dings erst in bidest. Wasser zu stellen und ohne Auflegen des Deckels parallel zur Streichrichtung aufsteigend chloridfrei zu waschen. Wenn die Wasserfront den oberen Rand erreicht hat, empfiehlt es sich, die Platten herauszunehmen, an der Luft zu trocknen und ca. 20 min bei 105–110°C im Trockenschrank nachzutrocknen. Es wird dann ein zweites Mal mit frischem dest. Wasser gewaschen. Die Platten müssen anschließend durch 20 min Trocknen bei 105 bis 110°C aktiviert und dann unmittelbar verwendet oder über Blaugel kurze Zeit aufbewahrt werden. Bei längerer Aufbewahrung ist es erforderlich, vor der Verwendung erneut zu aktivieren.

Die Verwendung von Silufol-Fertigfolien UV 254 der Fa. Sklárny Kavalier (ČSSR) zur semiquantitativen Bestimmung von DDT in der Milch ist besonders empfehlenswert, da man diese lediglich einmal mit Aceton (aufsteigend) zu waschen braucht. Sie sind nach kurzer Trocknung bei Zimmertemperatur sofort einsatzfähig und zeichnen sich durch eine äußerst schnelle Laufzeit aus (ca. 15–20 min). Silufol-Fertigfolien setzen sich aus Kieselgel für Chromatographie mit einem Lumineszenzindicator zusammen (Unterlage: Aluminiumfolie, Bindemittel: Stärke). Eine Aktivierung der Fertigfolien ist nicht erforderlich.

Als Sprühreagens zur Identifizierung von DDT diene eine Lösung von 1,7 g Silbernitrat in 10 ml dest. Wasser gelöst, der 5 ml konz. Ammoniaklösung

hinzugefügt und mit Aceton auf 200 ml verdünnt wurde.

Die besondere Problematik der semiquantitativen dünn-schicht-chromatographischen Bestimmung insecticider chlorierter Kohlenwasserstoffe, wie z.B. DDT, ergibt sich aus der großen Stabilität dieser Verbindungen in der belebten und unbelebten Natur, die zum biologischen Phänomen der Anreicherung in Nahrungsketten führt. Zur Feststellung der p,p'-DDT- und p,p'-DDE-Kontamination wurden im Jahre 1972 insgesamt 187 Humanmilchproben (Einzelmilchproben) auf Rückstände (Gesamt-DDT) untersucht. Von den Proben waren bei einer dünn-schicht-chromatographischen Nachweisgrenze von 0,05 ppm nur 11 Proben (6,0%) rückstandsfrei. 39 Proben (21,1%) enthielten 0,07 ppm, 44 Proben (23,9%) 0,13 ppm, 20 Proben (10,7%) 0,17 ppm, 43 Proben (23,4%) 0,25 ppm, 7 Proben (3,8%) 0,34 ppm, 16 Proben (8,7%) 0,5 ppm, 2 Proben (1,1%) 1,25 ppm, 1 Probe (0,6%) 2,5 ppm und 1 Probe (0,6%) 5,0 ppm.

Literatur

1. Zentralinstitut f. Ernährung, Potsdam. Nahrung 14, 653 (1970).

Dr. rer. nat. H. Thielemann
DDR-36 Halberstadt, Wasserturmstraße 10
Deutsche Demokratische Republik

Gravimetrische Bestimmung von Fluorid durch Fällung als $(C_6H_5)_3SnF$ aus homogener Lösung. Vergleich mit der klassischen Methode

Gravimetric Determination of Fluoride by Precipitation
as $(C_6H_5)_3SnF$ from Homogeneous Solution.
Comparison with the Classical Method

Best. von Fluorid als $(C_6H_5)_3SnF$; Gravimetrie; homogene
Lösung

J. Tscholakowa

Abt. f. anorg. Chemie, Chem.-Techn. Inst., Sofia-Darwenitza,
Bulgarien

Eingegangen am 19. Oktober 1972;
neue Fassung 11. April 1973

Die bekannte Fällung von Fluorid als Triphenylzinnfluorid [1] konnte dadurch verbessert werden, daß die salpetersaure Lösung nach Zusatz von Harnstoff

auf 50°C erwärmt wurde, dann mit dem Reagens versetzt und auf dem Wasserbad ($\sim 57^\circ C$) unter Rückfluß und ununterbrochenem Rühren 2,5 h erhitzt wurde. Durch diese langsame Erhöhung des pH-Wertes wird der Niederschlag aus homogener Lösung ausgefällt und dadurch eine bessere Ausbildung der Kristalle erzielt. Ein Vergleich mit der klassischen Methode ergab bei jeweils 12 Bestimmungen folgende Werte: Standardabweichung 0,32% (0,33% klassisch); Genauigkeit $+0,11\%$ ($+0,91\%$); mittleres Gewicht des Triphenylzinnfluorids aus dem Filtrat 0,00072 g (Spuren); mitgefälltes Triphenylzinnchlorid 0,00098 g (0,0021 g).

Literatur

1. Ballezo, H., Schiffner, H.: diese Z. 152, 3 (1956).

Dr. J. Tscholakowa
Abt. f. anorg. Chemie, Chem.-Techn. Inst.
Sofia-Darwenitza, Bulgarien