

Acta Cryst. (1961). **14**, 895

Crystallographic properties of 4-picoline-N-oxide. By HARRY A. ROSE, *Analytical Research Department, Eli Lilly and Co., Indianapolis, Indiana, U.S.A.*

(Received 6 February 1961)

The compound 4-picoline-N-oxide is represented by the following formula:



Crystallization from benzene-petroleum ether solution gives tetragonal bipyramids showing the 101 faces. The sample used for the powder pattern melted in the range of 183.5–185.0 °C. The crystal system is tetragonal with 8 molecules of C_6H_7NO per cell. The observed density is 1.168 g.cm.⁻³ (displacement) while the density calculated from X-ray data is 1.132 g.cm.⁻³

$$a = b = 8.04, c = 19.84 \text{ \AA}.$$

The space group, based on the observed systematic extinctions is $C_4^2-I4_1$. If this assignment is correct, the crystal is the first found in this space group (Donnay & Nowacki, 1954).

The optical properties are:

$$E > 1.70, W = 1.504, \text{ optic sign } +.$$

The powder data (Table 1) were obtained using a camera 114.6 mm. in diameter with copper radiation and nickel filter. The indexing was done on the basis of a axis and c axis single crystal rotation patterns. Other Miller indices can be found having the same interplanar spacing values; however, based on the single crystal data, only those named were of strong enough intensity to contribute significantly to the intensity of the line.

Table 1. X-ray powder diffraction data for 4-picoline-N-oxide

d_o (Å)	I/I_1	hkl	d_c (Å)
7.49	0.12	101	7.45
4.94	1.00	112	4.93
4.02	1.00	200	4.02
3.54	0.16	211	3.54
3.14	0.206	213, 204	3.16, 3.12
2.83	0.12	220	2.84
2.65	0.16	301	2.66
2.46	0.16	224	2.46
2.21	0.08	305, 321	2.22, 2.22
2.11	0.02	323	2.11
2.01	0.08	316, 400	2.02, 2.01
1.938	0.02	325	1.944
1.867	0.16	—	—
1.794	0.02	—	—
1.752	0.02	—	—
1.685	0.04	—	—
1.643	0.02	—	—
1.557	0.02	—	—
1.489	0.02	—	—
1.362	0.02	—	—
1.318	0.02	—	—
1.253	0.02	—	—
1.232	0.02	—	—

Reference

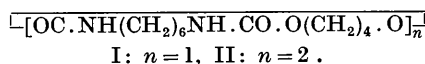
DONNAY, J. D. H. & NOWACKI, W. (1954). *Crystal Data*. The Geographical Society of America, New York, U.S.A.

Acta Cryst. (1961). **14**, 895

Elementarzellen und Raumgruppen der cyclischen Urethan-Oligomeren 1,8-Diaza-10,15-dioxa-9,16-dioxo-cyclohexadecan und 1,8,17,24-Tetraaza-10,15,26,31-tetraoxa-9,16,25,32-tetraoxo-cyclo-duotriakontan.* Von W. L. HAAS, *Deutsches Wollforschungsinstitut an der Technischen Hochschule, Aachen, Germany*

(Eingegangen am 16. Februar 1961)

Aus einem technischen Polyadditionsprodukt aus Butandiol-(1,4) und Hexandiisocyanat-(1,6) isolierten Zahn & Dominik (1960, 1961) das monomere (I) und dimere (II) cyclische Oligomere:



Die monomere Verbindung (I) kristallisierte aus Methanol in rhombischen Blättchen. Blättchenebene (100). Drehkristallaufnahmen ergaben eine orthorhombische Elementarzelle mit den Translationsperioden:

$$a_0 = 17,38 \pm 0,04, b_0 = 8,95 \pm 0,07, c_0 = 17,86 \pm 0,1 \text{ \AA};$$

$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ.$$

Bei Annahme von 8 Molekülen in der Elementarzelle wird die Dichte zu 1,235 g.cm.⁻³ berechnet (bei 24–28 °C.). Am Kristallpulver wurden gemessen: 1,241 g.cm.⁻³ (21 °C.). Kombinierte Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen nach Buerger um die c -Achse ergaben einen Ausschnitt aus dem reziproken Gitter. Die fehlenden Reflexe hkl mit $h+k=2n+1$ zeigten eine C -Zentrierung an. Unter den verbleibenden Möglichkeiten konnte auf Grund der fehlenden Reflexe $h0l$ mit $l=2n+1$ zugunsten der Raumgruppe $Cmcm$ entschieden werden.

Die dimere Verbindung (II) wurde im Einschlussrohr aus Methanol in monoklinen Blättchen erhalten. Aus-

* 24. Mitteilung über Oligomere; 23. Mitt. vgl. H. Zahn & M. Dominik, *Makromolekulare Chem.* 1961, **44-46**, 290.