

Fünfter Bericht der Atomgewichtskommission der Internationalen Union für Chemie.

G. P. Baxter (Vors.), O. Hönigschmid, P. Lebeau und R. J. Meyer.

(Eingegangen am 13. Mai 1935.)

Während des Berichtsjahres hat die Kommission den schmerzlichsten Verlust durch den Tod ihres Mitgliedes Frau Professor M. Curie erlitten.

Der fünfte Bericht der Kommission umfaßt die 12 Monate vom 30. September 1933 bis zum 30. September 1934¹⁾.

Es wurde nur eine Änderung in der Tabelle vorgenommen: Die Zahl 93.3 für das Atomgewicht des Niobs wird durch die Zahl 92.91 ersetzt.

Kohlenstoff. Batuecas²⁾ bestimmte das Normal-Litergewicht von Propylen bei 0° und bei verschiedenen Drucken. Die Darstellung des Propylens geschah nach drei Methoden: 1) Einwirkung von Phosphorpentoxyd auf *n*-Propylalkohol, 2) katalytische Dehydratation von Isopropylalkohol durch Aluminiumphosphat bei 250—300°, 3) katalytische Dehydratation von Propylalkohol durch aktives Aluminiumoxyd bei 270—300°. Das Reaktionsprodukt wurde auf chemischem Wege, sowie durch fraktionierte Destillation und Hindurchperlen durch einen Teil des verflüssigten Gases gereinigt. Da die erste Darstellungsmethode ein nur schwierig zu reinigendes Produkt ergab, so wurden die Dichte-Bestimmungen nur mit den nach der zweiten und dritten Methode gewonnenen Gasproben ausgeführt.

Die Werte in der folgenden Tabelle sind auf 760 mm ($g = 980.616$) bezogen.

¹⁾ Die Verfasser von Abhandlungen über Atomgewichtsfragen werden gebeten, Separatabzüge ihrer Arbeiten jedem der Mitglieder der Kommission zu übersenden.

Anschriften: Prof. G. P. Baxter, Coolidge Laboratory, Harvard University, Cambridge, Mass., U. S. A.; Prof. O. Hönigschmid, Sophienstraße 9/II, München, Deutschland; Prof. P. Lebeau, Faculté de Pharmacie, 4, Avenue de l'Observatoire, Paris (6e), France; Prof. R. J. Meyer, Landshuter Straße 11/12, Berlin W 30, Deutschland.

²⁾ Journ. Chim. physique **31**, 165 [1934].

Die Dichte von Propylen.

1 Atmosphäre

Darstellungsmethode	Ballon G	Ballon N-3	Mittel
	1007.55 ccm	772.58 ccm	
2	1.9140	1.9148	1.9144
	1.9147	1.9147	1.9147
	1.9148	1.9158	1.9153
	1.9145	1.9149	1.9147
	1.9156		1.9156
	1.9142	1.9146	1.9144
Mittel	1.9146	1.9150	1.9148
3	1.9154	1.9149	1.9152
	1.9156	1.9151	1.9153
	1.9144	1.9153	1.9149
	1.9145	1.9147	1.9146
	Mittel	1.9149	1.9151
Gesamtmittel	1.9148	1.9150	1.9149

 $\frac{2}{3}$ Atmosphäre

Darstellungsmethode	Ballon G	Ballon N-3	Mittel
	1007.55 ccm	772.58 ccm	
2	1.9003	1.9021	1.9012
	1.9031	1.9031	1.9031
	1.9016	1.9030	1.9023
	Mittel	1.9017	1.9027
3	1.9027	1.9011	1.9019
	1.9023	1.9017	1.9020
	Mittel	1.9025	1.9014
Gesamtmittel	1.9020	1.9022	1.9021

 $\frac{1}{2}$ Atmosphäre

2	1.8955	1.8959	1.8957
	1.8961		1.8961
Mittel	1.8958	1.8959	1.8958
3	1.8954	1.8955	1.8955
	1.8963	1.8946	1.8955
	Mittel	1.8959	1.8951
Gesamtmittel	1.8958	1.8953	1.8956

Unter der Annahme, daß sich PV mit P linear ändert, werden die folgenden Werte berechnet:

$$1 + \lambda = 1.0204$$

$$C_3H_6 = 42.062$$

$$C = 12.005$$

Kohlenstoff und Stickstoff. Moles und Salazar³⁾ haben von neuem die Dichten von Sauerstoff, Kohlenoxyd und Stickstoff bestimmt mit Benutzung desselben (verbesserten) Apparates für alle drei Gase.

³⁾ Anal. Soc. Espanola Fisica Quim. **32**, 954 [1934].

Der Sauerstoff wurde durch Erhitzen von Kaliumpermanganat (a) und von Kalium- und Natriumchlorat mit Mangandioxyd (b) dargestellt. Die chemische Reinigung geschah durch fraktionierte Destillation.

Kohlenoxyd wurde aus Kalium-Eisen(II)-cyanid und Schwefelsäure (a) und aus Ameisensäure mit Schwefelsäure (b) gewonnen mit darauffolgender chemischer und physikalischer Reindarstellung.

Stickstoff erhielt man aus Natriumnitrit und Ammoniumsulfat, worauf das Gas auf chemischem Wege gereinigt wurde.

Die Dichte von Sauerstoff.

760 mm.			
Methode	Ballon G 987.59 ccm	Ballon N 992.04 ccm	Mittel
a	1.42895	1.42899	1.42897
a	1.42892	1.42897	1.42894
a	1.42903	1.42887	1.42895
a	1.42896	1.42894	1.42895
a	1.42893	1.42897	1.42895
b	1.42897	1.42894	1.42895
b	1.42897	1.42894	1.42895
Mittel	1.42896	1.42895	1.42895
380 mm.			
a	1.42832	1.42827	1.42829
a	1.42826	1.42835	1.42830
a	1.42836	1.42831	1.42833
a	1.42830	1.42841	1.42835
a	1.42830	1.42835	1.42832
b	1.42820	1.42833	1.42826
b	1.42832	1.42829	1.42830
Mittel	1.42829	1.42833	1.42831

Die Dichte von Kohlenoxyd.

760 mm.			
a	1.24998	1.25000	1.24999
a	1.25012	1.25001	1.25006
a	1.24999	1.25001	1.25000
a	1.25000	1.24998	1.24999
b	1.25001	1.25001	1.25001
b	1.24998	1.25001	1.24999
b	1.25003	1.24998	1.25000
b	1.25002	1.25000	1.25001
Mittel	1.25002	1.25000	1.25001
380 mm.			
a	1.24978	1.24977	1.24977
a	1.24970	1.24975	1.24972
a	1.24978	1.24979	1.24978
a	1.24976	1.24977	1.24976
a	1.24978	1.24971	1.24974
a	1.24982	1.24975	1.24978
b	1.24974	1.24970	1.24972
b	1.24976	1.24973	1.24974
b	1.24974	1.24975	1.24974
Mittel	1.24976	1.24975	1.24975

Die Dichte von Stickstoff.

760 mm.		
Ballon G	Ballon N	Mittel
1.25049	1.25048	1.25049
380 mm.		
1.25020	1.25023	1.25022

Aus diesen Daten berechnen sich die folgenden Werte:

	Grenzdichte	$1 + \lambda$	Molekulargewicht
Sauerstoff	1.24767	1.00090	
Kohlenoxyd	1.24950	1.00040	28.006(5)
Stickstoff	1.24995	1.00043	28.0165

Die Atomgewichte von Kohlenstoff und Stickstoff ergeben so die Werte 12.006(5) und 14.0083.

Stickstoff. Moles und Sancho⁴⁾ bestreiten die Angabe von Dietrichson, Bircher und O'Brien, nach der ganz trockne Glas-Oberflächen wenig oder gar kein Ammoniak absorbieren sollen, und unternehmen es, die Ergebnisse dieser Autoren und die von Dietrichson, Orleman und Rubin über die Dichte des Ammoniaks mit Benutzung der Absorptionsdaten von Moles und Crespi, sowie von Crespi und Aleixandre zu korrigieren.

Sie haben außerdem die Dichte des Ammoniaks bei 0° bei 1 und bei 1/2 Atm. mit einer Volumeter-Methode neu bestimmt, bei der das Gewicht des Ammoniaks durch die Gewichtszunahme einer mit Schwefelsäure beschickten Vorlage ermittelt wurde.

Synthetisches Ammoniak wurde mit Kaliumhydroxyd und geglühtem Bariumoxyd getrocknet und über flüssiges Natrium-Kalium-Amalgam destilliert. Hierbei wurde ein vervollkommneter Apparat angewandt. Das Barometer wurde mit seinem Gefäß auf 0° gehalten, so daß keine Temperatur-Korrektion erforderlich wurde. Der Inhalt der Ballons betrug 5566.52 ccm (G) und 2378.59 ccm (P). Korrekturen wurden angebracht für die Kompressibilität und für die Adsorption des Ammoniaks mit Zugrundelegung der von Moles und Crespi festgestellten Daten.

Druck	Ballon G	Ballon P	Ballons G + P
1 Atmosphäre	0.77143	0.77145	
	0.77131	0.77150	
	0.77152	0.77133	
	0.77137	0.77150	
	Mittel	0.77141	0.77144
	Gesamtmittel 0.77143 ⁵⁾		
1/2 Atmosphäre	0.76558	0.76558	0.76572
			0.76572
			0.76540
			0.76570
Mittel	0.76558	0.76558	0.76564
	Gesamtmittel 0.76562		

⁴⁾ Anal. Soc. Espanola Fisica Quim. **33**, 931 [1934].

⁵⁾ Ungenau berechnet.

Die Grenzdichte des Ammoniaks wurde unter der Annahme berechnet, daß die Kompressibilität eine lineare Funktion des Druckes ist. Das normale Molekularvolumen wurde mit 22,4142 Liter angenommen. Die Ergebnisse sind:

Grenzdichte	0.75981
Mol.-Gew. von NH_3	17.0305
At.-Gew. von N	14.007

Die Autoren finden für Stickstoff 14,008; es sind jedoch in der Berechnung dieses Wertes zwei arithmetische Fehler enthalten, nämlich der eine in der mittleren Dichte bei einer Atmosphäre und der andere in der Berechnung des Molekulargewichts des Ammoniaks.

Natrium. Johnson⁶⁾ bestimmte von neuem das Verhältnis NaCl:Ag. — Natriumchlorid wurde sehr sorgfältig durch Fällung mit Chlorwasserstoff und durch Krystallisation gereinigt. Die letzten Krystallisationen wurden in 5 Fraktionen geteilt. Das Salz wurde im gewogenen Platintiegel in einer elektrisch geheizten Quarzmuffel geschmolzen. Die Schmelzung geschah in den meisten Fällen in Luft, bei Analyse 3 und 4 in Stickstoff und bei Analyse 6 in Chlorwasserstoff und Stickstoff. Eine $\frac{1}{5}$ -n. Lösung des Salzes wurde dann mit der $\frac{1}{5}$ -n. Lösung einer nahezu äquivalenten Menge reinsten Silbers gefällt und der Endpunkt der Reaktion bei 0° mit dem Nephelometer mittels der von Johnson jüngst ausgearbeiteten Methode der „Standardlösung“ und in einigen Fällen auch auf potentiometrischem Wege gefunden. Bei der Hälfte der Analysen wurde die Silberlösung zu der des Chlorids gegeben, bei der anderen Hälfte umgekehrt die Chlorid- zur Silberlösung. Schließlich wurde das Silberchlorid filtriert, bei 300° getrocknet und gewogen. Das gelöste AgCl wurde nephelometrisch bestimmt. Ein eventueller Gewichtsverlust bei der Schmelzung des Silberchlorids wurde nicht berücksichtigt. Die Wägungen sind auf das Vakuum korrigiert.

Atomgewicht von Natrium.

Fraktion	NaCl:		NaCl:		NaCl:		NaCl:	
	NaCl	Ag	Ag	Atomgew.	AgCl	AgCl	Atomgew.	AgCl
1	5.48994	10.13246	0.541817	22.994	13.46165	(0.407821)	(22.999)	
1	5.43976	10.03981	0.541819	22.994	13.33993	0.407780	22.993	
2	5.48976	10.13223	0.541812	22.994	13.46231	0.407787	22.994	
2	5.47090	10.09724	0.541821	22.995	13.41552	0.407804	22.996	
3	5.42144	10.00502	(0.541872)	(23.000)	13.29327	(0.407833)	(23.001)	
3	5.4360	10.0340	(0.54176)	(22.988)	13.3307	(0.407780)	(22.993)	
4	5.59192	10.32064	0.541819	22.994	13.71263	0.407793	22.995	
4	5.43087	10.02352	0.541813	22.994	13.31763	0.407796	22.995	
5	5.51668	10.18218	(0.541798)	(22.992)	13.52883	(0.407772)	(22.992)	
5	5.42755	10.01778	(0.541792)	(22.992)	13.31017	(0.407775)	(22.992)	
		Mittel...	0.541817	22.994		0.40779	22.994	

Die fünfte Analyse wurde verworfen, weil ihr Ergebnis aus der Mehrzahl herausfällt, die sechste wegen saurer Reaktion des Chlorids, die neunte und zehnte wegen Verunreinigungen im Chlorid und die erste (NaCl:AgCl) wegen einer bekannten Unsicherheit.

Das Endresultat ergibt für Natrium den Wert 22,994, der um 0,003 niedriger ist als der der Internationalen Tabelle (22,997).

⁶⁾ Journ. Phys. Chem. **37**, 923 [1933].

Calcium. Smith und Tait⁷⁾ verglichen Calcium, das aus geologisch alten, an Kalium reichen, aber an Calcium armen Mineralien gewonnen wurde, mit gewöhnlichem Calcium⁸⁾. Pegmatit von Portsoy, Banffshire, Schottland und von Rhiconich, Sutherlandshire, Schottland wurden mit Chlorwasserstoffsäure extrahiert, wodurch etwa 30% des vorhandenen Calciums gewonnen wurden. Die Reinigung bestand in 5 Fällungen als Oxalat, Umwandlung in das Nitrat über das Oxyd, Elektrolyse der Nitrat-Lösung, 5 Krystallisationen der so gereinigten Lösung, 3 Fällungen als Carbonat, Verwandlung in das Chlorid über das Oxyd und einer Krystallisation als Chlorid (A). In jedem Falle wurde noch eine zweite Probe aus den Mutterlaugen der dritten Nitrat-Krystallisation auf ähnliche Weise gewonnen (B). Zum Vergleich wurden 2 Präparate aus Seemuscheln von Fifeshire, Schottland und aus Korallenkalk von Bermuda hergestellt.

Das Calciumchlorid wurde für die Wägung durch Entwässerung im Vakuum bei niedriger Temperatur und schließlich durch Schmelzen in Stickstoff und Chlorwasserstoff im Einfüllapparat vorbereitet. Nach Lösen des gewogenen Salzes wurde eine Korrektur für den Neutralpunkt angebracht und dann die Lösung in der üblichen Weise mit reinem Silber verglichen.

		Atomgewicht von Calcium			
Probe		CaCl ₂	Ag	CaCl ₂ :2 Ag	Atomgew. Ca
Korallenkalk	A	1.77727	3.45491	0.514419	40.077
	A	1.82493	3.54743	0.514437	40.081
	A	1.81606	3.53030	0.514421	40.077
	A	1.74543	3.39311	0.514404	40.074
	A	1.75771	3.41695	0.514409	40.075
				Mittel	0.514418
Seemuscheln	A	2.02793	3.94230	0.514403	40.074
	A	2.09760	4.07770	0.514408	40.075
	B	2.23959	4.35369	0.514412	40.076
	A	2.18660	4.25062	0.514419	40.077
	B	2.13950	4.15897	0.514430	40.079
	B	2.04200	3.96947	0.514426	40.079
				Mittel	0.514416
Portsoy	B	1.70015	3.30465	0.514472	40.088
	B	1.78487	3.46928	0.514479	40.090
	A	1.74779	3.39721	0.514478	40.090
	A	1.69538	3.29562	0.514434	40.080 ⁹⁾
	B	1.87366	3.64188	0.514476	40.089
	B	2.07253	4.02853	0.514463	40.087
			Mittel	0.514468	40.087
Rhiconich	B	1.94278	3.77612	0.514491	40.093
	B	1.98782	3.86364	0.514494	40.093
	A	1.88677	3.66715	0.514505	40.096
	B	1.96884	3.82687	0.514478	40.090
	B	2.19803	4.27222	0.514494	40.093
	A	2.17033	4.21850	0.514479	40.090
				Mittel	0.514490

⁷⁾ Proceed. Roy. Soc. Edinburgh **54**, 88 [1934].

⁸⁾ vgl. den IV. Bericht, S. 29.

⁹⁾ Irrtümlich berechnet im Original.

Das für gewöhnliches Calcium gefundene Atomgewicht (40.076) liegt dem von Richards und Hönigschmid (40.074) gefundenen nahe, ist aber niedriger als das von Hönigschmid und Kempfer (40.084) bestimmte. Eine gewisse Unsicherheit besteht in bezug auf die von Smith und Tait angewandten Vakuum-Korrekturen für Calciumchlorid und Silber. Hierbei berücksichtigen sie die spez. Gewichte sowohl der Messing- als auch die der Aluminium-Gewichte. Wenn dies nicht auch bei der Eichung der Gewichte geschah, so ist die Vakuum-Korrektur ungenau. Der mögliche Fehler im Atomgewicht des Calciums würde dann mit der Menge der benutzten Teilgewichte variieren und könnte bei den Bestimmungen von Smith und Tait von +0.008 bis -0.007 betragen.

Die Unterschiede im Atomgewicht des Calciums verschiedener Herkunft werden dazu benutzt, um die Lebensdauer von ^{41}K zu berechnen.

Krypton. Heuse und Otto¹¹⁾ haben die Dichte von Krypton neu bestimmt. Das Gas wurde sorgfältig zuerst mit heißem Calcium, dann durch fraktionierte Destillation gereinigt. Der Kompressibilitäts-Koeffizient wurde bei 0° zu -0.00279 gefunden, der Temperatur-Koeffizient wird dargestellt durch $0.0036609 + 358 \times 10^{-7} p$ (mHg). Mit einem Ballon von 267.53 ccm Inhalt wurden die folgenden Resultate erhalten, wobei die Dichte des Sauerstoffs 1.42900 und der Kompressibilitäts-Koeffizient -0.00094 benutzt wurde.

Dichte von Krypton

Gewicht	Druck	Temperatur	Dichte	Atomgew.
0.83479	681.84	20.60°	3.7432	83.668
0.85258	684.27	15.50°	3.7428	83.659
0.84484	681.32	16.87°	3.7427	83.657
0.88107	715.13	19.11°	3.7433	83.670
		Mittel.....	3.743	83.66

Niob. Hönigschmid und Wintersberger¹²⁾ bestimmten das Verhältnis $\text{NbCl}_5 : 5\text{Ag}$. Kalium-Nioboxyfluorid wurde aus salzsaurer Lösung fraktioniert kristallisiert, wobei die leichtest löslichen und die schwerst löslichen tantal-haltigen Anteile entfernt wurden, bis die Kopffraktion im Röntgen-Spektrum (Prandtl und v. Hevesy) kein Tantal mehr erkennen ließ. Das Salz wurde in Natriumnioibat verwandelt, und Reste von Eisen wurden mit Schwefelammonium entfernt. Darauf wurde die Niobsäure mit schwefliger Säure gefällt, gewaschen und geglüht. Es folgten mehrfache Waschungen mit Salzsäure und Wasser. Dieses Material enthielt noch etwa 1% Titan und eine Spur Zirkonium (Probe I); es wurde nur für die vorläufigen Versuche benutzt.

Gereinigte Niobsäure, die noch 0.1% Tantal enthielt, wurde in Kalium-Nioboxyfluorid übergeführt und dieses durch fraktionierte Krystallisation von Tantal befreit. Zirkonium wurde durch Schmelzen mit Kaliumcarbonat und Extraktion der Schmelze mit Wasser, Eisen durch Schwefelammonium entfernt. Die Niobsäure wurde dann mit Salicylsäure gefällt, um Titan zu entfernen, worauf zu Oxyd verglüht wurde (Probe II).

¹⁰⁾ s. den IV. Bericht der Kommission, S. 29.

¹¹⁾ Physikal. Ztschr. **35**, 57 [1934].

¹²⁾ Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **219**, 161 [1934].

Ein Teil von Probe I wurde ebenso wie Probe II von Zirkonium befreit (Probe III).

Die Lösungen, die im Verlauf der Analysen erhalten worden waren, wurden vom Silber durch Fällung als Chlorid und von Oxalsäure durch Glühen des Eindampfrückstandes des Filtrats befreit. Die Niobsäure wurde dann aus alkalischer Lösung durch Fällung mit Schwefeldioxyd wiedergewonnen (Probe IV).

Niobpentachlorid wurde dargestellt durch Zersetzung des Sulfids mit Chlor. Das Sulfid wird erhalten durch Einwirkung eines mit Schwefelkohlenstoff beladenen H_2S -Stromes, der bei 1000° über die Niobsäure geleitet wird. Zur Darstellung des Pentachlorids leitet man das sorgfältig von Sauerstoff befreite Chlor in einen mit Stickstoff gefüllten, auf 250° erwärmten Glaskolben, der das Sulfid enthält.

Es folgte die fraktionierte Destillation des Pentachlorids im evakuierten Glasapparat; die Analysen-Proben wurden in Glaskugeln eingeschmolzen. Erhebliche Schwierigkeiten ergaben sich bei den Versuchen, das höher siedende Oxychlorid und ebenso das niedriger siedende Schwefelchlorid vollständig zu entfernen, doch scheinen diese Schwierigkeiten schließlich durch geeignete Leitung der Operation in immer wieder verbesserter Anordnung der Apparatur überwunden worden zu sein.

Das Gewicht des Pentachlorids wurde ermittelt, indem die gewogene Kugel unter einer gesättigten Lösung von Oxalsäure zertrümmert, dann die Lösung mit Salpetersäure angesäuert und die Glassplitter gewogen wurden. Es folgte die Analyse mit Silber. Alle Wägungen sind auf das Vakuum reduziert.

Atomgewicht von Niob

Probe	$NbCl_5$	Ag	$NbCl_5:5Ag$	Atomgew.
II	3.04386	6.07117	0.50087	92.886
II	4.15231	8.28917	0.50093	92.918
II	3.04987	6.08879	0.50090	92.900
II	2.50957	5.00994	0.50092	92.910
II	1.20611	2.40770	0.50094	92.921
III	0.79147	1.57998	0.50094	92.920
III	1.44972	2.89407	0.50093	92.915
III	0.94171	1.87985	0.50095	92.927
II	0.79636	1.58976	0.50093	92.917
II	1.03393	2.06422	0.50088	92.891
II	1.62481	3.27968	0.50091	92.903
IV	1.13889	2.27376	0.50088	92.892
IV	2.48870	4.96803	0.50094	92.924
IV	2.27453	4.54070	0.50092	92.912
		Mittel	0.500922	92.909

Der Mittelwert für das Atomgewicht des Niobs, 92.91, stimmt fast genau mit Atons Befund, nach dem Niob wahrscheinlich ein Reinelement mit dem chemischen Atomgewicht 92.90 ist, überein. Der Wert 92.91 wird in die Tabelle an Stelle des älteren Wertes 93.3 aufgenommen.

Molybdän. Lautié¹³⁾ bestimmte das Verhältnis $Mo:MoO_3$ auf zwei Wegen. Unreines Trioxyd wurde durch Erhitzen in einem Strome von trock-

¹³⁾ Compt. rend. Acad. Sciences 197, 1730 [1933].

nem Chlorwasserstoff in das flüchtige Hydroxychlorid verwandelt. Unter Verwerfung der ersten und letzten Anteile der Chlorierung wurde das Hauptprodukt in Ammoniak gelöst und die Lösung zur Trockne verdampft. Man fügte dann Salpetersäure zu, erhitzte den Eindampfrückstand in Sauerstoff auf 400° und sublimierte das Trioxyd 5-mal um. Anteile von etwa 1.5 g wurden in einem Quarz-Schiffchen zu konstantem Gewicht und dann allmählich auf 800° ansteigend in Wasserstoff erhitzt, der vorher durch ein starkes elektrisches Feld aktiviert war. Das gebildete Metall wurde in einer Atmosphäre von Stickstoff oder Argon gewogen. Auf diese Weise wurde das Verhältnis $\text{Mo}:\text{MoO}_3 = 0.66669$ gefunden. Durch Rück-oxidation ergab sich für dasselbe Verhältnis der Wert 0.66668, entsprechend dem Atomgewicht 96.01 bzw. 96.02. Der Wert in der internationalen Tabelle ist 96.0.

Jod, Kohlenstoff, Natrium. Baxter und Hale¹⁴⁾ neutralisierten Natriumcarbonat mit Jodsäure. Das Natriumcarbonat wurde durch wiederholte Krystallisation gereinigt und vor der Wägung in Kohlendioxyd geschmolzen. Die Jodsäure wurde über Kalium- und Bariumjodat gereinigt und fraktioniert, bis sie keinen nicht-flüchtigen Rückstand mehr ergab. Sie wurde dann durch stufenweises Erhitzen auf 240° entwässert und das gebildete Jodpentoxyd gewogen. Man ließ hiernach annähernd äquivalente Mengen von Jodsäure und Natriumcarbonat in verd. Lösung aufeinander einwirken und titrierte in CO_2 -freier Atmosphäre mit sehr verd. Lösungen von Säure und Alkali unter Verwendung von Bromthymolblau als Indicator. Die Wägungen sind auf das Vakuum korrigiert. Für den Betrag der am Jodpentoxyd adsorbierten Luft wurden bei der Wägung 0.001% und für zurückgehaltene Feuchtigkeit 0.0023% in Abzug gebracht.

Verhältnis $\text{J}_2\text{O}_5:\text{Na}_2\text{CO}_3$

Na_2CO_3	J_2O_5	$\text{J}_2\text{O}_5:\text{Na}_2\text{CO}_3$
8.98436	28.29617	3.14949
9.56078	30.11314	3.14965
7.55451	23.79256	3.14945
9.33412	29.39833	3.14956
8.46160	26.65025	3.14955
9.29771	29.28312	3.14950
9.70811	30.57533	3.14946
8.42645	26.53892	3.14948
8.81736	27.76915	3.14937
	Mittel.	3.14950

In den folgenden Tabellen sind die Atomgewichte von Jod, Kohlenstoff und Natrium berechnet unter Bezugnahme auf verschiedene, für die beiden anderen Elemente angenommene Atomgewichte.

	Atomgewicht des Jods		
	C = 12.000	C = 12.005	C = 12.010
Na = 22.997	126.914	126.922	126.930
Na = 22.994	126.905	126.913	126.920

¹⁴⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **56**, 615 [1934].

Atomgewicht des Kohlenstoffs

	J = 126.915	J = 126.917	J = 126.920	J = 126.925
Na = 22.997	12.001	12.002	12.004	12.007
Na = 22.994	12.007	12.008	12.010	12.013

Atomgewicht des Natriums

	J = 126.915	J = 126.917	J = 126.920	J = 126.925
C = 12.000	22.997	22.998	22.999	23.000
C = 12.005	22.995	22.995	22.996	22.998
C = 12.010	22.992	22.993	22.994	22.995

Caesium. Baxter und Thomas¹⁵⁾ setzten ihre Arbeit über die Analyse des Caesiumchlorids fort, deren vorläufige Ergebnisse im Bericht der Kommission für 1933 mitgeteilt wurden. Es wurden annähernd 4 kg Caesiumnitrat fraktioniert krystallisiert. Die 9 schwerst löslichen Fraktionen der letzten (17.) Serie im Betrage von etwa 80% des Gesamtmaterials ließen bei der spektroskopischen Prüfung weder die Anwesenheit von Kalium, noch von Rubidium erkennen. Ein Anteil der vereinigten Fraktionen 4 und 5 wurde in das Perchlorat verwandelt, dieses umkrystallisiert und dann in Chlorid übergeführt. Das Chlorid wurde umkrystallisiert (Probe A). Aus den Mutterlaugen von Probe A wurde das Dichlorojodid hergestellt, das nach dem Umkrystallisieren in Chlorid verwandelt und weiter, wie oben angeführt, gereinigt wurde (Probe B). Probe C wurde aus den leichter löslichen Nitrat-Fraktionen durch zahlreiche Krystallisationen in der Form des Perchlorats und in einem Falle in der des Chlorids dargestellt. Die leichtest lösliche Nitrat-Fraktion wurde 3-mal als Perchlorat umkrystallisiert und dann in Chlorid verwandelt (Probe D).

Vor der Wägung wurde das Chlorid im Platin-Schiff in wechselnder Gasatmosphäre (s. die Tabelle) geschmolzen. Die Analyse wurde nach dem üblichen Verfahren mit Silber ausgeführt. Die Wägungen sind auf das Vakuum korrigiert.

Atomgewicht von Caesium

Probe	Geschmolzen in	CsCl	Ag	CsCl:Ag	Atomgew.
A	N ₂	8.96291	5.74296	1.56068	132.909
A	N ₂	9.60983	6.15731	1.56072	132.913
A	H ₂ + 25% HCl..	9.70288	6.21686	1.56074	132.916
A	H ₂ + 25% HCl..	9.53125	6.10698	1.56071	132.912
A	H ₂	7.52304	4.82025	1.56072	132.913
B	H ₂ + 75% HCl..	9.38363	6.01254	1.56068	132.909
B	H ₂ + 20% HCl..	9.33593	5.98207	1.56065	132.906
B	H ₂ + Spur HCl..	10.83528	6.94414	1.56035	132.874
B	N ₂	7.70022	4.93415	1.56060	132.901
B	H ₂ + Spur HCl..	7.78342	4.98770	1.56052	132.892
B	H ₂ + 50% HCl..	7.83724	5.02201	1.56058	132.898
C	H ₂ + 35% HCl..	5.78546	3.70748	1.56048	132.888
D	H ₂ + 20% HCl..	2.16882	1.38968	1.56066	132.907
C	H ₂ + 35% HCl..	4.02114	2.57655	1.56067	132.908
	Mittel			1.56063	132.903
	Mittel, außer Analyse 8			1.56065	132.906
	Mittel der Analysen 1—7.....			1.56070	132.911

¹⁵⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **56**, 1108 [1934].

Der Wert 132.91 ist bereits in die internationale Tabelle für 1933 aufgenommen worden.

Die seltenen Erden. Aston¹⁶⁾ bestimmte die Isotopen-Zusammensetzung der seltenen Erden und berechnete ihre chemischen Atomgewichte mit folgenden Resultaten:

	Werte aus dem Massen-Spektrum	Internationale Werte	Differenz
Lanthan	138.91	138.92	— 0.01
Cer	140.13	140.13	0.00
Praseodym	140.91	140.92	— 0.01
Neodym	143.5	144.27	— 0.8
Samarium	150.1	150.43	— 0.3
Europium	151.90	152.0	— 0.1
Gadolinium	156.9	157.3	— 0.4
Terbium	158.91	159.2	— 0.3
Dysprosium	162.5	162.46	0.0
Holmium	164.91	163.5	+ 1.4
Erbium	167.15	167.64	— 0.5
Thulium	168.91	169.4	— 0.5
Ytterbium	173.2	173.04	+ 0.2
Cassiopeium	174.91	175.0	— 0.1

Während die Übereinstimmung der physikalischen mit den chemischen Werten in vielen Fällen so gut ist, wie man es erwarten kann, zeigt sich in anderen Fällen eine auffallende Diskrepanz. Wollte man die größeren Differenzen durch Unreinheit des für die chemischen Bestimmungen benutzten Materials erklären, so müßte man ganz unwahrscheinlich hohe Beträge an Verunreinigungen annehmen. Andererseits hat die Analyse der Halogenide in ihrer modernen Ausgestaltung gerade bei vielen der günstigeren Fälle, d. h. bei Rein-elementen oder solchen mit geringer Isotopenzahl, Resultate ergeben, die vollkommen mit denen auf physikalischem Wege erhaltenen übereinstimmen (Lanthan, Cer, Praseodym), so daß man gegen die analytische Methode keine Einwendungen erheben kann. Wenn das auf chemischem Wege erhaltene Resultat in anderen Fällen falsch sein sollte, so könnte die Schwierigkeit vielleicht in einer abnormen Zusammensetzung der analysierten Trihalogenide liegen. Es ist aber bemerkenswert, daß die Differenzen besonders groß bei den stärker komplexen (isotopen-reichen) Elementen (Neodym, Samarium, Gadolinium und Erbium) sind, so daß es keineswegs sicher zu sein scheint, daß in solchen Fällen die Ableitungen aus dem Massen-Spektrum fehlerfrei sind. Die Kommission ist der Ansicht, daß sie ohne weitere Aufklärungen nicht in der Lage ist zu entscheiden, wo die Schwierigkeit eigentlich liegt; sie nimmt daher in dieser Elementgruppe vorläufig keine Änderungen vor.

Tantal. Hönigschmid¹⁷⁾ hat Tantalpentachlorid analysiert, das durch Sublimation im Vakuum gereinigt wurde. Das Ergebnis für das Atomgewicht des Tantals 180.89 stimmt genau mit dem Wert von Aston, ist aber niedriger als der gegenwärtige Tabellenwert 181.4. — Ausführlicher wurde diese Untersuchung nach Abschluß des Berichtsjahres von Hönigschmid und Schlee¹⁸⁾ veröffentlicht.

¹⁶⁾ *Proceed. Roy. Soc. (A)* **146**, 46 [1934].

¹⁷⁾ *Naturwiss.* **22**, 463 [1934].

¹⁸⁾ *Ztschr. anorgan. allgem. Chem.* **221**, 129 [1935].

Blei. Marble¹⁹⁾ bestimmte das Atomgewicht von radiogenem Blei aus Pechblende, Fundort bei Great Bear Lake, North West Territories, Canada. Das Blei wurde nacheinander über das Sulfid, Sulfat, Sulfid, Nitrat und Chlorid gereinigt und das Chlorid schließlich im Strome trocknen Wasserstoffs destilliert. Die Analyse mit Silber nach der üblichen Methode ergab die folgenden Resultate. Die Wägungen sind auf das Vakuum korrigiert.

Atomgewicht von Blei			
PbCl ₂	Ag	PbCl ₂ :2Ag	Atomgew.
2.27721	1.77393	1.283709	206.059
2.22354	1.73219	1.283658	206.048
2.22397	1.73249	1.283684	206.054
	Mittel	1.283684	206.054

Der von Aston für dasselbe Blei aus der Isotopen-Zusammensetzung abgeleitete Wert, umgerechnet auf O = 16.0000, ist 206.08. Die Differenz entspricht dem gegenwärtigen Genauigkeitsgrade der massen-spektroskopischen Bestimmungen, sie ist aber größer als die Unsicherheit der chemischen Methode.

Radium und Protactinium. Zwei Untersuchungen über radioaktive Elemente wurden nach Abschluß des Berichtsjahres bekannt: Hönigschmid und Sachtleben²⁰⁾ haben mit einem Ausgangsmaterial von etwa 2.2—3.5 g Radiumbromid aus dem Verhältnis RaBr₂:RaCl₂ das Atomgewicht des Radiums zu 226.05 ermittelt. — Von Grosse²¹⁾ findet für Protactinium aus dem Verhältnis 2K₂PaJ₇:Pa₂O₅ mit 0.07—0.09 g des Doppelfluorids Pa = 230.6.

Batuecas²²⁾ wendet sich gegen die Schlüsse von Cawood und Patterson, betreffend die Dichten einiger Gase und ihre Koeffizienten der Kompressibilität²³⁾. Seine eigenen Zahlen, die er aus den Mittelwerten verschiedener Autoren ableitet, sind folgende:

	Dichte	1 + λ	M	
C ₂ H ₄	1.2605 (4)	1.0076 (6)	28.040	C = 12.004
CO ₂	1.9766 (5)	1.0068 (4)	44.005	C = 12.005
(CH ₃) ₂ O	2.1099	1.0270	46.050	C = 12.001 (5)
N ₂ O	1.9780	1.0073 (5)	44.013	N = 14.0065
SO ₂	2.9263	1.0239	64.061	S = 32.061

¹⁹⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **56**, 854 [1934].

²⁰⁾ Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **221**, 65 [1935].

²¹⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **56**, 2501 [1934].

²²⁾ Journ. Chim. physique **31**, 65 [1934]. ²³⁾ vergl. IV. Bericht, S. 40, 41.

Atomgewichte 1935.

	Sym- bol	Ordnungs- zahl	Atom- gewicht		Sym- bol	Ordnungs- zahl	Atom- gewicht
Aluminium ..	Al	13	26.97	Neon	Ne	10	20.183
Antimon ...	Sb	51	121.76	Nickel	Ni	28	58.69
Argon	Ar	18	39.944	Niob	Nb	41	92.91
Arsen	As	33	74.91	Osmium	Os	76	191.5
Barium	Ba	56	137.36	Palladium ...	Pd	46	106.7
Beryllium ...	Be	4	9.02	Phosphor ...	P	15	31.02
Blei	Pb	82	207.22	Platin	Pt	78	195.23
Bor	B	5	10.82	Praseodym ..	Pr	59	140.92
Brom	Br	35	79.916	Quecksilber .	Hg	80	200.61
Cadmium ...	Cd	48	112.41	Radium	Ra	88	225.97
Caesium	Cs	55	132.91	Radon	Rn	86	222
Calcium	Ca	20	40.08	Rhenium	Re	75	186.31
Cassiopeium .	Cp	71	175.0	Rhodium ...	Rh	45	102.91
Cer	Ce	58	140.13	Rubidium ...	Rb	37	85.44
Chlor	Cl	17	35.457	Ruthenium ...	Ru	44	101.7
Chrom	Cr	24	52.01	Samarium ...	Sm	62	150.43
Dysprosium .	Dy	66	162.46	Sauerstoff ..	O	8	16.0000
Eisen	Fe	26	55.84	Scandium ...	Sc	21	45.10
Erbium	Er	68	167.64	Schwefel ...	S	16	32.06
Europium ...	Eu	63	152.0	Selen	Se	34	78.96
Fluor	F	9	19.000	Silber	Ag	47	107.880
Gadolinium .	Gd	64	157.3	Silicium	Si	14	28.06
Gallium	Ga	31	69.72	Stickstoff ...	N	7	14.008
Germanium .	Ge	32	72.60	Strontium ...	Sr	38	87.63
Gold	Au	79	197.2	Tantal	Ta	73	181.4
Hafnium	Hf	72	178.6	Tellur	Te	52	127.61
Helium	He	2	4.002	Terbium ...	Tb	65	159.2
Holmium ...	Ho	67	163.5	Thallium	Tl	81	204.39
Indium	In	49	114.76	Thorium ...	Th	90	232.12
Iridium	Ir	77	193.1	Thulium ...	Tm	69	169.4
Jod	J	53	126.92	Titan	Ti	22	47.90
Kalium	K	19	39.096	Uran	U	92	238.14
Kobalt	Co	27	58.94	Vanadium ...	V	23	50.95
Kohlenstoff .	C	6	12.00	Wasserstoff .	H	1	1.0078
Krypton	Kr	36	83.7	Wismut	Bi	83	209.00
Kupfer	Cu	29	63.57	Wolfram	W	74	184.0
Lanthan	La	57	138.92	Xenon	X	54	131.3
Lithium	Li	3	6.940	Ytterbium ..	Yb	70	173.04
Magnesium ..	Mg	12	24.32	Yttrium	Y	39	88.92
Mangan	Mn	25	54.93	Zink	Zn	30	65.38
Molybdän ...	Mo	42	96.0	Zinn	Sn	50	118.70
Natrium	Na	11	22.997	Zirkonium ..	Zr	40	91.22
Neodym	Nd	60	144.27				