*, 152, 126–134, doi: [org/10.1016/j.lfs.2016.03.039](https://doi.org/10.1016/j.lfs.2016.03.039).

Koohgoli R, Hudson L, Naidoo K, Wilkinson S, Chavan B, Birch-Machin MA, 2017, Bad air gets

under your skin. *Experimental Dermatology*, 26(5), 384–387, doi: [org/10.1111/exd.13257](https://doi.org/10.1111/exd.13257).

Mabry T, Markham KR, Thomas MB, 2012, The systematic identification of flavonoids. Springer Science & Business Media.

Maulani F, 2022, Optimasi formula micellar water ekstrak kuncup bunga rosella (*Hibiscus sabdariffa* L.) Skripsi Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

Nofita D, Sari SN, Mardiah H, 2020, Penentuan fenolik total dan flavonoid ekstrak etanol kulit batang matao (*Pometia pinnata* J.R & G.Forst) secara Spektrofotometri. *Chimica et Natura Acta*, 8(1), Article 1, doi: [org/10.24198/cna.v8.n1.26600](https://doi.org/10.24198/cna.v8.n1.26600).

Nuryanti S, Matsjeh S, Anwar C, Raharjo TJ, 2012, Isolation anthocyanin from roselle petals (*Hibiscus sabdariffa* L) and the effect of light on the stability, *Indonesian Journal of Chemistry*, 12(2), Article 2, doi: [org/10.22146/ijc.21358](https://doi.org/10.22146/ijc.21358).

Oktami E, Lestari F, Aprilia H, 2021, Studi literatur uji stabilitas sediaan farmasi bahan alam, *Prosiding Farmasi*, 7(1), Article 1, doi: [org/10.29313/v7i1.26117](https://doi.org/10.29313/v7i1.26117).

Pangastuti DD, Ks, RDS, 2017, Perbandingan kondisi optimum pereduksi natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃) dan hidrosilamin hidroklorida (NH₂OH.HCl) pada analisa kadar total besi secara spektrofotometri UV-Vis, *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 6(1), Article, doi: [org/10.12962/j23373520.v6i1.22793](https://doi.org/10.12962/j23373520.v6i1.22793).

Patel S, Raulji A, Patel D, Panchal D, Dalwadi M, Upadhyay DU, 2022. A review on “Uv Visible Spectroscopy.” 7(5).

Pekal A, 2014, Evaluation of aluminium complexation reaction for flavonoid content assay *Food Analytical Methods*, 7, 1776–1782, doi: [org/10.1007/s12161-014-9814-x](https://doi.org/10.1007/s12161-014-9814-x).

Pratiwi CA, 2020, Perbandingan kadar flavonoid total dan fenolik total pada ekstrak etanol bunga rosella merah (*Hibiscus sabdariffa* L.) asal kabupaten bengkulu tengah dan kabupaten

semarang dengan metode spektrofotometri Uv-Vis [S1, Universitas Ngudi Waluyo, doi: [org/10/S1_050217A107_BAB%20V](https://doi.org/10/S1_050217A107_BAB%20V).

Riaz G, Chopra R, 2018, A review on phytochemistry and therapeutic uses of *Hibiscus sabdariffa* L. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 102, 575–586, doi: [org/10.1016/j.biopha.2018.03.023](https://doi.org/10.1016/j.biopha.2018.03.023).

Sarhadynejad Z, Ansari Dogaheh M, Eslaminejad T, 2019, An overview of the *Roselle* plant with particular.

Shraim AM, Ahmed TA, Rahman MM, Hijji YM, 2021, Determination of total flavonoid content by aluminum chloride assay: A critical evaluation, *LWT*, 150, 111932, doi: [org/10.1016/j.lwt.2021.111932](https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111932).

Sukmawati S, 2018, Optimasi dan validasi metode analisis dalam penentuan kandungan total flavonoid pada ekstrak daun geddi hijau (*Abelmoscus Manihot* L.) yang diukur menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. *Pharmacon*, 7(3), Article 3, doi: [org/10.35799/pha.7.2018.20117](https://doi.org/10.35799/pha.7.2018.20117).

Tulandi GP, 2015, *Validasi* Metode analisis untuk penetapan kadar parasetamol dalam sediaan tablet secara spektrofotometri ultraviolet | *Pharmacon*, ejournal.unsrat.ac.id/v3/index.php/pharmacon/article/view/10205.

Velavan S, 2015, *Phytochemical Techniques—A Review*.

Yulianti E, Kusumaningrum S, Risma E, Nizar N, Rosidah I, 2013, Pengujian stabilitas sediaan antiacne berbahan baku aktif nanopartikel kitosan/ ekstrak manggis—pegagan. *Buletin Penelitian Kesehatan*, 41(4), 20063.

Yunita E, Arifah EN, Tamara VF, 2019, Validasi metode penetapan kadar vitamin c kulit jeruk keprok (*Citrus reticulata*) secara spektrofotometri UV-Vis. *PHARMACY: Jurnal Farmasi Indonesia (Pharmaceutical Journal of Indonesia)*, 16(1), 118, doi: [org/10.30595/pharmacy.v16i1.4552](https://doi.org/10.30595/pharmacy.v16i1.4552).