

## Komplexe des zweiwertigen Molybdäns, Derivate des Oktahalodimolybdat(II)-Ions, 2. Mitt.:

Darstellung und Charakterisierung von Amminen

Von

J. V. Brenčič, D. Dobčnik und P. Šegedin

Aus dem Laboratorium für anorganische Chemie der Universität Ljubljana,  
Ljubljana, Jugoslawien

(Eingegangen am 22. April 1974)

*Coordination Compounds of Molybdenum(II), Derivatives of  
the Octahalodimolybdate(II) Ion.*

### *II. Synthesis and Characterization of Amines*

$\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  reacts with pyridine at room temperature giving  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4$ . Dry ammonia substitutes pyridine from  $\text{Mo}_2\text{X}_4(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4$  ( $\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$ ) at  $100^\circ\text{C}$ . The resulting products are  $\text{Mo}_2\text{X}_4(\text{NH}_3)_4$ . No reaction takes place under the same experimental conditions with 2,2'-bipyridine complexes  $\text{Mo}_2\text{X}_4(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_2$ .  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4$  can also be obtained reacting  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4$  with  $\text{LiBr}$ . New compounds were identified on the basis of IR spectra, powder patterns, magnetic measurements and chemical evidence.

In unserer ersten Mitteilung dieser Serie haben wir eine Literaturübersicht gegeben über die komplexen Verbindungen des zweiwertigen Molybdäns, und die Synthese und Charakterisierung der Verbindungen  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  ( $\text{Py} = \text{Pyridin}$ ),  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Dipy}_2$  ( $\text{Dipy} = 2,2'\text{-Dipyridyl}$ ) und  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Phen}_2$  ( $\text{Phen} = 1,10\text{-Phenanthrolin}$ ) beschrieben<sup>1</sup>. Es ist bekannt, daß die Übergangsmetalle eine große Anzahl von Komplexen mit Ammoniak bilden. Meist wurden sie in wäßr. Lösungen oder durch Umsetzung mit flüssigem Ammoniak bei Zimmertemperatur hergestellt. Der zweite dieser Wege ist, zumindest zum Teil, von Ammonolyse begleitet, welche unreine Produkte verursacht. Die Reaktion in wäßr. Lösung ist bei Oktahalodimolybdaten(II) nicht vorteilhaft, da diese nur in stark saurem Medium beständig sind. Eine Reaktion mit flüssigem Ammoniak würde — auch wenn sie mit Erfolg durchführbar wäre — wegen der spezifischen Natur der Produkte große Schwierigkeiten bei der Entfernung von der Halogenide und anderer Neben-

produkte der Reaktion machen; sehr wahrscheinlich würde Ammonolyse eintreten. Der Versuch der Herstellung von Amminokomplexen des dreiwertigen Molybdäns aus  $\text{MoBr}_3$  und flüssigem Ammoniak ergab die Verbindung  $\text{MoBr}_2(\text{NH}_2) \cdot (\text{NH}_3)_3$ <sup>2</sup>.

Die Beobachtung, daß gasförmiges  $\text{NH}_3$  schon bei Zimmertemperatur mit  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  reagiert, hat uns zu einem genaueren Studium der Einzelheiten von Reaktionen mit gasförmigem  $\text{NH}_3$  veranlaßt sowie zur Herstellung von Amminokomplexen.

### Experimenteller Teil

Die Verbindungen  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$ ,  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Dipy}_2$  und  $\text{Mo}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4$  wurden auf die bereits beschriebene Weise bereitet<sup>1</sup>. Zwecks Entfernung der Spuren von  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , die bei der Synthese von  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  auch nach der Extraktion mit Methanol zurückblieben, haben wir die Verbindung aus Acetonitril mit Zusatz von Pyridin umkristallisiert. Auf 100 ml bei Zimmertemp. gesätt. Lösung fügten wir 4 ml Pyridin hinzu. Bei der Umkristallisation mußte man Sauerstoff ausschließen. Die Reinheit des Produkts kontrollierten wir mit Hilfe des IR-Spektrums mit Rücksicht auf die starke Absorption des  $\text{NH}_4^+$ -Ions<sup>3</sup> bei  $1403 \text{ cm}^{-1}$ .

Das Molybdän und die Halogene haben wir gravimetrisch als  $\text{PbMoO}_4$  bzw.  $\text{AgX}$  ( $X = \text{Cl}, \text{Br}$ ) bestimmt.  $\text{NH}_3$  haben wir aus alkalischer Lösung in eine bekannte Menge  $0,1\text{N-HCl}$  umdestilliert und volumetrisch bestimmt. Cs wurde flammenphotometrisch bestimmt, N nach Dumas. Pulveraufnahmen und IR-Spektren haben wir auf die bereits beschriebene Weise aufgenommen<sup>1</sup>. Magnetmessungen wurden bei einer Temperatur von  $22 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  an einer Apparatur nach *Guy* durchgeführt. Das Proberöhrchen wurde mit  $\text{Hg}[\text{Co}(\text{NCS})_4]_4$  eingewogen.

### Ergebnisse und Diskussion

In der Literatur ist bisher kein Bromomolybdat(II) bekannt, wohl wegen der großen Unstabilität dieser Verbindungen im Vergleich mit Verbindungen, welche die  $\text{Mo}_2\text{Br}_8^{3-}$ -Gruppe enthalten<sup>5</sup>. Der Oxydationsmechanismus und die Natur des Oxydäns sind noch nicht bekannt. Nach unseren Erfahrungen ist zur Bereitung von reinen Bromomolybdaten(II) eine niedrige Temperatur notwendig.

Einer Lösung  $1,6 \cdot 10^{-2}$  mol CsBr in 50 ml 48proz. HBr haben wir bei  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$   $2 \cdot 10^{-3}$  mol  $\text{Mo}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4$  zugesetzt und bei dieser Temperatur an der Luft 2 Stdn. gerührt. Aus dem violetten Niederschlag wurde das nicht umgesetzte  $\text{Mo}_2(\text{COO})_4$  abgetrennt, indem wir zunächst durch eine grobe Fritte filtrierten, welche das Acetat zurückhielt; auf einer zweiten, feinen Fritte wurde dann auch das Bromomolybdat(II) erhalten. Dieses haben wir auf der Fritte mit  $3 \times 25$  ml Äther ( $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ ) gewaschen. Ein Schliffglasgefäß, das auf die Temperatur von flüss.  $\text{N}_2$  gekühlt war, haben wir auf  $< 10^{-3}$  mm Hg evakuiert, dann den flüss. Stickstoff durch eine Kältemischung  $\text{CCl}_4/\text{flüss. N}_2$ , deren Temperatur etwa  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  betrug,

ersetzt. Nach 5 Stdn. wurde auf 0 °C erwärmt, 1 Stde. weitergetrocknet, endlich bei Zimmertemp. nochmals 1 Stde. getrocknet. Die analytischen Daten für diese und für andere, neue Verbindungen sind aus der Tab. 1 ersichtlich.

Das IR-Spektrum des  $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  bestätigte die Anwesenheit von Wasser. Auf Grund der analytischen Daten und der Ähnlichkeit der Pulveraufnahme mit der Aufnahme von  $\text{Rb}_3\text{Mo}_2\text{Cl}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , welches in der hexagonalen Raumgruppe mit Zelldimensionen

Tabelle 1. *Analytische Daten*

| Verbindung   | Analysenwerte, gef. (ber.) |                 |                   |                 |
|--|----------------------------|-----------------|-------------------|-----------------|
|  | % Mo                       | % X             | % N               | % Cs            |
| $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ | 16,0<br>(16,18)            | 47,7<br>(47,16) |                   | 34,2<br>(33,62) |
| $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{NH}_3)_4$                        | 46,9<br>(47,75)            | 35,5<br>(35,29) | 17,0*<br>(16,95)* |                 |
| $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$                            | 23,0<br>(23,18)            | 38,6<br>(38,61) | 6,0<br>(6,77)     |                 |
| $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Dipy}_2$                          | 22,9<br>(23,29)            | 38,8<br>(38,79) | 6,5<br>(6,90)     |                 |
| $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$                        | 32,4<br>(33,10)            | 55,8<br>(55,14) | 12,0*<br>(11,76)* |                 |

\*  $(\text{NH}_3)$ .

$a = b = 13,01 \text{ \AA}$ ,  $c = 8,52 \text{ \AA}$  kristallisiert<sup>6</sup>, gaben wir der Verbindung die Formel  $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ . Auf Grund der Pulveraufnahme schätzten wir die Dimensionen der hexagonalen Zelle zu  $a = b = 13,9 \text{ \AA}$  und  $c = 9,6 \text{ \AA}$ ; mit Hilfe dieser Werte konnte die Pulveraufnahme indiziert werden. Die Gitterabstände der Verbindungen  $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  sind in Tab. 2 dargestellt. Es soll erwähnt werden, daß die Pulveraufnahme von  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$ <sup>1</sup> nicht der von  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  ähnlich ist und daß die Verbindungen sehr wahrscheinlich in verschiedenen Raumgruppen kristallisieren.

$\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  reagiert mit Pyridin bei Zimmertemperatur und ergibt eine grüne Verbindung der Zusammensetzung  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$ .

Aus  $10^{-3}$  Mol  $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , auf das wir im Vak. bei Zimmertemperatur 10 ml Pyridin aufdestillierten, es dann 12 Stdn. stehenließen, abfiltrierten und das grobe Produkt aus Acetonitril umkristallisierten, erhielten wir etwa 20% der ber. Menge  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$ .

Man kann  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  auch aus  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  herstellen:



Die Treibkraft für den Verlauf der obigen Reaktion ist, unserer Meinung nach, die größere Bindungsenergie in  $\text{LiCl}$  — verglichen mit  $\text{LiBr}$ <sup>7</sup>.

$10^{-3}$  Mol  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  haben wir im Vak. mit 25 ml trockenem Pyridin übergossen, in welchem  $8 \cdot 10^{-3}$  Mol  $\text{LiBr}$  gelöst waren, welches vorher

Tabelle 2. Gitterabstände und relative Intensitäten für  $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$

| <i>hkl</i> | $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ |                    |                         | $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$ |                         |
|------------|--|--------------------|-------------------------|-------------------------------------|-------------------------|
|            | <i>d</i> (gef.), Å   | <i>d</i> (ber.), Å | <i>I</i> <sub>rel</sub> | <i>d</i> , Å                        | <i>I</i> <sub>rel</sub> |
| 010        | 12,0   | (12,0)             | 80                      | 9,3                                 | 100                     |
| 011        | 7,5  | (7,5)              | 80                      | 7,9                                 | 90                      |
| 110        | 7,0  | (6,95)             | 40                      | 7,4                                 | 30                      |
| 020        | —  | (6,02)             | —                       | 6,8                                 | 70                      |
| 111        | —  | (5,63)             | —                       | 6,3                                 | 40                      |
| 201        | 5,10   | (5,10)             | 60                      | 5,8                                 | 40                      |
| 120        | 4,55   | (4,55)             | 40                      | 4,9                                 | 10                      |
| 012        | 4,40   | (4,46)             | 40                      | 4,8                                 | 20                      |
| 121        | 4,15   | (4,11)             | 40                      | 4,4                                 | 10                      |
| 030        | —  | (4,01)             | —                       | 4,2                                 | 10                      |
| 112        | 3,90   | (3,95)             | 40                      | 4,1                                 | 60                      |
| 202        | —  | (3,75)             | —                       | 3,93                                | 60                      |
| 031        | 3,70   | (3,70)             | 20                      | 3,68                                | 60                      |
| 220        | 3,50   | (3,47)             | 20                      | 3,55                                | 10                      |

im Vak. bei 150 °C 1 Stde. getrocknet worden war. Das Gemenge haben wir dann eine Stunde in einer zugeschmolzenen, evakuierten Ampulle auf 110—120 °C erhitzt. Nach dem Erkalten wurde der Niederschlag abfiltriert, mit  $2 \times 25$  ml Methanol gewaschen und im Hochvak. getrocknet. Dieses Produkt wurde auf die gleiche Art nochmals mit einer Lösung von  $8 \cdot 10^{-3}$  Mol  $\text{LiBr}$  in 25 ml Pyridin behandelt. Nach einer dritten Wiederholung erhielten wir reines  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  (Ausb. 50%, was besser ist als bei der Synthese über  $\text{Cs}_3\text{Mo}_2\text{Br}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ).

Das IR-Spektrum von  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  ist im Gebiet von 4000—300  $\text{cm}^{-1}$  dem Spektrum von  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  ähnlich. Der einzige wesentliche Unterschied ist wohl die Abwesenheit der Absorption bei 342  $\text{cm}^{-1}$  und die Anwesenheit einer neuen Bande bei 300  $\text{cm}^{-1}$ .

$\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Py}_4$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  reagieren mit Ammoniak:



Die Reaktion verläuft quantitativ. Leiten wir das  $\text{NH}_3$  bei Zimmertemperatur über die Ausgangssubstanzen, so kommt es zu teilweiser Ammonolyse. Im IR-Spektrum des Produkts ist die Anwesenheit eines  $\text{NH}_4^+$  nachweisbar. Deshalb haben wir das Rohprodukt in einem Strom von trockenem Argon zunächst auf  $100^\circ\text{C}$  erhitzt, dann aus einer Stahlflasche Ammoniak darübergerleitet und  $\frac{1}{2}$  Stde. auf  $150^\circ\text{C}$  erhitzt.

Ar und  $\text{NH}_3$  wurden durch Kolonnen geführt, die mit CaO, KOH und Na-Stückchen auf Glaswolle gefüllt waren. Das noch warme Reak-

Tabelle 3. Gemessene Wellenzahlen ( $\text{cm}^{-1}$ ) und Intensitäten der Banden für  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{NH}_3)_4$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$

| $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{NH}_3)_4$ | $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$ |
|---|---|
| 3315 vs                                 | 3310 vs                                 |
| 3235 m                                  | 3230 m v sym                            |
| 3180 w                                  | 3175 w v asym                           |
| 3155 w                                  | 3145 w                                  |
| 1600 vs                                 | 1590 vs $\delta$ $\text{NH}_3$          |
| 1240 vs                                 | 1245 vs $\delta$ $\text{NH}_3$          |
| 700 m                                   | 700 m                                   |
| 675 vs                                  | 675 vs                                  |
| 635 m                                   | 640 m $\rho$ r $\text{NH}_3$            |
| 440 w                                   | 430 w                                   |
|   | 410 w Mo—N                              |
| 320 vs                                  | 310 vs Mo—X                             |

vs = sehr stark, m = mäßig, w = schwach.

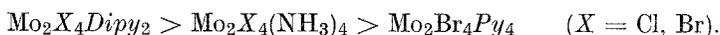
tionsgefäß wurde auf Hochvakuum evakuiert. Die hellroten Verbindungen sind in trockener Atmosphäre beständig, in Wasser und organischen Lösungsmitteln unlöslich. Bei Zusatz von Säuren und Basen werden sie zersetzt. Sie sind Röntgenamorph.

Die IR-Spektren von  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{NH}_3)_4$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$  haben alle Eigentümlichkeiten von koordinierten  $\text{NH}_3$ <sup>8</sup>; die Spektren sind praktisch identisch (Tab. 3).

Die starken Absorptionen bei 320 und 310  $\text{cm}^{-1}$  schreiben wir einer Schwingung zu, die hauptsächlich auf das Metall und das Halogen zurückzuführen ist. Im Vergleich zu vielen Verbindungen der Stöchiometrie  $\text{MX}_2(\text{NH}_3)_2$  ( $M = \text{Pd}, \text{Pt}$ ;  $X = \text{Cl}, \text{Br}^{9-11}$ ) sind die Schwingungen  $M\text{—N}$  in  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{NH}_3)_4$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$  nach niedrigeren Frequenzen verschoben. Die Lage der „rocking“-Schwingungen wird vielfach zur Schätzung der Stärke der Bindung  $M\text{—NH}_3$  verwendet<sup>12</sup>.

Die Absorptionslage würde in unserem Falle für eine schwache Bindung zwischen Molybdän und Ammoniak sprechen.

Unter gleichen Bedingungen löst  $\text{NH}_3$  nicht 2,2'-Dipyridyl aus den Verbindungen  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Dipy}_2$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Dipy}_2$  ab. Das 2,2'-Dipyridyl ist ein Chelatligand und als solcher stärker gebunden. Die Stabilitätsreihenfolge ist also



Die Verbindung  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Dipy}_2$  haben wir auf gleiche Weise bereitet wie  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Dipy}_2$ . Die erhaltene Verbindung ist dunkelrot, amorph, unlöslich in Wasser und organischen Lösungsmitteln. Das IR-Spektrum im Bereich von  $4000\text{--}300\text{ cm}^{-1}$  ist praktisch identisch mit dem Spektrum von  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4\text{Dipy}_2$ . Erwähnenswert ist die Absorption bei  $300\text{ cm}^{-1}$  bei beiden Verbindungen, was bedeutet, daß diese Absorption keine reine Mo—Halogen-Schwingung darstellt.

Die Verbindungen  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$ ,  $\text{Mo}_2\text{Cl}_4(\text{NH}_3)_4$ ,  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Py}_4$  und  $\text{Mo}_2\text{Br}_4\text{Dipy}_2$  sind bei Zimmertemperatur leicht paramagnetisch. Der Paramagnetismus ist von der Stärke des Magnetfeldes abhängig. Dies spricht für die Anwesenheit von ferromagnetischen Verunreinigungen<sup>13</sup>. Indessen gibt die Extrapolierung der magnetischen Suszeptibilitäten, in Abhängigkeit vom Reziprokwert der Stärke des Magnetfeldes, immer noch positive Werte für die magnetische Suszeptibilität. Ein auf Grund dieser Werte errechnetes effektives Magnetmoment beträgt bei der Verbindung  $\text{Mo}_2\text{Br}_4(\text{NH}_3)_4$   $1,3\ \mu_B$ ; bei den übrigen Verbindungen sind die Werte geringer. Zwecks einer weiteren Wertung der Ergebnisse magnetischer Messungen wird man ihre Temperaturabhängigkeit feststellen müssen — ist es doch immerhin möglich, daß es sich um einen temperaturunabhängigen Paramagnetismus handelt. Es ist interessant, daß auch die Verbindung  $(\text{NH}_4)_5\text{Mo}_2\text{Cl}_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$  — von der ja bekannt ist, daß sie die  $\text{Mo}_2\text{Cl}_8^{4-}$ -Gruppe enthält<sup>14</sup> — leicht paramagnetisch ist<sup>15</sup>. Die Erscheinung eines schwachen Paramagnetismus spricht also keineswegs etwa gegen dimere Formulierung neuer Verbindungen.

Wir danken dem Fonds Boris Kidrič sowie der Universität von Ljubljana für ihre finanzielle Hilfe bei dieser Arbeit.

### Literatur

- <sup>1</sup> J. V. Brenčič, D. Dobčnik und P. Šegedin, Mh. Chem. **105**, 142 (1974).
- <sup>2</sup> D. A. Edwards und G. W. A. Fowles, J. Less-Comm. Metals **4**, 512 (1962).
- <sup>3</sup> K. Nakamoto, Infrared Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, S. 151. New York: Wiley-Interscience. 1970.
- <sup>4</sup> B. N. Figgis und R. S. J. Nyholm, J. Chem. Soc. **1958**, 4190.

- <sup>5</sup> G. B. Allison, I. R. Anderson, W. van Bronswyk und J. C. Sheldon, Austral. J. Chem. **22**, 1097 (1969).
- <sup>6</sup> J. V. Brenčič und F. A. Cotton, Inorg. Chem. **9**, 351 (1970).
- <sup>7</sup> J. E. Huheey, Inorganic Chemistry, S. 695. New York: Harper and Row. 1972.
- <sup>8</sup> Ref. <sup>3</sup>, S. 155.
- <sup>9</sup> H. Poulet, P. Delorme und J. P. Mathieu, Spectrochim. Acta **20**, 1855 (1964).
- <sup>10</sup> P. J. Hendra, Spectrochim. Acta **23 A**, 1275 (1967).
- <sup>11</sup> C. H. Perry, D. P. Athans, E. F. Young, J. P. Durig und B. R. Mitchell, Spectrochim. Acta **23 A**, 1137 (1967).
- <sup>12</sup> Ref. <sup>3</sup>, S. 154.
- <sup>13</sup> P. W. Selwood, Magnetochemistry, S. 27. New York: Interscience. 1956.
- <sup>14</sup> J. V. Brenčič und F. A. Cotton, Inorg. Chem. **9**, 346 (1970).
- <sup>15</sup> J. V. Brenčič und P. Šegedin, unveröffentlicht.

*Doz. Dr. J. V. Brenčič  
Laboratorium für Anorganische Chemie  
Universität Ljubljana  
P.O. Box 537  
YU-61001 Ljubljana  
Jugoslawien*