

Испытуемый раствор. Около 65 мг (точная навеска) субстанции помещают в герметично закрываемый, снабжённый политетрафторэтиленовой крышкой, выдерживающий давление флакон ёмкостью 5 мл, прибавляют 60 – 100 мг адипиновой кислоты, 2,0 мл раствора внутреннего стандарта и 2,0 мл йодистоводородной кислоты, немедленно герметично закрывают и взвешивают. Перемешивают содержимое в течение 60 мин при поддержании температуры 130 ± 2 °С. Охлаждают до комнатной температуры и повторно взвешивают. Потеря в массе не должна превышать 0,5 %. Используют верхний слой.

Раствор сравнения. В герметично закрываемый, выдерживающий давление флакон вместимостью 5 мл помещают 60 – 100 мг адипиновой кислоты, 2,0 мл раствора внутреннего стандарта и 2,0 мл йодистоводородной кислоты, немедленно герметично закрывают и взвешивают с точностью до 0,2 мг. Шприцем прибавляют 15-22 мкл 2-йодпропана, взвешивают. Прибавляют шприцем 45 мкл йодметана, снова взвешивают. Перемешивают содержимое в течение 60 мин при поддержании температуры 130 ± 2 °С. Охлаждают до комнатной температуры и используют верхний слой.

Условия хроматографирования

Колонка	Длина 1,8–3 м, диаметр 2–4 мм
Стационарная фаза	Диатомит для ГХ (125–150 мкм) пропитанный 10–20% полидиметилсилоксаном
Температура колонки	100 °С
Газ-носитель	Гелий или азот (пламенная ионизация); гелий (теплопроводность)
Скорость потока	Подбирается таким образом, чтобы время удерживания внутреннего стандарта составляло около 10 мин
Детектор	Пламенно-ионизационный или определяющий теплопроводность
Объём вводимой пробы	1–2 мкл.

Пригодность хроматографической системы: на хроматограммах раствора сравнения должны хорошо разделяться пики йодметана (первый), йодпропана (второй) и внутреннего стандарта (третий).