

两个有机锡对碘苯甲酸酯的合成、结构、热稳定性和除草活性

朱小明¹ 冯泳兰¹ 张复兴¹ 庾江喜¹ 蒋伍玖¹ 谭宇星¹ 张志坚² 邝代治^{*,1}

(¹ 衡阳师范学院化学与材料科学系, 功能金属有机材料湖南省普通高等学校重点实验室, 衡阳 421008)

(² 衡阳师范学院生命科学系, 衡阳 421008)

摘要: 在乙醇-苯溶剂中, 对碘苯甲酸分别与三苯基氢氧化锡、二丁基氧化锡反应, 合成了 2 个有机锡对碘苯甲酸酯, $\text{Ph}_3\text{Sn}(p\text{-I-C}_6\text{H}_4\text{O}_2)$ (**1**) 和 $\{[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(p\text{-I-C}_6\text{H}_4\text{O}_2)]_2\text{O}\}_2$ (**2**)。经 IR、¹H NMR、元素分析和 X 射线单晶衍射对配合物进行了表征。配合物 **1** 属三斜晶系, 空间群为 $P\bar{1}$, 中心锡原子与苯基碳原子、羧基氧原子构成畸型四面体, 并且分子间通过氢键和 $\text{C-I}\cdots\pi$ 共同作用形成二聚体结构; 配合物 **2** 属单斜晶系, 空间群为 $C2/c$, 配合物是以 Sn_2O_2 构成的平面四元环为中心的二聚体结构, 并且分子间通过 $\text{I}\cdots\text{I}$ 共同作用形成了一维链状结构。热重分析表明, 配合物 **1** 和 **2** 在 230 °C 以下具有良好的热稳定性。配合物 **1**、**2** 对杂草刺苋 (*Amaranthus spinosus*)、马齿苋 (*Portulaca oleracea*) 的抑制活性大于对农作物绿豆的影响, 且配合物 **1** 的抑制活性高于配合物 **2** 的抑制活性, 为刺苋、马齿苋除草剂研究提供了一种方法。

关键词: 有机锡对碘苯甲酸酯; 合成; 晶体结构; 热稳定性; 除草活性

中图分类号: O614.43² 文献标识码: A 文章编号: 1001-4861(2015)04-0761-06

DOI: 10.11862/CJIC.2015.085

Syntheses, Crystal Structures, Thermal Stability and Herbicidal Activity of Two Organotin 4-Iodobenzoates

ZHU Xiao-Ming¹ FENG Yong-Lan¹ ZHANG Fu-Xing¹ YU Jiang-Xi¹

JIANG Wu-Jiu¹ TAN Yu-Xing¹ ZHANG Zhi-Jian² KUANG Dai-Zhi^{*,1}

(¹Department of Chemistry and Material Science, Hengyang Normal University, Key Laboratory of Functional Organometallic Materials of Hengyang Normal University, College of Hunan Province, Hengyang, Hunan 421008, China)

(²Department of Life Science, Hengyang Normal University, Hengyang, Hunan 421008, China)

Abstract: The two organotin 4-iodobenzoates, $\text{Ph}_3\text{Sn}(p\text{-I-C}_6\text{H}_4\text{O}_2)$ (**1**) and $\{[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(p\text{-I-C}_6\text{H}_4\text{O}_2)]_2\text{O}\}_2$ (**2**) have been synthesized by the reaction of triphenyltin hydroxide and dibutyltin oxide with 4-Iodobenzoic acid in ethanol and benzene, respectively. IR, ¹H NMR, Elemental analysis and X-ray diffraction for the title complexes were presented. The crystal of complex **1** belongs to triclinic, space group $P\bar{1}$. The tin atom has a distorted tetrahedral geometry and the dimeric structure is formed by intermolecular hydrogen bonds and $\text{C-I}\cdots\pi$. The crystal of complex **2** belongs to monoclinic, space group $C2/c$. The dimer structure is shaped by one Sn_2O_2 planar four-membered ring and one-dimensional coordination polymer chain is formed by intermolecular $\text{I}\cdots\text{I}$ interaction. The thermal gravimetric analysis has showed that: the complexes **1** and **2** are stable below 230 °C. It is found that the inhibitory activity of compounds **1** and **2** on weeds *Amaranthus spinosus* and *Portulaca oleracea* are greater than the effect on crop mung bean, and inhibitory activity of the compound **2** is higher than **1**. It provides a method to

收稿日期: 2014-11-26。收修改稿日期: 2014-12-13。

湖南省自然科学基金(No.13JJ3112), 科技计划项目(No. 2013TZ2025, 2014NK3086, 2014FJ3060), 功能金属有机材料湖南省普通高校重点实验室开放基金(No.13K105, 14K014, 13K01-05, GN14K01), 衡阳市科技计划(No.2012KJ30), 衡阳师范学院青年骨干教师培养计划(2012)及科技项目(No.12C45)资助项目。

*通讯联系人。E-mail: hnkcq@qq.com; 会员登记号: S06N8374M1012。

study the herbicide for *Amaranthus spinosus* and *Portulaca oleracea*. CCDC: 1039846, **1**; 1039847, **2**.

Key words: organotin 4-iodobenzoate; synthesis; crystal structure; thermal stability; herbicidal activity

0 引言

有机锡羧酸酯具有较强的生物活性、丰富多样的结构特点以及广泛的用途,成为近年来合成化学、药物化学、材料化学关注的热点之一^[1-7],研究发现:有机锡羧酸酯的性能与锡相连的烃基、配体的结构及合成条件有关^[8-16]。苯甲酸及卤代苯甲酸作为含苯环的羧酸,具有抑制真菌、细菌、霉菌生长的作用,与有机锡的结合^[17],可以合成有机锡氟代^[18-20]、氯代^[21-23]和溴代^[24-25]苯甲酸酯,能够形成 μ_3 -O 氧桥二聚结构 $\text{Sn}-(\text{SnO})_2\text{-Sn}$, 且具有较强的体外抗肿瘤活性^[17,23]。但有机锡碘代苯甲酸酯配合物报道很少,最近本课题组报道了一个二正丁基锡邻碘苯甲酸酯配合物^[26],为了进一步揭示碘代苯甲酸有机锡配合物结构与性能的关系,本文用对碘苯甲酸分别与二丁基氧化锡和三苯基氢氧化锡反应,合成了 2 个有机锡对碘苯甲酸酯,通过元素分析、红外光谱、核磁共振谱和 X-射线单晶衍射表征结构。初步研究了配合物对农作物绿豆和杂草刺苋、马齿苋的抑制活性作用。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津 IR Prestige-21 红外光谱仪 (4 000~400 cm^{-1} , KBr), PE-2400 (II) 元素分析仪, Bruker SMART APEX II CCD 单晶衍射仪 (德国 Bruker 公司), X-4 双目体视显微熔点测定仪 (北京泰克仪器有限公司), Bruker Avance 400 核磁共振仪 (瑞士 Bruker 公司, TMS 为内标, CDCl_3 为溶剂), TG 209 F3 热重分析仪 (德国 Netzsch 公司), MGC-HP 智能型人工气候箱 (上海一恒科学仪器有限公司)。所有试剂均为化学纯。

1.2 配合物的合成

在 50 mL 圆底烧瓶中,加入 1 mmol 三苯基氢氧化锡或 1 mmol 二丁基氧化锡, 1 mmol 对碘苯甲酸,加入 10 mL 苯和 10 mL 无水乙醇,搅拌回流反应 4 h,冷却过滤,滤液室温放置 2 周,得标题配合物。

配合物 **1**: 棕黄色晶体 0.425 g, 产率 71.19 %, 熔

点: 154 ~156 $^{\circ}\text{C}$ 。元素分析 ($\text{C}_{25}\text{H}_{19}\text{IO}_2\text{Sn}$), 计算值 (%): C 50.29, H 3.21; 实测值 (%): C 50.18, H 3.36。IR (KBr, cm^{-1}): 1 630 (s, $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$), 1 393 (m, $\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$), 696 (m, $\nu(\text{Sn-O})$), 446 (w, $\nu(\text{Sn-C})$)。 ^1H NMR (CDCl_3 , 400 MHz), δ : 7.61~8.53 (m, 19H, Ar-H)。

配合物 **2**: 棕黄色晶体 0.340 g, 产率 69.67%, 熔点: 158~160 $^{\circ}\text{C}$ 。元素分析 ($\text{C}_{60}\text{H}_{88}\text{I}_4\text{O}_{10}\text{Sn}_4$), 计算值 (%): C 36.90, H 4.51; 实测值 (%): C 36.83, H 4.60。IR (KBr, cm^{-1}): 1 586、1 543 (s, $\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$), 1 400、1 356 (s, $\nu_{\text{s}}(\text{COO}^-)$), 635 (m, $\nu(\text{Sn-O})$), 459 (s, $\nu(\text{Sn-C})$)。 ^1H NMR (CDCl_3 , 400 MHz), δ : 7.702~7.903 (m, 16H, Ar-H), 0.785~1.706 (m, 72H, $8\times\text{-CH}_3$, $24\times\text{-CH}_2$)。

1.3 配合物的除草活性测试

参照文献^[27-28]实验方法,采用室内皿法,分别称取待测试样配合物 **1** 和 **2**,用 3 mL DMF 溶解,加入 1 滴吐温-80,蒸馏水稀释至 250 mL,制得浓度为 $150\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的待测溶液,再将此浓度的溶液分别稀释至 $50\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $100\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 待用。以刺苋、马齿苋、绿豆作为靶标。在直径 9 cm 的培养皿中,内置 2 层滤纸及已露出芽白的 10 粒待测种子,分别加入 5 mL 不同浓度的待测配合物的溶液作为培养液,蒸馏水做空白对照,恒温下每天光照 8 h,用蒸馏水保持培养皿的湿度,培养 6 d,测定植株根、茎的长度,重复 3 次平行试验,取其平均值,按下式计算被测试品对靶标的生长抑制率,结果为正说明配合物具有抑制作用,结果为负说明配合物具有促进作用。以 Inhibition rate 表示生产抑制率, d 表示空白平均长度 (mm), L 表示处理平均长度 (mm), 得公式: $\text{Inhibition rate}=(d-L)/d\times 100\%$ 。

1.4 晶体结构的测定

分别选取尺寸为 $0.19\text{ mm}\times 0.12\text{ mm}\times 0.10\text{ mm}$ (配合物 **1**) 和 $0.20\text{ mm}\times 0.17\text{ mm}\times 0.15\text{ mm}$ (配合物 **2**) 的晶体,在单晶衍射仪上,采用经石墨单色化的 $\text{Mo K}\alpha$ 射线 ($\lambda=0.071\ 073\text{ nm}$),于 296(2) K,以 $\varphi\sim\omega$ 扫描方式收集数据。全部数据经 Lp 因子和经验吸收校正。晶体结构由直接法解出,部分非氢原子坐标在随后的数轮差值 Fourier 合成中陆续确定,理论加氢法给出氢原子在晶胞中的位置坐标。对氢原

子和非氢原子分别采用各向同性和各向异性热参数进行全矩阵最小二乘法修正。全部结构分析计算工作采用 SHEXTL-97 程序^[29]系统完成。配合物 **1**、**2** 的晶体学数据列于表 1。

CCDC:1039845,**1**;1039846,**2**。

2 结果与讨论

2.1 晶体结构

从图 1 和结构参数可知,苯基和正丁基的空间效应不同,相同的对碘苯甲酸配体,在相同的反应

表 1 配合物晶体学数据

Table 1 Crystallographic data of the compounds

Compound	1	2
Empirical formula	C ₂₅ H ₁₉ IO ₂ Sn	C ₆₀ H ₈₈ I ₄ O ₁₀ Sn ₄
Formula weight	596.99	1 951.66
Crystal system	Triclinic	Monoclinic
Space group	$P\bar{1}$	$C2/c$
a / nm	1.202 61(12)	2.402 73(17)
b / nm	1.482 86(14)	1.649 77(11)
c / nm	1.506 69(14)	1.868 44(13)
α / (°)	67.770 0(10)	90
β / (°)	67.114 0(10)	94.847 0(10)
γ / (°)	85.618 0(10)	90
Volume / nm ³	2.283 5(4)	7.379 9(9)
Z	4	4
D_c / (Mg·m ⁻³)	1.737	1.757
Absorption coefficient / mm ⁻¹	2.488	3.059
$F(000)$	1 152	3 760
θ range for data collection / (°)	2.68 to 25.00	1.70 to 27.49
Limiting indices	$-14 \leq h \leq 14, -17 \leq k \leq 17, -17 \leq l \leq 17$	$-26 \leq h \leq 31, -21 \leq k \leq 19, -24 \leq l \leq 14$
Reflections collected / unique (R_{int})	23 222 / 7 989 (0.027 3)	22 086 / 8 319 (0.029 8)
Completeness to θ / %	99.5	98.3
Data / restraints / parameters	7 989 / 0 / 523	8 319 / 573 / 390
Goodness-of-fit on F^2	1.048	1.022
Final R indices ($I > 2\sigma(I)$)	$R_1=0.029\ 2, wR_2=0.077\ 6$	$R_1=0.057\ 0, wR_2=0.161\ 9$
R indices (all data)	$R_1=0.036\ 0, wR_2=0.081\ 5$	$R_1=0.108\ 9, wR_2=0.173\ 5$
Largest diff. peak and hole / (e·nm ⁻³)	651 and -1 534	1 198 and -837

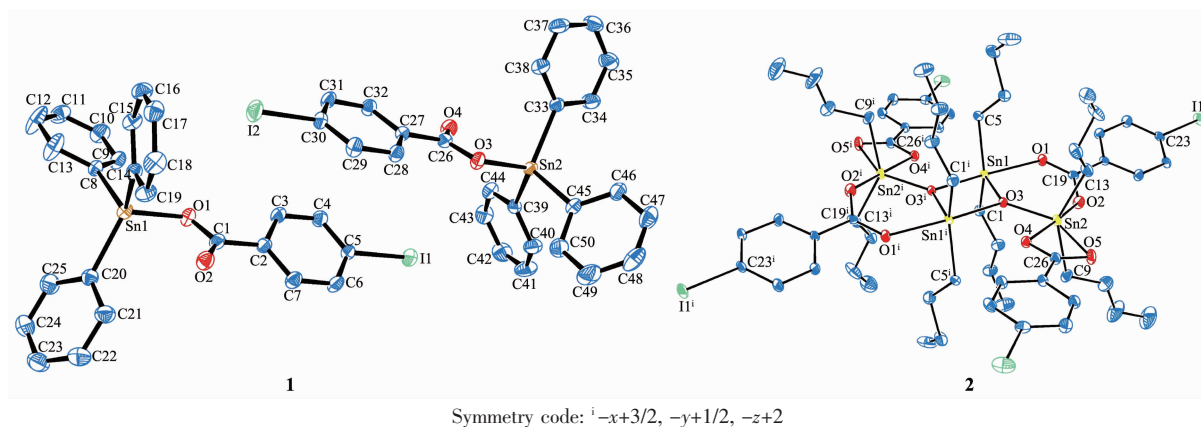


图 1 配合物的分子结构图

Fig.1 Molecular structure of the complexes with 20% probability ellipsoids

条件下,产生不同构型的配合物 **1** 和 **2**。

配合物 **1** 中每个独立结构包含 2 个分别与 Sn1 和 Sn2 配位环境相似的分子,Sn1 和 Sn2 分别与 3 个苯基碳及 1 个羧基氧原子相连形成的 Sn-C 键和 Sn-O 键长、以及 C、O 与 Sn 之间的键角均不相等,使得 Sn 与配基原子构成畸型四面体。在晶体结构中,2 个相邻分子之间存在 O $\cdots$ H 和 I $\cdots\pi$ 弱作用形成了二聚体,O4 $\cdots$ H32ⁱ 为 0.268 7(1) nm, $\angle$ C32ⁱ-H32ⁱ $\cdots$ O4 为 136.9(8)°。I2 $\cdots$ Cg(Cg 为苯环 C14-C19 的中心)距离为 0.372 0(0) nm,与文献所报道的弱作用力参数基本一致^[30-32]。

配合物 **2** 分子结构存在 1 个由氧原子桥联的 Sn₂O₂ 平面四元环,该环的中心就是分子的对称中心,桥联氧原子还与环外锡相连,构成 μ_3 -OSn₃,环外羧基与环的 Sn-O-Sn 链构成六元环。在环内锡为五

配位双角锥六面体,环外锡为六配位八面体构型,2 个不同羧基的 3 个氧原子分别以 2 种不同的形式与同一环外 Sn 原子配位。外环中 Sn-O 键的键长分别为 Sn2-O2 0.227 8(5) nm,Sn1-O1 0.226 3(4) nm,说明通过羧基的氧原子 O1 和 O2 以桥式双齿配位方式分别与环外锡 Sn2 和环内锡 Sn1 很好地键合,形成了六元环结构。环外羧基 2 个氧与外环锡 Sn2 形成的键长为 Sn2-O4 0.216 4(4) nm,Sn2 $\cdots$ O5 0.268 2 nm,Sn2 与 O5 的距离在分子内锡氧配位键的距离(0.261~0.302 nm)内,比 Sn 和 O 范德华半径之和 0.368 nm 要小得多^[33-34],说明 Sn2 $\cdots$ O5 弱作用很强;而邻碘苯甲酸的类似配合物 $\{[n\text{-Bu}_2\text{Sn}(o\text{-I-C}_6\text{H}_4\text{O}_2)]_2\text{O}\}_2$ ^[26]可能由于邻位碘比对位碘原子位阻大,使邻碘苯甲酸的羧基氧与锡原子成键受到影响,其环外锡 Sn1 与环外羧基 O4、O5 的距离分别为

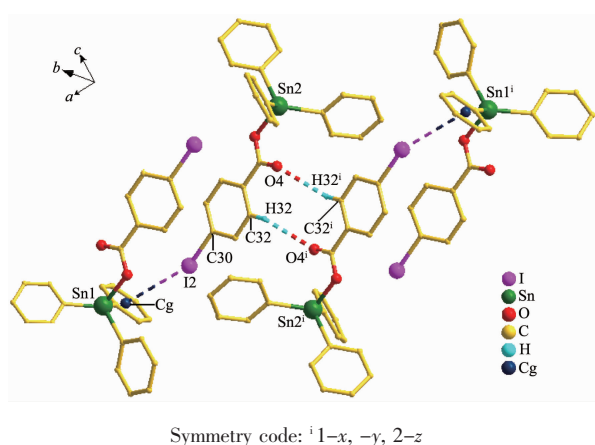
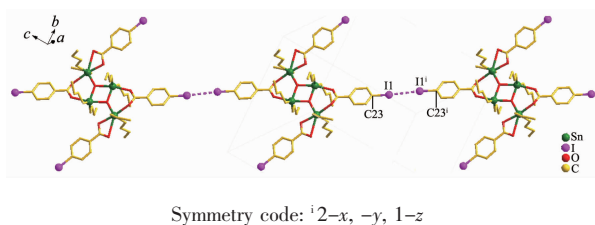
表 2 配合物的主要键长和键角

Table 2 Selected bond lengths (nm) and bond angles (°) of complexes **1** and **2**

1					
Sn1-O1	0.205 0(2)	I1-C5	0.209 8(3)	Sn2-C45	0.213 4(3)
Sn1-C20	0.212 5(3)	Sn2-O3	0.204 9(2)	Sn2-C39	0.212 4(3)
Sn1-C14	0.212 8(3)	Sn2-C33	0.212 3(3)	I2-C30	0.209 3(3)
Sn1-C8	0.213 8(3)				
O1-Sn1-C20	111.65(12)	C20-Sn1-C8	112.35(13)	C33-Sn2-C39	116.76(13)
O1-Sn1-C14	107.86(11)	C14-Sn1-C8	109.26(12)	O3-Sn2-C45	96.30(12)
C20-Sn1-C14	117.51(13)	O3-Sn2-C33	107.49(11)	C33-Sn2-C45	111.63(13)
O1-Sn1-C8	96.03(11)	O3-Sn2-C39	113.36(11)	C39-Sn2-C45	109.45(13)
2					
Sn1-O3	0.204 7(4)	Sn1-O1	0.226 3(4)	Sn2-O4	0.216 4(4)
Sn1-C5	0.212(3)	I1-C23	0.209 1(6)	Sn2-O2	0.227 8(5)
Sn1-C5A	0.211 9(15)	Sn2-O3	0.201 9(4)	I2-C30	0.208 2(7)
Sn1-C1	0.212 4(8)	Sn2-C13	0.210 3(8)	O3-Sn1 ⁱ	0.218 2(4)
Sn1-O3 ⁱ	0.218 2(4)	Sn2-C9	0.213 7(9)		
O3-Sn1-C5	112.2(10)	C1-Sn1-O3 ⁱ	97.3(3)	O3-Sn2-O4	83.01(16)
O3-Sn1-C5A	111.1(5)	O3-Sn1-O1	92.99(16)	C13-Sn2-O4	102.6(3)
O3-Sn1-C1	111.0(3)	C5-Sn1-O1	85.2(9)	C9-Sn2-O4	95.5(3)
C5-Sn1-C1	136.7(10)	C5A-Sn1-O1	84.7(4)	O3-Sn2-O2	90.77(17)
C5A-Sn1-C1	137.7(5)	C1-Sn1-O1	90.0(3)	C13-Sn2-O2	84.3(3)
O3-Sn1-O3 ⁱ	76.40(16)	O3 ⁱ -Sn1-O1	168.72(16)	C9-Sn2-O2	81.3(3)
C5-Sn1-O3 ⁱ	95.3(9)	O3-Sn2-C13	106.6(3)	O4-Sn2-O2	171.78(18)
C5A-Sn1-O3 ⁱ	95.5(4)	C13-Sn2-C9	141.9(4)	O3-Sn2-C9	108.6(3)
Sn1-O3-Sn1 ⁱ	103.60(16)	Sn2-O3-Sn1	132.39(18)	C19-O2-Sn2	132.0(5)
C19-O1-Sn1	132.0(5)	Sn2-O3-Sn1 ⁱ	123.56(18)		

Symmetry code: ⁱ -x+3/2, -y+1/2, -z+2

0.217 1, 0.303 9 nm, 大于 **2** 的相应键长 0.216 1(5), 0.268 2 (07) nm, 其环外羧基为单齿配位, 环外锡 Sn1 原子为五配位构型。这种中心锡与配位原子之间的键参数差异导致 **2** 形成变形多面体配合物。此外, 晶体堆积中通过桥联苯甲酸配位的碘原子与邻近另一分子的碘原子发生 $I1 \cdots I1^i$ 弱作用($I1 \cdots I1^i$ 距离为 0.380 1 nm), 形成了一维链状结构。配合物 **2** 的 $I1 \cdots I1^i$ 距离小于 2 个碘原子的范德华半径之和 (大约为 0.412 nm), 键角 $\angle C23-I1-I1^i$ 、 $\angle C23^i-I1^i-I1$ 均为 153.8° , 与文献所报道的卤键弱作用力参数基本一致^[35]。

图 2 配合物 **1** 的二聚体结构Fig.2 Dimeric structure of the complex **1**图 3 配合物 **2** 的一维链状结构Fig.3 One-dimensional chain of complex **2**

2.2 配合物的热稳定性研究

在空气氛下, 加热速度为 $20\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, 在 $40\sim 700\text{ }^\circ\text{C}$ 范围研究配合物 **1**、**2** 的热稳定性。结果如图 4 所示。**1**、**2** 分别在 $40\sim 230\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $40\sim 240\text{ }^\circ\text{C}$, 几乎没有失重。配合物 **1** 在 $230\sim 600\text{ }^\circ\text{C}$ 出现明显失重, 总计 73.04 %, 对应于配合物分子失去 3 个苯基和 1 个对碘苯甲酸配体; 配合物 **2** 在 $240\sim 530\text{ }^\circ\text{C}$ 出现明显失重, 总计 67.46 %, 对应于配合物分子失去 4 个丁基和 4 个对碘苯甲酸配体。而后, 配合物 **1**、**2** 基本没有出现失重, 最后分别稳定在 25.23 % 和 30.89 %, 残余物可被假定为 SnO_2 , 分别与 25.29 % 和 30.95 % 的计算值吻合。结果表明, 配合物 **1**、**2** 分别在 $230\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $240\text{ }^\circ\text{C}$ 以下可以稳定存在。

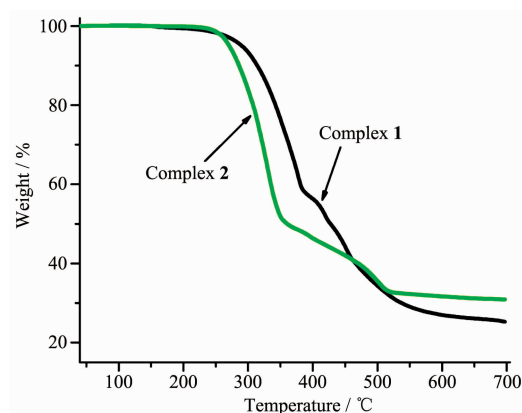


图 4 配合物的 TG 曲线

Fig.4 TG curves of the complexes

2.3 除草活性研究

从表 3 可知, 配合物 **1** 和 **2** 对农作物杂草刺苋、马齿苋及农作物绿豆均显示出一定的生物活性, 且杂草及农作物的抑制作用随有机锡配合物的浓度增大而增强。在同一浓度下, 配合物 **1**、**2** 对杂草的抑制作用大于对农作物绿豆的抑制作用。且配合物 **1** 在较低浓度 $50\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 时, 对杂草刺苋、马齿

表 3 标题配合物对刺苋、马齿苋和绿豆生长抑制活性数据

Table 3 Preliminary bioassay of the title compounds against *Amaranthus spinosus*, *Portulaca oleracea* and mung bean

Compound	Concentration / ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	Inhibition rate / %					
		<i>Amaranthus spinosus</i>		<i>Portulaca oleracea</i>		Mung bean	
		Stem	Root	Stem	Root	Stem	Root
1	50	100	100	100	100	40	20
	100	100	100	100	100	45	37
	150	100	100	100	100	100	100
2	50	47	71	33	17	9	7
	100	69	86	48	26	49	12
	150	100	100	51	54	57	29

芑的茎、根生长抑制率达 100%,而对绿豆生长抑制率茎仅为 40%,根为 20%。但当配合物 **1** 浓度达到 $150 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 时,对刺芑、马齿芑、绿豆的抑制率茎均为 100%,显然,配合物 **1** 在这个浓度下对农作物绿豆有较大影响。配合物 **2** 对杂草的抑制效果不如配合物 **1** 效果明显;配合物 **2** 当浓度达到 $150 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$,对草刺芑的抑制率为 100%,而对马齿芑抑制率茎为 51%、根为 54%,对绿豆抑制率较高,茎为 57%、根为 29%。

因此,配合物 **1** 在较低的浓度下对杂草刺芑、马齿芑的生长具有很强的抑制活性,而对绿豆的抑制率较小,可供农作物除草剂开发应用。

参考文献:

- [1] Vieira F T, Lima G M D, Maia J R D S, et al. *Eur. J. Med. Chem.*, **2010**,**45**(3):883-889
- [2] Etaiw S E D H, Sultan A S, Bendary M M E. *J. Organomet. Chem.*, **2011**,**696**(8):1668-1676
- [3] Hanif M, Hussain M, Ali S, Bhatti M H, et al. *Polyhedron*, **2010**,**29**(1):613-619
- [4] Yin H D, Hong M, Yang M L, et al. *J. Mol. Struct.*, **2010**, **984**:383-388
- [5] Du D F, Jiang Z J, Liu C, et al. *J. Organomet. Chem.*, **2011**, **696**(13):2549-2558
- [6] Sirajuddin M, Ali S, Haider Ali, et al. *Polyhedron*, **2012**,**40** (1):19-31
- [7] Deblitz R, Hrib C G, Plenikowski G, et al. *Inorg. Chem. Commun.*, **2012**,**18**:57-60
- [8] YU Jiang-Xi(庾江喜), KUANG Dai-Zhi(邝代治), FENG Yong-Lan(冯泳兰), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.*(无机化学学报), **2013**,**29**(12):2688-2694
- [9] FENG Yong-Lan(冯泳兰), YU Jiang-Xi(庾江喜), KUANG Dai-Zhi(邝代治), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.*(无机化学学报), **2012**,**28**(8):1629-1634
- [10] TIAN Lai-Jin(田来进), SUN Yu-Xi(孙玉希), ZHENG Xiao-Liang(郑晓亮), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.*(无机化学学报), **2006**,**22**(11):2031-2036
- [11] WANG Yan-Hua(王艳华), DU Xi-Guang(杜锡光), WU Xiao-Yan(吴晓燕), et al. *Chem. J. Chinese Universities*(高等学校化学学报), **2008**,**29**(9):1781-1785
- [12] WANG Jian-Qiu(王剑秋), KUANG Dai-Zhi(邝代治), ZENG Rong-Ying(曾荣英), et al. *Chinese J. Struct. Chem.*(结构化学), **2007**,**26**(6):674-678
- [13] GAO Zhong-Jun(高中军), LIU Guang-Jun(刘广军), ZHAO Guang-Wang(赵广旺), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.*(无机化学学报), **2012**,**28**(2):386-390
- [14] ADAMA Moussa Sakho(阿达玛), DU Da-Feng(杜大峰), ZHU Dong-Sheng(朱东升), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.*(无机化学学报), **2011**,**27**(1):107-113
- [15] ZHANG Fu-Xing(张复兴), WANG Jian-Qiu(王剑秋), KUANG Dai-Zhi(邝代治), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.*(无机化学学报), **2009**,**25**(2):213-217
- [16] ZHANG Fu-Xing(张复兴), WANG Jian-Qiu(王剑秋), KUANG Dai-Zhi(邝代治), et al. *Chinese J. Struct. Chem.*(结构化学), **2010**,**29**(10):1529-1535
- [17] Willem R, Bouhdid A, Mahieu B, et al. *J. Organomet. Chem.*, **1997**,**531**:151-158
- [18] Holmes R R, Day R O, Chandrasekhar V, et al. *Inorg. Chem.*, **1986**,**25**:2490-2494
- [19] Narula S P, Bharadwa S K, Sharda Y. *Organometallics*, **1992**,**11**:2206-2211
- [20] WANG Ru-Ji(王如骥), WANG Hong-Gen(王宏根), YAO Xin-Kan(姚心侃), et al. *Acta Chim. Sinica*(化学学报), **1989**,**47**:209-215
- [21] Gielen M, Khloufi A E, Biesemans M, et al. *Organometallics*, **1994**,**13**:2849-2854
- [22] Gielen M, Biesemans M, Khloufi A E, et al. *J. Fluorine Chem.*, **1993**,**64**:279-291
- [23] Gielen M, Tiekink E R T, Bouhdid A, et al. *Appl. Organomet. Chem.*, **1995**,**9**:639-648
- [24] Ng S W, Das V G K. *J. Organomet. Chem.*, **1989**,**377**:221-225
- [25] Ng S W, Das V G K. *J. Organomet. Chem.*, **1990**,**393**(2):201-205
- [26] CHEN Jia(陈佳), JIANG Wu-Jiu(蒋伍玖), KUANG Dai-Zhi(邝代治). *J. Hengyang Normal University*(衡阳师范学院学报), **2011**,**32**(6):168-172
- [27] LI Yuan-Xiang(李元祥), YAN Xiao-Hong(晏小红), CHEN Di-Zhao(陈迪钊), et al. *Chinese J. Org. Chem.*(有机化学), **2013**,**33**(7):1490-1495
- [28] HUANG Ming-Zhi(黄明智), CHENG Pi(程辟), HUANG Ke-Long(黄可龙), et al. *Chinese J. Org. Chem.*(有机化学), **2005**,**25**(8):949-953
- [29] Sheldrick G M. *SHELXTL-97, Program for Crystal Structure Analysis*, Göttingen, University of Göttingen, Germany, **1997**.
- [30] Yin Z M, Wang W Y, Du M, et al. *CrystEngComm*, **2009**, **11**:2441-2446
- [31] Shishkin O V. *Chem. Phys. Lett.*, **2008**,**458**:96-100
- [32] Schollmeyer D, Shishkin O V, Rühl T, et al. *CrystEngComm*, **2008**,**10**:715-723
- [33] Molloy K C, Purcell T G, Quill K, et al. *J. Organomet. Chem.*, **1984**,**267**(3):237-247
- [34] ZHANG Qing-Fu(张庆富). *Master's Thesis of Liaocheng University*(聊城大学硕士论文). **2009**.
- [35] FAN Ya-Juan(樊亚娟). *Master's Thesis of Zhengzhou University*(郑州大学硕士论文). **2011**.