

BOUCHERLE, J. X. & SCHWEIZER, J. (1975). To be published.  
 HEWAT, A. W. (1973). *J. Phys.* C6, 2559–2572.  
 KOEHLER, W. C. & WOLLAN, E. O. (1953). *Acta Cryst.* 6, 741–742.  
 MÜLLER-BUSCHBAUM, H. & SCHNERING, H. G. (1965). *Z. anorg. allgem. Chem.* 340, 232–245.  
 NERESON, N., OLSEN, C. & ARNOLD, G. (1966). *J. Appl. Phys.* 37, 4575–4580.

PAULING, L. (1928). *Z. Kristallogr.* A69, 415.  
 RIETVELD, H. M. (1967). *Acta Cryst.* 22, 151–152.  
 RIETVELD, H. M. (1969). *J. Appl. Cryst.* 2, 65–71.  
 SCHOBINGER-PAPAMANTELLOS, P., FISHER, P., VOGT, O. & KALDIS, E. (1973). *J. Phys.* C6, 725–737.  
 ZACHARIASEN, W. H. (1926). *Z. Phys. Chem.* 123, 134.  
 ZACHARIASEN, W. H. (1949). *Acta Cryst.* 2, 60–62.

*Acta Cryst.* (1975). B31, 2746

**Résultats cristallographiques de composés de la série des dibenzoates d'oligométhylène glycols.** Par SERGE PÉREZ et FRANÇOIS BRISSE, Département de Chimie, Université de Montréal, C. P. 6210, Montréal, P. Québec, H3C 3V1, Canada

(Reçu le 19 février 1975, accepté le 12 mars 1975)

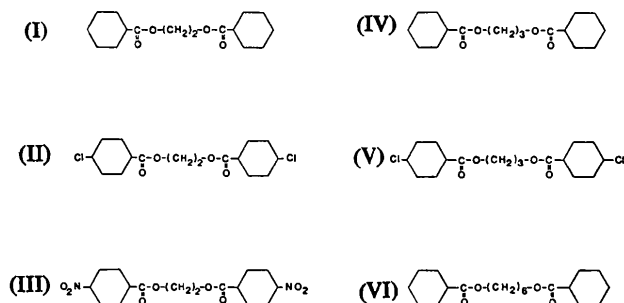
Preliminary crystallographic results are presented for a series of dibenzoates and *p*-substituted dibenzoates of oligomethylene glycols.

Les résultats d'études structurales, par diffraction de rayons X, de polyesters aliphatiques dérivés de l'éthylène glycol, triméthylène glycol et décaméthylène glycol (Fuller & Erickson, 1937; Fuller & Frosch, 1939 *a, b*; Fuller, Frosch & Pape, 1942), ou de polyesters aromatiques tels que le polyéthylène téréphtalate (Daubeny, Bunn & Brown, 1954) révèlent un raccourcissement systématique de la longueur de répétition de fibre par rapport à celle attendue pour une chaîne zig-zag complètement plane.

Si dans chacun des cas, une explication différente de ce raccourcissement est donnée en fonction même de la spécificité des différentes structures, il n'en reste pas moins que les distortions semblent concentrées sur la partie glycolique de la chaîne de polyesters.

Nous avons entrepris la recherche et l'étude de la structure cristalline de composés de la série des dibenzoates de glycol afin, d'examiner d'une part si un raccourcissement similaire à celui observé dans les chaînes de polyesters se

Tableau 1. Données cristallographiques



(I) Dibenzoate d'éthylène glycol  
 $C_{16}H_{14}O_4$ , P.M. 270,28, P.F. 73°C,  $F(000) = 142$ ,  
 orthorhombique, *Pbca*,  $Z = 8$ ,  
 $a = 7,558$  (5),  $b = 21,834$  (7),  $c = 16,210$  (7) Å,  
 $V = 2675,12$  Å<sup>3</sup>,  $d_{mes} = 1,35$  g cm<sup>-3</sup>,  $d_{ca1} = 1,342$  g cm<sup>-3</sup>

(II) Di-*p*-chlorobenzoate d'éthylène glycol  
 $C_{16}H_{12}O_4Cl_2$ , P.M. 339,27, P.F. 140°C,  $F(000) = 174$ ,  
 monoclinique, *C2/c*,  $Z = 4$ ,  
 $a = 12,733$  (9),  $b = 9,522$  (8),  $c = 12,762$  (8) Å,  
 $\beta = 100,37$  (10)°,  $V = 1522$  Å<sup>3</sup>,  
 $d_{mes} = 1,48$  g cm<sup>-3</sup>,  $d_{ca1} = 1,452$  g cm<sup>-3</sup>

(III) Di-*p*-nitrobenzoate d'éthylène glycol  
 $C_{16}H_{12}O_8N_2$ , P.M. 360,3, P.F. 143°C,  $F(000) = 186$ ,  
 monoclinique, *Cc*,  $Z = 8$ ,  
 $a = 20,91$  (2),  $b = 21,34$  (2),  $c = 7,57$  (1) Å,  
 $\beta = 105,0$  (3)°,  $V = 3247$  Å<sup>3</sup>,  
 $d_{mes} = 1,48$  g cm<sup>-3</sup>,  $d_{ca1} = 1,47$  g cm<sup>-3</sup>

(IV) Dibenzoate de triméthylène glycol  
 $C_{17}H_{16}O_4$ , P.M. 284,32, P.F. 59°C,  $F(000) = 150$ ,  
 orthorhombique, *Pbcn*,  $Z = 4$ ,  
 $a = 11,17$  (2),  $b = 8,91$  (1),  $c = 14,82$  (2) Å,  
 $V = 1475$  Å<sup>3</sup>,  $d_{mes} = 1,30$  g cm<sup>-3</sup>,  $d_{ca1} = 1,29$  g cm<sup>-3</sup>

(V) Di-*p*-chlorobenzoate de triméthylène glycol  
 $C_{17}H_{14}O_4Cl_2$ , P.M. 353,30, P.F. 100°C,  $F(000) = 182$ ,  
 monoclinique, *C2/c*,  $Z = 4$ ,  
 $a = 31,499$  (22),  $b = 4,530$  (3),  $c = 11,587$  (8) Å,  
 $\beta = 95,37$  (10)°,  $V = 1646,1$  Å<sup>3</sup>,  
 $d_{mes} = 1,44$  g cm<sup>-3</sup>,  $d_{ca1} = 1,426$  g cm<sup>-3</sup>

(VI) Dibenzoate d'hexaméthylène glycol  
 $C_{20}H_{22}O_4$ , P.M. 326,39, P.F. 56°C,  $F(000) = 174$ ,  
 orthorhombique, *Pbca*,  $Z = 4$ ,  
 $a = 8,73$  (1),  $b = 19,72$  (2),  $c = 10,61$  (1) Å,  
 $V = 1827$  Å<sup>3</sup>,  $d_{mes} = 1,20$  g cm<sup>-3</sup>,  $d_{ca1} = 1,17$  g cm<sup>-3</sup>

retrouvant au niveau de ces molécules modèles, et d'autre part afin d'obtenir, pour ces composés, des valeurs standard des distances et angles interatomiques plus précises propres à être utilisées lors de calcul d'énergie conformationnelle.

Le Tableau 1 rassemble les données cristallographiques préliminaires que nous avons établies pour quelques composés modèles susceptibles de nous apporter les renseignements recherchés.

A ce jour, les structures du dibenzoate d'éthylène glycol et du di-*p*-chlorobenzoate d'éthylène glycol ont été résolues, et sont en cours d'affinement. Ces résultats seront présentés par ailleurs (Pérez & Brisse, 1975*a,b*).

D'autre part des travaux de synthèse ont été entrepris sur d'autres composés de la série des dibenzoates de glycol tels que le dibenzoate de butane diol-1,6 et le dibenzoate de pentane diol-1,5 d'une part, et sur des composés plus ou moins directement liés aux précédents tels que le succinate de phényle et le diméthyl téréphthalate (Bailey, 1949).

Nous tenons à remercier le Ministère de l'Éducation du Québec de son soutien financier.

#### Références

- BAILEY, M. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 120–126.  
 DAUBENY, R. DE P., BUNN, C. W. & BROWN, C. J. (1954). *Proc. Roy. Soc. A* **226**, 531–542.  
 FULLER, C. S. & ERICKSON, C. L. (1937). *J. Amer. Chem. Soc.* **59**, 344–351.  
 FULLER, C. S. & FROSCHE, C. J. (1939*a*). *J. Phys. Chem.* **43**, 323–334.  
 FULLER, C. S. & FROSCHE, C. J. (1939*b*). *J. Amer. Chem. Soc.* **61**, 2575–2580.  
 FULLER, C. S., FROSCHE, C. J. & PAPE, N. R. (1942). *J. Amer. Chem. Soc.* **64**, 154–160.  
 PÉREZ, S. & BRISSE, F. (1975*a*). *Acta Cryst.* Sous presse.  
 PÉREZ, S. & BRISSE, F. (1975*b*). *Canad. J. Chem.* A paraître.

*Acta Cryst.* (1975). **B31**, 2747

**The structure of potassium hydrogen sulfate: corrigenda.** By F. A. COTTON, B. A. FRENZ and D. L. HUNTER, *Department of Chemistry, Texas A & M University, College Station, Texas 77843, U.S.A.*

(Received 9 June 1975; accepted 10 June 1975)

In Table 2 of Cotton, Frenz & Hunter [*Acta Cryst.* (1975). **B31**, 302–304] the following coordinates should be substituted: O(23)  $y = -0.1080$  (4); H(1)  $z = 0.004$  (2); H(2)  $x = -0.228$  (8),  $z = 0.228$  (3).

There are four errors in Table 2 of Cotton, Frenz & Hunter (1975) in the coordinates of O(23), H(1) and H(2). The correct coordinates for these three atoms are as follows.

	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>
O(23)	−0.0812(5)	−0.1080(4)	0.1784(2)
H(1)	0.373(7)	0.601(6)	0.004(2)
H(2)	−0.228(8)	0.065(7)	0.228(3)

None of the other results or conclusions in the paper are affected.

#### Reference

- COTTON, F. A., FRENZ, B. A. & HUNTER, D. L. (1975). **B31**, 302–304.

*Acta Cryst.* (1975). **B31**, 2747

**Neutron powder diffraction study of the low-temperature phase of solid acetylene-d<sub>2</sub>. A correction.** By HARRI K. KOSKI, *Department of Physics, University of Helsinki, Siltavuorenpenger 20 c, SF-00170 Helsinki 17, Finland*

(Received 10 July 1975; accepted 14 July 1975)

In Table 4 of Koski & Sándor [*Acta Cryst.* (1975). **B31**, 350–353] the following correction should be noted: for C···C 3.64 (2) (nearest) read C···C 3.56 (2) (nearest).

An error has been discovered by one of the authors in the interatomic distances listed in Table 4 in our paper on the low-temperature orthorhombic phase of solid C<sub>2</sub>D<sub>2</sub> (Koski & Sándor, 1975). The correction is: C···C 3.56 (2) Å (nearest). The incorrect value originally listed for C···C,

3.64 (2) Å, is in fact the second-nearest distance between two C atoms in neighbouring molecules.

#### Reference

- KOSKI, H. K. & SÁNDOR, E. (1975). *Acta Cryst.* **B31**, 350–353.