

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C07F 15/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02804212.3

[45] 授权公告日 2008 年 1 月 16 日

[11] 授权公告号 CN 100362004C

[22] 申请日 2002.1.30 [21] 申请号 02804212.3
[30] 优先权

[32] 2001.2.1 [33] DE [31] 10104426.7

[86] 国际申请 PCT/EP2002/000920 2002.1.30

[87] 国际公布 WO2002/060910 德 2002.8.8

[85] 进入国家阶段日期 2003.7.28

[73] 专利权人 默克专利有限公司

地址 德国达姆施塔特

[72] 发明人 非利浦·施拖塞尔

休伯特·施普赖特尔

海因里希·贝克尔

[56] 参考文献

CN1413426A 2003.4.23

CN1449640A 2003.10.15

审查员 林琳

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责
任公司

代理人 樊卫民 杨青

权利要求书 3 页 说明书 13 页

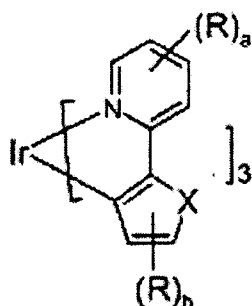
[54] 发明名称

高纯的三邻位金属化的有机铱化合物的制备
方法

[57] 摘要

本发明涉及一种高纯三邻位金属化的有机铱化合物的制备方法和这种纯有机金属化合物，特别是 d^8 金属化合物，它们在不远的将来将可以作为染料组分、活性组分 (= 功能材料) 用于一系列不同类型的应用场合，这种应用在最宽的意义上可以分类到电子工业中。

1. 一种制备式(I)面式化合物的方法:



式(I)

其中:

X 为 $-\text{CH}=\text{CH}-$, $-\text{CR}=\text{CH}-$ 或 $-\text{CR}=\text{CR}-$;

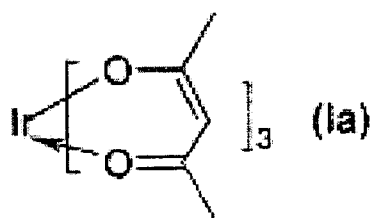
R 在各种情况下相同或不同, 为 F, Cl, Br, NO_2 , CN, 含 1-20 个碳原子的直链或支链或环状烷基或烷氧基, 其中一个或多个不相邻的 CH_2 基团可以被 $-\text{O}-$, $-\text{S}-$, $-\text{NR}^1-$ 或 $-\text{CONR}^2-$ 代替, 并且其中一个或多个氢原子可以被 F 代替;

R^1 和 R^2 相同或不同, 各自为 H 或含 1-20 个碳原子的脂肪烃基, 或具有达 20 个碳原子的芳烃基;

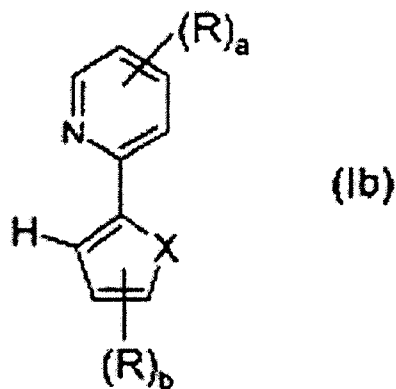
a 是 0, 1, 2, 3 或 4;

b 是 0, 1 或 2,

它是由式(Ia)的化合物



与式(Ib)的化合物



其中基团 X, R, a 和 b 均如式(I)中定义,

在双性质子溶剂、其醚化衍生物或 N-甲基吡咯烷酮中反应来进行, 反应温度为 160-220 °C, 式(Ia)的铈反应物的浓度以铈计为 0.05-1.00mol/l, 使用的配体式(Ib)的芳基-吡啶基衍生物浓度为铈反应物浓度的 4-20 倍, 反应时间为 20-100 小时。

2. 如权利要求 1 要求的方法, 其特征在于使用的溶剂是乙二醇, 丙二醇, 甘油, PEG600, PEG1000, 三甘醇二甲醚, 聚(乙二醇)二甲醚, 或 N-甲基吡咯烷酮。

3. 如权利要求 1 或 2 要求的方法, 其特征在于反应在 180-210°C 的温度范围内进行。

4. 如权利要求 1 或 2 所要求的方法, 其特征在于式(Ia)的铈反应物, 即铈(III)1,3-二酮螯合物的浓度为 0.08-0.25mol/l。

5. 如权利要求 1 或 2 所要求的方法, 其特征在于式(Ia)的铈反应物, 即铈(III)1,3-二酮螯合物与式(Ib)的芳基-吡啶基衍生物的摩尔比为 1:6-1:15。

6. 如权利要求 1 或 2 所要求的方法，其特征在于反应进行 30-80 小时。

高纯的三邻位金属化的有机铱化合物的制备方法

有机金属化合物，特别是 d^8 金属化合物在不远的将来将可以作为染料组分、活性组分(=功能材料)用于一系列不同类型的应用场合，这种应用在最宽的意义上可以分类到电子工业中。

以纯有机组分(对其结构的一般描述参见 US4539507 和 US5151629)及其单独的组分为基础的有机电致发光器件，有机发光二极管(OLED)已经上市，如先锋公司(Pioneer)的具有有机显示器的车载收音机已证实了这一点。其他这类产品也将很快上市。尽管如此，但在这里仍然需要显著的改进以与目前领导市场潮流的液晶显示器(LCD)形成真正的竞争或超越它们。

前两年这一方面呈现的发展是使用显示出磷光而不是荧光的有机金属络合物[M. A. Baldo, S. Lamansky, P. E. Burrows, M. E. Thompson, S. R. Forrest, Applied Physics Letters, 1999, 75, 4-6]。

关于旋转概率方面的理论原因，使用有机金属化合物，能量效率和工艺效能高达 4 倍都是可能的。不管这种新的发展本身是否首先在很大程度上依赖于或是不依赖于相应的器件，在 OLED 中均可以找到还能利用这些优势(与单重态发光(=荧光)对比的三重态发光(=磷光))的组合物。为了能够用于移动应用场合，实际使用中的主要条件尤其注意的是操作寿命长，对热应力的稳定性好以及使用和操作电压低。

首先，对于相应的高纯有机铱化合物必须有有效的化学使用途径，特别是在考虑到铱的成本时，这一点对该类特殊化合物的经济利用起到决定性的重要作用。

文献中描述了许多制备三邻位金属化(ortho-metallated)的有机铱化合物的制备方法。下面使用这类特殊化合物的基本结构, fac-三[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-铱(III), 来简要描述一般的使用路径、通过这些方法获得的收率及其缺点。

从水合氯化铱(III)和 2-苯基吡啶开始, 在繁杂的色谱纯化法之后得到 fac-三[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-铱(III), 收率约为 10%[K. A. King, P. J. Spellane, R. J. Watts, J. Am. Chem. Soc., 1985, 107, 1431-1432]。

K. Dedeian 等人描述了一种方法, 是从乙酰丙酮铱(III)和 2-苯基吡啶开始制备 fac-三[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-铱(III), 收率为 45%。与上述方法类似, 这一方法中的产品也不得不通过色谱法从不纯物中分离出来, 并且由于它们的溶解性, 在这里要使用卤代烃[K. Dedeian, P. I. Djurovich, F. O. Garces, G. Carlson, R. J. Watts, Inorg. Chem., 1991, 30, 1685-1687]。

在第三种文献方法中, 二- μ -氯四[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-二铱(III)用作反应物, 并且必须首先由水合氯化铱(III)和 2-苯基吡啶来制备它, 收率约为 72%[S. Spouse, K. A. King, P. J. Spellane, R. J. Watts, J. Am. Chem. Soc., 1984, 106, 6647], 然后, 它与 2-苯基吡啶和以二- μ -氯四[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-二铱(III)计两倍摩尔量的三氟甲烷磺酸银反应。在色谱纯化后, 作者得到三[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-铱(III), 收率为 75%[M. G. Colombo, T. C. Brunold, T. Riedener, H. U. Güdel, Inorg. Chem., 1994, 33, 545-550]。除了色谱纯化外, 它又使用卤代烃, 使用以二- μ -氯四[2-(2-吡啶基- κ N)苯基- κ C]-二铱(III)计两倍摩尔量的三氟甲烷磺酸银进行反应也是不利的。

下表中, 为了更好地概括, 对这些参考进行了比较, 包括实施例 1 中进行的比较实验。

表 1: 现有制备方法的文献比较

	参考 1	参考 2		参考 3
		文献	比较试验	
反应物	IrCl ₃ 2-苯基吡啶	Ir(乙酰丙酮) ₃ 2-苯基吡啶	Ir(乙酰丙酮) ₃ 2-苯基吡啶	[Ir(ppy) ₂ Cl] ₂ 2-苯基吡啶 AgO ₃ SCF ₃
溶剂	2-乙氧基乙醇/水	乙二醇	乙二醇	无
温度	---	196-198℃	196-198℃	110℃
铱反应物浓度	0.03mol/l	0.02mol/l	0.02mol/l	---
铱反应物与 2-苯基吡啶的摩尔比	1: 4	1: 6.3	1: 6.3	1: 15
反应时间	24h	10h	10h	24h
收率	约 10%, [Ir(μ-Cl)(ppy)] ₂ 为副产物	45%	39.3-44.0%	75%
HPLC 纯度	无数据	无数据	94.0-96.0%	无数据

表 1: 现有制备方法的文献比较

参考 1: K. A. King, P. J. Spellane, R. J. Watts, J. Am. Chem. Soc., 1985, 107, 1431-1432;

S. Spouse, K. A. King, P. J. Spellane, R. J. Watts, J. Am. Chem. Soc., 1984, 106, 6647-6653。

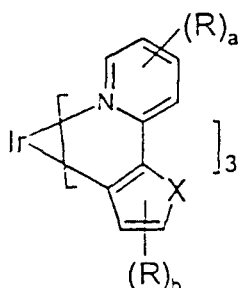
参考 2: K. Dedeian, P. I. Djurovich, F. O. Garces, G. Carlson, R. J. Watts, Inorg. Chem., 1991, 30, 1685-1687。

参考 3: M. G. Colombo, T. C. Brunold, T. Riedener, H. U. Güdel, Inorg. Chem., 1994, 33, 545-550。

现在已经令人惊奇地发现,在不使用色谱纯化法的情况下,从乙酰丙酮铱(III)或类似的 1,3-二酮螯合物和 2-芳基吡啶开始,通过适合地选择反应参数,如反应温度、浓度和反应时间,可以重现地以约 90-95%的收率得到式(I)的化合物(根据流程 1),HPLC 纯度>99.9%(参

见方法 A，实施例 2-5)。

本发明提供一种制备化合物 I 的方法：



其中：

X 为 $-\text{CH}=\text{CH}-$ ， $-\text{CR}=\text{CH}-$ ， $-\text{CR}=\text{CR}-$ ， $\text{N}-\text{H}$ ， $\text{N}-\text{R}^1$ ， O ， S 或 Se ；
优选 $-\text{CH}=\text{CH}-$ ， $-\text{CR}=\text{CH}-$ 或 S ；

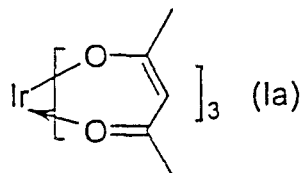
R 在各种情况下相同或不同，为 F ， Cl ， Br ， NO_2 ， CN ，含 1-20 个碳原子的直链或支链或环状烷基或烷氧基，其中一个或多个不相邻的 CH_2 基团可以被 $-\text{O}-$ ， $-\text{S}-$ ， $-\text{NR}^1-$ 或 $-\text{CONR}^2-$ 代替，并且其中一个或多个氢原子可以被 F 代替，或含 4-14 个碳原子的可以被一个或多个非芳基团 R 取代的芳基或杂芳基；以及在同一个环上或在两个不同环上的一些取代基 R，它们可以一起形成另外的单环或多环体系；

R^1 和 R^2 相同或不同，各自为 H 或含 1-20 个碳原子的脂肪或芳烃基；

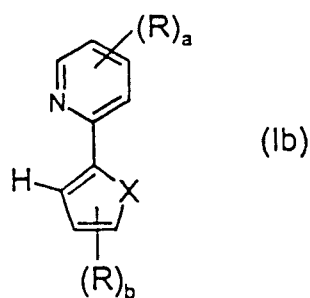
a 是 0，1，2，3 或 4，优选 0 或 1；

b 是 0，1 或 2，优选 0 或 1，

它通过由式(Ia)的化合物



与式(Ib)的化合物

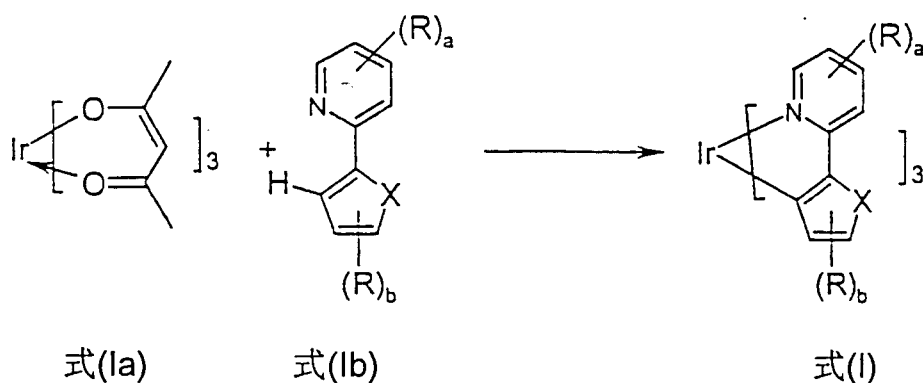


其中基团 X, R, a 和 b 均如式(I)中定义,

在双性质子溶剂、其醚化衍生物或 N-甲基吡咯烷酮(NMP)中反应来进行, 反应温度为 160-220℃, 铱反应物(以铱计)的浓度为 0.05-1.00mol/l, 使用的配体(芳基-吡啶基衍生物)浓度为铱反应物浓度的 4-20 倍, 反应时间为 20-100 小时。

本发明的方法由流程 1 表示:

流程 1:



本发明的反应介质是高沸点、双性质子溶剂, 如乙二醇或丙二醇, 或其他高级二醇或多元醇, 如甘油, 或其他聚醚醇, 如聚乙二醇, 例如 PEG600 和 PEG1000, 以及它们的醚化同系物, 如三甘醇二甲醚或聚(乙二醇)二甲醚, 以及 NMP。

根据本发明, 反应在 160-220℃的温度下进行, 优选 180-210℃。

根据本发明，铱反应物，即乙酰丙酮铱(III)或类似的 1,3-二酮螯合物的浓度为 0.05-1.00 摩尔，优选 0.08-0.25 摩尔。

根据本发明，铱反应物，即乙酰丙酮铱(III)或类似的 1,3-二酮螯合物与芳基-吡啶基衍生物的摩尔比为 1:4-1:20，优选比例为 1:6-1:15，特别优选 1:8-1:12。

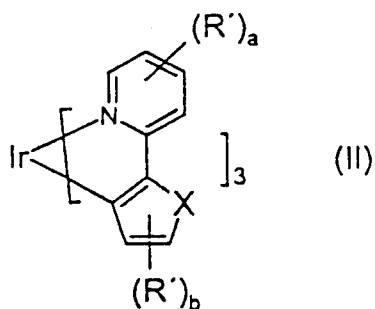
芳基-吡啶基衍生物的优选浓度为 0.05-10.00 摩尔，更优选 0.08-2.50 摩尔。

当浓度低于上述浓度时，除了转化度低外，还会形成棕色副产物并因此污染产物。

根据本发明，反应进行 20-100 小时，优选 30-80 小时。当反应时间比规定的时间短时，会导致所使用的铱反应物，即乙酰丙酮铱(III)或类似的 1,3-二酮螯合物不完全转化，从而使收率损失并使产物被乙酰丙酮铱(III)或类似的 1,3-二酮螯合物污染。

另外，已经令人惊奇地发现，在不使用色谱纯化法的情况下，从铱(III)化合物和盐的复分解反应中原位生成的 2'-锂-2-芳基吡啶开始，在低温下可以重现地以约 85-92%的收率得到式(II)的化合物，HPLC 纯度>99.9%(参见流程 2；方法 B，实施例 6-8)。

本发明还提供一种制备化合物(II)的方法：



其中：

X 为 $-\text{CH}=\text{CH}-$ ， $-\text{CR}=\text{CH}-$ ， $-\text{CR}=\text{CR}-$ ， $\text{N}-\text{H}$ ， $\text{N}-\text{R}^1$ ， O ， S 或 Se ；

优选 $-\text{CH}=\text{CH}-$ ， $-\text{CR}=\text{CH}-$ 或 S ；

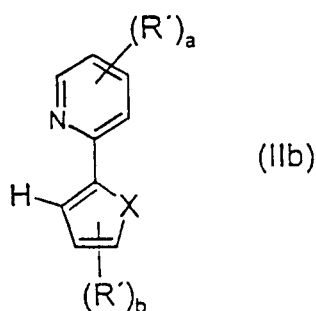
R^1 在各种情况下相同或不同，为 F ，含 1-20 个碳原子的直链或支链或环状烷基，其中一个或多个氢原子可以被 F 代替，或含 6-14 个碳原子的可以被一个或多个非芳基团 R' 取代的芳基；以及在同一个环上或在两个不同环上的一些取代基 R' ，它们可以一起形成另外的单环或多环体系；

R^1 在各种情况下相同或不同，并为含 1-20 个碳原子的脂肪或芳烃基；

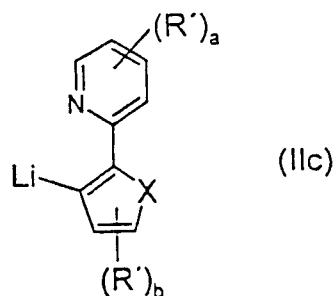
a 是 0，1，2，3 或 4，优选 0 或 1；

b 是 0，1 或 2，优选 0 或 1，

它通过由式(IIb)的化合物



其中基团 X， R' ，a 和 b 均如上所定义，与有机金属锂化合物反应得到式(IIc)的化合物，



随后使式(IIc)的化合物与 Ir(III) 化合物在低温下反应得到式(II)的目标化合物来进行。

根据本发明, 使用的 Ir(III)化合物是铱(III)的卤化物或拟卤化物, 如氰化物, 硫氰酸盐和氰酸盐或其衍生的络合物, 优选氯化铱(III), 三吡啶氯化铱(III)和三(四氢噻吩)氯化铱(III)。

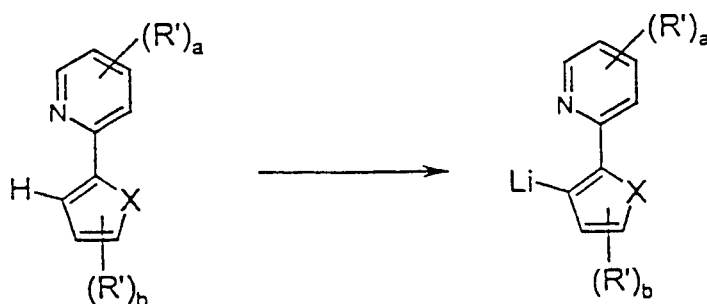
根据本发明, 还使用原位制备的 2'-锂-2-芳基吡啶基衍生物。

根据本发明, 反应在低温下进行, 优选-110 至+10℃, 更优选-110 至-20℃, 最优选-90 至-40℃。从实验技术角度出发, 在-78℃(使用丙酮/干冰冷浴)下进行反应证明是有利的。

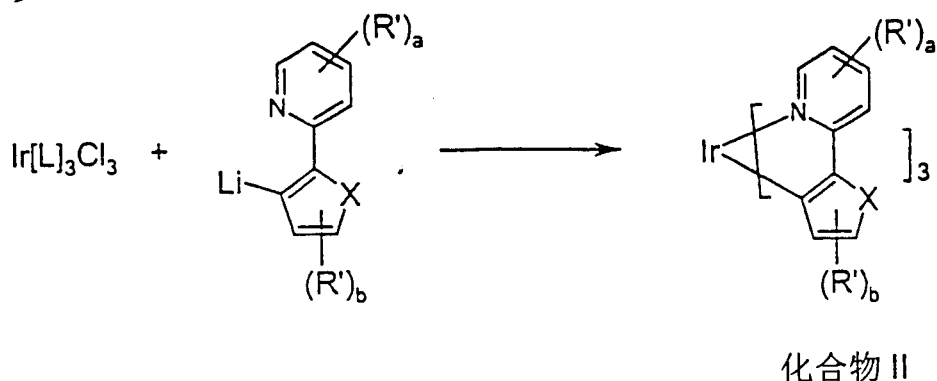
反应按如下所述进行:

首先在低温下使用有机锂(如正、仲或叔丁基锂)对下述流程 2 的 2-芳基吡啶或类似的前体在 2'-位选择性去质子(步骤 1), 并加入本领域技术人员公知的活化剂, 即 TMEDA(N,N,N',N'-四甲基亚乙基-1,2-二胺)、2-羟乙基二甲胺或类似物, 可能是有利的。然后在第二步中, 使通过这一方式生成的芳基锂物质与上述铱(III)化合物进行盐复分解反应(步骤 2)。当所使用的取代的 2-芳基吡啶带有热不稳定的基团时该化合物是特别有利的, 并且, 使用极高温度的方法 A 不能用于这一反应。

步骤 1:



步骤 2:



符号和标识在化合物(II)中已经进行了定义。

现有技术中描述的式(I)和(II)的化合物迄今为止可达到的最高纯度为 96%，但是，根据本发明的制备方法却可获得纯度大于 99.9%，优选超过 99.9%的式(I)和(II)的化合物。这么纯的化合物迄今为止在本领域中还不为人所知，因此，它同样形成本发明主题的一部分。

下面通过实施例更详细地阐明本发明，但不希望局限于这些实施例。对于有机合成领域的技术人员来说，现在，无需任何另外的创造性劳动，应该可以利用上述另外的体系实施本发明的反应。

1、三邻位金属化的有机铱化合物的合成：

以下合成直到完成时(up to the workup)均在干燥的纯氮气气氛下或氩气气氛下使用充分干燥的溶剂进行。使用的反应物得自 ALDRICH[1.6 摩尔的正丁锂的正己烷溶液，乙二醇，三甘醇二甲醚，聚乙二醇 600 或 1000，氯化铱(III)，乙酰丙酮铱(III)，三吡啶氯化铱(III)]，并且使用时没有进一步纯化，或是通过文献方法制备的[三(四氢噻吩)氯化铱(III)：L. MØnsted, O. MØnsted, G. Nord, K. Simonsen, Acta Chem Scand., 1993, 47, 439-443；2-(4',5'-二氟苯基)吡啶：类似于 E. I. Negeshi, F. T. Luo, R. Frisbee, H. Matsushita, Heterocycles, 1982, 18, 117]。

方法 A

实施例 1: fac-三[2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)

根据以下文献的比较例: [K. Dedeian, P. I. Djurovich, F. O. Garces, G. Carlson, R. J. Watts, Inorg. Chem., 1991, 30, 1685-1687]

将 4.90g(10.0mmol)的乙酰丙酮铱(III)和 9.77g=9.0ml(63mmol)的 2-苯基吡啶加入到 500ml 脱气的乙二醇中, 在充分的搅拌下, 把悬浮液加热至回流(油浴温度为 200-210℃), 加热 10 小时。在冷却到室温后, 将反应混合物与 3000ml 浓度为 1N 的盐酸水溶液搅拌混合在一起, 搅拌 5 分钟后, 用通过玻璃吸滤器(P3)吸滤除去黄色沉淀。将粗产物转移入 2000ml 沸腾的二氯甲烷中, 滤出不溶物并用 200ml 二氯甲烷洗两次。通过硅胶快速色谱脱除滤液中的棕色副产物, 在向滤液中加入 500ml 甲醇后, 蒸除二氯甲烷, 沉淀出黄色微晶状粉末。

收到 2.57-2.88g 产品, HPLC 纯度为 94.0-96.0%, 相当于收率为 39.3-44.0%。

实施例 2: fac-三[2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)

将 4.90g(10.0mmol)的乙酰丙酮铱(III)和 15.52g=14.0ml(100mmol)的 2-苯基吡啶加入到 100ml 脱气的乙二醇中, 在充分的搅拌下, 把悬浮液加热至回流(油浴温度为 200-210℃), 加热 16 小时。在冷却到室温后, 将包含呈黄色微晶沉淀状产物 fac-三[2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)的反应混合物在搅拌下倾入到 2000ml 浓度为 1N 的盐酸水溶液中, 搅拌 5 分钟后, 反应混合物通过玻璃吸滤器(P3)吸滤, 并将黄色微晶状沉淀用 30ml 的 1N 盐酸洗涤 3 次, 用 30ml 的水洗涤 5 次, 随后在 80℃下高真空干燥 5 小时, 200℃下高真空干燥 2 小时。

收到 6.04-6.29g 产品, HPLC 纯度为>99.9%, 相当于收率为 92.2-96.0%。

¹H NMR(CDCl₃): [ppm]=7.84(m,3H), 7.58(m,6H), 7.48(m,3H), 6.82(m,6H), 6.68(m,6H)。

实施例 3: fac-三[2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)

实施类似于实施例 2 的程序,除了用三甘醇二甲醚代替乙二醇之外。

收到 5.90-6.13g 产品, HPLC 纯度为>99.9%, 相当于收率为 90.1-93.6%。

¹H NMR(CDCl₃): [ppm]=参见实施例 2。

实施例 4: fac-三[2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)

将 100g 聚乙二醇 600 或聚乙二醇 1000, 4.90g(10.0mmol)乙酰丙酮铱(III)和 7.76g=7.0ml(50mmol)2-苯基吡啶的混合物在 Crigee 设备中熔化, 并通过施用真空并回充保护气进行脱气 (三个循环)。充分搅拌下将悬浮液加热到 180-200℃, 加热 30 小时。逐渐把乙酰丙酮在贮器中脱除分离。在冷却到 45℃后, 将包含呈黄色微晶沉淀状产物 fac-三[2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)的反应混合物在搅拌下倾入到 200ml 浓度为 1N 的盐酸水溶液中, 搅拌 5 分钟后, 反应混合物通过玻璃吸滤器(P3)吸滤, 并将黄色微晶状沉淀用 30ml 的 1N 盐酸洗涤 3 次, 用 30ml 的水洗涤 5 次, 随后在 80℃下高真空干燥 5 小时, 200℃下高真空干燥 2 小时。

收到 5.87-6.02g 产品, HPLC 纯度为>99.9%, 相当于收率为 89.6-91.9%。

¹H NMR(CDCl₃): [ppm]=参见实施例 2

实施例 5: fac-三[4,5-二氟-2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)

将 4.90g(10.0mmol)的乙酰丙酮铱(III)和 19.12g=(100mmol)的 2-(4',5'-二氟苯基)吡啶加入到 80ml 脱气的乙二醇中, 在充分的搅拌下, 把悬浮液加热至回流(油浴温度为 200-210℃), 加热 60 小时。在冷却到室温后, 将包含呈黄色微晶沉淀状产物 fac-三[4,5-二氟-2-(2-吡啶基-κN)苯基-κC]-铱(III)的反应混合物在搅拌下倾入到 100ml 浓度为 1N

的盐酸水溶液中，搅拌 5 分钟后，反应混合物通过玻璃吸滤器(P3)吸滤，并将黄色微晶状沉淀用 30ml 的 1N 盐酸洗涤 3 次，用 30ml 的水洗涤 5 次，随后在 80℃下高真空干燥 5 小时，200℃下高真空干燥 2 小时。

收到 7.13-7.37g 产品，HPLC 纯度为>99.9%，相当于收率为 93.4-96.6%。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$: [ppm]=8.35(m,3H), 7.66(m,3H), 7.53(m,3H), 6.93(m,3H), 6.67(m,3H), 6.39(m,3H)。

方法 B

实施例 6: fac-三[2-(2-吡啶基- κN)苯基- κC]-铱(III)

将冷却到-78℃的 5.12g=4.72ml(33mmol)2-苯基吡啶和 100ml THF 的混合物在搅拌下与 20.6ml(33mmol)浓度为 1.6 摩尔的正丁基锂的正己烷溶液混合 10 分钟，深红色溶液在-78℃下另外搅拌 1 小时，然后与 2.99g 无水氯化铱(III)混合。使反应混合物在搅拌下于 12 小时内升温到室温，随后，在旋转蒸发器上除去 THF，并将黄色的半固体残渣悬浮到 100ml 乙醇中并在搅拌下倾入到 200ml 浓度为 1N 的盐酸水溶液中，搅拌 5 分钟后，反应混合物通过玻璃吸滤器(P3)吸滤，并将黄色微晶状沉淀用 30ml 的 1N 盐酸洗涤 3 次，用 30ml 的水洗涤 5 次，随后在 80℃下高真空干燥 5 小时，200℃下高真空干燥 2 小时。

收到 5.66-5.79g 产品，HPLC 纯度为>99.9%，相当于收率为 86.4-88.4%。

$^1\text{H NMR}(\text{CDCl}_3)$: [ppm]=参见实施例 2。

实施例 7: fac-三[2-(2-吡啶基- κN)苯基- κC]-铱(III)

实施类似于实施例 6 的程序，除了用 5.36g(10mmol)三(吡啶)氯化铱(III)代替氯化铱(III)之外。

收到 5.83-6.05g 产品, HPLC 纯度为>99.9%, 相当于收率为 89.0-92.3%。

^1H NMR(CDCl_3): [ppm]=参见实施例 2。

实施例 8: fac-三[2-(2-吡啶基- κN)苯基- κC]-铱(III)

实施类似于实施例 6 的程序, 除了用 5.66g(10mmol)三(四氢噻吩)氯化铱(III)代替氯化铱(III)之外。

收到 5.61-5.70g 产品, HPLC 纯度为>99.9%, 相当于收率为 85.7-87.0%。

^1H NMR(CDCl_3): [ppm]=参见实施例 2。