

文章编号:1001-5132 (2008) 04-0547-06

# [Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O 的合成、结构与表征

潘炜娟<sup>1,2</sup>, 谢洪珍<sup>1,2</sup>, 郑岳青<sup>1,2\*</sup>

(1.宁波市新型功能材料及其制备科学实验室 省部共建国家重点实验室培育基地,浙江 宁波 315211;

2.宁波大学 材料科学与化学工程学院,浙江 宁波 315211)

摘要:在 CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O 混合溶剂中,经 2,4,6-三(2-吡啶基)-1,3,5-三嗪(tptz)、草酸和新制 Ni(OH)<sub>2</sub>/NiCO<sub>3</sub> 反应合成得到配合物[Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O. 单晶 X-射线衍射分析表明:它与已报道的[M(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O (M = Co(2)、Cu(3)、Zn(4))配合物同晶形,属三斜晶系, *P* $\bar{1}$  空间群,晶胞参数  $a=7.760(2)$  Å,  $b=12.116(2)$  Å,  $c=13.031(3)$  Å,  $\alpha=78.76(4)^\circ$ ,  $\beta=83.84(3)^\circ$ ,  $\gamma=78.69(3)^\circ$ ,  $V=1175.3(5)$  Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_c=1.543$ ,  $F(000)=562$ ,  $R_1=0.0472$ ,  $wR_2=0.1350$ ,  $GOF=1.088$ . 在配合物的结构基础上与同晶形结构进行比较分析,并研究了它们的 IR 及 TG/DTA 测试表征.

关键词:镍配合物; 2,4,6-三(2-吡啶基)-1,3,5-三嗪(tptz); 合成; 晶体结构

中图分类号: O641

文献标识码: A

化合物 2,4,6-三(2-吡啶基)-1,3,5-三嗪(tptz)最早作为分析试剂受到人们的关注<sup>[1]</sup>. 随后, tptz 又以溶剂提取剂用于金属离子的分离,如在核废料处理工业中,可利用 tptz 将超铀元素中的锕系元素提取出来<sup>[2]</sup>. 同时,它也可用于制备 DNA 断裂试剂<sup>[3]</sup>. tptz 作为含氮杂环化合物,在构筑功能性配合物上显出独特作用<sup>[4]</sup>,金属在三吡啶位或二吡啶位参与螯合可能得到多种结构类型的配合物 I~VI,如图 1 所示. 近二十年来,人们应用 tptz 配体成功合成了多种结构新颖的金属配合物<sup>[2,5,6]</sup>,研究表明此类配合物具有优异的光、电、磁性质<sup>[7]</sup>. 如 Majumcler 等人<sup>[8]</sup>采用叠氮与 tptz 配体混配依次合成 Mn(II)、Zn(II)、Cd(II)金属配合物,并作了配合物的光、电、磁性质描述. 国内的周小平等人<sup>[9,10]</sup>分别以 CN<sup>-</sup>和

Γ 作为第 2 配体,桥联形成了系列具有优异磁学性质的配合物. 本文在温和的实验条件下得到配合物[Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O,结构分析表明:标题配合物与本实验室先前发表的配合物[M(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O(M=Co(2),Cu(3),Zn(4))属异质同

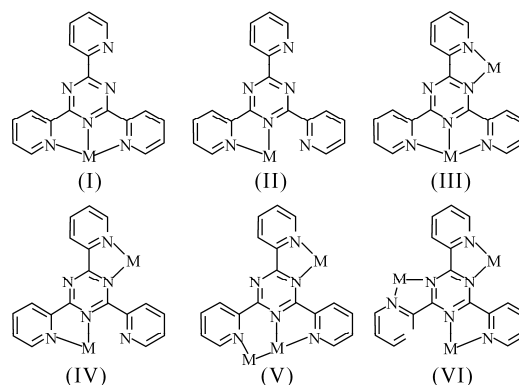


图 1 tptz 配体的不同配位方式

收稿日期: 2008-03-06.

宁波大学学报(理工版)网址: <http://3xb.nbu.edu.cn>

基金项目: 国家科技部重大基础研究前期专项(2003CCA00800); 浙江省自然科学基金(Z203067); 宁波市自然科学基金(2003CCA00800); 宁波大学科研基金(008-460452).

第一作者: 潘炜娟(1982-),女,浙江上虞人,在读硕士研究生,主要研究方向:无机化学. E-mail: panweijuan1982@yahoo.com.cn

\*通讯作者: 郑岳青(1963-),男,浙江温岭人,博士/研究员,主要研究方向: 配位化学. E-mail: zhengyueqing@nbu.edu.cn

晶体<sup>[11-13]</sup>.

## 1 实验部分

### 1.2 主要试剂与仪器

NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O(分析纯,上海勤工化工厂);CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O(分析纯,湖州化学试剂厂);CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O(分析纯,上海普精化工技术研究院);ZnCl<sub>2</sub>(分析纯,上海青析化工科技有限公司);tptz(Aldrich 化学有限公司);H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(分析纯,上海化学试剂公司);其他试剂均为分析纯.

在岛津 FTIR-8900 型傅立叶变换红外光谱仪上记录 IR 光谱,样品采用 KBr 压片;应用 Rigaku R-Axis Rapid X 射线单晶衍射仪测定晶胞参数和收集衍射数据;应用 Bruker D8 Focus X 射线粉末衍射仪对目标产物进行物相分析;利用 Seiko TG/DTA 6300 型微分热分析仪在 N<sub>2</sub> 气氛中测定试样的差热-热重曲线,Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 为参比物,升温速率为 10 °C·min<sup>-1</sup>,温度区间为室温至 800 °C.

### 1.2 合成方法

#### 1.2.1 配合物 1 的合成

待 0.238 g(1.0 mmol)NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 溶于适量蒸馏水后,搅拌下加入 2.0 mL(1.0 mol·L<sup>-1</sup>) NaOH 溶液,形成绿色 Ni(OH)<sub>2</sub>·xH<sub>2</sub>O 沉淀.该沉淀经蒸馏水洗涤、离心分离 5 次后备用.将 0.126 g(1.0 mmol)草酸和 0.312 g(1.0 mmol)tptz 依次加入由 15 mL 甲醇及 15 mL 水所组成的混合溶剂中,搅拌使其溶解.而后在所形成的无色溶液中加入 Ni(OH)<sub>2</sub>·xH<sub>2</sub>O,经搅拌形成绿色悬浊液.过滤后,黄色滤液(pH 为 1.72)静置于室温下缓慢挥发.1 d 后析出少量黄色晶体,最后得到 0.157 g 晶体产物.产物的粉末 X-射线衍射图与单晶结构数据所得的模拟图相吻合,表明产物为纯相.应用新制 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液代替 NaOH 进行合成同样可得到标题化合物,最终晶体质量为 0.097 g. IR (cm<sup>-1</sup>) 3 396(s) 3 063(w) 1 651(vs) 1 576(s) 1 558(vs) 1 539(vs) 1 435(m) 1 394(m) 1 375

(s) , 773(s).

#### 1.2.2 配合物[M(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O (M=Co(2), Cu(3), Zn(4))的合成

配合物 2~4 的合成方法与 1 的合成类似,只是应用相应的氯化物代替 NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O. 配合物 2 的 IR(KBr) ν(cm<sup>-1</sup>) 3 385(s) 3 060(w) 1 650(vs) 1 575(s) 1 560(vs) 1 540(vs) 1 560(m) 1 542(m) 1 440(s) 776(s). 配合物 3 的 IR(KBr) ν(cm<sup>-1</sup>) 3 405(s) 3 062(w) 1 655(vs) 1 570(s) 1 549(vs) 1 428(vs) 1 390(s) 770(s). 配合物 4 的 IR(KBr) ν(cm<sup>-1</sup>) 3 390(s) 3 058(w) 1 640(vs) 1 572(s) 1 549(vs) 1 420(s) 1 385(m) 765(s).

### 1.3 配合物 1 晶体结构测定

在偏光显微镜下选取一大小为 0.45 mm × 0.34 mm × 0.17 mm 的单晶,298 K 时,在 X 射线衍射仪上使用经石墨单色化的 Mo Kα 射线(λ=0.071 073 nm)收集衍射数据,以 ω 扫描方式,在 3.00° < θ < 27.48° 范围内共收集 11 395 个数据,其中 4 374 个独立可观测数据(R<sub>int</sub>=0.019 4)用于结构的求解和修正.全部反射数据经 Lp 因子和经验吸收校正.晶体结构用重原子法解出,并经全矩阵最小二乘法修正.除水分子上的氢由差值 Fourier 合成法给出以外,其余氢原子通过理论计算加入.

标题配合物晶体属三斜晶系,空间群 P $\bar{1}$ (No. 2),晶胞参数:a=7.760(2) Å, b=12.116(2) Å, c=13.031(3) Å α=78.76(4)° β=83.84(3)° γ=78.69(3)°, V=1175.3(5) Å<sup>3</sup>, Z=2, D<sub>c</sub>=1.543, F(000)=562, R<sub>1</sub>=0.0472, wR<sub>2</sub>=0.1350, GOF=1.088.

## 2 结果与讨论

### 2.1 合成

在 CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O 体系中,Ni(OH)<sub>2</sub>、tptz 与草酸作用形成[Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O,其反应方程式为:Ni(OH)<sub>2</sub> + tptz + H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> + 3H<sub>2</sub>O = [Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·4H<sub>2</sub>O.

## 2.2 晶体结构

配合物 1 与配合物 2~4 为异质同晶体,标题配合物由结晶水分子和[Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]络合分子组成.图2显示络分子中Ni原子与tptz、C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>离子和水分子配位形成NiN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>发色团,其中3个N原子来自同1个tptz配体,2个O原子属于C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>离子,另1个O原子来自配位水分子.围绕Ni原子的轴向键角为153.3(1)~175.9(1)°,Ni-N和Ni-O键长分别为1.982(2)~2.170(3)Å和1.999(2)~2.052(2)Å,数据见表1,这表明配位原子围绕Ni原子形成经式八面体.

因配位效应,C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>离子配体中C原子至配位O原子(O1,O3)间的距离(1.258(4)Å,1.259(3)Å),略大于至氧原子(O2,O4)间的距离.tptz配体上吡嗪环与3个吡啶环间的二面角为0.7(2)°~6.4(2)°,其中与以C13相连的吡啶环间的夹角为最大,表明tptz配体在配位作用下已失去理想的共面性.

络合分子上的配位水分子(O5)提供氢原子与相邻络合分子中草酸根上未参与配位的O4、O2,形成R<sub>1</sub><sup>2</sup>(5)型<sup>[14]</sup>分子间氢键(d(O5-H...O4<sup>#2</sup>)=2.774Å,(O5-H...O4<sup>#2</sup>)=151°,d(O5-H...O2<sup>#2</sup>)=2.980Å,(O5-H...O2<sup>#2</sup>)=126°),络合分子通过该类分子间氢键作用形成沿[100]方向伸展的一维超分子链.相邻链上的tptz配体相互穿插构成双链,相邻tptz间的平均距离交替为3.1007Å,3.4889Å,表明双链内存在π-π堆积作用.所形成的双链平行排列构成平行于(010)面的2D结构,如图3所示.

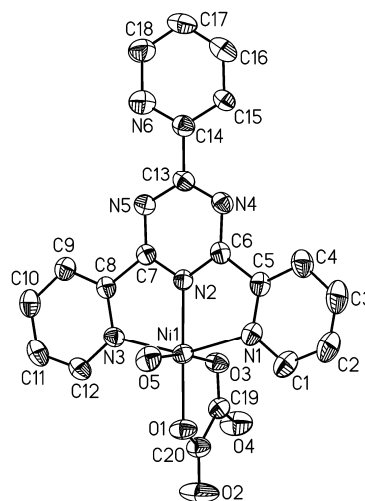


图2 [Ni(H<sub>2</sub>O)(tptz)(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]络合分子结构

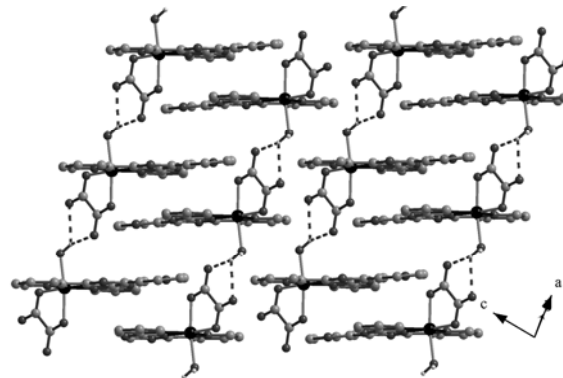


图3 配合物 1 双链结构

配合物 1 中存在 4 个结晶学不等价的结晶水分子(O6、O7、O8、O9),它们夹心于两相邻的二维层之间.结晶水分子间存在丰富的氢键,数据见表2,同时结晶水分子(O9)不仅提供氢原子给草酸根上氧原子(O2),而且接受相邻配位水分子(O5)提供的氢原子形成氢键(d(O9-H...O2)=2.750Å,d(O5-

表1 配合物 1 的主要键长/Å 和键角/°

Ni1-N1	2.170(3)	Ni1-O3	2.049(2)	O3-C19	1.259(3)
Ni1-N2	1.982(2)	Ni1-O5	2.052(2)	O4-C19	1.227(3)
Ni1-N3	2.138(3)	O1-C20	1.258(4)		
Ni1-O1	1.999(2)	O2-C20	1.230(4)		
N1/Ni1/N2	76.3(1)	N2/Ni1/O3	94.8(1)	Ni1/O3/C19	113.2(2)
N1/Ni1/N3	153.3(1)	N2/Ni1/O5	95.6(1)	O1/C20/C19	116.0(2)
N1/Ni1/O1	105.0(1)	N3/Ni1/O1	101.7(1)	O1/C20/O2	125.7(3)
N1/Ni1/O3	93.2(1)	N3/Ni1/O3	90.1(1)	O3/C19/C20	119.0(3)
N1/Ni1/O5	89.2(1)	N3/Ni1/O5	92.3(1)	O3/C19/O4	126.0(3)
N2/Ni1/N3	77.1(1)	O3/Ni1/O5	169.6(1)	O2/C20/C19	118.3(3)
N2/Ni1/O1	175.9(1)	Ni1/O1/C20	114.2(2)		

表2 配合物1的氢键

D-H	d(D-H)	d(H...A)	<DHA	d(D...A)	A
O5-H21	0.81(1)	1.94(1)	176(4)	2.756(1)	O9 <sup>#1</sup>
O5-H22	0.88(1)	1.97(1)	151(5)	2.774(1)	O4 <sup>#2</sup>
O5-H22	0.88(1)	2.37(1)	126(2)	2.980(1)	O2 <sup>#2</sup>
O6-H23	0.91(1)	2.42(1)	112(2)	2.887(1)	O8 <sup>#3</sup>
O6-H24	0.84(1)	1.93(1)	175(5)	2.764(1)	O9 <sup>#4</sup>
O7-H25	0.87(1)	2.28(1)	125(1)	2.871(1)	O9
O7-H26	0.87(1)	1.96(1)	171(2)	2.820(1)	O8 <sup>#5</sup>
O8-H27	0.90(1)	2.69(1)	157(1)	3.532(1)	N4 <sup>#3</sup>
O8-H28	0.86(1)	2.04(1)	169(4)	2.883(1)	O6
O9-H29	0.86(1)	2.02(1)	171(1)	2.871(1)	O7
O9-H30	0.85(1)	1.91(1)	170(2)	2.750(1)	O2

注: #1=-x+1, -y+2, -z+2; #2=x+1, y, z; #3=-x+2, -y+1, -z+1; #4=x+1, y, z-1; #5=-x+2, -y+1, -z+2.

H...O9<sup>#1</sup>)=2.756 Å). 显然, 二维层结构通过氢键作用构筑成三维网络结构.

### 2.3 晶胞参数及键长变化趋势比较

图4和图5分别为配合物1~4的晶轴长度和键长与金属离子半径的关系图(M=Co(II)、Ni(II)、Cu(II)、Zn(II)). 从图的曲线比较可发现, M-N<sub>average</sub>键长变化趋势与b、c-轴变化一致, 而M-O<sub>ox</sub>变化曲线趋势与a-轴变化相应. 这可能与M、O、N在晶胞中分布位置有关.

### 2.4 配合物的红外光谱

配合物1~4的主要红外吸收峰基本相同. 位于3200~3450 cm<sup>-1</sup>波数范围内的强吸收峰可归属于O-H键的伸缩振动; 位于1651 cm<sup>-1</sup>和1576 cm<sup>-1</sup>左右的强吸收峰可分别归属于-CO<sub>2</sub>的反对称和对称伸缩振动, 与文献中相应C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>的吸收峰比较, 后者出现显著红移现象( $\nu_{as}(C-O)$ : 1625 cm<sup>-1</sup>,  $\nu_s(C-O)$ : 1360 cm<sup>-1</sup>)<sup>[15]</sup>; 位于3063 cm<sup>-1</sup>附近的吸收峰可能来自于吡啶环C-H伸缩振动峰, 与tptz的IR谱相应峰基本一致( $\nu(C-H)$ : 3065 cm<sup>-1</sup>); 位于1535~1560 cm<sup>-1</sup>波数范围内的吸收峰来自于吡啶环上C=C的振动吸收峰; C-H键的弯曲振动导致1350~1450 cm<sup>-1</sup>处的中强吸收, 与tptz的IR谱相应峰吻合; 位于770 cm<sup>-1</sup>附近的吸收峰可能来自于吡啶环上C-H键的面外弯曲振动.

### 2.5 配合物的热分析

图6为配合物1~4的TG-DTA曲线图. 配合

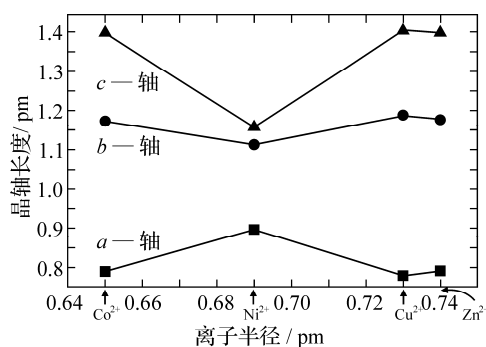


图4 晶轴与金属离子半径关系

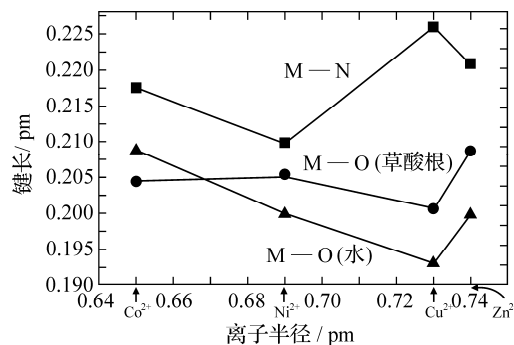


图5 键长与金属离子半径关系

物1在89、214和330 有3个吸热峰. 在80~325 温度区间内失重率达16.6%, 与每个分子失去5个水分子的理论值16.5%相吻合. 加热到800 , 残留物占样品总质量的28.9%, 与最终产物为(Ni+C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)的理论值27.6%比较接近.

配合物2的DTA曲线可知, 其热分解过程由4个吸热过程组成, 第1个放热过程始于50 , 第二个阶段始于150 , 峰顶温度为183 , 一直延伸至320 . 这2个过程失重率为18.6%, 与每分

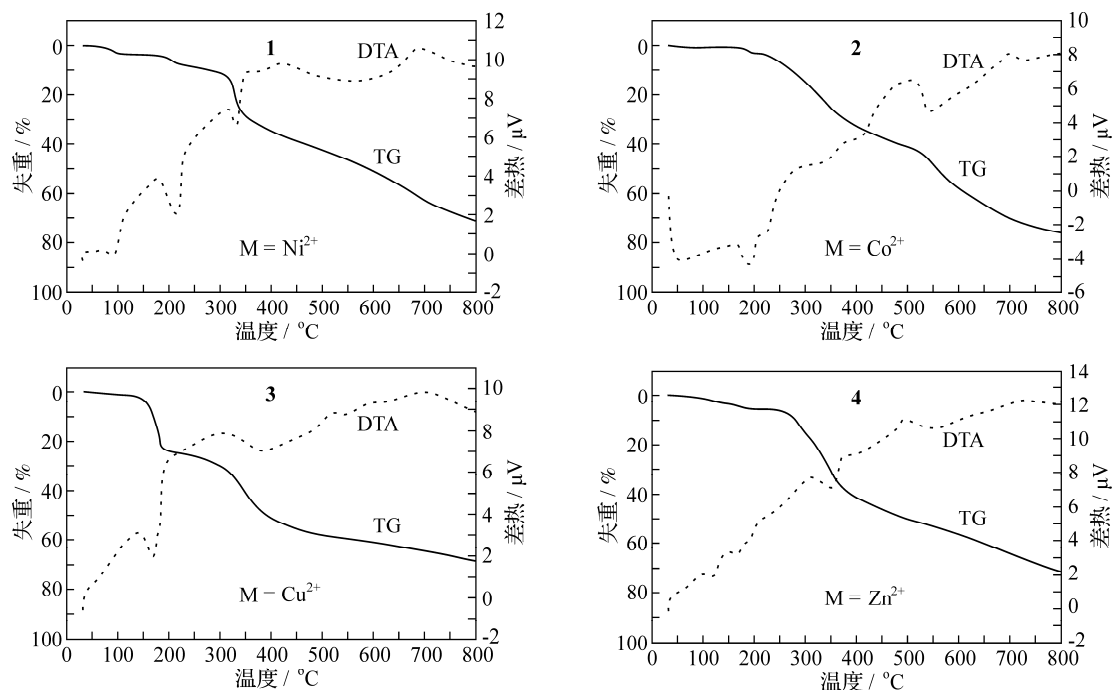


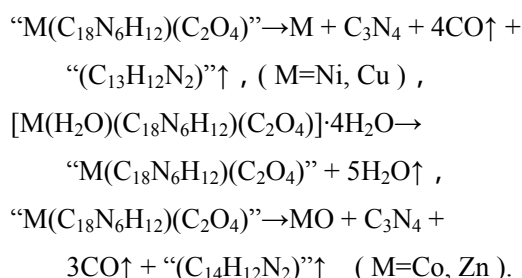
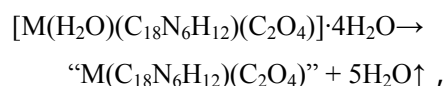
图6 配合物1~4的TG-DTA曲线

子失去5个水分子接近。后2个吸热过程从320开始, 顶峰温度分别为389、549, 直至800, 这可能由于tptz和 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 复杂分解所致<sup>[9,16]</sup>。推测残留物 $w(\text{CoO}+\text{C}_3\text{N}_4) \approx 30.4\%$ (理论值28.9%)。

配合物3在升温过程中, 于167和381出现2个吸热峰。加热到186失重率为22.7%, 这与每分子失去全部水分子的理论值16.3%较为接近。继续加热至800, 失重率达45.8%, 同样可能由于tptz和 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的共同分解导致。最终残留物推测 $(\text{Cu}+\text{C}_3\text{N}_4)$ 占样品总的31.5%, 与理论值28.1%较为接近。

配合物4在114, 167和352共出现3个吸热峰。80~310温度范围内失重率达17.9%, 与每分子失去全部水分子的理论值16.2%相吻合。而320~800温度范围内TG曲线逐渐下降, 残留物占样品中质量的28.6%, 与最终产物为 $(\text{ZnO}+\text{C}_3\text{N}_4)$ 的理论值31.2%较为接近。

显然, 配合物1~4在加热过程中都经历了复杂的tptz和 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的分解, 其热分解过程推测如下:



#### 参考文献:

- [1] Collins P F, Diehl H, Smith G F. 2,4,6-tripyridyl-s-triazine as reagent for iron determination of iron in limestone, silicates and refractories[J]. Anal Chem, 1959, 31:1 862-1 867.
- [2] Cotton S A, Franckevicius V, Mahon M F, et al. Structures of 2,4,6-tria-pyridyl-1,3,5-triazine complexes of the lanthanoid nitrates: a study in the lanthanoid contraction[J]. Polyhedron, 2006, 25:1 057-1 068.
- [3] Gupta N, Grover N, Neyhart G A, et al. Synthesis and properties of new DNA cleavage agents based on Oxoruthenium(IV)[J]. Inorg Chem, 1993, 32:310-316.
- [4] Zhang L, Lü X Q, Zhang Q, et al. Coordination modes of diphosphines in silver(I)-diphosphine complexes mediated by 2,4,6-tri(2-pyridyl)-1,3,5-triazine(tptz)[J]. J Mater Chem, 2005, 30:76-81.
- [5] Wietzke R, Mazzanti M, Latour J M, et al. Crystal structure and solution fluxionality of lanthanide complexes of

- 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine[J]. *Inorg Chem*, 1999, 38:3 581-3 585.
- [6] Ghumaan S, Kar S, Mobin S M, et al. 2,4,6-tri(2-pyridyl)-1,3,5-triazine(tptz)-derived  $[\text{Ru}^{\text{II}}(\text{tptz})(\text{acac})(\text{CH}_3\text{CN})]^+$  and mixed-valent  $[(\text{acac})_2\text{Ru}^{\text{III}}\{\mu\text{-tptz-H}^+\}\text{Ru}^{\text{II}}(\text{acac})(\text{CH}_3\text{CN})]^+$ [J]. *Inorg Chem*, 2006, 45:2 413-2 423.
- [7] Glaser T, Lügger T, Fröhlich R. Synthesis, crystal structures, and magnetic properties of a mono- and a dinuclear copper(II) complex of the 2,4,6-Tri(2-pyridyl)-1,3,5-triazine ligand[J]. *Eur J Inorg Chem*, 2004, 394-400.
- [8] Majumder A, Pilet G, María T, et al. Synthesis and structural characterization of three dicyanamide complexes with Mn(II), Zn(II) and Cd(II): supramolecular architectures stabilized by hydrogen bonding[J]. *Polyhedron*, 2006, 25:2 550-2 558.
- [9] Zhou X P, Li D, Wu T, et al. Syntheses of supramolecular CuCN complexes by decomposing CuSCN: a general route to CuCN coordination polymers[J]. *Dalton Trans*, 2006, 21:2 435-2 443.
- [10] Zhou X P, Li D, Zheng S L, et al. Cu(I) or Cu(I)-Cu(II) mixed-valence complexes of 2,4,6-tri(2-pyridyl)-1,3,5-triazine: syntheses, structures, and theoretical study of the hydrolytic reaction mechanism[J]. *Inorg Chem*, 2006, 45: 7 119-7 125.
- [11] Cheng D Y, Xu W, Zheng Y Q, aquaoxalato (2,4,6-tri-2-pyridyl-1,3,5-triazine) cobalt(II) tetrahydrate[J]. *Acta Crystallogr Sect E*, 2006, 62:2 561-2 563.
- [12] Zheng Y Q, Xu W, Lin F, et al. Syntheses and crystal structures of copper(II) complexes derived from 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine[J]. *J Coord Chem*, 2006, 59: 1 825-1 834.
- [13] Xie H Z, Pan W J. Aquaoxalato (2,4,6-tri-2-pyridyl-1,3,5-triazine)-zinc(II) tetrahydrate[J]. *Acta Crystallogr Sect E*, 2007, 63:1 231-1 232.
- [14] Margaret C E. Hydrogen bonds as design elements in organic chemistry[J]. *J Phys Chem* 1991, 95:4 601-4 610.
- [15] Urko G C, Oscar C, Antonio L, et al. A new hydrated phase of cobalt(II) oxalate: crystal structure, thermal behavior and magnetic properties of  $\{[\text{Co}(\mu\text{-ox})(\text{H}_2\text{O})_2]\cdot 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ [J]. *Inorg Chim Acta*, 2004, 357: 339-344.
- [16] Miller D R, Wang J, Gillan E G. Rapid, facile synthesis of nitrogen-rich carbon nitride powders[J]. *J Mater Chem*, 2002, 12:2 463-2 469.

## Synthesis, Complex and Characterization of $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})(\text{tptz})(\text{C}_2\text{O}_4)]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$

PAN Wei-juan<sup>1,2</sup>, XIE Hong-zhen<sup>1,2</sup>, ZHENG Yue-qing<sup>1,2\*</sup>

( 1.The State Key Laboratory Base of Ningbo Novel Functional Materials and Preparation Science, Ningbo 315211, China;

2. Faculty of Materials Science and Chemical Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China )

**Abstract:** Reaction of 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine(tptz), oxalic acid and freshly prepared  $\text{Ni}(\text{OH})_2/\text{Ni}_2\text{CO}_3$  in  $\text{CH}_3\text{OH}/\text{H}_2\text{O}$  solution yields the title complex  $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})(\text{tptz})(\text{C}_2\text{O}_4)]\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . Single crystal X-ray diffraction indicates that it crystallizes isostructurally with Co, Cu, Zn analogues, in the triclinic space group  $P\bar{1}$  with the cell dimensions  $a=7.760(2)\text{Å}$ ,  $b=12.116(2)\text{Å}$ ,  $c=13.031(3)\text{Å}$ ,  $\alpha=78.76(4)^\circ$ ,  $\beta=83.84(3)^\circ$ ,  $\gamma=78.69(3)^\circ$ ,  $V=1175.3(5)\text{Å}^3$ ,  $Z=2$ ,  $D_c=1.543$ ,  $F(000)=562$ ,  $R_1=0.0472$ ,  $wR_2=0.1350$ ,  $GOF=1.088$ . IR and thermal behaviors of the four isostructural complexes are discussed.

**Key words:** Ni(II)complex; 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-triazine (tptz); synthesize; crystal structure

**CLC number:** O641

**Document code:** A

( 责任编辑 章践立 )