

Abb. 1. Struktur des Anions $[V_{15}O_{30}]^{10-}$ mit eingefangenem Cl^- -Ion in Kristallen von 1. Oben: Stereoskopische Darstellung zur Verdeutlichung der Geometrie: Sechs VO_5 -Pyramiden sind über jeweils drei Kanten und zwei Ecken, sechs weitere über jeweils zwei Kanten und drei Ecken und drei über jeweils zwei Kanten und vier Ecken verknüpft. Alle μ_3 -O-Atome sind gleichzeitig an zwei Kanten- und einer Eckenverknüpfung beteiligt, die μ_2 -O-Atome eine Eckenverknüpfung (V =schwarz, O =weiß, Cl =schatz). Unten: Ellipsoid-Zeichnung mit Blickrichtung senkrecht zur kristallographischen S_3 - und zu einer C_2 -Achse mit Bindungslängen [pm]. Symmetrieroberungen: $a: -y, -x, z; b: y - x, -x, z; c: -y, x - y, z; V-V$ -Abstände [pm]: $V_1 \dots V_2$ 293.3(2), $V_1 \dots V_3$ 300.0(2); Bindungswinkelbereiche [$^\circ$]: $O_{term}-V-(\mu-O)$ 101.0(4)-110.7(2), $(\mu-O)-V-(\mu-O)$ 77.3(3)-93.0(6), 136.1(4)-156.1(4), $V-(\mu_3-O)-V$ 96.5(2)-101.2(2), 138.7(3)-140.8(5), $V-(\mu_2-O)-V$ 130.2(6).

satz zu Clustern der 4d- und 5d-Metalle wie Mo mit dⁿ-Konfiguration, bei denen die Zahl der d-Elektronen, bedingt durch Bildung starker kovalenter Bindungen, strukturbestimmend ist^[7]), durch verschiedene Anteile an V^{IV} und V^V aber stark modifiziert werden kann, und darüber hinaus die Koordinationsverhältnisse an den V-Zentren sehr variabel sind (tetraedrisch (V^V), tetragonal-pyramidal (V^{IV}/V^V) und oktaedrisch (V^{IV}/V^V)).

Eingegangen am 29. Mai 1987 [Z 2271]

- [1] A. Müller, R. Jostes, E. Krickemeyer, H. Böggel, *Naturwissenschaften* 74 (1987) 388; A. Müller, W. E. Newton: *Nitrogen Fixation. The Chemical-Biochemical-Genetic Interface*. Plenum Press, New York 1983.
- [2] Geeignete Bimetall-Sulfid-Katalysatoren lassen sich z. B. aus 3d-Metall-Komplexen mit den angegebenen Thioanionen als Liganden erhalten: A. Müller, *Polyhedron* 5 (1986) 323.
- [3] Eine Lösung von 5 g (45.6 mmol) Me_4NCl in 75 mL H_2O wird bei 60°C mit 1 g (4.29 mmol) $[NH_4]_4[VS_4]$ versetzt und in einem 100 mL Erlenmeyer-Kolben (Weithals; mit Uhrglas abgedeckt) 16 h ohne Rühren bei 60-65°C (Innentemperatur) auf einer Heizplatte stehengelassen (Farbwechsel von rotviolett nach dunkelbraun). Nach Filtration wird das Filtrat weiter bei 60-65°C stehengelassen. Die ausgefallenen schwarzen Kristalle von 1 werden nach 5 d von der überstehenden nahezu farblosen Lösung abfiltriert, mit H_2O , 2-Propanol, CS_2 und Diethylether gewaschen und an der Luft getrocknet. Ausbeute: 0.46 g (85%). Elementaranalyse:

gef. C 15.10 Cl 2.02 H 4.28 N 4.40 V_{ges} 39.6 V^{IV} 21.6, ber. C 15.23 Cl 1.87 H 4.26 N 4.44 V_{ges} 40.38 V^{IV} 21.53.

- [4] IR-Spektrum (Festkörper/CsI-Preßling): $\tilde{\nu}(V-O_{term}) = 980$ (s); $\tilde{\nu}(V-O-V) = 790$ (m), 720 (m), 660 (s) cm^{-1} .
- [5] $P6_3/mmc$; $a = 1383.2(4)$, $c = 2007.4(4)$ pm, $V = 3326.2 \times 10^6$ pm³; $\mu = 20.64$ cm⁻¹; $Z = 2$; $R = 0.080$ für 946 unabhängige Reflexe ($F_0 > 3.92 \sigma(F_0)$); Syntax-P2₁-Diffraktometer, $Mo_K\alpha$ -Strahlung, Graphitmonochromator). Die Wassermoleküle liegen im Gitter stark fehlgeordnet vor. Das aus Einkristalldaten berechnete Pulverdiffraktogramm stimmt mit dem gemessenen überein. Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik GmbH, D-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-52557, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.

- [6] Das einzige bisher bekannte und strukturell eindeutig charakterisierte gemischvalente Isopolyvanadat ist $[V_{10}O_{26}]^{40-}$: A. Bino, S. Cohen, C. Heitner-Wirguin, *Inorg. Chem.* 21 (1982) 429. Ein weiteres „reduziertes“ Isopolyvanadat, $[V_{10}O_{42}]^{12-}$, enthält nur V^{IV} -Zentren: G. K. Johnson, E. O. Schlepper, *J. Am. Chem. Soc.* 100 (1978) 3645, zit. Lit.; F. A. Cotton, G. Wilkinson: *Anorganische Chemie*, 4. Aufl., Verlag Chemie, Weinheim 1982, S. 728.
- [7] A. Müller, S. Sarkar, R. Bhattacharyya, S. Pohl, M. Dartmann, *Angew. Chem.* 90 (1978) 564; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 17 (1978) 535.

Elektrokatalytische Abscheidung von Polypyrrol**

Von Manfred Oberst und Fritz Beck*

Seit der Beschreibung der schichtbildenden Elektropolymerisation von Pyrrol aus wässrigen^[1] und nichtwässrigen^[2] Elektrolyten ist Polypyrrol vielfach untersucht worden. Besondere Aufmerksamkeit galt und gilt der reversiblen Entladung und Wiederbeladung der primär mitabgeschiedenen Anionen im Hinblick auf eine mögliche Verwendung als Batterieelektrode oder in elektrochromen Displays (vgl. ^[3, 4]). Andere Anwendungsmöglichkeiten, z. B. im Korrosionsschutz, werden studiert. Die kontinuierliche Herstellung von Polymerbahnen durch elektrochemische Abscheidung auf langsam rotierenden Anodenzylinern ist bekannt^[5]. Für den Mechanismus der elektrochemischen Beschichtung wird die primäre Bildung eines Radikalkations als direkter Elektrodenprozeß angenommen [Reaktion (a)].



Als zweiter Reaktionsschritt folgt eine C-C-Verknüpfung in 2-Stellung, entweder zwischen zwei Radikalkationen oder zwischen einem Radikalkation und einem Neutralmolekül^[6, 7]. Da diese Dimere leicht (bei weniger positiven Potentialen) weiteroxidiert werden können, schreitet der oxidative Aufbau des Polymers nach dem Schema 2+2, 2+4, 4+4 usw. fort. Erreichen die Oligomere die Löslichkeitsgrenze, bildet sich eine feste Phase.

Unsere voltammetrischen Messungen zur Elektroabscheidung von Polypyrrol an der rotierenden Platin-Scheibenelektrode lassen, auch beim Einsatz von frischdestilliertem, reinstem Pyrrol, eine Vorstufe erkennen (Abb. 1a), die teilweise kinetisch bedingt ist. Sowohl im Bereich der Vorstufe als auch im positiveren Hauptast wird Polypyrrol abgeschieden. Die Vorstufe wird auch mit Bu_4NBF_4 als Leitsalz beobachtet. Sie ist bis zu kleinen Werten (0.01 M) unabhängig von der Pyrrolkonzentration. Aus diesen Befunden schließen wir, daß Pyrrol im adsorbierten Zustand in einer Reaktion nullter Ordnung reagiert. Eine Polypyrrolschicht verhält sich dabei wie Platin.

* Prof. Dr. F. Beck, Dipl.-Chem. M. Oberst
Fachbereich 6 - Elektrochemie der Universität - Gesamthochschule
Lotharstraße 1, D-4100 Duisburg 1

** Diese Arbeit wurde von der Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (AIF) und dem nordrhein-westfälischen Ministerium für Wissenschaft und Forschung gefördert.

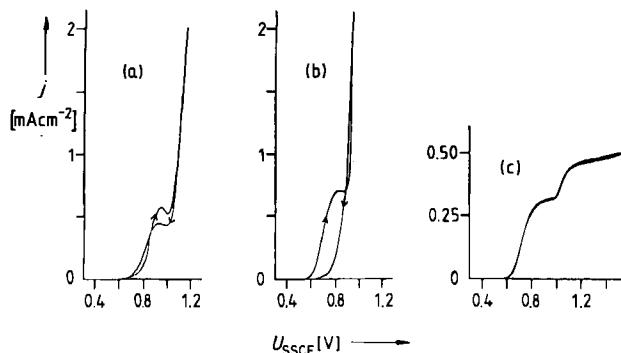
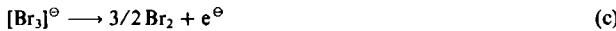
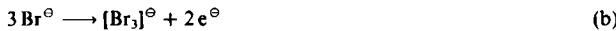
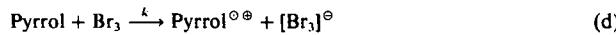


Abb. 1. Stromspannungskurven an der rotierenden Pt-Scheibenelektrode ($A = 0.5 \text{ cm}^2$ bei 200 Upm und einer Spannungsvorschubgeschwindigkeit von $v_s = 2 \text{ mV s}^{-1}$). Lösungsmittel: Wasserfreies Acetonitril; 20°C. a) Bromidfreies System, 0.1 M Pyrrol, 0.05 M NaBF_4 ; b) 0.1 M Pyrrol, 0.1 M Bu_4NBF_4 , 1 mM Bu_4NBr ; c) pyrrolfreies System, sonst wie (b). Potentiale „ U_{SSCE} “ gegen die Kalomelelektrode (SCE) mit NaCl_{ges} , die 236 mV positiver ist als die gesättigte Wasserstoffelektrode.

Wir haben nun überraschend gefunden, daß auch eine durch Brom katalysierte Elektroabscheidung von Polypyrrol möglich ist. In Abbildung 1b ist die Stromspannungskurve in Gegenwart von 1 mM Br^\ominus wiedergegeben. Man erkennt wiederum eine Vorstufe, aber bei noch weniger positiven Potentialen. Im Verlauf dieser Vorstufe wird *keine* Schichtbildung beobachtet. Schon bei Schichtdicken von 100 nm ist das tieffarbige Polypyrrol klar zu erkennen. Im Verlauf dieser Vorstufe hätte sich eine etwa 0.5 µm dicke Polypyrrolschicht bilden können. Erst im Hauptast, der zufälligerweise beim gleichen Potential auftritt wie die Vorstufe in Abbildung 1a, wächst Polypyrrol auf. Die Stromausbeute ist, wie Versuche an großen Platinblechen ergaben, nahezu 100% (bezogen auf den theoretischen Wert von 2.4 F/mol Monomereinheit). Die Stromspannungskurve in Abwesenheit von Pyrrol, also mit 1 mM Br^\ominus in Acetonitril (0.1 M Bu_4NBF_4 als Leitsalz) läßt zwei Stufen im Verhältnis 2:1 erkennen (vgl. Abb. 1c). In Übereinstimmung mit früheren Messungen in Acetonitril^[8,9] ordnen wir die erste Stufe, die bei gleichem Potential auftritt wie die Vorstufe in Abbildung 1b, der Bildung des Tribrom-Anions zu [Reaktion (b)]. Erst im Verlauf der zweiten Stufe entsteht freies Brom [Reaktion (c)].



Das freie Brom, hier formuliert als Tribromkomplex, kann gemäß Reaktion (d) ebenfalls Pyrrol zum Pyrrol-Radikalkation oxidiieren.



Das Anion wird an der Elektrode reoxidiert. Die homogene Reaktion (d) läuft in einer Reaktionsgrenzschicht vor der Elektrode ab. Bei höheren Pyrrolkonzentrationen ist sie quasi erster Ordnung. Dies bedeutet, daß die Dicke ρ der Reaktionsschicht durch die einfache Beziehung

$$\rho = \sqrt{D/k} \quad (\text{e})$$

berechnet werden kann (D ist der Diffusionskoeffizient und k eine Geschwindigkeitskonstante erster Ordnung). ρ bestimmt zugleich die Geschwindigkeit der Rückdiffusion des $[\text{Br}_3]^\ominus$ zur Anode. Unter der Annahme eines schnellen elektrochemischen Teilschritts ergibt sich also eine Strom-

verstärkung proportional zu \sqrt{k} und der Konzentration von Pyrrol.

Mischt man eine verdünnte Lösung von Brom in Acetonitril mit Pyrrol in Acetonitril, so beobachtet man eine schlagartige Entfärbung, danach eine langsame Dunkelgrünfärbung und schließlich das Ausfallen eines schwarzen Niederschlags von Pyrrolschwarz; dessen Bildung mit chemischen Oxidationsmitteln ist von *Gardini* untersucht worden^[10].

Experimente mit der rotierenden Ring-Scheibenelektrode lassen zwar reduzierbare oligomere Radikalkationen erkennen, jedoch kein Br_2 . Dies bedeutet, daß Reaktion (d) schnell ist. Unser Mechanismus wird auch durch den Befund gestützt, daß bei der galvanostatischen Abscheidung von Polypyrrrol an der rotierenden Scheibe mit zunehmender Drehzahl immer weniger Substanz abgeschieden wird. Da die Höhe der beiden Stufen in Abbildung 1c und der Vorstufe in Abbildung 1b proportional zu $\sqrt{\omega}$ (ω = Winkelgeschwindigkeit) anwächst und so (nach *Levich*) eine Diffusionsbegrenzung erkennen läßt, ist es verständlich, daß der vorgegebene Strom bei zunehmendem ω einen immer größeren Prozentsatz an der unwirksamen Reaktion (b) enthält.

Eine homogene Redoxkatalyse durch elektrolytisch generiertes Brom wird auch bei anderen elektroorganischen Reaktionen beobachtet, z. B. bei der anodischen Methoxylierung von Furan^[11] und der anodischen Oxidation von Propylen zu Propylenoxid^[12]. Auch Pyrrol ist schon in wässriger HBr-^[13] und NaBr-Lösung^[14] elektropolymerisiert worden. In diesem Fall enthielt das Polymer jedoch erhebliche Anteile Brom (bis zu 0.8 mol Br pro Pyrroleinheit), das teilweise kovalent gebunden sein dürfte. Wir verwenden Bromid nur in kleinen Konzentrationen, und das polymere Produkt enthält praktisch kein Brom; Bromid ist also ein echter Katalysator. Kürzlich haben *Bidan* et al. über die Polymerisation von 2-Brompyrrol zu Polypyrrrol unter HBr-Abspaltung berichtet^[15]. Aus kinetischen Gründen ist unter unseren Bedingungen jedoch die intermediaire Bildung eines Bromsubstitutionsprodukts auszuschließen.

Die praktische Bedeutung der elektrokatalytischen Abscheidung von Polypyrrrol liegt in der Realisierung höherer Stromdichten. Während üblicherweise kleine Stromdichten (unter 1 mA cm^{-2}) empfohlen werden^[16], die offensichtlich im Bereich der Vorstufe in Abbildung 1a liegen, ist in Gegenwart von wenig Bromid eine Abscheidung bei wesentlich höheren Stromdichten möglich. Auf diese Weise können die Taktzeiten in der Praxis beträchtlich gesenkt werden.

Eingegangen am 27. Mai 1987 [Z 2263]

CAS-Registry-Nummern:

$[\text{Br}_3]^\ominus$: 14522-80-6 / Br^\ominus : 24959-67-9 / Pyrrol: 109-97-7 / Pyrrolschwarz: 62449-68-7 / Polypyrrrol: 30604-81-0 / Pyrrol-Radikalkation 34468-30-9.

- [1] A. Dall'Olio, Y. Dascota, V. Varacca, V. Bocchi, *C. R. Acad. Sci. Ser. C* 267 (1968) 433.
- [2] A. F. Diaz, K. K. Kanazawa, G. P. Gardini, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1979, 635; vgl. A. Stanienda, *Z. Naturforsch.* B22 (1967) 1107.
- [3] G. Wegner, *Angew. Chem.* 93 (1981) 352; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 20 (1981) 361.
- [4] T. A. Skotheim (Hrsg.): *Handbook of Conducting Polymers*, Vol. 2, Marcel Dekker, New York 1986.
- [5] H. Naarmann, *Makromol. Chem. Macromol. Symp.* 8 (1987) 1.
- [6] E. M. Genies, G. Bidan, A. F. Diaz, *J. Electroanal. Chem.* 149 (1983) 101.
- [7] J. Heinze, K. Hinkelmann, M. Dietrich, K. Mortensen, *DECHEMA-Monogr.* 102 (1986) 209.
- [8] M. Michlmayr, D. T. Sawyer, *J. Electroanal. Chem.* 23 (1969) 387.
- [9] T. Iwasita, M. C. Giordano, *Electrochim. Acta* 14 (1969) 1045.
- [10] G. P. Gardini, *Adv. Heterocycl. Chem.* 15 (1973) 67.
- [11] N. Clauson-Kaas, F. Limborg, K. Glens, *Acta Chem. Scand.* 6 (1952)

- [12] F. Beck, *Pure Appl. Chem.* 5 (1974) 111.
- [13] G. Mengoli, M. M. Musiani, M. Fleischmann, D. Pletcher, *J. Appl. Electrochem.* 14 (1984) 285.
- [14] S. Tokito, T. Tsutsui, S. Saito, *Chem. Lett.* 1985, 531.
- [15] P. Audebert, G. Bidan, *Synth. Met.* 15 (1986) 9.
- [16] A. F. Diaz, K. K. Kanazawa, J. I. Castillo, J. A. Logan in R. B. Seymour (Hrsg.): *Conductive Polymers*, Plenum Press, New York 1981, S. 149.

Abbildung von Sauerstoff-Leerstellen in supraleitendem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ durch hochauflösende Elektronenmikroskopie**

Von Dong Tang, Wuzong Zhou und John M. Thomas*

Neueste Untersuchungen durch hochauflösende Pulverdiffraktometrie^[1,2] geben Hinweise darauf, daß beim Supraleiter $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, dessen Kristallstruktur mit der Perowskitstruktur eng verwandt ist, die Sauerstoff-Leerstellen das Bestreben haben, sich in einer Vorzugsrichtung zu orientieren. Man nimmt an, daß die Anordnung der Leerstellen in der *ab*-Ebene so ist, daß ebene CuO₄-Gruppen eindimensionale Ketten bilden, die parallel zur *b*-Achse laufen (Abb. 1). Auch die hochauflösende Elektronenmikroskopie wurde herangezogen, um die Fragen bezüglich der Ordnung der Sauerstoff-Leerstellen zu klären^[3,4], jedoch konnte wegen der mit dieser Methode verbundenen Besonderheiten (siehe unten) keine endgültige Klarheit darüber gewonnen werden, welcher Art diese Leerstellen vorzugsweise sind. Hier werden Ergebnisse umfangreicher Berechnungen, bei denen die „Multislice-Methode“ benutzt wurde, um die Mehrfachstreuung der Elektronen zu berücksichtigen, und dazugehörige Abbildungen mit der hochauflösenden Elektronenmikroskopie vorgestellt, die stark das Strukturmodell stützen, das erst kürzlich vorgeschlagen wurde^[2]. Insbesondere konnten wir zeigen, daß unter bestimmten, gut definierten Abbildungsbedingungen, Probendicke 60 bis 80 Å, Defokuseinstellung zwischen +600 und -1800 Å und einer Auflösung, die nahe bei 2.0 Å liegt, die Ordnung der Sauerstoff-Leerstellen experimentell ermittelt werden kann. Abbildungen, bei denen man entweder längs der Zonenachse [010] oder [100] blickt, zeigen direkte Hinweise auf die Ausrichtung der

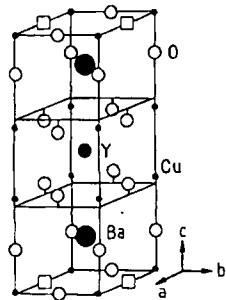


Abb. 1. Darstellung der idealisierten Struktur von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$; die Sauerstoff-Leerstellen sind durch □ gekennzeichnet.

[*] Prof. Dr. J. M. Thomas, Dr. Dong Tang [*], Dr. Wuzong Zhou [*]
Davy Faraday Research Laboratory,
The Royal Institution of Great Britain
21 Albemarle Street, London W1X 4BS (Großbritannien)

[*] Zweite Adresse:
Department of Physical Chemistry, University of Cambridge
Lensfield Road, Cambridge CB2 1EP (Großbritannien)

[**] Wir danken der Royal Society für ein Elizabeth Scholarship, das es einem von uns (D. T.) ermöglichte, vom Institute of Physics, Academia Sinica, Beijing, nach London und Cambridge zu kommen. Die Arbeit wurde ferner von den Universitäten Fudan und Cambridge (Unterstützung für W. Z.) und dem SERC gefördert.

Leerstellen; Abbildungen längs [001] und [110] lassen diese nicht erkennen. Solche Leerstellen sind entscheidend wichtig im Zusammenhang mit vorgeschlagenen^[2,5] Erklärungen der Supraleitung dieser Mischoxide.

Die Strukturbestimmungen für den Hochtemperatursupraleiter $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ durch Röntgenstrahl- und Neutronenbeugung oder durch hochauflösende Elektronenmikroskopie lassen wenig Unsicherheit bezüglich der Lage der Kationen in der Elementarzelle (Abb. 1). Die Anordnung der Anionen-Leerstellen im Sauerstoff-Teilgitter ist jedoch schwieriger zu bestimmen. Obwohl es Umstände geben kann, unter denen das Vorhandensein oder die Abwesenheit leichter Atome unzweideutig festgestellt werden kann, entweder aus Überstrukturen^[6,7] der Elektronenbeugungsmuster oder durch spezielle Bedingungen bei der hochauflösenden Abbildung^[8], ist es doch keine leichte Aufgabe, die Art und Weise der Anordnung von leichten Atomen oder Leerstellen elektronenmikroskopisch eindeutig herauszufinden. Wir haben das gegenwärtig als gültig angenommene Strukturmodell geprüft, indem wir die von uns beobachteten Bilder (Abbildungsbedingungen siehe^[9]) mit den Ergebnissen aus einigen hundert Bildsimulationsrechnungen verglichen haben, die einen weiten Bereich der Beobachtungsbedingungen berücksichtigen.

Die hochauflösende Elektronenmikroskopie kann zur Zeit eine Punkt-zu-Punkt-Auflösung von besser als 1.6 Å erreichen. Es gibt aber keine Möglichkeit, aus den projizierten Abbildungen der relativ dicht gepackten Strukturen strukturelle Feinheiten unmittelbar abzulesen. Der Grund hierfür wurde ausführlich beschrieben^[10,11]. Eine der Hauptursachen liegt in der Mehrfachstreuung der Elektronenwellen, so daß sogar mit für Elektronen idealen Linsen die Strukturinformation, die in die Gaußsche Bildebene übertragen wird, eine verwickelte Überlagerungerscheinung ist, die unter den üblichen Umständen noch darüber hinaus durch Linsenfehler und durch Wechselwirkungen beeinflußt wird, die keine Beugung sind, die aber auftreten, wenn monochromatische Elektronenwellen die Probe durchlaufen. Glücklicherweise steht eine gut bewährte Methode – das Multislice-Verfahren – zur Berechnung von Bildern zur Verfügung. Es zeigt sich, daß in Abhängigkeit von dem vermuteten strukturellen Merkmal in der Probe, das man sichtbar machen möchte, eine spezifische Abbildungsbedingung, sozusagen ein geeignetes „Fenster der Abbildungsbedingungen“, mit Hilfe der numerischen Rechnung gefunden werden kann. Auf diese Weise findet man^[12], daß eher eine geringere (weniger gebeugte Strahlen) als eine höhere Auflösung günstig ist, wenn man austauschbare Kationen, z. B. in zeolithischen Katalysatoren, lokalisieren möchte.

Die $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Proben wurden freundlicherweise von Dr. W. Y. Liang vom Cavendish Laboratory der Universität Cambridge zur Verfügung gestellt. Die Art der Präparation, die Zusammensetzung der Probe, die supraleitenden Eigenschaften ($T_c \approx 93$ K; $\Delta T_c \approx 1$ K) dieses Materials und unsere elektronenmikroskopischen und rechnerischen Verfahrensweisen sind beschrieben^[9]. Wir haben die Atomkoordinaten benutzt, die von David et al.^[2] angegeben wurden, und haben damit die Abbildungen errechnet, wie sie mit Blickrichtung entlang der Hauptsymmetrierichtungen entstehen. Die Probendicke wurde systematisch bis auf 120 Å erhöht, der Linsendefokus reichte von 400 bis -2300 Å und die Bildauflösung wurde von 1.90 bis 2.40 Å variiert. Die Beschleunigungsspannung betrug stets 200 keV.

Es ist nicht überraschend, daß für dünne Proben die berechneten projizierten Bilder der Struktur, die in einer Linie ausgerichtete Leerstellen enthält, für eine Auflösung