

3-((5-(3-吡啶基)-2-(1,3,4-噁二唑基))硫代)-2,4-戊二酮 Cu(II)/Zn(II)/Mn(II)配合物的合成及其晶体结构

张奇龙^{*1,2} 孙乐涛² 杨先炯² 徐红² 李立郎¹ 杨小生¹
(¹贵州医科大学,药用植物功效与利用国家重点实验室,贵阳 550014)
(²贵州医科大学基础医学院,贵阳 550025)

摘要: 将配体3-((5-(3-吡啶基)-2-(1,3,4-噁二唑基))硫代)-2,4-戊二酮(HL)与Cu(OAc)₂·H₂O、Zn(OAc)₂·2H₂O和Mn(OAc)₂·4H₂O分别进行配位反应,得到3个配位聚合物{[Cu₂(L)₄]·CHCl₃}_n (**1**)、{[Zn(L)₂]·4CHCl₃}_n (**2**)和{[Mn(L)₂]·4CHCl₃}_n (**3**),并通过元素分析、红外光谱、粉末X射线衍射、单晶X射线衍射等对配合物的结构进行了表征。在固体状态下,配位聚合物**1**形成1D螺旋链状结构,配位聚合物**2**和**3**形成2D网状结构。

关键词: β-二酮; Cu(II)配位聚合物; Zn(II)配位聚合物; Mn(II)配位聚合物; 晶体结构

中图分类号: O614.121; O614.24*1; O614.71*1 文献标识码: A 文章编号: 1001-4861(2021)06-0989-06

DOI: 10.11862/CJIC.2021.134

Synthesis and Crystal Structure of Cu(II)/Zn(II)/Mn(II) Complexes Containing 3-((5-(Pyridin-3-yl)-1,3,4-oxadiazol-2-yl)thio)pentane-2,4-dione Ligand

ZHANG Qi-Long^{*1,2} SUN Le-Tao² YANG Xian-Jiong² XU Hong² LI Li-Lang¹ YANG Xiao-Sheng¹
(¹State Key Laboratory of Functions and Applications of Medicinal Plants, Guizhou Medical University, Guiyang 550014, China)
(²School of Basic Medical Sciences, Guizhou Medical University, Guiyang 550025, China)

Abstract: Three complexes {[Cu₂(L)₄]·CHCl₃}_n (**1**), {[Zn(L)₂]·4CHCl₃}_n (**2**) and {[Mn(L)₂]·4CHCl₃}_n (**3**) were synthesized from the reaction of 3-((5-(pyridin-3-yl)-1,3,4-oxadiazol-2-yl)thio)pentane-2,4-dione (HL) with Cu(OAc)₂·H₂O, Zn(OAc)₂·2H₂O and Mn(OAc)₂·4H₂O, and characterized by elemental analysis, infrared spectroscopy, powder X-ray diffraction and single-crystal X-ray diffraction. In the solid state, coordination polymer **1** forms 1D helical chain structure, and coordination polymer **2** and **3** form 2D network structure. CCDC:2047655, HL; 2047656, **1**; 2047657, **2**; 2047658, **3**.

Keywords: β-diketone; Cu(II) coordination polymer; Zn(II) coordination polymer; Mn(II) coordination polymer; crystal structure

配位聚合物由于在气体存储、分离、催化、荧光、磁性和非线性光学等^[1-7]领域有广阔的应用前景而引起研究者的重视。β-二酮是构筑配位聚合物的一类重要有机配体,它的烯醇化的氧原子、γ-C原子可以选择性地和不同的金属离子配位,从而得到结

构和性能不同的配位聚合物^[8-12]。5-(3-吡啶基)-1,3,4-噁二唑-2-硫醇中含有O、S、N杂原子,其吡啶环上的氮原子、噁二唑环上的氮原子和巯基都可以选择性地和不同的金属离子配位形成结构各异的配位聚合物^[13-14]。基于此,我们在β-二酮的γ-C原子处

收稿日期:2020-12-02。收修改稿日期:2021-05-09。

国家自然科学基金(No. 22065009, 22066007)、贵州省科技计划项目(黔科合平台人才19NSP035)和大学生创新创业基金省级一般项目(No.20195200881)资助。

*通信联系人。E-mail: gzuqlzhang@126.com

桥联 5-(3-吡啶基)-1,3,4-噁二唑-2-硫醇,合成得到新的 β -二酮有机配体 3-((5-(3-吡啶基)-2-(1,3,4-噁二唑基))硫代)-2,4-戊二酮(HL),然后将配体 HL 与 $\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Zn}(\text{OAc})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Mn}(\text{OAc})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 分别进行配位反应,得到 3 个配位聚合物 $[\text{Cu}_2(\text{L})_4] \cdot \text{CHCl}_3$ (**1**)、 $[\text{Zn}(\text{L})_2] \cdot 4\text{CHCl}_3$ (**2**) 和 $[\text{Mn}(\text{L})_2] \cdot 4\text{CHCl}_3$ (**3**)。配位聚合物 **1** 形成 1D 链状结构,配位聚合物 **2** 和 **3** 形成 2D 网状结构。

1 实验部分

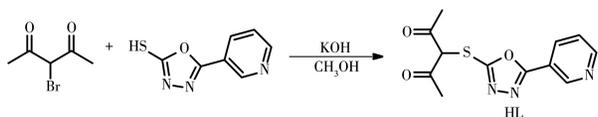
1.1 试剂和测试仪器

烟酸、水合肼、*N*-溴代琥珀酰亚胺、乙酰丙酮、 $\text{Zn}(\text{OAc})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Mn}(\text{OAc})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 及其它所用试剂均为分析纯。表征所用仪器有 JEOL ECX 500 MHz 核磁共振仪、Bio-Rad 型傅里叶红外光谱仪(4 000~400 cm^{-1})、Vario EL III 型元素分析仪;粉末 X 射线衍射(PXRD)测定使用 Rigaku D/Max 3 III X 射线粉末衍射仪,Cu $K\alpha$ 射线($\lambda=0.1542 \text{ nm}$)为辐射源,扫描范围为 $10^\circ \sim 80^\circ (2\theta)$,加速电压为 40 kV,工作电流为 30 mA;晶体结构测定采用 Bruker Smart Apex 单晶衍射仪。

1.2 配体及其配合物的合成

配体的合成:合成路线如 Scheme 1 所示。向 250 mL 的三颈瓶中依次加入 5-(3-吡啶基)-1,3,4-噁二唑-2-硫醇^[15](1.79 g, 0.01 mol)、KOH(0.56 g, 0.01 mol)和 60 mL 无水甲醇,然后,缓慢滴加溴代乙酰丙酮^[16](1.79 g, 0.01 mol)的无水甲醇溶液(30 mL),在 30 min 内滴加完毕,室温搅拌反应 4 h,有固体析出,过滤,用少量甲醇洗涤 3 次,真空干燥,得 2.08 g 产物 HL。产率:75%。¹H NMR (CDCl_3): δ 9.12 (s, 1H, pyridin-H), 8.79~8.78 (m, 1H, pyridin-H), 8.34~8.31 (m, 1H, pyridin-H), 7.64~7.61 (m, 1H, pyridin-H), 4.52 (s, 1H, -CH-), 2.30 (s, 6H, -CH₃)。FT-IR(KBr, cm^{-1}): 3 442 (s), 2 918 (m), 1 779 (w), 1 714 (s), 1 631 (s), 1 446 (s), 1 421 (m), 1 384 (m), 1 291 (w), 1 200 (w), 1 163 (m), 1 080 (s), 823 (m), 749 (m), 713 (m), 630 (s), 474 (w)。元素分析按 $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$ 计算值(%): C 51.98, H 4.00, N 15.15;实验值(%): C 51.95, H 3.98, N 15.20。

配合物 **1** 的合成:称取(0.554 g, 2 mmol) HL 溶于



Scheme 1 Synthetic route of ligand HL

20 mL 三氯甲烷中,缓慢滴加 $\text{Cu}(\text{OAc})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (0.20 g, 1 mmol)的 20 mL 甲醇溶液,静置 10 d 后,长出蓝色晶体,过滤,用甲醇洗涤 3 次,真空干燥,得 0.37 g 配合物 **1**,产率:55.0%。FT-IR(KBr, cm^{-1}): 3 442 (s), 2 918 (m), 1 779 (w), 1 640 (m), 1 614 (m), 1 475 (w), 1 417 (s), 1 144 (s), 1 117 (s), 1 089 (s), 810 (w), 694 (w), 626 (m), 538 (w), 496 (w)。元素分析按 $\text{C}_{49}\text{H}_{41}\text{Cl}_3\text{Cu}_2\text{N}_{12}\text{O}_{12}\text{S}_4$ 的计算值(%): C 43.54, H 3.06, N 12.44;实验值(%): C 43.59, H 3.00, N 12.40。

配合物 **2** 的合成:按上述配合物 **1** 的合成方法,HL 与 $\text{Zn}(\text{OAc})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 反应合成得到 0.49 g 黄色配合物,产率:45.0%。FT-IR(KBr, cm^{-1}): 3 420 (s), 2 918 (w), 1 705 (s), 1 604 (s), 1 577 (s), 1 462 (s), 1 420 (s), 1 387 (s), 1 291 (w), 1 191 (w), 1 126 (s), 1 085 (s), 1 053 (m), 810 (w), 767 (w), 694 (m), 620 (m), 574 (w), 520 (w)。元素分析按 $\text{C}_{28}\text{H}_{24}\text{Cl}_{12}\text{N}_6\text{O}_6\text{S}_2\text{Zn}$ 的计算值(%): C 30.70, H 2.21, N 7.67;实验值(%): C 30.65, H 2.15, N 7.70。

配合物 **3** 的合成:按上述配合物 **1** 的合成方法,HL 与 $\text{Mn}(\text{OAc})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 反应合成得到 0.54 g 棕色配合物,产率:50.0%。FT-IR(KBr, cm^{-1}): 3 402 (s), 2 927 (w), 1 779 (w), 1 659 (s), 1 614 (s), 1 549 (s), 1 462 (w), 1 421 (s), 1 384 (w), 1 200 (w), 1 167 (m), 1 126 (m), 1 085 (s), 1 034 (m), 970 (w), 804 (w), 758 (w), 694 (m), 630 (w), 540 (w)。元素分析按 $\text{C}_{28}\text{H}_{24}\text{Cl}_{12}\text{MnN}_6\text{O}_6\text{S}_2$ 的计算值(%): C 31.00, H 2.23, N 7.75;实验值(%): C 30.95, H 2.20, N 7.80。

1.3 晶体结构测定

将配体溶解于三氯甲烷和乙醇的混合溶液中,缓慢挥发 5 d 后,得到大小合适的配体晶体;将配体溶解于三氯甲烷中,缓慢滴加金属盐的乙醇溶液,缓慢挥发 8 d 后得到配合物的晶体。选取大小合适的配合物晶体,用 Bruker Smart Apex CCD 单晶衍射仪,采用经石墨单色器单色化的 Mo $K\alpha$ 射线($\lambda=0.071073 \text{ nm}$),以 φ - ω 扫描方式在一定的 θ 范围 ($2.09^\circ \sim 25.99^\circ$, HL; $1.51^\circ \sim 25.99^\circ$, **1**; $2.10^\circ \sim 24.99^\circ$, **2**; $2.06^\circ \sim 25.98^\circ$, **3**)内收集单晶衍射数据,衍射强度数据进行了经验吸收校正、 L_p 校正。晶体结构由直接法解得。对全部非氢原子坐标及其各向异性热参数进行了全矩阵最小二乘法修正。配合物 **2** 和配合物 **3** 吡唑环上的 N 原子位置无序。所有计算用 SHELX-97 程序完成^[17],有关晶体学数据详见表 1。

CCDC: 2047655, HL; 2047656, **1**; 2047657, **2**; 2047658, **3**。

表1 配体HL及其配合物1~3的晶体学及结构修正数据

Table 1 Crystal data and structure refinement for ligand HL and complexes 1~3

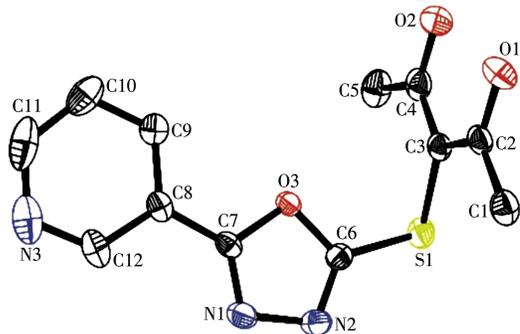
Compound	HL	1	2	3
Empirical formula	C ₁₂ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	C ₄₉ H ₄₁ Cl ₃ Cu ₂ N ₁₂ O ₁₂ S ₄	C ₂₈ H ₂₄ Cl ₁₂ N ₆ O ₆ S ₂ Zn	C ₂₈ H ₂₄ Cl ₁₂ MnN ₆ O ₆ S ₂
Formula weight	277.30	1 351.61	1 095.42	1 084.99
Temperature / K	293(2)	293(2)	293(2)	293(2)
Crystal system	Monoclinic	Monoclinic	Monoclinic	Monoclinic
Space group	<i>P</i> 2 ₁ / <i>a</i>	<i>P</i> 2 ₁ / <i>c</i>	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>	<i>P</i> 2 ₁ / <i>n</i>
<i>a</i> / nm	0.695 16(18)	0.734 84(14)	1.086 1(3)	1.089 2(2)
<i>b</i> / nm	1.948 1(5)	1.620 8(3)	1.702 0(5)	1.716 7(3)
<i>c</i> / nm	0.936 6(2)	2.437 7(5)	1.180 4(3)	1.203 8(2)
β / (°)	91.194(3)	93.067(3)	90.850(4)	91.039(2)
<i>V</i> / nm ³	1.268 1(6)	2.899 2(10)	2.181 8(11)	2.250 5(7)
<i>Z</i>	4	2	2	2
<i>D_c</i> / (g·cm ⁻³)	1.452	1.548	1.667	1.601
μ / mm ⁻¹	0.263	1.086	1.440	1.144
<i>F</i> (000)	576	1 376.0	1 096.0	1 086.0
Crystal size / mm	0.23×0.21×0.21	0.180×0.170×0.160	0.19×0.18×0.17	0.23×0.21×0.18
Reflection	8 716	18 391	10 644	15 381
Unique	2 022	5 487	3 644	4 202
Observed reflection	2 390	5 487	3 644	4 202
Number of parameters	172	392	306	306
GOF	1.047	1.022	1.067	1.040
Final <i>R</i> indices [<i>I</i> >2 σ (<i>I</i>)]	<i>R</i> ₁ =0.054 1, <i>wR</i> ₂ =0.143 4	<i>R</i> ₁ =0.065 8, <i>wR</i> ₂ =0.187 1	<i>R</i> ₁ =0.072 2, <i>wR</i> ₂ =0.195 1	<i>R</i> ₁ =0.075 4, <i>wR</i> ₂ =0.212 3
<i>R</i> indices (all data)	<i>R</i> ₁ =0.062 9, <i>wR</i> ₂ =0.148 9	<i>R</i> ₁ =0.109 7, <i>wR</i> ₂ =0.221 7	<i>R</i> ₁ =0.102 6, <i>wR</i> ₂ =0.215 5	<i>R</i> ₁ =0.103 8, <i>wR</i> ₂ =0.231 6
($\Delta\rho$) _{max} , ($\Delta\rho$) _{min} / (e·nm ⁻³)	511, -385	970, -570	790, -700	940, -710

2 结果与讨论

2.1 配体及其配合物的晶体结构

2.1.1 配体HL的晶体结构

配体HL属于单斜晶系,*P*2₁/*a*空间群,配体HL的分子结构如图1所示。配体分子结构显示5-(3-吡啶基)-1,3,4-噁二唑-2-硫醇取代了溴代乙酰丙酮上的溴原子,配体上的吡啶环和1,3,4-噁二唑环在



All hydrogen atoms are omitted for clarity; Probability of ellipsoid: 30%

图1 配体HL的分子结构

Fig.1 Molecular structure of ligand HL

一个平面上,乙酰丙酮有一个羰基形成烯醇式,烯醇式羟基上的氢和另外一个羰基形成分子内O1—H1…O2氢键从而形成六元环状结构,其中,*d*(O1—H1)=0.082 nm,*d*(O1—O2)=0.245 94(6) nm,∠O1—H1…O2为150°,六元环与噁二唑环的二面角为99.73°。

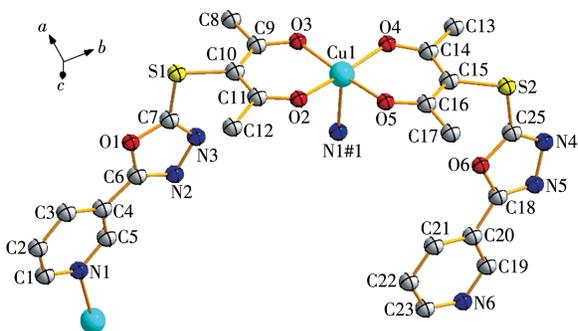
2.1.2 配合物1的晶体结构

配合物1的分子结构如图2所示,主要键长、键角列在表2中。配合物1属于单斜晶系,*P*2₁/*c*空间群。不对称单元中包含2个配体L、1个Cu(II)离子和半个三氯甲烷分子。中心Cu(II)离子具有近似五角锥形的配位构型,分别与来自2个L的乙酰丙酮单元的4个羰基氧原子、另外1个L吡啶环上的氮原子配位。配合物中,2个L的配位模式不同,一个表现为双齿配体,另一个表现为三齿配体,2个L的乙酰丙酮单元“头碰头”与Cu(II)离子螯合配位形成2个六元环结构,三齿配体L另一端吡啶环上的氮原子与螯合环上的Cu(II)离子配位桥联形成一维螺旋链状结构(图3),在一维螺旋链中相邻2个Cu(II)离

表2 配合物1~3的部分键长和键角

Table 2 Selected bond lengths (nm) and bond angles ($^{\circ}$) for complexes 1~3

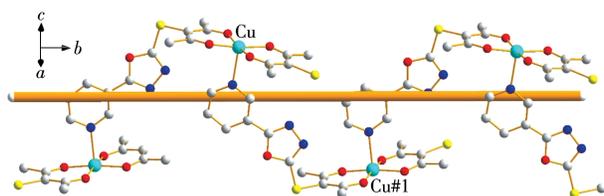
1					
O2—Cu1	0.191 3(4)	O3—Cu1	0.192 6(3)	O4—Cu1	0.192 6(4)
O5—Cu1	0.193 4(3)	N1—Cu1	0.235 3(4)		
O2—Cu1—O4	172.04(15)	O2—Cu1—O3	91.38(15)	O4—Cu1—O3	90.11(15)
O2—Cu1—O5	86.72(15)	O4—Cu1—O5	90.82(15)	O3—Cu1—O5	172.61(15)
O2—Cu1—N1	95.63(15)	O4—Cu1—N1	92.17(15)	O3—Cu1—N1	90.41(15)
O5—Cu1—N1	96.88(15)				
2					
N3—Zn1	0.220 9(5)	O1—Zn1	0.203 5(4)	O2—Zn1	0.203 8(4)
N3—Zn1—N3	180.0	O1—Zn1—N3	88.16(17)	O1—Zn1—N3	91.84(17)
O1—Zn1—O1	180.00(18)	O1—Zn1—O2	86.09(15)	O1—Zn1—O2	93.91(15)
O2—Zn1—N3	89.04(17)	O2—Zn1—N3	90.96(17)	O2—Zn1—O2	180.0
3					
N3—Mn1	0.231 4(4)	O2—Mn1	0.211 6(3)	O1—Mn1	0.211 6(3)
N3—Mn1—N3	180.0	O2—Mn1—N3	87.34(14)	O2—Mn1—N3	92.66(13)
O2—Mn1—O2	180.00(11)	O2—Mn1—O1	81.85(12)	O2—Mn1—O1	98.15(12)
O1—Mn1—N3	88.81(14)	O1—Mn1—N3	91.19(14)	O1—Mn1—O1	180.0



Probability of ellipsoid: 30%; Symmetry code: #1: $1-x, 1/2+y, 1/2-z$

Fig.2 配合物1的不对称单元椭球图

Fig.2 Thermal ellipsoid plot of asymmetric unit of complex 1



Symmetry code: #1: $1-x, -1/2+y, 1/2-z$

图3 配合物1形成一维链的部分结构

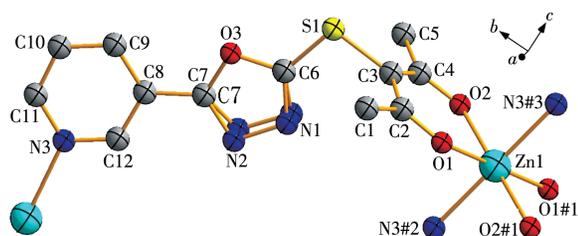
Fig.3 Section of 1D chain structure of complex 1

子之间的距离为 1.172 6 nm。

2.1.3 配合物2的晶体结构

配合物2的分子结构如图4所示,主要键长、键

角列在表2中。配合物2属于单斜晶系, $P2_1/n$ 空间群。不对称单元中包含1个L、1个Zn(II)离子和4个三氯甲烷分子。中心Zn(II)离子具有近似八面体的配位构型,分别与来自2个L的乙酰丙酮单元的4个羰基氧原子、另外2个L吡啶环上的2个氮原子配位。与配合物1相比,配合物2的每个配体L均表现为三齿配体,分别用乙酰丙酮单元的2个羰基氧原子与Zn(II)离子整合配位形成2个六元环结构,配体另外一端的吡啶氮原子与另外一个整合环的Zn(II)离子配位形成二维网状结构(图5)。1,3,4-噁二唑环上的氮原子和三氯甲烷分子是无序的。



Probability of ellipsoid: 30%; Symmetry codes: #1: $-x, -y, 1-z$; #2: $1/2-x, -1/2+y, 1/2-z$; #3: $-1/2+x, 1/2-y, 1/2+z$

Fig.4 配合物2的不对称单元椭球图

Fig.4 Thermal ellipsoid plot of asymmetric unit of complex 2

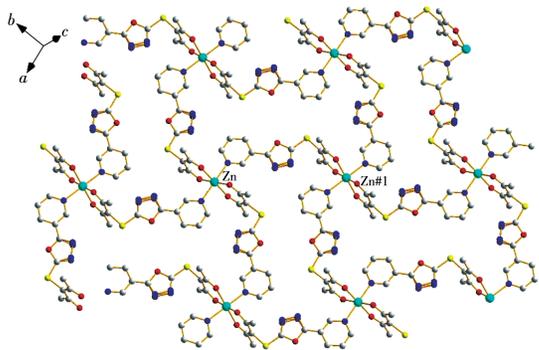
Symmetry code: #1: $1/2-x, 1/2+y, 1/2-z$

图5 配合物2形成的二维网状结构

Fig.5 Two-dimensional net structure of complex 2

2.1.4 配合物3的晶体结构

配合物3的分子结构如图6所示,形成的二维

结构如图7所示,主要键长、键角列在表2中。配合物3的结构和配合物2类似,所以不进行结构讨论。

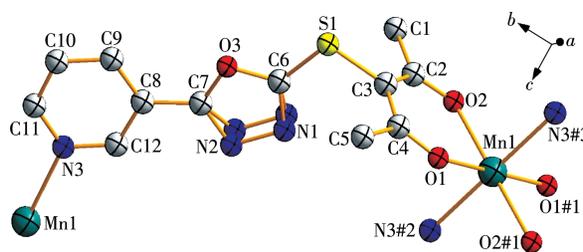
Probability of ellipsoid: 30%; Symmetry codes: #1: $2-x, -y, 2-z$;
#2: $3/2-x, -1/2+y, 5/2-z$; #3: $1/2+x, 1/2-y, -1/2+z$

图6 配合物3的不对称单元椭球图

Fig.6 Thermal ellipsoid plot of asymmetric unit of complex 3

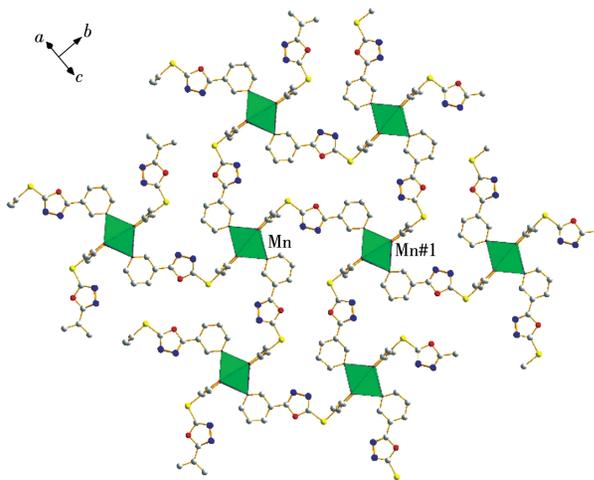
Symmetry code: #1: $3/2-x, 1/2+y, 5/2-z$

图7 配合物3形成的二维网状结构

Fig.7 Two-dimensional net structure of complex 3

2.2 配合物1~3的粉末衍射分析

对配合物1~3进行了PXRD分析,结果见图8。从配合物1~3的PXRD实测结果与相应单晶数据模

拟图比较可以看出,配合物1~3的主要特征衍射峰位与由单晶数据理论拟合的峰位基本吻合,表明制备的配合物为纯相。

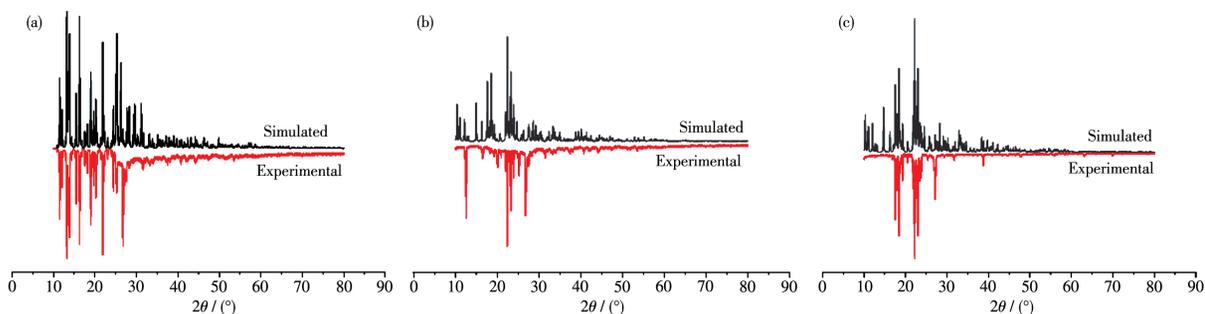


图8 配合物1(a)、2(b)和3(c)的PXRD图

Fig.8 PXRD patterns of complexes 1 (a), 2 (b) and 3 (c)

参考文献:

- [1] Allendorf M D, Dong R, Feng X, Kaskel S, Matoga D, Stavila V. *Chem. Rev.*, **2020**,**120**(16):8581-8640
- [2] Yan C X, Lin Q Q, Li S, Wu C J, Li Y A, Fan J Z, Ma J P, Geng Y, Dong Y B. *Chem. Commun.*, **2020**,**56**:14435-14438
- [3] Kitos A A, Mavragani N, Murugesu M, Brusso J L. *Mater. Adv.*, **2020**, **1**:2688-2706
- [4] Ghasemzadeh M A, Mirhosseini-Eshkevari B, Tavakoli M, Zamani F. *Green Chem.*, **2020**,**22**:7265-7300
- [5] Cen P, Wang M L, Ma X F, Chen L, Zhang Y Q, Li Y H, Tian D N, Liu X Y. *CrystEngComm*, **2020**,**22**(41):6856-6863
- [6] Herm Z R, Bloch E D, Long J R. *Chem. Mater.*, **2014**,**26**(1):323-338
- [7] 刘红娟, 魏小康, 易瑞, 黄超, 朱必学. 无机化学学报, **2020**,**36**(9): 1631-1638
LIU H J, WEI X K, YI R, HUANG C, ZHU B X. *Chinese J. Inorg. Chem.*, **2020**,**36**(9):1631-1638
- [8] Kalita P, Nayak P, Ahmed N, Herrera J M, Venkatasubbaiah K, Colacio E, Chandrasekhar V. *Dalton Trans.*, **2020**,**49**:15404-15416
- [9] Zhang Y, Zhou Y, Gao T, Yan P Y, Li H F. *Chem. Commun.*, **2020**,**56** (86):13213-13216
- [10] Zhou Y, Yao Y, Cheng Z, Gao T, Li H F, Yan P F. *Inorg. Chem.*, **2020**,**59**(17):12850-12857
- [11] Schmidt A, Heinrich B, Kirscher G, Kirscher M G, Chaumont A, Henry M, Kyritsakas N, Haketa Y, Maeda H, Mobian P. *Inorg. Chem.*, **2020**,**59**(17):12802-12816
- [12] Zhang Q L, Feng G W, Zhang Y Q, Zhu B X. *RSC Adv.*, **2014**,**4**(22): 11384-11392
- [13] Wang Y T, Tang G M, Ma W Y, Wan W Z. *Polyhedron*, **2007**,**26**(4): 782-790
- [14] Zhang Z H, Li C P, Tian Y L, Guo Y M. *Inorg. Chem. Commun.*, **2008**,**11**(3):326-329
- [15] Du M, Zhang Z H, Zhao X J, Xu Q. *Inorg. Chem.*, **2006**,**45**:5785-5792
- [16] 张奇龙, 袁泽利, 张云黔, 黄超, 朱必学. 化学学报, **2012**,**70**(3):357-362
ZHANG Q L, YUAN Z L, ZHANG Y Q, HUANG C, ZHU B X. *Acta Chim. Sinica*, **2012**,**70**(3):357-362
- [17] Sheldrick G M. *SHELX-97*, University of Göttingen, Germany, **1997**.