

Penentuan Kandungan Fluorida Total dalam Air Minum dan Pasta Gigi Menggunakan Potensiometri dengan Ion Selektif Elektroda

Determination of Total Fluoride Content in Drinking Water and Toothpaste Using Potentiometry with an Ion-Selective Electrode

Sri Wahyuni*, Kinanti Sasura Nandini, Alex L. Suherman
Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, International Women University, Bandung
40173, Indonesia

*E-mail: sriwahyuni@iwu.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.26874/jkk.v8i2.1084>

Received: 2 June 2025, Revised: 27 Feb 2026, Accepted: 2 March 2026, Online: 17 April 2026

Abstrak

Penelitian ini bertujuan menentukan kadar fluorida dalam air minum dalam kemasan dan pasta gigi menggunakan metode potensiometri dengan elektroda ion selektif fluorida (F-ISE) dan memverifikasi hasilnya melalui metode kolorimetri berbasis kompleksasi alizarin complexone menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kalibrasi F-ISE menggunakan standar NaF (0,01–1,0 mg/L) dalam larutan TISAB (1:1) menunjukkan linearitas yang baik ($R^2 = 0,9996$) dengan slope mendekati nilai teoritis Nernst. Uji pemulihan memberikan akurasi yang memadai dengan nilai rata-rata 88,2%. Hasil analisis menunjukkan bahwa sebagian besar sampel air minum mengandung fluorida di bawah batas aman, kecuali satu merek (IND) dengan kadar 2,289 mg/L yang melebihi batas maksimum WHO (1,5 mg/L). Pada sampel pasta gigi, satu produk dewasa (PEP) memenuhi standar BPOM, dua produk anak (KOD dan ENZ) berada dalam kisaran aman, sedangkan satu produk dewasa lainnya (CAL) menunjukkan kadar fluorida yang melebihi batas rekomendasi. Verifikasi silang dilakukan pada empat sampel menggunakan kedua metode. Metode kolorimetri menunjukkan linearitas yang baik ($R^2 = 0,998$) dan perbandingan hasil antar-metode menghasilkan deviasi kurang dari 4%, yang menandakan kesesuaian dan konsistensi hasil pengukuran. Pengaruh interferensi ion Al^{3+} dan Fe^{3+} terhadap pengukuran F-ISE juga dievaluasi. Tanpa TISAB, kedua ion tersebut menyebabkan penurunan hasil pengukuran sebesar 18–28% akibat pembentukan kompleks. Penambahan TISAB efektif mengurangi interferensi dengan sisa bias pengukuran sebesar 1,7–4,4%.

Kata kunci: Elektroda Ion Selektif, Fluorida, Kolorimetri, Pasta Gigi, Potensiometri

Abstract

This study determined fluoride levels in bottled drinking water and toothpaste using a fluoride ion-selective electrode (F-ISE) and verified the results using a colorimetric method based on alizarin complexone with UV-Vis spectrophotometry. F-ISE calibration with NaF standards (0.01–1.0 mg/L) in TISAB (1:1) showed excellent linearity ($R^2 = 0.9996$) and near-Nernstian response, with an average recovery of 88.2%. Most bottled water samples contained fluoride below the safety limit, except one brand (IND) with 2.289 mg/L, exceeding the WHO guideline (1.5 mg/L). Among toothpaste samples, one adult formulation (PEP) met BPOM standards, two children's products (KOD and ENZ) were within safe ranges, while another adult product (CAL) exceeded the recommended fluoride level. Cross-validation on four representative samples showed good linearity for the colorimetric method ($R^2 = 0.998$) and inter-method deviations below 4%, indicating strong agreement between the two analytical approaches. The effect of Al^{3+} and Fe^{3+} interference on F-ISE measurements was also assessed. Without TISAB, fluoride readings decreased by 18–28% due to complex formation, whereas TISAB addition effectively minimized interference, leaving a residual bias of 1.7–4.4%.

Keywords: Colorimetry, Fluoride, Ion Selective Electrode, Potentiometry, Toothpaste



1. Pendahuluan

Fluorida (F^-) berperan penting dalam kesehatan gigi karena dapat mencegah karies melalui penguatan enamel. Ion ini mendukung proses remineralisasi dan membentuk fluorapatit yang lebih stabil dibandingkan hidroksiapatit, sehingga enamel lebih tahan terhadap demineralisasi oleh asam bakteri. Selain itu, fluorida juga memiliki efek antibakteri dengan menghambat aktivitas bakteri kariogenik, seperti *Streptococcus mutans* [1,2].

Manfaat fluorida sangat bergantung pada konsentrasinya. Paparan yang terlalu rendah tidak memberikan perlindungan optimal, sedangkan paparan berlebih dapat menimbulkan risiko kesehatan. Dampak yang paling umum adalah fluorosis gigi, yang ditandai perubahan warna hingga kerusakan struktur enamel. Pada paparan kronis yang lebih tinggi, fluorida juga dapat menyebabkan fluorosis tulang yang memengaruhi kekuatan dan mobilitas tulang [1]. Oleh karena itu, pengendalian kadar fluorida yang seimbang menjadi aspek penting dalam kebijakan kesehatan masyarakat [3].

WHO merekomendasikan kadar fluorida dalam air minum sebesar 0,5–1,5 mg/L untuk mencegah karies sekaligus meminimalkan risiko fluorosis [4]. Di Indonesia, BPOM mengatur kadar fluorida dalam pasta gigi melalui Peraturan Nomor 23 Tahun 2019, yaitu 1000–1500 ppm untuk produk dewasa dan 250–1000 ppm untuk anak-anak [5]. Paparan fluorida terutama berasal dari air minum dan produk perawatan mulut. Kandungan fluorida dalam air dipengaruhi kondisi geologi, khususnya di wilayah vulkanik atau daerah dengan batuan kaya fluorida [6]. Dengan kondisi geologi yang beragam, Indonesia berpotensi memiliki variasi kadar fluorida antardaerah. Namun, data mengenai kandungan fluorida dalam air minum kemasan masih terbatas, sehingga diperlukan studi verifikasi untuk memastikan tingkat paparan masyarakat.

Pasta gigi merupakan salah satu sumber utama asupan fluorida harian. Berbagai merek yang beredar di Indonesia mencantumkan klaim kandungan fluorida, namun klaim tersebut tidak selalu didukung oleh verifikasi laboratorium independen. Kondisi ini berpotensi menimbulkan ketidaksesuaian antara kandungan aktual dan informasi pada label, yang dapat meningkatkan risiko kesehatan jika kadarnya terlalu tinggi atau menurunkan efektivitas pencegahan karies jika terlalu rendah [1–3]. Oleh karena itu, pemantauan kandungan fluorida pada pasta gigi menjadi penting untuk perlindungan konsumen dan

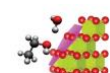
mendukung kebijakan kesehatan gigi preventif [4,7].

Analisis fluorida dapat dilakukan dengan berbagai metode. Kromatografi ion memiliki spesifisitas dan sensitivitas tinggi serta mampu menganalisis multi-analit, namun biaya tinggi, kompleksitas operasional, dan kerentanan kolom terhadap matriks padat seperti pasta gigi membatasi penerapannya untuk surveilans rutin [8–10]. Metode spektrofotometri SPADNS relatif sederhana dan umum digunakan untuk air minum, tetapi kurang sesuai untuk matriks pekat tanpa tahap *sample pre-treatment* tambahan dan terbatas dalam pengukuran total fluorida [11–13]. Elektroforesis kapiler dan titrasi kompleksometri umumnya terkendala ketersediaan instrumen, selektivitas, atau kebutuhan validasi khusus [10,14].

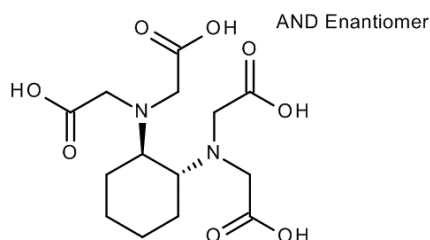
Untuk pengukuran yang cepat, andal, dan efisien pada air minum dan pasta gigi, metode potensiometri menggunakan fluorida ion-selective electrode (F-ISE) dinilai lebih proporsional [9,10,15–17]. Dengan kalibrasi multipoint dan penggunaan TISAB, F-ISE memberikan hasil stabil pada air minum serta toleran terhadap pengenceran tinggi pada pasta gigi [18]. Fluorida terikat, seperti monofluorofosfat, dapat diukur melalui tahap hidrolisis atau konversi stoikiometri. Pendekatan yang direkomendasikan adalah penggunaan F-ISE sebagai metode utama, dengan verifikasi IC pada sampel yang mendekati batas regulasi untuk meningkatkan akurasi dan kredibilitas hasil [8–10].

Metode potensiometri F-ISE bekerja dengan mengukur perbedaan potensial antara elektroda F-ISE dan elektroda referensi, kemudian mengkonversinya menjadi konsentrasi ion fluorida via persamaan Nernst [19]. Keunggulan metode potensiometri F-ISE dibandingkan metode lain tersebut, terletak pada kemudahan implementasi, penggunaan reagen minimal, dan waktu analisis yang singkat, meskipun sampel seperti pasta gigi tetap memerlukan perlakuan tambahan agar seluruh fluorida, baik bebas maupun terikat, dapat terukur secara representatif [9,19].

Salah satu komponen kunci dalam potensiometri F-ISE adalah penggunaan *Total Ionic Strength Adjustment Buffer* (TISAB) dengan struktur kimia seperti pada **Gambar 1**. Buffer ini menjaga kekuatan ionik tetap konstan, mengatur pH, dan melepaskan fluorida dari ikatan dengan ion logam seperti aluminium atau besi, sehingga mengurangi interferensi dan meningkatkan reliabilitas pengukuran [20,21]. Peran TISAB

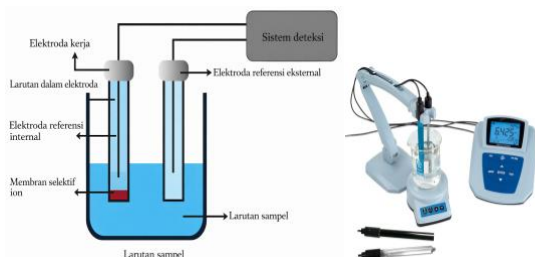


menjadi sangat penting terutama pada matriks kompleks seperti pasta gigi yang mengandung abrasif, surfaktan, dan polimer yang dapat mempengaruhi ketersediaan ion fluorida.



Gambar 1. Struktur kimia yang terkandung dalam TISAB II dengan CAS No. 1167700500.

Penelitian ini diawali dengan kalibrasi elektroda F-ISE pada **Gambar 2** menggunakan larutan standar natrium fluorida dengan konsentrasi bertingkat untuk memperoleh kurva kalibrasi linier antara potensial dan log konsentrasi fluorida. Hubungan ini mengikuti persamaan linier yang diturunkan dari persamaan Nernst $E = E_0 + S \log[F^-]$. Kalibrasi multipoint digunakan untuk meningkatkan akurasi dan memastikan *slope* elektroda mendekati nilai teoritis Nernstian (~ 57 mV/decade pada 25°C) [8,18,19,21].



Gambar 2. Ilustrasi instrumen potentiostat dengan fluorida-ion selective electrode (F-ISE)

Sampel terdiri dari dua kelompok: air minum dalam kemasan dan pasta gigi komersial. Preparasi sampel air relatif sederhana, yakni pencampuran dengan TISAB pada rasio 1:1 untuk menstabilkan kekuatan ionik, mempertahankan pH optimal (5–5,5), serta menghilangkan interferensi ion logam seperti Fe^{3+} dan Al^{3+} . Preparasi pasta gigi memerlukan tahapan lebih kompleks, meliputi penimbangan, pengenceran dengan air deionisasi, homogenisasi, dan penambahan TISAB untuk memastikan seluruh fluorida bebas terukur. Pada sampel yang mengandung monofluorofosfat (MFP), dilakukan hidrolisis atau perhitungan stoikiometri untuk menentukan kandungan total fluorida secara representatif [8,10,15,17].

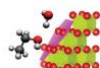
2. Alat dan Bahan

Penelitian ini menggunakan 5 sampel pasta gigi komersial (3 dewasa dan 2 anak-anak) dan 5 merek air minum kemasan yang umum diperoleh di Indonesia. Alat utama adalah *fluorida ion-selective electrode* (F-ISE) dengan *reference electrode* Ag/AgCl, *benchtop* potentiostat (pembacaan mV hingga 0,1 mV), *stirrer plate* dan *magnetic stirrer*, beaker *polypropylene*, volumetric *flask*, pipet (1–25 mL), timbangan analitik ($\pm 0,1$ mg), *centrifuge* (untuk suspensi pasta gigi), dan termometer. Spesifikasi instrumen meliputi: rentang pengukuran 0,0001–9999 mg/L (resolusi 0,01/0,1/1 mg/L, akurasi $\pm 0,5\%$ F.S.), pX -2,000–20,000 (resolusi 0,001–0,1 pX, akurasi $\pm 0,01$ pX), potensial -1999–1999 mV (resolusi 0,1–1 mV, akurasi $\pm 0,03\%$ F.S. ± 1 digit), dan kompensasi suhu 0–100 $^\circ\text{C}$ (resolusi 0,1 $^\circ\text{C}$, akurasi $\pm 0,5^\circ\text{C}$). Larutan standar NaF (0,01 - 1 mg/L) digunakan untuk kalibrasi multipoint. Reagen NaCl, asam asetat glacial, CDTA untuk pembuatan larutan TISAB, HCl 1 M, NaOH 1 M, dan FeCl_3 0,01 M untuk uji interferensi. Pembuatan TISAB mengikuti resep standar (asam asetat glacial + NaCl + CDTA, pH 5,0–5,5).

3. Metode Penelitian

Tahap awal adalah persiapan larutan standar NaF pada berbagai konsentrasi (0,01 - 1 mg/L) untuk mencakup kadar fluorida yang umum terdapat dalam air minum dan pasta gigi serta memastikan linearitas elektroda sesuai persamaan Nernst [16,17]. Larutan TISAB II disiapkan dengan pH 5,0–5,5 untuk menstabilkan kekuatan ionik, mengatur pH, dan melepaskan fluorida dari kompleks ion logam multivalen. Pemeriksaan *slope* elektroda dilakukan dengan dua standar (100 ppm dan 10 ppm) pada 20–25 $^\circ\text{C}$, dengan target *slope* $\sim 57 \pm 2$ mV/dekade; elektroda yang tidak memenuhi kriteria diperbaiki. Kalibrasi multipoint dilakukan dengan 5 titik konsentrasi, menggunakan campuran NaF dan TISAB (rasio 1:1), dan kurva potensial (mV) versus $\log[F^-]$ disimpan sebagai referensi untuk konversi pengukuran sampel [10,15–17].

Persiapan sampel air minum dilakukan dengan menambahkan TISAB (rasio 1:1) ke 50 mL sampel, menunggu kesetimbangan suhu, lalu diukur potensialnya (mV). Sampel pasta gigi ditimbang 1,0 g, diencerkan dengan air deionisasi hingga 10 mL, dihomogenisasi dengan *magnetic stirrer*, disentrifugasi untuk memisahkan partikel kasar, ditambahkan TISAB (1:1), dan diukur potensialnya. Untuk sampel yang mengandung monofluorofosfat (MFP), dilakukan hidrolisis



atau perhitungan stoikiometri agar total fluorida (bebas + terikat) dapat diperoleh [10,15].

Pengendalian interferensi dilakukan dengan menambahkan ion Fe^{3+} atau Al^{3+} dan variasi pH untuk mengevaluasi perubahan sinyal. Validasi metode dilakukan melalui spike recovery dengan penambahan standar NaF ke sampel; persentase pemulihan 90–105% menunjukkan metode yang andal [8,19,21]. Hasil pengukuran dikonversi menjadi konsentrasi fluorida (ppm) menggunakan kurva kalibrasi.

Uji Banding dengan Metode Kolorimetri-Alizarin Complexone

Analisis fluorida dilakukan menggunakan metode kolorimetri dengan reagen alizarin complexone. pH larutan diatur pada kondisi optimal untuk memungkinkan pembentukan kompleks dengan ion fluorida. Kalibrasi spektrofotometer UV-Vis dilakukan menggunakan larutan standar NaF pada rentang konsentrasi 0,01–3,0 mg/L (5–7 titik), dengan menyusun kurva kalibrasi antara absorbansi dan konsentrasi fluorida $[\text{F}^-]$. Panjang gelombang kerja dioptimasi sesuai λ maksimum kompleks alizarin complexone (~570–580 nm) [22–24]. Untuk sampel air minum, 50 mL akuades dicampur dengan TISAB (rasio 1:1), ditambahkan reagen alizarin hingga konsentrasi 10 mM, dibiarkan stabil, lalu diukur absorbansinya. Sampel pasta gigi ditimbang 0,5 g, dilarutkan dalam 50 mL akuades, dihomogenisasi dengan ultrasonikasi, kemudian diencerkan (faktor pengenceran 100). Reagen alizarin 5% ditambahkan, dan absorbansi diukur secara triplo. Konsentrasi fluorida dihitung dari kurva kalibrasi (mg/L). Untuk pasta gigi, hasil dikonversi menjadi total fluorida (TF, ppm) sesuai faktor pengenceran yang sama dengan prosedur potensiometri: $\text{TF} = [\text{F}] \times 100$ [10,17].

Uji Interferensi Ion Al^{3+} dan Fe^{3+}

Pengujian interferensi dilakukan untuk menilai pengaruh ion logam multivalen terhadap pengukuran fluorida menggunakan F-ISE. Pertama, sampel baseline diukur sesuai prosedur standar dengan TISAB (rasio 1:1), kemudian potensial (mV) dicatat dan dikonversi ke konsentrasi $[\text{F}^-]$. Interferensi diuji dengan menambahkan ion Al^{3+} (0,5 mg/L), Fe^{3+} (0,5 mg/L), dan kombinasi $\text{Al}^{3+} + \text{Fe}^{3+}$ (0,5 + 0,5 mg/L) secara terpisah ke aliquot sampel, masing-masing diukur secara triplo. Dua kondisi pengukuran disertakan: (i) tanpa TISAB untuk mengamati efek gangguan langsung ion logam, dan (ii) dengan

TISAB (rasio 1:1) untuk mengevaluasi kemampuannya dalam membebaskan F^- dari kompleks logam dan menstabilkan pengukuran.

Konversi mV ke konsentrasi fluorida menggunakan persamaan Nernstian yang direlasikan lewat kurva kalibrasi: perubahan potensial per-dekade konsentrasi diharapkan sekitar 57–59 mV pada 25 °C (monovalent ion) [25]. Nilai akhir dilaporkan sebagai ppm F^- (mg/L) atau mg F^- / kg. Persamaan kalibrasi yang digunakan mengikuti **Pers. 1**.

$$E = 150.0 + (-58.0) \times \log_{10}([\text{F}]) \quad (\text{Persamaan 1})$$

dengan E intercept ≈ 150 mV pada $[\text{F}] = 1$ mg/L dan slope -58 mV/decade (Nernstian). Sedangkan inversi dari Pers. 1 diperlihatkan pada **Pers. 2**.

$$\log_{10} [\text{F}] = \frac{E-150.0}{-58.0} \quad (\text{Persamaan 2})$$

Untuk pasta gigi, konversi ke mg/kg (ppm) menggunakan **Pers. 3**.

$$\text{TF (mg/kg)} = \frac{[\text{F}] \text{ larutan (mg/L)} \times V (\text{L})}{W (\text{kg})} \quad (\text{Persamaan 3})$$

dimana V = total volume larutan dan W = berat sampel; dan V volume sampel. $\text{TF (ppm)} = [\text{F}]_{\text{larutan}} (\text{mg/L}) \times 100$.

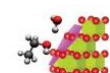
4. Hasil dan Diskusi

Kalibrasi dan Performa Elektroda

Elektroda F-ISE terlebih dahulu dikalibrasi menggunakan larutan standar NaF dengan rentang konsentrasi 0,01–1,0 mg/L (dibuat 5 titik dengan konsentrasi berbeda) yang ditambahkan TISAB (rasio 1:1). Data analisis disajikan dalam **Tabel 1**. Persamaan kalibrasi (**Pers. 4**) diperoleh dari hubungan linear antara potensial (mV) terhadap log konsentrasi fluorida.

$$E (\text{mV}) = 150.20 - 57.99 \times \log_{10} [\text{F}] \quad (\text{Persamaan 4})$$

dengan intercept 150,20 mV dan koefisien determinasi R^2 0,9996. Nilai slope sebesar $-57,99$ mV/decade sesuai dengan respon Nernstian yang diharapkan [10,16,25]. Uji *spike recovery* pada tiga sampel representatif menghasilkan nilai rata-rata pemulihan 88,23%, masih dapat diterima untuk metode potensiometri, meskipun pengulangan analisis dan optimasi komposisi TISAB direkomendasikan untuk meningkatkan akurasi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa

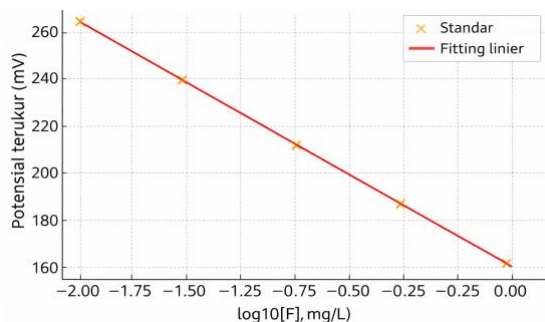


elektrode F-ISE menunjukkan respon yang baik [17].

Gambar 3 merupakan residual kalibrasi dibuat dengan menggunakan $\log_{10}[F^-]$, mV dan hasil dari persamaan kalibrasi. Hitung residual = $mV_{measured} - mV_{predicted}$ kemudian dibuat *scatter plot* nilai residual vs $\log_{10}[F^-]$ dengan garis horizontal di nol. Berdasarkan Gambar 3, hubungan linear yang konsisten, sementara grafik residual menunjukkan sebaran acak di sekitar garis nol tanpa pola sistematis. Hal ini menegaskan bahwa linearitas metode terjaga dengan baik pada rentang konsentrasi yang digunakan.[10,17] Selanjutnya dilakukan pengukuran berbagai sampel komersial. Setiap sampel dianalisis secara triplo, kemudian dihitung nilai rata-rata dan simpangan bakunya.

Tabel 1. Potensial deret larutan standar fluorida

Std	Konsentrasi (mg/L)	Log ₁₀ [F]	Measured (mV)
Std_1	0,01	-2,000	266,199
Std_2	0,03	-1,523	238,272
Std_3	0,1	-1,000	208,259
Std_4	0,3	-0,523	180,936
Std_5	1	0,000	149,906



Gambar 3. Grafik kalibrasi elektroda F-ISE dengan larutan standar NaF dan TISAB II

Estimasi Konsentrasi Fluorida pada Air Minum dalam Kemasan

Menurut standar WHO [4], kadar fluorida aman dalam air minum berada pada kisaran 0,5–1,5 mg/L. Berdasarkan hasil pengukuran (**Tabel 2**), sampel LEM (0,10 mg/L), R88 (0,26 mg/L), CLB (0,39 mg/L), dan VIT (0,14 mg/L) berada di bawah batas aman WHO dan tergolong rendah sehingga kontribusinya terhadap asupan fluorida harian relatif kecil [4,8]. Sebaliknya, sampel dengan kode IND (1,65 mg/L) berada di atas batas

atas kisaran rekomendasi WHO dan berpotensi meningkatkan risiko fluorosis apabila dikonsumsi bersamaan dengan sumber fluorida lain. Nilai ini tetap perlu diverifikasi melalui uji *spike recovery*, pemeriksaan potensi interferensi, dan pengujian pada batch produksi lain, mengingat analisis menggunakan F-ISE membutuhkan kontrol kualitas ketat terutama pada rentang konsentrasi rendah [15,18].

Tabel 2. Konsentrasi Fluorida pada Air Minum dalam Kemasan

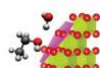
Kode	Tes 1 (mV)	Tes 2 (mV)	Tes 3 (mV)	Mean (mV)	SD (mV)	[F] mg/L
LEM	207,04	209,15	207,13	207,77	0,97	0,10
IND	137,10	138,05	137,70	137,62	0,48	1,65
R88	184,27	184,54	184,21	184,34	0,14	0,26
CLB	175,28	172,02	173,33	173,54	1,34	0,39
VIT	199,07	199,20	198,54	198,94	0,29	0,14

Uji Batch Produksi Berbeda untuk Sampel IND

Hasil pengukuran tiga batch berbeda yang diperlihatkan pada **Tabel 3** menunjukkan konsentrasi fluorida: Batch 1: 1,49 mg/L; Batch 2: 1,54 mg/L; dan Batch 3: 1,47 mg/L. Dari ketiga nilai tersebut diperoleh rata-rata keseluruhan $1,50 \pm 0,04$ mg/L. Rentang antar-batch berada antara 1,47–1,54 mg/L, yang masih realistis dan konsisten dengan variasi alami pada proses produksi maupun variasi instrumen. Perbandingan dengan hasil sebelumnya (satu batch yang sama) menunjukkan nilai *mean* 1,65 mg/L, sedangkan *mean* baru untuk tiga batch 1,50 mg/L. Perbandingan kedua nilai tersebut memberikan perbedaan absolut: $1,65 - 1,50 = 0,15$ mg/L dengan penurunan relatif $(0,15 / 1,65) \times 100\% = 9,09\%$. Perubahan ini tergolong kecil secara magnitudo dan masih dapat terjadi akibat variasi antar sampel atau batas ketelitian F-ISE. Namun, konsistensi tiga batch baru yang saling berdekatan menunjukkan bahwa nilai sekitar 1,50 mg/L lebih representatif untuk sampel IND.

Tabel 3. Hasil uji batch produksi berbeda untuk sampel IND

Batch	Tes 1 (mV)	Tes 2 (mV)	Tes 3 (mV)	Mean (mV)	SD (mV)	[F] mg/L
B210825B 14:37	140,00	140,30	140,17	140,16	0,15	1,49
B030925C 22:05	138,80	138,10	138,45	138,45	0,35	1,54
B121025A 08:56	139,60	140,11	140,25	139,28	0,30	1,47



Hasil Pengukuran Konsentrasi Fluorida pada Sampel Pasta Gigi dengan Metode F-ISE (Triplo)

Hasil pengukuran fluorida pada pasta gigi (**Tabel 4**) menunjukkan bahwa PEP (1.317 ppm) dan CIP (1.275 ppm) berada dalam rentang aman untuk penggunaan orang dewasa (1.000–1.500 ppm) sesuai acuan WHO [4] dan BPOM [5]. Sementara itu, KOD (506 ppm) dan ENZ (301 ppm) termasuk kategori aman untuk anak-anak karena berada pada rentang konsentrasi rendah hingga sedang. Namun, CAL (1.783 ppm) terukur melampaui batas atas rentang dewasa (≥ 1.500 ppm) sehingga perlu diverifikasi lebih lanjut melalui uji *spike recovery*, pemeriksaan ulang informasi label dan batch berbeda, atau konfirmasi menggunakan metode rujukan seperti kolorimetri.

Tabel 4. Hasil Pengukuran Konsentrasi Fluorida pada Sampel Pasta Gigi dengan Metode F-ISE (Triplo)

Kode	Tes 1 (mV)	Tes 2 (mV)	Tes 3 (mV)	$\bar{x}$ (mV)	SD mV	[F] mg/L	TF ppm
PEP	84,92	85,60	84,70	85,07	0,38	13,17	1.317
CAL	66,05	65,49	66,59	66,04	0,45	17,83	1.783
CIP	85,60	86,93	85,14	85,89	0,76	12,75	1.275
KOD	109,59	109,03	108,89	109,17	0,30	5,06	506
ENZ	122,85	121,42	122,42	122,23	0,60	3,01	301

Pengujian Fluorida Berdasarkan Perbedaan Batch Produksi: Sampel CAL

Pengujian konsentrasi total fluorida (TF) pada dua batch berbeda, Agustus dan Oktober, dilakukan untuk mengevaluasi konsistensi mutu produk dan potensi variasi antar-waktu produksi. Berdasarkan **Tabel 5**, hasil menunjukkan bahwa nilai TF pada Batch Agustus 1.709 ppm, sedangkan Batch Oktober sedikit lebih rendah 1.680 ppm. Selisih kedua nilai tersebut relatif kecil, 29 ppm atau sekitar 1,25% dari nilai rata-rata, sehingga dapat disimpulkan bahwa variasi antar batch tergolong rendah dan produk memiliki konsistensi yang baik.

Hasil uji ke-1 menunjukkan nilai TF sebesar 1.783 ppm dengan rentang SD antar pembacaan $\pm 0,45$ mV, sehingga masih terdapat variasi pembacaan yang relatif besar. Pada Hasil Uji Ke-2, melibatkan dua batch (*triplo*), nilai TF rata-rata menurun menjadi 1.595 ppm, dan rentang SD antar pembacaan mengecil menjadi 0,15–0,24 mV, menandakan pengukuran yang lebih stabil. Terjadi penurunan 188 ppm ($\approx 10,5\%$) dibandingkan uji pertama, yang menunjukkan adanya perbedaan antar batch atau peningkatan

konsistensi prosedur pada uji kedua. Uji ke-2 memberikan hasil yang lebih stabil dan mencerminkan pengukuran yang lebih terkendali.

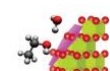
Tabel 5. Hasil pengujian fluorida berdasarkan perbedaan batch produksi untuk sampel CAL

Batch	Tes 1 (mV)	Tes 2 (mV)	Tes 3 (mV)	$\bar{x}$ (mV)	SD mV	[F] mg/L	TF ppm
Agustus	78,40	78,76	78,94	78,70	0,3	17,09	1.709
Oktober	79,00	79,20	79,23	79,14	0,1	16,80	1.680

Nilai standar deviasi (SD) antar-pengulangan pada setiap batch relatif kecil, yaitu 0,27 mV pada Batch Agustus dan 0,13 mV pada Batch Oktober, menandakan bahwa pengukuran berlangsung stabil dan instrumen berada dalam kondisi yang terkalibrasi dengan baik. SD yang semakin rendah pada batch Oktober mengindikasikan peningkatan stabilitas pembacaan elektroda fluorida, sekaligus menunjukkan bahwa prosedur penyiapan sampel dan pengujian sudah semakin terkendali [10,21,25].

Untuk membandingkan hasil antar-waktu, digunakan dua versi pengujian. Pada pengujian pertama (1 batch, *triplo*), diperoleh TF 1.783 ppm. Sementara pengujian kedua yang melibatkan dua batch (*triplo* untuk tiap *batch*) memberikan nilai rata-rata TF yang lebih rendah, yaitu 1.595 ppm, atau terjadi penurunan sekitar 188 ppm (10,5%) dibandingkan uji pertama. Penurunan ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, antara lain: kemungkinan adanya penyesuaian formulasi yang dilakukan oleh produsen antara periode produksi, stabilitas bahan aktif NaF atau SnF_2 selama penyimpanan yang memungkinkan adanya sedikit degradasi atau perubahan proporsi fluorida bebas, dan kemungkinan adanya peningkatan konsistensi prosedur kalibrasi dan pengukuran yang terlihat dari rentang SD yang lebih kecil (0,15–0,24 mV) dibandingkan uji awal ($\pm 0,45$ mV). Meskipun terjadi penurunan nilai TF, rentang hasil antar batch pada uji kedua sangat sempit (8,5 ppm), sehingga dapat disimpulkan bahwa proses produksi pada periode terakhir semakin stabil dan terkendali [15]. Nilai TF pada kedua *batch* juga masih berada di kisaran standar industri dan kontrol mutu yang baik.

Analisis ini memperlihatkan bahwa variasi antar batch sangat minim, kualitas pengukuran meningkat dari waktu ke waktu, dan formulasi produk menunjukkan kecenderungan menuju konsistensi yang lebih baik. Jika diperlukan, produsen dapat meninjau kembali spesifikasi



formulasi untuk memastikan seluruh batch tetap berada di bawah batas aman sesuai standar BPOM ≤ 1.500 ppm.[5]

Uji Pemulihan

Uji pemulihan dilakukan untuk memastikan bahwa matriks sampel tidak mempengaruhi hasil pengukuran. Persentase *recovery* untuk tiga sampel adalah LEM 100,3%, IND 89,5%, dan PEP 74,9%, dengan rata-rata 88,23%. Nilai ini berada sedikit di bawah rentang ideal, namun masih dapat diterima untuk keperluan skrining. Hasil ini menunjukkan bahwa F-ISE cenderung sedikit meng-underestimate konsentrasi fluorida, terutama pada sampel dengan kadar fluorida tinggi (PEP), akibat pengaruh ion polivalen dan interaksi fluorida dengan komponen formulasi. Meskipun penggunaan TISAB telah membantu melepaskan F^- dari kompleks logam, beberapa interferensi masih dapat terjadi.

Hasil Uji Recovery Metode dengan Penambahan Spike pada Berbagai Konsentrasi Sampel

Untuk sampel yang mendekati atau berpotensi melewati batas regulasi, misalnya IND serta sampel lain dengan kadar tinggi seperti CAL (pada pengujian utama), diperlukan verifikasi ulang menggunakan metode pembandingan kolorimetri sebelum menetapkan kesimpulan mengenai kepatuhan terhadap standar keamanan. Penambahan spike 0,5 mg/L pada setiap sampel memberikan gambaran bahwa metode yang digunakan layak, namun masih memerlukan penyempurnaan pada konsistensi kalibrasi, stabilitas elektroda, dan optimasi kondisi pengukuran untuk meningkatkan *reproducibility* dan akurasi (Tabel 6).

Tabel 6. Hasil Uji Recovery Metode dengan Penambahan Spike pada Berbagai Konsentrasi Sampel

Kode	Konse ntrasi Awal (mg/L)	Konse ntrasi Spike (mg/L)	Konsen trasi Spiked Akhir (mg/L)	Measu red Spiked (mV)	Konsen trasi Measur ed Spiked (mg/L)	Perc ent Reco very (%)
LEM	0,10	0,5	0,60	162,92	0,603	100,3
IND	2,31	0,5	2,81	124,68	2,755	89,5
PEP	13,28	0,5	13,78	84,37	13,652	74,9

Metode potensiometri dengan elektroda selektif fluorida menunjukkan presisi tinggi dalam penentuan kadar fluorida pada air minum dan pasta gigi. Kalibrasi linear ($R^2 > 0,999$), slope

mendekati nilai Nernst, serta *recovery* memadai mendukung keandalan metode. Data *triplo* dengan deviasi standar rendah memperkuat repeatabilitas pengukuran. Namun, adanya sampel dengan kadar fluorida berlebih menekankan perlunya verifikasi ulang menggunakan metode alternatif pada tahap penelitian selanjutnya.

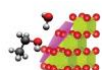
Uji Banding dengan Metode Kolorimetri Menggunakan Alizarin Complexone

Verifikasi silang dilakukan untuk memastikan akurasi dan reliabilitas hasil F-ISE yang berpotensi dipengaruhi oleh interferensi matriks, kondisi elektroda, atau variasi preparasi sampel. Metode alternatif yang digunakan adalah kolorimetri berbasis alizarin complexone dengan spektrofotometer UV-Vis, yang mendeteksi konsentrasi fluorida melalui perubahan intensitas warna kompleks Alizarin- F^- , berbeda dengan mekanisme pengukuran elektrode. Pertama dilakukan kalibrasi kolorimetri untuk memastikan hubungan linear antara konsentrasi fluorida dan respons absorbansi. Larutan standar NaF disiapkan pada rentang 0,01–3,0 mg/L, selaras dengan metode potensiometri agar basis pembandingan kompatibel. Panjang gelombang pengukuran dioptimasi melalui spektrum kompleks alizarin-fluorida, menghasilkan λ maksimum stabil sekitar 575 nm, yang krusial untuk sensitivitas dan stabilitas kompleks. Kurva kalibrasi dibangun dengan memplot absorbansi terhadap konsentrasi, menghasilkan persamaan linear $A = a + b[F^-]$ dengan nilai $R^2 = 0,998$, menunjukkan linearitas yang baik. Konsistensi ini sejalan dengan karakteristik kalibrasi potensiometri (slope $-57,99$ mV/decade, *intercept* 150,20 mV), sehingga memungkinkan verifikasi silang yang dapat diandalkan.

Empat sampel dipilih mewakili variasi matriks dan kadar fluorida: dua pasta gigi (dewasa: PEP, anak: KOD) dan dua air minum (LEM: representatif sampel dengan kadar rendah, IND: representatif sampel dengan kadar tinggi, dari hasil pengukuran sebelumnya). Analisis dilakukan triplo untuk setiap metode dan sampel, memungkinkan perhitungan deviasi standar, koefisien variasi, dan interval kepercayaan sehingga verifikasi silang bersifat kuantitatif dan minim bias acak.

Hasil Uji Presisi Metode Berdasarkan Pengukuran Berulang pada Sampel LEM, IND, PEP, dan KOD

Perbandingan dengan hasil pengukuran F-ISE sebelumnya adalah: LEM (F-ISE): 0.101 mg/L, IND (F-ISE): 2.289 mg/L, PEP (TF dari F-



ISE): 1,317 ppm ($\Rightarrow$ [larutan] $\approx$ 13.17 mg/L); dan KOD (TF dari F-ISE): 506 ppm ($\Rightarrow$ [larutan] $\approx$ 5.058 mg/L). Sehingga diperoleh kesimpulan persentase perbedaan: LEM (0.097 vs 0.101) atau berbeda 3.96% (kolorimetri sedikit lebih rendah), IND (2.276 vs 2.289) atau berbeda 0.57%, PEP (1299 vs 1317 ppm) atau berbeda 1.36%, dan KOD (502 vs 506 ppm) atau 0.79%. Data tersebut menunjukkan bahwa metode kolorimetri berbasis alizarin complexone memiliki kesesuaian tinggi dengan potensiometri F-ISE, dengan perbedaan antar-metode $\leq 4\%$ pada seluruh sampel, baik air minum maupun pasta gigi. Kedekatan nilai ini menegaskan bahwa meskipun prinsip pengukuran berbeda, yaitu aktivitas ion pada ISE versus konsentrasi kompleks berwarna pada kolorimetri, kedua metode memberikan respons yang selaras.

Tabel 7. Hasil Uji Presisi Metode Berdasarkan Pengukuran Berulang pada Sampel LEM, IND, PEP, dan KOD

Kode	Tes 1 (mg/L)	Tes 2 (mg/L)	Tes 3 (mg/L)	Mean (mg/L)	SD (mg/L)	Konversi/ TF ppm
LEM	0,095	0,098	0,097	0,097	0,0015	-
IND	2,250	2,300	2,278	2,276	0,025	-
PEP	12,80	13,05	13,12	12,99	0,16	1299
KOD	4,98	5,05	5,02	5,02	0,035	502

*(catatan konversi: TF (ppm) = $[F^-]$ (mg/L) $\times$ 100 sesuai skema pengenceran dengan faktor 100)

Replikasi triplo memperkuat reliabilitas, dengan koefisien variasi (CV) $< 1,5\%$, menunjukkan stabilitas prosedur dari pipetasi, homogenisasi, inkubasi, hingga kestabilan instrumen UV-Vis. Tidak ditemukan bias sistematis signifikan, baik *overestimation* maupun *underestimation*. Perbedaan kecil yang muncul dapat dijelaskan oleh variasi metode, ketidakpastian pipetasi atau penimbangan, dan karakteristik matriks, terutama pada pasta gigi yang berwarna atau keruh [8]. Nilai *recovery* kolorimetri yang konsisten mendukung keandalan metode sebagai teknik verifikasi, khususnya pada sampel dengan kadar fluorida mendekati atau melebihi batas regulasi (misal kode sampel IND atau CAL). Meskipun demikian, disarankan dilakukan verifikasi batch tambahan untuk mengantisipasi variasi antar-lot produksi, terutama pada pasta gigi dengan matriks kompleks. Secara keseluruhan, keselarasan hasil antara kedua metode mendukung penggunaan verifikasi silang sebagai prosedur rutin untuk memastikan akurasi dan keandalan pengukuran,

terutama pada sampel yang berada di dekat atau melampaui ambang batas regulasi fluorida.[1,3,8]

Uji Interferensi Matriks oleh Al^{3+} dan Fe^{3+}

Pengujian interferensi Al^{3+} dan Fe^{3+} dilakukan untuk menilai pengaruh kation multivalen terhadap akurasi elektroda selektif fluorida (F-ISE) pada matriks kompleks. Dua sampel dipilih secara strategis: pasta gigi dengan kode sampel PEP (matriks kental, formulasi dewasa) dan air minum IND (matriks cair, kadar fluorida tinggi). Pemilihan ini memungkinkan evaluasi pada kondisi ekstrem, satu dengan banyak komponen surfaktan dan satu lagi dengan kemungkinan senyawa anorganik lain. Pengukuran dilakukan secara triplo, baik pada larutan standar maupun sampel nyata, dengan dan tanpa penambahan TISAB. Perbandingan hasil dengan dan tanpa TISAB memungkinkan identifikasi gangguan akibat kompleks fluorida–kation atau kompetisi ionik.

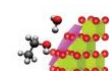
Hasil menunjukkan bahwa Al^{3+} dan Fe^{3+} dapat menurunkan aktivitas ion bebas dan menurunkan pembacaan potensial, terutama pada kondisi tanpa TISAB [8,10]. Pendekatan ini memastikan bahwa potensiometri F-ISE memberikan hasil yang akurat dan dapat diandalkan meskipun pada matriks dengan komposisi kompleks, dan menunjukkan efektivitas TISAB dalam meminimalkan bias akibat interferensi kation multivalen [20].

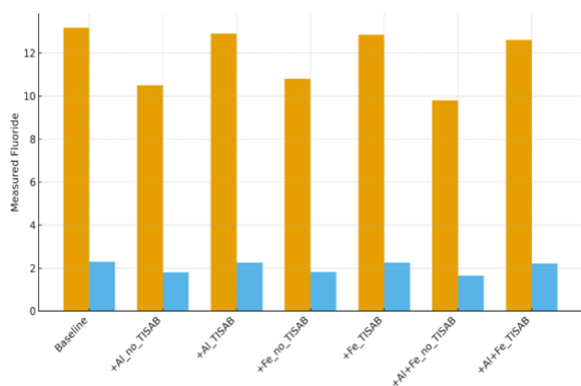
Hasil Uji Selektivitas Metode terhadap Interferensi Ion Al^{3+} dan Fe^{3+} dengan dan tanpa TISAB

Hasil perhitungan menunjukkan nilai perbedaan antara penggunaan dan tanpa TISAB untuk kedua sampel tersebut sebagai berikut.

Tabel 8. Hasil Uji Selektivitas Metode terhadap Interferensi Ion Al^{3+} dan Fe^{3+} dengan dan tanpa TISAB

Sam pel & Kon disi	Baseli ne (TIS AB)	+ Al^{3+} 0,5 mg/L (tanp a TISA B)	+ Al^{3+} 0,5 (TIS AB)	+ Fe^{3+} 0,5 (tanp a TISA B)	+ Fe^{3+} 0,5 (TIS AB)	+ Al^{3+} Fe (tanp a TISA B)	+ Al^{3+} Fe (TIS AB)
PEP baseli ne $\approx$ 13.17 mg/L	13.17 ± 0.08	10.50 ± 0.12	12.90 ± 0.10	10.80 ± 0.11	12.85 ± 0.09	9.80 ± 0.15	12.60 ± 0.12
IND baseli ne $\approx$ 2.289 mg/L	2,289 ± 0.03	1,80 ± 0.04	2,25 ± 0.03	1,82 ± 0.04	2,24 ± 0.03	1,65 ± 0.05	2,20 ± 0.04





Gambar 4. Dampak interferensi ion pengganggu pada pengukuran sampel.

Efek Penambahan TISAB terhadap Konsentrasi Interferensi Ion Al^{3+} , Fe^{3+} , dan Campurannya

Hasil pengukuran menunjukkan bahwa ion polivalen Al^{3+} dan Fe^{3+} secara signifikan menurunkan akurasi pengukuran fluorida pada larutan tanpa perlakuan TISAB. Pada kondisi ini, pembacaan elektroda menurun sebesar 18–28%, sesuai mekanisme pembentukan kompleks stabil F–Al dan F–Fe yang menurunkan aktivitas ion F^- bebas. Akibatnya, elektroda hanya mendeteksi sebagian kecil dari total fluorida. Temuan ini menegaskan bahwa pada matriks dengan kation trivalen, langkah stabilisasi seperti penambahan TISAB diperlukan agar pengukuran valid. Fenomena ini juga menjelaskan variabilitas pada sampel lingkungan atau industri dengan kandungan logam tinggi [20].

Tabel 9. Efek penambahan TISAB terhadap konsentrasi interferensi ion Al^{3+} , Fe^{3+} , dan campurannya

Sampel	Parameter	Tanpa TISAB (%)	Dengan TISAB (%)
PEP	Al	20.3	2.0
	Fe	18.0	2.4
	Al + Fe	25.6	4.4
IDN	Al	21.4	1.7
	Fe	20.4	2.2
	Al + Fe	27.9	3.9

Penambahan TISAB (rasio 1:1) pada sampel yang mengandung Al^{3+} dan Fe^{3+} memulihkan aktivitas ion F^- hampir sepenuhnya ke tingkat baseline, dengan bias residual hanya 1,7–4,4%. Hasil ini menunjukkan bahwa TISAB efektif dalam mengkompleksasi ion logam *polyvalen* dan menjaga F^- tetap dalam bentuk bebas, sekaligus menstabilkan kekuatan ionik dan pH agar respon elektroda konsisten [20]. Pada kondisi gangguan kombinasi Al^{3+} dan Fe^{3+} , bias underestimation masih tercatat 3–4%, menandakan bahwa TISAB bekerja sangat baik namun belum sepenuhnya

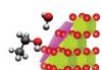
mengatasi kompleksasi pada konsentrasi logam yang tinggi atau matriks sangat kompleks.

Metode kolorimetri berbasis alizarin complexone menunjukkan kesesuaian yang tinggi dengan potensiometri F-ISE, ditunjukkan oleh deviasi antar-metode yang rendah, linearitas kalibrasi yang baik, dan presisi tinggi dari analisis triplo. Pengukuran F-ISE rentan terhadap interferensi ion multivalen, terutama Al^{3+} dan Fe^{3+} , yang menurunkan aktivitas ion F^- dan menimbulkan bias negatif jika TISAB tidak digunakan. Penambahan TISAB terbukti efektif memulihkan aktivitas F^- mendekati kondisi sebenarnya, sehingga menjadi komponen penting dalam protokol analisis fluorida [20].

Kombinasi kedua metode ini memberikan dasar verifikasi silang yang kuat, terutama untuk sampel dengan matriks kompleks atau kadar fluorida mendekati batas regulasi. Rekomendasi penelitian mencakup penggunaan TISAB secara konsisten, verifikasi silang dengan metode alternatif pada sampel sensitif, serta uji tambahan pada batch atau lot berbeda untuk memastikan konsistensi formulasi, khususnya pada produk pasta gigi dengan komposisi kompleks.

5. Kesimpulan

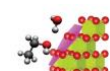
Penelitian ini menunjukkan bahwa metode potensiometri menggunakan fluorida ion-selective electrode (F-ISE) dengan penambahan TISAB I merupakan pendekatan yang andal, efisien, dan presisi untuk penentuan kadar fluorida total dalam air minum dalam kemasan dan pasta gigi. Kalibrasi elektroda menghasilkan linearitas sangat baik dengan respons mendekati nilai Nernstian, sementara hasil pengukuran triplo menunjukkan repeatabilitas yang tinggi. Sebagian besar sampel air minum memiliki kadar fluorida di bawah batas aman WHO, meskipun satu merek teridentifikasi mendekati atau melampaui ambang batas, sehingga memerlukan perhatian dan pemantauan lebih lanjut. Pada sampel pasta gigi, mayoritas produk berada dalam kisaran aman sesuai regulasi BPOM, namun satu produk dewasa menunjukkan kadar fluorida yang melebihi batas rekomendasi. Verifikasi silang menggunakan metode kolorimetri berbasis alizarin complexone menunjukkan kesesuaian yang sangat baik dengan metode F-ISE, ditunjukkan oleh deviasi antar-metode kurang dari 4%, sehingga memperkuat validitas hasil. Uji interferensi mengonfirmasi bahwa ion Al^{3+} dan Fe^{3+} dapat menyebabkan bias negatif signifikan pada pengukuran F-ISE tanpa TISAB, namun penambahan TISAB efektif memulihkan aktivitas ion fluorida dengan bias



residual minimal. Secara keseluruhan, kombinasi F-ISE sebagai metode utama dan kolorimetri sebagai metode verifikasi memberikan kerangka analisis yang kuat untuk pemantauan fluorida, khususnya pada matriks kompleks dan sampel yang berada dekat batas regulasi, serta relevan untuk mendukung perlindungan konsumen dan kebijakan kesehatan gigi preventif. Susun lebih singkat padat

Daftar Pustaka

- [1] Vithanage M, Bhattacharya P. Fluorida in Drinking Water: Health Effects and Remediation, 2015, p. 105–51. https://doi.org/10.1007/978-3-319-11906-9_4.
- [2] Davies RM, Ellwood RP, Davies GM., 2003, The rational use of fluorida toothpaste. *Int J Dent Hyg*; 1:3–8. <https://doi.org/https://doi.org/10.1034/j.1601-5037.2003.00001.x>.
- [3] Srivastava S, Flora SJS., 2020, Fluorida in Drinking Water and Skeletal Fluorosis: a Review of the Global Impact. *Curr Environ Health Rep*;7:140–6. <https://doi.org/10.1007/s40572-020-00270-9>.
- [4] World Health Organization's (WHO). Guidelines for Drinking-water Quality, Fourth Edition. 2017.
- [5] Badan Pengawas Obat dan Makanan. Peraturan BPOM Nomor 23 Tahun 2019 tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika. 2019.
- [6] Ozsvath DL., 2009, Fluorida and environmental health: a review. *Rev Environ Sci Biotechnol*;8:59–79. <https://doi.org/10.1007/s11157-008-9136-9>.
- [7] Cury JA, Tenuta LMA., 2008, How to Maintain a Cariostatic Fluorida Concentration in the Oral Environment. *Adv Dent Res*;20:13–6. <https://doi.org/10.1177/154407370802000104>.
- [8] American Public Health Association. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 1999. <https://doi.org/10.2105/SMWW.2882.001>.
- [9] Ruiz-Gonzalez A., 2024, Ion-Selective Electrodes in the Food Industry: Development Trends in the Potentiometric Determination of Ionic Pollutants. *Electrochem*;5:178–212. <https://doi.org/10.3390/electrochem5020012>.
- [10] Prkić A, Giljanovic J, Bralić M, Boban K., 2012, Direct Potentiometric Determination of Fluorida Species by Using Ion-Selective Fluorida Electrode. *Int J Electrochem Sci*;7. [https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)13404-3](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)13404-3).
- [11] Wang Y, Reardon E., 2001, Activation and Regeneration of a Soil Sorbent for Defluoridation of Drinking Water. *Applied Geochemistry*. *APPL Geochem*;16:531–9. [https://doi.org/10.1016/S0883-2927\(00\)00050-0](https://doi.org/10.1016/S0883-2927(00)00050-0).
- [12] Keswani A, Thakkar P, Mansata A, Shah J, Patel A, Shah K., 2022, Assessment of Total and Soluble Fluorida Content in Commercial Dentifrices and Mouthwashes Available in the Indian Market: An In vitro Study. *Advances in Human Biology*;13:92–5. https://doi.org/10.4103/aih.b.aih.b_63_22.
- [13] Ünal E, Kenar A, Aksu M, Tastekin M., 2019, Spectrophotometric methods for the determination of fluorida ion using indole-3-acetic acid interaction with iron(III). *Turk J Chem*;43:415–23. <https://doi.org/10.3906/kim-1807-135>.
- [14] Michalski R., 2006, Ion Chromatography as a Reference Method for Determination of Inorganic Ions in Water and Wastewater. *Crit Rev Anal Chem*;36:107–27. <https://doi.org/10.1080/10408340600713678>.
- [15] Reshetnyak VYu, Nesterova O V, Admakin OI, Dobrokhotov DA, Avertseva IN, Dostdar SA, Khakimova, DF., 2019, Evaluation of free and total fluorida concentration in mouthwashes via measurement with ion-selective electrode. *BMC Oral Health*;19:251. <https://doi.org/10.1186/s12903-019-0908-0>.
- [16] Yildiz Y, Patel S, Jan A, Puri S., 2018, Potentiometric Determination of % Fluorida Ion Content (w/v) in Toothpastes by Ion Selective Electrode. *Anal Chem Ind J*;18.
- [17] U.S. Environmental Protection Agency. Method 9214: Potentiometric Determination of Fluorida in Aqueous Samples with Ion-Selective Electrode. 1996.
- [18] Ahmad Barzingi., 2021, The Potentiometric determination of fluorida in various brands of toothpaste. *Zanco J Pure Appl Sci*;33. <https://doi.org/10.21271/ZJPAS.33.6.2>.
- [19] Bakker E, Bühlmann P, Pretsch E., 1997, Carrier-Based Ion-Selective Electrodes and Bulk Optodes. 1. General Characteristics. *Chem Rev*;97:3083–132. <https://doi.org/10.1021/cr940394a>.
- [20] Borjigin S, Ashimura Y, Yoshioka T, Mizoguchi T., 2009, Determination of Fluorida Using ion-selective Electrodes in the Presence of Aluminum. *Analytical Sciences*;25:1437–43. <https://doi.org/10.2116/analsci.25.1437>.
- [21] Frant MS, Ross JW., 1979, Electrode for Sensing Fluorida Ion Activity in Solution. *Science* 1966;154:1553–5. <https://doi.org/10.1126/science.154.3756.1553>.
- [22] Alqahtani YS, Mahmoud AM, El-Wakil MM, Ali A-MBH., 2024, Selective fluorida detection based on modulation of red emissive carbon dots fluorescence by zirconium-alizarin complex: Application to Nile River water and human saliva samples. *Microchemical Journal*;198:110184.



- <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.microc.2024.110184>.
- [23] Borjigin S, Ashimura Y, Yoshioka T, Mizoguchi T., 2009, Determination of Fluoride Using ion-selective Electrodes in the Presence of Aluminum. *Analytical Sciences*;25:1437–43. <https://doi.org/10.2116/analsci.25.1437>.
- [24] Noori Z, de P. R. Moreira I, Bofill JM, Poater J., 2024, Adjusting UV-Vis Spectrum of Alizarin by Insertion of Auxochromes. *ChemistryOpen*;13:e202400030. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/open.202400030>.
- [25] Granholm K, Sokalski T, Lewenstam A, Ivaska A., 2015, Ion-selective electrodes in potentiometric titrations; a new method for processing and evaluating titration data. *Anal Chim Acta*;888:36–43. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.aca.2015.05.056>.

