

УДК 543.3:504.064

DOI <https://doi.org/10.32782/2786-5681-2025-1.02>

Олександр МУДРАК

доктор сільськогосподарських наук, професор, завідувач кафедри екології, природничих та математичних наук, Комунальний заклад вищої освіти «Вінницька академія безперервної освіти»
ov_tudrak@ukr.net

ORCID: 0000-0002-1776-6120

Тетяна МОРОЗОВА

кандидат біологічних наук, доцент, доцент кафедри екології та технологій захисту навколишнього середовища, Національний транспортний університет

tetiana.morozova@ukr.net

ORCID: 0000-0003-4836-1035

ЕКОЛОГО-ПОРІВНЯЛЬНИЙ АНАЛІЗ ЕФЕКТИВНОСТІ РІЗНИХ МЕТОДИК ВИЗНАЧЕННЯ ЙОДУ

Анотація. У роботі проаналізовано та порівняно ефективність шести методик визначення йоду в природних об'єктах. Проведено оцінювання їхньої точності, чутливості, селективності та економічної доцільності. Виявлено, що лише три з досліджених методик забезпечують відтворювані та об'єктивні результати, однак дві з них мають суттєві обмеження, зокрема через помилки в початкових методичних розробках або недоступність ключових реагентів. Встановлено, що методика окиснення йодиду з подальшим застосуванням сечовини та крохмалю є перспективною для екологічного моніторингу завдяки високій чутливості, швидкості аналізу та екологічній безпечності. **Метою статті** є оцінювання точності, чутливості та практичної придатності різних методик визначення йоду в природних об'єктах, а також визначення оптимальної методики для застосування в екологічному моніторингу. **Об'єктом** дослідження є методики визначення йоду в природних об'єктах, зокрема в ґрунті, рослинних і тваринних тканинах, що використовуються в екологічному моніторингу. **Методологія дослідження базується** на порівняльному аналізі шести методик визначення йоду, що відрізняються за принципом дії, чутливістю, точністю та селективністю. Експериментальні дослідження включали апробацію кожної методики на зразках природного походження (ґрунт, рослинні і тваринні тканини), побудову калібрувальних кривих та оцінювання відтворюваності отриманих результатів. **Додатково** проведено аналіз економічної доцільності методик, враховуючи вартість реагентів і тривалість аналізу. **Висновки.** Моніторинг йоду в природних об'єктах є важливим для оцінювання його біодоступності та впливу на живі організми. Визначення цього мікроелемента ускладнюється його нерівномірним розподілом у довкіллі та хімічними перетвореннями, що зумовлює необхідність порівняння різних аналітичних методик. Йодометричне титрування з тіосульфатом натрію є швидким і простим методом, оптимальним для зразків із простою матрицею. Для складних матриць доцільнішим є екстракційний метод, який забезпечує вищу точність, проте потребує додаткових заходів безпеки. Метод із використанням сечовини і крохмалю поєднує високу чутливість, швидкість аналізу та екологічну безпечність, що робить його перспективним для екологічного моніторингу, агрохімії та харчової промисловості. Таким чином, вибір оптимальної методики визначення йоду залежить від складу зразка, вимог до точності та умов проведення аналізу.

Ключові слова: йод, екологічний моніторинг, методи визначення, титриметричний аналіз, фотометрія, селективність, чутливість, калібрувальна крива.

Olexandr MUDRAK

Doctor of Agricultural Sciences, Professor, Head of the Department of Ecology, Natural and Mathematical Sciences, Public Higher Educational Establishment "Vinnytsia Academy of Continuing Education"

ov_tudrak@ukr.net

ORCID: 0000-0002-1776-6120

Tetiana MOROZOVA

Candidate of Biological Sciences, Associate Professor, Associate Professor at the Department of Ecology and Environmental Protection Technologies, National Transport University

tetiana.morozova@ukr.net

ORCID: 0000-0003-4836-1035

ECOLOGICAL COMPARATIVE ANALYSIS OF THE EFFECTIVENESS OF DIFFERENT METHODS FOR DETERMINING IODINE

Abstract. This study analyzes and compares the efficiency of six methods for determining iodine in natural objects. The accuracy, sensitivity, selectivity, and economic feasibility of these methods were evaluated. The results indicate that only three of the examined methods provide reproducible and objective results. However, two of these methods have significant limitations due to errors in initial methodological developments or the unavailability of key reagents. It was established that the oxidation method with subsequent application of urea and starch is promising for environmental monitoring due to its high sensitivity, rapid analysis, and environmental safety.

The aim of this study is to assess the accuracy, sensitivity, and practical applicability of different iodine determination methods in natural objects and to identify the optimal method for environmental monitoring. **The object of the study** is the methods for iodine determination in natural objects, particularly in soil, plant, and animal tissues used in environmental monitoring. **The research methodology** is based on a comparative analysis of six iodine determination methods, which differ in their principles of action, sensitivity, accuracy, and selectivity. Experimental studies included testing each method on natural samples (soil, plant, and animal tissues), constructing calibration curves, and evaluating the reproducibility of the obtained results. Additionally, an economic feasibility analysis of the methods was conducted, considering reagent costs and analysis duration. **Conclusions.** Iodine monitoring in natural objects is essential for assessing its bioavailability and impact on living organisms. The determination of this micronutrient is complicated by its uneven distribution in the environment and chemical transformations, necessitating a comparative analysis of different analytical methods. Iodometric titration with sodium thiosulfate is a fast and simple method, making it optimal for samples with a simple matrix. For complex matrices, an extraction method is more appropriate, as it provides higher accuracy but requires additional safety measures. The method using urea and starch combines high sensitivity, rapid analysis, and environmental safety, making it a promising approach for environmental monitoring, agrochemistry, and the food industry. Thus, the choice of the optimal iodine determination method depends on the sample composition, accuracy requirements, and analysis conditions.

Key words: iodine, environmental monitoring, determination methods, titrimetric analysis, photometry, selectivity, sensitivity, calibration curve.

Постановка проблеми. Йод є незамінним мікроелементом, який відіграє ключову роль у біогеохімічних процесах, що визначають функціонування екосистем та впливають на здоров'я людини. Його присутність у навколишньому середовищі є критично важливою для нормального метаболізму живих організмів, а дисбаланс (дефіцит або надлишок) може призводити до порушень фізіологічних функцій [8]. Визначення концентрації йоду у природних об'єктах (грунтах, воді, молоці, рослинному матеріалі) є одним із пріоритетних завдань екологічного моніторингу, оскільки це забезпечує можливість оцінювання його біодоступності та потенційного впливу на трофічні ланцюги.

У сучасній аналітичній практиці для визначення йоду застосовують різні методики, серед яких найпоширенішими є йодометричне титрування з використанням тіосульфату натрію, фотометричні методи із застосуванням сечовини і крохмалю, а також екстракційні методи, що використовують органічні розчинники, зокрема бензин і хлороформ [11; 12; 17]. Порівняльний аналіз ефективності цих методик здійснюється за такими критеріями, як точність, чутливість, селективність, швидкість аналізу, економічна доцільність і екологічна безпечність.

Аналіз джерел та останніх досліджень. Зважаючи на закономірності трофічного ланцюга “грунт – рослина – тварина”, мікроелементний статус тварин у промислових умовах значною мірою залежить від рівня та співвідношення макро- і мікроелементів у кормах. Вміст цих елементів, у свою чергу, визначається процесами їх поглинання з ґрунту. Одним із лімітуючих мікроелементів у раціоні тварин є йод [1].

Йод необхідний для синтезу тиреоїдних гормонів – тироксину (Т₄) і трийодтироніну (Т₃), які відіграють ключову роль у регуляції метаболічних процесів, росту та розвитку організму. У людини загальний пул йоду становить приблизно 20 мг, з яких близько 75% накопичується в щитоподібній залозі. Також йод депонується у судинному сплетенні, слизовій оболонці шлунка, молочних залозах під час лактації та у слинних залозах [18]. При достатньому надходженні понад 90% спожитого йоду екскретується із сечею, тоді як при йодному дефіциті відбувається його активне накопичення у щитоподібній залозі, що може впливати на її функціональний стан.

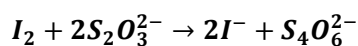
Основним джерелом йоду для сільськогосподарських тварин є злакові корми, проте їх йодовий статус значною мірою залежить від геохімічних особливостей ґрунтів, рівня йоду

у воді та атмосферному повітрі. Встановлено, що одним із ключових чинників, які визначають вміст йоду в ґрунтах, є рівень органічної речовини: ґрунти з високою гумусованістю містять значно більше цього мікроелемента. Процеси іммобілізації йоду в ґрунтовому профілі значною мірою залежать від кислотності середовища: у кислих ґрунтах йодат-іони зв'язуються більш активно. Важливу роль у фіксації йоду відіграють оксиди заліза та алюмінію: зокрема, в ґрунтах із підвищеним вмістом оксидів Fe концентрація йоду є вищою [14].

Поглинання йоду організмом тварин відбувається переважно через шлунково-кишковий тракт. Близько 90% необхідного для життєдіяльності йоду надходить із рослинними кормами, а решта – із водою та повітрям. Дослідження підтверджують, що рослини, вирощені на ґрунтах із низьким природним рівнем йоду, також містять його у недостатніх концентраціях [5]. Таким чином, визначення вмісту йоду в кормах та довіллі є критично важливим для розрахунку додаткових потреб у цьому мікроелементі.

Методи визначення йоду в зразках навколишнього середовища. Визначення концентрації йоду у природних і біологічних зразках є важливим етапом екологічного моніторингу, що забезпечує оцінювання біогеохімічних процесів та можливі наслідки йодного дефіциту чи надлишку. Серед аналітичних методів найпоширенішими є йодометричне титрування з використанням тіосульфату натрію та екстракційні методи із застосуванням неполярних розчинників, таких як бензин або хлороформ.

Йодометричне титрування з тіосульфатом натрію. Цей метод ґрунтується на реакції відновлення молекулярного йоду (I_2) іонами тіосульфату ($S_2O_3^{2-}$) з утворенням йодид-іонів (I^-) та тетраіонату ($S_4O_6^{2-}$):



Кількість спожитого розчину тіосульфату пропорційна до концентрації йоду у зразку, що забезпечує його кількісний аналіз. Основні етапи аналізу: підготовка зразка (обробка проби (розчину ґрунту, води, молока або екстракту рослинного матеріалу) реактивами, що сприяють вивільненню йоду, зокрема кислотами або окисниками); титрування (додавання стандартного розчину тіосульфату натрію,

використання крохмального індикатора, який утворює з йодом синій комплекс, знебарвлення якого свідчить про досягнення кінцевої точки титрування); обчислення концентрації йоду (визначається за об'ємом витраченого тіосульфату натрію та стехіометричними співвідношеннями реакції). Переваги: висока точність і відтворюваність (забезпечує кількісний аналіз із високою точністю); економічність (потребує недорогих реактивів і стандартного лабораторного обладнання); універсальність (придатний для аналізу різних природних і біологічних зразків). Обмеження: попередня обробка зразків (необхідна для повного вивільнення йоду, що може вимагати оптимізації умов реакції); можливі інтерференції (компоненти матриці зразка можуть впливати на точність аналізу, що потребує додаткової корекції методики).

Екстракційний метод з бензином або хлороформом. Цей метод базується на вибірковій екстракції молекулярного йоду (I_2) у неполярний органічний розчинник (бензин або хлороформ), у якому йод добре розчиняється. Це забезпечує відокремлення його від водної фази та потенційних інтерферуючих речовин. Після екстракції кількість йоду визначають за допомогою йодометричного титрування або спектрофотометрії. Основні етапи аналізу: підготовка зразка (обробка проби для вивільнення йоду, зокрема окиснення або кислотного виділення йодоформних форм); екстракція (додавання органічного розчинника (бензину або хлороформу) для переведення йоду у неполярну фазу, розділення фаз шляхом центрифугування або використання сепараторної воронки); кількісне визначення йоду (здійснюється титруванням тіосульфатом натрію або спектрофотометричним аналізом (вимірювання оптичної густини комплексів йоду)). Переваги: селективність (забезпечує усунення інтерференцій з боку водної матриці та органічних домішок); вища точність у складних зразках (сприяє точнішому визначенню йоду у пробах із високим вмістом органічних речовин або жирів). Обмеження: складність процедури (додатковий етап екстракції збільшує тривалість аналізу); токсичність розчинників (бензин і хлороформ є шкідливими для здоров'я та потребують спеціальних умов роботи).

Фотометричний метод із сечовиною та крохмалем. Методика ґрунтується на утворенні

інтенсивного синього комплексу між вивільненим йодом і крохмалем у присутності сечовини. Сечовина виконує роль стабілізатора, забезпечуючи однорідність реакційного середовища, запобігаючи агрегації молекул крохмалю та покращуючи взаємодію йоду з крохмалем. Інтенсивність забарвлення прямо пропорційна концентрації йоду в зразку. Спектрофотометричне визначення оптичної густини комплексу в діапазоні 580–620 нм забезпечує кількісний аналіз вмісту йоду. Етапи проведення аналізу: підготовка зразка (зразки води, ґрунту, молока або рослинного матеріалу піддаються попередній обробці (кислотне або окислювальне вивільнення йодуфорних форм) для повного вивільнення йоду) для повного вивільнення йоду); додавання реагентів (до підготовленого зразка додають сечовину (покращує розчинність і стабільність реакційної суміші) та розчин крохмалю (індикатор), що утворює інтенсивно забарвлений синій комплекс); вимірювання інтенсивності кольору (спектрофотометричне визначення оптичної густини утвореного комплексу); побудова калібрувальної кривої (на основі стандартних розчинів йоду визначають його концентрацію у зразку). Переваги методики: висока чутливість і точність (забезпечує можливість визначення йоду навіть у низьких концентраціях); швидкість аналізу (метод є простим і скорочує час підготовки та аналізу); екологічна безпечність (відсутність токсичних органічних розчинників); стабільність середовища (сечовина забезпечує однорідність суміші, підвищуючи відтворюваність результатів) (табл. 1).

Методика визначення йоду із застосуванням сечовини та крохмалю є ефективною альтернативою класичним методам. Вона поєднує високу чутливість, швидкість проведення

аналізу та екологічну безпечність, що робить її перспективною для застосування в екологічному моніторингу, агрохімії та харчовій промисловості. Вибір конкретної методики залежить від складу зразка, необхідної точності та умов проведення аналізу.

Кількісний аналіз визначення вмісту йоду: фотометричний метод. Принцип методу. Фотометричний метод визначення йоду базується на його реакції з диметил-п-фенілендіаміном, що супроводжується утворенням забарвленого продукту. Інтенсивність забарвлення вимірюють фотометрично. Чутливість методу становить 1 мг/м³. Методика. Рослинний матеріал поміщали в розчин йодиду калію, після чого проводили енергійне струшування. До отриманого розчину додавали 1 мл диметил-п-фенілендіаміну та ретельно перемішували. Через 10 хвилин вимірювали оптичну густину забарвленого розчину за допомогою фотоелектроколориметра (ФЕК) у кюветі з товщиною шару 10 мм, використовуючи зелений світлофільтр. Контрольний розчин готували на основі фіксаналу. Вміст йоду визначали за калібрувальною кривою.

Розрахунок вмісту йоду. Вміст йоду (X) визначали за формулою:

$$X = \frac{a \cdot V_1}{V_2 \cdot m}, \quad (1)$$

де a – концентрація йоду за калібрувальним графіком, мкг; V₁ – загальний об'єм розчину йодиду калію, мл; V₂ – об'єм, взятий для аналізу, мл; m – маса наважки, г.

Роданідно-нітритний метод визначення вмісту йоду. Метод базується на каталізуючій дії йодид-йона на реакцію окиснення роданід-йона залізом, що супроводжується знебарвленням розчину. Чутливість реакції становить 10⁻⁵ мкг/мл. Зразок молока (1 мл) змішували

Таблиця 1

Порівняльний аналіз методик визначення йоду

Метод	Принцип	Переваги	Обмеження
йодометрична титрація (тіосульфат натрію)	визначення йоду через титрування тіосульфатом натрію за участю крохмалю	висока точність при належній техніці титрування	суб'єктивне визначення кінцевої точки, необхідність ретельного контролю умов
екстракція бензином/хлороформом	виділення вільного йоду в неполярний розчинник з подальшим титруванням або спектрофотометрією	висока селективність, ефективне усунення матричних інтерференцій	використання токсичних розчинників, додаткові етапи екстракції
метод із сечовиною та крохмалем	утворення синього комплексу в присутності сечовини та крохмалю	висока чутливість, швидкість, відсутність токсичних реагентів	чутливість до матричних інтерференцій, потреба у калібруванні

з 1 мл 2н розчину їдкою калію, висушували при 150 °С, а потім прогрівали при 105°С протягом 10–12 годин. Після цього проби розміщували у холодну муфельну піч, поступово нагрівали до 600 °С, періодично відкриваючи дверцята (3–4 рази на 15 секунд) для прискорення процесу озолення. Якщо озолення було неповним (наявність темних частинок), проводили повторне висушування при 150 °С протягом 30 хвилин, після чого зразки знову нагрівали до 600 °С і витримували 15 хвилин. Отримані проби охолоджували, змивали залишки золи зі стінок пробірки, чотирикратно додавали воду (по 2,5 мл), ретельно перемішували та центрифугували (3000 об/хв, 20 хв). В чисту пробірку з притертою пробкою додавали 4 мл прозорого центрифугату, 0,4 мл 0,006 М розчину нітриту натрію (NaNO₂) та 1,6 мл 0,2 М розчину залізоамонійних квасців у 2н азотній кислоті. Пробірку двічі струшували, після чого запускали секундомір. Через 25 хвилин при кімнатній температурі (22–23 °С) проводили фотоколориметрію на ФЕК при синьому світлофільтрі (430 нм) у кюветі з товщиною шару 10 мм проти води. Розрахунок проводили за формулою:

$$C = \frac{a \cdot 10 \cdot 100}{4 \cdot 1 \cdot 1000}, \quad (2)$$

де *a* – кількість йоду, знайденого за калібрувальним графіком (з урахуванням контролю), мг; 10 – об'єм розчину золи, мл; 100 – коефіцієнт для перерахунку в мкг %; 4 – об'єм центрифугату, взятий для визначення, мл; 1 – об'єм сироватки, мл; 1000 – мг в 1 мкг. Похибка становить 5±1%; відтворюваність результатів – 0,03–0,05; границя виявлення – 0,75 мкг %. Методику застосовували для аналізу кормів та водної витяжки ґрунту, дотримуючись аналогічних етапів підготовки проб, озолення і фотоколориметрії.

Методика визначення вмісту йоду у молоці великої рогатої худоби за допомогою селективного електрода. Суть методу. Дослідження проводили на зразках молока, відібраних у 20 контрольних точках трьох природних зон Чернівецької області. Зразки зберігали в морозильній камері за температури -10...-15°С. Вміст йоду визначали за допомогою селективного електрода. Перед проведенням аналізу молоко центрифугували для відокремлення сироватки, яка використовувалася у подальших дослі-

дженнях. Калібрування електрода здійснювали за тих самих умов, що й під час вимірювання аналітичних розчинів, зокрема за однакової температури та іонної сили розчину. Калібрувальні розчини з необхідною концентрацією йодид-іонів готували методом послідовного десятикратного розведення вихідного розчину йодиду калію з концентрацією 1 моль/л. Для приготування вихідного розчину 166,01 г KI розчиняли у 1 л дистильованої води. Розчини, що містили менше ніж 1 мг/л йодид-іонів, стабілізували шляхом додавання стабілізуючого розчину із аскорбіновою кислотою (200 мл на 1 л стандартного розчину). Приготування стабілізуючого розчину із аскорбіновою кислотою: у 500 мл дистильованої води розчиняли 80 г NaOH, поступово додавали 320 г натрієвої солі саліцилової кислоти при постійному перемішуванні. Після повного розчинення вводили 72 г аскорбінової кислоти, отриманий розчин охолоджували та доводили об'єм до 1 л дистильованою водою. Перед початком роботи селективний електрод витримували у дистильованій воді протягом 10–15 хв, двічі змінюючи воду. Спочатку вимірювали потенціал у дистильованій воді, після чого послідовно досліджували калібрувальні розчини у порядку зростання концентрації йодид-іонів. Дослідження проводили у діапазоні концентрацій 1×10^{-6} – 1×10^{-1} моль/л щодо допоміжного хлор-срібного електрода за температури 15–35 °С. Допоміжний електрод був оснащений подвійним сольовим містком, заповненим 1 М розчином KNO₃.

Виклад основного матеріалу. Проблема забезпечення екологічних і медичних лабораторій ефективними методами кількісного визначення йоду залишається актуальною. Визначення масової частки йоду регламентується відповідними нормативними документами, зокрема ДСТУ та ISO, які передбачають вимірювання його вмісту на рівні міліграмових кількостей на кілограм. Основні методики аналізу базуються на титриметричних, фотометричних, хроматографічних, кінетичних і електрохімічних підходах [10; 17]. Серед електрохімічних методів особливе значення має інверсійно-вольтамперометричний аналіз (ІВА), який характеризується високою відтворюваністю результатів та швидкістю проведення аналізу. Проте, незважаючи на високу чутливість, ці методи здебільшого застосовуються для дослідження

біологічних рідин, таких як питна вода та сеча. У зв'язку з цим актуальним є питання ефективності існуючих методик визначення йоду в біооб'єктах твердої консистенції, зокрема в харчових продуктах та сировині, з урахуванням чутливості, економічної доцільності та доступності реагентів.

Електрохімічні методи, такі як вольтамперометрія, амперометрія та імпедансна спектроскопія, забезпечують швидке та чутливе виявлення аналіту, а також можливості мініатюризації та розгортання в польових умовах. Останні досягнення в електрохімічному аналізі сприяли розробці методів виявлення широкого спектра забруднюючих речовин шляхом застосування електродів із унікальною конструкцією та масивів мікроелектродів. Використання нанотехнологій сприяло адаптації характеристик функціональних наноматеріалів через синтетичний дизайн, контроль розміру, властивостей поверхні та складу [9].

Йод є хімічним елементом, що відіграє критично важливу фізіологічну роль, а його визначення за допомогою інструментальних методів аналізу залишається складним завданням. Спектрометрія з індуктивно зв'язаною плазмою, пов'язана з оптичним випромінюванням (ICP-OES) або мас-спектрометрія (ICP-MS), є перспективними підходами, однак мають певні обмеження, зумовлені особливостями поведінки йоду в плазмі аргону та виникненню перешкод. Підготовка зразка також є важливим аспектом, що впливає на точність вимірювань [13].

З 2002 року в Україні впроваджено методики вимірювання масової концентрації йодид-іона в йодованих продуктах, розроблені зарубіжними науковими установами. Принцип цих методик базується на інверсійній вольтамперометрії з використанням ртутно-плівкового електрода. Однак чутливість таких методів є недостатньою для контролю вмісту йоду в продуктах, де його концентрація становить 10–50 мкг/кг, зокрема у хлібобулочних виробках, дитячих молочних сумішах та сировині природного походження. Водночас для моніторингу йоду в біооб'єктах йододефіцитних регіонів особливого значення набуває визначення мікрограмових кількостей цього елемента. У лабораторіях екологічного та гігієнічного моніторингу розроблено, валідовано та впро-

ваджено в практику методики ІВА визначення йоду у питній воді та сечі. Попри високу чутливість, ці методики залишаються орієнтованими переважно на біологічні рідини [3; 4].

З огляду на зазначене, у цьому дослідженні здійснено порівняльний аналіз ефективності шести методик визначення йоду в біооб'єктах твердої консистенції за такими критеріями: чутливість, економічна доцільність та доступність реагентів. Досліджувані методики включають:

1) *титрометричний метод* – базується на титруванні вільного йоду тіосульфатом натрію у присутності крохмалю як індикатора;

2) *колориметричний метод (варіант 1)* – ґрунтується на утворенні забарвленого комплексу йоду з азотистокислим натрієм (NaNO_2) у кислому середовищі з подальшим визначенням у бензиновому або хлороформному шарі;

3) *колориметричний метод (варіант 2)* – аналогічний попередньому, але передбачає використання іншого спектрофотометричного діапазону;

4) *фотометричний метод* – заснований на реакції йоду з диметил-п-фенілендіаміном із подальшим спектрофотометричним визначенням;

5) *кінетичний метод* – базується на каталізуючій дії йодид-йона на реакцію окиснення роданід-йона йонами заліза;

6) *окисно-відновний метод* – передбачає окиснення йодиду до молекулярного йоду з подальшою його взаємодією з сечовиною (NH_2CONH_2) для руйнування надлишку нітриту.

Подальший аналіз дозволяє оцінити зазначені методики за трьома основними критеріями: чутливістю, економічною доцільністю та доступністю реагентів.

Стандартний титрометричний метод оцінювання якості йодованої солі базується на титруванні вільного йоду тіосульфатом натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) у присутності крохмалю як індикатора. Попередньо зразок обробляється концентрованою сульфатною кислотою, що забезпечує вивільнення йоду. Методика є доступною та не потребує використання складного або дорогого лабораторного обладнання. Однак її застосування до розчинів із низьким вмістом йоду виявилось малоефективним, оскільки в таких зразках характерне синє забарвлення не проявлялося, а калібрувальна крива демон-

струвала нелінійну залежність, наближаючись до параболічної форми (рис. 1). Це свідчить про обмежену придатність методики для аналізу низьких концентрацій йоду, що зумовлює необхідність її удосконалення або заміни більш чутливими методами.

Друга апробована методика базується на утворенні забарвленого комплексного сполучення йоду з азотистокислим натрієм (NaNO_2) у кислому середовищі з подальшим колориметричним визначенням у бензиновому шарі. У межах методики бензин додається до фільтрату перед його підкисленням та перед внесенням розчину азотистокислового натрію. Після завершення реакції забарвлений бензиновий шар відокремлюється за допомогою ділильної лійки. Експериментальні дослідження показали, що утворений комплекс має світле, слабко виражене солом'яне забарвлення. Побудова калібрувальної кривої виявила значні коливання значень оптичної густини, що призвело до отримання циклічної залежності з різкими перепадами (рис. 2). Імовірно, сформований комплекс у запропонованих умовах є нестабільним, що зумовлює хаотичність результатів вимірювань та низьку відтворюваність отриманих даних.

Отримані результати свідчать про необхідність подальшої оптимізації умов проведення аналізу або використання альтернативних методик для точного та відтворюваного визначення йоду у біологічних та харчових зразках.

Третя методика є модифікацією попередньої, у якій бензин було замінено хлороформом як органічний екстрагент. Однак, аналогічно до попереднього варіанту, застосування

рекомендованих концентрацій реагентів і їхньої нормальності не забезпечило утворення стабільного комплексного сполучення з чітко вираженим забарвленням. Крім того, спроби побудови калібрувальної кривої не дали очікуваних результатів через значні коливання вимірюваних значень (рис. 3), що свідчить про недостатню відтворюваність методу.

Четверта методика широко застосовується для визначення йоду в сухій масі рослин, сироватці крові великої рогатої худоби тощо. Проте її відтворення в умовах цього дослідження виявило значні методологічні проблеми. Зокрема, не вдалося побудувати калібрувальну криву, оскільки заявлена авторами кольорова реакція не розвивалася. Проведені чотири серії експериментів із п'ятикратною повторністю не дали очікуваних результатів, що вимагало детального аналізу всіх етапів методики.

Ретельний перегляд алгоритму визначення йоду, запропонованого авторами, дозволив виявити суттєві методичні неточності. Зокрема, хоча в описі зазначено, що принцип методу ґрунтується на каталітичній дії йодид-йона на реакцію окиснення роданід-йона йонами заліза, у технологічній схемі був відсутній етап додавання розчину роданіду калію – ключового реагенту для реалізації кольорової реакції. Крім того, у списку реактивів зазначено формулу нітрату натрію, тоді як у процедурному описі йдеться про використання нітриту натрію, що могло вплинути на перебіг реакції.

Після коригування зазначених недоліків вдалося побудувати калібрувальну криву для низьких концентрацій йодиду калію (рис. 4),

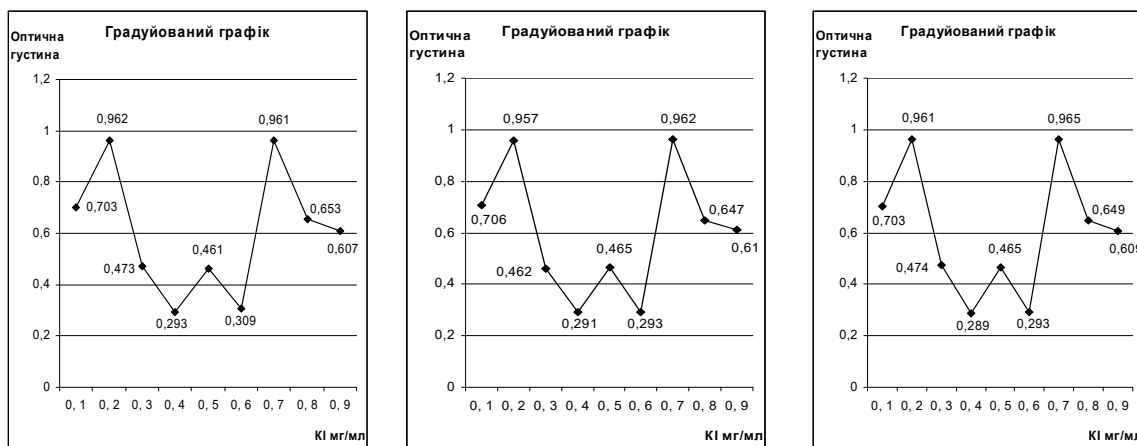


Рис. 1. Калібрувальні криві, побудовані за методикою визначення йоду з тіосульфатом натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

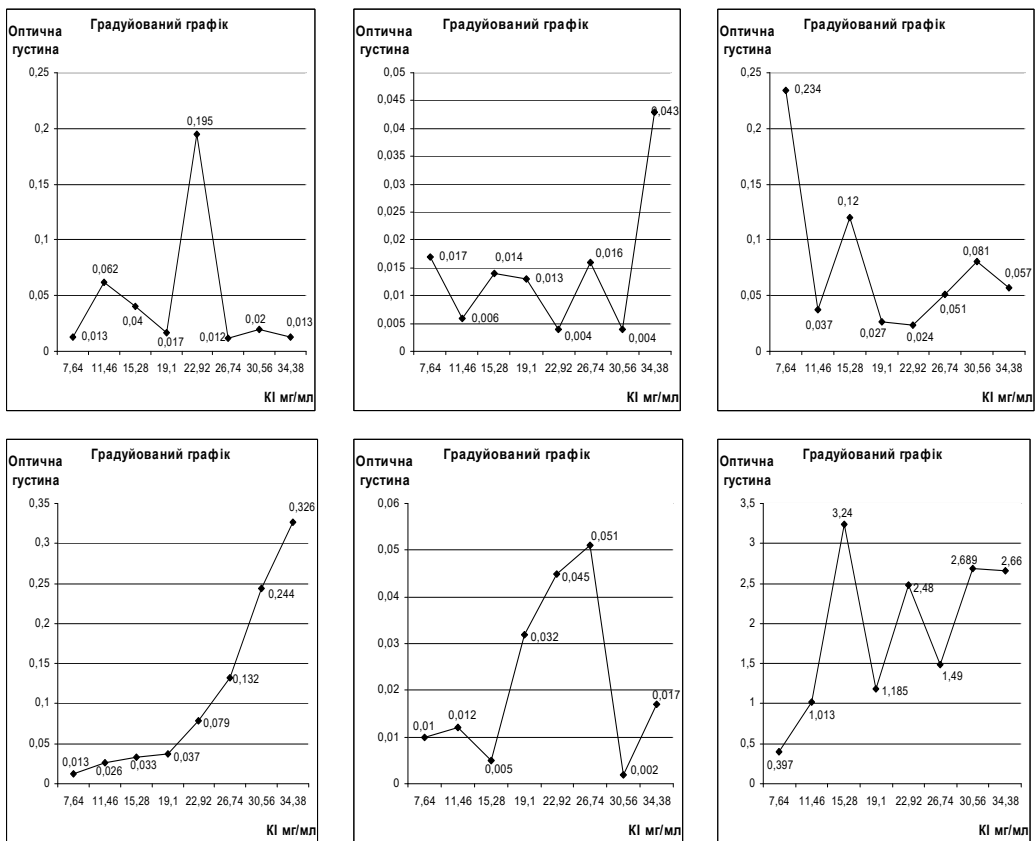


Рис. 2. Калібрувальні криві, побудовані згідно з методикою визначення йоду за допомогою бензину

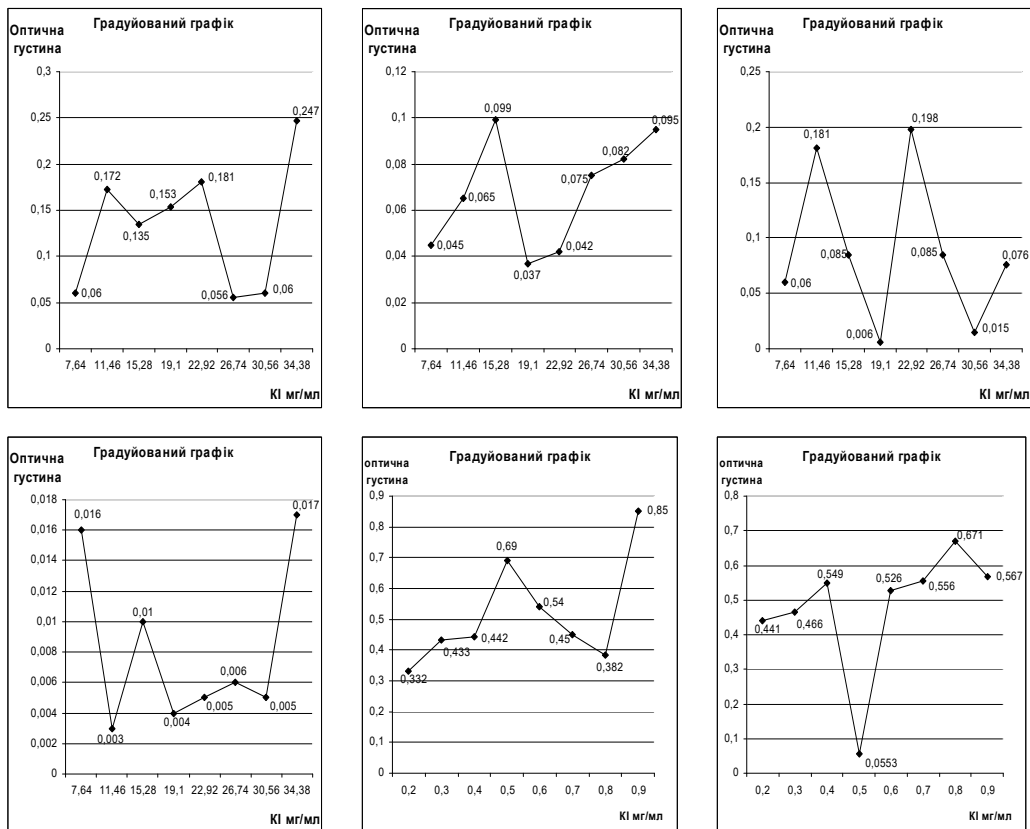


Рис. 3. Калібрувальні криві, побудовані згідно з методикою визначення йоду за допомогою хлороформу

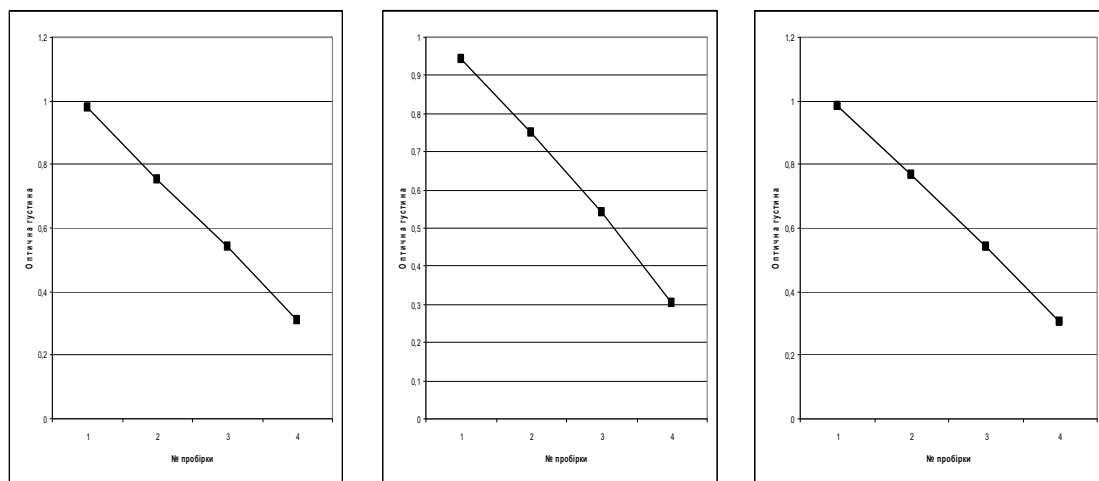


Рис. 4. Калібрувальні криві, побудовані згідно з методикою визначення йоду за допомогою реакції окислення роданід-йона залізом

що підтвердило працездатність методики за умови внесення відповідних змін. Водночас методика має суттєвий недолік – значну тривалість проведення аналізу. Зокрема, процес включає підготовку реактивів, спалювання зразків у муфельній печі, центрифугування та подальше фотокolorиметричне визначення, що загалом займає не менше двох діб. За важливими характеристиками методика посідає середню позицію серед апробованих методів.

Принцип п'ятої методики ґрунтується на фотометричному визначенні йоду за його реакцією з диметил-*n*-фенілендіаміном, у результаті якої утворюється комплекс із фіолетовим забарвленням. Ця методика забезпечує можливість легкого побудови калібрувальних кривих, є малотривалою та потребує найменшої кількості реактивів порівняно з іншими методами (рис. 5). Однак застосування цього методу пов'язане з двома суттєвими проблемами. По-перше, диметил-*n*-фенілендіамін

є рідкісним реагентом, який складно придбати на комерційному ринку. По-друге, навіть за його наявності виробники постачають реагент у фасуванні не менше 1 кг, що робить методику економічно не вигідною.

Шоста методика, апробована у цьому дослідженні, передбачає окиснення йодиду до молекулярного йоду з подальшим додаванням сечовини (NH_2CONH_2) для нейтралізації надлишку нітриту. Після цього до розчину вносили крохмаль, у результаті чого спостерігалось добре виражене синє забарвлення.

Калібрувальна крива, побудована для різних концентрацій йодиду калію, мала лінійну залежність, що свідчить про високу відтворюваність методу. Ця методика виявилася ефективною для визначення вмісту йоду в ґрунті, рослинних і тваринних об'єктах. Крім того, експериментально доведено її придатність для аналізу вмісту йоду у людському волоссі (рис. 6).

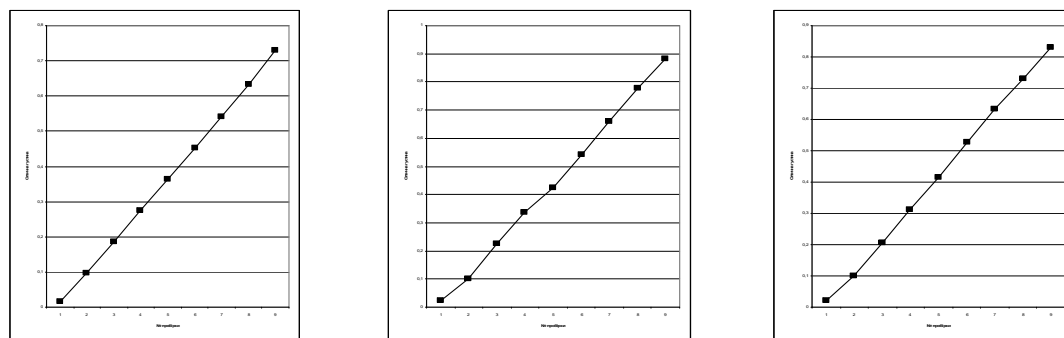


Рис. 5. Калібрувальні криві, побудовані за методикою визначення йоду за його реакцією з диметил-*n*-фенілендіаміном

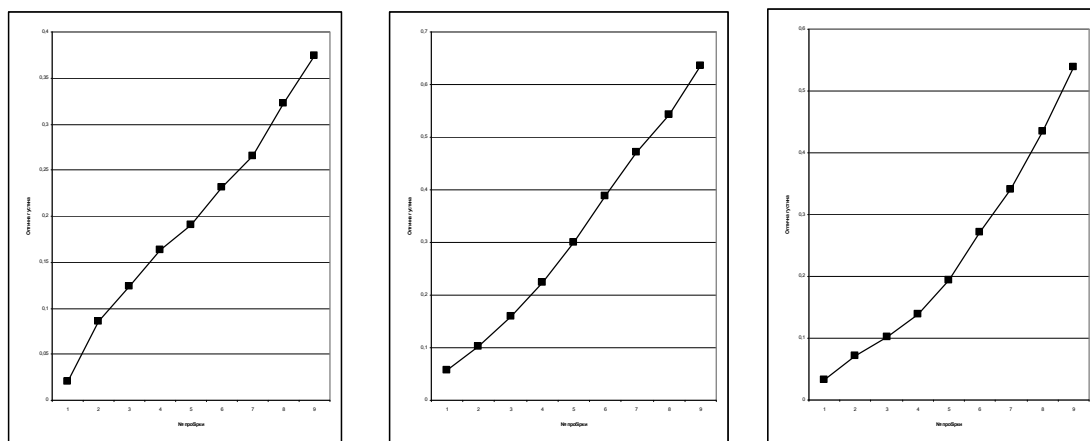


Рис. 6. Калібрувальні криві, побудовані згідно з методикою визначення йоду за допомогою сечовини та крохмалю

Шоста методика, застосована у цьому дослідженні, базується на окисненні йодиду до молекулярного йоду з подальшим додаванням сечовини (NH_2CONH_2) для руйнування надлишку нітриту. Побудована калібрувальна крива для різних концентрацій йодиду калію мала лінійну залежність, що свідчить про високу точність та відтворюваність методу.

Отже, серед шести апробованих методик визначення йоду лише три забезпечують відтворювані та об'єктивні результати. Водночас дві з них виявилися непридатними для подальшого практичного застосування: методика, що базується на каталітичному окисненні роданід-йона, містила суттєву методологічну похибку, допущену авторами; метод фотометричного визначення йоду за його реакцією з диметил-*n*-фенілендіаміном є обмеженим через важкодоступність ключового реагенту.

Висновки. Моніторинг вмісту йоду в природних об'єктах є важливим для оцінювання його біодоступності та потенційного впливу на живі організми. Аналіз літературних джерел свідчить про складність визначення цього мікроелемента, зумовлену його нерівномірним розподілом у довкіллі та схильністю до хімічних перетворень. У зв'язку з цим використання різних методик аналізу йоду потребує ретельного порівняння, з урахуванням їхньої точності, чутливості, селективності і доступності для екологічного моніторингу.

Йодометричне титрування з тіосульфатом натрію є відносно простим і швидким методом, що робить його оптимальним для рутинного аналізу зразків із порівняно простою матрицею. Однак у разі дослідження проб зі складною матрицею, зокрема із високим вмістом органічних речовин або жирів, доцільнішим є застосування екстракційних методів, які забезпечують вищу точність визначення йоду.

Методика визначення йоду із застосуванням сечовини і крохмалю є ефективною альтернативою класичним методам. Вона поєднує високу чутливість, швидкість аналізу та екологічну безпечність, що робить її перспективною для використання в екологічному моніторингу, агрохімії та харчовій промисловості.

Таким чином, вибір оптимальної методики визначення йоду залежить від складу зразка, вимог до точності, селективності аналізу та умов проведення дослідження. Йодометричне титрування є надійним базовим методом для зразків із відносно простою матрицею. Екстракційні методи забезпечують високу селективність у випадку складних матриць, проте потребують додаткових заходів безпеки. Кольоровий метод із застосуванням сечовини та крохмалю вирізняється високою чутливістю, швидкістю аналізу та екологічною безпечністю, що робить його перспективним для широкого спектра застосувань в екологічному моніторингу.

ЛІТЕРАТУРА:

1. Гунчак Р.В., Седіло Г.М., Вовк С.О.. Вміст Йоду в ґрунтах та зерні злаків у зоні Полісся Волині. *Науковий вісник ЛНУВМБТ імені С.З. Гжицького*. 2016. Т. 18. № 2 (67). С. 77–80.
2. Продукти харчові. Методи визначення йоду: ДСТУ 8911:2019. [Чинний від 2019-10-21]. К. : Держстандарт України, 2019. 25 с. (Національні стандарти України).
3. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій: ДСТУ EN ISO/IEC 17025:2019 (EN ISO/IEC 17025:2017, IDT; ISO/IEC 17025:2017, IDT) [Чинний від 2019-10-21]. К. : Держстандарт України, 2019. 25 с. (Національні стандарти України).
4. Морозова Т.В. Аспекти екологічного моніторингу. Київ, 2020. 380 с.
5. Мудрак О.В., Морозова Т.В. Екологічний моніторинг йоду в пасторальних екосистемах. *Агроекологічний журнал*. 2024. № 2. С. 72–79. DOI: <https://doi.org/10.33730/2077-4893.2.2024.305658>.
6. Петренко О.Д. Ефективний і надійний контроль вмісту йоду в об'єктах навколишнього середовища – актуальне завдання сьогодення. *Гігієна населених місць*. 2015. № 65. С. 200–203. URL: <https://surl.li/otqny1>
7. Романенко Г. О., Коваленко І. В. Оптимізація титриметричних методик визначення йоду в харчових продуктах. *Наукові записки НУБіП*. 2023. № 4(97). С. 48–53.
8. Emerson H. P., Qafoku N. P., Johnson Chr. D., Szecsody J. E., Doughman M. S., Mackley R. D., Kaplan D. I. A paradigm shift for evaluating natural attenuation of radioactive iodine in soils and sediments: Species-specific mechanisms and pathways, *Journal of Environmental Management*. 2025. 374. 124101. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2025.124101>
9. Hassan M. H., Khan R., Andreescu S. Advances in electrochemical detection methods for measuring contaminants of emerging concerns. *Advances in Electrochemistry (Reviews)*. 2022. 2(6). DOI: <https://doi.org/10.1002/elsa.202100184>
10. ISO 13137:2022 Workplace Atmospheres – Pumps for Personal Sampling of Chemical and Biological Agents – Requirements and Test Methods.
11. Muller C. J. F., Joubert E., Chellan N., Miura Y., Yagasaki K. New Insights into the Efficacy of Aspalathin and Other Related Phytochemicals in Type 2 Diabetes-A Review. *J Mol Sci*. 2021. 23(1), p. 356. DOI: <https://doi.org/10.3390/ijms23010356>
12. Oblak A., Imperl J., Kolar M., Marolt G., Krhin B., Zaletel K., Gaberscek S. Introduction of a spectrophotometric method for salivary iodine determination on microplate based on Sandell-Kolthoff reaction. *Radiol Oncol*. 2024. 58(3). P. 357–365. DOI: <https://doi.org/10.2478/raon-2024-0035>
13. Oliveira A. A., Trevizan L. C., Nóbrega J. A. REVIEW: Iodine Determination by Inductively Coupled Plasma Spectrometry. *Applied Spectroscopy Reviews*, 2010. 45(6). P. 447–473. DOI: <https://doi.org/10.1080/05704928.2010.502207>
14. Riley B. J., Beck Ch. L., Evarts J. S., Chong S., Lines A. M., Felmy H. M., ... Heiden Z. M. Analytical capabilities for iodine detection: Review of possibilities for different applications. *AIP Advances*. 2024. 14 (8): 080701. DOI: <https://doi.org/10.1063/5.0208591>
15. Smith D., Jones A. Advances in Iodine Detection Techniques for Environmental and Biological Monitoring *Analytical Chemistry Research*. 2021. 32. 104028.
16. Wang Y., Liu X., Zhao H. Development of a Novel Iodine Ion-Selective Electrode for Rapid Analysis in Food Matrices. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 2020. 873. 114383.
17. Zielinska D., Szawara-Nowak D., Zielinski H. Comparison of spectrophotometric and electrochemical methods for the evaluation of the antioxidant capacity of buckwheat products after hydrothermal treatment. *J Agric Food Chem*. 2007. 55(15). P. 6124–6131. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf071046f>
18. Zimmermann M. B. Iodine deficiency. *Endocr Rev*. 2009. (4), p. 376–408. DOI: <https://doi.org/10.1210/er.2009-0011>

REFERENCES:

1. Hunchak, R. V., Sedilo, G. M., & Vovk, S. O. (2016). Vmist Yodu v gruntakh ta zerni zlakiv u zoni Polissya Volyni [Iodine content in soils and cereal grains in the Polissya Volyn zone]. *Naukovyi visnyk LNUVMBT imeni S.Z. Gzhytskoho – Scientific Bulletin of the S.Z. Gzhytskyi LNUVMBT*. 18. 2 (67). 77–80 [in Ukrainian].
2. Produkty kharchovi. Metody vyznachennia yodu: DSTU 8911:2019. [Chynnyi vid 2019-10-21]. [Food products. Methods for the determination of iodine [Quality Management Systems. Requirements]. (2001). DSTU ISO 8911:2019 from 21th October 2019. Kyiv: Derzhstandart Ukraine [in Ukrainian].
3. Zahalni vymohy do kompetentnosti vyprobuvalnykh ta kalibruvalnykh laboratorii: DSTU EN ISO/IEC 17025:2019 (EN ISO/IEC 17025:2017, IDT; ISO/IEC 17025:2017, IDT) [General requirements for the competence of testing and calibration laboratories [Quality Management Systems. Requirements]. (2019) DSTU EN ISO/IEC 17025:2019 (EN ISO/IEC 17025:2017, IDT; ISO/IEC 17025:2017, IDT) from 21th October 2019. Kyiv: Derzhstandart Ukraine [in Ukrainian].

4. Morozova, T.V. (2020). *Aspekty ekolohichnoho monitorynhu [Aspects of environmental monitoring]*. Kyiv. 380 p. [in Ukrainian].
5. Mudrak, O.V., & Morozova, T.V. (2024). Ekolohichnyy monitorynh yodu v pastoral'nykh ekosystemakh [Ecological monitoring of iodine in pastoral ecosystems]. *Ahroekolohichniy zhurnal – Journal of Agroecology*. 2. 72–79. DOI: <https://doi.org/10.33730/2077-4893.2.2024.305658> [in Ukrainian].
6. Petrenko, O.D. (2015). Efektyvnyy i nadiynnyy kontrol' vmistu yodu v ob'yektakh navkolyshn'oho seredovyscha – aktual'ne zavdannya s'ohodennya [Effective and reliable control of iodine content in environmental objects is a pressing task of today]. *Hihiiena naselenykh mist – Hygiene of settlements*. 65. 200–203. Retrieved from: <https://surl.li/otqnyi> [in Ukrainian].
7. Romanenko, G.O., & Kovalenko, I.V. (2023). Optymizatsiya tytrometrychnykh metodyk vyznachennya yodu v kharchovykh produktakh [Optimization of titrimetric methods for determining iodine in food products] *Naukovi zapysky NUBiP – Scientific Notes of NUBiP*. 4(97). 48–53. [in Ukrainian].
8. Emerson, H. P., Qafoku, N. P., Johnson, Chr. D., Szecsody, J. E., Doughman, M. S., Mackley, R. D., & Kaplan, D. I. (2025). A paradigm shift for evaluating natural attenuation of radioactive iodine in soils and sediments: Species-specific mechanisms and pathways, *Journal of Environmental Management*. 374. 124101. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2025.124101> [in English].
9. Hassan, M. H., Khan, R., & Andreescu, S. (2022). Advances in electrochemical detection methods for measuring contaminants of emerging concerns *Advances in Electrochemistry (Reviews)*. 2(6). DOI: <https://doi.org/10.1002/elsa.202100184> [in English].
10. ISO 13137:2022 Workplace Atmospheres – Pumps for Personal Sampling of Chemical and Biological Agents – Requirements and Test Methods [in English].
11. Muller, C. J. F., Joubert, E., Chellan, N., Miura, Y., & Yagasaki, K. (2021). New Insights into the Efficacy of Aspalathin and Other Related Phytochemicals in Type 2 Diabetes-A Review. *J Mol Sci*. 23(1):356. DOI: <https://doi.org/10.3390/ijms23010356> [in English].
12. Oblak, A., Imperl, J., Kolar, M., Marolt, G., Krhin, B., Zaletel, K., & Gaberscek, S. (2024). Introduction of a spectrophotometric method for salivary iodine determination on microplate based on Sandell-Kolthoff reaction. *Radiol Oncol*. 58(3), 357–365. DOI: <https://doi.org/10.2478/raon-2024-0035> [in English].
13. Oliveira, A. A., Trevizan, L. C., & Nóbrega, J. A. (2010). REVIEW: Iodine Determination by Inductively Coupled Plasma Spectrometry. *Applied Spectroscopy Reviews*, 45(6), 447–473. DOI: <https://doi.org/10.1080/05704928.2010.502207> [in English].
14. Riley, B. J., Beck, Ch. L., Evarts, J. S., Chong, S., Lines, A. M., Felmy, H. M., ... Heiden, Z. M. (2024). Analytical capabilities for iodine detection: Review of possibilities for different applications. *AIP Advances* 14 (8), 080701. DOI: <https://doi.org/10.1063/5.0208591> [in English].
15. Smith, D., & Jones, A. (2021). Advances in Iodine Detection Techniques for Environmental and Biological Monitoring *Analytical Chemistry Research*. 32. 104028. [in English].
16. Wang, Y., Liu, X. & Zhao, H. (2020). Development of a Novel Iodine Ion-Selective Electrode for Rapid Analysis in Food Matrices *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 873. 114383. [in English].
17. Zielinska, D., Szawara-Nowak, D., & Zielinski, H. (2007). Comparison of spectrophotometric and electrochemical methods for the evaluation of the antioxidant capacity of buckwheat products after hydrothermal treatment. *J Agric Food Chem*. 55(15), 6124–6131. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf071046f> [in English].
18. Zimmermann, M. B. (2009). Iodine deficiency. *Endocr Rev*. (4), 376–408. DOI: <https://doi.org/10.1210/er.2009-0011> [in English].