Fig. 1. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche eines Bor-gedopten Molybdändrahtes von 0,6 mm Durchmesser, 15 min bei 1900 °C geglüht

Präparation wurde der etwa 83 ppm Bor enthaltende Molybdändraht ($\varnothing$ 0,6 mm) bei 1900 °C 15 min geglüht, dann unter flüssigem Stickstoff gebrochen und die Bruchfläche im REM bei 20 kV Beschleunigungsspannung untersucht. Die Drahtprobe war bevorzugt interkristallin gebrochen, nur vereinzelt trat transkristalliner Spaltbruch auf. An den Korngrenzen in der Nähe der Drahtoberfläche konnten Bläschen von etwa 1–2 µm Durchmesser beobachtet werden. Die Bläschengröße nimmt mit der Entfernung von der Drahtoberfläche rasch ab, sie beträgt bei etwa 20 µm ungefähr 5000 Å und ist im Drahtinneren kleiner als die Auflösungsgrenzen des Rasterelektronenmikroskopes (etwa 200 Å). Der Einfluß so kleiner Poren auf die Versetzungsbewegung bei plastischer Verformung und auf den Rekristallisationsvorgang ist sehr ausgeprägt [1] und dürfte auch die Wirkung feinsten fester Dispersionen über treffen [2]. Dies äußert sich im Sintermolybdän auch bei sehr kleinen Borgehalten in einer starken Kornwachstumshemmung, in einer gerichteten Sekundär-Rekristallisation und in einer Erhöhung der Kriechfestigkeit des Reinformmetalles. Eine entsprechende Wirkung von Mikrolegierungszusätzen an Bor ist auch bei Wolfram nachgewiesen worden [3] und bei anderen kubisch raumzentrierten Metallen wie Tantal, Niob, Vanadium u.a. zu erwarten. Bei anderen Metallen könnten Gasbläschen bildende Dopmittel ähnlich wirken, wobei die Stabilität der Bläschen und ihr Thermoeffusionsverhalten ein Kriterium für ihre Wirksamkeit sind.

Eingegangen am 22. November 1973

1. Moon, D. M., Stickler, R.: Phil. Mag. **24**, 1087 (1971)
2. Moon, D. M., Koo, R. C.: Met. Trans. **2**, 2115 (1971)
3. Millner, T., Turry, P.: U.S. Pat. 2,012825 (1935)

Das erste Oxoberyllat mit Inselstruktur: $K_4[Be_2O_4]$

P. Kastner [1] und R. Hoppe

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Universität Gießen

Über Oxoberyllate ist trotz der lange bekannten Amphoterie von $Be(OH)_2$ wenig bekannt. Nach Pulverdaten existieren Na_4BeO_3 [2] und $Li_2Be_2O_3$ [3], beide mit unbekannter Struktur.

Neu erhielten wir K_2BeO_2 in Form quaderförmiger, farbloser Einkristalle $[K_{0,54}/BeO, K:Be = 2,2:1; 600\text{ °C}, 7d, Ni-Bömbchen]$, die nach Drehkristall-, Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen *monoklin*, $C_{2h}^5 - P2_1/b$ [4], mit

$$a = 7,09_8, b = 10,57_7, c = 5,70_6 \text{ Å}, \gamma = 131,3^\circ [4], Z = 4$$

kristallisieren; $d_{pyk} = 2,5, d_{r0} = 2,46 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$.

Die Kristallstruktur [675 von 711 möglichen $hko-hk4$, 2-Kreisdiffraktometerdaten (Fa. Stoe, Stadi-2), Mo- K_α , isotrope

Tabelle 1. Lageparameter und B -Werte aller Teilchen von K_2BeO_2 (in Klammern die Standardabweichungen, bezogen auf die letzten Stellen)

Teilchen	Punkt-lage	x	y	z	$B [\text{Å}^2]$
K'	4e	0,3558(1)	0,26069(8)	0,0643(2)	1,74(2)
K''	4e	0,0269(1)	0,38952(8)	0,1633(2)	1,51(2)
Be	4e	0,6500(6)	0,0251(5)	0,0859(9)	1,3(1)
O'	4e	0,5078(4)	0,0908(3)	0,1379(5)	1,83(7)
O''	4e	0,8650(4)	0,0598(3)	0,2035(5)	1,90(8)

Tabelle 2. Alle interatomaren Abstände bis 4,0 Å bei K_2BeO_2

	K'	K''	Be	O'	O''
K'	3,604(2×)	3,073 3,345 3,438 3,631 3,986	2,909 3,116 3,565 3,757 3,854	2,670 2,705 3,358 3,480	2,742 3,045 3,121 3,772
K''	3,073 3,345 3,438 3,631 3,986	3,203 3,938(2×)	2,934 3,026 3,768 3,911	2,808 2,867	2,686 2,806 2,872 3,136
Be	2,909 3,116 3,565 3,757 3,854	2,934 3,026 3,768 3,911	2,070	1,586 1,605	1,475 3,545 3,994
O'	2,670 2,705 3,358 3,480	2,808 2,867	1,586 1,605	2,429	2,788(2×) 3,907
O''	2,742 3,045 3,121 3,772	2,686 2,806 2,872 3,136	1,475 3,545 3,994	2,788(2×) 3,907	3,724

Temperaturfaktoren, keine Absorptionskorrektur, $R = 6,2\%$, $R' = 7,1\%$ zeigt, daß unerwartet *planare*, *zweikernige isolierte* Baugruppen $[BeO_{1/2}O_{2/2}]_2$ vorliegen; Be^{2+} hat gegen O^{2-} die Koordinationszahl 3. Zwei solcher Dreiecke haben jeweils eine gemeinsame Kante (besetzte Punktlagen, Parameter und Abstände s. Tabelle 1 und 2). Die Koordinationszahl von K^+ ist deutlich verschieden: K'^+ hat $3+2$, K''^+ hat $5+1$ O^{2-} als Nachbarn. Der Madelung-Anteil der Gitterenergie, MAPLE, ist für K_2BeO_2 (1939,7 kcal/Mol) praktisch gleich den Werten für die Summe der binären Oxide ($K_2O + BeO$ [5] = 599,9 + 1321,6 = 1921,5 kcal/Mol).

Rb_2BeO_2 ist nach Einkristalldaten mit $K_4[Be_2O_4]$ isotyp.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung mit Sachmitteln.

Eingegangen am 4. Dezember 1973

1. Teil der Dissertation P. Kastner, Universität Gießen
2. Zintl, E., Morawietz, W.: Z. anorg. allg. Chem. **236**, 372 (1938)
3. Turner, P. P., Bartram, S. F.: Inorg. Chem. **6**, 833 (1967)
4. Aus apparativen Gründen wählten wir diese Aufstellung
5. Smith, D. K., Newkirk, H. W., Kahn, J. S.: J. electrochem. Soc. **111**, 78 (1964)

Identifizierung und Metabolisierbarkeit von polychlorierten Biphenylen

E. Schulte und L. Acker

Institut für Lebensmittelchemie der Universität Münster

Bei der gaschromatographischen Auftrennung polychlorierter Biphenyle (PCB) hat die Verwendung von Kapillarsäulen einen wesentlichen Fortschritt gebracht [1, 2]. In einem in der Umwelt ubiquitären PCB-Handelspräparat mit 60%