

## References

- CATALA, R. M., CRUZ-GARRITZ, D., HILLS, A., HUGHES, D. L., RICHARDS, R. L., SOSA, P. & TORRENS, H. (1987). *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* pp. 261–262.
- CATALA, R. M., CRUZ-GARRITZ, D., HILLS, A., HUGHES, D. L., RICHARDS, R. L., TERREROS, P. & TORRENS, H. (1987). *J. Organomet. Chem.* **328**, C37–C39.
- HAGEN, K. S., STEPHAN, D. W. & HOLM, R. H. (1982). *Inorg. Chem.* **21**, 3928–3936.
- ROESKY, H. W. (1986). *Chem. Soc. Rev.* **15**, 309–334.
- SHELDRIK, G. M. (1983). *SHELXTL Users Manual*. Revision 4. Nicolet XRD Corporation, Madison, Wisconsin, USA.
- UEYAMA, N., SUGAWARA, T., SASAKI, K., NAKAMURA, A., YAMASHITA, S., WAKATSUK, Y., YAMAZAKI, H. & YASUOKA, N. (1988). *Inorg. Chem.* **27**, 741–747.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 2379–2382

## Structure Cristalline et Electronique du Diiodure du Bis[(hydroxyiminométhyl-2 méthyl-1 pyridyl)-3 oxy]-1,3 Propane

PAR J. P. BIDEAU ET M. COTRAIT

*Laboratoire de Cristallographie, URA 144 du CNRS, Université de Bordeaux I, 33405 Talence, France*

ET J. SOULIER ET P. DEMERSEMAN

*Service de Chimie, Institut Curie, 26 rue d'Ulm, URA 1387 du CNRS, F-75231 Paris CEDEX 05, France*

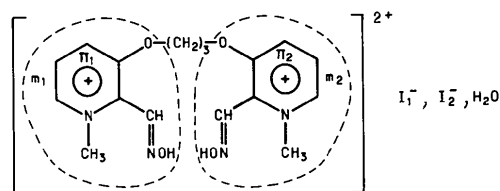
(Reçu le 6 novembre 1989, accepté le 26 février 1990)

**Abstract.**  $C_{17}H_{22}N_4O_4^{2+} \cdot 2I^- \cdot H_2O$ ,  $M_r = 618.2$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 6.772(3)$ ,  $b = 13.205(2)$ ,  $c = 25.805(4)$  Å,  $\beta = 95.83(3)^\circ$ ,  $V = 2296$  Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.789$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Mo } K\alpha) = 0.7107$  Å, graphite monochromator,  $\mu = 28.1$  cm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 1208$ ,  $T = 298$  K,  $R = 0.058$  for the 2114 observed reflections. The title compound is a powerful activator of acetylcholinesterase. The positively charged organic cation envelops one  $I^-$  anion. CNDO calculations show the perturbation of the molecular orbitals by one of the  $I^-$  anions. Crystal cohesion depends both on hydrogen bonds and electrostatic interactions.

**Introduction.** Les organophosphorés inhibent l'acétylcholinestérase (AChE) irréversiblement en phosphorylant l'hydroxyle de la serine du site actif enzymatique. Les oximes nucléophiles, dérivés de sels d'aldoximes de pyridinium, sont susceptibles de déplacer le groupement phosphate, rétablissant l'activité enzymatique et sont, pour cette raison, utilisés comme agents thérapeutiques (Schoene, 1976).

De nouveaux réactivateurs de l'AChE ont été synthétisés. Ce sont des sels de bis[(hydroxyiminométhyl)-2 méthyl-1] pyridinium où les deux entités chargées sont reliées par une chaîne alkyldioxy. Ce sont actuellement les réactivateurs les plus puissants contre le tabun et le paraoxon; le dérivé possédant une chaîne propyldioxy est aussi un bon réactivateur de l'AChE inhibée par le sarin (Demerseman, Kiffer, Debussche, Lion, Royer & Sentenac-Roumanou, 1988).

Nous présentons ici la structure cristalline et l'étude théorique de ce dernier composé, dont la formule peut être représentée par le schéma suivant;  $m_1$  et  $m_2$  représentent les deux parties, en principe identiques, de cette molécule,  $\pi_1$  et  $\pi_2$ , les deux cycles pyridinium.



**Partie expérimentale.** Des cristaux ont été obtenus par diffusion de méthanol dans une solution aqueuse du composé; dimensions du cristal:  $0,2 \times 0,4 \times 0,8$  mm; 25 réflexions avec  $\theta$  compris entre  $13$  et  $19^\circ$  ont été utilisées pour le réglage du cristal; largeur de balayage  $\Delta\omega = (2,0 + 0,35\text{tg}\theta)^\circ$ , largeur de fente du détecteur de  $(1,4 + 1,1\text{tg}\theta)^\circ$ ; mesure des intensités diffractées avec un diffractomètre Enraf-Nonius CAD-4 pour  $\sin\theta/\lambda < 0,54$  Å<sup>-1</sup> ( $h < 7$ ,  $k < 15$ ,  $l < 29$ ) avec un balayage  $\omega-2\theta$ ; correction d'absorption expérimentale; pas de décroissance des intensités de référence  $02\bar{3}$ ,  $\bar{2}64$  et  $400$ ; 2114 réflexions indépendantes avec  $I > 2,5\sigma(I)$  ont été obtenues; la structure a été résolue grâce au programme MITHRIL (Gilmore, 1984); les atomes d'hydrogène ont été placés en position théorique sauf ceux de la molécule

Tableau 1. Coordonnées atomiques et coefficients d'agitation thermique équivalents  $B_{eq}$  (Å<sup>2</sup>)

$B_{eq} = \frac{4}{3} \sum_i \sum_j \beta_i \beta_j a_i \cdot a_j$			
	x	y	z
I(1)	0,3996 (1)	0,17147 (6)	0,57224 (3)
I(2)	0,0349 (1)	0,31322 (6)	0,33942 (3)
N(1)	0,342 (1)	0,4833 (6)	0,6064 (4)
C(2)	0,201 (2)	0,4213 (7)	0,6220 (4)
C(3)	0,246 (1)	0,3712 (3)	0,6700 (4)
C(4)	0,429 (2)	0,385 (1)	0,6982 (5)
C(5)	0,563 (2)	0,448 (1)	0,6792 (6)
C(6)	0,527 (2)	0,496 (1)	0,6357 (6)
C(7)	0,311 (2)	0,537 (1)	0,5569 (5)
C(8)	0,017 (2)	0,415 (1)	0,5893 (4)
N(9)	-0,101 (1)	0,3454 (7)	0,5919 (4)
O(10)	-0,265 (1)	0,3527 (8)	0,5545 (4)
O(11)	0,102 (1)	0,3132 (6)	0,6847 (3)
C(12)	0,151 (2)	0,244 (1)	0,7259 (5)
N(21)	0,184 (2)	-0,1166 (7)	0,5772 (4)
C(22)	0,201 (2)	-0,0630 (8)	0,6231 (4)
C(23)	0,039 (1)	-0,0032 (7)	0,6328 (4)
C(24)	-0,126 (2)	0,0021 (9)	0,5957 (5)
C(25)	-0,131 (2)	-0,053 (1)	0,5533 (5)
C(26)	0,021 (2)	-0,112 (1)	0,5438 (5)
C(27)	0,340 (3)	-0,180 (1)	0,5621 (8)
C(28)	0,368 (2)	-0,0636 (9)	0,6605 (5)
N(29)	0,503 (2)	-0,127 (1)	0,6544 (5)
O(30)	0,658 (2)	-0,1152 (7)	0,6935 (5)
O(31)	0,057 (1)	0,0479 (5)	0,6769 (3)
C(32)	-0,098 (2)	0,1207 (9)	0,6831 (5)
C(33)	-0,028 (2)	0,1814 (9)	0,7321 (6)
O(35)	0,238 (2)	0,3479 (8)	0,4695 (4)

Tableau 2. Longueurs de liaisons (Å) et angles de valence (°) avec leurs écarts-type

N(1)—C(2)	1,35 (1)	N(21)—C(22)	1,38 (1)
C(2)—C(3)	1,41 (2)	C(22)—C(23)	1,39 (2)
C(3)—C(4)	1,39 (2)	C(23)—C(24)	1,40 (2)
C(4)—C(5)	1,36 (2)	C(24)—C(25)	1,32 (2)
C(5)—C(6)	1,30 (2)	C(25)—C(26)	1,33 (2)
C(6)—N(1)	1,41 (2)	C(26)—N(21)	1,33 (2)
N(1)—C(7)	1,46 (2)	N(21)—C(27)	1,44 (2)
C(2)—C(8)	1,43 (2)	C(22)—C(28)	1,41 (2)
C(8)—N(9)	1,22 (2)	C(28)—N(29)	1,26 (2)
N(9)—O(10)	1,40 (2)	N(29)—O(30)	1,39 (2)
C(3)—O(11)	1,33 (2)	C(23)—O(31)	1,32 (2)
O(11)—C(12)	1,42 (2)	O(31)—C(32)	1,44 (2)
C(12)—C(33)	1,49 (2)	C(32)—C(33)	1,53 (2)
C(2)—N(1)—C(6)	122 (1)	C(22)—N(21)—C(26)	122 (1)
C(2)—N(1)—C(7)	121 (1)	C(22)—N(21)—C(27)	122 (1)
C(6)—N(1)—C(7)	117 (1)	C(26)—N(21)—C(27)	116 (1)
N(1)—C(2)—C(3)	117 (1)	N(21)—C(22)—C(23)	117 (1)
N(1)—C(2)—C(8)	117 (1)	N(21)—C(22)—C(28)	125 (1)
C(3)—C(2)—C(8)	126 (1)	C(23)—C(22)—C(28)	118 (1)
C(2)—C(3)—C(4)	120 (1)	C(22)—C(23)—C(24)	120 (1)
C(2)—C(3)—O(11)	115 (1)	C(22)—C(23)—O(31)	116 (1)
C(4)—C(3)—O(11)	125 (1)	C(24)—C(23)—O(31)	125 (1)
C(3)—C(4)—C(5)	119 (1)	C(23)—C(24)—C(25)	119 (1)
C(4)—C(5)—C(6)	122 (1)	C(24)—C(25)—C(26)	122 (1)
N(1)—C(6)—C(5)	120 (1)	N(21)—C(26)—C(25)	121 (1)
C(2)—C(8)—N(9)	123 (1)	C(22)—C(28)—N(29)	118 (1)
C(8)—N(9)—O(10)	113 (1)	C(28)—N(29)—O(30)	110 (1)
C(3)—O(11)—C(12)	117 (1)	C(23)—O(31)—C(32)	115 (1)
O(11)—C(12)—C(33)	108 (1)	O(31)—C(32)—C(33)	113 (1)
C(12)—C(33)—C(32)	113 (1)		

d'eau qui n'ont pu être positionnés; les paramètres ont été affinés par la méthode des moindres-carrés (blocs diagonal) avec des facteurs d'agitation thermique anisotrope pour les atomes C, N, O et les ions I<sup>-</sup>.  $w(|F_o| - |F_c|)^2$  a été minimisé avec  $w = w_o/1 + [a(|F_o| - b)]^2$  où  $a = 0,03$ ,  $b = 10$  et  $w_o = 2|F_o|/F_o^2$ . Les facteurs de diffusion de Cromer & Waber (1974) pour les atomes non-hydrogène, de Stewart, Davidson & Simpson (1965) pour les hydrogènes;  $wR = 0,067$ ,  $S = 1,012$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\max} = 0,05$ , densité résiduelle  $\rho$  de 0,30 et  $-0,35$  e Å<sup>-3</sup>.

**Discussion.** Les paramètres atomiques sont donnés dans le Tableau 1.\* Les longueurs de liaison et angles de valence sont rassemblés dans le Tableau 2. Malgré la symétrie de la formule chimique, la structure moléculaire montre que les fonctions hydroxyiminométhyle C—CH=N—OH adoptent deux positions différentes relativement au cycle pyridinium auquel chacune d'elle se rattache, par rotation autour des liaisons C(2)—C(8) et C(22)—C(28).

En ce qui concerne la partie droite de la molécule l'atome N(9) d'un des groupes hydroxyiminométhyle

est proche de l'atome O(11) de la chaîne centrale; en ce qui concerne l'autre partie, l'atome N(29) est proche de l'atome C(27) du groupe méthyle. Les distances N(9)···O(11) de 2,67 (1) et N(29)···C(27) de 2,61 (2) Å sont très courtes.

La présence de trois substituants contigus sur chaque cycle pyridinium se traduit par des contraintes importantes; c'est ainsi que les angles C(3)—C(2)—C(8) et N(21)—C(22)—C(28) dans les pseudo-cycles N(9)—C(8)—C(2)—C(3)—O(11) et N(29)—C(28)—C(22)—N(21)—C(27) adoptent des valeurs proches de 125° contrairement aux sels (chlorure et bromure) de l'hydroxyiminométhyle-2 méthyl-1 pyridinium (Van Havere, Lenstra, Geise, Van den Berg & Benschop, 1982) où ces angles diffèrent peu de 120°.

Il en va de même pour la fonction C—C=N—OH, avec des distances C—C, C—N et N—O, en moyenne de 1,42, 1,24 et 1,40 Å dans le cas présent, au lieu de 1,46, 1,28 et 1,39 Å pour les sels de l'hydroxyiminométhyle-2 méthyl-1 pyridinium.

Les longueurs de liaison des cycles pyridinium de la molécule étudiée (Figs. 1 et 2) ne sont absolument pas comparables à celles observées pour les molécules précitées. Cela peut être attribué à la présence des pseudocycles N(9)—C(8)—C(2)—C(3)—O(11) et N(29)—C(28)—C(22)—N(21)—C(27).

Mais le trait le plus original de cette structure réside dans la conformation moléculaire. Les angles de torsion sont les suivants:  $\tau_1$  ou C(2)—C(3)—

\* Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope et des paramètres des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de la British Library Document Supply Centre (Supplementary Publication No. SUP 53091: 20 pp.). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Technical Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

O(11)—C(12) = 166 (1),  $\tau_2$  ou C(3)—O(11)—C(12)—C(33) = -175 (1),  $\tau_3$  ou O(11)—C(12)—C(33)—C(32) = 60 (1),  $\tau'_1$  ou C(22)—C(23)—O(31)—C(32) = 171 (1),  $\tau'_2$  ou C(23)—O(31)—C(32)—C(33) = -171 (1),  $\tau'_3$  ou O(31)—C(32)—C(33)—C(12) = 66 (1),  $\xi_1$  ou N(1)—C(2)—C(8)—N(9) = 162 (1),  $\xi'_1$  ou N(21)—C(22)—C(28)—N(29) = -9 (1)°.

L'ensemble formé par le cycle  $m_1$  et les atomes C(7), C(8) et O(11) qui lui sont directement liés, est parfaitement plan (écarts < 0,015 Å); les atomes N(9) et O(10) s'en écartent de 0,33 et 0,29 Å respectivement. L'ensemble formé par le cycle  $m_2$  et les atomes C(27), C(28) et O(31) qui lui sont directement liés est aussi parfaitement plan (écarts < 0,02 Å). Les atomes N(29) et O(30) s'en écartent de 0,16 et 0,07 Å respectivement. Les cycles  $m_1$  et  $m_2$  font entr'eux un angle de 79°. Les groupements C—CH=N—OH sont eux aussi parfaitement plans (écarts < 0,01 Å).

L'ion I(1)<sup>-</sup> est enveloppé par la molécule doublement chargée que nous désignerons par  $M^{2+}$ ;

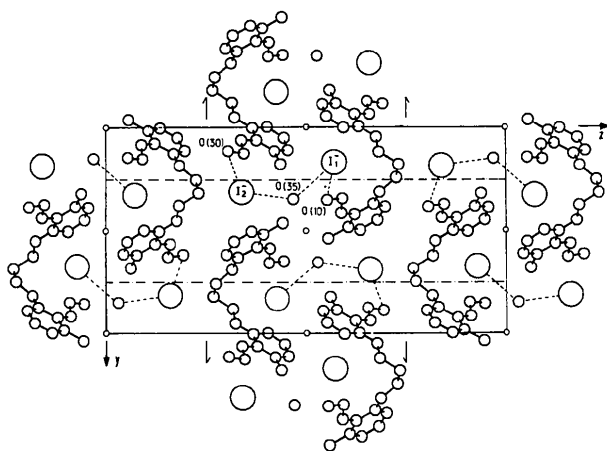


Fig. 1. Projection de la structure le long de l'axe Ox.

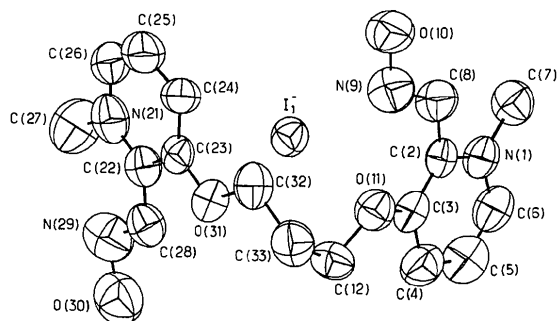


Fig. 2. Représentation ORTEP (Johnson, 1965) de la molécule.

les distances entre l'ion I(1)<sup>-</sup> et plusieurs atomes appartenant aux cycles pyridinium sont inférieurs à la somme des rayons de van der Waals. Il s'agit d'interactions électrostatiques entre l'anion et l'ensemble des deux cycles pyridinium.

Une molécule d'eau, O(35) assure un pont hydrogène entre les deux ions I<sup>-</sup> avec des distances I(1)<sup>-</sup>...O(35) et I(2)<sup>-</sup>...O(35) respectivement de 3,61 (1) et 3,53 (1) Å. Par ailleurs, l'ion I(2)<sup>-</sup> est lié par une liaison hydrogène au groupement hydroxyle O(30)—H(130) de la molécule en (1 - x, -y, 1 - z) avec des distances I(2)<sup>-</sup>...O(30) et I(2)<sup>-</sup>...H(130) de 3,50 (1) et 2,50 (1) Å respectivement, l'angle I(2)<sup>-</sup>...H(130)—O(30) étant de 167° (1); l'ion I(1)<sup>-</sup> est lié par une liaison hydrogène au groupement hydroxyle O(10)—H(110) de la molécule en (1 + x, y, z) avec des distances I(1)<sup>-</sup>...O(10) et I(1)<sup>-</sup>...H(110) de 3,36 (1) et 2,31 (1) Å respectivement, l'angle I(1)<sup>-</sup>...H(110)—O(10) valant 174 (1)°.

La cohésion cristalline se trouve assurée, d'une part par ces liaisons hydrogène et d'autre part, par des interactions électrostatiques entre les ions I<sup>-</sup> et les cycles pyridinium positivement chargés.

L'étude par la méthode CNDO/2 avec le formalisme et les paramètres de Pople & Beveridge (1970) de la molécule  $M^{2+}$  isolée, du complexe [M<sup>2+</sup>.Br(1)<sup>-</sup>] et de l'ensemble [M<sup>2+</sup>.Br(1)<sup>-</sup>].Br(2)<sup>-</sup> a été entreprise (nous admettons que les résultats sont peu affectés lors du remplacement de I<sup>-</sup> par Br<sup>-</sup>).

La conformation étendue ( $\tau_i = 180^\circ$ ) de la molécule  $M^{2+}$  isolée est plus stable de 46,5 kJ mol<sup>-1</sup> que la conformation repliée du cristal, considérée à l'état isolé. Il existe une différence de stabilité de 7,1 kJ mol<sup>-1</sup> entre les deux dispositions observées de la chaîne C—CH=N—OH pour les parties droite et gauche de la molécule, considérée isolément.

Pour la molécule dicationique  $M^{2+}$  isolée, prise dans sa conformation cristalline, les deux orbitales moléculaires (OM) occupées de plus haut niveau, dénommées HOMO et HOMO-1, sont des OM  $\pi$ , localisées sur les cycles  $m_1$  et  $m_2$ .

Si le référentiel moléculaire est choisi de telle sorte que le cycle  $m_1$  soit dans le plan xy, le cycle  $m_2$  étant alors sensiblement dans le plan yz, il apparaît que l'HOMO-1 est principalement construite à partir des orbitales atomiques (OA) 2p<sub>z</sub> des atomes C, N et O de  $m_1$ , tandis que l'HOMO provient des OA 2p<sub>x</sub> de ces mêmes atomes de  $m_2$ .

Pour le complexe [M<sup>2+</sup>.Br(1)<sup>-</sup>], le fait marquant est que l'HOMO correspond maintenant aux trois OM, presque dégénérées en énergie, construite à partir des trois OA 2p de Br(1)<sup>-</sup>. Ces trois OM se décomposent respectivement en p<sub>y</sub>, p<sub>x</sub> + p<sub>z</sub> (liante) et p<sub>x</sub> - p<sub>z</sub> (antiliante), indiquant un certain couplage des OA p<sub>x</sub> et p<sub>z</sub> de Br(1)<sup>-</sup> avec les orbitales  $\pi_1$  et  $\pi_2$ , localisées sur les noyaux  $m_1$  et  $m_2$  de la molécule organique.

Pour le système  $[M^{2+} \cdot Br(1)^-] \cdot Br(2)^-$ , l'atome  $Br(2)^-$  ( $\frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} + z$ ) pris pour le calcul est le plus proche du complexe  $[M^{2+} \cdot Br(1)^-]$ ; le fait marquant est que l'HOMO correspond maintenant aux trois OM construites à partir des trois OA,  $p_x$ ,  $p_y$  et  $p_z$  de  $Br(2)^-$ , ne montrant aucun couplage avec la molécule  $M^{2+}$ . Il interagit faiblement avec le cycle pyridinium  $m_1$  de la molécule située en  $(1 - x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z)$ .

La conformation de la molécule étudiée, dans le cristal, est fortement influencée par la présence des ions I<sup>-</sup> dont l'un est littéralement complexé. La cohésion cristalline réside d'une part, dans les interactions de type ionique entre les ions I<sup>-</sup> et les noyaux pyridinium et d'autre part, de liaisons hydrogène mettant en jeu les fonctions C—CH=N—OH.

Nous envisageons l'étude du dérivé dichloré; l'ion chlore Cl<sup>-</sup> nettement moins volumineux que l'ion I<sup>-</sup> devrait avoir moins tendance à être encagé par la molécule. Nous n'avons malheureusement pu

obtenir, à ce jour, un cristal satisfaisant de ce composé.

#### Références

- CROMER, D. T. & WABER, J. T. (1974). *International Tables for X-ray Crystallography*, Tome IV, édité par J. A. IBERS & W. C. HAMILTON. Birmingham: Kynoch Press. (Distributeur actuel Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.)
- DEMERSEMAN, P., KIFFER, D., DEBUSSCHE, L., LION, C., ROYER, R. & SENTENAC-ROUMANOU, H. (1988). *Eur. J. Med. Chem.* **23**, 63–68.
- GILMORE, C. J. (1984). *J. Appl. Cryst.* **17**, 42–46.
- JOHNSON, C. K. (1965). *ORTEP*. Rapport ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.
- POPLE, J. A. & BEVERIDGE, D. L. (1970). *Approximate Molecular Orbital Theory*. New York: McGraw-Hill.
- SCHOENE, K. (1976). *Medical Protection against Chemical Warfare*, pp. 88–100. Stockholm: Almqvist & Wiksell.
- STEWART, R. F., DAVIDSON, E. R. & SIMPSON, W. T. (1965). *J. Chem. Phys.* **42**, 3175–3187.
- VAN HAVERE, W., LENSTRA, T. H., GEISE, H. J., VAN DEN BERG, G. R. & BENSCHOP, H. P. (1982). *Acta Cryst.* **B38**, 2516–2518.

*Acta Cryst.* (1990). **C46**, 2382–2384

## Structure of Dimethylethanolammonium Dihydrogenmonophosphate Monohydrate

BY M. BAGIEU-BEUCHER AND J. C. GUITEL

*Laboratoire de Cristallographie, associé à l'Université J. Fourier, CNRS, 166 X, 38042 Grenoble CEDEX, France*

(Received 1 October 1989; accepted 26 February 1990)

**Abstract.** 1-Hydroxy-2-methyl-2-propylammonium dihydrogenphosphate monohydrate, C<sub>4</sub>H<sub>12</sub>NO<sup>+</sup>·H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>·H<sub>2</sub>O,  $M_r = 205.15$ , monoclinic,  $P2_1/n$ ,  $a = 16.542$  (3),  $b = 9.170$  (2),  $c = 6.192$  (3) Å,  $\beta = 92.63$  (5)°,  $V = 938.3$  (9) Å<sup>3</sup>,  $Z = 4$ ,  $D_x = 1.452$  Mg m<sup>-3</sup>,  $\lambda(\text{Ag K}\alpha) = 0.5608$  Å,  $\mu = 0.161$  mm<sup>-1</sup>,  $F(000) = 440$ ,  $T = 295$  K, final  $R = 0.034$  for 2123 unique reflections. Wide ribbons of C<sub>4</sub>H<sub>12</sub>NO<sup>+</sup> groups and water molecules, and H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup> infinite chains parallel to **b** alternate along the **c** direction. The cohesion between the different groups is maintained by a three-dimensional network of hydrogen bonds.

**Introduction.** The present work is part of a systematic investigation of the interaction of various phosphoric acids with amines, amino acids and amino alcohols.

In the field of amino-alcohol phosphates only two compounds have been described up to now: the first was ethanolammonium monophosphate studied by Isabev, Ibragimov, Talipov, Saibova & Aripov (1981), the second was the cyclo-tetraphosphate of the same amino alcohol (Averbuch-Pouchot, Durif &

Guitel, 1988). The title compound is the first example of a phosphate of dimethylethanolammonium.

**Experimental.** Single crystals were prepared by slow evaporation, at room temperature, of an aqueous solution of  $\beta$ -aminoisobutylalcohol, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C(NH<sub>2</sub>)·CH<sub>2</sub>OH, and phosphoric acid, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, in a stoichiometric ratio. After several days, colourless monoclinic prisms appeared.

Prism fragment: 0.48 × 0.38 × 0.24 mm. Density not measured. Enraf–Nonius CAD-4 diffractometer, graphite monochromator. Systematic absences:  $0k0$ ,  $k = 2n$ ;  $h0l$ ,  $h + l = 2n$ . 24 reflections ( $10 < \theta < 13^\circ$ ) for refining unit-cell dimensions.  $\omega/2\theta$  scan. 3152 non-zero unique reflections collected ( $3 < \theta < 35^\circ$ ).  $R_{\text{int}} = 0.015$ .  $\pm h, k, l$ ,  $h_{\text{max}} = 28$ ,  $k_{\text{max}} = 16$ ,  $l_{\text{max}} = 10$ . Scan width = 1.30°, scan speed = 0.022° s<sup>-1</sup>, total background measuring time 30 s. Two orientation ( $\bar{9}30$  and  $\bar{9}\bar{3}0$ ) and one intensity ( $5\bar{5}\bar{1}$ ) reference reflections (no significant variation).

Lorentz and polarization corrections, no absorption correction. Structure solved by direct methods with *MULTAN77* (Main, Lessinger, Woolfson,