

基于柔性多羧酸配体 H₃TCOPM 构筑的 Co(II)配合物的合成与结构

曹玲玲 俞 慧 聂爱杨 袁爱华*

(江苏科技大学环境与化学工程学院, 镇江 212003)

摘要: 以三苯甲烷-4,4',4''-三羧酸(H₃TCOPM)为主配体,以含氮二齿配体 4,4'-bipyridine (4,4'-bipy)为辅助配体,与 Co(NO₃)₂·6H₂O 通过溶剂热反应得到了 2 个配位聚合物 {[Co₂(α-OH-TCOPM)(OH)(H₂O)₄]·DMF}_n (**1**)(α-OH-H₃TCOPM=三苯甲醇-4,4',4''-三羧酸)和 {[Co₃(α-OH-TCOPM)₂(4,4'-bipy)₃(H₂O)₆]·2H₂O}_n (**2**)。晶体结构分析表明,配合物 **1** 为四边形的二维层状结构,而配合物 **2** 为二维网状结构。采用红外光谱、粉末 X 射线衍射对配合物进行了表征,用热重分析仪研究了其热稳定性。

关键词: 配位聚合物; 三苯甲烷-4,4',4''-三羧酸; Co(II); 溶剂热法; 结构

中图分类号: O614.81·2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4861(2016)10-1809-07

DOI: 10.11862/CJIC.2016.206

Syntheses and Structures of Co(II) Complexes Based on a Flexible Polycarboxylic Ligand H₃TCOPM

CAO Ling-Ling YU Hui NIE Ai-Yang YUAN Ai-Hua*

(School of Environmental and Chemical Engineering, Jiangsu University of
Science and Technology, Zhenjiang, Jiangsu 212003, China)

Abstract: Two new coordination polymers {[Co₂(α-OH-TCOPM)(OH)(H₂O)₄]·DMF}_n (**1**) (α-OH-H₃TCOPM=tris(*p*-carboxyphenyl)methanol) and {Co₃(α-OH-TCOPM)₂(4,4'-bipy)₃(H₂O)₆]·2H₂O}_n (**2**) (4,4'-bipy=4,4'-bipyridine) were synthesized by using triphenylmethane-4,4',4''-tricarboxylic acid (H₃TCOPM), Co(NO₃)₂·6H₂O and N-donor ligands (4,4'-bipy) through the solvothermal reaction. X-ray crystallography analysis reveals that **1** exhibited a quadrilateral 2D layered structure, while **2** showed a 2D net structure. Both complexes were also characterized by infrared spectra and powder X-ray diffraction, and their thermal stabilities were studied. CCDC: 1497592, **1**; 1497591, **2**.

Keywords: coordination polymers; triphenylmethane-4,4',4''-tricarboxylic acid; Co(II); solvothermal reaction; structure

0 引 言

配位聚合物(coordination polymer, CP)是指金属离子中心和有机配体通过配位键或其它弱作用力而形成的周期性无限网络体系^[1-2]。这类化合物具有丰富的拓扑结构、较高的比表面积、结构的可设计性和可剪裁性、热稳定性高、易功能化等特性^[4-8],使其在气体存储、吸附、手性拆分、荧光、电化学、催化材料和分子磁体等方面都有着广泛的应用^[9-16]。

多羧基配体以其丰富的配位模式和较强的配位能力为合成大量结构新颖、性质独特的配位聚合物提供了条件,近年来成为科学家们研究的重点^[17-18]。羧酸配体可以根据其配体自身的柔韧程度将其分为刚性羧酸配体和柔性羧酸配体。与刚性羧酸配体不同的是,柔性羧酸配体在配合物合成过程中可以根据配位环境的变化采取不同的配位模式和配位构型。2012 年,郑和根课题组^[19]首次采用了柔性多羧酸配体三苯甲烷-4,4',4''-三羧酸

收稿日期:2016-05-12。收修改稿日期:2016-08-09。

国家自然科学基金(No.51272095)资助项目。

*通信联系人。E-mail: aihua.yuan@just.edu.cn

(H₃TCOPM)与过渡金属进行自组装,得到了 5 个具有不同拓扑结构的配位聚合物,并对部分配合物进行了吸附-脱附和荧光性质研究。随后,又用过渡金属盐 Co(NO₃)₂·6H₂O 和 H₃TCOPM 反应合成了 {Co₃(TCOPM)₂(H₂O)₂·17H₂O}_n, 并对其荧光性质进行了研究^[20]。

基于上述思想,我们选用 H₃TCOPM 配体,研究含有该配体的配合物的合成规律及拓扑结构。H₃TCOPM 可以看作是均苯三甲酸的扩张,独特地方为其中心碳原子有一定的自由度,可以自由旋转,另外 H₃TCOPM 中 3 个羧基丰富的配位模式为构筑结构新颖的拓扑结构提供了条件。本文以 H₃TCOPM 为主配体,含氮二齿配体 4,4'-bipy 为辅助配体,与 Co(NO₃)₂·6H₂O 通过溶剂热反应得到 2 个新型配位聚合物 {Co₂(α-OH-TCOPM)(OH)(H₂O)₄·DMF}_n (**1**) 和 {Co₃(α-OH-TCOPM)₂(4,4'-bipy)₃(H₂O)₆·2H₂O}_n (**2**),解析了配合物的晶体结构,并利用红外光谱、X 射线衍射和热重对其进行了分析。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

除特别注明外,实验中所用试剂均为市售分析纯,未经进一步提纯,实验中的用水均为自制二次蒸馏水。多羧酸配体 H₃TCOPM 按文献方法合成^[21-22]。单晶结构测定采用 Bruker 公司的 SMART APEX II X 射线单晶衍射仪。粉末 X 射线衍射测试在日本岛津 XRD-6000 型衍射仪上进行,测试条件: Cu Kα 辐射(λ=0.154 nm),管压 40 kV,管流 30 mA,扫描模式 θ-2θ 连续扫描,测定范围 5°~50°,速率 6°·min⁻¹。红外光谱在 Nicolet FT-1703X 红外光谱仪上测定,采用 KBr 压片,测试范围为 4 000~400 cm⁻¹。热重分析采用 PE 公司的 Perkin-Elmer Diamond 热分析仪,实验条件: N₂ 保护,温度范围 25~800 °C,升温速率 15 °C·min⁻¹。

1.2 配合物的合成

配合物 {Co₂(α-OH-TCOPM)(OH)(H₂O)₄·DMF}_n (**1**): 将 0.1 mmol H₃TCOPM、0.1 mmol 2,2'-bipy 和 0.1 mmol Co(NO₃)₂·6H₂O 加入到 9 mL DMF 和 3 mL H₂O 的混合溶剂中,搅拌至全部溶解,将混合液加入到含 20 mL 内衬的不锈钢反应釜中,85 °C 条件下反应 48 h 后,自然降温,得到紫色透明块状晶体,产率约为:68%(以 Co 计算)。元素分析按 C₂₅H₂₉O₁₃NCo₂ 计算值(%):C,44.82;H,4.33;N,2.09。实验值(%):C,44.75;H,4.37;N,2.12。

配合物 {Co₃(α-OH-TCOPM)₂(4,4'-bipy)₃(H₂O)₆·2H₂O}_n (**2**): 将 0.1 mmol H₃TCOPM、0.1 mmol 4,4'-bipy 和 0.1 mmol Co(NO₃)₂·6H₂O 加入到 9 mL 乙腈和 3 mL H₂O 的混合溶剂中,搅拌至全部溶解,将混合液加入到含 20 mL 内衬的不锈钢反应釜中,85 °C 条件下反应 72 h 后,自然降温,得到紫色透明片状晶体,产率约为:59%(以 Co 计算)。元素分析按 C₇₄H₇₀O₂₄N₆Co₃ 计算值(%):C,55.36;H,4.36;N,5.24。实验值(%):C,54.98;H,4.34;N,5.22。

1.3 配合物的晶体结构测定

选取配合物 **1** 和 **2** 的单晶在 Bruker Smart APEX II 单晶 X 射线衍射仪上进行测试,晶体尺寸分别为:0.28 mm×0.24 mm×0.22 mm 和 0.28 mm×0.21 mm×0.08 mm。采用石墨单色化的 Mo Kα 射线(λ=0.071 073 nm),在 293 K、N₂ 保护下用 φ-ω 扫描方式收集数据,用 SAINT 和 SADABS 软件对所收集数据进行还原和吸收校正^[23-24],用 SHELXS-97 解析结构并用 SHELXL-97 软件对晶体结构进行全矩阵最小二乘法精修^[25-27]。α-OH-TCOPM 配体、4,4'-bipy 配体和 DMF 上的氢原子通过理论加氢方法确定,水分子上的氢原子在差值傅里叶图中找到,并进行各项同性精修。配合物 **1** 和 **2** 的晶体学数据和精修参数见表 1,主要的键长和键角见表 2 和 3。

CCDC:1497592,1;1497591,2。

表 1 配位聚合物 **1** 和 **2** 的晶体学数据和精修参数

Table 1 Crystal data collection and refinement parameters for complexes **1** and **2**

Complex	1	2
Formula	C ₂₅ H ₂₉ O ₁₃ NCo ₂	C ₇₄ H ₇₀ O ₂₄ N ₆ Co ₃
Crystal system	Triclinic	Triclinic
Space group	<i>P</i> $\bar{1}$	<i>P</i> $\bar{1}$
<i>a</i> / nm	1.160 90(16)	1.073 3(3)
<i>b</i> / nm	1.258 65(18)	1.148 5(3)
<i>c</i> / nm	1.452 45(12)	1.542 9(2)

续表 1

$\alpha / (^{\circ})$	113.500(3)	94.78(2)
$\beta / (^{\circ})$	99.203(2)	91.029(2)
$\gamma / (^{\circ})$	93.993(2)	98.309(3)
V / nm^3	1.900 2(4)	1.974 5(8)
$D_c / (\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	1.170	1.421
Z	2	1
μ / mm^{-1}	0.92	0.74
$F(000)$	688	829
Total, unique	17 746, 8 300	35 569, 8 177
Observed $[I > 2\sigma(I)]$	6 378	5 305
$R_1, wR_2 [I > 2\sigma(I)]$	0.054 5, 0.120 5	0.050 8, 0.099 5
R_1, wR_2 (all data)	0.072 1, 0.123 9	0.097 7, 0.107 9
GOF	1.054	1.069

表 2 配合物 1 的部分键长(nm)和键角($^{\circ}$)Table 2 Selected bond distances (nm) and bond angles ($^{\circ}$) for complex 1

Co1-O1	0.200 88(19)	Co1-O7	0.216 62(19)	Co2-O7	0.197 37(18)
Co1-O3	0.212 2(2)	Co2-O2	0.221 3(2)		
Co1-O6	0.231 9(2)	Co2-O4	0.230 30(19)		
O1-Co1-O6	142.67(8)	O2-Co2-O3W	165.37(8)	O2-Co2-O7	96.82(7)
O3-Co1-O6	99.07(8)	O2-Co2-O4W	83.43(8)	O3W-Co2-O7	89.81(8)
O1W-Co1-O6	68.06(8)	O2-Co2-O4	102.59(8)	O4-Co2-O7	107.74(8)
O2W-Co1-O6	69.31(8)	O3W-Co2-O4	80.39(8)	O4W-Co2-O7	169.70(8)
O6-Co1-O7	112.57(7)	O4W-Co2-O4	80.39(8)		

表 3 配合物 2 的部分键长(nm)和键角($^{\circ}$)Table 3 Selected bond distances (nm) and bond angles ($^{\circ}$) for complex 2

Co1-N1	0.211 9(2)	Co2-O3 ⁱⁱⁱ	0.203 0(2)	Co3-O3W	0.216 4(2)
Co1-O1	0.211 5(2)	Co2-N2	0.216 1(2)	Co3-O4W	0.216 8(2)
Co1-O1W	0.219 2(2)	Co2-O2W	0.2187(2)	Co3-N3	0.220 9(2)
N1-Co1-O1	88.52(9)	N2-Co2-N2 ^v	180.0	O3W-Co3-O3W ^{vi}	180.0
N1-Co1-O1 ⁱⁱ	91.48(9)	N2-Co2-O2W	88.74(8)	O3W-Co3-N3	90.74(9)
N1-Co1-O1W	92.51(8)	N2 ^v -Co2-O2W	88.74(8)	N3-Co3-N3 ^{vi}	180.0
N1 ⁱⁱ -Co1-O1W	87.49(8)	O3 ⁱⁱⁱ -Co2-N2	91.38(9)	O3W-Co3-O4W	85.79(8)
O1-Co1-O1W	92.51(8)	O3 ⁱⁱⁱ -Co2-O2W	180.0	O4W-Co3-N3	88.35(8)
O1 ⁱⁱ -Co1-O1	180.0	O3 ⁱⁱⁱ -Co2-O3 ^{iv}	180.0	O4W ^{vi} -Co3-O4W	180.0

Symmetry codes: ⁱⁱ $-x+2, -y, -z$; ⁱⁱⁱ $-x+1, -y, -z+1$; ^{iv} $x, y+1, z$; ^v $-x+1, -y+1, -z+1$; ^{vi} $-x+1, -y+1, -z+2$.

2 结果与讨论

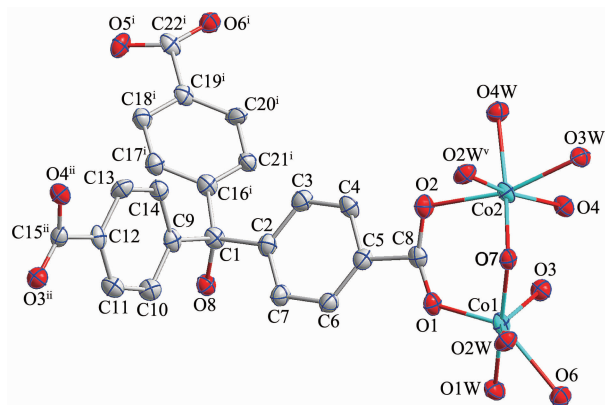
2.1 配合物 1 和 2 的晶体结构

单晶 X 射线衍射分析表明,配合物 1 属于三斜晶系,空间群为 $P\bar{1}$ 。如图 1 所示,该配合物的不对称基本单元包括 3 个 Co²⁺离子、2 个 α -OH-TCOPM 配

体、1 个羟基配体、4 个配位水分子和 2 个溶剂 DMF 分子。其中,Co1 和 Co2 都处于六配位的畸变八面体环境中,Co1 分别和 3 个 α -OH-TCOPM 配体中的 3 个氧原子和 3 个水分子中的 3 个氧原子配位,Co1-O 键长范围为 0.200 88(19)~0.231 9(2) nm。Co2 分别和 2 个 α -OH-TCOPM 配体中的 2 个氧原子和

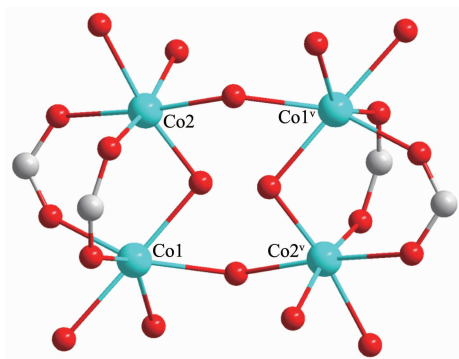
4 个水分子中的 4 个氧原子配位, Co2-O 键长范围为 0.197 37(18)~0.230 30(19) nm。在配合物合成过程中, H_3TCOPM 转变为 $\alpha\text{-OH-TCOPM}$, 这是由于该配体中的中心碳原子上的氢较为活泼, 在溶剂热反应过程中发生了原位取代反应。在碱性条件下, 中心碳原子上的氢原子容易脱去, 在配合物形成过程中又从溶剂中捕获了一个氢氧根, 这种现象为合成丰富多彩的拓扑结构提供了条件^[28], 下文中出现的 $\alpha\text{-OH-TCOPM}$ 均为此类反应获得的。如图 2 所示, Co 原子通过羟基桥联形成了 Co_4 簇, Co_4 簇进一步和具有 3-连接点的 $\alpha\text{-OH-TCOPM}$ 配体交替相连, 形成了具有(3,4)连接的四边形 2D 双层结构, 如图 3 和 4 所示。可以看出, 该二维层为带有一维孔洞的层状结构。

单晶 X 射线衍射分析表明, 配合物 **2** 属于三斜晶系, 空间群为 $P\bar{1}$ 。如图 5 所示, 该配合物的不对称

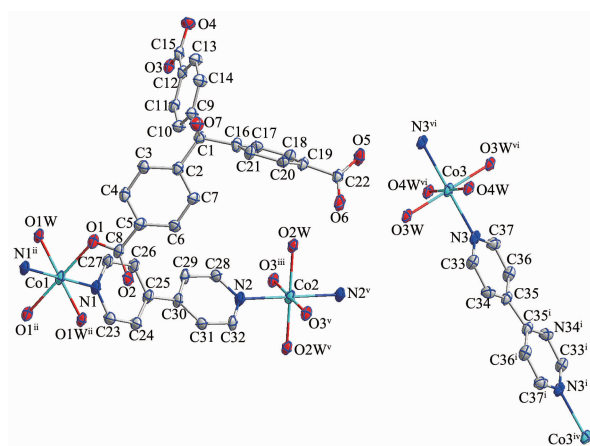


Hydrogen atoms and solvent molecules are omitted for clarity and thermal ellipsoids are presented at the 30% probability level; Symmetry codes: ⁱ $x, y-1, z-1$; ⁱⁱ $x, y-1, z$; ^v $-x, -y+1, -z+1$

图 1 配合物 **1** 的 ORTEP 图
Fig.1 ORTEP diagram of the complex **1**



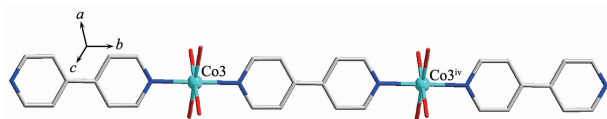
结构(图 7),二者在 ac 面上形成了一种相互贯穿的结构新颖的二维波浪型层状结构(图 8)。



Hydrogen atoms and solvent molecules are omitted for clarity and thermal ellipsoids are presented at the 30% probability level; Symmetry codes: $i: -x+1, -y+2, -z+2$; $ii: -x+2, -y, -z$; $iii: -x+1, -y, -z+1$; $iv: x, y+1, z$; $v: -x+1, -y+1, -z+1$; $vi: -x+1, -y+1, -z+2$

图 5 配合物 2 的 ORTEP 图

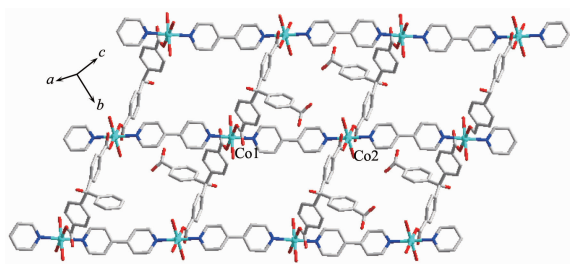
Fig.5 ORTEP diagram of the complex 2



All hydrogen atoms and water molecules were omitted for clarity; Symmetry codes: $iv: x, y+1, z$

图 6 配合物 2 中的 1D 链状结构

Fig.6 One dimensional rod structure of complex 2

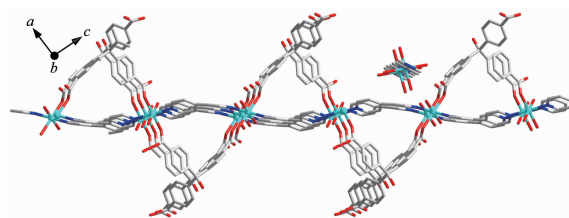


All hydrogen atoms and water molecules were omitted for clarity

图 7 配合物 2 的二维层状结构

Fig.7 View of the 2D layered structure of 2

在配合物 1 和 2 中,配体 α -OH-TCOPM 中羧基的配位方式有所不同。如图 9(a)所示,配合物 1 中 α -OH-TCOPM 配体中的 3 个羧基脱质子变为酸根形式,其中 2 个羧基采用双齿桥联配位模式,另一个羧基采用单齿配位模式。配合物 2 中的 α -OH-TCOPM 配体配位模式相同,3 个羧基均脱质子变为酸根形式,且均采用单齿配位模式。从两者结构比



All hydrogen atoms and water molecules were omitted for clarity

图 8 配合物 2 平行于 ac 面的结构图

Fig.8 View of the structure parallel to ac plane of 2

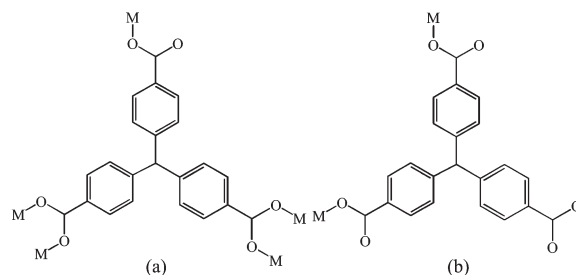


图 9 羧酸配体 α -OH-TCOPM 的配位模式

Fig.9 Coordination modes of the tricarboxylic acid ligand α -OH-TCOPM

较可以看出,配合物 1 中的羧酸配体为 3 连接点,2 个 α -OH-TCOPM 配体和 Co_4 簇相连而形成双层二维结构。而在配合物 2 中的羧酸配体为 2 连接点,将 $Co \cdots 4,4'$ -bipy 链和 $Co \cdots dpe$ 链连接而形成单层二维网状结构。此外,含氮配体对配合物的结构有着明显影响。配合物 1 的合成过程中加入了 2,2'-bipy,但该配体并没有参与配位,这可能是由于螯合含氮配体 2,2'-bipy 的位阻较大,无法与 TCOPM 配体同时占据 Co^{2+} 的配位点。在控制实验中,如不加 2,2'-bipy 则得不到配合物 1,这可能是由于 2,2'-bipy 对溶液的酸碱性的有着一定影响。在配合物 2 合成过程中,选用了直线型含氮配体 4,4'-bipy 与 α -OH-TCOPM 配体在不同方向上与 Co 中心配位,进而形成平行四边形的二维网状结构。

2.2 粉末 X 射线衍射分析

图 10 为配合物 1 和 2 的粉末 XRD 图与单晶模拟 XRD 图的对比结果。由图中可以看出,配合物的粉末 XRD 图与其对应晶体数据模拟衍射峰一致,这表明配合物 1 和 2 在离开母液后较稳定,且纯度较高,可用于其它表征。

2.3 红外光谱分析

图 11 为配合物 1 和 2 的红外光谱图。由图可见 3400 cm^{-1} 左右处的宽峰为羧基中的 O-H 伸缩振动峰, $1667\sim 1622\text{ cm}^{-1}$ 处的强峰为羧基中的 C-O

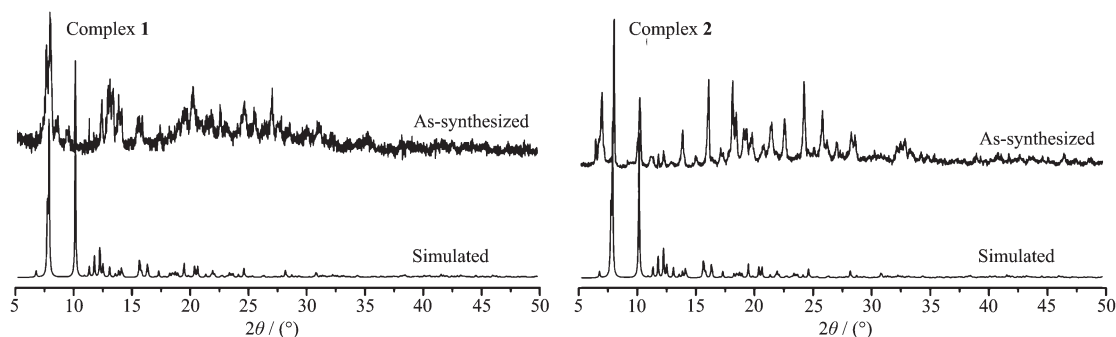


图 10 配位聚合物 **1** 和 **2** 的粉末 XRD 图
Fig.10 Powder XRD patterns of complexes **1** and **2**

伸缩振动峰, 这表明配合物 **1** 和 **2** 中存在配体 α -OH-TCOPM。与 H_3TCOPM 中 $1\,702\text{ cm}^{-1}$ 处的 C-O 伸缩振动峰相比, 配合物的 C-O 峰发生了红移, 主要是由于 H_3TCOPM 和金属发生配位导致的。此外, 在 $1\,397\sim 1\,595\text{ cm}^{-1}$ 和 $1\,432\sim 1\,354\text{ cm}^{-1}$ 处的峰为苯环的对称和不对称伸缩振动峰。

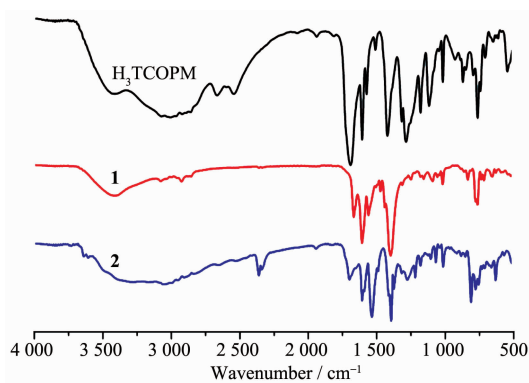


图 11 配合物 **1** 和 **2** 在 $4\,000\sim 500\text{ cm}^{-1}$ 区间内的红外光谱图

Fig.11 IR spectra ($4\,000\sim 500\text{ cm}^{-1}$) of complexes **1** and **2**

2.4 热重分析

图 12 为配合物 **1** 和 **2** 的 TG 曲线图。由图可以

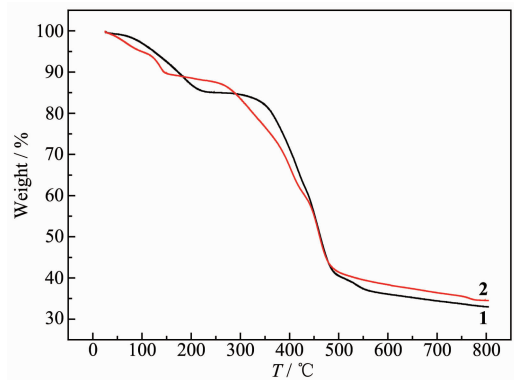


图 12 配合物 **1** 和 **2** 的热重曲线图

Fig.12 TG curves of complexes **1** and **2**

看出, 从室温到 $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 为配合物 **1** 失去羟基和配位水过程, 失重率为 13.94% , 与理论值 13.29% 基本一致, $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之后配合物骨架开始急剧分解。对配合物 **2**, 从室温到 $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ 对应结晶水和配位水的失去过程, 失重率为 9.06% , 与理论值 8.98% 基本一致, $275\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之后配合物骨架开始急剧分解。

3 结 论

以柔性多羧酸 H_3TCOPM 为主配体, 以含氮配体 $4,4'$ -bipy 为辅助配体, 与 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 在不同溶剂体系中通过溶剂热原位反应得到了 2 个配位聚合物, 分别为 $\{\text{Co}_2(\alpha\text{-OH-TCOPM})(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})_4 \cdot \text{DMF}\}_n$ (**1**) 和 $\{\text{Co}_3(\alpha\text{-OH-TCOPM})_2(4,4'\text{-bipy})_3(\text{H}_2\text{O})_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ (**2**)。解析了配合物 **1** 和 **2** 的单晶结构, 并研究了其热稳定性。结果表明, 配合物 **1** 为四边形的 2D 双层结构, 而配合物 **2** 为 2D 网状结构, 两者均表现出较高的热稳定性。

参考文献:

- [1] Robin A Y, Fromm K M. *Coord. Chem. Rev.*, **2006**, *250*(15/16):2127-2157
- [2] Ferey G. *Chem. Soc. Rev.*, **2008**, *37*:191-214
- [3] O'Keeffe M, Yaghi O M. *Chem. Rev.*, **2012**, *112*(2):675-702
- [4] Cohen S M. *Chem. Rev.*, **2012**, *112*(2):970-1000
- [5] Gagnon K J, Perry H P, Clearfield A. *Chem. Rev.*, **2012**, *112*(2):1034-1054
- [6] Cui J H, Li Y Z, Guo Z J, et al. *Chem. Commun.*, **2013**, *49*:555-557
- [7] Young N J, Hay B P. *Chem. Commun.*, **2013**, *49*:1354-1379
- [8] Yang F L, Yuan A H, Zhou H, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2015**, *15*(1):176-184
- [9] Grygorii Y V, Vladimir A S, Bolesaw B, et al. *Synth. Met.*, **2014**, *191*:89-98

- [10]Zhou H, Zhang J, Zhang J, et al. *Int. J. Hydrogen Energy*, **2015**,**40**(36):12275-12285
- [11]Yuan A H, Zhou H, Diao G W, et al. *Int. J. Hydrogen Energy*, **2014**,**39**(2):884-889
- [12]Novoa N, Roisnel T, Hamon P, et al. *Dalton Trans.*, **2015**, **44**:18019-18037
- [13]Zhou H, Liu X Q, Zhang J, et al. *Int. J. Hydrogen Energy*, **2014**,**39**(5):2160-2167
- [14]Pushkarev V E, Kalashnikov V V, Tolbin A Y, et al. *Dalton Trans.*, **2015**,**44**:16553-16564
- [15]Liu Q, Liu X X, Shi C D, et al. *Dalton Trans.*, **2015**,**44**:19175-19184
- [16]Zhang Y, Wang J, Yan X F, et al. *Microporous Mesoporous Mater.*, **2014**,**184**(15):15-20
- [17]Guo B B, Li L, Wang Y, et al. *Dalton Trans.*, **2013**,**42**:14268-14280
- [18]Wan X Y, Jiang F L, Chen L, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2015**,**15**(3):1481-1491
- [19]Cui H, Lu Z Z, Li Y Z, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2012**,**12**(2):1022-1031
- [20]DU Xiu-Hong (杜秀红), CUI Jie-Hu (崔节虎), ZHAO Jun-Wei (赵俊伟). *J. Synth. Cryst.*(人工晶体学报), **2014**,**43**(3):723-726
- [21]XU Yuan-Qing(徐元清), DING Tao(丁涛), FANG Xiao-Min(房晓敏). *Chem. Res.*(化学研究), **2008**,**19**(2):19-21
- [22]XU Yuan-Qing(徐元清), DING Tao(丁涛), FANG Xiao-Min(房晓敏). *Chem. Res.*(化学研究), **2011**,**22**(1):26-28
- [23]SMART, SAINT and XPREP: Area Detector Control and Data Integration and Reduction Software, Bruker Analytical X-ray Instruments Inc., Madison, Wisconsin, USA, **1995**.
- [24]Sheldrick G M. *SADABS: Empirical Absorption and Correction Software*, University of Göttingen, Göttingen, Germany, **1996**.
- [25]Sheldrick G M. *SHELXS-97, Program for X-ray Crystal Structure Determination*, Göttingen University, Göttingen, Germany, **1997**.
- [26]Sheldrick G M. *SHELXL-97, Program for X-ray Crystal Structure Determination*, Göttingen University, Göttingen, Germany, **1997**.
- [27]Sheldrick G M. *Acta Crystallogr., Sect. A*, **2008**,**A64**:112-122
- [28]Li L, Zou J Y, You S Y, et al. *Inorg. Chem. Commun.*, **2015**, **60**:111-114