

Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft

71. Jahrg. Nr. 4. — Abteilung A (Vereinachrichten), S. 93–120 — 6. April

Achter Bericht der Atomgewichtskommission der Internationalen Union für Chemie.

G. P. Baxter (Vorsitzender), O. Hönlischmid und P. Lebeau.

(Eingegangen am 12. März 1938.)

Der folgende Bericht umfaßt die zwölfmonatige Periode vom 30. September 1936 bis 30. September 1937¹⁾.

Folgende Änderungen wurden in der Tabelle der Atomgewichte vorgenommen: Wasserstoff, von 1.0078 zu 1.0081; Helium, von 4.002 zu 4.003; Kohlenstoff, von 12.01 zu 12.010; Molybdän, von 96.0 zu 95.95; Erbium, von 167.64 zu 167.2; Wolfram, von 184.0 zu 183.92; Osmium, von 191.5 zu 190.2.

Wasserstoff und Helium. — Für diese Elemente wurden von F. W. Aston²⁾ und von K. T. Bainbridge und E. B. Jordan³⁾ folgende massenspektroskopische Werte, bezogen auf die physikalische Basis $^{16}\text{O} = 16$, erhalten:

	Aston	Bainbridge und Jordan
^1H	1.00812	1.00813
He	4.00391	4.00389

Umgerechnet auf die chemische Basis ergeben sich die Werte $^1\text{H} = 1.00785$ und $\text{He} = 4.00285$ (Umrechnungsfaktor = 1.00027). Bei Berücksichtigung des vorhandenen ^2H im Mengenverhältnis 1/5000 ergibt sich als Atomgewicht des chemischen Wasserstoffs der Wert 1.00805. Die Werte 1.0081 und 4.003 für Wasserstoff und Helium wurden in die Tabelle aufgenommen, da sie zuverlässiger erscheinen als die nach anderen Methoden erhaltenen.

Kohlenstoff. — Baxter und Hale⁴⁾ setzten ihre Untersuchung über die quantitative Verbrennung schwerer Kohlenwasserstoffe fort unter Verbesserung der technischen Durchführung. Das schon seinerzeit benutzte

¹⁾ Die Verfasser von Abhandlungen über Atomgewichtsfragen werden gebeten, Sonderdrucke 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. Hönlischmid, Sophienstr. 9/2, München 2 NW, Deutschland; Prof. P. Lebeau, Faculté de Pharmacie, 4, Ave. de l'Observatoire, Paris (6^e), Frankreich.

²⁾ Nature **187**, 357, 613 [1936].

³⁾ Rev. Modern Physics **9**, 370 [1937].

⁴⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **59**, 506 [1937].

Chrysen (I) wurde weiter gereinigt (II) und eine dritte Probe (III), von Naphthalin ausgehend, synthetisiert. Das schon früher verwendete Triphenylbenzol (II) wurde weiter gereinigt (III) und eine neue Probe aus Benzaldehyd (aus Amygdalin) (IV) gewonnen. Eine neue Probe von Anthracen wurde wie früher gereinigt (II) und eine dritte Probe durch Synthese aus Phthalsäure und Benzol gewonnen (III). Wie schon seinerzeit mitgeteilt, führte die Reinigung von Pyren nicht zu dem gewünschten Ziel. Die früheren sowie die neuen Resultate wurden korrigiert für eine kleine Gewichtszunahme der Absorptionsröhren, welche diese bei Blindversuchen aufwiesen, wenn durch die Verbrennungsapparatur in Abwesenheit des Kohlenwasserstoffs Gase hindurchgeleitet wurden. Die früheren Resultate wurden überdies korrigiert durch Berichtigung eines kleinen Eichungsfehlers der Gewichte. Die Resultate sind bezogen auf $H = 1.0078$. Für den wahrscheinlicheren Wert 1.0081 werden die Atomgewichtswerte für den Kohlenstoff nur um 0.0003 erniedrigt.

Probe	Kohlenwasserstoff	Atomgewicht des Kohlenstoffs.						Atomgew. C
		H ₂ O	H	C	CO ₂	O	C:O ₂	
Chrysen								
I	2.78052	1.31192	0.14678	2.63374	9.65237	7.01863	0.375250	12.008(0)
I	2.69266	1.27591	0.14275	2.54991	9.34366	6.79375	0.375332	12.010(6)
I	2.97790	1.41044	0.15780	2.82010	10.33440	7.51430	0.375298	12.009(5)
I	2.99659	1.41906	0.15877	2.83782	10.39868	7.56086	0.375330	12.010(6)
II	3.01102	1.42558	0.15950	2.85152	10.44739	7.59587	0.375404	12.012(9)
II	2.97646	1.40901	0.15764	2.81882	10.32819	7.50937	0.375374	12.012(0)
II	2.97260	1.40723	0.15744	2.81516	10.31566	7.50050	0.375330	12.010(6)
II	1.56689	0.74145	0.08295	1.48394	5.43767	3.95373	0.375327	12.010(5)
III	3.08222	1.45976	0.16332	2.91890	10.69608	7.77718	0.375316	12.010(1)
III	2.07420	0.98195	0.10986	1.96434	7.19819	5.23385	0.375315	12.010(1)
Mittel							0.375328	12.010(5)
Triphenylbenzol								
I	3.00022	1.58994	0.17788	2.82234	10.34128	7.51894	0.375364	12.011(6)
II	2.99781	1.58711	0.17757	2.82024	10.33453	7.51429	0.375317	12.010(1)
II	2.99647	1.58580	0.17742	2.81905	10.33018	7.51113	0.375316	12.010(1)
III	3.00284	1.58874	0.17775	2.82509	10.35196	7.52687	0.375334	12.010(7)
III	6.00641	3.17865	0.35563	5.65078	20.70670	15.05592	0.375320	12.010(2)
IV	2.99682	1.58563	0.17740	2.81942	10.33123	7.51181	0.375332	12.010(6)
IV	3.00217	1.58866	0.17774	2.82443	10.35028	7.52585	0.375297	12.009(5)
IV	2.99844	1.58649	0.17750	2.82094	10.33739	7.51645	0.375302	13.009(7)
Mittel							0.375323	12.010(3)
Anthracen								
I	2.99495	1.51439	0.16943	2.82552	10.35385	7.52833	0.375318	12.010(2)
I	2.04939	1.03659	0.11597	1.93342	7.08535	5.15193	0.375281	12.009(0)
III	2.87189	1.45078	0.16231	2.70958	9.92877	7.21919	0.375330	12.010(6)
III	2.95847	1.49521	0.16729	2.79118	10.22821	7.43703	0.375308	12.009(9)
III	2.88436	1.45742	0.16306	2.72130	9.97193	7.25063	0.375319	12.010(2)
II	6.06324	3.06430	0.34284	5.72040	20.96070	15.24030	0.375347	12.011(1)
II	5.44882	2.75414	0.30814	5.14068	18.83572	13.69504	0.375368	12.011(8)
II	2.81287	1.42365	0.15928	2.65359	9.72451	7.07092	0.375282	12.009(0)
II	5.54044	2.80123	0.31340	5.22704	19.15276	13.92572	0.375352	12.011(3)
Mittel							0.375323	12.010(3)
Mittel aller Analysen							0.375325	12.010(4)

Das mittlere Atomgewicht des Kohlenstoffs ist um 0.0013 höher als der vorläufige Wert⁵⁾.

A. F. Scott und F. H. Hurley⁶⁾ bestimmten das Atomgewicht des Kohlenstoffs durch Messung des Benzoylchlorids mit Silber. Thiophenfreies Toluol wurde mit Permanganat zu Benzoesäure oxydiert, diese zweimal mit Salzsäure gefällt, aus Wasser umkrystallisiert und sublimiert. Zur Darstellung des Benzoylchlorids wurde die Benzoesäure mit Phosphortrichlorid erhitzt. Das Benzoylchlorid wurde durch fraktionierte Destillation im Hochvakuum gereinigt. Im späteren Verlauf der Fraktionierung wurden Proben in Glaskugeln, die abgeschmolzen wurden, für die Analyse entnommen. Zur Durchführung der Analyse wurden die gewogenen Kugeln zunächst unter einer wäßrigen Lösung von Pyridin zerbrochen und die Glasscherben zwecks Wägung auf Filtern gesammelt. Die Lösungen wurden nach der üblichen nephelometrischen Methode mit ausgewogenen nahezu äquivalenten Mengen Silber verglichen. In der folgenden Tabelle sind die Fraktionen nach abnehmender Flüchtigkeit geordnet. Sowohl die Gewichte der Glaskugeln und der Glasscherben sowie die des Silbers wurden für den Luftauftrieb bei der Wägung korrigiert.

Atomgewicht des Kohlenstoffs.

Fraktion	Benzoylchlorid	Ag	C ₇ H ₅ OCl:Ag	Atomgew. C
4	13.08649	10.04596	1.302662	12.0050
5	13.12011	10.06925	1.302988	12.0100
8	13.09014	10.04617	1.302998	12.0102
11	12.43004	9.53960	1.302994	12.0101
12	13.48239	10.34736	1.302979	12.0099
15	14.70047	11.28211	1.302989	12.0101
16	13.80987	10.59833	1.303023	12.0106
14	10.71976	8.22688	1.303016	12.0105
9	14.61669	11.21768	1.303004	12.0103
6	12.53791	9.62157	1.303104	12.0118
Mittel aller, mit Ausnahme der ersten und letzten			1.302999	12.0102

Die Autoren verwerfen das Analysenergebnis der Fraktion 4, welche die leichtest flüchtige unter den analysierten Fraktionen darstellt, da der Verdacht vorliegt, daß sie Chlorwasserstoff enthalte, und ebenso jenes der Fraktion 6 wegen der starken Abweichung. Diese stellt übrigens die schwerst flüchtige Fraktion dar.

Setzt man für das Atomgewicht des Wasserstoffs 1.0081 statt des üblichen Wertes in die Berechnung ein, so wird jenes des Kohlenstoffs nur um 0.0002 erniedrigt.

Der endgültige Wert steht in ausgezeichnete Übereinstimmung mit jenem von Baxter und Hale⁷⁾ und ebenso mit den Ergebnissen der massenspektroskopischen Forschung.

Die für ¹²C von Aston⁷⁾ und von Bainbridge und Jordan⁸⁾ gefundenen Werte sind 12.00355 und 12.00398, bezogen auf die physikalische Basis. Umgerechnet auf die chemische Basis (Umrechnungsfaktor 1.00027) ergeben sich diese zu 12.0003 und 12.0007. Selbst wenn man für das Mengenverhältnis

⁵⁾ s. VII. Bericht d. Kommission.

⁶⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **59**, 1905 [1937].

⁷⁾ Nature **189**, 922 [1936].

von ^{12}C den so niedrigen Wert von $1/100$ einsetzt, ergibt sich das Atomgewicht des Kohlenstoffs zu 12.0103 bzw. 12.0107.

Auf Grund der chemischen Bestimmungen wurde der Wert 12.010 für das Atomgewicht des Kohlenstoffs in die internationale Tabelle aufgenommen, obwohl den Ergebnissen der physikalischen Forschung der Wert 12.011 eher zu entsprechen scheint.

Kohlenstoff und Stickstoff. — Moles und Toral⁸⁾ haben neuerdings die Dichten von Sauerstoff, Kohlendioxyd und Stickoxydul mittels einer verbesserten Apparatur bestimmt. Sauerstoff wurde hergestellt aus Kaliumpermanganat sowie aus einem Gemisch von Kalium- und Natriumchlorat mit Mangandioxyd. Kohlendioxyd wurde erhalten durch Erhitzen von Natriumbicarbonat und wurde nach einer Vorreinigung wiederholt sublimiert. Stickoxydul wurde durch thermische Zersetzung von Ammoniumnitrat dargestellt und durch fraktionierte Sublimation gereinigt.

Dichte des Sauerstoffs.

760 mm			380 mm		
Ballon A	Ballon B	Mittel	Ballon A	Ballon B	Mittel
580.995	454.735		1.42819	1.42812	1.42816
	1.42892	1.42892	1.42836	1.42829	1.42833
1.42892	1.42890	1.42891	1.42856	1.42831	1.42844
1.42897	1.42899	1.42898	1.42823	1.42832	1.42828
1.42893	1.42896	1.42895	1.42824	1.42833	1.42829
Mittel	1.42894	1.42894	Mittel	1.42832	1.42827
506.67 mm					
1.42849	1.42844	1.42847			
1.42854	1.42853	1.42854			
Mittel	1.42852	1.42848			

Dichte des Kohlendioxyds.

760 mm			475 mm		
Ballon A	Ballon B	Mittel	Ballon A	Ballon B	Mittel
1.97695	1.97696	1.97695	1.97187	1.97174	1.97180
1.97693	1.97691	1.97692	1.97190	1.97189	1.97189
1.97696	1.97695	1.97695		1.97186	1.97186
Mittel	1.97695	1.97694	Mittel	1.97188	1.97188
				1.97184	1.97185
570 mm			380 mm		
1.97355	1.97349	1.97352	1.97016	1.97012	1.97014
1.97352	1.97358	1.97355	1.97008	1.97017	1.97012
1.97353	1.97351	1.97352	1.97011	1.97016	1.97013
Mittel	1.97353	1.97353	Mittel	1.97012	1.97015

Dichte des Stickoxyduls.

760 mm			380 mm		
Ballon A	Ballon B	Mittel	Ballon A	Ballon B	Mittel
1.97826	1.97819	1.97822	1.97103	1.97105	1.97104
1.97822	1.97823	1.97822	1.97096	1.97092	1.97094
1.97820	1.97822	1.97821	Mittel	1.97100	1.97099
Mittel	1.97823	1.97821			

⁸⁾ Sitz.-Ber. Akad. Wiss., Wien IIb 145, 948 [1936]; Monatsh. Chem. 69, 342 [1936]; An. Soc. españ. Física Quím. 35, 42 [1937].

Mit diesen Werten wurden die folgenden Grenzdichten und Molekulargewichte berechnet.

	Dg	Mol.-Gew.
O ₂	1.42764	32.0000
CO ₂	1.96333	44.0072
N ₂ O.....	1.96377	44.0167

Die Atomgewichte von Kohlenstoff und Stickstoff ergeben sich demnach zu 12.007 und 14.008.

Moles⁹⁾ diskutiert die Berechnung der Molekulargewichte mittels der Methode der Grenzdichten.

Stickstoff. — Moles und Sancho¹⁰⁾ führen eine Neuberechnung der früheren Resultate von Moles und Sancho¹¹⁾ für die Dichte von Ammoniak durch, indem sie eine Korrektur für den Ausdehnungskoeffizienten der barometrischen Skala anbringen. Die neuen Werte sind 0.77140 und 0.76560 für eine bzw. eine halbe Atmosphäre. Eine gleiche Korrektur für die von Moles und Batuecas¹²⁾ benutzte Skala ergibt 0.77140 für die Dichte bei einer Atmosphäre.

Neue Bestimmungen wurden nach der Volumeter-Methode ausgeführt mit Ammoniak, das durch Erhitzen von Nickel-Ammoniumbromid gewonnen worden war.

Dichte von Ammoniak (760 mm).

Einfüllungs-Druck.....	762	760				
Dichte.....	0.77135	0.77147	Mittel.....	0.77141		
Einfüllungs-Druck.....	583	509	397	396		
Dichte.....	0.76856	0.76758	0.76562	0.76560	Mittel.....	0.76561
Einfüllungsdruck.....	264	263				
Dichte.....	0.76376	0.76372	Mittel.....	0.76374		

Die Gleichung $D_p = 0.759877 + 0.001153 p$

gibt die Resultate wieder innerhalb der experimentellen Genauigkeitsgrenzen. Mit den Grenzdichten 0.75988 und 1.42761 für Ammoniak und Sauerstoff ergibt sich das Molekulargewicht des Ammoniaks zu 17.0327. Mit dem Atomgewicht des Wasserstoffs zu 1.0078 wird Stickstoff gleich 14.009. Mit dem Wert 1.0081 für Wasserstoff ergibt sich für Stickstoff 14.008.

Kohlenstoff, Stickstoff und Fluor. — W. Cawood und H. S. Paterson¹³⁾ vergleichen mit Hilfe einer verbesserten Mikro-Verdrängungswaage die Dichte des Sauerstoffs mit jener von Kohlendioxyd, Äthylen, Kohlenstoff-tetrafluorid, Stickoxydul und Methylfluorid bei verschiedenen Drucken. Durch Extrapolation wurden die Verhältniszahlen für den Druck Null ermittelt.

Die Gase wurden nach chemischen Methoden sowie durch fraktionierte Destillation und Sublimation gereinigt. Jeder der Verhältniszahlen der folgenden Tabelle ist das Mittel einer langen Reihe von Messungen bei 21°.

⁹⁾ Journ. Chim. physique **34**, 49 [1937].

¹⁰⁾ An. Soc. españ. Física Quím. **34**, 865 [1936].

¹¹⁾ s. V. Bericht d. Kommission.

¹²⁾ s. I. Bericht d. Kommission.

¹³⁾ Philos. Trans. Roy. Soc. London, Ser. A. **236**, 77 [1936].

Kohlendioxyd		Äthylen	
P_{O_2}	$\text{P}_{\text{O}_2}/\text{P}_{\text{CO}_2}$	P_{O_2}	$\text{P}_{\text{O}_2}/\text{P}_{\text{C}_2\text{H}_4}$
418.3	1.37764	428.1	0.879963
234.5	1.37662	234.9	0.878507
0	1.37532	0	0.876735
$\text{M}_{\text{CO}_2} = 44.0101$	$\text{C} = 12.010$	$\text{M}_{\text{C}_2\text{H}_4} = 28.0556$	$\text{C} = 12.012$ ($\text{H} = 1.0078$)

Kohlenstofftetrafluorid		Methylfluorid	
P_{O_2}	$\text{P}_{\text{O}_2}/\text{P}_{\text{OF}_4}$	P_{O_2}	$\text{P}_{\text{O}_2}/\text{P}_{\text{CHF}_3}$
484.2	2.75106	454.8	1.06839
252.8	2.75040	229.0	1.06596
0	2.74967	0	1.06350
$\text{M}_{\text{CF}_4} = 87.989$	$\text{F} = 18.995$ ($\text{C} = 12.011$)	$\text{M}_{\text{CHF}_3} = 34.0318$	$\text{F} = 18.997$ $\left\{ \begin{array}{l} \text{H} = 1.0078 \\ \text{C} = 12.011 \end{array} \right.$

Stickoxydul	
P_{O_2}	$\text{P}_{\text{O}_2}/\text{P}_{\text{N}_2\text{O}}$
418.6	1.37794
229.1	1.37680
0	1.37542
$\text{M}_{\text{N}_2\text{O}} = 44.0135$	$\text{N} = 14.007$

Natrium. — Scott und Hurley¹⁴⁾ weisen darauf hin, daß mit dem Atomgewicht des Kohlenstoffs 12.010 und den derzeit international gültigen Atomgewichten verschiedene in jüngster Zeit experimentell ermittelte Werte für jene Verhältnisse, welche Natriumcarbonat benutzen, auf ein Atomgewicht des Natriums hindeuten, das niedriger ist als der internationale Wert, das aber andererseits mit dem von C. R. Johnson¹⁵⁾ bestimmten, 22.994, übereinstimmt.

Verhältnis	Atomgew. Na
$\text{Na}_2\text{CO}_3 : 2\text{Ag}$	22.993
$\text{Na}_2\text{CO}_3 : 2\text{AgBr}$	22.993
$\text{Na}_2\text{CO}_3 : \text{J}_2\text{O}_8$	22.994

Aluminium. — J. I. Hoffman und G. E. F. Lundell¹⁶⁾ bestimmten das Verhältnis von Aluminium zu Aluminiumoxyd. Gewogene Mengen von Aluminium wurden in Salzsäure gelöst und für eine Reihe von Versuchen das Aluminiumhydroxyd gefällt, filtriert und verglüht (Serie I). Für eine andere Reihe wurde das Aluminiumchlorid in das Sulfat und dieses durch Glühen in das Oxyd verwandelt (Serie II). Analysen der für die Untersuchung verwendeten zwei Aluminiumproben zeigten Spuren von Verunreinigungen, darunter auch Sauerstoff. Das bei den entscheidenden Versuchen erhaltene Oxyd wurde im Platintiegel bei 1200—1300° verglüht. Die Prüfung auf zurückgehaltene Gase, Sulfat oder Wasser ergab ein vollkommen negatives Resultat, vorausgesetzt, daß das Oxyd in einem geschlossenen Wägegglas abgekühlt und gewogen wurde. Zum Vergleich wurden gleichzeitig Blindversuche mit sehr kleinen gewogenen Mengen Aluminium

¹⁴⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **59**, 2078 [1937].

¹⁵⁾ V. Bericht dieser Kommission.

¹⁶⁾ Bur. Standards Journ. Res. **18**, 1 [1937].

ausgeführt und die Gewichte von Metall und Oxyd von jenen der Hauptversuche selbst subtrahiert.

Die in der folgenden Tabelle angegebenen Gewichte sind korrigiert für sehr geringe Mengen von Verunreinigungen in dem ursprünglichen Metall sowie für den Auftrieb in Luft.

Atomgewicht des Aluminiums.			
Al	Al ₂ O ₃	2Al:3O	Atomgew. Al
Serie I			
2.00100	3.78105	1.124126	26.979
1.89511	3.58079	1.124241	26.982
1.83837	3.47351	1.124289	26.983
1.88787	3.56752	1.123966	26.975
1.90155	3.59348	1.123894	26.973*
2.33772	4.41805	1.123726	26.969*
1.99419	3.76859	1.123867	26.973
	Mittel	1.124015	26.976
Serie II			
1.88650	3.56504	1.123893	26.973
2.00812	3.79482	1.123927	26.974
1.63804	3.09555	1.123862	26.973
2.65087	5.00956	1.123874	26.973
2.64428	4.99696	1.123944	26.975
2.04031	3.85588	1.123785	26.971
1.72393	3.25736	(1.124231)	(26.982)
Mittel ohne die letzte Analyse		1.123781	26.973
		Mittel der Serien I und II	26.975

* Neu berechnet.

Der Mittelwert stimmt außerordentlich gut mit den früheren von Křepelka und Nikolic bei der Analyse des Chlorids erhaltenen Resultaten, 26.975 und 26.974, überein. Richards und Křepelka fanden durch die Analyse des Bromids 26.963, während Astons letzter Wert¹⁷⁾, umgerechnet auf die chemische Basis mit dem Umrechnungsfaktor 1.00027, zu 26.984 führt.

Arsen. — J. H. Křepelka und M. Kočnar¹⁸⁾ bestimmten das Verhältnis von Arsentribromid zu Silber und Silberbromid. Reines Arsen und reines Brom wurden bei 180—200° in einem Glasapparat zur Reaktion gebracht und das erhaltene Produkt dreimal destilliert, einmal über Arsen in einem Strom von Stickstoff und ein zweites Mal in einem Vakuumapparat, wobei es auf evakuierte Glaskugeln verteilt wurde.

Die in Luft und unter Wasser gewogenen Kugeln wurden unter Ammoniak zerbrochen, die Glasscherben gesammelt und gewogen. Der Vergleich der Analysenlösung mit Lösungen von gewogenen, nahezu äquivalenten Mengen von Silber wurde nach der üblichen nephelometrischen Methode ausgeführt. Bei der Durchführung einer Analyse wurde auch das gefällte Bromsilber gesammelt und gewogen. Die Gewichte sind für das Vakuum korrigiert.

¹⁷⁾ Nature **137**, 163 [1936].

¹⁸⁾ Coll. Trav. chim. Tchécoslovaquie **8**, 485 [1936].

Atomgewicht des Arsens.			
AsBr ₃ , g	Ag, g	AsBr ₃ : 3Ag	Atomgew. As
2.46237	2.53249	0.972312	74.931
3.10332	3.19176	0.972291	74.924
5.24485	5.39448	0.972262	74.915
1.83326	1.88549	0.972299	74.927
1.18537	1.21921	0.972244	74.909
2.67066	2.74673	0.972305	74.929
	Mittel	0.972286	74.923
	AgBr	AsBr ₃ : 3AgBr	
4.09965	7.33996	0.558539	74.926

Molybdän. — Hönigschmid und Wittmann¹⁹⁾ analysierten Molybdänpentachlorid durch vergleichende Messung mit Silber. Molybdäntrioxyd wurde zunächst fraktioniert sublimiert. Die Mittelfractionen wurden vereinigt und in einem Strom von Chlorwasserstoff als Hydroxychlorid fraktioniert verflüchtigt. Nach Auflösung des letzteren in Wasser wurde Ammoniak zugefügt, die Lösung zur Trockne verdampft und das erhaltene Ammoniummolybdat zu Oxyd verglüht. Es folgte die Reduktion im Wasserstoff zu Metall (Probe I). Eine Probe II wurde gewonnen aus den Kopf- und Endfractionen des Molybdänpentachlorids, die bei der Darstellung der Analysesubstanz verworfen wurden.

Das Pentachlorid wurde dargestellt durch Erhitzen des reinen Metalls in einem Strom von sauerstoff-freiem Chlor und viermal in einem Glasapparat im Chlorstrom sublimiert. Die zur Analyse bestimmten Proben von Pentachlorid wurden in Glasröhren eingeschmolzen, nachdem diese evakuiert worden waren, ohne daß der Inhalt mit der Außenluft in Berührung gekommen wäre.

Die Proberöhren wurden in Luft und unter Wasser gewogen und in einem verschlossenen Kolben unter Ammoniak, dem Wasserstoffperoxyd beigemischt war, zerbrochen. Die Glasscherben wurden gesammelt und gewogen. Die Lösung blieb einige Tage stehen, bis die Peroxymolybdänsäure zersetzt war, dann wurde ein großer Überschuß von Salpetersäure zugefügt und die Lösung mit gewogenen, nahezu äquivalenten Mengen Silber nach der üblichen nephelometrischen Methode verglichen. Die Wägungen wurden für den luftleeren Raum korrigiert.

Jod. — Moles²⁰⁾ hat auf Grund einer mit Hilfe des Quecksilber-Volumeters ausgeführten Neubestimmung der Dichte des Jodpentoxyds (5.28) (Moles und Villan²¹⁾) das Atomgewicht des Jods neu berechnet, und zwar 1) aus dem Verhältnis J₂:J₂O₅ (Baxter und Butler²²⁾), und 2) aus dem Verhältnis J₂O₅:Na₂CO₃ (Baxter und Hale²³⁾), wobei das Ergebnis den jüngst von Hönigschmid und Striebel gefundenen Wert 126.917 bestätigt.

In den Untersuchungen von Baxter, Butler und Hale wurde das Gewicht des Jodpentoxyds bereits einer Korrektur von —0.001% für

¹⁹⁾ Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **229**, 65 [1936].

²⁰⁾ An. Soc. españ. Física Quím. **34**, 959 [1936].

²¹⁾ An. Soc. españ. Física Quím. **34**, 787 [1936].

²²⁾ II. Bericht d. Kommission.

²³⁾ V. Bericht d. Kommission.

adsorbierte Luft unterzogen. Diese Korrektur wurde bestimmt durch Luftverdrängung unter Benutzung der Dichte 4.80. Wenn die tatsächliche Dichte 5.28 beträgt, so verschwindet die scheinbare Luftadsorption. Die von Moles auf Grund der höheren Dichte benutzte Korrektur, -0.002% , ist daher zweimal so groß als sie sein sollte. Die folgende Tabelle gibt die Werte: 1) von Moles berechnet und 2) korrigiert auf Grund des eben Gesagten.

Atomgewicht des Jods.		
	C = 12.006	Na = 22.997
Verhältnis	Moles	Moles korrigiert
$J_2 : J_2O_5$	126.915	126.911
$J_2O_5 : Na_2CO_3$	126.919	126.922

Wenn die Atomgewichte von Kohlenstoff und Natrium zu 12.010 und 22.994 angenommen werden, so ergibt das zweite Verhältnis für Jod den Wert 126.918.

Während die Differenzen zwischen den Werten für das Atomgewicht von Jod, die aus den obigen Verhältnissen ermittelt wurden, und dem wahrscheinlicheren jüngst von Hönigschmid und Striebel gefundenen Werte, 126.917, verringert werden, wenn man die von Moles und Villan gefundene Dichte des Jodpentoxyds als richtig annimmt, so bleiben dennoch gewisse Differenzen bestehen, die andere Ursachen haben müssen.

Atomgewicht des Molybdäns.				
Probe	MoCl ₅ , g	Ag, g	MoCl ₅ : 5 Ag	Atomgew. v. Mo
I	3.92664	7.75178	0.506546	95.946
I	1.15477	2.27969	0.506546	95.946
I	1.97299	3.89488	0.506559	95.953
I	1.70337	3.36269	0.506550	95.948
I	0.54405	1.07400	0.506564	95.955
I	1.61924	3.19664	0.506544	95.945
I	0.69492	1.37182	0.506568	95.958
I	3.35249	6.61842	0.506539	95.942
I	1.84113	3.63462	0.506554	95.950
I	2.84577	5.61795	0.506550	95.948
I	1.12271	2.21639	0.506549	95.948
I	1.29219	2.55093	0.506556	95.952
I	1.81107	3.57528	0.506553	95.950
I	1.89693	3.74477	0.506554	95.950
I	1.33890	2.64321	0.506543	95.944
I	3.75537	7.41382	0.506536	95.941
II	0.58655	1.15788	0.506572	95.960
II	1.91751	3.78537	0.506558	95.952
II	1.62848	3.21487	0.506546	95.946
		Mittel	0.506552	95.949

Der Mittelwert 95.95, der gestützt wird durch Astons Isotopenanalyse des Molybdäns, wurde in die Tabelle aufgenommen.

Europium. — Baxter und Tuemmler²⁴⁾ analysierten Europiumchlorid, indem sie ein Europiumpräparat benutzten, das von McCoy gereinigt worden war. Europium-Material, das ursprünglich etwa 70% an fremden

²⁴⁾ Journ. Amer. chem. Soc. 59, 1133 [1937].

Erden enthielt, wurde 5-mal als Europiumdichlorid gefällt. Die durch King ausgeführte spektroskopische Untersuchung ergab einen Gehalt von weniger als 0.001% an fremden Erden. Eine weitere Reinigung umfaßte einige Fällungen als Oxalat aus saurer Lösung und fraktionierte Krystallisation des Nitrats aus Salpetersäure und des Trichlorids aus Salzsäure.

Versuche zur Gewinnung des wasserfreien Europiumtrichlorids verliefen negativ, da das Salz bei hoher Temperatur selbst in einer Chlor-Atmosphäre Zersetzung erleidet. Hingegen ließ sich das wasserfreie Dichlorid leicht darstellen durch langsame Entwässerung in einem Gemisch von Wasserstoff und Chlorwasserstoff. Gewogene Mengen des wasserfreien Dichlorids wurden in sehr verdünnter Salpetersäure gelöst und die Lösung einige Zeit der Einwirkung des Luftsauerstoffs zum Zwecke der Oxydation ausgesetzt. Die Messung der Lösung mit Silber erfolgte nach üblicher Methode. Die Wägungen wurden für das Vakuum korrigiert. (Das spezif. Gew. des EuCl_2 wurde zu 5.0 angenommen.)

Atomgewicht des Europiums.

EuCl_2 g	Ag g	$\text{EuCl}_2 \cdot 2\text{Ag}$	Atomgew. Eu
2.37131	2.29571	1.03293	151.95
3.08192	2.98364	1.03294	151.95
2.81855	2.72847	1.03301	151.97
4.88930	4.73350	1.03291	151.95
	Mittel.....	1.03295	151.95

Der gefundene Wert, der nur als vorläufig angesehen werden kann, liegt nahe dem international gültigen, 152.0, und dem aus dem Massenspektrum abgeleiteten, 151.90 (Aston).

Erbium. — Hönigschmid und Wittner²⁵⁾ teilen die Einzelresultate ihrer Analysen des Erbiumchlorids mit (siehe Siebenten Bericht der Kommission). Das von Feit gereinigte Erbiummaterial wurde einigemal als Oxalat gefällt und das krystallisierte Chlorid sorgfältigst durch Verwitterung bei allmählich bis 450° gesteigerter Temperatur entwässert. Die Analyse erfolgte in üblicher Weise durch Messung mit Silber. Die Wägungen wurden für das Vakuum korrigiert.

Atomgewicht des Erbiums.

ErCl_3 g	Ag g	$\text{ErCl}_3 \cdot 3\text{Ag}$	Atomgew. Er	AgCl g	$\text{ErCl}_3 \cdot 3\text{AgCl}$	Atomgew. Er
2.51386	2.97656	0.84455	166.960	3.95499	0.63562	166.952
3.53255	4.18243	0.84462	166.981	5.55730	0.63566	166.970
2.15972	2.55725	0.84455	166.959	3.39780	0.63562	166.954
3.03007	3.58787	0.84453	166.953	4.76709	0.63562	166.954
2.62962	3.11371	0.84453	166.953	4.13701	0.63563	166.958
4.53536	5.37025	0.84453	166.954	7.13535	0.63562	166.952
	Mittel.....	0.84455	166.960	Mittel.....	0.63563	166.957

Die von I. Noddack ausgeführte röntgenspektroskopische Analyse ergab einen Gehalt von 0.37 At.-% Yttrium und 0.42 At.-% Thulium. Korrigiert für diese Beimengungen ergibt sich für Erbium das Atomgewicht 167.24. Astons massenspektroskopische Analyse ergab 167.15. Auf Grund dieser Ergebnisse wurde in der Tabelle das Atomgewicht des Erbiums geändert von 167.64 zu 167.2.

²⁵⁾ Ztschr. anorgan. allgem. Chem. 232, 113 [1937].

Wolfram. — Hönigschmid und Menn²⁶⁾ analysierten das Wolframhexachlorid durch Messung mit Silber. Zur Reinigung des Wolframmaterials wurde zunächst das Hexachlorid durch Synthese hergestellt und fraktioniert destilliert. Es folgte Auflösung des Chlorids in Ammoniak und Fällung der Wolframsäure mit Salpetersäure, welche Operation dreimal wiederholt wurde. Die Wolframsäure wurde zu Oxyd verglüht und dieses im Wasserstoffstrom zu Metall reduziert. Spektroskopisch war in diesem Material Molybdän nicht mehr mit Sicherheit nachweisbar, während das Röntgenspektrum keine Spur davon erkennen ließ.

Das reine Metall wurde durch Erhitzen in einem Strom von sauerstofffreiem Chlor in einem Quarzapparat in das Hexachlorid verwandelt, dieses im Chlorstrom fraktioniert destilliert und in einem Glasrohr gesammelt, das evakuiert und zugeschmolzen wurde.

Nach der Wägung in Luft und unter Wasser wurde das verschlossene Glasrohr unter Ammoniak zerbrochen und die Glasscherben in einem Platin-Neubauer-Tiegel gesammelt. Die Lösung wurde dann mit gewogenen, nahezu äquivalenten Mengen Silber nach der nephelometrischen Methode verglichen. Es erwies sich als vorteilhaft bei der Fällung des Chlorsilbers, die Lösung von Silbernitrat zu der noch ammoniakalischen Analysenlösung zuzufügen und dann in Gegenwart von Weinsäure mit Salpetersäure anzusäuern. Die Wägungen sind für das Vakuum korrigiert.

Atomgewicht des Wolframs.			
WCl ₆ g	Ag g	WCl ₆ ·6Ag	Atomgew. W
1.75701	2.86712	0.612814	183.920
1.73590	2.83255	0.612840	183.937
1.93036	3.15007	0.612799	183.911
2.60625	4.25263	0.612856	183.948
1.86801	3.04814	0.612836	183.935
2.70714	4.41774	0.612788	183.904
3.39835	5.54586	0.612772	183.893
2.80394	4.57536	0.612835	183.934
4.95955	8.09324	0.612802	183.912
2.77074	4.52115	0.612840	183.937
1.69490	2.76594	0.612775	183.895
1.72253	2.81100	0.612782	183.900
1.62596	2.65332	0.612802	183.913
3.26518	5.32827	0.612803	183.913
0.58492	0.95442	0.612854	183.946
3.12581	5.10073	0.612816	183.922
4.55270	7.42866	0.612856	183.948
2.75996	4.50378	0.612810	183.918
2.28497	3.72869	0.612808	183.916
3.39738	5.54385	0.612820	183.924
3.56066	5.81059	0.612788	183.904
3.15808	5.15369	0.612780	183.899
	Mittel	0.612812	183.920

Der Mittelwert stimmt sehr gut mit Astons massenspektroskopischem Wert überein und wurde deshalb in die Tabelle aufgenommen.

²⁶⁾ Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **229**, 49 [1936].

Osmium. — A. O. Nier²⁷⁾ hat jüngst eine Neubestimmung der Mengenverhältnisse der Isotopen des Osmiums durchgeführt. Diese führt zu dem chemischen Atomgewicht 190.21 (Packungsanteil $—1 \times 10^{-4}$; Umrechnungsfaktor 1.00027), während Aston's Messungen²⁸⁾ den Wert 190.28 ergeben. Es erscheint demnach wahrscheinlich, daß der gegenwärtige internationale Wert für dieses Element, 191.5, zu hoch ist, und deshalb wurde der Tabellenwert für Osmium in 190.2 geändert.

Blei. — Baxter, Tuemmler und Faul²⁹⁾ bestimmten die Atomgewichte verschiedener Proben von radiogenem Blei. Nach der Extraktion aus dem Mineral wurde das Bleisalz durch Krystallisation als Nitrat und Chlorid gereinigt, worauf eine Destillation des Chlorids im Chlorwasserstoffstrom folgte. Zwecks Vorbereitung für die Wägung wurde das Chlorid im Chlorwasserstoff geschmolzen. Die Messung mit Silber erfolgte in üblicher Weise. Die Wägungen sind für den luftleeren Raum korrigiert.

PbCl ₂	Atomgewicht des Bleis.		Atomgew. Pb
	Ag	PbCl ₂ :2Ag	
	Gewöhnliches Blei		
4.39335	3.40822	1.28905	207.211
3.49797	2.71356	1.28907	207.216
4.21579	3.27033	1.28910	207.222
4.27224	3.31427	1.28904	207.210
5.99791	4.65298	1.28905	207.211
4.74688	3.68250	1.28904	207.209
3.99080	3.09581	1.28910	207.222
	Mittel	1.28906	207.214
	Samarskit		
1.28803	1.00238	1.28497	206.331
0.75523	0.58769	1.28508	206.355
	Mittel	1.28503	206.343
	Pechblende vom Beaverlodge See		
2.61248	2.03489	1.28384	206.088
2.75235	2.14398	1.28373	206.070
3.17452	2.47283	1.28376	206.070
6.38415	4.97247	1.28392	206.099
4.01745	3.12921	1.28384	206.089
2.72167	2.11990	1.28387	206.093
2.17947	1.69765	1.28382	206.082
	Mittel	1.28383	206.084
	Katanga-Pechblende, Salzsäure-Extrakt		
3.43131	2.67306	1.28366	206.049
3.52881	2.74901	1.28367	206.050
2.54121	1.97960	1.28370	206.057
4.28996	3.34206	1.28363	206.041
4.84228	3.77217	1.28369	206.054
4.50429	3.50889	1.28368	206.053
	Mittel	1.28367	206.051

²⁷⁾ Physic. Rev. [2] 52, 885 [1937].

²⁸⁾ Proc. Roy. Soc. London, Ser. A. 132, 492 [1931].

²⁹⁾ Journ. Amer. chem. Soc. 59, 702 [1937].

PbCl ₂	Ag	PbCl ₂ :2Ag	Atomgew. Pb
Katanga-Pechblende, unangegriffen			
1.70238	1.32624	1.28361	206.038
1.60461	1.25003	1.28366	206.048
4.61797	3.59755	1.28364	206.045
3.73794	2.91206	1.28361	206.037
	Mittel	1.28363	206.042

Da die Pechblenden sowohl vom Beaverlodge Lake wie auch jene von Katanga frei sind von Thorium, so hat es den Anschein, daß beide merkliche Mengen von gewöhnlichem Blei enthalten. Nimmt man für das Thorium-Uran-Verhältnis im Samarskit den Wert 0.442 an, so scheint das gleiche wie oben auch für das Samarskit-Blei zu gelten.

J. P. Marble³⁰⁾ bestimmte das Atomgewicht des Bleis aus einer Probe von Bleiglanz, der sich in einer Ader findet, welche einen der Pechblende-Gänge der Lagerstätte am Great Bear Lake schneidet und die an einer der Pechblende benachbarten Fundstelle entnommen wurde. Die Reinigung umfaßte sowohl wiederholte Krystallisation als Nitrat und Chlorid als auch die Destillation des Chlorids im Chlorwasserstoff. Die Analyse erfolgte in üblicher Weise durch Vergleich mit Silber. Die Wägungen wurden für das Vakuum korrigiert.

Atomgewicht des Bleis			
PbCl ₂	Ag	PbCl ₂ :2Ag	Atomgew. Pb
g	g		
0.54549	0.42318	1.28903	207.206
2.77993	2.15663	1.28902	207.204
1.17288	0.90990	1.28902	207.205
	Mittel	1.28902	207.205

Die Probe scheint gewöhnliches Blei darzustellen und ist eines der ältesten Vorkommen, die untersucht wurden.

Radium. — Es wird die Aufmerksamkeit darauf gelenkt, daß bei der jüngst von Hönigschmid und Sachtleben³¹⁾ ausgeführten Bestimmung des Atomgewichts des Radiums keine Korrektur für die Beeinflussung der Gewichte der Radiumsalze durch ihre Wärme-Entwicklung angebracht wurde. Eine Berücksichtigung dieses Effektes erhöht das Atomgewicht um 0.01 bis 0.02 Einheiten.

³⁰⁾ Journ. Amer. chem. Soc. **59**, 654 [1937].

³¹⁾ VI. Bericht d. Kommission.

Atomgewichte 1938.

	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	190.2
Barium	Ba	56	137.36	Palladium ..	Pd	46	106.7
Beryllium ...	Be	4	9.02	Phosphor ...	P	15	31.02
Blei	Pb	82	207.21	Platin	Pt	78	195.23
Bor	B	5	10.82	Praseodym ..	Pr	59	140.92
Brom	Br	35	79.916	Protaktinium	Pa	91	231
Cadmium ...	Cd	48	112.41	Quecksilber .	Hg	80	200.61
Caesium	Cs	55	132.91	Radium	Ra	88	226.05
Calcium	Ca	20	40.08	Radon	Rn	86	222
Cassiopeium .	Cp	71	175.0	Rhenium	Re	75	186.31
Cer	Ce	58	140.13	Rhodium ...	Rh	45	102.91
Chlor	Cl	17	35.457	Rubidium ...	Rb	37	85.48
Chrom	Cr	24	52.01	Ruthenium ..	Ru	44	101.7
Dysprosium .	Dy	66	162.46	Samarium ..	Sm	62	150.43
Eisen	Fe	26	55.84	Sauerstoff ...	O	8	16.0000
Erbium	Er	68	167.2	Scandium ...	Sc	21	45.10
Europium ...	Eu	63	152.0	Schwefel	S	16	32.06
Fluor	F	9	19.000	Selen	Se	34	78.96
Gadolinium .	Gd	64	156.9	Silber	Ag	47	107.880
Gallium	Ga	31	69.72	Silicium	Si	14	28.06
Germanium .	Ge	32	72.60	Stickstoff ...	N	7	14.008
Gold	Au	79	197.2	Strontium ...	Sr	38	87.63
Hafnium	Hf	72	178.6	Tantal	Ta	73	180.88
Helium	He	2	4.003	Tellur	Te	52	127.61
Holmium ...	Ho	67	163.5	Terbium	Tb	65	159.2
Indium	In	49	114.76	Thallium	Tl	81	204.39
Iridium	Ir	77	193.1	Thorium ...	Th	90	232.12
Jod	J	53	126.92	Thulium	Tm	69	169.4
Kalium	K	19	39.096	Titan	Ti	22	47.90
Kobalt	Co	27	58.94	Uran	U	92	238.07
Kohlenstoff .	C	6	12.010	Vanadium ...	V	23	50.95
Krypton	Kr	36	83.7	Wasserstoff .	H	1	1.0081
Kupfer	Cu	29	63.57	Wismut	Bi	83	209.00
Lanthan	La	57	138.92	Wolfram	W	74	183.92
Lithium	Li	3	6.940	Xenon	X	54	131.3
Magnesium ..	Mg	12	24.32	Ytterbium ..	Yb	70	173.04
Mangan	Mn	25	54.93	Yttrium	Y	39	88.92
Molybdän ...	Mo	42	95.95	Zink	Zn	30	65.38
Natrium	Na	11	22.997	Zinn	Su	50	118.70
Neodym	Nd	60	144.27	Zirkonium ..	Zr	40	91.22