

Struktur von 3,5-Diamino-2,2,6,6-tetramethyl-4-phenoxy-1-oxa-3,5-diaza-4-phospha-2,6-disilacyclohexan-4-sulfid

VON UDO ENGELHARDT, THOMAS BÜNGER UND BRIGITTE STROMBURG

Institut für Anorganische und Analytische Chemie der Freien Universität Berlin, D-1000 Berlin 33,
Bundesrepublik Deutschland

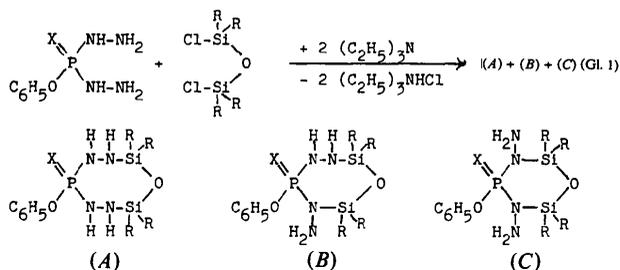
(Eingegangen am 8. Juli 1981; angenommen am 1. Oktober 1981)

Abstract

$C_{10}H_{21}N_4O_2PSSi_2$, monoclinic, $P2_1/c$, $a = 14.784$ (3), $b = 13.880$ (3), $c = 9.581$ (3) Å, $\beta = 108.80$ (9)°, $V = 1861$ Å³, $Z = 4$, $D_c = 1.244$, $D_m = 1.24$ (3) Mg m⁻³. The structure was solved by direct methods and refined to $R = 0.044$ ($R_w = 0.040$) based on 2580 contributing reflections. The title compound is a reaction product of dichlorotetramethyldisiloxane with dihydrazidothiophosphoric acid phenyl ester. The six-membered heterocycle has a slightly twisted, almost planar conformation. Rather large P–N–Si [134.9 (2) and 133.8 (2)°] and Si–O–Si [135.8 (2)°] angles are observed in the ring. The exocyclic N–N distances, mean value 1.458 (5) Å, are somewhat longer than in other thiophosphoric acid hydrazides.

Einleitung

Bei der Umsetzung von Dihydrazidophosphorsäurephenylester oder Dihydrazidothiophosphorsäurephenylester mit Dichloro-tetraalkyl- oder Dichloro-tetraaryl-disiloxanen in Gegenwart von Triäthylamin als Base entstehen gemäss Gleichung (1) Ringsysteme unterschiedlicher Grösse.



In einigen Fällen kann durch ¹H- bzw. ³¹P-Kernresonanzspektroskopie in Lösung ein Gleichgewicht zwischen den Isomeren (A), (B) und (C) nachgewiesen werden, das heisst es findet unter den Bedingungen der Darstellung und Aufarbeitung eine Wanderung der

Siloxan-Einheiten von der β -N- in die α -N-Position und umgekehrt statt. Hierbei ist die β -N-Position sterisch begünstigt, insbesondere dann, wenn R ein sterisch etwas anspruchsvollerer Substituent ist. Auch die grössere Nucleophilie der β -NH₂-Gruppen dürfte bei der Reaktion primär zum Produkt (A) führen. Da jedoch die Protonen am α -N-Atom bereits eine merkliche Azidität besitzen, und Si–N-Bindungen sehr säureempfindlich sind, kommt es anschliessend zur Wanderung der Siloxan-Einheiten unter Spaltung der β -Si–N-Bindung und Knüpfung einer α -Si–N-Bindung. Die Lage der Gleichgewichte hängt von den Substituenten R und vom Lösungsmittel ab. Im Fall $X = S$ und $R = CH_3$ kann nur der Sechsring (C) in Substanz isoliert werden (Engelhardt & Bünger, 1978, 1979). Ähnliche Gleichgewichte unter Silylgruppenwanderung sind auch an nicht ringförmigen Phosphorsäure-Hydrazin-Derivaten beobachtet worden (Engelhardt, Metter & Steger, 1977; Engelhardt & Metter, 1980). Anorganische Heterocyclen vom Typ (C), allerdings mit organischen Resten anstelle der exocyclischen NH₂-Gruppen, sind auch schon früher von Wannagat und seinen Mitarbeitern synthetisiert worden (Wannagat, Giesen & Rabet, 1971; Wannagat, Giesen & Falius, 1973). Strukturuntersuchungen fehlten jedoch bisher.

Experimentelles

Ein Exemplar der sehr feuchtigkeitsempfindlichen, durch Umkristallisation aus *n*-Pentan gewonnenen Kristalle der Titelverbindung ($X = S$, $R = CH_3$) wurden unter trockenem Stickstoff in ein Markröhrchen aus Lindemann-Glas überführt, ein zweites mit Stickstoff gefülltes etwas weiteres Markröhrchen darübergeschoben und gemeinsam abgeschmolzen. Gitterkonstanten und Kristallsystem wurden aus Drehkristall-, Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen ermittelt. Ein DEC PDP 15/40 gesteuertes Stoe-Vierkreisdiffraktometer mit Ni-gefilterter Cu $K\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 1,54179$ Å) diente für die weiteren

röntgenographischen Messungen. Genaue Gitterkonstanten wurden durch Vermessung hochindizierter Achsenreflexe bestimmt. Im Bereich $6,3 < 2\theta < 129,4^\circ$ wurden die integralen Reflexintensitäten von 3141 kristallographisch unabhängigen Reflexen vermessen [θ - 2θ -Abtastung, Abtastbereich $\Delta\theta = (0,89 + 0,43 \operatorname{tg} \theta)^\circ$, Messzeit zwischen 10 und 30 s pro Grad abhängig von der Reflexintensität, Schwächungsfilter bei hohen Intensitäten, Untergrundmessung mit je der halben Messzeit der Intensitätsmessung auf beiden Seiten des Abtastbereichs]. Zur Kontrolle wurden nach je 40 Intensitätsmessungen zwei Standardreflexe vermessen. Ihre Intensität nahm im Verlauf der Messungen um rund 18% ab. Die Reflexintensitäten wurden entsprechend linear korrigiert. Der verwendete Kristall hatte die Form eines sechseckigen Plättchens mit den ungefähren Abmessungen $0,34 \times 0,25 \times 0,18$ mm, Kristallvolumen $0,01055$ mm³. Die Kristallgestalt wurde für eine Absorptionskorrektur durch zehn Begrenzungsflächen beschrieben (Programm *ABSCOR* im System *XRAY 76*). Die Transmissionsfaktoren lagen im Bereich $0,586 > A > 0,452$ mit $\mu(\text{Cu } K\alpha) = 3,657$ mm⁻¹. Eine Absorptionskorrektur für die Markröhrchen aus Lindemann-Glas wurde nicht durchgeführt. 962 Reflexe (31%) mit $I < 2\sigma_I$ wurden als unbeobachtet eingestuft. Sie wurden bei der Verfeinerung der Struktur nur verwendet, wenn ihre berechnete Intensität grösser als die beobachtete war ($\sigma_I =$ statistischer Fehler der Gesamtzählrate + $0,03I$). Lorentz- und Polarisationskorrektur wurden angebracht.

Strukturermittlung

Das Phasenproblem wurde mit Hilfe direkter Methoden gelöst (Programm *MULTAN*, Germain, Main & Woolfson, 1971). Die $|E|$ -Statistiken waren in Einklang mit der zentrosymmetrischen Raumgruppe. 280 Reflexe mit $|E| > 1,704$ und insgesamt 6 Reflexe im Startvorzeichensatz lieferten die Koordinaten von 12 der insgesamt 20 Nichtwasserstoffatome. Die fehlenden vier Kohlenstoffatome des Phenylrings und die vier Methyl-C-Atome am Si wurden geometrisch positioniert und anschliessend mit verfeinert. Durch schrittweise Verfeinerung mit anisotropen Temperaturfaktoren für die Nichtwasserstoffatome und anschliessende Differenz-Fourier-Synthesen konnten alle 21 Wasserstoffatomlagen bestimmt und schliesslich mit isotropen Temperaturfaktoren mit verfeinert werden. Die Einführung einer Gewichtung [$w_i = A/(1,75 - 0,09F_o + 0,0015F_o^2)$ mit $A = 0,400$ für beobachtete und $A = 0,244$ für als unbeobachtet eingestufte Reflexe] und einer Extinktionskorrektur [$g = 0,24$ (9), Larson, 1967] ergab unter Minimalisierung von $\sum_i w_i (|F_o| - |F_c|)^2$ einen endgültigen Zuverlässigkeitsindex $R = 0,044$ ($R_w = 0,040$ ohne als

unbeobachtet eingestuft Reflexe, $R_w = 0,048$ für alle gemessenen Reflexe). Zahl der Variablen $V = 266$, Zahl der zur Verfeinerung beitragenden Reflexe $N = 2580$, $V:N = 9,7$; Parameteränderung/Standardabweichung im letzten Verfeinerungszyklus: Mittelwert 0,03, Maximalwert 0,56 [z-Koordinate von H(92)]. Es wurden die Atomformfaktoren für die neutralen Atome nach Cromer & Mann (1968) bzw. für die Wasserstoffatome nach Stewart, Davidson & Simpson (1965) verwendet. Bei Schwefel, Phosphor und Silizium wurden Real- und Imaginärteil der anomalen Dispersion f' und f'' berücksichtigt (*International Tables for X-ray Crystallography*, 1962). Alle mit der Strukturermittlung und Verfeinerung zusammenhängenden Rechnungen wurden mit dem Programmsystem *XRAY 76* (Stewart, Machin, Dickinson, Ammon, Heck & Flack, 1976) an den Rechenanlagen CDC Cyber 175 des Grossrechenzentrums für die Wissenschaft Berlin (WRB) und CDC Cyber 72 der Zentraleinrichtung für Datenverarbeitung der Freien Universität Berlin (ZEDAT) durchgeführt. Tabelle 1 enthält die Koordinaten und äquivalenten Werte der isotropen Temperaturfaktoren bzw. isotropen Temperaturfaktoren (Wasserstoffatome) für die Atome des Moleküls der asymmetrischen Einheit. Bindungsabstände und -winkel zwischen Nichtwasserstoff-Atomen sind in Tabelle 2 zusammengefasst.*

* Tabellen der Koordinaten und isotropen Temperaturfaktoren der Wasserstoffatome, der Koeffizienten der anisotropen Temperaturfaktoren der Nichtwasserstoffatome, der Bindungsabstände und -winkel unter Beteiligung von Wasserstoffatomen sowie der berechneten und beobachteten Strukturformfaktoren sind hinterlegt bei der British Library Lending Division (Supplementary Publication No. SUP 36458: 25 pp.). Kopien sind erhältlich durch: The Executive Secretary, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, England.

Tabelle 1. *Relative Atomkoordinaten* ($\times 10^4$) *und äquivalente Werte der isotropen Temperaturfaktoren* ($\times 10^3$) (Hamilton, 1959)

	x	y	z	$U_{\text{äq}}$ (Å ²)
Si(1)	3151 (1)	-663 (1)	6438 (1)	79 (1)
Si(2)	3655 (1)	980 (1)	4810 (1)	79 (1)
P	1578 (1)	855 (1)	4967 (1)	56 (1)
S	896 (1)	1641 (1)	5972 (1)	80 (1)
O(2)	3760 (1)	-53 (2)	5617 (3)	81 (1)
N(1)	2502 (2)	1360 (2)	4673 (3)	65 (2)
N(2)	2402 (3)	2367 (3)	4213 (7)	100 (3)
N(3)	2007 (2)	-169 (2)	5778 (3)	58 (2)
N(4)	1369 (2)	-730 (3)	6343 (5)	74 (2)
O(1)	795 (1)	593 (1)	3406 (2)	60 (1)
C(1)	1032 (2)	59 (3)	2327 (4)	57 (2)
C(2)	1026 (3)	-935 (3)	2365 (5)	76 (3)
C(3)	1194 (3)	-1438 (3)	1225 (5)	87 (3)
C(4)	1372 (3)	-962 (4)	91 (5)	87 (3)
C(5)	1370 (3)	24 (4)	62 (5)	89 (3)
C(6)	1196 (3)	531 (3)	1182 (5)	79 (3)
C(7)	3641 (5)	-523 (9)	8441 (9)	155 (7)
C(8)	3143 (5)	-1930 (4)	5890 (14)	149 (6)
C(9)	3754 (5)	800 (8)	2942 (8)	145 (6)
C(10)	4537 (4)	1814 (5)	5959 (12)	144 (6)

Tabelle 2. Bindungsabstände (Å) und -winkel (°)

P—S	1,939 (2)	Si(1)—C(7)	1,830 (8)
P—N(1)	1,638 (3)	Si(1)—C(8)	1,834 (7)
P—N(3)	1,646 (3)	Si(2)—C(9)	1,859 (8)
P—O(1)	1,610 (3)	Si(2)—C(10)	1,824 (8)
N(1)—N(2)	1,460 (5)	O(1)—C(1)	1,404 (5)
N(3)—N(4)	1,455 (5)	C(1)—C(2)	1,381 (5)
N(1)—Si(2)	1,749 (3)	C(2)—C(3)	1,384 (7)
N(3)—Si(1)	1,743 (3)	C(3)—C(4)	1,367 (8)
Si(1)—O(2)	1,615 (3)	C(4)—C(5)	1,368 (7)
Si(2)—O(2)	1,613 (3)	C(5)—C(6)	1,376 (7)
		C(6)—C(1)	1,364 (6)
S—P—N(1)	116,1 (1)	C(9)—Si(2)—C(10)	113,8 (5)
S—P—N(3)	115,8 (1)	N(3)—Si(1)—O(2)	104,2 (1)
S—P—O(1)	104,8 (1)	N(3)—Si(1)—C(7)	110,4 (3)
N(1)—P—N(3)	103,6 (1)	N(3)—Si(1)—C(8)	110,9 (2)
N(1)—P—O(1)	109,0 (1)	O(2)—Si(1)—C(7)	111,1 (4)
N(3)—O(1)	107,2 (1)	O(2)—Si(1)—C(8)	108,4 (4)
P—N(1)—Si(2)	134,9 (2)	C(7)—Si(1)—C(8)	111,5 (6)
P—N(1)—N(2)	116,9 (3)	P—O(1)—C(1)	121,9 (2)
N(2)—N(1)—Si(2)	108,2 (3)	O(1)—C(1)—C(2)	120,2 (4)
P—N(3)—Si(1)	133,8 (2)	O(1)—C(1)—C(6)	119,3 (3)
P—N(3)—N(4)	116,1 (2)	C(6)—C(1)—C(2)	120,4 (4)
N(4)—N(3)—Si(1)	108,9 (2)	C(1)—C(2)—C(3)	118,6 (4)
N(1)—Si(2)—O(2)	104,2 (1)	C(2)—C(3)—C(4)	120,9 (4)
N(1)—Si(2)—C(9)	110,2 (2)	C(3)—C(4)—C(5)	120,0 (5)
N(1)—Si(2)—C(10)	110,1 (3)	C(4)—C(5)—C(6)	119,7 (5)
O(2)—Si(2)—C(9)	108,4 (4)	Si(1)—O(2)—Si(2)	135,8 (2)
O(2)—Si(2)—C(10)	109,6 (3)		

Diskussion

Fig. 1 zeigt die Gestalt eines Moleküls (asymmetrische Einheit) mit Nummerierungsschema. Es liegt ein Sechsring vom Typ (C) vor, der eine nahezu planare, schwach getwistete Konformation besitzt. Die Torsionswinkel um die Bindungen im Ring haben die Werte: $N(1)-P-N(3)-Si(1) = +6,8 (3)$; $P-N(3)-Si(1)-$

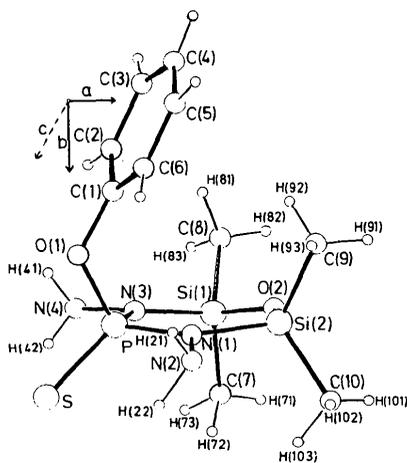


Fig. 1. Molekülgestalt und Nummerierung der Atome im Molekül der asymmetrischen Einheit.

$O(2) = -18,8 (3)$; $N(3)-Si(1)-O(2)-Si(2) = +20,6 (3)$; $Si(1)-O(2)-Si(2)-N(1) = -10,0 (3)$; $O(2)-Si(2)-N(1)-P = -9,3 (3)$; $Si(2)-N(1)-P-N(3) = +9,8 (3)^\circ$. Die Winkelsummen um die Stickstoffatome N(1) und N(2) im Ring mit $360,0 (5)$ bzw. $358,8 (3)^\circ$ zeigen, dass diese eine praktisch planare Konfiguration besitzen, wobei die Bindungswinkel im Ring mit $134,9 (2)$ und $133,8 (2)^\circ$ beachtlich grosse Werte erreichen. Diese grossen P—N—Si-Winkel sowie der mit $135,8 (2)^\circ$ ebenfalls recht grosse Si—O—Si-Winkel werden sicherlich zum grossen Teil durch die kurzen Van-der-Waals-Kontakte zwischen im Ring gegenüberstehenden Atomen verursacht: $P \cdots O(2)$ $3,331 (3)$ ($3,30^*$), $Si(1) \cdots N(1)$ $3,259 (3)$, $Si(2) \cdots N(3)$ $3,286 (3)$ ($3,45^\ddagger$) Å. Ebenfalls beitragen dürften die in die Nähe der Mindestnahkontakt-abstände nach Glidewell (1979) kommenden Nahkontakt-abstände $P \cdots Si(1)$ $3,118 (2)$, $P \cdots Si(2)$ $3,128 (2)$ ($3,01^\ddagger$) und $Si(1) \cdots Si(2)$ $2,991 (2)$ ($3,10^\ddagger$) Å. Eine stärker gewellte Ringkonformation mit kleineren Bindungswinkeln müsste zu noch kleineren Kontakt-abständen im Molekül führen. Aus ähnlichen Gründen finden sich vergleichbar grosse Si—O—Si-Winkel auch in anderen offenkettigen und ringförmigen Siloxanen (man vergleiche z.B.: Hursthouse & Malik, 1979; Clegg, Sheldrick & Vater, 1980). Entsprechendes gilt für Si—N—Si-Winkel in einigen Silazanen (man vergleiche z.B.: Clegg, 1980; Clegg, Noltemeyer, Sheldrick & Vater, 1980; Glidewell & Holden, 1981). Die intramolekularen Kontakt-abstände zwischen exo-zyklischen NH_2 -Gruppen und Methyl-Gruppen sowie zwischen NH_2 -Gruppen und Schwefel zeigen ebenfalls, dass die Molekülgestalt stark durch sterische Wechselwirkungen bedingt ist: $N(2) \cdots C(9)$ $3,433 (11)$, $N(2) \cdots C(10)$ $3,154 (8)$, $N(4) \cdots C(7)$ $3,324 (8)$, $N(4) \cdots C(8)$ $3,251 (10)$ ($3,25^*$), $N(2) \cdots S$ $3,351 (7)$, $N(4) \cdots S$ $3,360 (4)$ ($3,35^*$) Å.

Für die vergleichsweise langen N—N-Abstände könnten ebenfalls die starken sterischen Wechselwirkungen der NH_2 -Gruppen mit dem Phosphor und vor allem mit den Siliziumatomen verantwortlich sein. Ein Vergleich mit neueren Literaturwerten ist an anderer Stelle gegeben worden (Engelhardt, Friedrich & Stromburg, 1982). Die übrigen Abstände und Bindungswinkel im Molekül entsprechen weitgehend mittleren Erfahrungswerten in vergleichbaren Verbindungen. So ähneln die P—N- und P—S-Abstände sehr stark denen im offenkettigen Phenoxythiophosphoryldihydrazid (Engelhardt, 1979). Die Summe der Bindungsabstände um das Phosphoratom ist mit $6,833 (6)$ Å wiederum sehr ähnlich der in anderen ringförmigen und offenkettigen Dihydrazidothiophos-

* Werte sind Summen der Van-der-Waals-Radien nach Bondi (1964) bzw. nach Pauling (1973).

† Mit geschätztem Van-der-Waals-Radius für Si von 1,9 Å; der von Bondi (1964) angegebene Wert von 2,10 Å erscheint zu hoch.

‡ Mindestnahkontakt-abstände nach Glidewell (1979).

phorsäure-phenylestern (Engelhardt & Jürgens, 1980). Schwache intermolekulare Wasserstoffbrücken verbinden die Moleküle untereinander: $S \cdots H(41)^I$ 2,76 (3) mit $S \cdots N(4)^I$ 3,598 (5) Å; $S \cdots H(21)^{II}$ 2,68(6) mit $S \cdots N(2)^{II}$ 3,469 (6) Å [(i) $-x, -y, 1 - z$; (ii) $x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$].

Wir danken den Herren Kollegen des Instituts für Kristallographie der Freien Universität Berlin für ihre Unterstützung bei den Messungen und für die Überlassung einiger Rechenprogramme. Dem Fonds der Chemischen Industrie danken wir für finanzielle Unterstützung.

Literatur

- BONDI, A. (1964). *J. Phys. Chem.* **68**, 441–451.
 CLEGG, W. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2830–2832.
 CLEGG, W., NOLTEMEYER, M., SHELDRIK, G. M. & VATER, N. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2461–2463.
 CLEGG, W., SHELDRIK, G. M. & VATER, N. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 3162–3164.
 CROMER, D. T. & MANN, J. B. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 321–324.
 ENGELHARDT, U. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 3116–3119.
 ENGELHARDT, U. & BÜNGER, T. (1978). *Inorg. Nucl. Chem. Lett.* **14**, 21–22.
 ENGELHARDT, U. & BÜNGER, T. (1979). *Z. Naturforsch. Teil B*, **34**, 1107–1111.
 ENGELHARDT, U., FRIEDRICH, B. & STROMBURG, B. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 753–758.
 ENGELHARDT, U. & JÜRGENS, G. D. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 3059–3063.
 ENGELHARDT, U. & METTER, H.-P. (1980). *Acta Cryst.* **B36**, 2086–2091.
 ENGELHARDT, U., METTER, H.-P. & STEGER, L. (1977). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **434**, 263–270.
 GERMAIN, G., MAIN, P. & WOOLFSON, M. M. (1971). *Acta Cryst.* **A27**, 368–376.
 GLIDEWELL, C. (1979). *Inorg. Chim. Acta*, **36**, 135–138.
 GLIDEWELL, C. & HOLDEN, H. D. (1981). *Acta Cryst.* **B37**, 754–756.
 HAMILTON, W. C. (1959). *Acta Cryst.* **12**, 609–610.
 HURSTHOUSE, H. M. A. & MALIK, K. M. A. (1979). *Acta Cryst.* **B35**, 522–524.
International Tables for X-ray Crystallography (1962). Bd. III. S. 213. Birmingham: Kynoch Press.
 LARSON, A. C. (1967). *Acta Cryst.* **23**, 664–669.
 PAULING, L. (1973). *Die Natur der Chemischen Bindung*, 3. Aufl. Weinheim: Verlag Chemie.
 STEWART, J. M., MACHIN, P. A., DICKINSON, C., AMMON, H. K., HECK, H. & FLACK, H. (1976). The XRAY system – version of March 1976. Tech. Rep. TR-446. Computer Science Center, Univ. of Maryland, College Park, Maryland.
 STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
 WANNAGAT, U., GIESEN, K. P. & FALIUS, H. H. (1973). *Monatsh. Chem.* **104**, 1444–1447.
 WANNAGAT, U., GIESEN, K. P. & RABET, F. (1971). *Z. Anorg. Allg. Chem.* **382**, 195–197.

Acta Cryst. (1982). **B38**, 1176–1180

X-ray Structural Study of 3',6'-O-(1,1,3,3-Tetraisopropyl-1,3-disiloxanediyl)-neplanocin A, a Derivative of a Novel Antitumor Antibiotic

BY MASATOSHI YAMAZAKI, KENSAKU HAMADA, YURIKO YAMAGATA, TAKAJI FUJIWARA AND KEN-ICHI TOMITA

Faculty of Pharmaceutical Sciences, Osaka University, 133-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565, Japan

KIYOSHI FUKUKAWA AND TOHRU UEDA

Faculty of Pharmaceutical Sciences, Hokkaido University, Kita 12-jo, Nishi-6, Kita-ku, Sapporo 060, Japan

AND TAKAO HIRANO

Research Laboratories, Toyo Jozo Co., Ltd, Ohito, Shizuoka 410-23, Japan

(Received 29 July 1981; accepted 1 October 1981)

Abstract

The structure of the title compound, $C_{23}H_{39}N_5O_4Si_2$, $M_r = 505.54$, was determined by X-ray analysis using 5046 independent diffractometer data and refined to a final R of 0.055 including all H atoms. The crystal

belongs to the monoclinic space group $P2_1$, with $a = 8.953(1)$, $b = 34.638(4)$, $c = 8.957(1)$ Å, $\beta = 94.41(1)^\circ$, $V = 2769.5(7)$ Å³, $Z = 4$, and two independent molecules in the asymmetric unit; $D_x = 1.213$, $D_m = 1.215$ Mg m⁻³. The conformations of the two molecules are quite similar, and no significant