

二苄基锡苯磺酸酯的合成、晶体结构和催化性能

杜治平^{*,1,2} 周 彬¹ 沈国红¹ 袁 华¹ 吴元欣¹ 王公应²

(¹ 绿色化工过程省部共建教育部重点实验室, 湖北省新型反应器与

绿色化学工艺重点实验室, 武汉工程大学, 武汉 430073)

(² 中国科学院成都有机化学研究所, 成都 610041)

摘要: 以双三苄基氧化锡 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 和苯磺酸 (PhSO_3H) 为原料合成了新的二苄基锡苯磺酸酯 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, 并采用红外光谱、元素分析和 X 射线单晶衍射对其结构进行了分析。该化合物的晶体结构属单斜晶系, 空间群为 $P2_1/c$, 晶胞参数 $a=1.458\,71(8)\text{ nm}$, $b=1.178\,21(8)\text{ nm}$, $c=0.758\,18(4)\text{ nm}$, $\beta=92.393(2)^\circ$, $V=1.301\,92(13)\text{ nm}^3$, $Z=2$; 化合物中所有的锡原子均为略微畸变的八面体构型。当 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ 催化碳酸二甲酯与苯酚酯交换合成碳酸二苯酯时, 碳酸二甲酯的转化率可达 55.8%, 酯交换选择性接近 100%。

关键词: 二苄基锡苯磺酸酯; 酯交换; 碳酸二甲酯; 碳酸二苯酯

中图分类号: O614.43²; O643.36¹

文献标识码: A

文章编号: 1001-4861(2011)08-1586-05

Synthesis, Crystal Structure and Catalytic Performance of Dibenzyltin Phenylsulfonate

DU Zhi-Ping^{*,1,2} ZHOU Bin¹ SHEN Guo-Hong¹ YUAN Hua¹ WU Yuan-Xin¹ WANG Gong-Ying²

(¹ Hubei Key Laboratory of Novel Reactor & Green Chemical Technology, Key Laboratory for Green Chemical

Process of Ministry of Education, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430073, China)

(² Chengdu Institute of Organic Chemistry, Chinese Academy of Science, Chengdu 610041, China)

Abstract: A new dibenzyltin phenylsulfonate, $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$, has been synthesized by the reaction of $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ with PhSO_3H , and characterized by infrared spectrum, elemental analysis and X-ray diffraction single crystal structure analysis. The complex belongs to monoclinic, space group $P2_1/c$ with $a=1.458\,71(8)\text{ nm}$, $b=1.178\,21(8)\text{ nm}$, $c=0.758\,18(4)\text{ nm}$, $\beta=92.393(2)^\circ$, $V=1.301\,92(13)\text{ nm}^3$, $Z=2$. In the complex, each tin atom is six-coordinated with a slightly distorted octahedral geometry. When $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ catalyzed the transesterification of dimethyl carbonate and phenol to synthesize diphenyl carbonate, the conversion of dimethyl carbonate was up to 55.8% with a close 100% transesterification selectivity. CCDC: 797467.

Key words: dibenzyltin phenylsulfonate; transesterification; dimethyl carbonate; diphenyl carbonate

有机锡化合物不仅具有新奇多变的结构, 良好的抗菌、抗癌、防腐等生物活性^[1-4], 而且在多种有机合成反应中具有很好的催化活性, 广泛应用于酯化反应、羰基缩醛保护和脱保护、开环聚合等领域^[5-8], 因而引起人们的广泛关注。已有的研究结果表明,

有机锡化合物的催化活性与锡的配位状态有关, 而中心锡原子的配位状态既取决于与锡原子直接相连的烃基的结构, 也与配体的种类和配位方式有很大的关系。作者也曾将羧基和磺基分别配位到 $n\text{-BuSn}(\text{O})\text{OH}$ 和 $n\text{-Bu}_2\text{SnO}$ 分子中合成了单丁基锡羧

收稿日期: 2010-12-19。收修改稿日期: 2011-05-05。

国家自然科学基金重点项目(No.20936003), 湖北省自然科学基金重点项目(No.2008CDA009)和湖北省教育厅科学技术研究项目(No.Q20101511)资助。

*通讯联系人。E-mail: dzpxyhy@163.com

酸酯和二丁基锡磺酸酯,并发现它们在碳酸二甲酯(DMC)与苯酚酯交换合成碳酸二苯酯(DPC)反应中具有很高的催化活性^[9-10]。合成这些有机锡酯的前体化合物 $n\text{-BuSn}(\text{O})\text{OH}$ 和 $n\text{-Bu}_2\text{SnO}$ 一般由相应的 $n\text{-BuSnCl}_3$ 、 $n\text{-BuSnCl}_2$ 水解制备,但这些有机锡氯化物的合成较为困难。 $(\text{PhCH}_2)_3\text{SnCl}$ 可由氯化苄和锡粉在空气氛围中直接合成,然后 $(\text{PhCH}_2)_3\text{SnCl}$ 再经水解得到前体 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ ^[11],合成非常方便;文献报道以 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 为前体合成的三苄基锡羧酸酯作为 Lewis 酸,可以高效地催化醇醛缩合和醇酸酯化^[11]。因此本文用吸电子效应比羧基更强的磺酸与 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 反应合成了新的有机锡苯磺酸酯 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$,采用单晶衍射仪测定了其晶体结构,并研究了其在碳酸二甲酯与苯酚酯交换反应中的催化活性。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

$[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ ^[11]、 $[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{OH})\text{OS}(\text{O})_2(p\text{-ClPh})]_2$ ^[10] 和 $[\text{Ph}_3\text{SnOS}(\text{O})_2\text{Ph}]_n$ ^[12] 参考相应文献制备, $n\text{-Bu}_2\text{SnO}$ 、DPC(Aldrich Co.);DMC(石油大学华生有限公司,使用前先精馏,后用 4A 分子筛干燥);甲基苯基磺酸酯(自制);其它均为分析纯试剂。

SMART CCD area-detector diffractometer;Agilent GC/MS(7890A/5975C)联用仪;Nicolet FTIR-470 型红外光谱仪(KBr 压片);WRS-1 A 数字熔点仪(温度计未经校正);Elementar Vario EL III 元素分析仪;GC-

2014(Shimadzu)气相色谱仪。

1.2 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ 的合成

在 100 mL 锥形瓶中分别加入 3.75 mmol $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 、7.5 mmol 70% 的苯磺酸以及 70 mL 甲苯,采用 Dean-Stark 分水器分水反应 5 h,然后趁热过滤,冷却,结晶,得白色固体粉末,收率 50.5% (以苯磺酸计)。m.p. 103~104 °C;IR (KBr, ν/cm^{-1}): (C 苯-H) 3 056.6, (C 饱和-H) 2927.5, (S=O) 1201.5、1 133.9、1 108.9, (Sn-O) 624.8, (Sn-C) 559.3; $\text{C}_{26}\text{H}_{28}\text{O}_8\text{S}_2\text{Sn}$ 元素分析实测值(%),计算值): C 48.23(47.95), H 4.36(4.33)。

1.3 晶体结构分析

白色固体粉末用氯仿-石油醚重结晶。大小为 0.10 mm×0.20 mm×0.30 mm 的晶体于 291 K 下,在 SMART CCD area-detector diffractometer 上,使用经石墨单色器单色化的 Mo $K\alpha$ 射线 (0.071 073 nm) 扫描。在 $1.4^\circ \leq \theta \leq 26.0^\circ$ 范围内收集 8 756 个衍射点,其中独立衍射点 2 563 个 ($R_{\text{int}}=0.050$),可观察衍射点 ($I>2\sigma(I)$) 2 350 个。晶体结构用 SHELXL-97 程序由直接法解出。确定氢原子的方法为理论计算方法。氢原子和非氢原子分别采用各向同性和各向异性热参数对结构进行全矩阵最小二乘法修正。残差因子为 $R_1=0.025\ 0$, $wR_2=0.063\ 4$, $w=1/[S^2(F_o^2)+(0.036\ 5P)^2+0.198\ 9P]$, 其中 $P=(F_o^2+2F_c^2)/3$, $S=1.098$; 最终差值 Fourier 图上的最大和最小残余峰分别为 330 和 $-480\ \text{e}\cdot\text{nm}^{-3}$ 。

CCDC:797467。

表 1 化合物的晶体学数据

Table 1 Crystallographic data of the complex

Empirical formula	$\text{C}_{26}\text{H}_{28}\text{O}_8\text{S}_2\text{Sn}$	μ (Mo $K\alpha$) / nm^{-1}	1.191
Formula weight	651.29	$F(000)$	660
Crystal system	Monoclinic	Reflections collected	8 756
Space group	$P2_1/c$	Independent reflections	2 563
a / nm	1.458 71(8)	Observed reflections ($I>2\sigma(I)$)	2 350
b / nm	1.178 21(8)	Refinement method	Full-matrix least squares on F^2
c / nm	0.758 18(4)	Number of parameters	175
β / °	92.393(2)	Goodness-of-fit on F^2	1.098
Volume / nm^3	1.301 92(13)	Final R indices ($I>2\sigma(I)$)	$R_1=0.025\ 0$, $wR_2=0.063\ 4$
Z	2	R indices (all data)	$R_1=0.028\ 0$, $wR_2=0.064\ 4$
D_c / ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	1.661	Residual diffraction max and min / ($\text{e}\cdot\text{nm}^{-3}$)	330, -480

1.4 酯交换反应及产品分析

在配备有温度计、氮气导管、恒压滴液漏斗和分馏柱的三口烧瓶中,氮气保护下,依次加入苯酚

和催化剂,并缓慢加热升温。当反应液的温度上升到 175 °C 时,开始滴加 DMC,DMC 3 h 加完后继续反应 5 h 结束。反应过程中,不断收集蒸馏出的甲醇

和 DMC 共沸物。

共沸物和反应产物用配备有 Rxi-5mx 毛细管柱和氢离子火焰检测器的 GC-2014 定量; 产物用 Agilent GC/MS(7890A/5975C)定性。

2 结果与讨论

2.1 化合物的合成

控制合适的反应条件, 使 Sn-C 键发生断裂反应是合成结构新颖的有机锡氧化物的有效方法^[13]。文献在研究 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 和 2-吡咯甲酸的反应时发现, 以干燥苯为溶剂得到三苄基锡 2-吡咯甲酸酯, 而以未经干燥处理的苯为溶剂得到断 Sn- CH_2Ph 键的六聚体一苄基锡氧 2-吡咯甲酸酯^[14]。本文以 70% 苯磺酸和 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 为原料, 在物质的量比为 1:1 的条件下反应, 没有得到一苄基锡氧苯磺酸酯, 也不是无 Sn- CH_2Ph 断键的三苄基锡苯磺酸酯, 而是得到了去苄基化产物二苄基锡苯磺酸酯。这可能与酸类型不同所导致的 Sn- CH_2Ph 断键反应机理不同有关。

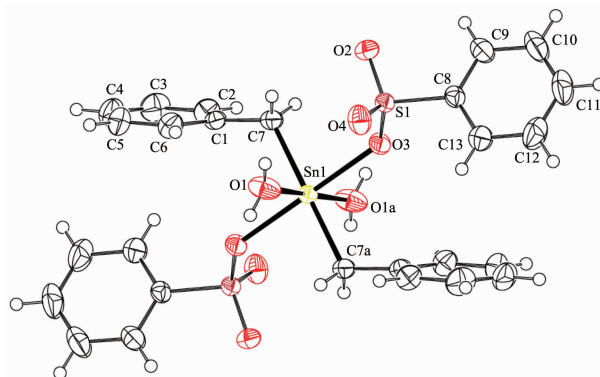
2.2 化合物的红外光谱分析

配位化合物中, 芳香不饱和 C-H 键的伸缩振动吸收峰为 $3\,056.6\text{ cm}^{-1}$, 饱和 C-H 键的为 $2\,927.5\text{ cm}^{-1}$ 。 $1\,201.5$ 、 $1\,133.9$ 和 $1\,108.9\text{ cm}^{-1}$ 处归属于硫酰基不对称和对称伸缩振动吸收峰^[10]。 624.8 cm^{-1} 归属于 Sn-O 的伸缩振动吸收峰。

2.3 化合物的晶体结构

化合物的主要键长和键角列于表 2, 化合物的

氢键列于表 3, 化合物分子结构见图 1, 化合物的晶胞图见图 2。



Symmetry codes: a: $1-x, 1-y, -z$

图 1 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ 的分子结构

Fig.1 Molecular structure of $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$

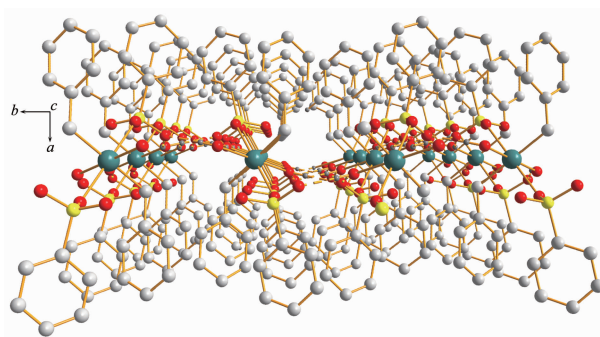


图 2 c 轴方向化合物的分子堆积图

Fig.2 Packing projection of the complex from the c axis

由晶体结构图 1 和结构数据表 2 可知, 每个锡原子与 2 个苄基的亚甲基、2 个水分子的氧原子以

表 2 化合物的重要键长与键角

Table 2 Selected bond lengths (nm) and angles ($^\circ$) for the complex

Sn(1)-O(1)	0.223 18(16)	Sn(1)-O(3)	0.226 00(14)	Sn(1)-C(7)	0.213 6(2)
O(1)-Sn(1)-O(3)	96.50(6)	O(1a)-Sn(1)-O(3)	83.50(6)	O(3)-Sn(1)-C(7)	85.74(7)
O(1)-Sn(1)-O(1a)	180.00	O(1)-Sn(1)-C(7)	89.20(7)	O(3)-Sn(1)-O(3a)	180.00
O(1)-Sn(1)-C(7a)	90.80(7)	O(3)-Sn(1)-C(7a)	94.26(7)	C(7)-Sn(1)-C(7a)	180.00

Symmetry codes: a: $1-x, 1-y, -z$.

表 3 化合物的氢键参数

Table 3 Structural parameters of hydrogen bonds for the complex

D-H $\cdots$ A	$d(\text{D-H}) / \text{nm}$	$d(\text{H}\cdots\text{A}) / \text{nm}$	$d(\text{D}\cdots\text{A}) / \text{nm}$	$\angle \text{DHA} / (^\circ)$
O(1)-H(1A) $\cdots$ O2(b)	0.081 (3)	0.202 (3)	0.279 7(2)	160(3)
O(1)-H(1B) $\cdots$ O2(d)	0.082 (3)	0.185 (3)	0.266 7(2)	173(3)
C(7)-H(7A) $\cdots$ O4(b)	0.097 00	0.253 00	0.347 0(3)	165.00
C(9)-H(9) $\cdots$ O(2)	0.093 00	0.252 00	0.289 4(3)	104.00

Symmetry codes: b: $1-x, 1-y, 1-z$; d: $1-x, 1/2+y, 1/2-z$.

及 2 个磺酸基相连,形成了六配位结构。化合物中, O(1)-Sn(1)-O(1a) 和 O(3)-Sn(1)-O(3a) 的键角均为 180.00° , 说明 O(1)、O(1a)、O(3)、O(3a) 以及 Sn(1) 5 个原子处在同一个平面上。O(1)-Sn(1)-O(3) 和 O(1a)-Sn(1)-O(3a) 的键角均为 $96.50(6)^\circ$, 略大于 90° , 两个角的一组边长 Sn(1)-O(3) 键长和 Sn(1)-O(3a) 为 $0.226\ 00(14)\text{ nm}$, 比同为 $0.223\ 18(16)\text{ nm}$ 的另一组边长 Sn(1)-O(1) 键长和 Sn(1)-O(1a) 键长略长, 这些表明 O(1)、O(1a)、O(3) 和 O(3a) 4 个氧原子组成的是平行四边形, 而 Sn(1) 则居于平行四边形的中心。在平行四边形的两侧, O(1)-Sn(1)-C(7) 和 O(1)-Sn(1)-C(7a) 的键角分别为 $89.20(7)^\circ$ 和 $90.80(7)^\circ$, 接近正八面体的 90° ; 而 O(3)-Sn(1)-C(7) 为 $85.74(7)^\circ$, 比正八面体键角偏小 4.26° , O(3)-Sn(1)-C(7a) 为 $94.26(7)^\circ$, 比正八面体键角偏大 4.26° , 这种空间排列决定了六配位锡原子为略有畸变的八面体。苄基上苯环的 6 个内角中, 与亚甲基相连的碳内角及其对位碳内角稍小于正六边形内角, 其余 4 个内角都略大于 120° ; 苯磺基上苯环的 6 个内角中, 与硫原子相连碳的两个邻位碳内角稍小于正六边形内角, 其余 4 个内角都略大于 120° , 且苯环的 6 个键长略有差距。化合物中的 S-O、S-C 以及 Sn-C 键长均为典型的共价键长, 而 Sn-O(苯磺基氧) 键长 (Sn(1)-O(3) 和 Sn(1)-O(3a) 键长为 $0.226\ 00(14)\text{ nm}$) 比正常的 Sn-O 共价键长 ($0.19\sim 0.21\text{ nm}$) 略长^[15], 说明 Sn-O(苯磺基氧) 键的成键电子云强烈地偏向氧原子, Sn 的正电性更突出, Lewis 酸性较强。

从顶端(垂直于 *ab* 平面)看, 化合物的分子堆积如图 2 所示。化合物中, 由于受配位水和硫酰基的影响形成了较多的氢键, 通过这些氢键将结构单元 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ 彼此连接, 从而构成了聚合结构。化合物中的氢键包括 2 种类型, 即配位

水与硫酰基氧形成的氢键, 以及碳氢键与硫酰基氧形成的氢键。从表 3 中氢键的参数看, 配位水与相邻分子中的硫酰基氧所形成的 2 个氢键略有差别: 氢键 O(1)-H(1A)⋯O(2) 的 O⋯O 和 H⋯O 键长分别为 $0.279\ 7(2)$ 和 $0.202(3)\text{ nm}$, 键角为 $160(3)^\circ$; 另外一个氢键 O(1)-H(1B)⋯O(2) 的 O⋯O 和 H⋯O 键长分别为 $0.266\ 7(2)$ 和 $0.185(3)\text{ nm}$, 键角为 $173(3)^\circ$ 。化合物中苄基的亚甲基与硫酰基形成氢键 C(7)-H(7A)⋯O(4), 其中 C⋯O 和 H⋯O 键长分别为 $0.347\ 0(3)$ 和 $0.253\ 00\text{ nm}$, 键角为 165.00° ; 苯磺基中的 1 个 C-H 键也与硫酰基形成氢键 C(9)-H(9)⋯O(2), 其中 C⋯O 和 H⋯O 键长分别为 $0.289\ 4(3)$ 和 $0.252\ 00\text{ nm}$, 键角为 104.00° 。

2.4 化合物的催化活性

碳酸二苄酯(DPC)是非光气法合成聚碳酸酯的原料, 其合成方法包括光气法、酯交换法和羰基合成法, 其中碳酸二甲酯(DMC)与苯酚的酯交换法被认为是 DPC 的绿色合成工艺。有机锡化合物在该反应中显示出了较高的催化活性^[9], 因此选择该反应作为模型反应, 评价了 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ 的催化性能, 并与其它几种有机锡化合物的活性进行了比较, 结果如表 2 所示。

$[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{OPh})\text{OSn}(n\text{-Bu})_2(\text{OPh})]_2$ 是 $n\text{-Bu}_2\text{SnO}$ 催化 DMC 和苯酚进行酯交换反应的实际催化剂, 具有梯形分子结构, 活性 Sn 为五配位, $0.211\ 2(6)\text{ nm}$ 的 Sn-O 键长为正常的 Sn-O 共价键长^[16], 且正丁基的“柔性”具有一定的位阻效应, 所以 DMC 的转化率仅 29.8%, 但酯交换选择性很高, 接近 100%。 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 是通过 μ -氧桥连三苄基锡而成的四配位结构, 尽管苄基的空间位阻较大, 但由于配位数较少, 同时 Sn-O 键中可能存在弱重键^[17], 所以 $[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$ 仍体现出了较高的催化活性, DMC

表 4 催化剂对 DMC 与苯酚酯交换反应的影响

Table 4 Effect of different catalysts on the transesterification of DMC and phenol

Catalyst	<i>X</i> (DMC) ^a / %	Yield / %		Transesterification selectivity / % ^c
		MPC ^b	DPC	
<i>n</i> -Bu ₂ SnO	29.8	27.6	2.2	>99.9
$[(\text{PhCH}_2)_3\text{Sn}]_2\text{O}$	44.1	27.8	16.3	>99.9
$[\text{Ph}_3\text{SnOS}(\text{O})_2\text{Ph}]_n$	7.2	6.7	0.2	95.8
$[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{OH})\text{OS}(\text{O})_2(p\text{-ClPh})]_2$	56.2	38.5	16.6	98.0
$(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$	55.8	36.9	18.9	>99.9

^a*X*(DMC) refers to the conversion of DMC; ^bMPC: methyl phenyl carbonate; ^cTransesterification selectivity refers to the sum of the selectivity of MPC and DPC; Reaction conditions: $n_{\text{DMC}}:n_{\text{phenol}}=1:2$, $n_{\text{catalyst}}:n_{\text{phenol}}=0.0113:1$, $t=8\text{ h}$ (including DMC dropping time 3 h), $T=150\sim 180\text{ }^\circ\text{C}$.

转化率达 44.1%。 $[\text{Ph}_3\text{SnOS}(\text{O})_2\text{Ph}]_n$ 为五配位的一维链状结构, 尽管 Sn-O 键长(0.228 2(2) nm)略长于 Sn-O 共价键长^[12], Sn 的 Lewis 酸性增强, 但由于 Sn 周围的 5 个苯基所形成的空间位阻很大, 阻碍了 Sn 与 DMC 羰基氧的配位活化, 所以活性很低, DMC 转化率仅 7.2%。 $[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(\text{OH})\text{OS}(\text{O})_2(p\text{-ClPh})]_2$ 为网状聚合结构, 活性 Sn 为六配位, 由于 Sn 原子上配位有 2 个磺基, Sn-O(磺基氧)键长达 0.255 3(5) nm^[10], 因而 Sn 的 Lewis 酸性更强, 活性更高, DMC 转化率 56.2%; 但催化剂的 Lewis 酸性过强, 易致碳酸酯脱羧分解, 因而酯交换选择性稍低。 $(\text{PhCH}_2)_2\text{Sn}(\text{OS}(\text{O})_2\text{Ph})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ 中活性 Sn 也为六配位, Sn-O(磺基氧)键长稍短, Lewis 酸性稍弱, 但由于配位水的位阻较小, 所活性仍然较高, DMC 转化率 55.8%; 同时稍低的 Lewis 酸性使酯交换选择性较高, 接近 100%。

参考文献:

- [1] DENG Yi-Fang(邓奕芳), CHEN Man-Sheng(陈满生), ZHANG Chun-Hua(张春华), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2009**, **25**(12):2229-2232
- [2] TIAN Lai-Jin(田来进), YANG Hong-Jin(杨红军), ZHENG Xiao-Liang(郑晓亮), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2009**, **25**(12):2229-2232
- [3] WANG Jian-Qiu(王剑秋), ZHANG Fu-Xing(张复兴), KUANG Dai-Zhi(邝代治), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2007**, **23**(5):871-874
- [4] TIAN Lai-Jin(田来进), SUN Yu-Xi(孙玉希), ZHENG Xiao-Liang(郑晓亮), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2006**, **22**(11):2031-2036
- [5] Otera J. *Acc. Chem. Res.*, **2004**, **37**(5):288-296
- [6] Orita A, Xian J N, Sakamoto K, et al. *J. Organomet. Chem.*, **2001**, **624**:287-293
- [7] Durand K, Sakamoto K, Fukuyama T, et al. *Organometallics*, **2000**, **19**(16):3220-3223
- [8] Sakamoto K, Ikeda H, Akashi H, et al. *Organometallics*, **2000**, **19**(16):3242-3248
- [9] Du Z P, Kang W K, Chen T, et al. *J. Mol. Catal. A: Chem.*, **2006**, **246**:200-204
- [10] DU Zhi-Ping(杜治平), LIU Liang(刘亮), WANG Gong-Ying(王公应), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2009**, **25**(12):2225-2228
- [11] ZHAO Jun(赵军). *J. Lanzhou University(Natural Sciences) (Lanzhou Daxue Xuebao)*, **2001**, **37**(5):72-75
- [12] DU Zhi-Ping(杜治平), YUAN Gong(袁刚), WANG Fei(王飞), et al. *J. Wuhan Inst. Tech. (Wuhan Gongcheng Daxue Xuebao)*, **2010**, **32**(7):15-18
- [13] Chandrasekhar V, Gopal K, Sasikumar P, et al. *Coord. Chem. Rev.*, **2005**, **249**:1745-1765
- [14] YIN Han-Dong(尹汉东), WANG Chuan-Hua(王传华), MA Chun-Lin(马春林). *Chinese J. Org. Chem. (Youji Huaxue Xuebao)*, **2003**, **23**(5):470-474
- [15] Huheey J E, Keiter E A, Keiter R L. *Inorganic Chemistry: Principle of Structure and Reactivity*. New York: Harper Collins College Publishers, **1993**:292-293
- [16] WANG Yue(王越), YAO Jie(姚洁), ZENG Yi(曾毅), et al. *Acta Chimica Sinica(Huaxue Xuebao)*, **2005**, **63**:603-611
- [17] FENG Yong-Lan(冯泳兰), KUANG Dai-Zhi(邝代治). *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **1998**, **14**(2):143-147