

zeigten abnehmende Teilchengröße mit wachsendem Abstand von der Oberfläche.

Die Sichtbarmachung von Gitterfehlern durch Transmissionsmikroskopie beschränkt sich vorläufig noch auf metallische Objekte. Bei Ionenkristallen wurde das Metalldekorationsverfahren von *H. Bethge* (Halle) zu großer Leistungsfähigkeit vervollkommen. So konnten am NaCl-Kristall nach entsprechender Verformung Gleitstufen mit einer Stufenhöhe von 2,8 Å abgebildet werden. Ferner gelang es, durch Dekoration mit Palladium bei der Abbildung von Kleinwinkelkorngrenzen großer Versetzungsdichte auf der Oberfläche von NaCl-Kristallen Versetzungslinien mit einem Abstand bis herab zu 50 Å im Abdruckpräparat aufzulösen. Schließlich lieferten *M. Krohn* und *H. Bethge* eine Erklärung über das Entstehen von Wachstumsspiralen mit großer Stufenhöhe: diese Spiralen werden aus einzelnen annähernd kreisförmigen Wachstumslamellen aufgebaut, deren Mittelpunkte jedoch nicht übereinander liegen. Als Einhüllende einer Schar von Kreislamellen entsteht dann eine Spirale großer Stufenhöhe, deren Feinbau im Lichtmikroskop nicht mehr aufgelöst werden kann.

Mehrere Vorträge befaßten sich mit den Eigenschaften dünner Halbleiterschichten. *V. E. Yurasova* und Mitarbeiter (Moskau, UdSSR) berichteten über deren Herstellung durch Kathodenzerstäubung von monokristallinen Proben. Diese Proben (InSb, GaAs) wurden im Plasma bei einem Druck von 10^{-3} Torr mit positiven Ionen beschossen. Zur Beobachtung der dynamischen Vorgänge bei p-n-Übergängen versahen *V. G. Dykov* und Mitarbeiter (Moskau, UdSSR) ein Emissions-elektronenmikroskop mit einer stroboskopischen Einrichtung. Dabei wird ein Grundimpuls auf den zu untersuchenden p-n-Übergang und ein zweiter Impuls von viel kleinerer Dauer auf eine Ionenkanone gegeben, welche die Elektronenemission aus dem Objekt hervorruft. Da dieser zweite Impuls zeitlich gegen den Grundimpuls verschoben werden kann, können auf dem Bildschirm des Mikroskops unbewegliche Bilder des p-n-Überganges in verschiedenen zeitlichen Abständen gegenüber dem ersten Impuls beobachtet werden. *A. D. G. Steward* und Mitarbeiter (Cambridge, England) beobachteten die Bilder des p-n-Überganges mit einem Raster-elektronenmikroskop.

M. Schulz (Berlin-Teltow) fand an Germaniumeinkristallen, daß Störungen in der Kristallperfektion bevorzugte Wachstumszentren für Oxyde sind. Größere Oxydaufwachsungen entstehen an den Durchstoßpunkten einzelner Versetzungen, während die kleineren Belegungen die Verteilung des Dotierungsmaterials charakterisieren. Das Verfahren zeichnet sich dadurch aus, daß keine unerwünschte chemische oder thermische Materialbeanspruchung eintritt. *G. I. Distler* und Mitarbeiter (Moskau, UdSSR) konnten zeigen, daß chemische Reaktionen zu einer Dekoration aktiver Oberflächenbereiche durch Kristallisation führen können. Als Beispiel wurde die Kristallisation von PbS als Ergebnis einer langsamem Zersetzung von Bleiacetat und Thioharnstoff angeführt. Diese Methode der Dekoration wurde auf Siliciumeinkristalle angewendet, bei denen die Dekoration in Streifenform korrespondierend zu der Einlagerung von Verunreinigung in den Kristall erfolgt.

Den Einfluß verschiedener Verunreinigungen auf das Wachstum von Fe_2O_3 -Whiskern untersuchten *R. A. Ploc* und *J. P. Chilton* (Cambridge, England). Sie fanden, daß jeder Verunreinigung ein charakteristischer Effekt hinsichtlich Kristallgröße und -form zuzuschreiben ist. Silber produziert prismatische Oxydaden, Indium eine gras-ähnliche Struktur, Zink eine Mischung feiner Nadeln und Platten.

J. A. Gard (Aberdeen, Schottland) gab ein typisches Beispiel für das elektronenmikroskopische Studium einer chemischen Reaktion. Calcit und Natriumfluorid reagieren, indem der Calcit in Calciumfluorid umgewandelt wird, die Calciumfluoridkristalle erscheinen als Pseudomorphose des Calcit. Mit Kohlehüllenabdrucken ließ sich diese Reaktion in allen Einzelheiten verfolgen, und es zeigt sich, daß die (1012)-Fläche des Calcits in die (110)-Fläche des Fluorits übergeht.

Nach den großen Erfolgen, die die Transmissionsmikroskopie in der Metallkunde speziell auf dem Gebiet der Metallphysik errungen hatte, lag der Gedanke nahe, diese Untersuchungsmethode auf anorganische, nichtmetallische Substanzen zu übertragen. Freilich sind hierbei beträchtliche präparative Schwierigkeiten zu überwinden, damit hinreichend dünne durchstrahlbare Präparate erhalten werden können. *O. E. Radczewski* und *E. Wanderer* (Aachen) benutzen die Dünnschnitt-Technik zur Untersuchung einzelner Asbestfasern, und es gelang ihnen, Querschnittsform einzelner Asbestfasern festzustellen und gleichzeitig Elektronenbeugungsbilder der quergeschnittenen Fasern aufzunehmen. *D. H. Warrington* und *M. H. Lewis* (Oxford, England) untersuchten extrem dünn aufgeblasene Glasfolien. Im elektronenmikroskopischen Bild konnten verschiedene Phasen unterschieden werden. Eine Trennung der Phasen ist, wie *T. L. Tran* und *C. Sella* (Paris, Frankreich) zeigten, auch durch spezielle Ätzverfahren mit Abdrucktechnik möglich. Die Schwierigkeit sowohl bei der Direktdurchstrahlung als auch bei der Abdrucktechnik liegt in der Interpretation der elektromikroskopischen Bilder.

[VB 869]

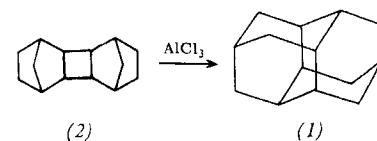
Synthese des Pentacyclo-[7.3.1.14,12,02,7,06,11]tetradecans

P. v. R. Schleyer, Princeton, N.J. (USA) [1]

GDCh-Ortsverband Aachen, am 4. Dezember 1964

Die Verbindung Pentacyclo[7.3.1.14,12,02,7,06,11]tetradecan (1) war das Emblem des XIX. IUPAC-Kongresses (London, 1963) und erhielt daher den Namen „Congressan“ [2]. Sie steht dem Adamantan nahe und hat wie dieses Diamantstruktur.

Das zu ihrer Synthese verwendete Verfahren ähnelte der Isomerisierung von Tetrahydro-dicyclopentadien zu Adamantan, die unter der katalytischen Wirkung starker Lewis-Säuren eintritt [3]. Norbornen wurde photochemisch in Gegenwart von Sensibilisatoren in stereoisomere Dimere der Struktur (2) umgewandelt. Bei der Behandlung mit AlCl_3 gaben einige dieser Stereoisomeren große Mengen feerartiger Produkte, während sich mit anderen eine saubere Reaktion erzielen ließ. Aus diesen Ansätzen konnten kleine Mengen einer hochschmelzenden Substanz isoliert werden [4].



Die Eigenschaften der neuen Verbindung entsprachen der Struktur (1): Die Verbindung ($\text{Fp} = 236\text{--}237^\circ\text{C}$) verhält sich sehr ähnlich wie Adamantan [3]. Ihr IR-Spektrum hat nur sechs Banden zwischen 5000 und 700 cm^{-1} . Im NMR-Spektrum tritt ein einziges, verhältnismäßig scharfes Signal (Halbwertsbreite ca. 3 Hz) bei $8,32\tau$ auf. Das Massenspektrum spricht für ein sehr stabiles Ringgerüst, da das Hauptsignal bei $m/e = 188$ dreimal intensiver als das Signal irgend eines anderen Ions ist. Die Struktur (1) konnte schließlich röntgenanalytisch bewiesen werden [5].

[VB 883]

[1] Zur Zeit Fulbright Research Fellow (1964–1965) am Institut für Organische Chemie der Universität München.

[2] *V. Prelog*, Pure appl. Chem. 6, 545 (1963).

[3] Zusammenfassung: *R. C. Fort, jr.* u. *P. v. R. Schleyer*, Chem. Reviews 64, 277 (1964).

[4] Mitarbeiter: *C. Cupas*, Princeton University; *D. J. Trecker*, Union Carbide Corporation, West Virginia (USA).

[5] *J. L. Karle* u. *J. Karle*, U. S. Naval Research Laboratory, Washington, D.C. (USA), persönliche Mitteilung.