

一类新型四酰胺杯[4]氮杂冠醚的合成及阴离子识别研究

肖元晶 吴晓军 曾振亚 何永炳* 孟令芝 吴成泰*

(武汉大学化学系 武汉 430072)

摘要 合成了一类新型四酰胺杯[4]氮杂冠醚(**4a**, **4b**), 其结构经¹H NMR、质谱及元素分析证实. 用紫外可见光谱研究了主体与阴离子之间的相互作用, 并计算出其配合常数. 结果表明, 四酰胺杯[4]氮杂冠醚(**4a**, **4b**)对四面体型阴离子(*p*-O₂NC₆H₄OPO₃²⁻, H₂PO₄⁻)没有识别性能, 而对平面型阴离子(*p*-O₂NC₆H₄O⁻)有较好的选择性识别性能, 且主客体间形成 1:1 配合物.

关键词 四酰胺杯[4]氮杂冠醚, 合成, 阴离子识别, 杯芳烃, 紫外可见光谱

Study on Synthesis and Anion Recognition of a Novel Tetraamide Calix[4](aza) crown

XIAO, Yuan-Jing WU, Xiao-Jun ZENG, Zhen-Ya
HE, Yong-Bing* MENG, Ling-Zhi WU, Cheng-Tai
(Department of Chemistry, Wuhan University, Wuhan 430072)

Abstract Two new tetraamide calix[4](aza) crowns (**4a**, **4b**) were synthesized and characterized by ¹H NMR, MS-FAB and elemental analysis. The interactions of the hosts with some anions were studied by UV-vis spectra. The stability constants were determined. The results indicate that the tetraamide calix[4](aza) crowns (**4a**, **4b**) have higher selective recognition for a planar anion (*p*-O₂NC₆H₄O⁻) as compared to tetrahedral anions (*p*-O₂NC₆H₄OPO₃²⁻ and H₂PO₄⁻). The hosts (**4a**, **4b**) and *p*-O₂NC₆H₄O⁻ formed 1:1 complex, respectively.

Key words tetraamide calix[4](aza) crown, synthesis, anion recognition, calixarene, UV-vis spectrum

基于阴离子在生命过程和环境中的重要意义, 发展新型的阴离子受体已成为当今主客体化学十分活跃的领域^[1], 阴离子受体已在膜运输载体^[2]、化学传感^[3]及模拟酶催化有机合成^[4]上展现出广阔的应用前景. 近年来, 含酰胺型的中性阴离子受体受到人们的广泛关注^[5]. 一方面是由于人们认识到自然界中生物体内阴离子的跨膜转移和传递就是通过一种阴离子结合相应的蛋白质来完成的^[6]; 另一方面是由于相对于其它类型阴离子受体而言, 酰胺型阴离子受体具有对识别体系 pH 值依赖程度低、在有机溶剂中溶解性好的优点, 并可与适当结构的阴离子通过氢键作用配位. 这些特性使酰胺型阴离子受体在离子选择性电极及液-液界面分离等方面具有良好的选择性^[7]. 杯芳烃作为一类具有潜在应用价值的主体分子, 以其独特的上下缘拓扑构型和丰富的反应

活性位点而引人注目. 因此用含酰胺的基团对杯芳烃进行适当的修饰, 利用氢键来识别阴离子是设计合成中性阴离子杯芳烃受体的一个重要策略. 目前含多酰胺基团的阴离子受体还少见文献^[5,8]. 基于酰胺基团与阴离子优良的配合性能以及杯芳烃的相对刚性特性, 本文结合二者的特点, 设计并合成了一类新型四酰胺杯[4]氮杂冠醚, 并研究了其对阴离子的识别性能. 合成路线如图式 1 所示.

1 实验部分

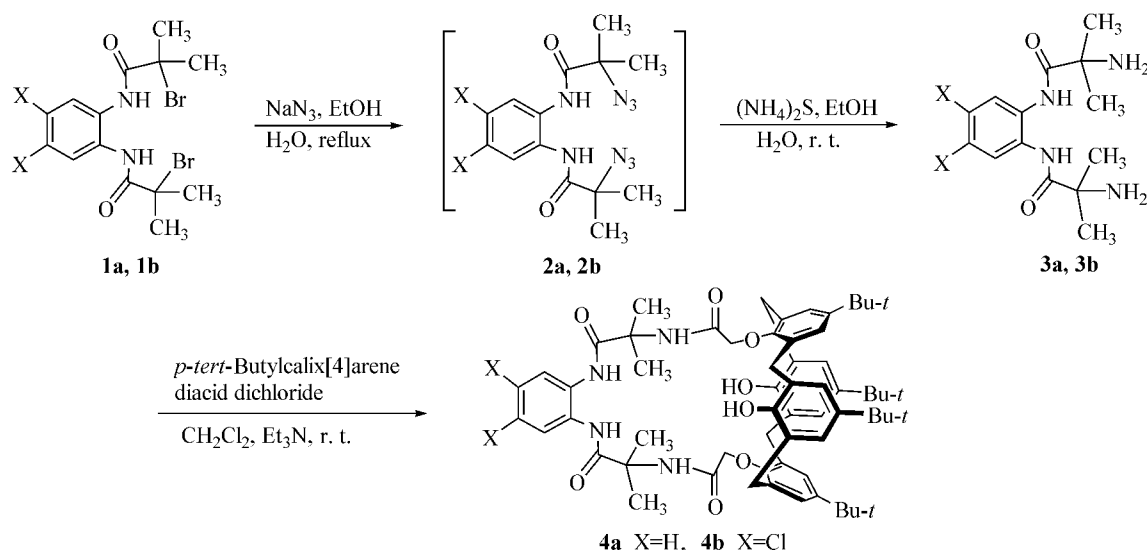
1.1 仪器与试剂

熔点用 Reichert 7905 型显微熔点仪测定(温度计未校正); IR 用 Shimadzu FT-IR 8201PC 光谱仪测定; ¹H NMR 用

* E-mail: ybhe@whu.edu.cn

Received May 8, 2003; revised July 3, 2003; accepted August 8, 2003.

国家自然科学基金(No. 20072029)资助项目.



图式 1 四酰胺杯[4]氮杂冠醚的合成路线

Scheme 1 Synthetic route of tetraamide calix[4](aza) crowns

Varian mercury VX-300 MHz 核磁共振仪测定;UV-vis 用 TU-1901 型紫外-可见光谱仪测定;元素分析用 Carlo-Erba 1106 型自动元素分析仪测定;MS 用 ZAB-HF-3F 型质谱仪测定; CH_2Cl_2 , Et_3N 经 CaH_2 回流干燥后蒸馏使用;对硝基苯基磷酸单酯二钠盐(PNPP)为 Fluka 试剂,磷酸二氢四正丁基铵及对硝基苯酚四正丁基铵分别参考文献[9,10]制备;1,2-双(2-溴-2-甲基丙酰氨基)苯 **1a** 和 1,2-双(2-溴-2-甲基丙酰氨基)-4,5-二氯苯 **1b** 参考文献[11]合成;对叔丁基杯[4]芳烃二乙酰氯参考文献[12]合成;其它试剂均为分析纯或化学纯试剂。

1.2 合成

1.2.1 1,2-双(2-氨基-2-甲基丙酰氨基)苯 (**3a**)

在 1000 mL 的三口烧瓶中,加入 500 mL 溶有 20 g **1a** (49.4 mmol) 的乙醇溶液,260 mL 溶有 8 g NaN_3 (123.1 mmol) 的水溶液,加热搅拌回流 12 h. 冷却后,在水泵减压下将黄色澄清液逐渐加热至 30 $^{\circ}\text{C}$,蒸去部分乙醇(约 150 mL). 将反应液用约 600 mL CH_2Cl_2 萃取四次直至水相体积不减少,收集 CH_2Cl_2 相约 950 mL. 常压蒸去绝大部分 CH_2Cl_2 ,加入乙醇 350 mL,减压蒸去乙醇 400 mL(为除尽 CH_2Cl_2),加入乙醇 300 mL. 通 N_2 气保护,滴加 70 mL (17%) $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (169.2 mmol),历时 0.5 h,溶液由淡黄色渐变成红褐色,室温搅拌 12 h. 减压下加热蒸出小部分乙醇(约 100 mL)后,有浅黄色粉末析出(为硫和聚合硫),抽滤,将滤液旋干,得粘稠状黄色液体. 溶于 600 mL CH_2Cl_2 ,搅拌 12 h,抽滤,滤液用冷的 NaOH 溶液(8 g NaOH 溶于 400 mL H_2O)洗涤至 pH 约为 9,用无水 Na_2SO_4 干燥. 抽滤,旋干,加入 4 mL CH_2Cl_2 ,搅拌,抽滤,得 4.1 g 白色粉末 **3a**,收率 30.0%. m. p. 138 ~ 140 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (CDCl_3 , 300 MHz): 9.80 (br, 2H, CONH), 7.52 ~ 7.65 (m, 2H, ArH), 7.11 ~ 7.24 (m, 2H, ArH), 1.65 (br, 4H, NH_2 , D_2O 交换后消失), 1.45 (s, 12H, CH_3); IR (KBr): 3387, 3360, 3308, 3244 (CON—H and H—N—H), 1664 ($\text{C}=\text{O}$) cm^{-1} ; FAB-MS m/z (%): 280 ($\text{M}^+ + 2$, 4). Anal.

calcd for $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_4\text{O}_2$: C 60.40, H 7.98, N 20.13; found C 60.12, H 8.03, N 20.23.

1.2.2 1,2-双(2-氨基-2-甲基丙酰氨基)-4,5-二氯苯 (**3b**)

方法同上,收率 22.2%. m. p. 150 ~ 152 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (CDCl_3 , 300 MHz): 9.85 (br, 2H, CONH), 7.84 (s, 2H, ArH), 1.62 (br, 4H, NH_2 , D_2O 交换后消失), 1.45 (s, 12H, CH_3); IR (KBr): 3400, 3346, 3300, 3285 (CON—H and H—N—H), 1645 ($\text{C}=\text{O}$) cm^{-1} ; FAB-MS m/z (%): 347 (M^+ , 20). Anal. calcd for $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_2\text{Cl}_2$: C 48.42, H 5.82, N 16.14; found C 48.50, H 5.78, N 16.03.

1.2.3 四酰胺杯[4]氮杂冠醚 (**4a**, **4b**)

将三乙胺(0.61 mL, 4.4 mmol)的 CH_2Cl_2 溶液 200 mL 置于一个 500 mL 的三口瓶中,室温条件下剧烈搅拌并同时滴加化合物对叔丁基杯[4]芳烃二乙酰氯(1.6 g, 2.0 mmol)和化合物 **3a/3b** (0.56 g, 2.0 mmol **3a**; 0.70 g, 2.0 mmol **3b**)的 CH_2Cl_2 溶液各 80 mL,滴加完毕后,反应液在室温下搅拌过夜,然后分别用稀 HBr (10%)、稀 NaHCO_3 (10%) 及蒸馏水各洗涤三次,收集有机层并用无水 Na_2SO_4 干燥,过滤,减压条件下慢慢蒸出溶剂直到瓶壁有固体析出,冷却后过滤,得到的大部分固体产品用少量冷的 CH_2Cl_2 洗涤,滤液和洗涤液合并,减压蒸除溶剂,残余物经硅胶柱层析分离纯化 [$\text{CH}_2\text{Cl}_2/\text{CH}_3\text{COOEt} = 10/1$ (V/V)]. 总收率:**4a** 1.07 g, 53%; **4b** 1.05 g, 49%.

4a: 白色固体; m. p. > 300 $^{\circ}\text{C}$; ^1H NMR (CDCl_3 , 300 MHz): 9.40 (s, 2H, ArNHC=O), 8.86 (s, 2H, CNHC=O), 7.70 (s, 2H, ArOH, 加入重水后消失), 7.60 ~ 7.65 (m, 2H, ArHN), 7.19 ~ 7.24 (m, 2H, ArHN), 7.08 (s, 4H, ArH), 6.94 (s, 4H, ArH), 4.60 (s, 4H, $\text{OCH}_2\text{C}=\text{O}$), 4.17 (d, $J = 13.8$ Hz, 4H, ArCH_2Ar), 3.46 (d, $J = 13.8$ Hz, 4H, ArCH_2Ar), 1.72 (s, 12H, CH_3), 1.27 (s, 18H, *t*-Bu), 1.07

(s, 18H, *t*-Bu); IR (KBr): 3319 (s b_{NH+OH}), 1679 (s b_{C=O}) cm⁻¹; FAB-MS *m/z* (%): 1008 (M⁺ + 2, 15). Anal. calcd for C₆₂H₇₈N₄O₈: C 73.91, H 7.82, N 5.56; found C 73.66, H 8.03, N 5.29.

4b: 白色固体; m. p. > 300; ¹H NMR (CDCl₃, 300 MHz): 9.53 (s, 2H, ArNHC=O), 8.88 (s, 2H, CNHC=O), 7.98 (s, 2H, ArOH, 加入重水后消失), 7.86 (s, 2H, ArHN), 7.08 (s, 4H, ArH), 6.98 (s, 4H, ArH), 4.63 (s, 4H, OCH₂C=O), 4.14 (d, *J* = 13.5 Hz, 4H, ArCH₂Ar), 3.48 (d, *J* = 13.5 Hz, 4H, ArCH₂Ar), 1.69 (s, 12H, CH₃), 1.25 (s, 18H, *t*-Bu), 1.10 (s, 18H, *t*-Bu); IR (KBr): 3312 (s b_{NH+OH}), 1686 (s b_{C=O}) cm⁻¹; FAB-MS *m/z* (%): 1075 (M⁺ + 1, 10). Anal. calcd for C₆₂H₇₆N₄O₈Cl₂: C 69.18, H 7.13, N 5.21; found C 68.89, H 7.44, N 4.97.

1.3 紫外可见 (UV-vis) 光谱测定

分别移取 2.5 mL 主体 **4a** 或 **4b** 的 CHCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻⁴ mol L⁻¹) 于一系列 10 mL 容量瓶中, 分别加入不同体积的阴离子 (H₂PO₄⁻) 的四丁基铵盐 CHCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹), 用 CHCl₃ 稀释至刻度, 混合均匀后静置 1 h, 得到一系列主体浓度恒定 (2.5 × 10⁻⁵ mol L⁻¹)、阴离子 (H₂PO₄⁻) 浓度不同的溶液, 于 25 °C 测其紫外可见光谱 (CHCl₃ 作参比).

分别移取 2.5 mL 对硝基苯酚四丁基铵盐的 CHCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻⁴ mol L⁻¹) 于一系列 10 mL 容量瓶中, 分别加入不同体积的主体的 CHCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹), 用 CHCl₃ 稀释至刻度, 混合均匀后静置 1 h, 得到一系列阴离子浓度恒定 (2.5 × 10⁻⁵ mol L⁻¹)、主体浓度不同的溶液, 于 25 °C 测其紫外可见光谱 (CHCl₃ 作参比).

分别移取 2.5 mL 对硝基苯基磷酸单酯二钠盐的 DMSO 溶液 (1.0 × 10⁻⁴ mol L⁻¹) 于一系列 10 mL 容量瓶中, 分别加入不同体积的主体的 DMSO 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹), 用 DMSO 稀释至刻度, 混合均匀后静置 1 h, 得到一系列阴离子浓度恒定 (2.5 × 10⁻⁵ mol L⁻¹)、主体浓度不同的溶液, 于 25 °C 测其紫外可见光谱 (DMSO 作参比).

1.4 核磁共振实验

取二支核磁管, 分别加入浓度为 1.0 × 10⁻² mol L⁻¹ 的主体 **4a** 和 **4b** 的 CDCl₃ 溶液; 另取二支核磁管分别加入等体积的主体 **4a** 的 CDCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹) 与客体对硝基苯酚四丁基铵盐的 CDCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹) 和等体积的主体 **4b** 的 CDCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹) 与客体对硝基苯酚四丁基铵盐的 CDCl₃ 溶液 (1.0 × 10⁻² mol L⁻¹), 分别测定其核磁共振氢谱.

2 结果与讨论

2.1 1,2-双(2-氨基-2-甲基丙酰氨基)苯 (**3a**) 的合成

Collins 等^[11]报道, 将 1,2-双(2-溴-2-甲基丙酰氨基)苯

1a 通过叠氮化反应后, 用 10% 的 Pd/C 催化剂在压力釜中进行催化氢化, 由于反应中放出 N₂, 因此反应过程中需要经常将压力釜抽气排空, 然后再充入 H₂ 还原, 反应操作和设备复杂, 且具有一定的危险性. 本工作改进了上述方法, 采用 (NH₄)₂S 水溶液在氮气保护下常温常压下还原叠氮化物获得了较好收率的二胺产品 **3a**. 反应操作简单易行, 且可避免反应的危险性.

2.2 **4a** 和 **4b** 的结构分析

通过快原子质谱显示主体分子 **4a**, **4b** 均为“1+1”的关环产物; ¹H NMR 图谱表明杯芳烃中桥联亚甲基质子核磁共振峰均分裂为 1:1 的一对双峰, 对叔丁基、母体苯环上氢均给出一对 1:1 的两个单峰. 这表明化合物 **4a**, **4b** 在溶液中均呈稳定的锥式构象.

2.3 UV-vis 光谱研究

紫外-可见 (UV-vis) 光谱法广泛适用于包结配位反应引起吸收光谱变化的体系. 对于测定超分子配合物的稳定常数是一种较为方便、快捷的测定手段.

本工作通过紫外可见光谱考查了四酰胺杯[4]氮杂冠醚 **4a**, **4b** 对磷酸二氢根阴离子 (H₂PO₄⁻)、磷酸对硝基苯酚单酯阴离子 (*p*-O₂NC₆H₄OPO₃²⁻) 及对硝基苯氧阴离子 (*p*-O₂NC₆H₄O⁻) 的识别性能. 实验结果显示, 主体 **4a**, **4b** 对四面体型阴离子 *p*-O₂NC₆H₄OPO₃²⁻, H₂PO₄⁻ 没有识别性能, 而对于平面型阴离子 *p*-O₂NC₆H₄O⁻ 却具有较好的选择性识别性能. 如图 1, 2 所示, 在 *p*-O₂NC₆H₄O⁻ 的氯仿溶液中, 逐渐加入主体化合物 **4a** 或 **4b** 时, 其在 423.0 nm 处的特征吸收峰逐渐消失, 而在 343.3 nm 处出现一个等吸收点, 表明溶液中有平衡存在. 此过程伴随肉眼可测的颜色变化, 随着主体化合物 **4a** 或 **4b** 的不断加入, 对硝基苯酚四丁基铵氯仿溶液的黄色逐渐消失. 由于杯芳烃相对刚性骨架的引入, 四酰胺杯[4]氮杂冠醚具有确定的构象, 显示出该类主体分子对平面型阴离子具有良好的选择性识别作用.

在超分子体系中, 当客体分子有较强紫外吸收, 而主体分子在这一波长范围没有紫外吸收, 可通过如下 Benesi-Hilderbrand 方程^[13]计算配合常数.

$$\frac{1}{A} = \frac{1}{K_s [H][G]_0} + \frac{1}{[H]}$$

其中 *A* 为吸光度的变化值, [H] 为加入主体的浓度, [G]₀ 为客体浓度, K_s 为配合常数, 为常数.

图 3, 4 分别表示主体 **4a** 和 **4b** 与对硝基苯酚氧阴离子于 CHCl₃ 中在 25 °C 相互作用时的 Benesi-Hilderbrand 曲线. 该曲线是线性的, 表明主体 **4a**, **4b** 分别与 *p*-O₂NC₆H₄O⁻ 形成了 1:1 的化学计量配合物^[14]. 根据直线的斜率计算出其配合常数分别为:

$$K_s(\mathbf{4a}) = (5.0 \pm 0.2) \times 10^2, K_s(\mathbf{4b}) = (8.9 \pm 0.2) \times 10^2$$

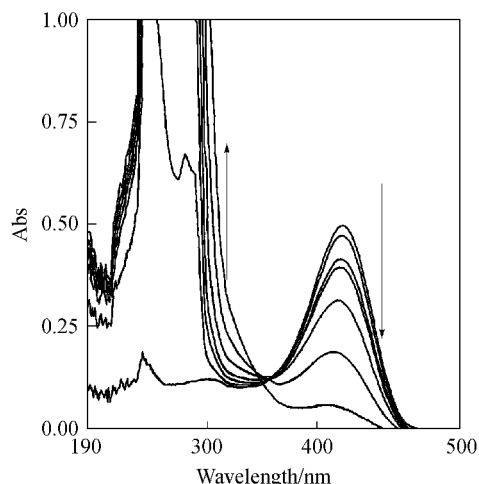


图1 4a 对客体 $p\text{-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{ON}^-(\text{C}_4\text{H}_9)_4$ (CHCl_3 溶液, $2.50 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$) 紫外 - 可见光谱的影响

$c(4a)/c(\text{客体}): 0, 3.0, 6.0, 10.0, 20.0, 40.0, 80.0$

Figure 1 Effect of 4a on the UV-vis spectra of $p\text{-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{ON}^-(\text{C}_4\text{H}_9)_4$ (CHCl_3 solution, $2.50 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$)

$c(4a)/c(\text{Guest}): 0, 3.0, 6.0, 10.0, 20.0, 40.0, 80.0$

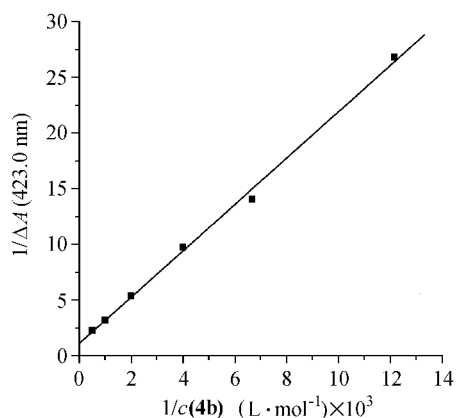


图3 主体 4a 与 $p\text{-NO}_2\text{PhO}^-$ 在 CHCl_3 中形成配合物的 Benesi-Hildebrand 曲线 (25°C , $c(p\text{-NO}_2\text{PhO}^-) = 2.5 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$)

Figure 3 Benesi-Hildebrand plot for a mixture of host 4a and $p\text{-NO}_2\text{PhO}^-$ in CHCl_3 at 25°C , $c(p\text{-NO}_2\text{PhO}^-) = 2.5 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$

2.4 ^1H NMR 研究

^1H NMR 谱是研究主客体间氢键相互作用的重要手段。本工作分别测定了主体 4a 和 4b 以及浓度比为 1:1 的 4a 与对硝基酚四丁基铵盐和 4b 与对硝基酚四丁基铵盐的 ^1H NMR 谱。结果表明当主体 4a 和 4b 与客体形成配合物后,原主体 4a 和 4b 的酰胺氮氢质子均发生低场位移,主体 4a 的二种酰胺氮氢分别从 9.40 和 8.86 位移至 9.59 和 9.07, 分别向低场位移了 0.19 和 0.21; 主体 4b 的二种酰胺氮氢也分别从 9.53 和 8.88 位移至 9.71 和 9.08, 分别向低场位移了 0.18 和 0.20。这表明主体 4a 和 4b 分别与对硝基酚氧阴离子客体之间通过多个氢键的形成发生了相互作用。

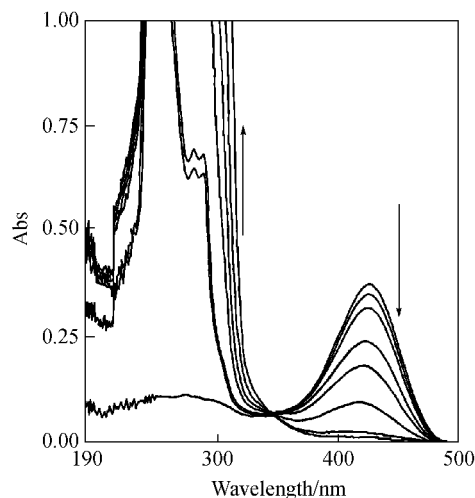


图2 4b 对客体 $p\text{-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{ON}^-(\text{C}_4\text{H}_9)_4$ (CHCl_3 溶液, $2.50 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$) 紫外 - 可见光谱的影响

$c(4b)/c(\text{客体}): 0, 1.0, 2.0, 4.0, 10.0, 20.0, 40.0, 80.0$

Figure 2 Effect of 4b on the UV-vis spectra of $p\text{-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{ON}^-(\text{C}_4\text{H}_9)_4$ (CHCl_3 solution, $2.50 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$)

$c(4b)/c(\text{Guest}): 0, 1.0, 2.0, 4.0, 10.0, 20.0, 40.0, 80.0$

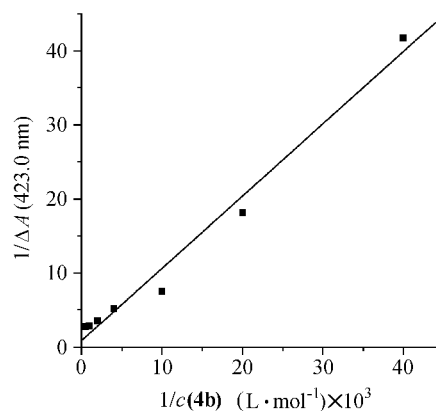


图4 主体 4b 与 $p\text{-NO}_2\text{PhO}^-$ 在 CHCl_3 中形成配合物的 Benesi-Hildebrand 曲线 (25°C , $c(p\text{-NO}_2\text{PhO}^-) = 2.5 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$)

Figure 4 Benesi-Hildebrand plot for a mixture of host 4b and $p\text{-NO}_2\text{PhO}^-$ in CHCl_3 at 25°C , $c(p\text{-NO}_2\text{PhO}^-) = 2.5 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$

以上研究表明,四酰胺杯[4]氮杂冠醚 4a 和 4b 对平面型阴离子客体具有良好的选择性识别性能,主客体间均形成了 1:1 的超分子配合物。主客体间的多重氢键的协同作用和主体分子相对稳定的锥式构象在选择性识别中起了重要作用。

References

- (a) Gale, P. A. *Coord. Chem. Rev.* **2000**, 199, 181.
(b) Beer, P. D.; Gale, P. A. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **2001**, 40, 489.

- 2 Kral, V. ; Sessler, J. L. *Tetrahedron* **1995**, 51, 539.
- 3 Buhlmann, P. ; Pretsch, E. ; Bakker, E. *Chem. Rev.* **1998**, 98, 1593.
- 4 Hübner, G. M. ; Gäser, J. ; Seel, C. ; Vögtle, F. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* **1999**, 38, 383.
- 5 (a) Szumna, A.; Jurczak, J. *Eur. J. Org. Chem.* **2001**, 4031.
(b) Hossain, M. A. ; Llinares, J. M. ; Powell, D. ; Bowmar, James, K. *Inorg. Chem.* **2001**, 40, 2936.
- 6 Luecke, H. ; Quioco, F. A. *Nature* **1990**, 347, 402.
- 7 Shioya, T. ; Nishizawa, S. ; Teramae, N. *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, 120, 11534.
- 8 Liao, J. H. ; Chon, C. T. ; Fang, J. M. *Org. Lett.* **2002**, 4, 561.
- 9 Yu, T.-X. ; Yang, X.-J. ; Yang, F.-F. ; He, Y.-B. *J. Wuhan Univ.* **1999**, 45, 811 (in Chinese).
(余天祥, 杨先金, 杨发福, 何永炳, 武汉大学学报, **1999**, 45, 811.)
- 10 Gale, P. A. ; Twyman, L. J. ; Handlin, C. I. ; Sessler, J. L. *Chem. Commun.* **1999**, 1851.
- 11 Collins, T. J. ; Powell, R. D. ; Slebodnick, C. ; Uffelman, E. *S. J. Am. Chem. Soc.* **1991**, 113, 8419.
- 12 Collins, E. M. ; McKervey, M. A. ; Madigan, E. ; Moran, M. B. ; Owens, M. ; Ferguson, G. ; Harris, S. J. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1* **1991**, 3137.
- 13 (a) Tsukube, H. ; Furuta, H. ; Odani, A. ; Takeda, Y. ; Kudo, Y. ; Inoue, Y. ; Liu, Y. ; Sakamoto, H. ; Kimura, K. In *Comprehensive Supramolecular Chemistry*, Vol. 8, Eds. : Lehn, J. M. ; Davis, J. E. D. ; Ripmeester, J. A. , Pergamon, New York, **1996**, p. 439.
(b) Benesi, H. ; Hildebrand, J. H. *J. Am. Chem. Soc.* **1949**, 71, 2703.
- 14 (a) Lu, K. ; Wu, Y.-J. ; Li, Y.-H. ; Shi, Y.-L. ; Zhou, Z.-X. *Chem. J. Chin. Univ.* **2001**, 22, 581 (in Chinese).
(卢奎, 吴养洁, 李永红, 石雅琳, 周稚仙, 高等学校化学学报, **2001**, 22, 581.)
(b) Lee, D. Y. K. ; Lam, M. H. W. ; Wong, W.-Y. *New J. Chem.* **2002**, 26, 330.

(A0305082 LU, Y. J. ; ZHENG, G. C.)