

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 \AA 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[Cyclohexandicarbonsäure (1,4)]-salzes

Chemische Formel: $2C_8H_{11}O_4K \cdot C_8H_{12}O_4$
oder
 $C_8H_{10}O_4K_2 \cdot 2C_8H_{12}O_4$

Formelgewicht: 592

Dichte: $\rho_{exp} = (1,44 \pm 0,05) \text{ g.cm}^{-3}$
 $\rho_{r0} = 1,44 \text{ g.cm}^{-3}$

Gitterkonstanten:

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

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

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

Anzahl der vermessenen Reflexe: 2577, davon 99 unbeobachtet.

Mit Cu $K\alpha$ -Strahlung (Ni-Filter) auf dem Automatischen Einkristalldiffraktometer 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 $0,005 \text{ \AA}$, ausser bei C-H und O-H-Bindungen, dort liegen sie bei $0,07 \text{ \AA}$. Die spezielle Anordnung der Moleküle um drei Symmetriezentren weist schon auf die chemische Formel $C_8H_{10}O_4K_2 \cdot 2C_8H_{12}O_4$ 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. $1,201 \text{ \AA}$ und eine lange mit $1,322$ bzw. $1,320 \text{ \AA}$. Dagegen sind beim Molekül 2 beide C-O-Bindungen mit $1,262$ und $1,268 \text{ \AA}$ etwa gleich lang. Zwischen O(5') und O(2) bzw. zwischen O(6') und O(9') besteht ein Wasserstoffbrückenbindungen anzeigender Abstand von $2,555$ bzw. $2,558 \text{ \AA}$. (Mit ' sind äquivalente Atomlagen bezeichnet).

Tabelle 2. Bindungswinkel

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(9)-C(23)-O(10)	122,5 (4)

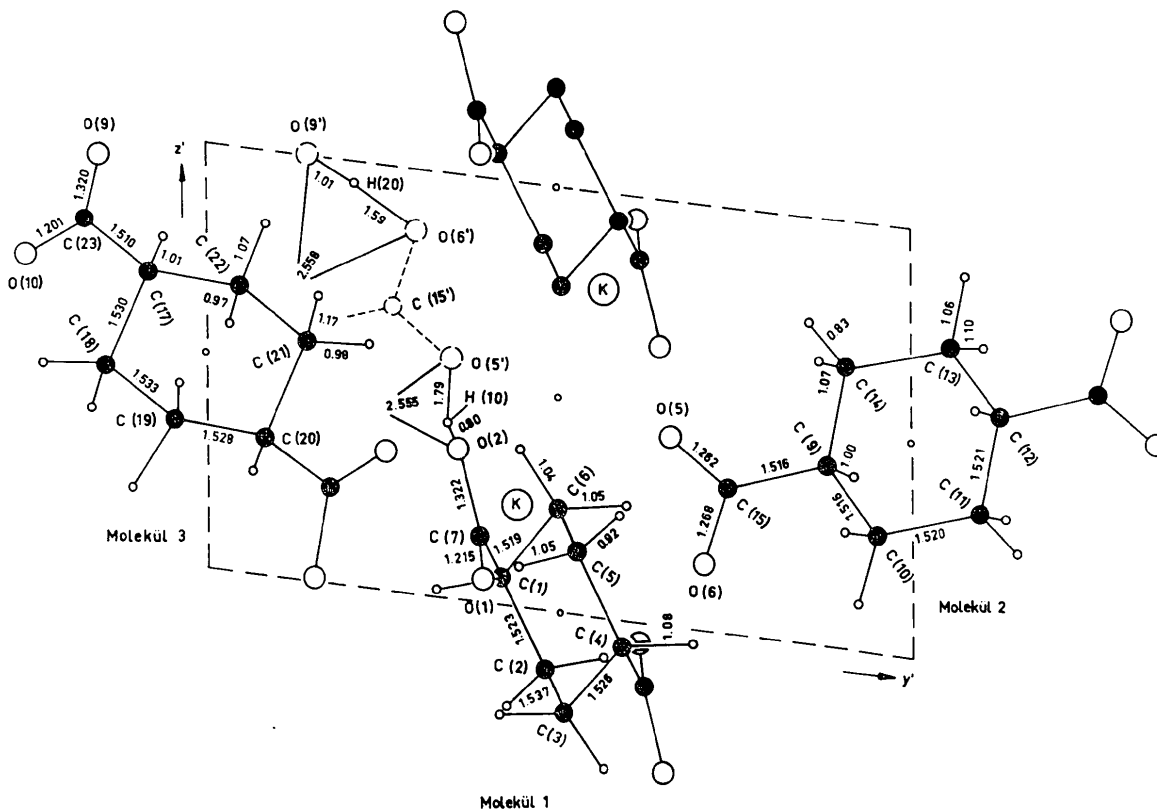


Fig. 1. Projektion der Elementarzelle in x -Richtung mit eingetragenen Bindungslängen ($y' = y \sin \gamma$, $z' = z \sin \beta$). Molekül 2 und 3 liegen übereinander, sind aus Übersichtsgründen aber nur je einmal gezeichnet worden.

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.

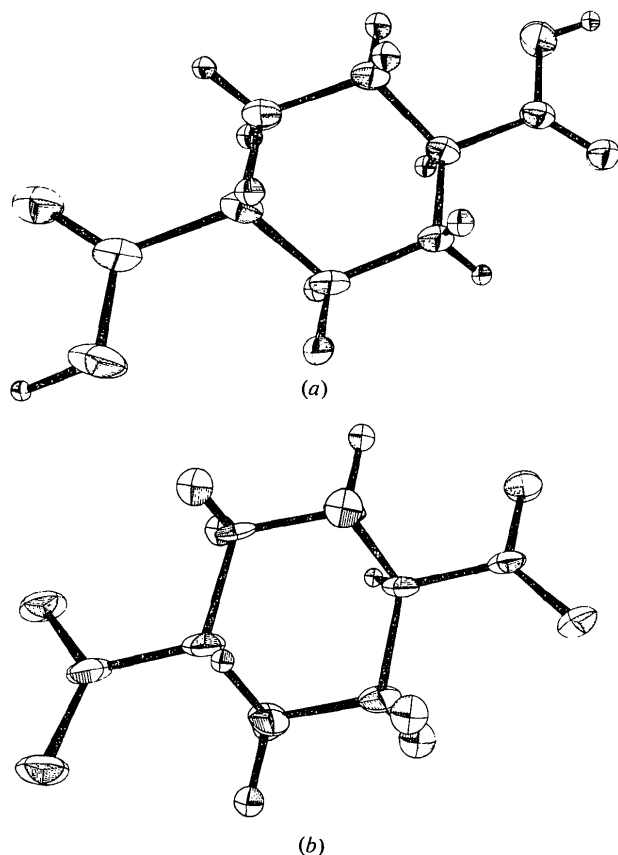


Fig. 2. ORTEP-Zeichnungen (a) des Säuremolekules, (b) des zweifach negativ geladenen Anions.

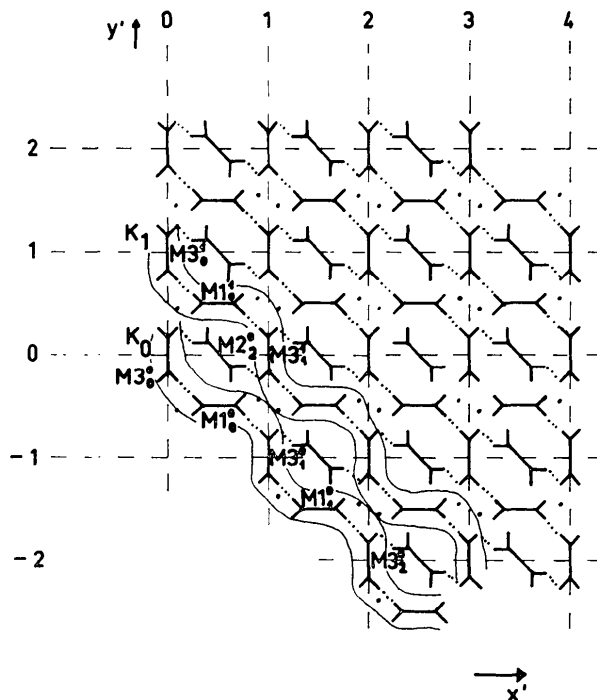


Fig. 3. Schematische Darstellung des Gitters ($x' = x \sin \beta$, $y' = y \sin \alpha$).

Daher muss das H(10) dem O(2), das H(20) offensichtlich 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 4 (Fort.)

1,9,1	-0,89	-0,81	-2,82	81	-3,22	-2,71	1,43	-3,33	4,3,2	0,43	4,4	5,31	-2,7	-1,180	184	-13,62	6,6				
-1,47	4,4	-5,17	-1,6	-2,169	159	-2,213	-1,54	2,231	412	6,65	-6,1	6,65	-6,1	6,126	132	-9,131	11,2				
J 13	7	-4,65	-5,4	-7,209	193	-1,25	12	3,14	3,328	3,09	H,7,2	1,73	71	1,73	71	-8,191	1,79				
1,88	-7,7	-3,21	2,3	-6,93	85	1,287	31,0	4,24	6,-6	-1,3	1,41	-1,41	H,11,2	2,37	3,0	-7,67	-6,3				
2,11*	2,3	-2,35	3,6	-5,28	2,5	1,180	1,98	5,49	5,73	-7,1	-9,12	-1,22	-4,34	3,4	3,155	-1,68	-6,53	-4,5			
3,38	-2,6	-1,23	2,2	-4,11	-1,0	2,271	-2,77	6,68	6,120	-1,7	-8,40	-4,1	-2,92	0,9	4,11	0	-5,229	-2,31			
4,34	-2,7	1,12	1,7	-3,77	-7,4	3,184	-1,14	7,53	7,102	-9,9	-7,6	1	-3,65	6,7	5,4	5,6	-4,129	-1,17			
5,29	-2,3	1,12	1,7	-3,77	-7,4	4,116	-1,01	8,45	8,34	-3,7	-6,71	-1,3	-1,8	8,1	6,119	1,17	-3,63	6,2			
6,10*	1,0	2,56	5,2	-1,22	2,19	5,76	-7,3	9,58	9,75	8,7	-5,13	1,32	0,20	-2,3	7,139	1,44	-2,64	5,9			
7,20	1,6	3,36	-3,1	0,299	2,02	6,89	8,5	10,55	10,5	3	-4,75	0,8	1,29	-2,7	8,2	8,2	-1,361	3,5*			
8,47	3,6	4,12	-1,15	1,81	8,4	7,177	1,70	11,45	11,72	8,2	2,8	-4	H,-7,3	3,9	9,4	9,7	3,9	9,7			
H,10,1	1	6,48	-4,6	2,288	2,70	8,214	2,22	12,9	12,9	9	-3	H,-2,2	-7,73	-6,5	4,27	-2,8	-9,16	-1,8	2,47	5,1	
-7,21	7,3	8,17	7,3	3,195	1,93	9,9	-3	H,-1,2	-11,47	4,6	-6,22	1,9	-11,47	4,6	-6,22	1,9	-9,16	-1,8	2,47	5,1	
-6,12	9,5	9,17	7,3	4,17	1,7	10,9	-1	-12,83	-8,0	-10,28	6,54	-10,28	6,54	-10,28	6,54	-10,28	6,54	-10,28	6,54	-10,28	6,54
-5,127	11,4	10,7	9,5	5,41	3,3	11,16	-1,4	-11,69	-6,2	-9,63	6,6	-9,63	6,6	-9,63	6,6	-9,63	6,6	-9,63	6,6	-9,63	6,6
-4,65	5,7	8,36	-3,9	6,36	-2,9	12,22	2,9	-9,75	1,72	-8,12	-4	-3	1,11	-1,1	-3,15	-1,6	-5,61	5,9	6,273	-2,11	
-3,54	-4,5	7,23	2,6	8,12	-1,8	-12,5	-3	-8,38	3,3	-7,236	-2,37	-2,77	-7,5	-2	0	-7,4	7,4	7,4	7,4	-6,9	
-2,44	-3,6	6,83	8,3	9,15	1,8	-11,93	-9,6	-7,85	7,5	-6,93	-8,7	-1,149	-1,5	-5,3	-5,6	-3,53	-4,8	8,2	-2,3		
-1,133	-1,1	5,16	1,69	10,77	7,8	-10,38	-3,5	-6,69	-7,4	-5,75	-8,3	2,5	-1,7	0	3,4	-4,7	-2,8	7,6	8		
J 2	5,2	3,34	3,6	4,14	3,3	-9,43	-4,7	-5,34	-3,52	-4,64	-5,7	1,11	-1,26	1,81	-0,5	-1,63	-6,5	1,7	4,9	5,6	
1,13	0,9	3,34	3,6	4,14	3,3	-9,43	-4,7	-5,34	-3,52	-4,64	-5,7	1,11	-1,26	1,81	-0,5	-1,63	-6,5	1,7	4,9	5,6	
2,31	3,5	-2,15	1,49	-11,44	4,4	-6,53	8,1	-2,21	-2,62	-1,09	1,7	4,4	5,3	-6,9	7	2,65	8,2	-12,27	3,1		
3,73	6,7	-1,15	2,3	-4,11	-1,36	-4,11	-1,36	-2,21	-2,62	-1,09	1,7	4,4	5,3	-6,9	7	2,65	8,2	-12,27	3,1		
4,95	8,3	1,47	4,7	-9,61	-6,2	-3,33	-3,21	-1,16	-1,15	3,1	5	7	5	-5,59	-5,9	3,297	3,0	-11,14	-1,3		
5,32	3,1	1,25	-2,3	-1,13	-1,25	-2,65	-6,22	3,108	1,36	1,61	-6,7	0	0	-2	-4	9	6	4,72	6,0		
6,40	3,1	2,94	9,7	-7,59	-5,2	-1,39	-3,77	1,127	1,32	2,24	-2,34	7,4	-5,1	-2,3	3,1	-3,6	5,6	-4,72	-7,159	-1,67	
7,22	-2,1	3,13	1,27	-6,20	-1,89	3,268	-3,23	2,282	-2,59	3,332	-3,72	9,24	-6,5	-1,6	6,4	-6,5	-8,51	-4,8	-8,51	-4,8	
H,11,1	1	5,57	5,9	-4,54	6,6	1,11	-2,3	3,18	-1,7	6,18	-3,4	9,39	-5,1	-1,6	6,4	-6,5	-8,51	-4,8	-8,51	-4,8	
-5,105	-9,6	6,91	3,1	-3,20	-2,1	3,215	21,6	5,284	-2,73	6,38	-1,3	11,9	7,1	1,97	7,1	1,97	7,1	1,97	7,1		
-4,95	-6,2	7,5	-1	-2,150	1,52	4,150	9,2	6,24	-1,98	7,113	1,16	-7,5	5,4	2,45	4,7	2,45	4,7	2,45	4,7		
-3,78	-3,4	1,109	1,17	5,79	-7,2	7,65	-6,3	8,43	-4,4	8,75	7,8	-9,39	3,5	3,37	-3,9	-11,31	2,7	-3,144	1,43		
-2,9	1,3	0,33	-3,2	6,36	3,7	8,43	-4,4	9,76	8,1	9,50	5,1	-7,35	2,7	4,19	1,5	-10,12	8	-2,41	4,4		
-1,12	1,7	1,01	-1,82	7,175	-1,73	10,25	2,7	10,25	2,7	10,19	-1,9	-6,71	-6,9	-9,3	3,7	-9,3	3,7	-9,3	3,7		
0,64	6,2	9,21	2,2	-2,212	-2,37	11,41	4,3	12,46	-1,76	12,46	-1,76	-4,10	-1,94	-0,42	-4,6	-9,32	-9,9	1,289	-2,89		
1,20	1,4	-8,87	7,4	3,230	-2,22	9,172	-1,75	11,41	4,3	-11,24	-2,4	-3,17	-7	-0,70	-4,2	-6,174	-1,06	2,219	-2,27		
2,9	5	-7,17	-1,5	4,236	-2,29	11,72	-7,7	12,46	-1,76	-10,63	-5,9	-2,18	2,3	-5,13	1,2	-5,113	-1,11	3,73	-7,7		
3,72	-6,5	6,21	1,8	5,113	1,11	11,78	-8,3	12,46	-1,76	-9,7	8	-1,07	1,16	-6,13	1,5	-4,97	-1,52	4,172	-1,06		
4,73	-6,3	5,43	-3,7	6,142	1,42	-12,37	3,5	11,66	6,6	-8,19	-2,8	3,62	7,3	-4,50	5,3	-3,9	0	5,265	2,73		
5,61	-5,6	-4,11	-1,31	7,14	6	-12,34	3,1	-10,36	-3,7	-7,272	2,69	1,151	1,44	-3,101	1,11	-2,82	-8,5	6,34	-4,1		
H,12,1	1	-2,11	1,11	8,9	9,2	-11,15	1,1	-9,178	-1,75	-6,145	1,1	6,2	6,2	-1,253	1,1	6,2	6,2	-1,253	1,1		
-3,10	1,1	-1,97	8,9	10,101	-1,01	-1,9	9,5	-8,38	3,3	-5,12	1,2	5,57	-6,9	-1,26	-2,7	9,97	9,6	8,32	3,2		
-2,8	1,7	1,31	3,3	-9,1	6	-7,31	-2,9	-6,92	-8,9	-4,99	-9,7	4,58	-7,8	0,114	-1,17	1,1	1,1	9,12	-1,2		
-1,29	-2,9	1,23	1,9	-8,41	4,3	-6,92	-8,9	-5,120	-1,22	-3,106	-1,1	6,76	-9,5	1,126	-1,31	2,34	-3,2	1,3	1,3		
J 7	1,68	2,18	1,7	-12,54	-4,9	-7,131	-1,32	-5,120	-1,22	-2,61	-6,1	6	6	2,11	-6,6	3,281	-2,95	4,98	-1,62		
1,94	-1,6	3,162	-1,57	-11,78	-7,3	-6,276	-2,93	-4,173	1,88	-1,288	-2,95	7,1	1,3	3,52	-5,6	5,113	-1,32	-12,37	-3,9		
2,25	-3,5	4,102	-1,2	-10,13	-1,2	-5,444	-4,59	-3,323	3,44	3,133	8,6	8	13,19	4,68	-1,4	5,113	-1,32	-12,37	-3,9		
3,21	2,2	5,109	-0,1	-9,31	3,1	-4,139	-1,4	-2,93	1,92	1,105	9,6	5,18	1,9	4,68	-1,4	5,113	-1,32	-12,37	-3,9		
H,-12,2	1	6,14	-1,43	-8,97	9,2	-3,14	-1,4	-3,33	2,91	2,166	1,65	H,-9,2	3,83	7,6	-2,35	-3,8	H,-9,3	7,75	7,7		
-5,6	-4	6,41	3,5	-6,41	-3,3	-1,226	2,21	1,262	-2,46	4,229	2,28	-7,46	-4,2	-9,66	6,6	9,105	1,11	-8,173	1,77		
-4,6	1,3	5,138	1,28	-5,138	1,28	2,409	-3,78	5,113	1,14	-6,17	-1,3	-8,44	4,4	-8,44	4,4	-8,44	4,4	-8,44	4,4		
-3,61	5,9	-4,97	-9,2	1,61	-6,5	3,42	-4,5	6,104	1,02	-5,71	7,7	-7,59	5,6	-7,59	5,6	-7,59	5,6	-7,59	5,6		
-2,77	7,7	-11,11	-1,8	-3,25	-2,8	2,79	-7,2	4,35	-2,9	7,8	8,7	-4,59	6,2	-6,29	3,7	-11,30	-2,8	-5,141	1,36		
-1,103	9,9	-1,34	-0,8	-2,213	-2,37	3,173	-1,63	5,276	1,68	-8,69	-4,1	-6,37	-3,7	-10,19	3,7	-4,26	-1,4	3,139	1,41		
0,6	0	-9,24	-2,1	-1,255	-2,57	4,182	-1,71	6,227	2,14	-9,70	-7,6	-2,9	4	-4,81	-8,5	-9,162	-1,38	-3,119	-1,24		
1,17	-1,5	-1,111	-1,94	0,548	-5,46	5,160	-1,63	7,130	1,32	1,3	3,3	-2,1	2,2	-1,2	1,9	-6,7	5	-2,47	-5,3		
2,37	-2,7	1,192	1,98	6,67	-6,4	8,45	-6,6	9,6	-6,5	1,53	-6,7	-2,187	-1,89	-7,43	4,4	-1,51	5,8	-1,51	5,8		
3,31	-3,7	2,163	1,73	7,155	-1,51	9,6	-6,5	10,12	1,11	2,57	-7,3	0,53	-5,8	-5,165	1,78	1,474	4,76	1,474	4,76		
H,-11,2	1	4,202	1,94	8,19	-2,0	13,55	-5,9	-9,101	9,9	-9,101	9,9	3,12	1,2	1,96	1,03	-4,134	1,29	2,425	4,42		
-7,42	4,7	3,233	2,23	9,67	6,10	10,92	10,5	-8,69	-4,1	4,42	5,8	2,23	1,9	-3,73	7,3	3,139	1,41	3,139	1,41		
-6,46	4,1	-2,103	9,5	6,141	-1,33	11,50	6,5	-7,188	-1,82	5,61	7,8	3,72	7,0	-2,89	8,0	4,16	-1,4	4,16	-1,4		
-5,5	1,1	-1,279	-2,73	7,183	-1,79	12,64	-6,1	-6,126	-1,20	6,16	2,1	4,112	1,11	-1,225	-2,29	5,18	-1,9	5,18	-1,9		
-4,26																					

Tabelle 4 (Fort.)

H ₁ -1,3	2 42 -82	H ₂ -1,3	0 29 25	1 130 143	H ₃ -3,4	3 95 93	-7 66 67	-1 17 -18	-5 27 26
-4 137 -141	1 323 -111	-10 31 -24	1 42 05	2 37 -46	-8 7 4	4 120 -126	-6 13 6	7 54 -40	-4 32 30
-3 135 164	7 62 52	-9 37 31	2 33 38	3 169 187	-7 104 110	5 225 -216	-5 53 58	1 67 -65	-3 15 16
-2 473 423	4 82 -63	-8 47 -49	3 17 -21	4 34 32	-6 95 109	6 81 78	-4 35 -23	3 55 43	-2 37 -36
-1 92 57	4 76 79	-7 124 -132	4 0 0	5 20 -27	-5 138 162	7 73 -71	-3 225 -226	3 42 43	-1 158 -10
3 124 118	5 262 183	-6 70 -63	-5 29 -63	6 85 -80	-4 19 -31	8 34 -38	-2 130 -123	4 12 5	7 40 -63
1 25 -251	5 136 181	-5 69 54	H ₁ -1,3	7 85 -71	-3 32 -37	9 72 74	-1 166 -126	5 41 43	1 233 -227
7 466 -436	7 162 -148	-4 44 35	-1 42 -44	-1 42 -44	-2 37 39		91 -63		2 75 75
3 71 -67	8 12 -12	-3 139 139	0 31 -64	H ₂ -6,4	-1 180 -175	H ₁ -1,4	1 22 21	H ₂ -1,4	3 147 146
4 57 71	9 126 -134	-2 35 31		-11 42 -53	-3 147 -149	-11 16 -23	2 156 139	-5 39 -47	4 58 61
5 272 111	1 91 -99	-1 23 -26	H ₁ -11,4	-2 43 -44	1 168 164	-17 13 -18	3 147 145	-4 101 -97	5 73 74
6 24 -28	H ₂ -1,3	-1 295 -285	-2 65 -101	-9 56 -63	2 373 375	-9 61 -65	4 194 177	-3 75 -75	6 107 157
7 222 232	1 166 -163	-1 166 -163	-3 9 -119	-7 57 -61	4 71 64	-5 73 -73	5 200 17	-2 4 -33	
8 31 1	-11 54 3	-2 287 -289	-2 26 23	-5 51 -56	4 128 131	-7 212 -218	6 72 -74	-1 20 25	H ₂ -5,6
9 43 -45	-13 116 116	3 60 -52	-1 60 75	-4 96 103	5 187 185	-6 7 4	7 85 -85	7 36 32	-13 62 75
10 45 -51	-9 39 102	4 37 33	-1 60 75	-4 96 103	6 12 -16	-5 82 67	6 63 -62	1 27 27	-2 58 66
	-9 39 -62	5 29 24	7 13 17	-3 223 220	7 61 -97	-4 81 81	7 14 7	-8 8 8	c
	-7 117 -114	6 80 86	1 8 9	-2 115 115	8 193 -113	-3 249 249	H ₁ -5,4	3 33 -22	-7 17 -14
-12 54 -55	-8 271 -192	7 45 42	2 51 -56	-1 39 -39	9 136 -149	-2 162 -147	-1 18 18	87	-6 121 -143
-11 22 -23	-5 4 -64	8 11 9		9 34 -27			-1 18 18	87	-5 35 32
-13 76 -27	-6 55 -64		H ₁ -17,4	1 27 -27	H ₂ -2,4	1 27 -27	-4 27 27	-5 27 27	-4 13 -6
-9 11 -12	-3 127 -121	H ₂ -7,3	-7 38 -41	-11 62 -116	-11 43 47	1 26 -13	-7 157 -153	-4 17 -15	-3 78 -76
-8 35 -39	-2 182 182	-9 17 18	-6 13 13	3 111 -112	-10 31 32	2 17 -112	-6 73 -24	-3 132 -126	-2 67 -71
-7 146 149	-1 46 49	-5 57 60	4 9 9		-9 45 99	3 7 1	-6 7 1	-2 67 -71	-1 163 149
-5 47 54	1 184 181	-2 93 122	-4 39 35	5 182 181	-8 124 -136	4 11 1	-4 43 -57	-2 43 -47	3 219 216
-5 137 129	1 124 133	-6 93 95	-3 64 -7	6 143 146	-1 125 -145	5 11 43	-3 46 37	7 8 3	1 62 53
-4 74 -34	1 183 125	-5 15 -18	-2 34 -33	7 69 73	-5 77 -105	6 54 -55	-2 236 224	1 75 72	2 185 183
-3 48 -50	1 181 -181	-4 137 -181	-1 75 -85	8 45 -43	-4 40 -45	7 26 22	-1 143 133	2 52 56	3 32 -29
-2 395 -335	4 183 -98	-3 65 -71	1 67 -76		-3 90 -99	8 25 24	8 233 221		4 132 -13
-1 392 -393	5 135 -138	-2 121 -121	1 42 -67	H ₂ -5,4	-2 243 244	9 18 2	1 291 260		5 149 -146
0 222 215	5 135 -138	-1 177 -172	2 54 8	-11 52 -53	-1 146 139		2 87 78	-7 30 -43	6 94 -93
1 231 229	7 79 -69	7 54 10	3 66 71	-10 6 6	3 117 127		3 42 -41	-6 75 -63	7 114 -111
2 239 247	8 37 -42	1 151 153	4 85 76	-9 6 1	1 165 166		4 12 12	-5 27 -24	
3 359 347	9 27 28	2 41 35		-8 12 -6		-11 43 -47	-12 11 7	5 56 -53	H ₂ -4,5
4 24 138	1 31 42	3 165 155		-7 70 133	3 225 -224	-2 74 74	6 14 21	-2 91 34	-10 84 -115
5 54 -59		4 26 21	-2 19 23	-6 105 114	4 68 69	-6 10 69	7 65 67	-2 142 143	-9 86 -97
6 11 -9	H ₂ -1,3	5 10 18	-7 10 4	-5 52 57	5 424 -472	-7 237 232		-1 95 93	-6 67 -77
7 120 -137	-11 2 2	6 44 -45	-6 56 -59	-4 75 -133	6 141 -145	-6 171 158		7 9 4	-8 7 8
8 11 -114	-17 79 -64	7 64 -72	-5 173 -116	-3 231 -247	7 36 37	-5 14 -12	-9 55 -21	1 24 -13	-6 18 -7
9 25 -21	-3 126 -123	8 32 -37	-2 7 3	-2 243 -257	8 77 77	-5 14 -12	-9 55 -21	1 24 -13	-6 18 -7
10 7 6	-2 89 -93	9 64 -11	-3 64 -11	-1 137 -116	9 77 77	-3 18 -10	-7 15 -13	3 53 -41	-4 191 194
	-2 27 23	H ₂ -1,3	-2 12 12	0 25 -15		-2 216 -227	-6 131 130		-3 30 36
-12 41 47	-5 33 33	-8 129 -133	-1 35 34	1 27 23	H ₁ -1,4	-1 55 54	-5 54 54	H ₂ -1,5	-2 56 53
-11 153 105	-6 172 129	-7 86 -94	2 50 57	2 98 94	-11 64 -71	1 61 174	-6 83 81	-7 39 37	-1 130 -131
-10 29 69	-2 284 299	-5 117 -119	1 171 116	3 271 276	-9 115 -137	3 179 163	-2 69 77	-6 124 121	1 185 -166
-9 47 47	-1 11 15	-4 17 13	3 75 -82	4 155 -167	-8 52 57	3 23 -28	-1 117 -109	-5 154 153	2 258 -192
-8 9 9	-1 49 -23	-3 6 4	4 71 -79	6 70 -94	-7 76 71	4 61 -69	-6 43 36	-6 74 26	3 333 293
-7 37 -47	1 169 -171	-2 16 -17	5 152 -110	7 16 -13	-6 141 147	5 41 71	1 179 -121	-3 60 -64	4 44 -44
-6 177 -174	1 185 -182	-1 87 79		8 13 -13	-5 135 135	5 22 -23	2 32 -31	-2 3 2	5 135 136
-5 82 -90	2 162 -162	0 12 2	H ₂ -8,4	H ₂ -4,4	-4 137 137	7 43 -43	3 80 57	-1 64 -86	6 54 56
-4 177 169	3 25 -94	1 12 -1	-2 93 -177		-3 111 74	9 71 53	4 24 86	1 203 134	7 74 3
	4 1 104	2 97 -90	-3 53 -61	-11 76 7	-2 35 -37	9 71 53	5 36 39	1 136 127	
-3 162 197	5 23 43	-7 20 -23	-19 8 7		-1 87 -74	9 71 53	6 9 34	2 116 139	H ₂ -3,5
-2 323 233	6 21 17	4 107 -107	-6 67 74	-2 118 127	3 174 166	H ₃ -3,4	7 10 -13	3 157 155	-13 85 -93
-1 294 271	7 14 -11	5 96 -86	-5 41 45	-9 6 7	1 144 -133	-11 56 63		4 61 61	-2 18 24
0 475 442	8 14 -15	6 39 37	-4 25 21	-7 58 -69	2 231 -231	-17 11 123		5 15 11	-8 63 67
2 221 201	9 64 -67	7 10 13	-2 26 -37	-5 147 -154	3 22 -24	-9 37 -47	-6 51 54		-7 84 75
3 82 41			-1 115 -131	-4 147 158	4 736 220	-2 31 -34	-7 6 4	H ₂ -7,5	-6 7 -1
4 196 -191	H ₂ -1,3	-7 39 47	-3 178 -192	-3 61 64	5 177 163	-2 92 -98	-6 14 -4	-9 36 44	-5 46 53
5 7 -87	-11 44 42	-6 57 44	1 174 -124	-2 129 137	8 161 187	-2 106 -102	-5 121 -113	-2 10 27	-3 343 -346
6 55 68	-9 74 67	-5 6 4	-2 111 -127	-1 301 309	7 83 76	-5 46 -58	-4 61 -54	-2 10 -27	-3 227 -223
7 98 104	-7 119 110	-4 67 73	3 71 -32	3 117 113	8 84 -87	-4 17 113	-2 21 21	-6 127 -139	-2 151 -157
8 89 96	-2 22 -31	-3 52 -53	4 57 -67	1 82 -86	9 27 -31	-3 183 174	-2 9 10	-5 69 -95	-1 87 -81
9 17 111	-5 13 4	-4 55 -56	5 17 -14	2 48 -44		-2 71 64	-1 36 34	-4 52 -94	3 191 -99
1 5 55	-4 215 -233	-1 29 -32	6 115 130	3 185 -195	H ₃ -4,4	-1 219 232	3 155 149	-3 135 131	1 73 68
	-3 323 -111	0 13 -16		4 147 157	-11 54 84	274 -277	1 6 8	-2 171 170	2 11 -11
-12 35 -35	-2 121 -125	1 74 -74	H ₂ -7,4	5 124 137	-10 53 58	1 163 -142	2 15 -13	-1 21 11	3 55 47
-11 67 -71	-1 56 -67	2 36 37	-10 48 56	6 122 135	-9 121 132	3 111 -133	3 15 11	-4 175 167	4 13 19
-10 124 -132	7 25 16	3 51 53	-9 89 88	7 72 75	-8 49 52	3 85 -69	4 97 -92	1 31 -20	5 25 -87
-9 74 -79	1 76 69	4 56 66	-8 78 86	8 63 67	-7 73 69	4 29 -17	5 13 -6	-2 121 -111	6 73 73
-8 5 5	4 134 -136	5 72 71	-7 6 8	9 121 123	-6 6 8	5 52 54	6 32 -33	3 151 -147	7 22 18
-7 114 116	5 141 -142		-6 62 -64		-4 133 -129	7 10 10		4 67 -64	
-6 117 114	6 139 -138	H ₂ -10,3	-5 48 -54	H ₂ -3,4	-3 66 -77	8 30 30	-7 16 15		-10 11 8
-5 173 184	7 161 -159	-5 22 -77	-4 63 -63	-11 34 -41	-2 11 -1		-6 33 34		-9 13 9
-4 14 -120	8 77 -88	6 17 13	-3 164 -181	-15 36 -42	-1 17 5	H ₂ -4,4	-5 193 194	-9 50 -61	-8 62 -68
-3 126 -128	9 39 -32	-3 46 -43	-2 21 -27	-9 80 -93	0 63 59	-10 54 -59	-4 164 163	-8 43 -52	-7 149 -195
-2 144 -144	0 14 -17	-1 69 -13	-1 69 -13		1 65 55	-2 9 -13	-3 62 41	-7 27 31	-6 178 -177
-1 89 -107	0 16 14	-1 52 71	1 36 33		2 162 159	-8 104 111	-2 6 8	-6 120 134	

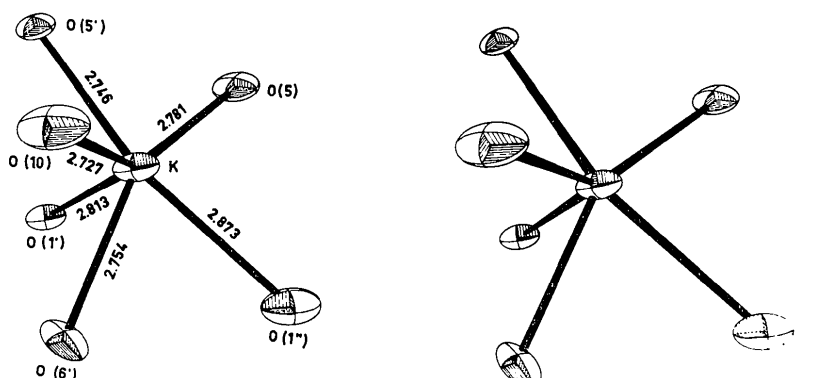


Fig. 4. Bild des Kalium-Koordinationsoktaeders, mit eingetragenen K-O-Abständen.

Kalium-Kationen, die 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*-Cyclohexandicarbonsäure(1,4), die, abgesehen von Gitterkonstanten und Raumgruppe ($a_1 = 5,61$; $a_2 = 8,07$; $a_3 = 9,64$ Å; $\alpha_2 = 72,8^\circ$; $P2_1/c$), 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 Strukturparameter 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*-Cyclohexandicarbonsäure(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 Cyclohexandicarbonsäuren, von denen im vergangenen Jahr sämtliche (1,2)-Säuren geklärt wurden. Uns gelang es zunächst, über die Strukturaufklärung des Mono-Kalium-sesqui-*[trans*-Cyclohexandicarbonsäure (1,4)]-salzes (KRAC 14), das Molekül und das zweifach negativ geladene Anion der *trans*-Cyclohexandicarbonsäure(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-Cyclohexandicarbonsäure (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}^2		
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 $K\alpha$)		

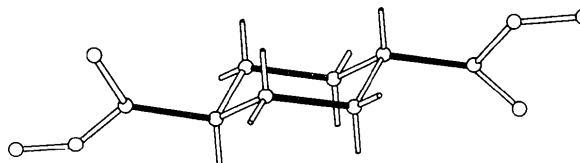


Fig. 1. Doppeltes Gewicht des C-C-Vektors, der den Cyclohexanring mit dem Carboxylkohlenstoffatom verbindet.