

The cyclopentane ring is in the envelope form rather than the common half-chair form. The carbon atoms 3, 4, 5 and 6 lie on a plane. The methylene groups on C(4) and C(5) are eclipsed, with a twist of only 1° around the C(4)–C(5) bond. The smallest valence angle is at the puckered carbon atom C(7).

The carbon skeleton is not significantly twisted; the twists around the pseudo bonds C(2)–C(15), C(10)–C(14) and C(3)–C(6) are less than 0.1°. The H–C–C–H torsional angles around the C–C bonds in the cyclohexane ring systems vary from 52 to 70° with a mean of $59 \pm 2^\circ$. The smallest angle is around the C(2)–C(3) bond and the largest one is around the C(9)–C(10) bond. The H–C–C–H torsion angles around the C(3)–C(4) and C(5)–C(6) bonds in the cyclopentane ring are ($-31, 91^\circ$) and ($30, -87^\circ$) and are semi-staggered.

The packing diagram of the structure as viewed down the *b* axis is shown in Fig. 3. There are no unusually short contacts in the structure, and the H–H distances less than 2.6 Å are shown in the Figure.

We thank Professor P. von R. Schleyer for supplying the crystals and for his interest in the work. This research was supported by Grant No. GP 15977 from the National Science Foundation.

References

- ALDEN, R. A., KRAUT, J. & TAYLOR, T. G. (1968). *J. Amer. Chem. Soc.* **90**, 74.
- ALTONA, C. & SUNDARALINGAM, M. (1970). *Tetrahedron*, **26**, 925, and references therein.
- BUSING, W. R., MARTIN, K. O. & LEVY, H. A. (1962). *Crystallographic Full-Matrix Least-Squares Program*. Report ORNL-302, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- International Tables for X-ray Crystallography* (1962). Vol. III. Birmingham: Kynoch Press.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP, A Fortran Thermal-Ellipsoid Plot Program for Crystal Structure Illustrations*. Report ORNL-3794, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee.
- KARLE, I. L. & KARLE, J. (1965). *J. Amer. Chem. Soc.* **87**, 918.
- KARLE, I. L. & KARLE, J. (1966). *Acta Cryst.* **21**, 860.
- LONG, R. E. (1965). Ph.D. Thesis, University of California, Los Angeles.
- NORDMAN, C. E. & SCHMITKONS, D. L. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 764.
- RAO, S. T., SUNDARALINGAM, M., OSAWA, E., WISKOTT, E. & SCHLEYER, P. VON R. (1970). *Chem. Commun.* p. 861.
- SCHLEYER, P. VON R., OSAWA, E. & DREW, M. G. B. (1968). *J. Amer. Chem. Soc.* **90**, 5034.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175.
- STOUT, G. H. & JENSEN, L. H. (1968). *X-ray Structure Determination*. New York: Macmillan.

Acta Cryst. (1972). **B28**, 699

Die Strukturen des Moleküls und des zweifach negativ geladenen Anions der *trans*-Cyclohexandicarbonsäure(1,4)

VON P. LUGER, K. PLIETH AND G. RUBAN

Freie Universität, Institut für Kristallographie, 1 Berlin 33, Takustrasse 6, Deutschland

(Eingegangen am 12. November 1970)

The structure of a potassium salt of *trans*-cyclohexane-1,4-dicarboxylic acid, chemical formula $2\text{C}_8\text{H}_{11}\text{O}_4\text{K} \cdot \text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$ or $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_4\text{K}_2 \cdot 2\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$, was solved by X-ray analysis. Investigations of the bond lengths of the carboxylic groups led to the conclusion that the correct formula is $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_4\text{K}_2 \cdot 2\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$.

Wie wir bereits mitgeteilt haben (Luger, Plieth & Ruban, 1970) gelang uns im Rahmen einer Untersuchungsreihe an Cyclohexanderivaten die Darstellung des Mono-Kalium-sesqui[Cyclohexandicarbonsäure(1,4)]-salzes. Mit den vorläufigen Ergebnissen einer röntgenographischen Strukturbestimmung konnten wir zeigen, dass die Substanz in der Raumgruppe $P\bar{1}$ mit zwei K^+ -Ionen und drei Säure- bzw. Säurerestmolekülen kristallisiert. Kristallographische Daten sind in Tabelle 1 enthalten.

Dabei befindet sich nicht nur der Schwerpunkt eines Cyclohexanringes in einem Symmetriezentrum, sondern alle drei Moleküle sind um die speziellen Lagen $\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}; 0, 0, \frac{1}{2}$ bzw. $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0$ angeordnet.

Im Rahmen dieser Arbeit sollen die Ergebnisse einer

weiteren Verfeinerung der Struktur mitgeteilt werden. Es konnten die Parameter sämtlicher Wasserstoffatome bestimmt werden und aus den Bindungslängen an den Carboxylgruppen die Entscheidung zugunsten einer der beiden möglichen chemischen Formeln getroffen werden. Das nach der Schweratommethode über die Kalium-Parameter bestimmte Strukturmodell wurde mit anisotropen Temperaturfaktoren für alle Atome durch das least-squares Programm *ORFLS* des Programmsystems *X-ray 63* (1963) bis zu einem *R*-Wert von 8,3% verfeinert. Einer in diesem Stadium berechneten Differenzsynthese konnten sämtliche Wasserstoffatomlagen entnommen werden. Weitere Verfeinerungen, die bei den Wasserstoffatomen jedoch isotrop durchgeführt wurden, konvergierten bei einem *R*-Wert von 6,3%.

Tabelle 1. Kristallographische Daten des Mono-Kalium-sesqui[Cyclohexanddicarbonsäure (1,4)]-Salzes

Chemische Formel: $2\text{C}_8\text{H}_{11}\text{O}_4\text{K} \cdot \text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$
oder
 $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_4\text{K}_2 \cdot 2\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$

Formelgewicht: 592

Dichte: $\rho_{\text{exp}} = (1,44 \pm 0,05) \text{ g.cm}^{-3}$
 $\rho_{\text{röh}} = 1,44 \text{ g.cm}^{-3}$

Gitterkonstanten:

$$\begin{array}{ll} a_1 = (10,439 \pm 0,004) \text{ Å} & \alpha_1 = (97,793 \pm 0,006)^\circ \\ a_2 = (10,569 \pm 0,003) & \alpha_2 = (100,090 \pm 0,020) \\ a_3 = (6,283 \pm 0,003) & \alpha_3 = (87,460 \pm 0,010) \end{array}$$

Zellvolumen: $(676,02 \pm 0,01) \text{ Å}^3$

$F(000) = 312$ Raumgruppe: $P\bar{T}$ $Z = 1$

Anzahl der vermessenen Reflexe: 2577, davon 99 unbeobachtet.

Mit Cu $K\alpha$ -Strahlung (Ni-Filter) auf dem Automatischen Ein-kristalldiffraktometer der Fa. Siemens gemessen.

Linearer Schwächungskoeffizient: $\mu = 36,3 \text{ cm}^{-1}$.

Diskussion der Struktur

Sämtliche Bindungslängen können der Fig. 1 entnommen werden. Die Standardabweichungen betragen im Durchschnitt $0,005 \text{ Å}$, ausser bei C-H und O-H-Bindungen, dort liegen sie bei $0,07 \text{ Å}$. Die spezielle Anordnung der Moleküle um drei Symmetriezentren weist schon auf die chemische Formel $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_4\text{K}_2 \cdot 2\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4$ hin, da beim sauren Salz die Zentrosymmetrie durch ein Wasserstoffatom in allgemeiner Lage gestört würde.

Unterstützt wird diese Behauptung durch die Bindungsverhältnisse an den Carboxylgruppen.

Es konnte festgestellt werden, dass zwei verschiedene Typen von Carboxylgruppen in der Struktur vorkommen. Die der Moleküle 1 und 3 haben eine kurze C-O-Bindung mit $1,213$ bzw. $1,201 \text{ Å}$ und eine lange mit $1,322$ bzw. $1,320 \text{ Å}$. Dagegen sind beim Molekül 2 beide C-O-Bindungen mit $1,262$ und $1,268 \text{ Å}$ etwa gleich lang. Zwischen O(5') und O(2) bzw. zwischen O(6') und O(9') besteht ein Wasserstoffbrückenbindungen anzeigen der Abstand von $2,555$ bzw. $2,558 \text{ Å}$. (Mit ' sind äquivalente Atomlagen bezeichnet).

Tabelle 2. Bindungsswingel

Der Scheitel befindet sich am mittleren atom

C(6)—C(1)—C(2)	111,1 (3)°	C(19)—C(19)—C(10)	109,5 (4)°
C(1)—C(2)—C(3)	111,5 (3)	C(9)—C(10)—C(11)	111,9 (3)
C(2)—C(3)—C(4)	111,0 (3)	C(10)—C(11)—C(12)	111,6 (4)
C(7)—C(1)—C(6)	111,5 (3)	C(15)—C(9)—C(16)	114,3 (4)
C(7)—C(1)—C(2)	111,5 (3)	C(15)—C(9)—C(10)	111,2 (3)
O(1)—C(7)—C(1)	124,4 (3)	C(22)—C(17)—C(18)	110,2 (3)
O(2)—C(7)—C(1)	112,4 (4)	C(17)—C(18)—C(19)	111,3 (4)
O(1)—C(7)—O(2)	123,2 (2)	C(18)—C(19)—C(20)	115,5 (3)
O(5)—O(15)—C(9)	120,8 (3)	C(22)—C(17)—C(23)	109,2 (4)
O(6)—C(15)—C(9)	117,6 (4)	C(23)—C(17)—C(18)	110,7 (3)
O(5)—C(15)—O(6)	121,6 (2)	O(9)—C(23)—C(17)	113,0 (4)
O(10)—C(23)—C(17)	124,6 (4)	O(10)—C(23)—O(10)	122,5 (4)

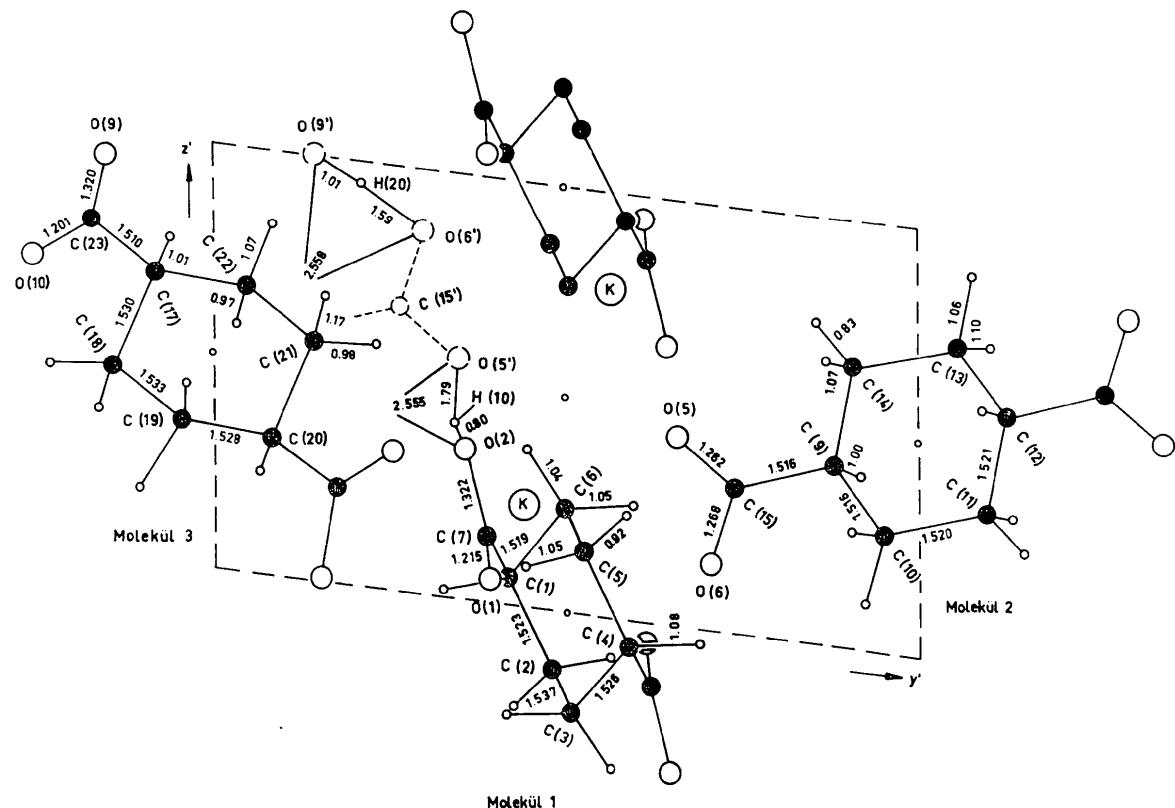


Fig. 1. Projektion der Elementarzelle in x -Richtung mit eingetragenen Bindungslängen ($y' = y \sin \gamma$, $z' = z \sin \beta$). Molekül 2 und 3 liegen übereinander, sind aus Übersichtsgründen aber nur je einmal gezeichnet worden.

Das zwischen O(2) und O(5') gelegene Wasserstoffatom H(10) hat zum O(2) einen Abstand von 0,80 Å, zum O(5') dagegen 1,79 Å. Das auf der Wasserstoffbrücke O(6')–O(9') liegende Atom H(20) hat zum O(9') einen Abstand von 1,01 Å, zum O(6') einen von 1,59 Å.

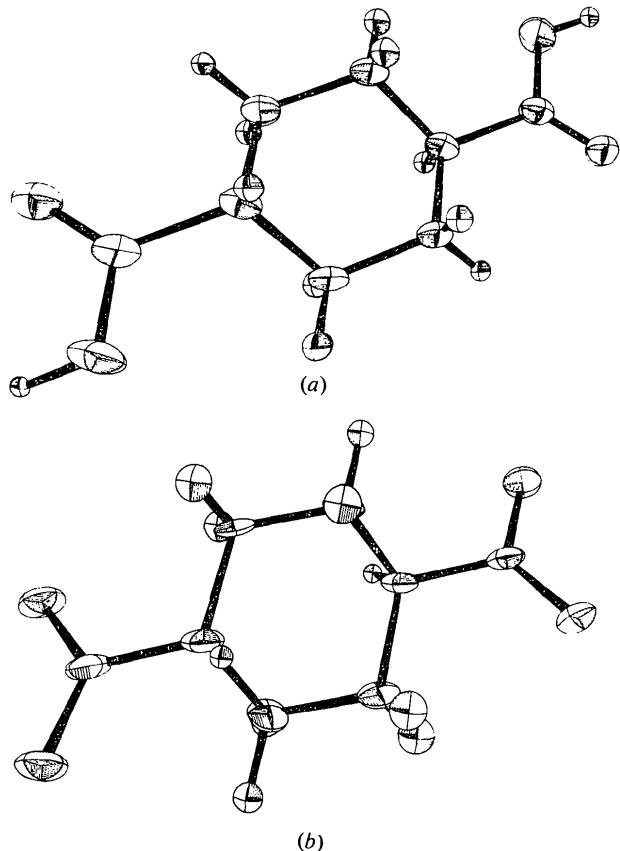


Fig. 2. ORTEP-Zeichnungen (a) des Säuremolekules, (b) des zweifach negativ geladen Anions.

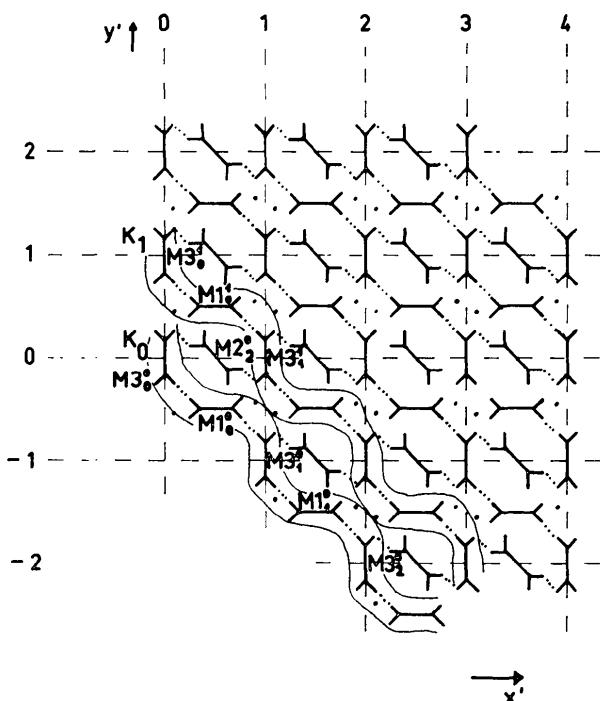


Fig. 3. Schematische Darstellung des Gitters ($x' = x \sin \beta$, $y' = y \sin \alpha$).

Daher muss das H(10) dem O(2), das H(20) offenbar dem O(9') zugeordnet werden, wofür auch die langen C(7)–O(2) und C(23)–O(9)-Bindungen sprechen, die als die C–O-Einfachbindungen angesehen werden können, während die kurzen Bindungen C(7)–O(1) und C(23)–O(10) dann C=O-Doppelbindungen sein müssen. Es kann also der Schluss gezogen werden, dass die Moleküle 1 und 3 als freie Säure anzusprechen sind.

Zu den unterschiedlichen O–H-Abständen in den bei-

Tabelle 3. Endgültigen Atomparameter für das Kalium-Salz der trans-Cyclohexandicarbonsäure(1,4)

In Klammern die Standardabweichungen bezogen die letzte ausgedruckte Stelle.
Werte sind mit 10^4 multipliziert.

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}	β_{13}	β_{23}
K	1049 (1)	4368 (1)	2338 (1)	64 (1)	63 (1)	90 (10)	17 (1)	21 (1)	26 (1)
O(1)	8427 (3)	3899 (3)	527 (4)	59 (3)	98 (3)	123 (12)	18 (2)	19 (3)	19 (4)
O(2)	7705 (3)	3543 (4)	3524 (4)	73 (3)	170 (5)	127 (12)	38 (3)	14 (4)	87 (5)
O(5)	-43 (3)	6554 (2)	4383 (4)	79 (3)	61 (3)	103 (12)	19 (2)	-12 (3)	34 (3)
O(6)	8550 (3)	7031 (3)	1526 (4)	113 (4)	61 (3)	95 (12)	14 (2)	-54 (4)	10 (3)
O(9)	3264 (4)	1472 (3)	83 (5)	140 (4)	117 (4)	116 (13)	66 (3)	-17 (5)	24 (4)
O(10)	2929 (3)	2542 (3)	3223 (5)	122 (4)	111 (4)	156 (13)	68 (3)	17 (4)	41 (4)
C(1)	6119 (4)	4136 (4)	630 (6)	55 (4)	83 (4)	99 (9)	15 (3)	6 (4)	34 (5)
C(2)	4022 (4)	5220 (5)	1424 (6)	62 (4)	126 (6)	86 (9)	31 (4)	23 (5)	45 (6)
C(3)	5452 (4)	4950 (5)	2336 (6)	70 (4)	140 (6)	67 (9)	37 (4)	16 (5)	38 (6)
C(7)	7540 (4)	3858 (4)	1527 (5)	62 (4)	74 (4)	91 (8)	14 (3)	4 (4)	19 (4)
C(9)	9343 (4)	8775 (3)	4176 (5)	82 (4)	55 (3)	43 (8)	10 (3)	11 (4)	11 (4)
C(10)	-34 (6)	9501 (4)	2720 (6)	179 (7)	64 (4)	54 (9)	-31 (4)	56 (6)	-6 (5)
C(11)	-30 (6)	925 (4)	3476 (6)	200 (8)	64 (4)	46 (9)	-25 (5)	3 (7)	28 (5)
C(15)	9284 (4)	7363 (3)	3332 (5)	71 (4)	57 (3)	61 (8)	13 (3)	5 (4)	25 (4)
C(17)	4522 (4)	817 (4)	3267 (6)	77 (4)	82 (4)	105 (9)	32 (3)	12 (5)	34 (5)
C(18)	4899 (5)	8610 (5)	4416 (7)	114 (6)	67 (4)	195 (12)	22 (4)	-47 (7)	22 (6)
C(19)	3913 (5)	9537 (4)	3300 (7)	96 (5)	75 (4)	219 (13)	21 (4)	-41 (6)	29 (6)
C(23)	3496 (4)	1709 (4)	2232 (6)	80 (4)	75 (4)	130 (4)	25 (3)	11 (5)	41 (5)

Tabelle 3 (*Fort.*)

Die x , y - und z -Werte sind mit 10^3 multipliziert

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	<i>B</i> (Å ²)
H(10)	846 (4)	339 (4)	398 (7)	1,9 (10)
H(20)	729 (8)	790 (8)	89 (14)	10,9 (26)
H(12)	439 (4)	676 (4)	-27 (7)	1,6 (10)
H(21)	551 (5)	441 (5)	363 (7)	2,2 (10)
H(22)	594 (5)	582 (5)	260 (8)	2,2 (11)
H(31)	359 (4)	577 (4)	236 (7)	1,4 (9)
H(32)	347 (4)	438 (4)	100 (7)	2,0 (10)
H(41)	960 (5)	927 (5)	102 (8)	2,6 (11)
H(42)	093 (5)	905 (5)	259 (9)	3,8 (13)
H(52)	843 (4)	914 (4)	405 (7)	1,2 (9)
H(61)	021 (5)	140 (5)	266 (9)	3,9 (13)
H(62)	898 (5)	129 (5)	347 (9)	3,7 (13)
H(71)	359 (5)	913 (5)	164 (8)	3,0 (12)
H(72)	316 (5)	965 (5)	403 (8)	2,8 (12)
H(82)	524 (4)	63 (4)	237 (7)	0,8 (8)
H(91)	446 (5)	779 (5)	431 (9)	3,9 (13)
H(92)	568 (5)	842 (5)	327 (9)	3,5 (13)

Tabelle 4. Beobachtete und berechnete Strukturfaktoren

Reihenfolge: H , $10F_o$, $10F_c$.

H-12,0	11,46,7	16, 54, -56	1, 63, -68	4, 114, -112	n-7,1	6, 317, 317	6, 100, -102	6, 52, 63	6, 81, -75
1 36 36	1 777 -772	11 17 -21	4 197 -192	1 90 -86	-1 20 20	6, 135, 135	7 144, -144	200, 205	13 62, -26
2 73 75	6 67 -57	12 54 -49	5 111, -111	2 98, -91	0 30 43	6, 114, 114	5 100, -100	5 52, 42	11 24, -26
3 129 127	3 71, -72	6 30, -33	3 25, -24	1 133, 131	1 133, 131	1 100, -101	2 22, 22	5 54, 51	11 24, -26
4 35 38	4 324, -323	7 46, -42	4 53, 49	2 61, -67	5 57, -62	1 11, -12	2 32, 21	11 66, 61	28, 27
5 24, -23	5 24, -23	1 250, 255	6 16, 18	5 71, 71	3 47, 47	1 11, 11	11 108, 107	19, 19	13 77, 71, -12
6 35 35	6 73, -77	1 493, -513	9 57, -40	6 57, 63	4 156, -164	1 17, 15	12 49, 47	11 49, 45	11 34, -33
7 17, -21	7 210, 214	5 666, 660	10 11, -12	5 57, 51	5 53, -53	1 11, 11	13 118, 117	13 118, 117	13 118, 117
2 29, -33	8 26, 67	3 113, 131	11 49, 47	6, 77, 62	6, 77, 62	6, 77, 62	6, 257, 257	13 257, 136	13 257, 136
3 51, -49	9 1, 3	4 63, -55	11 44, 47	7 21, 15	7 21, 15	7 21, 15	12 106, 99	12 106, 99	12 106, 99
4 46, -49	10 15, -19	5 17, 12	7 51, 47	8 126, 134	8 126, 134	8 126, 134	11 105, 79	11 105, 79	11 105, 79
5 38, -41	11 20, -33	6 203, 276	1 121, -116	9 122, 126	9 122, 126	9 122, 126	11 102, 74	11 102, 74	11 102, 74
6 35 35	7 89, -87	2 73, -76	5 13, 5	10 75, -77	10 75, -77	10 75, -77	12 126, 120	12 126, 120	12 126, 120
8 11, -13	9 12, 25	4 16, 16	4 62, 62	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	11 117, 111	11 117, 111	11 117, 111
H-10,0	1 16, 96	9 12, 5	4 91, 85	3 95, 94	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	12 149, 144	12 149, 144
1 50, -5	2 66, 62	10 86, 80	4 36, 33	2 20, 20	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	1 25, 15	1 25, 15
2 67, 64	3 173, 165	11 129, 119	6 17, 12	1 10, -16	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	1 172, 181	1 172, 181
3 46, -43	4 316, 326	12 47, 45	7 34, -33	3 97, 95	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	2 245, 216	2 245, 216
4 23, 25	5 291, 312	8 42, -39	1 197, 194	2 74, 74	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	3 153, 133	3 153, 133
5 78, 79	6 79, -60	9 51, -52	3 13, 5	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	4 21, 20	4 21, 20	4 21, 20
6 18, -16	7 77, -76	1 44, -49	3 13, 5	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	5 122, -173	5 122, -173	5 122, -173
7 39, -39	8 106, -105	1 641, -601	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	1 159, -161	1 159, -161	1 159, -161
H-9,0	1 15, 42, 38	3 266, -260	1 16, -9	5 56, -56	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	4 455, -463	4 455, -463
1 95, 92	2 106, -105	3 283, -281	1 143, 142	6 167, -165	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	3 153, 151	3 153, 151
2 17, 15	12 123, 126	5 104, 101	3 10, 21	1 111, 117	7 17, -2	11 49, 47	11 49, 47	2 19, 42	2 19, 42
3 68, 69	6 17, -167	6 42, -82	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	11 49, 47	1 159, -161	1 159, -161	1 159, -161
4 93, 85	H-8,0	7 143, 134	5 76, -67	9 18, -22	1 16, -15	1 16, -15	1 16, -15	3 153, 151	3 153, 151
5 71, -72	8 270, 274	8 226, 213	6 90, -80	8 58, -54	2 113, 112	2 113, 112	2 113, 112	7 63, -65	7 63, -65
6 17, -14	2 69, 67	7 29, -37	7 29, -31	7 61, -57	3 59, 44	3 59, 44	3 59, 44	2 20, 20	2 20, 20
7 43, 46	3 314, -316	10 69, -68	7 7, -8	6 84, -73	4 57, 57	4 57, 57	4 57, 57	3 23, -46	3 23, -46
8 77, 76	6 299, -293	11 66, -66	9 62, 55	5 11, -6	5 125, 125	5 125, 125	5 125, 125	7 76, 73	7 76, 73
H-8,0	1 144, 133	12 73, -68	4 52, 43	6 83, -83	1 2, 2, 15	1 11, 117, -112	1 11, 117, -112	6 12, -14	6 12, -14
1 6, -6	7 121, 121	H-7,7	8 85, -92	2 93, 85	7 189, -182	11 67, 62	11 67, 62	5 136, 127	5 136, 127
2 53, -54	8 97, 132	1 347, 347	1 75, -74	-1 11, -19	9 127, 122	1 11, 117	1 11, 117	4 146, 141	4 146, 141
3 24, 22	9 124, 122	1 17, -7	2 122, -132	1 172, -171	11 98, -92	-12 21, 25	-12 21, 25	5 155, -154	5 155, -154
4 236, 238	11 61, 57	2 37, 43	3 75, -74	1 128, -128	-11 61, 61	-11 61, 61	-11 61, 61	1 177, -175	1 177, -175
5 16, -6	11 76, -69	1 62, 74	4 27, -29	2 346, -343	-11 53, 57	-11 53, 57	-11 53, 57	2 155, -154	2 155, -154
6 20, 22	12 105, -99	4 81, 81	5 29, 28	3 115, -114	-11 53, 57	-11 53, 57	-11 53, 57	1 159, -161	1 159, -161
7 5, -5	6 12, -116	6 49, 35	4 28, -26	1 167, -166	-11 53, 57	-11 53, 57	-11 53, 57	3 153, 151	3 153, 151
8 115, -216	8 123, -121	7 56, 56	5 59, -6	6 92, 92	-9 21, 24	-7 133, -132	-7 133, -132	4 110, -99	4 110, -99
9 115, -121	9 71, -66	8 200, -192	6 5, -4	7 82, 82	-7 43, 35	-5 24, 21	-5 24, 21	5 165, -164	5 165, -164
H-7,7	1 12, -11	1 121, 119	1 18, 21	-10 16, -21	-11 53, 57	-11 53, 57	-11 53, 57	7 133, 132	7 133, 132
1 133, 132	2 61, 67	9 67, -63	H-11,7	9 89, -82	-12 21, 25	-12 21, 25	-12 21, 25	7 133, 132	7 133, 132
2 71, 70	6 57, -64	11 51, 48	1 121, 119	H-8,1	1 16, -15	1 16, -15	1 16, -15	7 133, 132	7 133, 132
3 67, -67	6 56, 55	1 7, 2	1 18, 21	-10 16, -21	-13 15, -17	-13 15, -17	-13 15, -17	7 133, 132	7 133, 132
4 276, -280	7 7, 6	H-6,7	3 43, 41	9 20, 11	-1 100, -102	-1 100, -102	-1 100, -102	7 133, 132	7 133, 132
5 353, -372	8 150, -158	1 93, -88	4 24, 24	8 102, 95	-1 381, 387	-1 119, -130	-1 119, -130	7 133, 132	7 133, 132
6 42, -46	9 131, -129	1 175, -174	5 23, -28	7 77, 71	3 262, 264	3 153, -156	3 153, -156	5 165, -164	5 165, -164
7 139, -105	10 69, -63	2 506, -585	6 43, -39	6 66, 66	1 13, 13	6 92, -92	6 92, -92	4 119, 118	4 119, 118
8 17, -21	11 17, -17	1 32, -18	-5 16, 13	2 127, 127	4 101, 102	3 380, 386	3 380, 386	3 191, 190	3 191, 190
9 74, 73	12 40, 35	4 130, -132	4 94, -95	3 160, -164	5 56, 53	6 43, 45	6 43, 45	7 171, 159	7 171, 159
10 115, 107	5 92, -84	6 104, -98	6 46, 47	4 141, -148	6 135, 137	6 62, 57	6 62, 57	7 133, 132	7 133, 132
H-6,6	1 24, 26	7 46, 45	2 11, -39	-1 168, -163	5 160, -179	7 275, 272	7 118, -133	7 130, 129	7 130, 129
1 457, -463	2 376, 382	6 144, 138	3 34, -32	9 99, -98	6 57, 54	6 41, 36	6 41, 36	7 135, -162	7 135, -162
2 246, -246	3 113, 121	9 17, 18	4 17, -19	1 50, 48	7 20, 26	9 21, 25	9 21, 25	2 136, -133	2 136, -133
3 47, -42	4 165, -162	10 6, 1	2 25, -19	2 61, 61	11 15, -15	11 49, -49	11 49, -49	1 186, 186	1 186, 186
4 56, 51	5 67, -71	11 15, -15	H-12,1	10 59, 61	12 50, 51	11 40, -43	11 40, -43	1 186, 186	1 186, 186
5 197, 196	6 36, -29	5 28, -28	4 33, 28	H-1,1	-12 15, -78	-12 15, -78	-12 15, -78	1 186, 186	1 186, 186
6 193, 196	7 63, 63	H-6,7	-4 41, -35	5 68, 72	-11 50, 55	-12 15, -25	-12 15, -25	1 186, 186	1 186, 186
7 50, 50	8 131, 132	1 167, -169	-3 98, -96	6 27, -22	-11 48, 55	-12 15, -25	-12 15, -25	4 76, 63	4 76, 63
8 43, 39	9 96, 93	1 155, 152	-2 36, 33	7 19, -16	-11 48, 55	-12 15, -25	-12 15, -25	5 78, 74	5 78, 74
9 34, 32	12 40, 48	2 182, 184	-1 32, 30	8 127, -125	-11 48, 55	-12 15, -25	-12 15, -25	6 17, 13	6 17, 13
10 68, -65	11 36, 33	3 154, 156	6 63, 67	9 89, 6	-9 48, 47	-7 11, 11	-7 11, 11	5 74, 65	5 74, 65
11 32, 28	12 161, 162	1 21, -15	2 17, 21	-8 70, 71	-8 70, 71	-8 70, 71	-8 70, 71	7 44, -34	7 44, -34
H-5,5	5 56, 54	2 17, 21	H-7,1	-7 46, 45	-7 46, 45	-7 46, 45	-7 46, 45	4 106, 105	4 106, 105
1 153, 156	6 57, 56	3 8, -8	-10 44, 56	6 27, 27	-7 46, 45	-7 46, 45	-7 46, 45	3 186, 186	3 186, 186
2 158, 165	3 319, -318	7 85, -78	4 121, -123	-9 48, 41	-5 253, 253	-3 127, 119	-3 127, 119	1 186, 186	1 186, 186
3 14, -2	1 439, -427	8 15, -35	-8 95, -87	6 25, -22	-5 253, 253	-2 726, -726	-2 726, -726	1 186, 186	1 186, 186
4 77, -79	2 124, 124	9 9, -1	H-11,1	-7 168, -76	-3 192, -187	-1 66, 64	-1 66, 64	2 273, -264	2 273, -264
5 192, 195	3 116, 114	10 37, -31	-7 15, -16	6 70, -65	-2 726, -726	-1 66, 64	-1 66, 64	5 169, 201	5 169, 201
6 221, -220	4 123, -131	11 35, -31	-6 14, 6	5 25, -23	-1 121, -122	-1 121, -122	-1 121, -122	4 39, 37	4 39, 37
7 159, -159	5 112, 115	-5 13, 34	-4 52, -48	6 124, -124	-1 121, -122	-1 121, -122	-1 121, -122	5 21, 21	5 21, 21
8 11, -11	6 334, 321	H-7,3	-4 101, 88	8 14, 12	1 138, -348	3 379, 332	3 379, 332	5 256, 239	5 256, 239
9 5, -15	7 111, -115	6 126, 133	-3 42, 39	-2 61, 57	3 138, -348	2 211, -214	2 211, -214	5 66, 55	5 66, 55
10 38, 34	8 76, -79	1 12, 6	-2 19, 18	1 18	2 291, 281	3 424, 441	3 424, 441	7 76, 73	7 76, 73
11 42, 40	9 19, -17	2 125, -123	-1 17, -2	3 122, 128	5 282, -288	4 32, -36	4 32, -36	2 192, 177	2 192, 177

den Wasserstoffbrücken ist zu bemerken, dass die O(2)-H(10)-O(5')-Brücke vermutlich nur schwach ausgebildet ist. Dafür sprechen auch die Unterschiede der Temperaturfaktoren der beiden H-Atome. Während das H(10) mit $1,9 \text{ \AA}^2$ einen isotropen Temperaturfaktor hat, der durchaus vergleichbar ist mit denen der Cyclohexanring-Wasserstoffatome, hat das H(20) in der Brücke O(6')-H(20)-O(9') einen Temperaturfaktor von $10,9 \text{ \AA}^2$, der darauf schliessen lässt, dass der Ort des Atoms nicht genau lokalisierbar ist, sondern auf dem Verbindungsvektor O(6)-O(9) schwingt. Wegen der isotropen Verfeinerung des Temperaturfaktors erhält man dann eine grosse Schwingungskugel.

Für das Molekül 2 bleibt nur noch der Schluss übrig, dass sich es hier um das zweifach negativ geladene Anion der *trans*-Cyclohexandicarbonsäure(1,4) handeln muss. Die besonders auffälligen gleichen C-O-

Tabelle 4 (Fort.)

-1 47 44	-6 17 -16	-9 86 91	-3 22 -20	1 43 -33	4,3,2	0 43 44	5 31 -27	-1 180 184	-17 62 64
3 13 7	-6 65 -56	-7 209 193	-2 211 -194	2 231 -194	2 442 412	11 7,2	1 120 122	-1 180 184	-19 61 63
1 88 -72	-3 21 23	-6 93 85	-1 207 310	3 14 4	3 328 309	12 141 -141	0 111,2	1 73 71	-8 191 179
2 11* 23	-2 35 38	-5 28 -25	1 180 198	4 24 -26	4 208 200	13 129 -122	-2 37 -33	-7 62 -63	
3 38 -26	-1 23 22	-4 116 -104	2 271 -277	6 60 69	5 73 -71	1 120 122	-4 36 34	3 155 -161	
* 34 -27	2 122 117	-7 77 -74	3 146 -114	7 53 52	6 120 -117	8 46 -41	-2 92 99	4 11 0	
5 29 -23	1 84 82	-2 171 -167	4 116 -101	8 45 49	7 102 -99	7 6* 1	-2 65 67	5 54 55	
6 10* 19	2 56 52	-2 227 219	5 76 -73	9 50 -49	8 14 -13	-6 21 -19	-1 87 81	6 117 117	
7 20 16	3 36 -31	0 299 292	6 89 85	13 55 -58	9 75 85	-5 131 132	3 20 -23	7 139 144	
8 47 36	4 122 -115	1 81 84	7 177 170	11 45 -48	10 75 68	1 20 -23	2 29 -27	-1 361 359	
-8 43 -41	2 288 273	0 14 222	11 72 82	12 8 -8	11 72 82	2 8 -8	1 20 -23	3 9 9	
H ₁₀ ,1	0 48 -46	3 195 193	0 9 -3	H ₁₁ ,2	3 57 -67	-1 15 15	1 47 -45		
-7 81 75	4 17 17	17 56 -1	-12 83 -80	-11 47 46	-7 73 -65	4 27 -28	-9 16 -18	2 49 51	
-6 112 93	11 -7,2	5 41 -33	11 16 -14	-10 57 -54	H ₁₁ ,3	-7 31 34	4 24 -26	5 56 53	
-5 127 114	-7 5* 1	1 36 -39	-10 51 50	-9 63 64	11 7,2	-6 24 26	5 221 -226		
-4 65 57	-8 5* 2	7 22 29	H ₁₂ ,2	-9 175 172	-8 12 -6	-3 7 -11	3 15 -16	5 65 52	
-3 54 -45	-7 23 26	8 12 -18	-12 5 -3	-8 38 33	-7 236 -237	-2 77 -75	-2 6 7	4 74 77	
-2 44 -36	-6 83 83	9 15 18	-11 93 -96	-7 85 75	-6 93 -87	-1 149 -155	-1 53 -56	3 53 -43	
-1 133 -113	-1 16 162	10 77 78	-17 38 -35	-6 69 -74	-5 75 -83	-25 17	3 34 -45	-2 87 -85	
3 72 52	1 125 122	-9 25 -25	-5 343 -352	-4 64 -57	1 118 -126	1 01 -05	-1 63 -65	17 49 56	
1 13 9	-3 36	H ₁₃ ,2	-8 43 -47	-27 -27	-3 122 111	0 191 -189			
2 31 35	-2 154 149	11 44 44	-5 53 51	-3 446 -536	-2 28 26	3 51 -59	H ₁₄ ,3	1 72 -67	
3 73 61	-1 15 5	10 26 23	-11 122 -126	-2 216 -202	-1 140 147	4 46 -53	2 25 82	-12 27 31	
* 45 83	-1 47 47	-9 61 -62	-3 331 -321	-1 162 -175	3 15 -108	5 7 5	-9 50 -59	3 297 303	
5 32 31	1 25 -23	-1134 -125	-2 655 -622	3 198 136	1 61 -67	0 9 -6	4 72 66	19 67 -67	
6 40 31	2 94 97	-7 59 -52	-1 399 -377	1 127 132	2 241 -236	7 49 -51	3 31 -36	5 64 -72	
7 22 -21	3 132 127	-6 205 -189	-1 268 -323	2 282 -259	3 332 -320	0 24 -47	-2 34 34	6 35 -35	
4 149 144	-5 88 84	1 11 -23	3 18 -19	4 38 -34	3 39 -51	-1 63 64	7 86 -93	-8 51 -48	
H ₁₁ ,1	5 57 58	-4 55 56	2 203 -195	4 175 -163	5 16 17	0 86 95	8 174 -173	-6 76 69	
-5 105 -96	6 91 91	-3 20 -21	3 215 216	5 284 -273	6 13 -13	H ₁₅ ,2	1 90 91	-5 216 214	
-4 95 -82	7 5 -1	-2 150 152	120 92	6 234 -198	7 113 116	-7 50 54	2 45 47	-4 332 341	
-3 78 -34	-1 100 117	5 79 -72	7 65 -63	8 75 78	-5 39 35	3 32 -39	-11 31 29	-3 144 143	
-2 9* 13	1 8,-8,2	0 33 -32	6 36 37	8 43 -44	9 50 52	-7 35 27	4 19 15	-16 12 8	
-1 17 18	-17 19 23	1 191 -182	7 175 -173	9 76 81	10 19 -21	6 71 69	-9 7* 4	-1 141 -144	
-9 64 62	-9 21 28	2 252 -237	8 125 -126	10 25 27	-5 80 -83	H ₁₆ ,3	-8 33 39	3 17 16	
1 20 14	-8 87 74	3 233 -222	9 172 -175	11 41 43	-11 28 -29	3 17 -7	7 92 -98	1 289 -289	
2 9* 5	-7 17 -15	4 236 -229	12 72 -77	-9 7 8	-10 104 -104	-6 42 -46	-6 134 -136	-2 219 -227	
3 72 -65	-6 21 18	5 113 111	11 78 -83	H ₁₇ ,2	-10 63 -59	-2 18 -23	-6 13 111	3 73 -77	
4 73 -63	-5 43 -37	6 142 142	-12 37 35	-8 19 -23	-9 7 8	1 176 116	-5 15 17	-9 97 -132	
5 61 -56	-4 11; -121	7 14 6	H ₁₈ ,2	-11 66 66	-8 29 -32	3 6 2 73	-4 50 53	5 265 273	
-3 12 11	7 72 82	8 94 92	-12 34 31	-10 36 -37	-7 272 269	1 151 164	-3 101 111	-2 82 -85	
-2 11 11	116 9	9 7 5	-11 15 11	-9 178 -175	-6 145 143	0 19 53	-2 61 62	-1 253 259	
-3 10 11	-1 72 89	10 161 -101	-1 9 5	-8 38 33	-5 12 12	3 47 -59	7 97 96	8 32 32	
-2 8* 17	3 111 333	H ₁₉ ,2	-1 166 172	-7 31 -29	-4 99 -97	4 50 -78	1 114 -117	1 14 -11	
-1 29 -29	2 13 17	-12 54 -49	-1 171 -132	-5 120 -122	-3 106 -113	6 76 -95	1 126 -131	2 34 -32	
3 71 -66	-2 13 17	-11 78 -73	-6 276 -293	-173 188	-2 61 -61	6 2 11 -6	3 281 -295	13 13 -9	
2 28 -32	4 10* 12	-10 13 -12	-5 446 -459	-3 323 344	-1 288 -295	7 1 13 13	5 52 -56	4 98 -142	
3 21 22	5 15 16	-5 31 31	-10 140 -144	-2 93 132	5 173 186	8 13 19 4	6 6 -14	5 113 -132	
H ₁₂ ,2	6 14; -143	-9 97 92	-1 14 14	-1 339 366	1 166 165	5 18 19	6 61 -61	-1 11 1	
-5 4* -4	7 65 -79	-7 80 74	-2 466 446	3 213 -291	3 83 76	H ₁₉ ,2	7 35 -38	-13 39 43	
-6 6 17	-6 41 -33	-1 226 221	1 262 -246	4 229 228	-5 35 -38	8 70 71	-9 146 155		
-3 61 59	H ₇ ,2	-4 97 -92	1 125 210	3 409 -372	5 133 144	-5 47 -53	8 105 111	1 13 17	
-2 77 77	-11 11 10	-3 25 -28	2 79 -72	4 35 -29	6 104 107	6 71 71	-5 50 50	-7 183 192	
-1 13 9	-13 14 -8	-2 213 -251	3 173 -163	5 273 -268	7 8 8	-4 59 62	2 29 37	-11 32 -28	
9 6 -8	-2 24 -21	-1 255 -257	4 182 -171	6 227 -214	8 44 -47	-3 153 164	5 36 -37	-10 19 -17	
1 17 -15	-1 111 -134	0 546 -546	5 160 -163	7 130 132	9 70 -76	-2 81 -85	-9 162 -158	3 119 -124	
2 37 -37	-7 7 1	1 192 198	6 67 -66	8 45 -46	10 33 -32	-1 161 -168	8 7* 5	-2 52 -51	
3 31 -32	-6 81 71	2 163 173	7 155 -151	9 6 -5	-1 53 -67	-2 187 -189	-7 43 44	-1 51 50	
H ₁₁ ,2	5 15 144	3 225 214	8 19 -20	13 55 -59	-1 162 161	0 70 -80	-6 177 181	0 122 -116	
-7 42 45	3 233 223	5 67 67	10 22 105	11 228 214	-9 101 99	3 12 17	0 105 111	1 13 17	
-6 46 41	-2 113 95	6 141 -133	11 58 65	H ₁₃ ,2	-6 104 107	0 96 103	-4 134 129	2 425 442	
-5 55 51	-1 279 -279	7 183 -179	-12 66 -61	-11 18 18	-7 188 -182	5 61 78	3 72 76	-2 89 86	
-4 26 18	2 74 -73	8 76 -77	H ₁₄ ,2	-11 18 18	-5 183 -176	7 20 31	5 15 -15	6 36 -31	
-3 46 -41	1 215 -209	9 24 -18	-12 38 35	-15 13 -12	-1 1 1 1	2 21 19	3 73 73	3 139 141	
-2 90 -83	2 34 -36	10 61 59	-11 69 -73	-9 123 123	-7 188 -182	5 61 78	3 72 76	4 16 -14	
-1 44 -47	3 57 52	-19 19 -18	-8 25 -17	-8 143 146	-6 129 -126	6 16 21	12 111 111	-1 225 -229	
3 91 -85	4 71 67	H ₁₅ ,2	-9 217 -218	-7 143 146	-5 183 -176	7 20 31	5 15 -15	6 36 -31	
1 55 -63	5 41 37	-12 59 58	-8 154 -156	-6 79 79	-1 2 2 2	2 21 19	3 73 73	3 139 141	
2 6 6	6 148 135	-11 111 112	-7 41 -44	-5 241 247	-2 103 107	-2 131 -137	-8 32 -35	7 23 23	
3 47 50	7 36 -40	-10 54 50	-6 374 393	-8 83 78	3 9 2 -2	-1 9 8 -7	-4 43 -45	8 15 9 -7 33	
4 134 129	8 54 53	-9 6 9	-5 280 286	-3 374 -380	4 61 67	0 5* -1	-6 65 -68	0 97 -102	
5 75 73	9 7 9	-8 34 -30	-4 256 285	-2 55 50	5 158 -166	1 102 98	5 79 -83	-7 91 -101	
H ₁₆ ,2	H ₁₇ ,2	-7 14 7	-3 130 158	-1 115 -119	6 31 -31	2 37 40	-4 90 -91	H ₁₈ ,3	
-8 4* 4	-11 13 -11	-5 34 -30	-1 142 -244	1 233 216	7 12 14	3 32 26	-3 186 194	-12 35 -35	
-7 45 -42	-13 47 46	-4 283 -269	0 462 -436	8 8 -2	4 52 -45	-2 27 19	-11 10 22	-5 102 -88	

Bindungslängen sind bei Kalium-Salzen durchaus üblich, so fanden zum Beispiel Van der Helm, Glusker, Johnson, Minkin, Burow & Patterson (1968) beim Mono-Kaliumsalz der Dihydrogenisozitronensäure an den ionisierten Carboxylgruppe C-O-Abstände von 1,253 (7) und 1,263 (7) Å, (in Klammern die Standardabweichungen, bezogen auf die letzte Stelle) an den nicht ionisierten dagegen 1,301 (7) und 1,218 (7) bzw. 1,302 (7) und 1,190 (7) Å.

Damit besteht der endgültige Zellinhalt aus zwei Molekülen freier Säure, zwei K⁺-Ionen und einem zweifach negativ geladenen Säureanion, als korrekte chemische Formel muss daher angegeben werden C₈H₁₀O₄K₂.2C₈H₁₂O₄.

Es sei darauf hingewiesen, dass kürzlich eine ähnliche Struktur von Gupta & Sahu (1970) publiziert wurde. Die Verfasser berichteten über das Mono-Kalium-ses-

qui[Fumarsäure]-Salz, zeigten aber, dass bei ihnen einem Säuremolekül zwei einfach negativ geladene Säureionen gegenüberstanden.

Die Struktur der *trans*-Cyclohexandicarbonsäure(1,4)

Wie wir zeigen konnten, sind in der vorliegenden Struktur Molekül und zweifach negativ geladenes Anion der *trans*-Cyclohexandicarbonsäure nebeneinander vorhanden [Fig. 2(a) & (b)]. Ausser in den bereits genannten Bindungslängen an den Carboxylgruppen kann kein Unterschied zwischen beiden festgestellt werden. Der Cyclohexanring ist sesselförmig, die Carboxylgruppen sind beide äquatorial daran gebunden.

Die mittlere C-C-Ringbindung liegt bei 1,525 (5) Å, die C-C-Bindungslängen zum Carboxylkohlenstoff liegen bei 1,519; 1,516 und 1,510 etwas unter diesem Wert,

Tabelle 4 (Fort.)

H,-1,+3	2 4,-1	-8,-1	H,-6,+3	0 29 25	1 130 141	H,-3,+4	3 25 23	5 66 67	-1 12 -18	-5 27 26
-1 137 -141	1 32,-1	-11 -16	-1 71 -24	1 52 65	2 37 -46	-8 7 4	4 120 -126	-6 13 6	2 54 -48	-4 32 32
-3 135 -164	5 6,-1	92 -19	-1 37 31	2 39 38	3 169 187	-7 104 110	5 225 -216	-5 53 56	1 67 -65	-3 15 16
-2 43,-1	3 8,-1	-93 -8	-8 47 -69	3 19 -21	4 34 32	-6 95 104	6 81 78	-4 35 -22	2 52 43	-2 37 -36
-1 92 -97	4 76 -79	-7 124 -132	4 8,-1	5 2d -27	-5 138 142	7 73 -71	-5 223 -216	3 42 43	-1 178 -78	
-1 113 -115	5 142 -143	6 79 -99	-93 -93	6 45 -88	-4 19 -31	8 34 -32	-4 130 -123	4 12 5	7 49 -43	
1 215 -151	5 136 -136	5 49 -54	H,-11,+3	7 85 -71	-3 32 -32	2 72 -74	-1 166 -126	5 41 43	2 233 -227	
2 42,-1	7 142 -148	-4 44 35	-1 42 -44	-2 37 39	-1 21 -23	-1 21 -23	-1 21 -23	2 75 75		
3 71 -67	8 12 -12	-3 130 130	c 31 -44	H,-6,+4	1 180 -175	-1 1,-1	1 22 -21	0,0,-4	3 147 146	
4 57 -71	9 126 -134	-2 35 31	-1 42 -51	-1 23 -26	3 147 -149	-1 11 16	-2 23	2 156 132	-5 39 -47	
5 271 -1,1	1 91 -49	-1 23 -26	-1 11,4	-2 43 -44	1 168 164	-1,-1	1 -16	3 147 145	-1 101 -97	
6 24 -16	2 295 -205	-5 62 -101	-8 56 -63	2 373 377	-1 1,-1	-1 65	4 126 177	-1 73 -75	6 107 172	
7 227 -237	1 166 -162	-4 112 -112	-7 57 -61	3 71 64	-5 73 -73	5 29 -67	-2 41 -33			
8 21 -11	10 5,-1	2 292 -269	-3 7 -11	4 128 131	-7 212 -218	6 72 -74	-1 70 25	3 36 32	H,-5,5	
9 23 -45	-13 116 -116	3 62 -52	-2 26 26	-5 167 171	-6 7 -6	7 85 -85	1 72 27	-2 58 66	7 55 55	
10 45 -51	-9 9,-1	12 42 -37	-1 62 72	-5 12 -16	-5 70 -67	8 63 -63	1 74 7	-8 8,-1		
11 32,-1	-19 -42	5 29 -24	-1 13 17	7 11 -11	-5 71 -71	9 14 -14				
12 54 -56	-7 112 -111	6 63 -63	-1 223 222	8 193 -113	-3 249 -243	1 154 -154	3 33 -29	-7 14 -14		
13 2,-1	2 212 -192	7 45 42	2 51 -56	-1 32 -33	9 136 -136	-2 162 -147	1 79 87	-1 121 -142		
14 11 -22	-6 70 -66	4 111 -9	2 36 -42	H,-17,+4	1 27 -27	-1 1,-1	-1 21 -21	H,-15,-5	-5 35 32	
15 76 -27	-6 70 -66	4 111 -9	-7 10,-1	2 116 -116	-1 10 43	-1 27 -27	-1 29 -31	13 -6		
16 11 -12	-7 122 -121	H,-7,3	-7 10,-4	3 111 -111	-1 10 41	-1 27 -27	-1 1,-1	-3 78 -76		
17 35 -35	-142 125	-5 17 18	-6 13 13	3 111 -111	-1 10 41	-1 27 -27	-1 1,-1	-1 163 -163		
18 14,-1	-1,-1	5 67 67	-5 57 57	4 102 102	-2 124 -136	5 41 -57	-4 42 -47	3 219 216		
19 47 -54	-1,-1	1 11 -11	-7 98 102	-4 30 -35	-7 125 -135	5 41 -57	-4 42 -47	3 186 187		
20 137 -129	1 14,-1	6 93 95	-3 6,-1	6 143 143	-5 43 -55	2 256 224	1 75 72	3 52 52		
21 14,-1	1 14,-1	6 15 -18	-2 34 -30	7 69 73	-5 43 -55	2 256 224	1 75 72	3 52 52		
22 3,-1	-1,-1	4 13,-1	-4 13,-1	7 75 -75	-4 43 -45	2 256 224	1 75 72	3 52 52		
23 325 -325	4 10,-1	-98 -98	-5 65 -65	7 67 -70	-4 43 -45	2 256 224	1 75 72	3 52 52		
24 323 -323	5 15,-1	-10 -10	-1 121 -121	4 42 -47	-2 260 -260	1 75 72	3 52 52			
25 222 -216	5 131 -132	-17 -17	2 54 -54	H,-5,-4	2 263 264	1 75 72	H,-9,5	5 149 -145		
26 1,1 -1	5 131 -132	-17 -17	2 54 -54	-1 11 52 -52	-1 146 146	1 75 72	6 94 -94			
27 2,1 -242	7 70 -70	-2 54 -54	3 66 71	-1 13 62 -62	1 165 164	-1 11 41	-6 75 -63	7 114 -111		
28 3 35,-1	-1 161 123	4 85 85	2 54 -54	-1 13 62 -62	1 165 164	-1 11 41	-6 75 -63			
29 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
30 5 54 -52	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
31 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
32 5 54 -52	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
33 3 35,-1	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
34 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
35 5 54 -52	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
36 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
37 5 54 -52	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
38 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
39 5 54 -52	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
40 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
41 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
42 5 54 -52	2 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
43 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
44 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
45 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
46 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
47 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
48 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
49 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
50 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
51 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
52 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
53 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
54 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
55 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
56 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
57 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
58 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
59 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
60 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
61 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
62 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
63 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
64 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
65 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
66 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
67 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
68 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
69 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
70 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
71 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
72 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
73 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
74 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
75 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
76 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
77 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
78 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
79 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
80 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
81 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
82 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
83 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
84 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
85 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
86 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
87 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
88 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
89 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	H,-9,-4	3 225 -225	2 71 71	H,-6,5			
90 4,2 -178	1 31 -31	4 27 27	4 61 -61	-1 11 52 -52	4 17 -21	4 23 -24	-1 21 -24	-1 164 -164		
91										

Tabelle 4 (Fort.)

-5	26	-25	-7	71	23	3	63	101	3	91	-91	-7	43	-35
-4	27	196	-5	7	-76	3	47	95	1	13	3	-6	38	-32
-3	52	52	-2	13	-17	4	33	62	2	21	15	-5	17	39
-2	18	-7	-2	14	-6	5	16	29	3	120	-111	-2	220	195
-1	114	-111	-1	75	-72	1	37	61	4	12	-15	-3	70	46
0	17	-110	-1	14	154	1	14	154	5	16	16	-2	31	-45
1	17	-110	-1	14	154	1	14	154	5	16	16	-1	88	-95
2	31	-129	-1	121	123	4	52	-63	4	47	-47	2	17*	-2
3	99	99	-1	121	123	5	15	-30	4	47	-47	2	177	-124
4	61	21	-1	121	123	6	74	-9	4	47	-47	3	9*	11
5	19	-1	-1	44	-56	6	56	77	7	92	72	3	9*	11
6	40	43	-1	231	-238	1	76	124	6	141	142	4	35	-34
7	48	46	-1	171	-131	1	9	7	5	35	15	5	71	34
8	8	4	-1	14	-31	1	23	-36	4	13	-12	-1	14	-16
9	1	1	-1	14	-14	1	10	-21	3	49	-47	-1	14	-7
10	-1	1	-1	14	-14	1	51	-76	2	10	-2	-2	9	51
11	63	-63	-1	114	115	2	13	34	2	80	80	2	80	79
12	67	67	-1	114	115	3	16	-14	2	155	136	-		
13	64	66	-1	15	-17	4	23	20	1	154	147	-6	25	-27
14	86	53	-1	44	-55	3	47	-55	2	116	111	-5	146	-121
15	51	-42	-1	54	42	2	63	-93	3	142	151	-4	131	-122
16	42	-37	-1	21	193	1	52	-81	4	25	22	-3	45	-56
17	121	-105	-1	261	249	2	44	-67	5	66	59	-2	95	-76
18	295	-267	-1	6	49	1	19	-27	1	14	-7	-		
19	154	-136	-1	71	62	1	11	-27	1	17	-24	-		
20	46	-51	-1	114	117	1	11	-26	1	15	-66	-1	50	-66
21	63	70	-1	101	-115	2	35	42	2	24	26	2	167	127
22	77	77	-1	45	-55	3	59	65	2	110	-111	3	9*	5
23	52	42	-1	8	-11	2	16	2	2	124	-118	4	16	1
24	133	-129	-1	26	-23	1	72	-76	5	11	-2	5	8*	5
25	56	-63	-1	120	124	1	99	-101	2	13	6	-		
26	8	4	-1	42	51	1	10	-27	3	21	-2	1	21	-6
27	125	-118	-1	36	37	1	10	-14	2	153	143	-8	36	-8d
28	121	-131	-1	41	63	2	10	-14	2	166	154	-7	62	-57
29	53	67	-1	114	115	3	62	-65	2	80	246	-6	111	-93
30	64	54	-1	3	-29	1	11	-132	1	22	-5	-5	155	132
31	33	-35	-2	123	126	2	67	-63	2	86	-87	2	56	-62
32	26	-23	-1	52	-34	2	24	-22	2	21	21	3	19	22
33	153	151	-1	56	76	2	15	11	2	119	116	5	37	43
34	52	-44	-1	2	-24	1	117	137	3	91	-64	-		
35	178	-179	-4	67	-62	2	22	24	1	55	-67	-		
36	64	54	-3	3	-29	2	67	-63	2	56	-62	-		
37	33	-35	-2	123	126	2	67	-63	2	21	21	3	19	22
38	26	-23	-1	52	-34	2	24	-22	2	9*	5	4	45	-52
39	153	151	-1	56	76	2	15	11	2	122	112	2	61	73
40	52	-44	-1	2	-24	1	117	137	3	91	-64	-		
41	178	-179	-4	67	-62	2	22	24	1	55	-67	-		
42	64	54	-3	3	-29	2	67	-63	2	56	-62	-		
43	33	-35	-2	123	126	2	67	-63	2	21	21	3	19	22
44	26	-23	-1	52	-34	2	24	-22	2	9*	5	4	45	-52
45	153	151	-1	56	76	2	15	11	2	119	116	5	37	43
46	52	-44	-1	2	-24	1	117	137	3	91	-64	-		
47	216	-219	3	11	-12	3	172	172	3	127	113	-8	36	34
48	112	5	4	8	-1	-2	34	33	2	66	64	-7	37	31
49	144	-142	5	76	43	1	92	-92	2	126	-221	-6	42	-36
50	65	-62	6	113	-45	2	79	-75	2	51	-54	-5	43	-37
51	59	66	1	136	-128	1	17	-26	2	118	-117	-		
52	44	43	2	5	-45	2	51	-44	2	130	-141	-		
53	115	-117	2	116	-122	3	31	-28	3	91	91	-2	155	-192
54	57	-57	2	76	54	4	63	-65	4	129	-168	-		
55	57	-57	2	76	54	5	124	119	5	42	-53	-		
56	227	231	-7	16	91	1	76	84	6	21	17	1	91	65
57	128	129	-6	32	49	2	67	71	2	64	79	-		
58	59	62	-1	81	90	2	67	67	2	64	79	-		
59	71	-71	-1	2	-24	2	13	-26	2	67	67	-		
60	132	119	-1	76	-74	2	16	-92	2	114	118	3	23	36
61	18	-10	-1	71	-123	1	132	-111	2	71	22	2	16	-88
62	16	161	1	32	-67	1	107	-116	2	122	111	-7	98	-88
63	176	153	2	43	-59	1	41	51	5	36	-31	-6	134	-134
64	243	-211	2	6	6	4	46	-41	2	244	-192	-5	104	-114
65	131	-117	4	32	42	1	11	14	3	61	51	-4	136	-167
66	20	-76	5	2	-24	2	45	37	2	47	53	-3	49	54
67	61	-68	6	49	76	3	84	84	1	65	63	-2	127	156
68	95	97	4	63	-53	3	251	257	1	47	61	-		
69	97	77	11	76	94	2	76	84	1	69	64	1	61	73
70	227	231	-7	16	91	1	76	84	2	159	157	1	26	-35
71	128	129	-6	32	49	2	67	71	3	19	10	2	77	-135
72	7	7*	-19	5	36	-7	96	-94	2	92	-57	3	62	-85
73	7	71	-1	46	-60	-4	143	-143	5	46	-53	4	87	-167
74	3	38	-5	51	-64	6	42	-46	2	244	-192	-		
75	-13	76	-1	60	61	1	39	65	2	127	156	-		
76	76	83	-1	60	61	1	39	65	2	127	156	-		
77	24	42	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
78	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
79	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
80	4	42	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
81	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
82	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
83	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
84	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
85	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
86	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
87	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
88	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
89	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
90	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
91	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
92	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
93	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
94	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
95	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
96	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
97	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
98	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
99	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
100	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
101	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
102	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
103	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
104	13	5	-1	11	-12	2	76	77	2	79	-73	-		
105	13	5	-1</											

Kalium-Kationen, die im Bereich der aneinanderstossenden Carboxylgruppen noch vorhandenen Lücken ausfüllen. Sie sind in sechsfacher Koordination von Sauerstoffatomen umgeben, das Koordinationspolyeder ist ein stark deformiertes Oktaeder (Fig. 4). Der mittlere Koordinationsabstand beträgt 2,787 Å.

Von Interesse wäre jetzt die Kristallstruktur der *trans*-Cyclohexanddicarbonsäure(1,4), die, abgesehen von Gitterkonstanten und Raumgruppe ($a_1 = 5,61$; $a_2 = 8,07$; $a_3 = 9,64$ Å; $\alpha_1 = 72,8^\circ$; $P2_1/c$), noch nicht bekannt ist. Durch Vergleich der Strukturmodelle sollte sich vielleicht ermitteln lassen, ob und welchen Einfluss die Kaliumkationen auf die Form des Moleküls und den Aufbau des Gitters haben. Endgültigen Atomparameter sind in Tabelle 3, und beobachtete und berechnete Strukturfaktoren sind in Tabelle 4 enthalten.

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereitstellung von Sachmitteln und für die

Überlassung des Automatischen Einkristalldiffraktometers. Dem Rechenzentrum des Fritz-Haber-Instituts der Max-Planck-Gesellschaft, dem Rechenzentrum des Hahn-Meitner-Instituts und dem Deutschen Rechenzentrum in Darmstadt danken wir für die Durchführung unserer Computer-Berechnungen.

Literatur

- GUPTA, M. P. & SAHU, R. G. (1970). *Acta Cryst.* **B26**, 61.
 LUGER, P., PLIETH, K. & RUBAN, G. (1970). *Z. Kristallogr.* **132**, 236.
 RAO, S. T. & SUNDARALINGAM, M. (1969). *Acta Cryst.* **B25**, 2509.
 VAN DER HELM, D., GLUSKER, J. P., JOHNSON, C. K., MINKIN, J. A., BUROW, N. E. & PATTERSON, A. L. (1968). *Acta Cryst.* **B24**, 578.
X-ray 63 Handbook (1963). Univ. of Washington, Univ. of Maryland.

Acta Cryst. (1972). **B28**, 706

Die Kristallstruktur der *trans*-Cyclohexanddicarbonsäure(1,4)

VON P. LUGER, K. PLIETH UND G. RUBAN

Freie Universität Berlin, Institut für Kristallographie, 1 Berlin 33, Takustrasse 6, Deutschland

(Eingegangen am 13. Mai 1971)

The crystal structure of *trans*-cyclohexane-1,4-dicarboxylic acid has been determined by X-ray analysis. The crystals are monoclinic, space group $P2_1/c$, with $a = 5.605$, $b = 8.069$, $c = 9.644$ Å, $\beta = 107.24^\circ$, $Z = 2$. The structure was refined by the method of full-matrix least squares to a final R value of 7.4%. The centres of the two molecules are situated at crystallographic symmetry centres.

Dicarbonsäuren cyclischer Kohlenstoffverbindungen sind seit kurzer Zeit Gegenstand zahlreicher röntgenographischer Untersuchungen (Benedetti, Pedone & Allegra, 1970; Benedetti, Corradini, Pedone & Post, 1969; Benedetti, Corradini & Pedone, 1969; Adman & Margulis, 1968).

Besonderes Interesse fanden die Cyclohexanddicarbonsäuren, von denen im vergangenen Jahr sämtliche (1,2)-Säuren geklärt wurden. Uns gelang es zunächst, über die Strukturaufklärung des Mono-Kalium-sesquio-[*trans*-Cyclohexanddicarbonsäure (1,4)]-salzes (KRAC 14), das Molekül und das zweifach negativ geladene Anion der *trans*-Cyclohexanddicarbonsäure(1,4) (TRAC 14) zu beschreiben (Luger, Plieth & Ruban, 1970, 1972).

Gegenstand dieser Arbeit ist nun die Kristallstruktur der freien (1,4)-Säure.

Experimentelles

Gute Einkristalle sind leicht aus wässriger Lösung durch Einengen zu erhalten.

Tabelle 1. Kristallographische Daten der *trans*-Cyclohexanddicarbonsäure (1,4)

Bruttoformel:	$C_8H_{12}O_4$	Molekulargewicht:	172,18
Dichte:	$\rho_{exp} = (1,34 \pm 0,04)$ g.cm ⁻³	(Schwebemethode)	
	$\rho_x = 1,36$ g.cm ⁻³		$Z = 2$
Monoklin, Raumgruppe:	$P2_1/c$	C_{2h}^5	
Gitterkonstanten:	$a = (5,605 \pm 0,004)$ Å		
	$b = (8,069 \pm 0,005)$		
	$c = (9,644 \pm 0,006)$		
	$\beta = 107,24 \pm 0,02^\circ$		
Zellvolumen:	$V = (416,6 \pm 0,5)$ Å ³		
$F(000) = 184$			
Linearer Schwächungskoeffizient:	$\mu = 9,4$ cm ⁻¹	(Cu K α)	

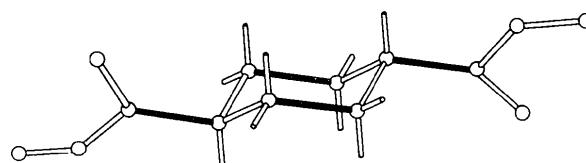


Fig. 1. Doppeltes Gewicht des C-C-Vektors, der den Cyclohexanring mit dem Carboxylkohlenstoffatom verbindet.