

NGHIÊN CỨU XÂY DỰNG QUY TRÌNH XÁC ĐỊNH CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT DẠNG ANION BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ UV/VIS VỚI THUỐC THỬ DIMIDIUM BROMIDE

Trần Nguyễn An Sa*, Đoàn Thị Phương Lan, Nguyễn Quốc Thịnh,
Lê Thị Kim Thoa, Lê Thị Kim Anh

Trường Đại học Công nghiệp Thực phẩm TP.HCM

*Email: *tnansacntp@gmail.com*

Ngày nhận bài: 09/10/2019; Ngày chấp nhận đăng: 06/12/2019

TÓM TẮT

Nội dung nghiên cứu của báo cáo là khảo sát các điều kiện tối ưu trong quy trình xác định chất hoạt động bề mặt (CHĐBM) anion bằng phương pháp quang phổ UV/VIS với thuốc thử là thuốc nhuộm cation dimidium bromide (DMB). Thực nghiệm cho thấy DMB phản ứng ghép cặp với các CHĐBM anion (LAS, SLES, SLS) tạo thành các muối có màu hồng đỏ tan trong nước, các muối này hấp thụ cực đại trong khoảng 513-514,5 nm. Kết quả khảo sát thu được pH phù hợp trong khoảng 8,5-12,5 với tỷ lệ CHĐBM: DMB là 1:24, $MDL_s = 0,056$ mM cho LAS và tỷ lệ (1:18), $MDL_s = 0,046$ mM, $MDL_s = 0,048$ cho SLES, SLS. Kết quả khảo sát độ lặp ((%) RSD < 5,3%) và độ đúng ((%) H = 90-103%) trong tất cả các lần thử trên mẫu CHĐBM đều nằm trong giới hạn cho phép. Kết quả so sánh bằng SPSS cho thấy, kết quả phân tích trên mẫu CHĐBM theo phương pháp chuẩn độ 2 pha (ISO 2271:1989) và phương pháp xây dựng tương đồng về mặt ý nghĩa thống kê (với $p < 0,05$).

Keywords: Chất hoạt động bề mặt, dimidium bromide, linear alkylbenzene sulfonate, sodium lauryl ether sulfate, phương pháp quang phổ UV/VIS, sodium dodecyl sulfate.

1. MỞ ĐẦU

Chất hoạt động bề mặt (CHĐBM) là tên chung cho các chất có hoạt tính bề mặt, các chất này có cấu trúc đặc trưng với một hoặc nhiều nhóm kỵ nước (không có ái lực với nước) và một hoặc nhiều nhóm ưa nước (ái lực mạnh với nước). Chất hoạt động bề mặt được phân loại theo điện tích của các nhóm ưa nước có trong phân tử, có 4 loại chất hoạt động bề mặt khác nhau: CHĐBM anion, cation, không ion và lưỡng tính [1, 2]. Trong số các chất hoạt động bề mặt này, CHĐBM anion (bao gồm xà phòng) là phổ biến nhất, chiếm hơn 55%, tiếp theo là chất hoạt động bề mặt không ion (39%), cation (4%) và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính (2%) [2-4].

Các loại alkylbenzenesulfonate mạch thẳng là các CHĐBM anion tổng hợp được sử dụng phổ biến nhất trong các sản phẩm vệ sinh gia đình, chăm sóc cá nhân [4-5]. Hàm lượng các CHĐBM anion này trong nguyên liệu thô hay sản phẩm tẩy rửa thường được xác định bằng phương pháp chuẩn độ 2 pha. Phương pháp chuẩn độ 2 pha được Tsubochi đề xuất năm 1979, trong báo cáo, 2 pha được sử dụng là chloroform và nước, với chất chỉ thị sử dụng là tetrabromo phenolphthalein và dung dịch chuẩn là zephiramine (tetradecyl dimethyl ammonium chloride), ở điểm cuối chuẩn độ, pha hữu cơ thay đổi từ màu vàng sang xanh, pha nước là không màu trong suốt quá trình chuẩn độ [6]. Một số chất chỉ thị khác cũng đã được đề xuất sử dụng trong chuẩn độ 2 pha như methylen blue (MB) [7], thuốc nhuộm solvatochromic [8], đặc biệt là hỗn

hợp chỉ thị gồm thuốc nhuộm disulphine blue VN và dimidium bromide [9-10]. Phương pháp chuẩn độ 2 pha với hỗn hợp chỉ thị disulphine blue VN và dimidium bromide đã trở thành phương pháp tiêu chuẩn được mô tả trong ISO 2271:1989 [9], TCVN 5455-1998 [10] và là quy trình thông dụng đang được sử dụng để xác định hàm lượng CHĐBM tại các cơ sở sản xuất và trung tâm kiểm định chất tẩy rửa.

Đối với các CHĐBM dạng anion ở hàm lượng thấp như trong các mẫu nước thải thường được xác định bằng các phương pháp sắc ký khí [11, 12], sắc ký lỏng HPLC [13, 14] hay chiết quang phổ hấp thụ, chiết huỳnh quang sử dụng thuốc nhuộm cation như methylene blue [15], brilliant green [16]... Trong đó, phương pháp quang phổ hấp thụ sử dụng thuốc nhuộm methylene blue là phương pháp phổ biến, phương pháp tiêu chuẩn để xác định tồn dư CHĐBM trong môi trường nước và được mô tả trong TCVN 6622-1:2009 (ISO 7875-1:1996) [17].

Tuy phương pháp chuẩn độ 2 pha và phương pháp hấp thụ quang phổ sử dụng methylene blue là các phương pháp thông dụng trong xác định CHĐBM anion ở hàm lượng cao (nguyên liệu thô hay sản phẩm tẩy rửa) và thấp (tồn dư CHĐBM trong nước thải), nhưng nhược điểm của các phương pháp này là đều sử dụng dung môi độc (chloroform), hiệu suất và độ lặp thấp do cần phải thực hiện quy trình chiết. Phương pháp chuẩn độ 2 pha có nhiều nhược điểm như: khó có thể tự động hóa; sử dụng dung môi chloroform hoặc hydrocarbon clo hóa, là dung môi độc, ảnh hưởng đến môi trường; khó nhận dạng điểm cuối; các CHĐBM không ion có trong sản phẩm chất tẩy rửa có tác dụng nhũ hóa và làm cho nhận dạng điểm cuối gặp nhiều khó khăn. Với mục đích “xanh hóa” các quy trình phân tích, bài báo này trình bày nghiên cứu về xây dựng quy trình xác định CHĐBM dạng anion bằng phương pháp quang phổ UV/VIS với thuốc thử dimidium bromide.

2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Thiết bị

Máy quang phổ 2 chùm tia Jasco – double beam spectrophotometer model V530 (Nhật), với cell đo có chiều dài đường truyền 1 cm.

2.2. Hoá chất

Hóa chất sử dụng cho nghiên cứu này là loại tinh khiết dành cho phân tích: dodecyl benzene sulfonate ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$, SDBS, LAS, 98%), dimidium bromide (3,8-diamino-5-methyl-6-phenylphenanthridinium bromide, Sigma-Aldrich, 95%), acid clohydric (Trung Quốc, 37%), ethanol (Trung Quốc, 96%), sodium lauryl ether sulfate ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OSO}_3\text{Na}$, SLES, 70%), sodium dodecyl sulfate ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$, SDS, SLS, 85%)

2.3. Phương pháp nghiên cứu

2.3.1. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quy trình

Các yếu tố được khảo sát bằng phương pháp đơn yếu tố, các thí nghiệm được lặp lại 3 lần. Các yếu tố khảo sát bao gồm ảnh hưởng của pH, tỷ lệ thuốc thử, thời gian phản ứng và độ bền của muối phức tạo thành. Phổ hấp thụ UV/VIS và độ hấp thụ được dùng là thông số kiểm soát quy trình thực nghiệm.

2.3.2. Khảo sát MDL_s, LOQ, LOL và xác nhận giá trị sử dụng phương pháp (độ lặp và độ đúng)

Các yếu tố khảo sát và đánh giá bao gồm: giới hạn phát hiện phương pháp (MDL_s), giới hạn định lượng phương pháp (LOQ), khoảng tuyến tính (LOL), (%) RSD, hiệu suất thu hồi phương pháp... Quy trình khảo sát MDL_s, LOQ, LOL và đánh giá quy trình theo US.EPA

được thực hiện như hướng dẫn ở tài liệu tham khảo [18-19]. Trong đó, MDL_s được US.EPA định nghĩa là nồng độ tối thiểu của một chất có thể được đo và cho kết quả với độ tin cậy 99%. Để xác định MDL_s, thực hiện các bước sau: (1) Pha dãy dung dịch chuẩn; (2) Pha dung dịch chuẩn có nồng độ nằm trong đường chuẩn, đo độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn từ 7 lần trở lên; (3) Thay Abs vào đường chuẩn, tính nồng độ của dung dịch chuẩn và SD_s.

$$MDL_s \text{ được tính bằng công thức: } MDL_s = t_{(n-1, 1-\alpha=0,99)} \times SD_s \quad (1)$$

Với : MDL_s: Giới hạn phát hiện phương pháp dựa trên mẫu chuẩn

$t_{(n-1, 1-\alpha=0,99)}$: Giá trị Student tương ứng với xác suất 99%

SD_s: Độ lệch chuẩn của các mẫu chuẩn được đo lặp lại nhiều lần.

MDL_s tính được phải thỏa điều kiện Abs_{chuẩn}/ Abs_{nền} phải nằm trong khoảng 3 – 5.

LOQ hay còn gọi là giới hạn định lượng, là hàm lượng nhỏ nhất có thể định lượng một cách chính xác theo phương pháp đã chọn. Giới hạn định lượng (LOQ) của thiết bị được xác định theo công thức sau: $LOQ = 10 \times SD_s$ (2)

Khoảng tuyến tính (LOL) được tính từ LOQ đến nồng độ lớn nhất sao cho phương trình hồi quy tuyến tính $A = f(C)$ có $r \geq 0,99$.

2.3.3. Phân tích hàm lượng CHĐBM anion bằng phương pháp UV/VIS và đối chiếu với phương pháp chuẩn độ 2 pha theo TCVN 5455 – 1998 (ISO 2271: 1989) [9-10]

Hàm lượng CHĐBM anion trong mẫu chất tẩy rửa được xác định bằng 2 phương pháp (phương pháp xây dựng – phương pháp UV/VIS) và phương pháp chuẩn độ 2 pha theo TCVN 5455-1998 (ISO 2271:1989) [9-10]. Kết quả trung bình giữa 2 phương pháp được so sánh bằng SPSS với $p < 0,05$.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

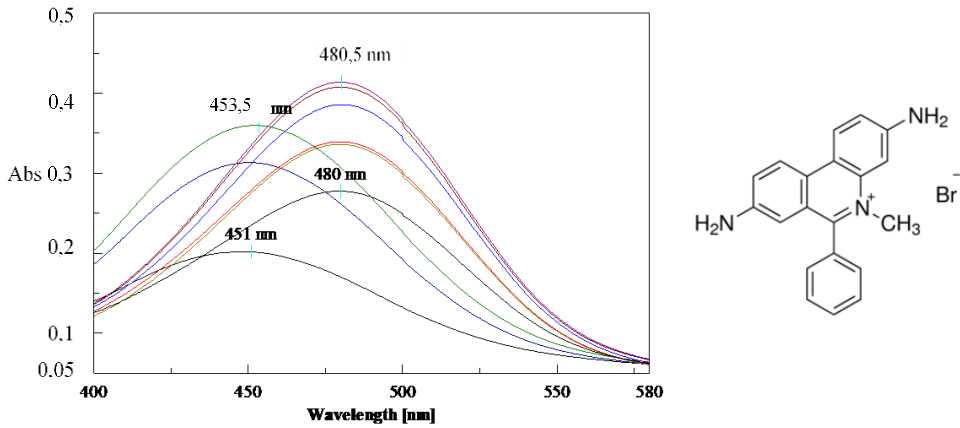
3.1. Kết quả khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quy trình

3.1.1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của pH

Kết quả khảo sát ảnh hưởng của pH đến thuốc thử dimidium bromide (DMB) (Hình 1, Bảng 1) cho thấy ở môi trường pH < 6,5, DMB hấp thụ cực đại trong khoảng 450-455 nm; khi tăng pH, λ_{max} chuyển dịch về vùng sóng dài (do DMB thay đổi dạng tồn tại khi pH tăng) và ổn định trong khoảng 480 nm. Độ hấp thụ của DMB thay đổi theo pH và có giá trị cao nhất trong khoảng pH 6,5-7,5.

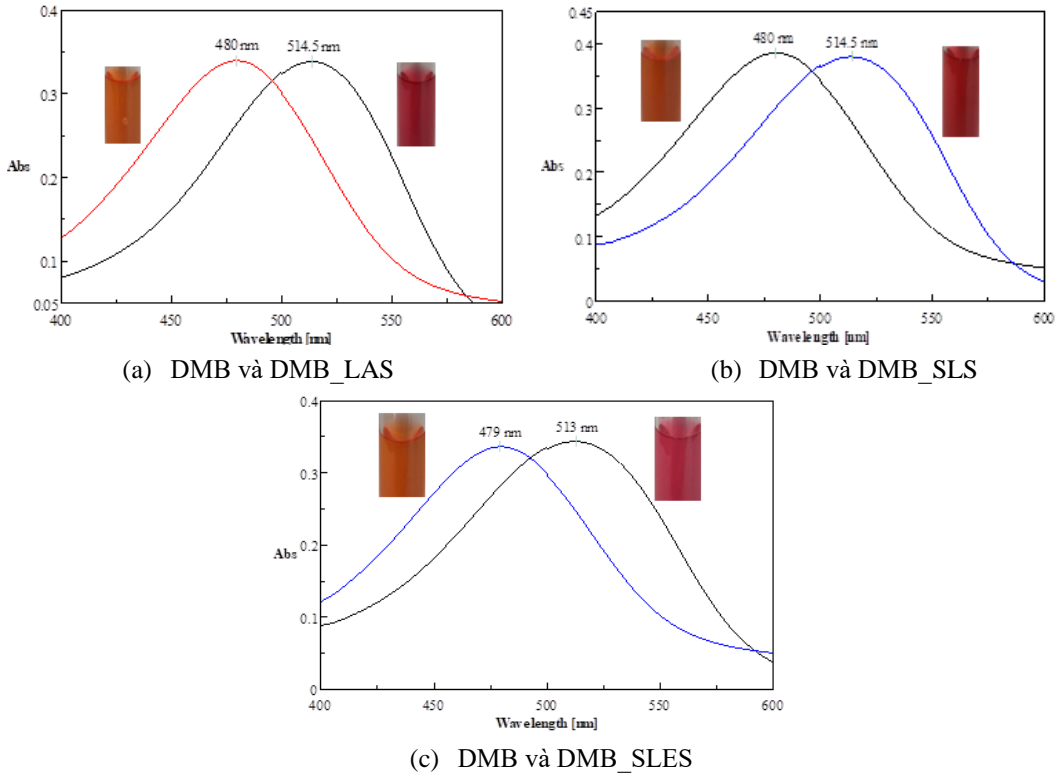
Bảng 1. Ảnh hưởng của pH đến thuốc thử dimidium bromide

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
pH	1,0	2,5	4,5	6,5	7,6	9,6	10,7	12,1	13,0
Bước sóng (nm)	451	449	453,5	480	480,5	479	480	480	480
Abs	0,200	0,313	0,360	0,408	0,414	0,336	0,386	0,339	0,278



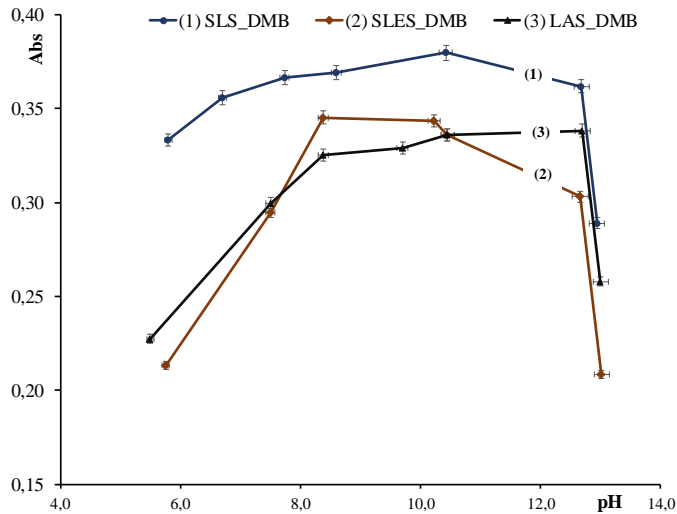
Hình 1. Phổ hấp thụ (pH thay đổi) và công thức cấu tạo của dimidium bromide

Khi thêm chất hoạt động bề mặt anion (LAS, SLES, SLS) vào dung dịch thuốc thử dimidium bromide, ở môi trường acid (pH < 6), không có sự khác biệt về màu sắc giữa DMB với dung dịch gồm DMB và CHĐBM anion. Ở các trường hợp pH > 6, DMB có màu vàng cam, trong khi đó dung dịch gồm DMB, khi pH > 6, bước sóng hấp thụ cực đại của dung dịch phức tạo thành giữa DMB và CHĐBM anion dịch chuyển về vùng sóng dài ($\lambda_{\text{DMB_anion}} = 513\text{-}515 \text{ nm}$), trong khi ở khoảng pH này $\lambda_{\text{DMB}} = 480 \text{ nm}$. Điều này được giải thích rằng: do DMB là thuốc thử dạng cation, nên để phản ứng ghép cặp tạo muối xảy ra giữa DMB và CHĐBM anion thì các CHĐBM phải tồn tại ở dạng ion.



Hình 2. Kết quả đối sánh giữa phổ dimidium bromide (DMB) và phổ DMB_anion (LAS, SLS, SLES)

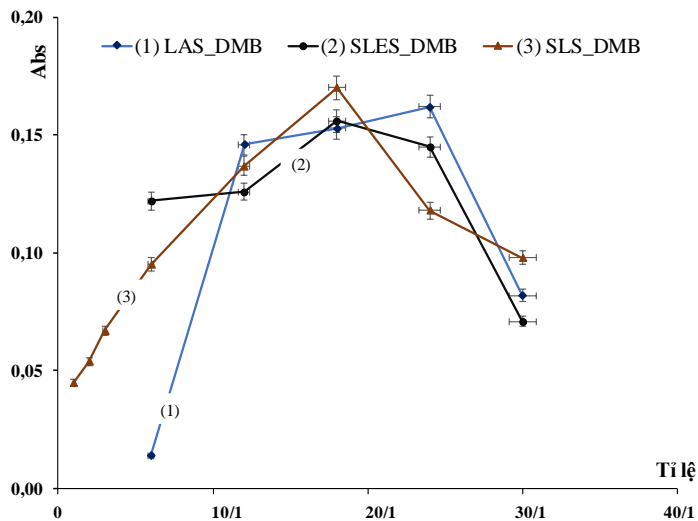
Kết quả khảo sát sự thay đổi độ hấp thu Abs của phức theo pH ở $\lambda_{\max} = 515 \text{ nm}$ (Hình 3) cho thấy pH ảnh hưởng đến phản ứng tạo phức là khác nhau đối với từng CHĐBM: pH phù hợp nhất cho phản ứng giữa DMB và các CHĐBM anion lần lượt trong khoảng 10,5-12,5 cho LAS; pH 10-11 cho SLS và pH 8,5-10 cho trường hợp SLES.



Hình 3. Kết quả khảo sát sự thay đổi độ hấp thu Abs của DMB_anion (LAS, SLS, SLES) theo pH ở $\lambda_{\max} = 515 \text{ nm}$

3.1.2. Kết quả khảo sát tỷ lệ thuốc thử

Kết quả khảo sát sự thay đổi độ hấp thu Abs theo tỷ lệ nồng độ mol giữa CHĐBM anion và DMB cho thấy: (1) đối với LAS và SLES, không có phản ứng ghép cặp hoặc dung dịch đục khi tỷ lệ này ≤ 3 ; (2) đối với SLS, không tạo muối ở tỷ lệ $\leq 1/2$ (Bảng 3). Kết quả khảo sát thu được tỷ lệ mol giữa CHĐBM anion và DMB thích hợp là 1:24 cho trường hợp LAS và tỷ lệ 1:18 cho trường hợp SLES và SLS.



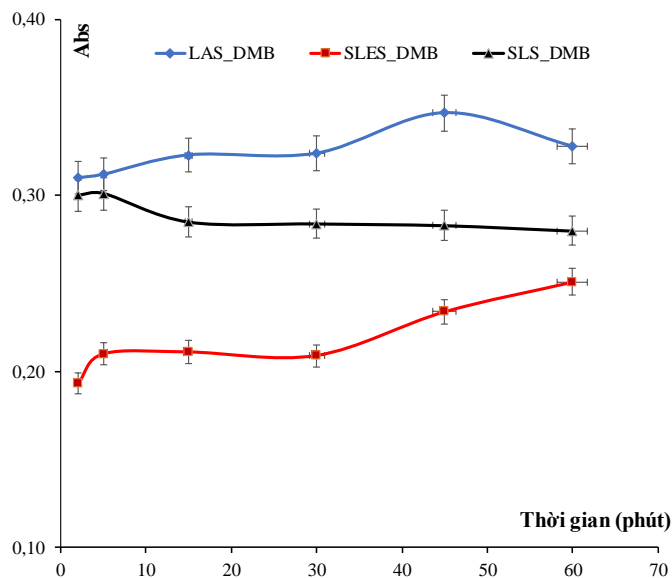
Hình 4. Kết quả khảo sát sự thay đổi độ hấp thu Abs theo tỷ lệ nồng độ CHĐBM anion: DMB.

Bảng 2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ nồng độ mol giữa CHĐBM anion và DMB

Tỷ lệ nồng độ (CHĐBM/DMB)	Abs		
	LAS_DMB	SLES_DMB	SLS_DMB
1/3	Không tạo muối	Không tạo muối	Không tạo muối
1/2			
1/1	Dung dịch đục		0,045
2/1		0,054	
3/1		0,067	
6/1	0,014	0,122	0,095
12/1	0,146	0,126	0,137
18/1	0,153	0,156	0,17
24/1	0,162	0,145	0,118
30/1	0,082	0,071	0,098

3.1.3. Kết quả khảo sát thời gian phản ứng và độ bền của muối

Kết quả khảo sát cho thấy, phản ứng ghép cặp CHĐBM anion_DMB hoàn thành sau 15 phút. Trường hợp SLS, muối tạo thành ổn định trong suốt thời gian khảo sát; ở trường hợp LAS và SLES, muối bền ổn định trong khoảng 15-30 phút (Hình 5).



Hình 5. Kết quả khảo sát thời gian phản ứng và độ bền của muối

3.1.4. Nhận xét chung

Các điều kiện thực hiện phản ứng ghép cặp giữa CHĐBM anion và DMB, hệ số hấp thu phân tử mol của phức tạo thành như ở Bảng 3.

Bảng 3. Kết quả khảo sát phản ứng giữa CHĐBM anion và DMB

STT	Điều kiện thực hiện phản ứng				ϵ_{tb} (l mol ⁻¹ cm ⁻¹)
	λ_{max}	pH	Tỷ lệ CHĐBM: DMB	Thời gian đo	
LAS	514,5	10,5-12,5	1:24	15 – 30 phút	128,2 ± 8,3
SLS	514,5	10-11	1:18	sau 15 phút	120,2 ± 7,1
SLES	513	8,5-10,5	1:18	15 – 30 phút	104,3 ± 3,5

3.2. Kết quả khảo sát MDL_S, LOQ, LOL và xác nhận giá trị sử dụng phương pháp (độ lặp và độ đúng)

Kết quả xác định MDL_S và LOQ tương ứng như Bảng 4 cho thấy, độ nhạy phức SLES_DMB, SLS_DMB cao hơn so với LAS_DMB. Kết quả này phù hợp với kết quả thu được từ hệ số hấp thụ mol ϵ (Bảng 3)

Bảng 4. Kết quả khảo sát MDL_S, LOQ

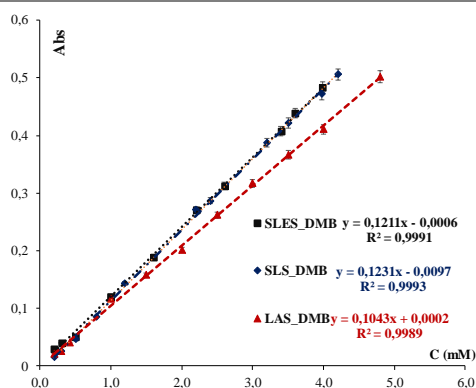
Chất hoạt động bề mặt	SD	MDL _S *	LOQ**	S/N
SLES	0,0148	0,046 mM	0,15 mM	3,5
SLS	0,0153	0,048 mM	0,15 mM	4,0
LAS	0,0179	0,056 mM	0,18 mM	5,0

*MDL_S tính theo công thức (1) với n = 7 và t_{n-1, 0,99} = 3,143; **tính theo công thức (2)

Kết quả khảo sát khoảng tuyến tính (LOL) như ở Bảng 5 và Hình 7.

Bảng 5. Kết quả khảo sát LOL

Chất hoạt động bề mặt	LOL	Phương trình hồi quy tuyến tính	R ²
SLES	0,2 - 4,0 (mM) 0,084 - 1,674 (g/L)	Y = 0,1211X - 0,0006	0,9991
SLS	0,2 - 4,2 (mM) 0,058 - 1,211 (g/L)	Y = 0,1231X - 0,0097	0,9993
LAS	0,2 - 4,8 (mM) 0,065 - 1,567 (g/L)	Y = 0,1043X + 0,0002	0,9989



Hình 6. Khoảng tuyến tính LOL

Kết quả khảo sát độ lặp ((%) RSD) và độ đúng (%) H (hiệu suất thu hồi), thực hiện phân tích trên 7 mẫu dung dịch CHĐBM chuẩn và mẫu chất tẩy rửa thêm chuẩn (Bảng 6) cho thấy trong tất cả các lần thử RSD đều nhỏ hơn 5,3% và hiệu suất thu hồi trung bình của phương pháp đều nằm trong giới hạn cho phép 90-103% nên phương pháp đề xuất đều đạt độ đúng và độ lặp [20].

Bảng 6. Kết quả khảo sát độ lặp và độ đúng

Chất hoạt động bề mặt		SLES	SLS	LAS
Dung dịch chuẩn	C_{tt} (g/L)	0,42	0,72	0,80
	C_{tt} (g/L)	$0,415 \pm 0,020$	$0,685 \pm 0,016$	$0,790 \pm 0,012$
	(%) H	$98,8 \pm 4,6$	$95,0 \pm 2,3$	$98,7 \pm 1,4$
	(%) RSD	4,70	2,38	1,46
Mẫu thêm chuẩn	$m_{thêm}$ (mg)	500	750	1000
	m_{tt} (mg)	$489,1 \pm 8,5$	$759,7 \pm 9,5$	$985,0 \pm 8,4$
	(%) H	$97,9 \pm 1,7$	$101,3 \pm 1,3$	$98,4 \pm 0,8$
	(%) RSD	1,73	1,24	0,85

3.3. Phân tích hàm lượng CHĐBM anion bằng phương pháp UV/VIS và đối chiếu với phương pháp chuẩn độ 2 pha theo TCVN 5455 -1998 (ISO 2271:1989) [9-10]

Kết quả phân tích hàm lượng CHĐBM anion quy về (%)LAS (mẫu chất tẩy rửa dạng lỏng) theo phương pháp chuẩn độ 2 pha [9-10] và phương pháp xây dựng (Bảng 7) cho thấy kết quả phân tích trên phương pháp xây dựng tương đồng về mặt ý nghĩa thống kê ở mức độ tin cậy 95% (so sánh bằng SPSS với $p < 0,05$) với kết quả phân tích theo phương pháp chuẩn độ 2 pha (TCVN 5455-1998 (ISO 2271: 1989)).

Bảng 7. Kết quả phân tích trên mẫu thật

Kết quả	ISO 2271:1989	Phương pháp xây dựng (thuốc thử DMB)
(%) LAS	$14,76 \pm 0,66$	$14,72 \pm 0,30$
(%) RSD	4,5	2,0

4. KẾT LUẬN

Kết quả nghiên cứu và khảo sát quy trình phân tích CHĐBM anion bằng phương pháp quang phổ UV/VIS với thuốc thử dimidium bromide (DMB) cho thấy: CHĐBM anion phản ứng ghép cặp với DMB tạo thành muối có màu hồng đỏ tan trong nước, các muối này hấp thụ cực đại trong khoảng 513-514,5 nm. Kết quả khảo sát thu được pH phù hợp trong khoảng 8,5-12,5 với tỷ lệ CHĐBM: DMB là 1:24, $MDL_S = 0,056$ mM cho LAS và tỷ lệ 1:18, $MDL_S = 0,046$ mM, $MDL_S = 0,048$ cho SLES, SLS. Kết quả khảo sát độ lặp (%) RSD và độ đúng (%) H trong tất cả các lần thử RSD đều nhỏ hơn 5,3% và hiệu suất thu hồi trung bình của phương pháp đều nằm trong giới hạn cho phép 90-103%. Kết quả so sánh bằng SPSS cho thấy kết quả phân tích trên mẫu thật theo phương pháp chuẩn độ 2 pha (ISO 2271:1989) và phương pháp xây dựng tương đồng về mặt ý nghĩa thống kê ở mức độ tin cậy 95%. Bên cạnh đó, phương pháp đề xuất không sử dụng dung môi hữu cơ gây độc môi trường và con người, độ lặp tốt do không cần chiết xuất với dung môi hữu cơ.

Tuy nhiên, nghiên cứu vẫn còn nhiều hạn chế, chưa khảo sát ảnh hưởng của các ion khác có mặt trong mẫu, kết quả khảo sát MDL_s, LOQ và LOL và cho thấy phương pháp đề xuất có LOQ > 0,5 mg/L (hàm lượng CHĐBM trong nước mặt theo QCVN 08-2015) [21], cần nghiên cứu tăng độ nhạy phương pháp để có thể áp dụng xác định CHĐBM anion trong nước, nước thải.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Hồ Tấn Tài Louis - Các sản phẩm tẩy rửa và chăm sóc cá nhân: Lý thuyết và ứng dụng, Unilever Việt Nam, TP. Hồ Chí Minh (1999).
2. Heinrich Waldhoff, Rudiger Spilker - Handbook of detergents, Part C: Analysis, CRC Press (2004).
3. Thomas M. Schmitt - Analysis of Surfactants (Surfactant Science series) 2nd Edition, CRC Press (2001).
4. Cullum D.C. - Introduction to surfactant analysis, Blackie Academic & Professional, 1994.
5. Turner A.H., Houston J.H. - The market for industrial surfactants in the 1990s - An overview, In: Karsa D.R. (ed.) Industrial applications of surfactants III, Special Publication 107, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK (1992) 3-19.
6. Tsubochi M., Yamasaki N., Matsuoka K. - Determination of anionic surfactants by two-phase titration with tetrabromophenolphthalein ethyl ester as indicator, Journal of the American Oil Chemists' Society **56** (11) (1979) 921-923.
7. John Cross - Anionic surfactants: Analytical chemistry, Surfactant Science Series **73**, CRC Press, 1998.
8. Gasiorowska M., Wroblewska, E.K - Manual direct two-phase titration method for anionic surface-active agents' determination with use of solvatochromic dye. The modification towards toxicity abatement, Tenside Surfactants Detergents **49** (2) (2012) 97-99.
9. ISO 2271:1989, Surface active agents – Detergents – Determination of anionic-active matter by manual or mechanical direct two-phase titration procedure, 1989.
10. TCVN 5455:1998 - Chất hoạt động bề mặt - chất tẩy rửa – Xác định chất hoạt động anion bằng phương pháp chuẩn độ hai pha trực tiếp.
11. Juan M. Traverso-Soto, Eduardo González-Mazo and Pablo A. Lara-Martín - Analysis of surfactants in environmental samples by chromatographic techniques, in: Leonardo Calderón (ed.) Chromatography - The most versatile method of chemical analysis, InTech Open (2012) 187-216.
12. Pratesi C.R., Faccetti L., Cassani G - Anionic surfactant composition by GC-Mass spectrometry, Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse **LXXVIII** (2001) (273-278).
13. Saito T., Higashi K., Hagiwara K. - Determination of traces of sodium alkylbenzenesulphonate by high-performance liquid chromatography, Application to water, Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie **313** (1982) 21-23.
14. Hideaki Kitami, Tetsuo Watanabe, Takio Kitahara, Yoshimi Ishihara, Jiro Takano - Determination of anionic surfactants in tap water by HPLC-UV detection after solid-phase extraction, Bunseki Kagaku **53** (8) (2004) 857-861.
15. Jurado E., Fernández-Serrano M., Nunez-Olea J., Luzon G., Lechuga M. - Simplified spectrophotometric method using methylene blue for determining anionic surfactants: Applications to the study of primary biodegradation in aerobic screening tests, Chemosphere **65** (2) (2006) 278-285.

16. Sini K., Idouhar M., Ahmia A.C., Ferradj A., Tazerouti A. - Spectrophotometric determination of anionic surfactants: optimization by response surface methodology and application to Algiers bay wastewater, *Environmental Monitoring and Assessment* **189** (12) (2017) 646.
17. TCVN 6622-1:2009 (ISO 7875-1:1996) - Chất lượng nước - Xác định chất hoạt động bề mặt - Phần 1: Xác định các chất hoạt động bề mặt anion bằng cách đo chỉ số metylen xanh (MBAS).
18. Trần Cao Sơn - Thảm định phương pháp phân tích trong hóa học và vi sinh vật, NXB Khoa học và Kỹ thuật, Hà Nội (2010).
19. US.EPA - Definition and procedure for the determination of the method detection limit, Revision 2, 2016
20. AOAC Peer-verified methods program: Manual on policies and procedures, AOAC International 1998.
21. QCVN 08-MT:2015/BTNMT Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về chất lượng nước mặt, Hà Nội (2015).

ABSTRACT

METHOD DEVELOPMENT FOR DETERMINATION OF ANIONIC SURFACTANTS BY UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY USING DIMIDIUM BROMIDE REAGENTS

Tran Nguyen An Sa*, Doan Thi Phuong Lan, Nguyen Quoc Thinh,
Le Thi Kim Thoa, Le Thi Kim Anh
Ho Chi Minh City University of Food Industry
*Email: *tnansacntp@gmail.com*

The content of the report is optimizing the conditions for determining anionic surfactants by UV/VIS spectroscopy with dye cationic dimidium bromide (DMB). Experimental results obtained dimidium bromide reaction combined with anions (LAS, SLES, SLS) to form water-soluble pink salts, these salts absorb maximum within 513-514.5nm. Survey results obtained appropriate pH within 8.5-12.5; anionic surfactants: DMB ratio is 1:24, $MDL_S = 0.056$ mM for LAS and rate 1:18, $MDL_S = 0.046$ mM, $MDL_S = 0.048$ mM for SLES, SLS. The results of the survey on the repeatability ((%) $RSD < 5,3\%$) and the accuracy (%) H ((%) $H = 90-103\%$) in all the tests are within the allowed limits. The SPSS comparison results show the analysis results on real samples using a 2-phase titration method (ISO 2271:1989) and construction method are statistically similar ($p < 0.05$).

Keywords: Anionic surfactants, dimidium bromide, linear alkylbenzenesulfonate, sodium lauryl ether sulfate, UV/VIS spectroscopy, sodium dodecyl sulfate.