МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17226-1— 2022

КОЖА

Определение содержания формальдегида

Часть 1

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

(ISO 17226-1:2018, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 14 июля 2022 г. № 61-2022)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2025 г. № 1536-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17226-1—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации со 2 ноября 2026 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17226-1:2018 «Кожа. Химическое определение содержания формальдегида. Часть 1. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии» («Leather — Chemical determination of formaldehyde content — Part 1: Method using high performance liquid chromatography», IDT).

Международный стандарт ISO 17226-1:2018 разработан Техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 289 «Кожа» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 17226-1—2011

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2018
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Соответствие 2
5 Сущность метода 2
6 Реактивы 2
7 Аппаратура 2
8 Отбор образцов 2
9 Подготовка образца и проведение анализа 3
10 Обработка результатов 4
11 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Точность: надежность метода ВЭЖХ (HPLC) 6
Приложение В (справочное) Условия ВЭЖХ (HPLC) 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 8
Библиография 9

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОЖА

Определение содержания формальдегида

Часть 1

Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Leather. Determination of formaldehyde content. Part 1.
Method using high performance liquid chromatography

Дата введения — 2026—11—02
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания в коже свободного и выделяемого формальдегида. Данный метод, основанный на высокоэффективной жидкостной хроматографии ВЭЖХ; (HPLC), является избирательным и не восприимчив к цветным веществам. Метод предназначен для точного определения содержания формальдегида.

Содержанием формальдегида принято считать количество свободного формальдегида и формальдегида, извлеченного в результате гидролиза, содержащегося в водном экстракте из кожи, полученного в стандартных условиях использования.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 2418, Leather. Chemical, physical and mechanical and fastness tests. Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания, испытания на прочность окраски. Место отбора образцов)

ISO 3696, Water for analytical laboratory use; Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания)

ISO 4044, Leather. Chemical tests. Preparation of chemical test samples (Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химического анализа)

ISO 4684, Leather. Chemical tests. Determination of volatile matter (Кожа. Химические испытания. Определение содержания летучих веществ)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте термины и определения не применяются.

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования их в стандартизации, с которыми можно ознакомиться по следующим ссылкам:

- Платформа онлайн просмотра ISO: gost.e-ecolog.ru
- Электропедия IEC: http: //gost.e-ecolog.ru

Издание официальное

4 Соответствие

При сравнении с ISO 17226-2 два аналитических метода должны давать коррелирующие между собой результаты, но не обязательно абсолютно одинаковые. Поэтому в случае их расхождения применение метода, установленного в настоящем стандарте, должно быть предпочтительнее.

5 Сущность метода

Метод является избирательным. Формальдегид отделяют от других альдегидов и кетонов и определяют количественно как производное соединение с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC). Определяют свободный формальдегид и формальдегид, который гидролизуется во время экстракции при извлечении свободного формальдегида.

Образец обрабатывают детергентом при температуре 40 °С. В элюат добавляют раствор 2,4-динитрофенилгидразина (DNPH), с которым реагируют альдегиды и кетоны, образуя соответствующие гидразоны. Их отделяют с помощью обращенно-фазовой ВЭЖХ (HPLC) с ультрафиолетовым (УФ) или диодно-матричным (DAD) детектором.

6 Реактивы

Используют реактивы только общепризнанной аналитической степени чистоты, если не имеются иные указания. Все растворы являются водными.

6.1 **Вода**, степень чистоты 3, в соответствии со стандартом ISO 3696.

6.2 **Формальдегид**, CAS №50-00-0, раствор с массовой долей 37 %.

В продаже имеются сертифицированные растворы формальдегида или Формальдегид-2,4-динитрофенилгидразина. При использовании этих растворов процедура 9.1 не требуется.

6.3 **Йод**, CAS №7553-56-2, раствор 0,05 моль/л, т.е. 12,68 г йода на литр.

6.4 **Гидроксида натрия**, CAS №1310-73-2, раствор 2,0 моль/л.

6.5 **Серная кислота**, CAS №7664-93-9, раствор 2,0 моль/л.

6.6 **Тиосульфат натрия**, CAS №10102-17-7, раствор 0,1 моль/л.

6.7 **Крахмал**, CAS №9005-84-9, раствор 1 %, т.е. 1 г в 100 мл воды.

6.8 **Ацетонитрил**, CAS №75-05-8, LC степень чистоты.

6.9 **Натрия додецилсульфонат**, CAS №2386-53-0, или **натрия додецилсульфат**, CAS №151-21-3 (детергент), 0,1 %, 1 г в 1 000 мл воды.

6.10 **Динитрофенилгидразин** (DNPH), CAS №119-26-6, раствор, состоящий из 0,3 г DNPH (2,4-динитрофенилгидразин), растворенного в 100 мл ацетонитрила (6.8).

7 Аппаратура

Используется обычное лабораторное оборудование и следующее:

7.1 **Колбы мерные** вместимостью 10 мл, 500 мл и 1 000 мл.

7.2 **Колбы конические** с пробкой или навинчивающейся крышкой вместимостью 100 мл и 250 мл.

7.3 **Фильтр стеклянный** GF8 (или сетчатый фильтр из стекловолокна G 3 диаметром от 70 мм до 100 мм).

7.4 Баня водяная, поддерживающая температуру до (40 ± 2) °С, соединенная с колбой для встряхивания или мешалкой с частотой вращения (50 ± 10) об/мин.

7.5 **Баня водяная** или **печь**, поддерживающая температуру (50 ± 2) °С.

7.6 **Система ВЭЖХ (HPLC)** с УФ или DAD детектором.

7.7 **Мембранный фильтр**, например, полиамидный, 0,45 мкм.

7.8 **Весы лабораторные** с погрешностью взвешивания до 0,1 мг.

8 Отбор образцов

Если возможно, отбор образцов проводится в соответствии с ISO 2418.

Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 невозможен (например, в случае с кожей из обработанных изделий, таких как обувь, одежда), указывают детали проведения процедуры отбора образцов в протоколе испытаний. Остатки клея должны быть удалены с образцов кожи механическим путем.

Образцы кожи разрезают на кусочки в соответствии с ISO 4044.

Если результат должен быть представлен в перерасчете на сухое вещество, то далее проводят испытание этого же образца кожи в соответствии с ISO 4684, так чтобы можно было рассчитать содержание влаги.

9 Подготовка образца и проведение анализа

9.1 Процедура определения формальдегида в исходном растворе

9.1.1 Приготовление исходного раствора формальдегида

5 мл раствора формальдегида (6.2) переносят пипеткой в мерную колбу (7.1) вместимостью 1 000 мл, содержащую приблизительно 100 мл воды (6.1). Доводят до метки водой (6.1). Этот раствор является исходным раствором формальдегида.

9.1.2 Определение

10 мл исходного раствора переносят пипеткой в коническую колбу (7.2) вместимостью 250 мл, добавляют 50 мл раствора йода (6.3) и гидроксид натрия (6.4) до появления желтой окраски. Выдерживают раствор в течение (15 ± 1) мин при температуре от 18 °С до 26 °С и добавляют 15 мл серной кислоты (см. 6.5) при постоянном перемешивании.

После добавления 2 мл раствора крахмала (см. 6.7) титруют избыток йода тиосульфатом натрия (см. 6.6) до изменения окраски. Проводят три параллельных определения.

Таким же образом титруют как минимум два холостых раствора.

Концентрацию формальдегида в исходном растворе вычисляют по формуле (1):

$$\rho_{FA} = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c_1 \cdot M_{FA}}{2}, \quad (1)$$

где ρ_{FA} — концентрация формальдегида в исходном растворе, мг/10 мл;

V_0 — титр раствора тиосульфата натрия для холостого раствора, мл;

V_1 — титр раствора тиосульфата натрия для исследуемого раствора, мл;

M_{FA} — относительная молекулярная масса формальдегида, 30,02 г/моль;

c_1 — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/л.

9.2 Процедура определения формальдегида в коже методом ВЭЖХ (HPLC)

9.2.1 Экстрагирование кожи

Навеску кусочков кожи (2 ± 0,1) г, взвешенную с точностью до 0,01 г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 мл.

Добавляют 50 мл детергента (6.9) (предварительно нагретого при 40 °С) и закрывают коническую колбу пробкой или навинчивающейся крышкой.

Встряхивают содержимое колбы на водяной бане (7.4) в течение (60 ± 2) мин при температуре (40 ± 2) °С. Теплый раствор немедленно фильтруют. Например, с применением вакуумного устройства (применяется не менее 50 мбар) в колбу через стекловолокнистый фильтр (7.3). Фильтрат охлаждают в закрытой колбе до комнатной температуры (от 18 °С до 26 °С).

Не допускается изменение соотношения кожи и раствора. Экстрагирование и дериватизация должны быть проведены в один день.

9.2.2 Дериватизация с использованием DNPH и определение содержания формальдегида в коже с помощью ВЭЖХ (HPLC)

4,0 мл ацетонитрила (6.8), 5,0 мл аликвоты фильтрованного элюата (9.2.1) и 0,5 мл раствора DNPH (6.10) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 10 мл (7.1). Колбу помещают на водяную баню или в печь (7.5), предварительно нагретую до (50 ± 2) °С на (180 ± 5) мин. Колбу охлаждают до комнатной температуры (от 18 °С до 26 °С), доводят до метки водой (6.1) и слегка встряхивают колбу рукой, чтобы смешать компоненты. При необходимости фильтруют через мембранный фильтр (7.7), затем проводят анализ образца при помощи ВЭЖХ (HPLC) (7.6). Рекомендации по выбору условий ВЭЖХ (HPLC) приведены в приложении В.

Для определения высокого содержания формальдегида (>100 мг/кг) готовят аликвоты менее 5 мл с добавлением воды до 5 мл (6.1).

Пример процедуры, когда содержание формальдегида составляет приблизительно 500 мг/кг: отмеряют пипеткой 4,0 мл ацетонитрила (6.8), 0,5 мл аликвоты фильтрованного элюата (9.2.1), 4,5 мл воды (6.1) и 0,5 мл раствора DNPH (6.10) в мерную колбу вместимостью 10 мл (7.1). Затем следуют процедуре, описанной в предыдущем параграфе.

9.2.3 Градуирование ВЭЖХ (HPLC)

9.2.3.1 Градуирование исходным раствором формальдегида

1 мл исходного раствора формальдегида, полученного по 9.1.1, с точно известным содержанием формальдегида, отмеряют пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 мл (7.1), содержащую приблизительно 100 мл воды (6.1).

Перемешивают и доводят до метки водой (6.1), снова перемешивают.

Полученный раствор является стандартным раствором для построения градуировочного графика. Стандартный раствор содержит приблизительно 4 мкг/мл формальдегида.

Следует использовать как минимум четыре градуировочных раствора. 4 мл ацетонитрила (6.8) переносят в каждую из четырех мерных колб, вместимостью 10 мл (7.1). Добавляют стандартный раствор для того, чтобы покрыть интервал концентрации формальдегида от 0,1 до 2,0 мкг/мл. Это относится к интервалу концентрации формальдегида в коже от 5 до 100 мг/кг при данных условиях.

Сразу же после добавления градуировочного раствора встряхивают каждую колбу и добавляют 0,5 мл раствора DNPH (6.10).

Колбу помещают на водяную баню (7.4) или в печь (7.5), предварительно нагретую до (50 ± 2) °С на (180 ± 2) мин. Колбу охлаждают до комнатной температуры (от 18 °С до 26 °С), доводят мерную колбу до метки деминерализованной водой (6.1) и слегка встряхивают колбу рукой, чтобы смешать компоненты. Проводят анализ градуировочных растворов при помощи ВЭЖХ (HPLC) (7.6). Рекомендации по выбору условий ВЭЖХ (HPLC) приведены в приложении В.

На градуировочный график наносят значения концентраций в микрограммах на миллилитр напротив измеренной площади пика формальдегида. Ось х: концентрация в микрограммах на милилитр, ось у: площадь пика. Пример типовой ВЭЖХ-хроматограммы приведен на рисунке В.1.

9.2.3.2 Градуирование дериватизированным DNPH-формальдегидом

Следует использовать как минимум четыре градуировочных раствора. 4 мл ацетонитрила (6.8) перемещают в каждую из мерных колб, вместимостью 10 мл (7.1). Добавляют градуировочный раствор для того, чтобы охватить интервал концентрации формальдегида от 0,1 до 2,0 мкг/мл. Это относится к интервалу концентрации формальдегида в коже от 5 до 100 мг/кг при данных условиях.

Мерную колбу доводят до метки деминерализованной водой (6.1) и быстро перемешивают.

Затем проводят анализ градуировочных растворов при помощи ВЭЖХ (HPLC) (7.6). Рекомендации по выбору условий ВЭЖХ (HPLC) приведены в приложении В.

На градуировочный график наносят значения концентраций в микрограммах на миллилитр напротив измеренной площади пика формальдегида. Ось х: концентрация в микрограммах на миллилитр, ось у: площадь пика.

10 Обработка результатов

10.1 Расчет содержания формальдегида в образцах кожи

Концентрацию формальдегида в образце рассчитывают по формуле (2):

$$w_F = \frac{\rho_s \cdot F}{m}, \quad (2)$$

где w_F — концентрация формальдегида в образце, мг/кг, округленная до 0,1 мг/кг;

ρ_s — концентрация формальдегида, полученная по градуировочному графику, мкг/мл;

F — коэффициент разбавления, мл, как правило 100 (50 мл экстрагированный объем × 2 для аликвоты);

m — масса кожи, г.

10.2 Метод добавок — определение степени извлечения

Определение степени извлечения не является обязательным условием. При необходимости можно использовать следующую процедуру.

Переносят 4 мл ацетонитрила (6.8) в мерную колбу, вместимостью 10 мл (7.1) и добавляют аликвоту 2,5 мл фильтрата, полученного в 9.2.1. Затем добавляют определенный объем стандартного раствора формальдегида.

Далее обрабатывают этот раствор в соответствии с 9.2.2 и определяют ρ_{S2} аналогично 9.2.2. Результаты определения отражают в протоколе испытаний.

Степень извлечения рассчитывается по формуле (3):

$$R_R = \frac{(\rho_{S2} - 0{,}5\rho_{S1}) \cdot 100}{\rho_{FA1}}, \quad (3)$$

где R_R — степень извлечения, %, округленная до 0,1 %;

ρ_{S2} — концентрация формальдегида, полученная по градуировочному графику, мкг/мл;

ρ_{S1} — концентрация формальдегида в анализируемом образце, мкг/мл;

ρ_{FA1} — известное количество формальдегида, мкг/мл.

10.3 Обработка результатов

Выражают концентрацию формальдегида с точностью до 0,1 мг/кг, основываясь на массе исследуемого образца кожи.

Если результаты необходимо отразить в отчете в пересчете на сухое вещество, необходимо умножить результаты, w_F, на коэффициент 100/(100 – w), где w — содержание влаги в процентах (%) в соответствии с ISO 4684. Если результат представлен в перерасчете на сухое вещество, то это необходимо указать в протоколе испытаний.

10.4 Прецизионность

При помощи настоящего стандарта можно определить концентрацию формальдегида вплоть до 5 мг/кг. Результаты совместных межлабораторных экспериментов указаны в приложении А.

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должна быть указана следующая информация:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) обозначение исследуемого образца кожи и используемого метода отбора образцов;

c) содержание формальдегида в мг/кг;

d) любое отклонение от аналитической процедуры, в частности любые дополнительно выполненные этапы;

e) если результаты представлены в перерасчете на сухое вещество, то об этом необходимо сообщить;

f) дата испытания.

Приложение А
(справочное)

Точность: надежность метода ВЭЖХ (HPLC)

Данные, приведенные в таблице А.1, получены в результате совместного испытания в восьми лабораториях на образцах кожи с неизвестным содержанием формальдегида.

Таблица А.1 — Статистические данные совместного эксперимента

Образец кожи	X, мг/кг	S_r, мг/кг	S_R, мг/кг
A	9,7	0,85	2,56
B	17,1	1,94	5,37
C	73,0	1,61	7,87
D	37,5	2,62	4,43
E	60,0	2,49	4,51
H	15,5	3,17	3,17
L	7,7	0,28	3,64
Условные обозначения: X: среднее значение формальдегида; S_r: стандартное отклонение повторяемости; S_R: стандартное отклонение воспроизводимости			

Приложение В
(справочное)

Условия ВЭЖХ (HPLC)

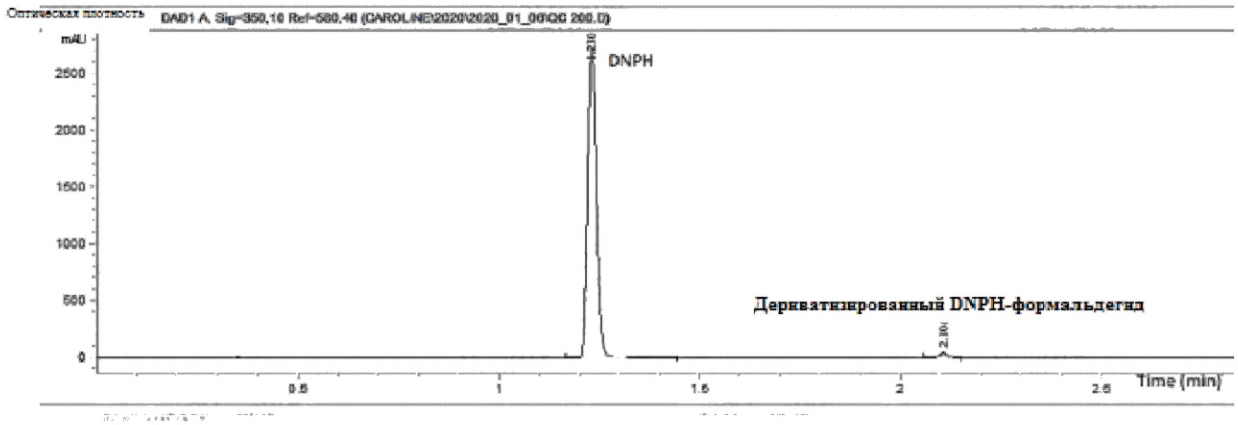
Величина расхода: 1,0 мл/мин
Подвижная фаза: ацетонитрил/вода, 60:40
Разделительная колонка: С18 колонка обратной фазы ((150 × 3) мм; 2,6 мкм)
Длина волны УФ обнаружения: (355 ± 5) нм
Вводимый объем: 10 мкл

Условные обозначения: x — время (мин); y — абсорбция

Рисунок В.1 — Пример ВЭЖХ (HPLC) хроматограммы

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 2418	IDT	ГОСТ ИСО 2418—2013[1)] «Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Установление места отбора проб»
ISO 3696	IDT	ГОСТ ИСО 3696—2013[2)] «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
ISO 4044	IDT	ГОСТ ИСО 4044—2014[3)] «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»
ISO 4684	IDT	ГОСТ ИСО 4684—2015 «Кожа. Химические испытания. Метод определения содержания летучих веществ»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ ИСО 2418—2024 «Кожа. Химические, физические, механические испытания и испытания на прочность. Расположение и подготовка образцов для испытаний».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ ИСО 4044—2023 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний».

Библиография

[1] ISO 17226-2 Leather — Chemical determination of formaldehyde content — Part 2: Method using colorimetric analysis

УДК 675.06:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии, содержание формальдегида, экстрагирование, градуировочный график, степень извлечения

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 01.12.2025. Подписано в печать 29.12.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,56.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru