

(dd,  $^3J(4,5) = 7.6$ ,  $^3J(3,4) = 7.9$  Hz; H 4'), 8.49 (d,  $^3J(3,4) = 7.9$  Hz; H 3'), 8.05 (m,  $^3J(x,4) = 7.9$  Hz; H 4 und H 3 oder H 5), 7.60 (d,  $^3J(x,4) = 7.9$  Hz; H 3 oder H 5), 7.07 (d,  $^3J(4,5) = 4.8$  Hz; H 4''), 7.67 (d,  $^3J(4,5) = 4.8$  Hz; H 5''). FAB-MS (3-Nitrobenzylalkohol-Matrix):  $m/z$  378, 380 (PdLCl), 343 (PdL).

**1** (M = Pt): Eine Lösung von HL (0.050 g, 0.21 mmol) in Acetonitril (5 mL) wird zu einer wäßrigen Lösung von  $K_2[PtCl_4]$  (0.085 g, 0.205 mmol in 4 mL Wasser) gegeben. Die resultierende Lösung wird für 20 h zum Sieden erhitzt. Der ausgefallene braune Feststoff wird abgetrennt (Ausbeute 0.086 g, 97 %) Korrekte C,H,N,Cl-Analyse:  $^1H$ -NMR ( $CD_3SOCD_3$ ):  $\delta = 8.85$  (m,  $^3J(5,6) = 5.2$  Hz; H 6') 7.91 (dd,  $^3J(5,6) = 5.2$ ,  $^3J(5,4) = 7.8$  Hz; H 5'), 8.35 (t,  $^3J(4,5) = 7.8$ ,  $^3J(3,4) = 7.8$  Hz; H 4'), 8.47 (d,  $^3J(3,4) = 7.8$  Hz; H 3'), 7.98 (m,  $^3J(x,4) = 7.9$  Hz; H 4 und H 3 oder H 5), 7.56 (d,  $^3J(x,4) = 7.9$  Hz; H 3 oder H 5), 6.97 (d,  $^3J(4,5) = 4.7$  Hz; H 4''),  $\delta = 7.83$  (d,  $^3J(4,5) = 4.7$  Hz; H 5''). FAB-MS (3-Nitrobenzylalkohol-Matrix):  $m/z$  468, 470 (PtLCl + H), 432 (PtL).

Eingegangen am 16. Mai 1991 [Z 4633]

CAS-Registry-Nummern:

**1** (M = Pd), 136044-30-9; **1** (M = Pt), 136044-31-0; **2**, 136044-32-1; **3**, 136044-33-2; HL, 123760-40-7; HL', 3319-99-1;  $K_2[PtCl_4]$ , 10025-98-6;  $K_2[PdCl_4]$ , 10025-99-7;  $Na[AuCl_4]$ , 15189-51-2;  $Li_2[PdCl_4]$ , 15525-45-8; Palladium(n)-acetat, 3375-31-3.

- [1] Omae: *Organometallic Intramolecular-Coordination Compounds*, Journal of Organometallic Chemistry Library, 18, Elsevier, Amsterdam 1986; J. Dehand, M. Pfeffer, *Coord. Chem. Rev.* 18 (1976) 327; A. K. Prokofev, B. I. Brezazse, O. Yu. Okhlobystin *Usp. Khim. Akad. Nauk SSSR* 39 (1970) 412; G. W. Parshall, *Acc. Chem. Res.* 3 (1970) 139; M. Nonoyama, *Kagaku no Ryoiki* 28 (1974) 674; M. I. Bruce, *Angew. Chem.* 89 (1977) 75; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 16 (1977) 73.
- [2] E. C. Constable, *Polyhedron* 3 (1984) 1037.
- [3] E. C. Constable, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* 1985 1719; E. C. Constable, J. M. Holmes, *J. Organomet. Chem.* 301 (1986) 203; E. C. Constable, T. A. Leese, *ibid.* 335 (1987) 293; *ibid.* 363 (1989) 419; E. C. Constable, T. A. Leese, D. A. Tocher, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1989, 570; *Polyhedron* 9 (1990) 1613; E. C. Constable, R. P. G. Henney, D. A. Tocher, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1989, 913; *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, im Druck; E. C. Constable, R. P. G. Henney, T. A. Leese, D. A. Tocher, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, 1990, 443; E. C. Constable, C. E. Housecroft, *Polyhedron* 9 (1990) 1939; E. C. Constable, R. P. G. Henney, T. A. Leese, D. A. Tocher, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1990, 513; E. C. Constable, A. M. W. Cargill Thompson, T. A. Leese, D. G. F. Rees, D. A. Tocher, *Inorg. Chim. Acta*, 182 (1991) 93.
- [4] E. C. Constable, R. P. G. Henney, T. A. Leese, *J. Organomet. Chem.* 361 (1989) 277.
- [5] S. Gronowitz, *Adv. Heterocycl. Chem.* 1 (1963) 1.
- [6] W. Micklitz, B. Lippert, G. Muller, P. Mikulcic, J. Riede, *Inorg. Chim. Acta* 165 (1989) 57.
- [7] Kristalldaten für **3**:  $C_{28}H_{18}N_4S_2Cl_4Au_2$ , triklin,  $P\bar{1}$ ,  $a = 9.271(5)$ ,  $b = 14.214(10)$ ,  $c = 16.194(10)$  Å,  $\alpha = 108.11(5)$ ,  $\beta = 96.55(5)$ ,  $\gamma = 111.46(5)^\circ$ ,  $V = 1824(2)$  Å<sup>3</sup>,  $M = 1010.3$ ,  $Z = 2$ ,  $\rho_{\text{ber}} = 1.840$  g cm<sup>-3</sup>,  $F(000) = 944$ ,  $Mo_{K\alpha}$ -Strahlung,  $\lambda = 0.71069$  Å,  $\mu(Mo_{K\alpha}) = 8.449$  mm<sup>-1</sup>. Strukturlösung mit Direkten Methoden, Verfeinerung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate; Au-, S-, Cl-, N-Atome anisotrop; H-Atome isotrop in berechneten Positionen; ein fehlgeordnetes Lösungsmittelmolekül konnte nicht aufgelöst werden. 5170 gemessene Reflexe ( $5 < 2\theta < 45^\circ$ ), Absorptionskorrektur, 4668 unabhängige Reflexe mit  $F > 5\sigma(F)$ ,  $R = 0.068$ ,  $R_w = 0.087$ . Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Direktor des Cambridge Crystallographic Data Centre, University Chemical Laboratory, Lensfield Road, GB-Cambridge CB2 1EW unter Angabe des vollständigen Literaturzitats angefordert werden.
- [8] M. Nonoyama, S. Kajita, *Transition Met. Chem. (Weinheim, Ger.)* 6 (1981) 163; T. J. Giordano, P. G. Rasmussen, *Inorg. Chem.* 14 (1975) 1628.
- [9] E. C. Constable, L. R. Sousa, unveröffentlicht.
- [10] T. Kauffmann, A. Mitscher, *Tetrahedron Lett.* 1973, 4039.

## Eine ungewöhnliche GaP<sub>4</sub>-Käfigverbindung aus Tri-tert-butylgallium und weißem Phosphor\*\*

Von Michael B. Power und Andrew R. Barron\*

Einer umfangreichen Literatur über die seit nahezu 30 Jahren<sup>[1]</sup> bekannten Verbindungen mit Elementen der Gruppe

[\*] Prof. Dr. A. R. Barron, Dr. M. B. Power  
Department of Chemistry  
Harvard University  
Cambridge, MA 02138 (USA)

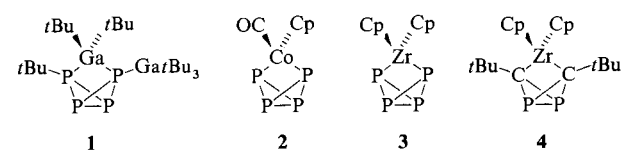
[\*\*] Diese Arbeit wurde vom US-Petroleum Research Fund gefördert.

13 und 15 und über deren mögliche Anwendung zur Herstellung von Halbleitermaterialien<sup>[2]</sup>, steht eine überraschend einfache Strukturchemie dieser Verbindungen gegenüber: Die überwiegende Mehrzahl ist entweder nach der Summenformel  $[MR_x(ER'_2)_{3-x}]_n$  ( $x = 0, 1, 2$  und  $n = 1, 2, 3$ )<sup>[3]</sup> oder  $(RMER)_n$  ( $n = 2 \rightarrow \infty$ ) zusammengesetzt<sup>[4]</sup>. M ist dabei ein Metall der Gruppe 13 (Al, Ga oder In) und E ein Element der Gruppe 15 (N, P, As oder Sb). Zwei bemerkenswerte Ausnahmen sind die ungewöhnlichen Gallium-Arsen- und Gallium-Phosphor-Käfigverbindungen  $[(GaR_2)(GaR)_4(AsHPh)(AsPh)_6]$  und  $[Ga(GaAr)_3(PR')_4(PHR')]$  ( $R = CH_2SiMe_3$ ,  $R' = \text{Adamantyl}$ ,  $Ar = 2,4,6\text{-}iPr_3C_6H_2$ ), die von Wells et al.<sup>[5]</sup> und Power et al.<sup>[6]</sup> beschrieben wurden.

Zur Synthese neuartiger 13/15-Materialien haben wir die Reaktion zwischen Alkylverbindungen von Metallen der Gruppe 13 und weißem Phosphor, P<sub>4</sub>, untersucht. Im folgenden beschreiben wir nun die Ergebnisse aus der Reaktion von P<sub>4</sub> mit Ga<sub>2</sub>But<sub>3</sub>.

Wird P<sub>4</sub> mit zwei Äquivalenten Ga<sub>2</sub>But<sub>3</sub><sup>[7]</sup> in Pentan bei Raumtemperatur umgesetzt, so erhält man einen farblosen Feststoff der Summenformel Ga<sub>2</sub>P<sub>4</sub>tBu<sub>6</sub> **1**. Im Massenspektrum von **1** bei mittlerer Auflösung (70 eV, Cl, NH<sub>3</sub>) wird die Abspaltung von tBu ( $m/z$  566) und Ga<sub>2</sub>But<sub>3</sub> ( $m/z$  365) beobachtet.

Die <sup>1</sup>H- und <sup>13</sup>C{<sup>1</sup>H}-NMR-Spektren von **1**<sup>[8]</sup> zeigen drei magnetisch inäquivalente tert-Butyl-Gruppen im Verhältnis 3:2:1, wobei letztere eine Kopplung zu einem einzelnen Phosphoratom aufweist. Das <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}-NMR-Spektrum von **1**<sup>[8]</sup> enthält drei Signale, die eine P-P-Kopplung über eine Bindung unter Bildung von zwei Triplets zeigen sowie ein Dublett von Dubletts. Das Verknüpfungsmuster der Phosphoratome wird durch das homonucleare 2D-<sup>31</sup>P-COSY-NMR-Spektrum<sup>[9]</sup> bestätigt. Die chemische Verschiebung des Triplets bei tieferem Feld ( $\delta = -50.73$ ) ist ähnlich der, die für die tBuP-Einheiten in den Polycyclodiphosphanen tBu<sub>2</sub>P<sub>2</sub> ( $\delta = -45$ )<sup>[10]</sup> beobachtet wurde, während die zwei Signale bei höherem Feld ( $\delta = -226.81$  und  $\delta = -327.43$ ) auf tetraedrisch umgebene Phosphoratome deuten und deren <sup>31</sup>P-chemische Verschiebungen mit denen in den Übergangsmetallkomplexen **2** ( $\delta = -258.2$ ,  $-335.0$  und  $-376.9$ )<sup>[11]</sup>, **3** ( $\delta = 166.1$  und  $-206.5$ )<sup>[12]</sup> und **4** ( $\delta = -247.0$ )<sup>[13]</sup> verglichen werden können.



Die Ähnlichkeit des <sup>31</sup>P-NMR-Spektrums von **1** mit dem von **2** deutet auf eine strukturelle Verwandtschaft hin. Da der räumliche Bau von **1** nicht eindeutig durch NMR-Spektren geklärt werden konnte, wurde eine Röntgenstrukturanalyse durchgeführt<sup>[14]</sup>. Die Struktur von **1** im Kristall (Abb. 1) ist vollständig im Einklang mit den analytischen und spektroskopischen Daten. Alle P-P-Abstände (2.197(2)–2.214(2) Å) entsprechen P-P-Einfachbindungen. Die Ga(1)-P(1)- und Ga(1)-P(4)-Abstände von 2.515(2) bzw. 2.476(2) Å sind lang im Vergleich mit den bisher beobachteten Ga-P-Abständen von 2.370(3)–2.475(4) Å<sup>[16,15]</sup>, was mit der hohen Winkelspannung aufgrund des kleinen P(1)-Ga(1)-P(4)-Winkels von 68.8(1)° in Einklang ist. Die dative P(4)-Ga(2)-Bindung (2.619(2) Å) ist signifikant länger als die P-Ga-Bindungen der P-Ga-P-Brücke und wahrscheinlich eine Folge des großen Raumbedarfs von drei tert-Butyl-Substituenten an Ga(2).

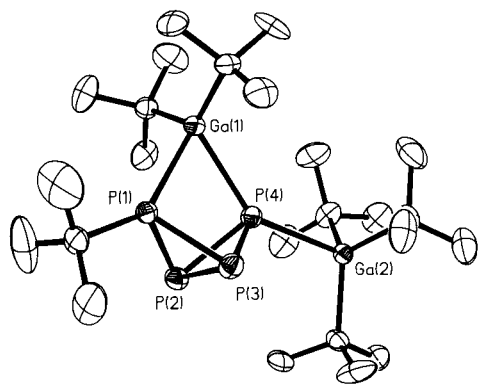


Abb. 1. Struktur von **1** im Kristall (ORTEP). Wichtige Bindungslängen und -winkel siehe Text.

Da wenig über Ringöffnungsreaktionen von weißem Phosphor mit Lewis-Säuren bekannt ist, können wir im Augenblick über den Mechanismus der Bildung von **1** nur spekulieren. Wahrscheinlich ist der erste Reaktionsschritt die Addition einer Ga-C-Bindung an eine P-P-Bindung in  $P_4$ . Eine ähnliche Additionsreaktion von Alkylolithiumverbindungen an  $P_4$  ist bekannt<sup>[16]</sup>. Die Thermolyse von **1** (75–80 °C in  $C_6D_6$ ) führt zur Freisetzung von  $GaR_3$  und zur Zersetzung des verbleibenden  $GaP_4R_3$ -Fragments.

#### Arbeitsvorschrift

**1:**  $GaR_3$  (3.89 g, 16.13 mmol) und  $P_4$  (1.0 g, 8.07 mmol) wurden bei Raumtemperatur unter  $N_2$  in Pentan (40 mL) gerührt, bis alles  $P_4$  aufgebraucht war und sich eine schwach gelbe Lösung gebildet hatte. Ein Teil des Lösungsmittels wurde im Vakuum entfernt (ca. 10 mL) und die verbleibende Lösung 12 h auf –25 °C gekühlt. Eine große Menge von ausgefallenem, weißem, kristallinem Material wurde abfiltriert und unter Vakuum getrocknet. Aus dem Filtrat konnte durch erneutes Einengen und Kühlen weiteres kristallines Material gewonnen werden. Ausbeute: 4.10 g (84 %),  $F_p = 120–121$  °C.

Eingegangen am 22. Mai 1991 [Z 4641]

CAS-Registry-Nummern:

**1**, 135989-55-8;  $P_4$ , 12185-10-3;  $GaR_3$ , 55681-99-7.

- [1] a) G. E. Coates, J. Graham, *J. Chem. Soc.* 1963, 223; b) O. T. Beachley, Jr., G. E. Coates, *ibid.* 1965, 3241.
- [2] Übersichtsartikel: A. H. Cowley, R. A. Jones, *Angew. Chem.* 101 (1989) 1235; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 28 (1989) 1208, zit. Lit.
- [3] a) R. L. Wells, A. P. Purdy, A. T. McPhail, C. G. Pitt, *J. Organomet. Chem.* 308 (1986) 281; b) A. M. Arif, B. L. Benac, A. H. Cowley, R. L. Geerts, R. A. Jones, K. B. Kidd, J. M. Power, S. T. Schwab, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1986, 1543; c) O. T. Beachley, Jr., J. P. Kopasz, H. Zhang, W. E. Hunter, J. L. Atwood, *J. Organomet. Chem.* 325 (1987) 69; d) C. G. Pitt, K. T. Higa, A. T. McPhail, R. L. Wells, *Inorg. Chem.* 25 (1986) 2483; e) K. M. Waggoner, P. P. Power, *J. Am. Chem. Soc.* 113 (1991) 3385.
- [4] a) K. M. Waggoner, H. Hope, P. P. Power, *Angew. Chem.* 100 (1988) 1765; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 27 (1988) 1699; b) R. A. Bartlett, P. P. Power, *J. Am. Chem. Soc.* 112 (1990) 3660.
- [5] R. L. Wells, A. P. Purdy, A. T. McPhail, C. G. Pitt, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 1986, 487.
- [6] K. M. Waggoner, S. Parkin, D. C. Pestana, H. Hope, P. P. Power, *J. Am. Chem. Soc.* 113 (1991) 3597.
- [7] R. A. Kovar, H. Derr, D. Brandau, J. O. Callaway, *Inorg. Chem.* 14 (1975) 2809.
- [8] <sup>1</sup>H-NMR (500 MHz,  $C_6D_6$ , TMS ext.):  $\delta = 1.36$  (s, 27 H;  $GaC(CH_3)_3$ ), 1.26 (s, 18 H;  $GaC(CH_3)_3$ ), 0.511 (d,  $J(P,H) = 13.87$  Hz, 9 H;  $PC(CH_3)_3$ ); <sup>13</sup>C-NMR (125.72 MHz,  $C_6D_6$ , TMS ext.):  $\delta = 40.60$  (d,  $J(P,C) = 49.55$  Hz,  $PC(CH_3)_3$ ), 33.63 ( $GaC(CH_3)_3$ ), 31.53 ( $GaC(CH_3)_3$ ), 31.08 ( $GaC(CH_3)_3$ ), 27.93 (d,  $J(P,C) = 9.05$  Hz,  $PC(CH_3)_3$ ), 27.76 ( $GaC(CH_3)_3$ ); <sup>31</sup>P-{<sup>1</sup>H}-NMR (202.40 MHz,  $C_6D_6$ ,  $H_3PO_4$  ext.):  $\delta = -50.73$  (t,  $J(P,P) = 212.45$  Hz, 1 P;  $PrBu$ ),  $-226.81$  (t,  $J(P,P) = 205.71$  Hz, 1 P;  $PGaR_3$ ),  $-327.43$  (überlappendes dd,  $J(P,P) = 207.52$  Hz, 209.74 Hz, 2 P;  $P_2PrBu$ ). IR (KBr, Nujol):  $\tilde{\nu} [cm^{-1}] = 2357(w)$ , 2165(w), 1973(w), 1686(w), 1164(s), 1072(w), 1005(s), 935(m), 897(sh), 850(w), 805(s), 725(m), 685(w), 597(m), 568(w), 526(m), 398(m).
- [9] a) W. P. Ave, E. Bartholodi, R. R. Ernst, *J. Chem. Phys.* 64 (1976) 2229; b) K. Nagayama, A. Kumar, K. Wüthrich, R. R. Ernst, *J. Magn. Reson.* 40 (1980) 321.

- [10] M. Baudler, J. Hellmann, P. Bachmann, K.-F. Tebbe, R. Fröhlich, M. Fehér, *Angew. Chem.* 93 (1981) 415; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 20 (1981) 406.
- [11] O. J. Scherer, M. Swarowsky, G. Wolmershäuser, *Organometallics* 8 (1989) 841.
- [12] O. J. Scherer, M. Swarowsky, H. Swarowsky, G. Wolmershäuser, *Angew. Chem.* 100 (1988) 738; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 27 (1988) 694.
- [13] P. Binger, B. Biedenback, C. Krüger, M. Regitz, *Angew. Chem.* 99 (1987) 798; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 26 (1987) 764.
- [14] Röntgenstrukturanalyse von **1**: Raumgruppe  $P\bar{1}$ ,  $a = 9.436(4)$ ,  $b = 12.331(4)$ ,  $c = 15.866(4)$ ,  $\alpha = 70.76(2)$ ,  $\beta = 81.21(3)$ ,  $\gamma = 69.95(3)^\circ$ ,  $V = 1635(1) \text{ \AA}^3$ ,  $\rho_{\text{ver}} = 1.230 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $\mu(\text{MoK}\alpha) = 18.44 \text{ cm}^{-1}$ , 4242 unabhängige Reflexe, 3342 beobachtet ( $I > 4\sigma(I)$ ),  $R = 0.0412$ ,  $R_w = 0.0536$ . Weitere Einzelheiten zur Kristallstrukturuntersuchung können beim Fachinformationszentrum Karlsruhe, Gesellschaft für wissenschaftlich-technische Information mbH, W-7514 Eggenstein-Leopoldshafen 2, unter Angabe der Hinterlegungsnummer CSD-55751, der Autoren und des Zeitschriftenzitats angefordert werden.
- [15] A. H. Cowley, P. R. Harris, R. A. Jones, C. M. Nunn, *Organometallics* 10 (1991) 652.
- [16] R. Riedel, H.-D. Hausen, E. Fluck, *Angew. Chem.* 97 (1985) 1050; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 24 (1985) 1056.

## **$K_2Cu_5Te_5$ , eine neuartige gemischtvalente Schichtverbindung mit metallischen Eigenschaften\*\***

Von Younbong Park, Donald C. Degroot, Jon Schindler, Carl R. Kannewurf und Mercouri G. Kanatzidis\*

Seit der Entdeckung der Hochtemperatur-Supraleiter stehen gemischtvalente Cu-Verbindungen im Mittelpunkt des Interesses, da man hofft, verwandte Materialien mit noch höherer Sprungtemperatur zu finden. Obwohl gemischtvalente Cu-Chalcogenid-Festkörperverbindungen schon länger bekannt sind, ist ihre Zahl doch recht gering: Bekannt sind  $Na_3Cu_4S_4$ <sup>[1]</sup>,  $ACu_4Q_3$  ( $A = K, Rb, Cs, Tl$ ;  $Q = S, Se$ )<sup>[2]</sup>,  $A_3Cu_8S_6$  ( $A = K, Rb$ )<sup>[3]</sup>,  $A_3Cu_8Se_6$  ( $A = Rb, Cs$ )<sup>[4]</sup>,  $Cs_2Cu_5Se_4$ <sup>[5]</sup>,  $TlCu_2Q_2$  ( $Q = S, Se$ )<sup>[6]</sup>,  $TlCu_6S_4$ <sup>[7]</sup> und  $Tl_5Cu_{14}Se_{10}$ <sup>[8]</sup>. Wenn auch der a-priori-Entwurf eines Hochtemperatur-Supraleiters noch nicht möglich ist, lohnt sich die Synthese gemischtvalenter Cu-Verbindungen allemal, da ihre elektronischen Eigenschaften für eine hohe elektrische Leitfähigkeit im allgemeinen eine wichtige Rolle spielen. Telluride sind im Vergleich zu ternären Sulfiden und Seleniden noch seltener. Soweit wir wissen, sind im ternären A/Cu/Te-System ( $A = \text{Alkalimetall}$ ) nur die vier Phasen  $NaCu_3Te_2$ <sup>[9]</sup> und  $KCu_3Te_2$ <sup>[10]</sup> sowie  $KCuTe$ <sup>[11]</sup> und  $NaCuTe$ <sup>[11]</sup> bekannt, von denen keine Cu in unterschiedlichen Oxidationsstufen enthält. Unter Berücksichtigung dieser Fakten wendeten wir die inzwischen bewährte Polychalcogenid-Schmelze im mittleren Temperaturbereich (150–450 °C)<sup>[12, 13]</sup> an, mit der uns die Herstellung neuartiger Strukturtypen von (Poly)sulfiden und (Poly)seleniden verschiedener Übergangsmetalle gelang, nun auch auf Telluride an. Mit  $K_2Cu_5Te_5$ , einem neuartigen, in Schichten aufgebauten Material, konnten wir so die erste

[\*] Prof. M. G. Kanatzidis, Y. Park  
Department of Chemistry and  
Center for Fundamental Materials Research  
Michigan State University  
East Lansing, MI 48824 (USA)

D. C. Degroot, J. Schindler, Prof. C. R. Kannewurf  
Department of Electrical Engineering and Computer Science  
Northwestern University

[\*\*] Diese Arbeit wurde vom Center for Fundamental Materials Research der Michigan State University und der National Science Foundation (Presidential Young Investigator Award, CHE-8958451) gefördert. Die Geräte zur Kristallstrukturuntersuchung wurden zum Teil mit Mitteln der National Science Foundation (Projekt CHE-8908088) erworben. Für diese Arbeit wurden die Rasterelektronenmikroskopie-Einrichtungen des Center for Electron Optics der Michigan State University genutzt.