

# Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft.

1934. Nr. 5.

— Abteilung A (Vereinsnachrichten) —

9. Mai.

## Vierter Bericht der Atomgewichtskommission der Internationalen Union für Chemie.

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

(Eingegangen am 4. April 1934.)

Der folgende Bericht der Kommission umfaßt die zwölf Monate vom 30. September 1932 bis zum 30. September 1933\*).

Im Hinblick auf die Tatsache, daß sich inzwischen eine „Atomkommission“ der Internationalen Union konstituiert hat, soll von jetzt an über die Fortschritte auf dem Gebiete der Isotopen-Forschung nur insoweit berichtet werden, als sie die Atomgewichts-Tabelle beeinflußt.

Folgende Änderungen werden in der Tabelle vorgenommen:

	1933	1934
Kalium .....	39.10	39.096
Arsen .....	74.93	74.91
Selen .....	79.2	78.96
Indium .....	114.8	114.76
Tellur .....	127.5	127.61
Caesium .....	132.81	132.91
Ytterbium .....	173.5	173.04
Osmium .....	190.8	191.5

**Kohlenstoff.** Woodhead und Whytlaw Gray<sup>1)</sup> verglichen die Dichten von Sauerstoff und Kohlenmonoxyd mittels einer verbesserten Form der Mikrowaage. Der Sauerstoff wurde aus Kaliumpermanganat und aus Kaliumchlorat, das Kohlenoxyd aus Ameisensäure und aus Kalium-eisen(II)-cyanid hergestellt. Beide Gase wurden vollständig getrocknet und fraktioniert destilliert. Für die Verhältnisse der korrigierten Drucke wurden folgende Zahlen gefunden.

\*) Die Verfasser von Abhandlungen über Atomgewichtsfragen werden gebeten, Separatabzüge ihrer Arbeiten jedem der fünf Mitglieder der Kommission zu übersenden. — Anschriften: Prof. G. P. Baxter, Coolidge Laboratory, Harvard University, Cambridge, Mass., U. S. A.; Mme. P. Curie, Professeur à la Sorbonne, Institut du Radium, 11, rue Pierre-Curie, Paris (5e), Frankreich; Prof. O. Hönigschmid, Sophienstraße 9, München, Deutschland; P. Lebeau, Professeur à la Faculté de Pharmacie, 4, Avenue de l'Observatoire, Paris (6e), Frankreich; Prof. R. J. Meyer, Landshuter Straße 11—12, Berlin W 30, Deutschland.

<sup>1)</sup> Journ. chem. Soc. London 1933, 846.

## Atomgewichte 1934.

	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	93.3
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	Vanadin	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				

Reihen		Angenäherte Drucke		Verhältnis	
		O <sub>2</sub>	CO		
I	.....	0°	382.8	437.2	0.87516
II	.....	19.8°	181.9	207.8	0.87523
III	.....	19.8°	361.9	413.5	0.87514
IV	.....	19.8°	572.3	654.0	0.87500

Aus den drei letzten Verhältnissen wurde der Grenzwert durch lineare Extrapolation gegen den Druck gefunden, während aus dem Verhältnis I der Grenzwert mittels der Beziehung  $(PV)_0/(PV)$  abgeleitet wurde. (Für O = 1.00094, für CO = 1.00048.)

Reihen	II und III	.....	0.87533
"	II und IV	.....	0.87534
"	III und IV	.....	0.87537
"	I	.....	0.87534

Das mittlere Molekulargewicht von Kohlenoxyd berechnet sich aus den Verhältnissen zu 28.011 und das Atomgewicht des Kohlenstoffs zu 12.011.

Der Wert 12.011 zeigt wiederum, daß das Atomgewicht des Kohlenstoffs höher ist als die in die Tabelle aufgenommene Zahl 12.00. Nimmt man mit Tate, Smith und Vaughan<sup>2)</sup> und ebenso mit Jenkins und Ornstein<sup>3)</sup> eine 1-proz. Beteiligung von C<sup>13</sup> an, so ergibt sich mit dem von Aston geschätzten Packungsanteil +  $3 \cdot 10^{-4}$  ebenfalls der Wert 12.011. Allerdings liegen die aus den Dichten des Kohlendioxyds von Cooper und Maass<sup>4)</sup> und des Kohlenmonoxyds von Moles und Salazar<sup>5)</sup> ermittelten Werte 12.0054 bzw. 12.006 etwas niedriger, und es wird sich deshalb empfehlen, von einer Änderung in der Tabelle abzusehen, bis neue Bestätigungen vorliegen (vergl. auch Cawood und Patterson, S. 66).

**Stickstoff.** Moles und Batuecas<sup>6)</sup> korrigieren ihre früher veröffentlichten Ergebnisse über die Dichte des Ammoniak. (Siehe Bericht für 1931).

#### Normal-Litergewichte von Ammoniak

1 Atmosphäre	.....	0.77170
<sup>2</sup> / <sub>3</sub> "	.....	0.76760
<sup>1</sup> / <sub>2</sub> "	.....	0.76573
<sup>1</sup> / <sub>3</sub> "	.....	0.76380

Hieraus berechnen die Autoren  $1 + \lambda = 1.0157$  und das Atomgewicht N = 14.007 unter der Annahme, daß die Abweichung von Boyles Gesetz eine lineare Funktion des Druckes ist.

Dietrichson, Bircher und O'Brien<sup>7)</sup> und Dietrichson, Orleman und Rubin<sup>8)</sup> bestimmten die Dichte von Ammoniak bei verschiedenen Drucken. Synthetisches Ammoniak wurde durch Destillation über Natrium und durch Fraktionierung gereinigt. Die Dichte-Bestimmungen wurden durch Füllen von Ballons von 5 und 1 l Inhalt bei 0° ausgeführt. Messung des Druckes

<sup>2)</sup> Physical Rev. **43**, 1054 [1933].

<sup>3)</sup> Koninkl. Akad. Wetensch. Amsterdam **35**, 1212 [1933].

<sup>4)</sup> II. Internat. Ber., S. 13.

<sup>5)</sup> III. Internat. Ber., S. 14.

<sup>6)</sup> Anal. Soc. Española Física Quim. **30**, 876 [1932].

<sup>7)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 1 [1933].

<sup>8)</sup> ibid. **55**, 14 [1933].



und Kondensieren des Gases in Pyrexgläsern, die zugeschmolzen und gewogen wurden. Der Einfluß der Adsorption wurde durch gründliches Erhitzen des Glases im Falle des 1-l-Ballons ausgeschlossen. Weniger befriedigende Resultate ergaben sich mit dem 5-l-Ballon. In der folgenden Tabelle werden deshalb nur die mit dem 1-l-Ballon erzielten Ergebnisse gebracht.

#### Litergewichte von Ammoniak

1 Atm.	$\frac{2}{3}$ Atm.	$\frac{1}{3}$ Atm.
0.771262	0.511590	0.254559
0.771273	0.511631	0.254575
0.771239	0.511609	0.254598
0.771262	0.511613	0.254576
	0.511586	
	0.511599	
0.771259	0.511605	0.254576

Hieraus berechnet sich nach der Methode von Guye die Grenzichte des Ammoniaks zu 0.76022 und das Atomgewicht des Stickstoffs zu 14.017. Die Autoren finden mit Hilfe einer quadratischen Zustandsgleichung den Wert 14.007, glauben aber, daß eine Extrapolation auf die Grenzverdünnung bei Ammoniak zu unsicher ist, um daraus das Atomgewicht des Stickstoffs mit Zuverlässigkeit abzuleiten.

**Silicium.** Weatherill und Brundage<sup>9)</sup> bestimmten das Verhältnis  $\text{SiCl}_4 : \text{SiO}_2$ ;  $\text{SiCl}_4$  wurde durch ausgedehnte fraktionierte Destillation im ganz aus Glas bestehenden Vakuum-Apparat gereinigt. Die Analyse der in Quarzkugeln eingeschlossenen Fraktionen wurde im Verlauf der Reinigungs-Operation durch Zertrümperung der Kugel unter verd. Salzsäure im gewogenen Platin-Tiegel und allmähliches Erhitzen auf etwa 1100° bis zum konstanten Gewicht ausgeführt. Die Wägungen wurden auf das Vakuum reduziert. Die Zahlen in der ersten Kolonne bezeichnen die Anzahl der fraktionierten Destillationen, denen das Material unterworfen worden war.

#### Das Atomgewicht von Silicium

Fraktion	$\text{SiCl}_4$	$\text{SiO}_2$	$\text{SiO}_2 : \text{SiCl}_4$	Atomgew.
13	2.11017	0.74587	0.353464	28.044*
13	2.53146	0.89563	0.353800	28.132*
15	4.59854	1.62648	0.353695	28.104
15	2.86802	1.01447	0.353718	28.110
15	3.01710	1.06731	0.353754	28.120
17	2.90424	1.02706	0.353642	28.090
17	2.55431	0.90357	0.353743	28.117
17	2.80323	0.99175	0.353788	28.129*
17	2.92542	1.03462	0.353665	28.096
18	3.38901	1.19857	0.353664	28.096
18	2.10540	0.74458	0.353653	28.093
		Mittel	0.353700	28.103

Die mit \* versehenen Analysen leiden unter einer leichten experimentellen Unsicherheit, doch ändert ihre Auslassung nicht den Mittelwert. Das Endresultat ist höher als das von Baxter, Weatherill, Holmes und Scripture gefundene: 28.063, aber es stimmt genau überein mit dem von Hönigschmid und Steinheil: 28.105.

<sup>9)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. 54, 3932 [1932].

**Schwefel.** Klemenc und Bankowski<sup>10)</sup> stellten  $\text{H}_2\text{S}$  durch Synthese aus den Elementen und fraktionierte Destillation dar. Die Dichte wurde bestimmt durch eine Kombination der Ballon- und der Volumeter-Methode, indem das Gas in einem 2-l-Ballon gemessen und nach Überführung in einen etwas kleineren Ballon gewogen wurde. Bestimmungen wurden des Vergleichs halber auch mit  $\text{CO}_2$  ausgeführt.

Litergewichte

$\text{CO}_2$	$\text{H}_2\text{S}$
1.9762	1.5359
1.9766	1.5383
1.9775	1.5361
1.9779	1.5367
1.9771	1.5367
• 1.9765	1.5360
1.9764	1.5364
1.9765	1.5360
1.9770	1.5362
1.9769	1.5360
Mittel 1.9768	1.5362

Mit Benutzung der Werte für  $1 + \lambda$  von 1.00706 bzw. 1.01035 ergeben sich die Molekulargewichte von  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  zu 43.998 bzw. 34.081 und die Atomgewichte von Kohlenstoff und Schwefel zu 11.999 bzw. 32.065. Batauecas<sup>11)</sup> unterwirft diese Untersuchung einer Kritik.

**Kalium.** Chlopin und Pasvik-Chlopin<sup>12)</sup> verglichen Kalium aus Erbsen mit gewöhnlichem Kalium. Aus dem Aschen-Extrakt der Erbsen wurde Kaliumperchlorat gefällt, umkrystallisiert, in Chlorid verwandelt und dieses umkrystallisiert, dann bei 400° getrocknet. Das „gewöhnliche“ Kalium war eine reine Handelsprobe von KCl. Die Analyse wurde durch Fällern des Chlors als AgCl und Wägung ausgeführt. Die Zahlen sind nicht auf das Vakuum korrigiert.

Das Atomgewicht von Kalium

Probe	KCl	AgCl	Atomgewicht
Asche .....	0.5211	1.0017	39.11
	0.4632	0.8907	39.08
	0.2949	0.5676	39.01
	0.4894	0.9410	39.09
	0.4871	0.9364	39.10
			Mittel 39.08
Gewöhnlich .....	1.0781	2.0724	39.11
	0.6531*	1.2566	39.04
	0.6331	1.2178	39.06
			Mittel 39.07

\* In der Originalabhandlung steht 0.1531.

Die beiden Proben liefern identische Werte innerhalb der experimentellen Fehlergrenzen.

<sup>10)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **208**, 348 [1932].

<sup>11)</sup> Journ. Chim. physique **30**, 482 [1933].

<sup>12)</sup> Bull. Soc. chim. France [4] **51**, 1227 [1932].

Baxter und MacNevin<sup>13)</sup> analysierten Kaliumchlorid nach der Methode der Silberfällung. Neun verschiedene Salzproben wurden über die in der Tabelle bezeichneten Verbindungen dargestellt:

## Proben

A) Käufliches $\text{KClO}_3$ I.	$\text{KClO}_3$ , $\text{KClO}_4$ , $\text{KCl}$ .
B) Käufliches $\text{KNO}_3$ .	$\text{KNO}_3$ , $\text{KCl}$ .
C) Käufliches $\text{KClO}_3$ II.	$\text{KClO}_3$ , $\text{KClO}_4$ , $\text{KCl}$ .
D <sub>1</sub> und D <sub>2</sub> ) Käufliches $\text{KClO}_3$ I.	$\text{KClO}_3$ , $\text{KClO}_4$ , $\text{KCl}$ .
E) Käufliches $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .	$\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , $\text{KCl}$ .
F) Austral. Alunit.	$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 + 12\text{H}_2\text{O}$ , $\text{KClO}_4$ , $\text{KCl}$ .
G) Staßfurter $\text{K}_2\text{CO}_3$ .	$\text{KClO}_3$ , $\text{KClO}_4$ , $\text{KCl}$ .
H) Holzasche.	$\text{KNO}_3$ , $\text{KClO}_4$ , $\text{KCl}$ .

Das Chlorid wurde für die Wägung in trockenem Stickstoff geschmolzen, mit folgenden Ausnahmen: Die ersten 3 Proben wurden in Luft geschmolzen. Bei der 8. und der 11. Analyse wurde ein Gemisch von N und HCl angewandt, obwohl dabei das Platin-Schiff angegriffen wurde. Bei der 25. Analyse wurde reiner Wasserstoff und bei der 26. ein Gemisch von Wasserstoff und HCl benutzt. Das gewogene Salz wurde mit Silber in der üblichen Weise verglichen. Die Wägungen wurden für den Luft-Auftrieb korrigiert.

## Das Atomgewicht von Kalium

Probe	KCl	Ag	KCl:Ag	Atomgew.
A	7.25734	10.50215	0.691034	39.092
A	5.92306	8.57121	0.691041	39.093
A	6.86340	9.93154	0.691071	39.096
A	4.47498	6.47567	0.691045	39.093
A	1.93359	2.79802	0.691057	39.094
A	2.37502	3.43697	0.691021	39.090
		Mittel	0.691045	39.093
B	5.52011	7.98806	0.691045	39.093
B	5.37543	7.77865	0.691049	39.093
B	5.33013	7.71318	0.691042	39.093
		Mittel	0.691045	39.093
C	4.83277	6.99408	0.690980	39.086
C	5.04591	7.30265	0.690970	39.085
C	5.54960	8.03105	0.691018	39.090
C	4.39910	6.35490	0.690979	39.086
C	4.53273	6.56001	0.690964	39.084
C	4.45347	6.44457	0.691042	39.093
C	7.23597	10.47029	0.691095	39.098
D <sub>1</sub>	6.17283	8.93220	0.691076	39.096
D <sub>1</sub>	7.27021	10.52040	0.691058	39.094
D <sub>1</sub>	4.87145	7.04946	0.691039	39.092
D <sub>1</sub>	5.34406	7.73305	0.691068	39.095
		Mittel	0.691060	39.094

<sup>13)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. 55, 3185 [1933].



Probe	KCl	Ag	KCl: Ag	Atomgew.
D <sub>2</sub>	6.44377	9.32401	0.691094	39.098
D <sub>2</sub>	5.88056	8.50935	0.691070	39.096
D <sub>2</sub>	5.89358	8.52839	0.691054	39.094
		Mittel	0.691073	39.096
E	5.76754	8.34642	0.691020	39.090
E	4.68776	6.78382	0.691021	39.090
E	5.76684	8.34487	0.691064	39.095
E	4.95265	7.16651	0.691082	39.097
		Mittel	0.691047	39.093
F	4.78080	6.91807	0.691060	39.095
F	5.39065	7.80054	0.691061	39.095
		Mittel	0.691061	39.095
G	5.04247	7.29628	0.691101	39.099
G	4.54922	6.58299	0.691057	39.094
		Mittel	0.691079	39.097
H	6.77998	9.81100	0.691059	39.094
H	6.78310	9.81525	0.691078	39.096
		Mittel	0.691069	39.095
Mittel aller Analysen, außer denen der Proben C)			0.691057	39.094

Der Endwert 39.094 steht in besserer Übereinstimmung mit dem vor einigen Jahren von Richards und Staehler, sowie von Richards und Mueller erhaltenen Wert 39.096 als mit dem später von Hönigsmid und Goubeau erhaltenen 39.104.

Hönigsmid und Sachtleben<sup>14)</sup> haben dann bei einer neueren Revision des Kalium-Atomgewichts durch Analyse von KCl und KBr den niedrigeren Wert bestätigt. Eine Reihe von Proben verschiedenen Materials wurde durch Krystallisation auf dem durch die Tabelle bezeichneten Wege gereinigt.

I—III) Käufliches KNO <sub>3</sub> .	KNO <sub>3</sub> , KCl.
IV) Asche von Hopfen-Dolden.	KH <sub>5</sub> C <sub>4</sub> O <sub>6</sub> , KNO <sub>3</sub> , KCl.
V) Käufliches KNO <sub>3</sub> .	KNO <sub>3</sub> , KH <sub>5</sub> C <sub>4</sub> O <sub>6</sub> , KCl.
VI) Käufliches K <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .	K <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , KCl.
VII—X) Käufliches KNO <sub>3</sub> .	KNO <sub>3</sub> , KCl.

Bei der Darstellung der Proben VII—X wurden die Fällungs-Bedingungen des Chlorids aus der Nitrat-Lösung variiert.

Nach dem Schmelzen in Stickstoff wurden gewogene Mengen des Chlorids mit Silber verglichen, und außerdem wurde das Silberchlorid gewogen. Die Wägungen wurden auf das Vakuum reduziert.

Die Analysen der Proben I—III ergaben den höheren Wert 39.104, der nach der Meinung der Autoren durch die Gegenwart von Nitrat oder eines anderen fremden Anions im geschmolzenen Salz verursacht sein könnte. Niedrigere Werte wurden mit allen anderen Proben erhalten.

<sup>14)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **213**, 365 [1933].

## Das Atomgewicht von Kalium

Probe	KCl	Ag	KCl:Ag	Atomgew.	AgCl	KCl:AgCl	Atomgew.
IV	4.40001	6.36687	0.691094	39.097			
IV	2.76954	4.00768	0.691058	39.094			
		Mittel	0.691076	39.096			
V	2.76123	3.99573	0.691045	39.093			
V	5.14999	7.45198	0.691090	39.098	9.90113	0.520142	39.099
V	4.06210	5.87777	0.691095	39.098	7.80966	0.520138	39.098
		Mittel	0.691080	39.096	Mittel	0.520140	39.098
VI	4.62128	6.68711	0.691073	39.096	8.88476	0.520136	39.098
VI	3.45462	4.99898	0.691065	39.095			
VI	4.40576	6.37550	0.691046	39.093			
VI	2.52655	3.65615	0.691041	39.093			
		Mittel	0.691056	39.094			
VII	4.12595	5.97030	0.691079	39.097	7.93256	0.520128	39.097
VII	2.99588	4.33516	0.691066	39.095	5.75979	0.520137	39.098
VII	3.23019	4.67421	0.691067	39.095	6.21015	0.520147	39.099
VII	5.06404	7.32794	0.691059	39.094	9.73612	0.520129	39.097
		Mittel	0.691068	39.095	Mittel	0.520135	39.098
IX	3.69668	5.34918	0.691074	39.096			
IX	3.70379	5.35946	0.691075	39.096			
		Mittel	0.691075	39.096			
X	3.99417	5.77972	0.691066	39.095			
X	3.86909	5.59866	0.691074	39.096	7.43880	0.520123	39.096
X	2.52513	3.65400	0.691059	39.094	4.85515	0.520093	39.092
		Mittel	0.691066	39.095	Mittel	0.520108	39.094
		Gesamtmittel	0.691069	39.096	Gesamtmittel	0.520132	39.097

Außerdem wurde eine Probe von reinem Oxalat (Probe VI) durch Einwirkung von reinem Brom in Bromid verwandelt und dieses unkrystallisiert. Nach Schmelzung in Stickstoff wurde das Salz wie oben analysiert.

## Das Atomgewicht von Kalium

KBr	Ag	KBr:Ag	Atomgew.	AgBr	KBr:AgBr	Atomgew.
5.21776	4.72975	1.103179	39.095	8.23366	0.633711	39.092
6.45421	5.85042	1.103205	39.098	10.18456	0.633725	39.095
3.87157	3.50941	1.103197	39.097	6.10922	0.633726	39.095
6.29952	5.71012	1.103220	39.099	9.94051	0.633722	39.095
3.81822	3.46109	1.103184	39.096	6.02523	0.633705	39.091
4.04357	3.66536	1.103185	39.096	6.38062	0.633727	39.095
	Mittel	1.103197	39.097	Mittel	0.633720	39.094

Das Gesamtmittel aller Bestimmungen, 39.096, bestätigt den von Richards, Staehler und Mueller, sowie von Baxter und MacNevin gefundenen niedrigeren Wert für Kalium. In die Tabelle ist die Zahl 39.090 aufgenommen worden.

Baxter und Alter<sup>15)</sup> analysierten eine Probe des von v. Hevesy und Lögstrup<sup>16)</sup> gewonnenen „Schweren“ Kaliums.

<sup>15)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 3270 [1933].

<sup>16)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **171**, 1 [1928].



## Das Atomgewicht von Kalium

	KCl	Ag	KCl:Ag	Atomgew.
Gewöhnlich ...	4.92432	7.12559	0.691075	39.096
Gewöhnlich ...	8.76118	12.67767	0.691072	39.096
		Mittel	0.691073	39.096
v. Hevesy ...	5.73312	8.29460	0.691187	39.108
v. Hevesy ...	5.77933	8.36128	0.691201	39.110
		Mittel	0.691194	39.109

Dieses Ergebnis stimmt mit dem früher von Hönigschmid und Goubeau für die gleiche Probe erhaltenen überein.

**Calcium.** Kendall, Smith und Tait<sup>17)</sup> isolierten Calcium aus Feldspat (Rhiconich, Sutherlandshire, Alter schätzungsweise 1000 Millionen Jahre) und aus einem Pegmatit (Portsoy, Banffshire, Alter 600 Millionen Jahre). Beide Vorkommen sind reich an Kalium und arm an Calcium. Nach Fraktionierung des Oxalats und Überführung in das Nitrat wurde dieses unkristallisiert und in Chlorid umgewandelt. Außerdem wurden 2 Proben von gewöhnlichem  $\text{CaCl}_2$  hergestellt. Es folgte der Vergleich mit Silber. Es werden hier nur die Endresultate wiedergegeben:

	Atomgew.
Rhiconich .....	40.092
Portsoy .....	40.089
Seemuscheln .....	40.076
Bermuda-Kalkstein .....	40.077

Aus diesen Differenzen berechnen die Autoren die Halbwertszeit von  $\text{K}^{41}$ .

**Arsen.** Baxter, Shaefer, Dorcas und Scripture<sup>18)</sup> analysierten Arsenetrichlorid und -tribromid durch Vergleich mit Silber. Die Halogenide wurden dargestellt durch Synthese aus Arsen und den reinen Halogenen, dann wurden sie einer ausgedehnten Fraktionierung im evakuierten Glasapparat unterworfen. Gegen das Ende jeder Fraktionierung wurden die Kopf- und die Endfraktionen für die Analyse in Glaskugeln eingeschmolzen. In den Tabellen sind die Fraktionen in der Reihenfolge abnehmender Flüchtigkeit numeriert. Die Proben I und II des Tribromids waren in gleicher Weise dargestellt. Probe II des Trichlorids wurde fortgesetztem Rückfluß über metallisches Arsen unterworfen. Probe III wurde wiederholt über rotglühendes Arsen geführt. Die Wägungen sind für das Vakuum reduziert.

## Das Atomgewicht von Arsen

Fraktion von $\text{AsBr}_3$	$\text{AsBr}_3$	Ag	$\text{AsBr}_3:3\text{Ag}$	Atomgew.
		Probe I		
8	10.00486	10.29087	0.972207	74.897
9	9.64625	9.92076	0.972330	74.937
7	13.92585	14.32280	0.972285	74.922
		Mittel	0.972272	74.919

<sup>17)</sup> Nature **131**, 688 [1933].

<sup>18)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 1054 [1933].

Fraktion von AsBr <sub>3</sub>	AsBr <sub>3</sub>	Ag Probe II	AsBr <sub>3</sub> : 3 Ag	Atomgew.
10	5.73208	5.88287	(0.974368)	(75.596)
48	6.63538	6.82490	0.972231	74.905
11	8.10704	8.33856	0.972235	74.906
46	8.02860	8.25775	0.972250	74.911
23	5.04824	5.19255	0.972208	74.897
37	7.27190	7.48011	0.972165	74.883
38	7.70301	7.92309	0.972223	74.902
24	7.55491	7.77056	0.972248	74.910
29	6.49903	6.68459	0.972241	74.908
30	6.14542	6.32150	0.972146	74.877
31	6.74221	6.93490	0.972214	74.899
32	6.80346	6.99845	0.972138	74.875
33	5.84643	6.01362	0.972195	74.893
27	8.16037	8.39376	0.972195	74.893
28	7.54923	7.76488	0.972228	74.904
Mittel			0.972208	74.897

Fraktion von AsCl <sub>3</sub>	AsCl <sub>3</sub>	Ag Probe I	AsCl <sub>3</sub> : 3 Ag	Atomgew.
36	5.58768	9.97651	0.560084	74.895
37	7.75110	13.83860	0.560107	74.902
56	9.14735	16.33229	0.560078	74.893
39	6.79634	12.13395	0.560109	74.903
40	6.07547	10.84673	0.560120	74.906
41	5.07411	9.05925	0.560103	74.901
53	6.33798	11.31630	0.560075	74.892
52	6.90994	12.33683	0.560107	74.902
51	3.93552	7.02561	0.560168	74.922
49	5.41621	9.66859	0.560186	74.928
45	4.81464	8.59483	0.560179	74.925
43	4.66762	8.33241	0.560176	74.924
46	3.13878	5.60332	0.560164	74.920
Mittel			0.560128	74.909

Probe II				
80	4.19732	7.49357	0.560123	74.907
81	4.98056	8.89154	0.560146	74.915
14	4.73909	8.46146	0.560079	74.893
15	4.15568	7.42009	0.560058	74.866
79	5.15747	9.20770	0.560126	74.908
16	5.29708	9.45801	0.560063	74.888
Mittel			0.560099	74.900

Probe III				
35	4.94345	8.82593	0.560105	74.901
36	4.82524	8.61491	0.560103	74.901
64	3.84375	6.86240	0.560117	74.905
65	4.28593	7.65175	0.560124	74.908
38	4.62010	8.24806	0.560144	74.914
67	4.01638	7.17073	0.560108	74.902
Mittel			0.560117	74.905

Fraktion von $\text{AsCl}_3$	$\text{AsCl}_3$	Ag Proben II und III	$\text{AsCl}_3 : 3 \text{ Ag}$	Atomgew.
50	5.10281	9.10967	0.560153	74.917
52	5.06855	9.04864	0.560145	74.914
55	5.29138	9.44656	0.560138	74.912
56a	5.67514	10.13182	0.560130	74.909
56b	5.14259	9.18110	0.560128	74.909
56c	5.82250	10.39473	0.560140	74.913
		Mittel	0.560139	74.912
		Gesamtmittel	0.560122	74.907

Fraktion von $\text{AsCl}_3$	$\text{AsCl}_3$	AgCl Proben II und III	$\text{AsCl}_3 : 3 \text{ AgCl}$	Atomgew.
50	5.10281	12.10339	0.421602	74.922
52	5.06855	12.02213	0.421602	74.922
55	5.29138	12.55061	0.421603	74.923
56a	5.67514	13.46140	0.421586	74.916
56b	5.14259	12.19848	0.421576	74.911
56c	5.82250	13.81144	0.421571	74.909
		Mittel	0.421590	74.917

Das Mittel aller Analysen, 74.91, ist niedriger als Krepelkas Wert, 74.938, und ein wenig niedriger als Astons Wert, 74.919.

Baxter und Shaefer<sup>19)</sup> setzten Arsentrichlorid mit Jodpentoxyd um. Sie hydrolysierten gewogene Mengen des Trichlorids mit Natriumhydroxyd im Vakuum, neutralisierten die Lösung und gaben eine nahezu äquivalente Menge Jodpentoxyd in wäßriger Lösung zu. Der Endpunkt der Reaktion wurde in Gegenwart von Stärke durch Neutralisieren mit Phosphat und Titration mit verd. Standard-Jodlösung bzw. Arsenit-Lösung gefunden.

#### Das Atomgewicht von Arsen

$\text{AsCl}_3$	$\text{J}_2\text{O}_5$	$6 \text{ AsCl}_3 : \text{J}_2\text{O}_5$	Atomgew.
7.21705	2.21507	3.25816	74.910
9.15444	2.80921	3.25872	74.941
10.21968	3.13631	3.25850	74.929
9.66130	2.96521	3.25822	74.913
17.39861	5.33925	(3.25862)	(74.935)
17.77941	5.45676	3.25824	74.914
20.40160	6.26138	3.25832	74.919
17.17037	5.27036	3.25791	74.896
21.97776	6.74506	3.25835	74.920
21.44152	6.57529	(3.26092)	(75.063)
22.11839	6.78901	3.25797	74.899
21.15293	6.49218	3.25822	74.913
17.66650	5.42190	3.25836	74.921
18.35205	3.63253	3.25822	74.913
14.63971	4.49298	3.25835	74.920
20.48010	6.28471	(3.25872)	(74.941)
13.53616	4.15364	(3.25887)	(74.949)
17.51544	5.37602	3.25807	74.905
17.32860	5.31874	3.25803	74.903
18.18162	5.58033	3.25816	74.910
18.05460	5.54146	3.25809	74.906
Mittel, mit Ausschluß der eingeklam-			
merten Werte		3.25823	74.914

<sup>19)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. 55, 1957 [1933].



Das Gewicht des  $J_2O_5$ , auf das Vakuum reduziert, wurde einerseits für die zurückgehaltene Feuchtigkeit von 0.0025 % und andererseits für die adsorbierte Luft von 0.001 % korrigiert.

Der Mittelwert für das Atomgewicht des Arsens unter Nichtberücksichtigung der ersten 4 vorläufigen Bestimmungen und der eingeklammerten Analysen, die unter einem bekannten Fehler leiden, ist 74.911 ( $J = 126.917$ ). Im Hinblick auf die Übereinstimmung dieses Ergebnisses mit dem aus dem Vergleich der Arsenhalogenide mit Silber gewonnenen, wurde die Zahl für Arsen in der Atomgewichts-Tabelle von 74.93 in 74.91 geändert.

**Selen.** Hönigschmid und Kapfenberger<sup>20)</sup> führten eine quantitative Synthese von Silberselenid aus metallischem Silber aus. Selendioxyd wurde durch Oxydation von Selen mit Salpetersäure dargestellt und durch Sublimation im Sauerstoffstrom gereinigt. Durch Reduktion mit Hydrazin wurde das Metall zurückgewonnen. Diese Art der Reinigung wurde wiederholt. Schließlich wurde das Selen durch Sublimation in einem Strom von reinem Stickstoff getrocknet.

Die Synthese wurde ausgeführt durch Erhitzen gewogener Mengen von reinstem Silber in einem mit Selendampf beladenen Stickstoffstrom. Ein Überschuß von Se wurde beseitigt durch Erhitzen in Stickstoff, zuerst auf 300°, dann im Hochvakuum auf 190°. Da eine wiederholte Behandlung mit Selendampf mit nachfolgender Entfernung des überschüssig gebundenen Sels keine Gewichts-Änderung mehr zur Folge hatte, so schließen die Autoren auf eine normale stöchiometrische Zusammensetzung ihres Produktes. Die Wägungen wurden für das Vakuum korrigiert.

Das Atomgewicht von Selen

Ag	Ag <sub>2</sub> Se	2 Ag:Ag <sub>2</sub> Se	Atomgew.
4.70165	6.42241	0.732069	78.966
4.88889	6.67806	0.732082	78.961
4.04605	5.52675	0.732085	78.960
3.57459	4.88282	0.732075	78.964
4.28539	5.85373	0.732079	78.962
4.79795	6.55384	0.732082	78.961
4.44063	6.065573	0.732085	78.960
4.42179	6.04004	0.732080	78.962
7.15979	9.78012	0.732076	78.964
6.09006	8.31864	0.732098	78.955
6.05372	8.26925	0.732076	78.963
	Mittel	0.732081	78.962

Im Hinblick auf die Tatsache, daß Aston<sup>21)</sup> durch quantitative Abschätzung des Verhältnisses der 6 Isotopen zu dem Wert 78.96 für das chemische Atomgewicht des Sels gelangt, ist es im hohen Grade wahrscheinlich, daß die bisher in die Internationale Tabelle aufgenommene Zahl 79.2 zu hoch ist. Sie wurde deshalb durch den Wert 78.96 ersetzt.

<sup>20)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **212**, 198 [1933].

<sup>21)</sup> Proceed. Roy. Soc. London (A) **132**, 487 [1931].

**Indium.** Baxter und Alter<sup>22)</sup> analysierten Indiumtrichlorid und -tribromid durch Vergleich mit Silber. Käuflisches, sehr reines Indium wurde 2-mal kathodisch elektrolysiert, so daß sich an der in Lösung gehenden Indium-Anode die Verunreinigungen abschieden. Das Produkt der ersten Elektrolyse enthielt noch Spuren von Verunreinigungen, während das der zweiten sich nach spektroskopischer Prüfung als rein erwies. Nach Schmelzung in Wasserstoff wurde das Metall in Chlorid oder Bromid durch Erhitzen im Stickstoff-Halogen-Strome übergeführt, entweder in einem Glas- oder einem Quarzrohr, worauf das Produkt 2-mal im Stickstoff-Halogen-Strom sublimiert wurde. Der Teil des Rohres, der das Salz enthielt, wurde im Vakuum abgeschmolzen. Aus dem Volumen und dem Gewicht des Rohres wurde das Vakuum-Gewicht ermittelt. Das Rohr wurde unter einer schwach sauren Lösung zertrümmert, worauf die Bruchstücke filtriert, gewaschen und gewogen wurden, woraus sich das Gewicht des Salzes ergab. Es folgte dann die Analyse mit Silber in der üblichen Form.

## Das Atomgewicht von Indium

Nr. der Elektrolyse	InCl <sub>3</sub>	InCl <sub>3</sub> :3Ag Ag	InCl <sub>3</sub> :3Ag	Atomgew.
1	5.64316	8.25759	0.683391	114.802
1	8.35611	12.22754	0.683384	114.799
		Mittel	0.683388	114.801
1	9.65967	14.13582	0.683347	114.787
1	12.04518	17.62730	0.683325	114.780
1	12.18165	17.82667	0.683339	114.785
		Mittel	0.683337	114.784
2	5.78802	8.47132	0.683249	114.756
2	5.80139	8.49079	0.683257	114.758
2	5.58558	8.17470	0.683276	114.764
		Mittel	0.683261	114.759

	InBr <sub>3</sub>	InBr <sub>3</sub> :3Ag Ag	InBr <sub>3</sub> :3Ag	Atomgew.
2	6.38915	5.83299	1.09535	114.750
2	9.07794	8.28699	1.09544	114.782
2	8.91416	8.13810	1.09536	114.755
2	9.24920	8.44420	1.09533	114.745
2	6.22482	5.68250	1.09544	114.779
		Mittel	1.09538	114.762
		Mittel der letzten 8 Analysen		114.761

Das Mittel der letzten 8 Bestimmungen, 114.76, die mit einem Material von besonders hohem Reinheitsgrade ausgeführt waren, dürfte dem wahren Wert näher kommen als die bisher in die Internationale Tabelle aufgenommene Zahl 114.8.

**Jod.** Guichard<sup>23)</sup> erörtert die Vorteile einer Atomgewichts-Bestimmung des Jods durch Analyse des Jodpentoxyds und führt aus, daß der auf

<sup>22)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 1943 [1933].

<sup>23)</sup> Compt. rend. Acad. Sciences **196**, 1024 [1933].

diesem Wege von ihm erhaltene Wert 126.915, sowie die von Baxter und Butler erhaltene Zahl, 126.905, schließlich auch der von Hönigschmid und Striebel durch Überführung von AgJ in AgCl ermittelte Wert 126.917 dafür sprächen, daß das Atomgewicht des Jods tatsächlich niedriger sei als der alte Wert in der Internationalen Tabelle (126.92).

**Tellur.** Hönigschmid, Sachtleben und Wintersberger<sup>24)</sup> stellten Tellurtetrabromid dar und analysierten es. Tellur wurde durch fraktionierte Destillation des Metalls gereinigt. Das hieraus gewonnene Chlorid wurde fraktioniert destilliert, durch Reduktion das Metall zurückerhalten und wiederum der Destillation unterworfen (Probe I). Hieraus gewonnenes basisches Nitrat wurde aus Salpetersäure umkrystallisiert. Das Metall wurde dann von neuem durch Reduktion dargestellt und 3-mal im Vakuum fraktioniert destilliert (Probe II). Probe I enthielt spektroskopisch nachweisbare Spuren von Cu und Ag, während Probe II von Ag und wahrscheinlich auch von Cu frei war. Tellurtetrabromid wurde durch Destillation von Brom über das Metall in einem mit N gefüllten Gefäß erhalten. Ein Überschuß von Brom wurde durch Erhitzen im N-Strom entfernt und das Produkt dann in Glaskugeln übersublimiert, und zwar im Vakuum, um die Bildung von Dibromid zu vermeiden. Die mit dem Bromid gefüllten Kugeln wurden in Luft und unter Wasser gewogen, unter einer Lösung von Weinsäure zertrümmert, worauf die Scherben abfiltriert und gewogen wurden. Das Gewicht des Tetrabromids ergab sich aus der Differenz zwischen den Vakuum-Gewichten der Kugel und des Glases.

Es folgte die Analyse der Lösung mit Silber in der üblichen Weise mit gleichzeitiger Wägung des gefällten Silberbromids.

#### Das Atomgewicht des Tellurs

##### Vorläufige Reihen

Probe	TeBr <sub>4</sub>	Ag	TeBr <sub>4</sub> :4 Ag	Atomgew.	AgBr	TeBr <sub>4</sub> :4 AgBr	Atomgew.
I	2.39156				4.01678	0.595392	127.59
I	5.07407				8.52222	0.595393	127.59
I	2.68834				4.51555	0.595352	127.56
I	1.58285	1.52728	1.03639	127.56			
I	2.23181	2.15354	1.03635	127.54			
I	2.44216	2.35609	1.03653	127.62			
		Mittel	1.03643	127.58	Mittel	0.595382	127.58

##### Endgültige Reihen

Probe	TeBr <sub>4</sub>	Ag	TeBr <sub>4</sub> :4 Ag	Atomgew.	AgBr	TeBr <sub>4</sub> :4 AgBr	Atomgew.
I	3.74734	3.61552	1.03646	127.59	6.29383	0.595399	127.59
I	3.45213	3.33043	1.03654	127.62	5.79759	0.595442	127.62
I	2.70643	2.61118	1.03648	127.60	4.54571	0.595381	127.58
I	2.51726	2.42877	1.03643	127.58	4.22774	0.595415	127.60
I	3.09138	2.98265	1.03645	127.59	5.19204	0.595408	127.60
I	4.38655	4.23194	1.03653	127.62	7.36692	0.595439	127.62
I	1.96375	1.89456	1.03652	127.62	3.29790	0.595455	127.63
II	1.86236	1.79680	1.03649	127.60	3.12770	0.595441	127.62
II	4.30945	4.15780	1.03647	127.60	7.23780	0.595409	127.60
II	4.64841	4.48469	1.03651	127.61	7.80641	0.595461	127.64
II	2.48613	2.39864	1.03648	127.60	4.17530	0.595437	127.62
		Mittel	1.03649	127.60	Mittel	0.595426	127.61

<sup>24)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **212**, 242 [1933].



Hönigschmid<sup>25)</sup> hat außerdem die quantitative Synthese von Silbertellurid, ausgehend von gewogenen Mengen Silber, durchgeführt. Das Silber wurde in einen Strom von Stickstoff, der mit Tellur-Dampf beladen war, erhitzt, worauf der Überschuß des Tellurs bei höherer Temperatur im Vakuum entfernt wurde. Die normale Zusammensetzung ergibt sich aus der Beobachtung, daß nach Konstant-Wägung des Tellurids bei 500—540° sein Gewicht bei weiteren Erhitzen auf 620° konstant bleibt, während erst bei höherer Temperatur eine Gewichts-Abnahme stattfindet. Auch eine erneute Behandlung mit Tellurdampf bewirkt keine Gewichts-Änderung.

#### Das Atomgewicht des Tellurs

Ag	Ag <sub>2</sub> Te	Endtemp. °	Ag <sub>2</sub> Te:2 Ag	Atomgew.
2.00741	3.19464	600	1.59142	127.605
2.00741	3.19463	560	1.59142	127.605
2.00741	3.19468	550	1.59144	127.610
2.85653	4.54586	600	1.59139	127.599
2.85653	4.54606	600	1.59146	127.614
3.76928	5.99868	600	1.59147	127.614
3.12566	4.97428	600	1.59143	127.608
3.12566	4.97434	600	1.59145	127.612
3.12566	4.97430	600	1.59144	127.609
3.28633	5.22997	600	1.59143	127.607
3.28633	5.23010	580	1.59147	127.616
3.28633	5.23010	560	1.59147	127.616
3.28633	5.22992	550	1.59142	127.605
Mittel			1.59145	127.609

Dieses Resultat ist nahezu identisch mit dem durch Analyse des Tetra-bromids erhaltenen, während Bainbridge aus dem Massen-Spektrum 127.58 ableitet. Mit Rücksicht auf diese Übereinstimmung wurde der Wert für Tellur in der Tabelle von 127.5 in 127.61 geändert.

**Caesium.** Baxter und Thomas<sup>26)</sup> verglichen Caesiumchlorid mit Silber unter Benutzung von fraktioniertem Material, das spektroskopisch frei von Rubidium und Kalium befunden worden war. Die Wägungen sind auf das Vakuum reduziert.

#### Das Atomgewicht von Caesium

CsCl	Ag	CsCl:Ag	Atomgew.
8.96291	5.74296	1.56068	132.91
9.60983	6.15751	1.56067	132.91
9.70288	6.21686	1.56074	132.92
9.53125	6.10708	1.56069	132.91
7.52304	4.82025	1.56072	132.91
	Mittel	1.56070	132.91

Dieses Resultat ist um 0.1 Einheiten höher als das von Richards und Archibald, sowie von Richards und Francon erhaltene, stimmt aber genau überein mit dem korrigierten Wert von Aston. Die Zahl 132.91 wurde in die Tabelle aufgenommen.

<sup>25)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **214**, 281 [1933].

<sup>26)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 858 [1933].

**Erbium.** Hönigschmid und Kapfenberger<sup>27)</sup> stellten wasserfreies Erbiumchlorid dar und analysierten es. Sie gingen aus von einem Oxyd, das von Prandtl<sup>28)</sup> rein dargestellt worden war. Die röntgen-spektroskopische Prüfung durch Prandtl und v. Hevesy ließ erkennen, daß das Präparat frei von allen anderen seltenen Erden war.

Das Erbium wurde zunächst mehrfach als Oxalat umgefällt und durch Glühen in Oxyd verwandelt. Dieses wurde in Salzsäure gelöst und das Chlorid durch Eindampfen und Sättigung der konz. Lösung mit Chlorwasserstoff abgeschieden (Probe I). Probe II bezieht sich auf ein aus den früheren Analysen wiedergewonnenes Material.

Das Salz wurde langsam in einem Strom von N und HCl bei schrittweise bis 450° steigenden Temperaturen entwässert, ohne es zu schmelzen, um einen möglichen Chlor-Verlust zu vermeiden; es folgte die Analyse mit Silber und die Wägung des Silberchlorids in der üblichen Weise. Die Wägungen sind für das Vakuum korrigiert.

Das Atomgewicht von Erbium

Probe	ErCl <sub>3</sub>		ErCl <sub>3</sub> :		ErCl <sub>3</sub> :		Atomgew.
	ErCl <sub>3</sub>	Ag	3 Ag	Atomgew.	AgCl	3 AgCl	
I	1.88695	2.24872	0.839122	165.202	2.98792	0.631526	165.192
I	1.98625	2.36703	0.839132	165.206	3.14516	0.631526	165.192
I	2.30845	2.75114	0.839089	165.192	3.65527	0.631540	165.198
I	2.93390	3.49630	0.839144	165.210	4.64550	0.631557	165.206
I	2.89514	3.45006	0.839156	165.214	4.58401	0.631574	165.213
II	3.18253	3.79248	0.839169	165.217	5.03906	0.631572	165.212
II	3.05257	3.63780	0.839125	165.204	4.83354	0.631539	165.198
		Mittel	0.839134	165.206	Mittel	0.631551	165.202

Im Hinblick darauf, daß Baxter und Chapin<sup>29)</sup> in ihrem Neodymchlorid, das in ganz ähnlicher Weise getrocknet worden war, 0.003 % Wasser fanden, erscheint es möglich, daß die obigen Resultate infolge dieser Fehlerquelle mit einer geringen Unsicherheit behaftet sind. Der Wert 165.2 ist um 2.4 Einheiten niedriger als das bisher anerkannte Atomgewicht des Erbiums 167.64. Von einer Änderung des Tabellen-Wertes hat aber die Kommission vorläufig Abstand genommen, da ihr Hr. O. Hönigschmid mitteilte, daß er mit der Untersuchung eines neuen, von Hrn. W. Prandtl auf anderem Wege gewonnenen Erbium-Präparates beschäftigt sei.

**Ytterbium.** Hönigschmid und Striebel<sup>30)</sup> analysierten Ytterbiumchlorid, das aus einem von Prandtl<sup>31)</sup> dargestellten Oxyd gewonnen wurde. Das Präparat erwies sich bei der Röntgen-Analyse als sehr rein. Die Vorbereitung des Salzes für die Wägung und die Art seiner Analyse schließen sich vollständig der vorstehend beim Erbium beschriebenen Methode an. Eine Schmelzung des Chlorids erwies sich wegen der beim Schmelzpunkt bereits beginnenden Dissoziation als unmöglich. Das für die Analysen der Probe I verwendete Material wurde nach erneuter Reinigung für die Analysen der Probe II benutzt. Die Wägungen sind für das Vakuum korrigiert.

<sup>27)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **214**, 97 [1933].

<sup>28)</sup> Ztschr. allgem. Chem. **198**, 157 [1931].

<sup>29)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **33**, 22 [1911].

<sup>30)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **212**, 385 [1933].

<sup>31)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **209**, 13 [1932].

## Das Atomgewicht von Ytterbium

Probe	YbCl <sub>3</sub>		YbCl <sub>3</sub> : 3 Ag		YbCl <sub>3</sub> : 3 AgCl	
	YbCl <sub>3</sub>	Ag	Atomgew.	AgCl	Atomgew.	Atomgew.
I	2.07410	2.40255	0.86329	173.025	0.64977	173.037
I	1.71782	1.98986	0.86329	173.023	0.64976	173.033
I	1.81933	2.10732	0.86334	173.040	0.64981	173.054
I	2.33706	2.70695	0.86336	173.045	0.64981	173.054
I	2.31349	2.67968	0.86335	173.042	0.64976	173.032
I	2.78037	3.22053	0.86333	173.036	0.64975	173.029
II	2.08726	2.41783	0.86328	173.020	0.64973	173.022
II	1.81001	2.09650	0.86335	173.043	0.64979	173.048
II	2.53341	2.93447	0.86333	173.036	0.64977	173.038
		Mittel	0.86332	173.037	0.64977	173.039

Sowohl in Bezug auf die Reinheit des Materials, als auch auf die Zuverlässigkeit der Methode erscheint diese Untersuchung den früheren Bestimmungen überlegen. Der Wert 173.04 wurde deshalb in die Tabelle aufgenommen. Auer von Welsbach erhielt die Zahl 173.0, während Blumenfeld und Urbain 173.5 fanden.

**Osmium.** Gilchrist<sup>32)</sup> bestimmte den Prozentgehalt an Osmium in  $(\text{NH}_4)_2\text{OsCl}_6$  und  $(\text{NH}_4)_2\text{OsBr}_6$ . Das Osmium wurde von anderen Platinmetallen durch 2-fache Destillation als Tetroxyd  $\text{OsO}_4$ , ausgehend von der salpetersauren Lösung, befreit. Das durch Elektrolyse abgeschiedene Metall wurde wiederum zum Tetroxyd oxydiert und dieses durch Kochen mit reiner Chlor- bzw. Bromwasserstoffsäure zu Chloro- bzw. Bromo-osmiumsäure reduziert. Die aus der Lösung gefällten Ammoniumsalze wurden umkristallisiert, mit Ausnahme des Ammonium-chloroosmiats der Probe 2. Nach dem Trocknen über Phosphorpentoxyd wurden die Salze durch längeres Erhitzen auf etwa 150° zum konstanten Gewicht gebracht.

Das gewogene Salz wurde in einem Strom von reinem Wasserstoff reduziert, wobei die Temperatur auf 700—725° gesteigert und bis zur Gewichtskonstanz des Metalls beibehalten wurde. Die Verdrängung des Wasserstoffs aus dem Reduktionsrohr durch Stickstoff erwies sich als notwendig, um eine Oxydation zu vermeiden, wenn das Metall der Luft ausgesetzt wurde. Die Wägungen wurden auf das Vakuum reduziert.

## Das Atomgewicht von Osmium

Probe	$(\text{NH}_4)_2\text{OsCl}_6$	Os	$\text{Os}:(\text{NH}_4)_2\text{OsCl}_6$	Atomgew.
I	3.81131	1.65758	0.43491	191.50
I	3.46016	1.50505	0.43496	191.54
I	1.11090	0.48320	0.43497	191.55
		Mittel	0.43495	191.53
2	7.80602	3.39547	0.43499	191.56
2	7.21775	3.13949	0.43496	191.54
2	7.04888	3.06644	0.43502	191.58
2	7.54170	3.27946	0.43484	191.44
		Mittel	0.43495	191.53
		Gesamtmittel	0.43495	191.53

<sup>32)</sup> U. S. Bureau Standards, Journ. Research 9, 279 [1932].



Probe	$(\text{NH}_4)_2\text{OsBr}_6$	Os	Os: $(\text{NH}_4)_2\text{OsBr}_6$	Atomgew.
I	5.85596	1.58647	0.27091	191.57
I	5.59080	1.51471	0.27093	191.59
I	3.91834	1.06117	0.27082	191.48
		Mittel	0.27089	191.55
2	4.98331	1.35016	0.27093	191.59
2	4.53546	1.22899	0.27097	191.63
		Mittel	0.27095	191.61
		Gesamtmittel	0.27091	191.57

Da diese Untersuchung den früheren Bestimmungen überlegen erscheint so wurde der Wert 191.5 (statt 190.8) neu in die Atomgewichts-Tabelle aufgenommen.

**Thallium.** Baxter und Thomas<sup>33)</sup> verglichen Thallium(I)-chlorid mit Silber.  $\text{Tl}_2\text{SO}_4$  wurde mehrmals umkrystallisiert und in das Chlorid verwandelt, das ebenfalls umkrystallisiert wurde. Probe A enthielt spektroskopisch nachweisbare Spuren von Silber. Probe B erwies sich bei der spektroskopischen Prüfung als frei von den im ursprünglichen Material enthaltenen Verunreinigungen. Probe C, das reinste Produkt, war nicht spektroskopisch geprüft worden. Das Salz wurde für die Wägung durch Destillation in Stickstoff und Umschmelzen in Stickstoff vorbereitet. Bei der dritten Analyse wurde das Salz schließlich noch einmal in Luft geschmolzen. Der Vergleich mit Silber erfolgte in der üblichen Weise. Die Wägungen sind für das Vakuum korrigiert.

#### Das Atomgewicht von Thallium

Probe	TlCl	Ag	TlCl: Ag	Atomgew.
A	6.03004	2.71269	(2.22290)	(204.349)
A	7.16504	3.22265	2.22334	204.397
A	7.26645	3.26832	2.22330	204.393
B	11.54708	5.19357	2.22334	204.397
B	11.94726	5.37358	2.22333	204.396
B	9.87039	4.43931	2.22341	204.404
B	13.11388	5.89818	2.22338	204.401
C	8.97358	4.03636	2.22319	204.381
C	9.71404	4.36898	2.22341	204.404
C	10.23369	4.60270	2.22341	204.404
B	12.79964	5.75681	2.22339	204.402
C	9.97133	4.48459	2.22347	204.411
	Mittel mit Ausschluß von Analyse A I		2.22336	204.399

Das Endresultat, 204.40 bestätigt die Untersuchungen von Hönigsmid, Birckenbach, Kothe und Striebel, die 204.39 fanden, ebenso die von Aston mit demselben Wert. Niedriger dagegen ist die von Briscoe, Kikuchi und Peel gefundene Zahl 204.34.

<sup>33)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 2384 [1933].

**Blei.** Es sind einige neue Bestimmungen des Atomgewichts von Blei aus radioaktiven Mineralien erschienen. Baxter und Alter<sup>34)</sup> haben Blei aus Cyrtolit von Bedford, New York, U. S. A. isoliert. Dieses Mineral war annähernd, wenn nicht vollständig, frei von Thorium. Die Reinigungs-Operationen bestanden in der Fällung des Sulfids, des Chromats, Überführung in das Sulfat, Krystallisation als Nitrat und Chlorid und schließlich in der Sublimation des Chlorids in trockenem Chlorwasserstoff. Blei aus schwedischem Kolm wurde in ähnlicher Weise gereinigt; schließlich wurde gewöhnliches Blei als Nitrat und Chlorid umkrystallisiert. Die Analyse des Chlorids wurde durch Vergleich mit Silber ausgeführt. Die Wägungen beziehen sich auf das Vakuum.

In einer darauf folgenden Untersuchung<sup>35)</sup> wurde Blei aus Katanga-Pecherz isoliert, indem zuerst das gelbe Verwitterungs-Produkt mit Salzsäure entfernt und dann das Blei aus dem primären Mineral gewonnen wurde. Beide Proben wurden im wesentlichen in der schon beschriebenen Art gereinigt. Zum Vergleich wurden noch eine neue Bestimmung mit der Bedford-Probe, sowie zwei Bestimmungen mit gewöhnlichem Blei ausgeführt.

Das Atomgewicht von Blei

Probe	PbCl <sub>2</sub>	Ag	PbCl <sub>2</sub> :2 Ag	Atomgew.
Gewöhnlich	2.47843	1.92274	1.28901	207.203
	2.80252	2.17405	1.28908	207.218
	2.56818	1.99234	1.28903	207.207
	4.34481	3.37050	1.28907	207.216
		Mittel	1.28905	207.211
Kolm Cyrtolit	3.42063	2.66515	1.28347	206.007*
	0.99965	0.77906	1.28315	205.938
	0.99219	0.77325	1.28314	205.936
	0.76907	0.59946	1.28294	205.893
	0.73596	0.57358	1.28310	205.928
	0.59044	0.46015	1.28315	205.938
		Mittel	1.28310	205.927
Katanga- Pechblende Extrakt	2.62575	2.04615	1.28326	205.962
	3.75342	2.92474	1.28333	205.977
	3.28327	2.55867	1.28327	205.964
	3.19222	2.48745	1.28333	205.977
		Mittel	1.28330	205.970
Katanga-Pechblende.	4.57229	3.56261	1.28341	205.995
	6.20083	4.83143	1.28344	206.001
	4.45460	3.47094	1.28340	205.992
		Mittel	1.28342	205.996

Baxter und Bliss<sup>36)</sup> fanden 206.013.

Hönigschmid, Sachtleben und Baudrexler<sup>37)</sup> haben ebenfalls Proben von Blei aus Uranerzen untersucht. Die Reinigungs-Verfahren und die Analysen scheinen ganz in derselben Art ausgeführt worden zu sein, wie oben beschrieben.

<sup>34)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 1445 [1933].

<sup>35)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **55**, 2785 [1933].

<sup>36)</sup> Journ. Amer. chem. Soc. **52**, 4848 [1930].

<sup>37)</sup> Ztschr. anorgan. allgem. Chem. **214**, 104 [1933].

## Gewöhnliches Blei

PbCl <sub>2</sub>	Ag	PbCl <sub>2</sub> :2 Ag	Atomgew.
4.11815	3.19483	1.28900	207.202
4.11159	3.18947	1.28911	207.225
3.53084	2.73927	1.28897	207.196
4.91028	3.80923	1.28905	207.211
2.99549	2.32378	1.28906	207.214
3.90714	3.03113	1.28900	207.202
3.35776	2.60494	1.28900	207.200
5.13712	3.98519	1.28905	207.212
5.64511	4.37935	1.28903	207.207
	Mittel	1.28903	207.208

## Morogoro-Uraninit

PbCl <sub>2</sub>	Ag	PbCl <sub>2</sub> :2 Ag	Atomgew.	AgCl	PbCl <sub>2</sub> :2 AgCl	Atomgew.
3.53584	2.75474	1.28355	206.024	3.66003	0.966069	206.033
2.90725	2.26502	1.28354	206.023	3.00924	0.966108	206.044
3.58682	2.79436	1.28359	206.034	3.71286	0.966053	206.028
2.95634	2.30324	1.28360	206.035	3.06012	0.966116	206.046
3.33674	2.59956	1.28358	206.031	3.45379	0.966110	206.045
3.81379	2.97121	1.28358	206.032	3.94773	0.966072	206.034
3.40612	2.65356	1.28360	206.036	3.52564	0.966100	206.042
2.91617	2.27187	1.28360	206.035	3.01854	0.966086	206.038
2.56153	1.99561	1.28358	206.032			
2.62269	2.04323	1.28360	206.036	2.71481	0.966068	206.033
	Mittel	1.28358	206.032	Mittel	0.966086	206.038

## Katanga-Curit

PbCl <sub>2</sub>	Ag	PbCl <sub>2</sub> :2 Ag	Atomgew.	AgCl	PbCl <sub>2</sub> :2 AgCl	Atomgew.
2.70844	2.11006	1.28358	206.032			
2.73861	2.11361	1.28355	206.026			
2.91250	2.26912	1.28354	206.022			
5.67156	4.41839	1.28363	206.041			
6.13816	4.78194	1.28361	206.038	6.35368	0.966079	206.036
5.58752	4.35310	1.28359	206.030			
6.93922				7.18385	0.966044	206.026
	Mittel	1.28358	206.031	Mittel	0.966062	206.031

## Salzsaurer Extrakt von Katanga-Pechblende

2.81263	2.19143	1.28347	206.007			
3.08813	2.40591	1.28356	206.027			
4.90560	3.82191	1.28355	206.024	5.07791	0.966607	206.032
	Mittel	1.28353	206.020	Mittel	0.966607	206.032

Es ist bemerkenswert, daß beide Autoren-Gruppen für gewöhnliches Blei dasselbe Atomgewicht 207.21 finden, eine Zahl, die um 0.01 niedriger ist als die in die Internationale Tabelle aufgenommene.

Cawood und Patterson<sup>38)</sup> maßen die Kompressibilitäten von Äthylen, Kohlendioxyd, Stickstoffoxydul, Schwefeldioxyd und Methyläther bei Drucken zwischen 1 und 3 m und bei verschiedenen Temperaturen. Die Isothermen

<sup>38)</sup> Journ. chem. Soc. London 1933, 619.



sind gerade Linien innerhalb der experimentellen Fehlergrenzen. Da  $\log \frac{d(pv)}{dp(pv)_0}$ , gegen  $\log T$  abgetragen, eine Gerade ergibt, so konnte der Wert  $1 + \lambda$  für  $\text{SO}_2$ , von den Werten für  $30^\circ$  (1.01681) und  $50^\circ$  (1.01340) ausgehend, zu 1.0249 extrapoliert werden.

Die folgenden Atom- und Molekulargewichte wurden abgeleitet aus den für  $1 + \lambda$  berechneten Werten und den Werten für die Normal-Litergewichte, wie sie sich aus den Messungen verschiedener Autoren ergeben, deren Namen in der untenstehenden Tabelle angeführt sind. Für den Sauerstoff wird  $1 + \lambda = 1.00094$  angenommen.

	$1 + \lambda$	Normal- Litergew.	Beobachter	Molgew.	
$\text{O}_2$ .....	1.00094	1.42896	Baxter u. Starkweather	32.000	
$\text{C}_2\text{H}_4$ .....	1.00732	1.2606	Leduc, Stahrfoss, Batuecas, Stock u. Ritter	28.051	C = 12.010
$\text{CO}_2$ .....	1.00667	1.9767	Leduc, Rayleigh, Guye, Guye u. Pintza	44.014	C = 12.014
$\text{SO}_2$ .....	1.0249	2.9265	Jaquerod u. Scheuer, Baume, Cooper u. Maas	64.004	S = 32.00
$\text{N}_2\text{O}$ .....	1.00714	1.9777	Leduc, Rayleigh, Guye u. Pintza	44.016	N = 14.008
$(\text{CH}_3)_2\text{O}$ ..	1.02811	2.1100	Baume, Maas u. Russell	46.003	C = 11.98

**Tantal und Niob.** Nach Aston's <sup>39)</sup> massen-spektrographischer Untersuchung sind Ta und Nb wahrscheinlich isotopen-frei, mit den Atomgewichten 180.89 und 92.90. Die großen Differenzen zwischen diesen Zahlen und den in die Tabelle aufgenommenen lassen erkennen, wie wünschenswert die Ausführung neuer Bestimmungen der Atomgewichte von Nb und Ta auf chemischem Wege sein würde.

<sup>39)</sup> Nature 130, 130 [1932].