

C6	0,2770 (4)	0,3836 (4)	0,3788 (4)	0,050 (3)
C7	0,3187 (4)	0,4552 (5)	0,5441 (4)	0,060 (4)
C8	0,5010 (5)	0,4773 (5)	0,6338 (4)	0,069 (4)
C9	0,6445 (5)	0,4430 (6)	0,5565 (6)	0,075 (5)
C10	0,6269 (5)	0,5187 (5)	0,3975 (5)	0,067 (4)
C11	0,4966 (4)	0,4766 (4)	0,2277 (4)	0,055 (3)
C12	0,0211 (7)	0,2578 (5)	-0,1393 (6)	0,075 (5)
C13	0,1803 (7)	0,5408 (6)	0,5713 (6)	0,091 (6)
C14	0,5071 (8)	0,5787 (6)	0,0998 (6)	0,090 (6)
C15	0,5577 (6)	0,3561 (5)	0,1694 (7)	0,089 (6)
O16	0,0005 (3)	0,4444 (3)	0,0287 (4)	0,072 (3)
O17	0,4063 (4)	0,3833 (4)	0,6932 (3)	0,098 (4)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

C1—C2	1,507 (4)	C6—C7	1,520 (5)
C1—C6	1,556 (4)	C7—C8	1,447 (5)
C1—C11	1,548 (4)	C7—C13	1,507 (7)
C2—C3	1,458 (6)	C7—O17	1,455 (5)
C2—O16	1,436 (4)	C8—C9	1,501 (6)
C3—C4	1,490 (6)	C8—O17	1,436 (6)
C3—C12	1,512 (6)	C9—C10	1,518 (7)
C3—O16	1,448 (6)	C10—C11	1,554 (5)
C4—C5	1,512 (6)	C11—C14	1,550 (7)
C5—C6	1,521 (6)	C11—C15	1,524 (7)
C2—C1—C6	111,3 (2)	C6—C7—C13	117,8 (4)
C2—C1—C11	110,4 (2)	C6—C7—O17	114,1 (3)
C6—C1—C11	114,8 (2)	C8—C7—C13	119,2 (4)
C1—C2—C3	126,1 (3)	C8—C7—O17	59,3 (3)
C1—C2—O16	118,9 (3)	C13—C7—O17	113,8 (4)
C3—C2—O16	60,0 (2)	C7—C8—C9	120,9 (4)
C2—C3—C4	117,8 (3)	C7—C8—O17	60,6 (3)
C2—C3—C12	121,1 (4)	C9—C8—O17	120,0 (4)
C2—C3—O16	59,2 (2)	C8—C9—C10	109,5 (4)
C4—C3—C12	117,0 (4)	C9—C10—C11	119,2 (4)
C4—C3—O16	113,1 (3)	C1—C11—C10	113,9 (3)
C12—C3—O16	114,5 (3)	C1—C11—C14	108,6 (3)
C3—C4—C5	111,8 (4)	C1—C11—C15	110,7 (3)
C4—C5—C6	112,1 (4)	C10—C11—C14	104,3 (4)
C1—C6—C5	114,4 (3)	C10—C11—C15	110,3 (4)
C1—C6—C7	110,2 (3)	C14—C11—C15	108,8 (4)
C5—C6—C7	111,2 (3)	C2—O16—C3	60,7 (2)
C6—C7—C8	118,3 (3)	C7—O17—C8	60,1 (3)
C1—C2—C3—C4	4,0 (3)	C1—C6—C7—C8	-75,6 (4)
C2—C3—C4—C5	26,1 (4)	C6—C7—C8—C9	6,8 (4)
C3—C4—C5—C6	-55,9 (4)	C7—C8—C9—C10	64,0 (4)
C4—C5—C6—C1	56,7 (4)	C8—C9—C10—C11	-82,9 (4)
C5—C6—C1—C2	-25,5 (3)	C9—C10—C11—C1	58,7 (4)
C6—C1—C2—C3	-4,4 (3)	C10—C11—C1—C6	-54,2 (3)
C11—C1—C6—C7	81,9 (3)		

Les facteurs de température des atomes d'hydrogène sont 1,10 fois celui de l'atome porteur.

Collections des données: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1987). Réduction des données: *NONIUS* (Riche, 1989). Programme pour la solution de la structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Programme pour l'affinement de la structure: *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Les dessins ont été obtenus à l'aide de *R3M* (Riche, 1983) et *ORTEP* (Johnson, 1965). Programme pour la préparation du manuscrit: *ACTACIF* (Riche, 1992).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène, des distances et angles des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1232). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

## Références

Benharref, A., Bernardini, A., Fkih-Tetouani, S., Jacquier, R. & Viallefont, P. (1981). *J. Chem. Res.* **12**, 372–373.

Bucourt, R. & Hainaut, D. (1965). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **5**, 1366–1377.  
 Chiaroni, A., Riche, C., Benharref, A., Chekroun, A. & Lavergne, J.-P. (1992). *Acta Cryst.* **C48**, 1720–1722.  
 Chiaroni, A., Riche, C., Benharref, A., El Jamili, H. & Lassaba, E. (1995). *Acta Cryst.* **C51**, 1171–1173.  
 Enraf-Nonius (1987). *CAD-4 Manual*. Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands.  
 Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.  
 Joseph, T. C. & Dev, S. (1968a). *Tetrahedron*, **24**, 3841–3852.  
 Joseph, T. C. & Dev, S. (1968b). *Tetrahedron*, **24**, 3853–3859.  
 Nambudiry, M., Rao, G. S. & Krishna, C. (1974). *Ind. J. Chem.* **12**, 889–890.

Riche, C. (1983). *R3M. Représentation et Manipulation de Modèles Moléculaires*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, Gif-sur-Yvette, France.  
 Riche, C. (1989). *NONIUS. Program for Data Reduction*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, Gif-sur-Yvette, France.  
 Riche, C. (1992). *ACTACIF. Logiciel de Préparation des Fichiers CIF*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, Gif-sur-Yvette, France.  
 Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Université de Cambridge, Angleterre.  
 Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.

*Acta Cryst.* (1996). **C52**, 2504–2507

## 2 $\alpha$ ,3 $\alpha$ :6 $\alpha$ ,7 $\alpha$ -Diépoxyhimachalane

ANGÈLE CHIARONI,<sup>a</sup> CLAUDE RICHE,<sup>a</sup> AHMED BENHARREF,<sup>b</sup> ESSÈDYIA LASSABA<sup>b</sup> ET ABDESSELAM BAOUID<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Institut de Chimie des Substances Naturelles, CNRS, 91198 Gif-sur-Yvette CEDEX, France, et <sup>b</sup>Laboratoire des Substances Naturelles et des Hétérocycles, Faculté des Sciences, BP S15, Université Cadi Ayyad, Semlalia-Marrakech, Maroc. E-mail: claude.riche@icsn.cnrs-gif.fr

(Reçu le 26 mars 1996, accepté le 2 mai 1996)

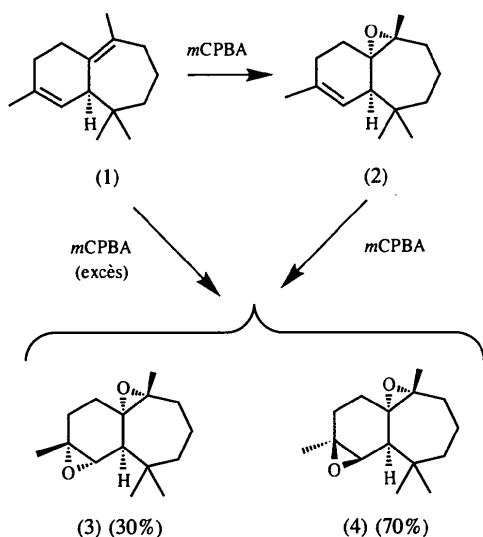
## Abstract

The stereochemistry of the minor isomer, 3,4:9,9a-diepoxy-3,5,5,9-tetramethyldecahydro-1H-benzocycloheptene, C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>, resulting from the epoxidation of  $\beta$ -himachalene has been established. The atoms C10 and the *gem*-dimethyl groups C14 and C15 adopt two positions leading to two conformations for the seven-membered ring, boat-shaped (occupation factor 70%) and chair-shaped (30%). Modelling of these conformations agrees with the statistical distribution in the crystal.

## Commentaire

L'huile essentielle du cèdre de l'Atlas (*Cedrus Atlantica*) est constituée en majeure partie par un hydrocarbure sesquiterpénique bicyclique, le  $\beta$ -himachalène

(1) (Plattier & Teisseire, 1974). L'oxydation de ce terpène a été largement étudiée par plusieurs auteurs (Joseph & Dev, 1961, 1968; Narula & Dev, 1977; Teisseire & Plattier, 1974). Dans le but de compléter notre travail antérieurement publié (Chiaroni *et al.*, 1991; Benharref, Chekroun & Lavergne, 1991), nous avons étudié le comportement du  $\beta$ -himachalène (1) vis-à-vis de l'acide *m*-chloroperbenzoïque (*m*CPBA). Si la



structure des composés obtenus dans cette réaction a pu être déterminée par la RMN  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  et la spectrométrie de masse, la détermination de la stéréochimie de ces époxydes a nécessité une analyse par la diffraction des rayons X. Comme le montre le schéma, l'action de l'acide *m*CPBA sur (1) en quantité stoechiométrique conduit avec un rendement quantitatif au seul composé  $6\alpha,7\alpha$ -époxyhimachal-2-ène (2) (Chiaroni *et al.*, 1991). En présence de deux équivalents du peracide, le  $\beta$ -himachalène (1) donne un mélange de deux époxydes (3) (30%) et (4) (70%). Le même résultat est obtenu par l'action d'un équivalent de *m*CPBA sur (2). Pour attribuer la stéréochimie des ponts oxiraniques en position 2,3 dans (2) et en position 2,3 et 6,7 dans les composés (3) et (4), nous avons déterminé la structure cristalline du diépoxyde minoritaire (3). Cette étude nous a permis de déduire la stéréochimie de (2) et de (4) et celle de tous les dérivés préparés à partir de ces époxydes (Benharref, Chekroun & Lavergne, 1991). La structure est vue en perspective sur la Fig. 1. Le cycle à six chaînons est dans une conformation 1,3 diplaire (Bucourt & Hainaut, 1965). Le cycle à sept chaînons est en désordre au niveau de l'atome C10 qui occupe deux positions entraînant également deux positions pour le *gem*-diméthyle en C11. On observe ainsi une conformation bateau majoritaire (facteur d'occupation 70%) que nous avons représentée sur la Fig. 1 et une conformation chaise minoritaire (30%). Ces deux conformations ont été modélisées par la mécanique moléculaire (logi-

ciel *MACROMODEL*; Mohamadi *et al.*, 1990), champ de forces *MM3* (Allinger, 1989) et par la méthode semi-empirique des orbitales moléculaires (logiciel *MOPAC*, approximation *AM1*; Dewar, Zoebish, Healy & Stewart, 1985). La différence d'énergie de formation de ces deux conformations (favorable à la conformation bateau) est de  $0,65 \text{ kcal mole}^{-1}$  calculée par *MACROMODEL* et de  $1,77 \text{ kcal mole}^{-1}$  calculée par *MOPAC* ( $1 \text{ kcal} = 4,184 \text{ kJ}$ ). Rappelons qu'un écart de  $0,65 \text{ kcal mole}^{-1}$  implique une répartition statistique de 2/3, 1/3 à la température ordinaire.

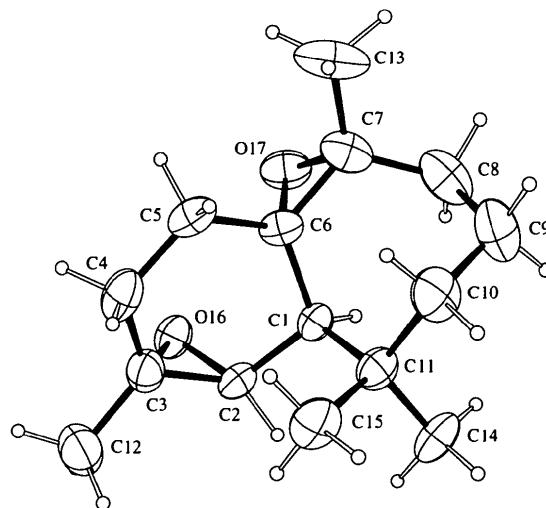


Fig. 1. Vue en perspective de (3). Les ellipsoïdes des déplacements thermiques sont tracés au niveau de probabilité de 30%.

## Partie expérimentale

Les cristaux ont été obtenus de *Cedrus Atlantica* et par synthèse chimique.

### Données cristallines

$\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}_2$   
 $M_r = 236,35$   
 Monoclinique  
 $P2_1$   
 $a = 8,537 (2) \text{ \AA}$   
 $b = 8,221 (2) \text{ \AA}$   
 $c = 10,364 (2) \text{ \AA}$   
 $\beta = 104,31 (2)^\circ$   
 $V = 704,8 (2) \text{ \AA}^3$   
 $Z = 2$   
 $D_x = 1,11 \text{ Mg m}^{-3}$

Cu  $K\alpha$  radiation  
 $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$   
 Paramètres de la maille à l'aide de 25 réflexions  
 $\theta = 16,5\text{--}24,2^\circ$   
 $\mu = 0,52 \text{ mm}^{-1}$   
 $T = 293 \text{ K}$   
 Prisme  
 $0,50 \times 0,33 \times 0,24 \text{ mm}$   
 Incolore

### Collection des données

Diffractomètre Nonius  
 CAD-4  
 Balayage  $\theta/2\theta$   
 Pas de correction  
 d'absorption

$R_{\text{int}} = 0,030$   
 $\theta_{\text{max}} = 66,78^\circ$   
 $h = -10 \rightarrow 9$   
 $k = -7 \rightarrow 9$   
 $l = 0 \rightarrow 12$

1864 réflexions mesurées  
1757 réflexions  
indépendantes  
1709 réflexions observées  
[I > 3,0σ(I)]

3 réflexions de référence  
fréquence: 60 min  
variation d'intensité: 3%

#### Affinement

Affinement à partir des F

R = 0,059

wR = 0,070

S = 0,59

1694 réflexions

166 paramètres

Atomes d'hydrogène en  
position théorique

w = 1/[σ<sup>2</sup>(F)]

(Δ/σ)<sub>max</sub> = 0,02

Δρ<sub>max</sub> = 0,35 e Å<sup>-3</sup>

Δρ<sub>min</sub> = -0,43 e Å<sup>-3</sup>

Pas de correction

d'extinction

Facteurs de diffusion des  
*International Tables for  
X-ray Crystallography*  
(1974, Tome IV)

C1—C6—C5	117,9 (3)	C10—C11—C14	112,2 (4)
C1—C6—C7	118,3 (3)	C10—C11—C15	105,8 (4)
C1—C6—O17	113,2 (3)	C14—C11—C15	108,6 (4)
C5—C6—C7	119,5 (3)	C10'—C11—C14'	100,8 (10)
C5—C6—O17	114,2 (3)	C10'—C11—C15'	109,4 (10)
C7—C6—O17	59,1 (2)	C14'—C11—C15'	110,5 (10)
C6—C7—C8	117,4 (4)	C2—O16—C3	59,6 (2)
C6—C7—C13	121,2 (4)	C6—O17—C7	60,3 (3)
C6—C7—O17	60,6 (3)	C9—C10'—C11	119,5 (13)
C6—C1—C2—C3	-31,1 (3)	C7—C8—C9—C10	32,2 (5)
C1—C2—C3—C4	1,5 (3)	C7—C8—C9—C10'	86,0 (9)
C2—C3—C4—C5	17,7 (4)	C8—C9—C10—C11	56,3 (5)
C3—C4—C5—C6	-5,0 (3)	C8—C9—C10'—C11	-65,2 (11)
C4—C5—C6—C1	-26,8 (3)	C9—C10—C11—C1	-56,8 (5)
C5—C6—C1—C2	43,0 (3)	C9—C10'—C11—C1	60,7 (10)
C11—C1—C6—C7	72,9 (3)	C10—C11—C1—C6	-31,3 (3)
C1—C6—C7—C8	-3,6 (3)	C10'—C11—C1—C6	-80,7 (8)
C6—C7—C8—C9	-67,3 (5)		

Les atomes C10, C14 et C15 sont désordonnés. Ils occupent deux positions avec des facteurs d'occupation de 70 et 30%. La position minoritaire a été traitée avec des facteurs de température isotrope et les atomes d'hydrogène n'ont pas été ajoutés sur ces atomes. Les facteurs de température des atomes d'hydrogène sont 1,10 fois celui de l'atome porteur.

Collection des données: *CAD-4 Software* (Enraf-Nonius, 1989). Réduction des données: *PHIL* (Riche, 1981). Programme pour la solution de la structure: *SHELXS86* (Sheldrick, 1985). Programme pour l'affinement de la structure: *SHELX76* (Sheldrick, 1976). Les dessins ont été obtenus à l'aide de *R3M* (Riche, 1983), *ORTEP* (Johnson, 1965). Programme pour la préparation du manuscrit: *ACTACIF* (Riche, 1992).

Les listes des facteurs de structure, des facteurs d'agitation thermique anisotrope, des coordonnées des atomes d'hydrogène et des distances et angles des atomes d'hydrogène ont été déposées au dépôt d'archives de l'UICr (Référence: PA1235). On peut en obtenir des copies en s'adressant à: The Managing Editor, International Union of Crystallography, 5 Abbey Square, Chester CH1 2HU, Angleterre.

Tableau 1. Coordonnées atomiques et facteurs d'agitation thermique isotrope équivalents (Å<sup>2</sup>)

$$U_{eq} = (1/3) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* a_i \cdot a_j$$

	x	y	z	U <sub>eq</sub>
C1	0,5240 (4)	0,5143	0,3385 (3)	0,051 (3)
C2	0,6802 (4)	0,5422 (5)	0,4424 (3)	0,058 (3)
C3	0,7642 (4)	0,6968 (6)	0,4597 (3)	0,068 (4)
C4	0,6937 (5)	0,8376 (6)	0,3743 (4)	0,084 (5)
C5	0,5165 (4)	0,8279 (5)	0,3030 (4)	0,073 (4)
C6	0,4267 (3)	0,6710 (5)	0,3139 (3)	0,059 (3)
C7	0,2532 (4)	0,6603 (7)	0,2521 (4)	0,083 (5)
C8	0,1831 (5)	0,4903 (8)	0,2084 (6)	0,108 (7)
C9	0,2440 (6)	0,4186 (9)	0,0915 (5)	0,115 (6)
C10	0,4131 (7)	0,4669 (9)	0,0888 (5)	0,088 (8)
C11	0,5533 (4)	0,4334 (6)	0,2093 (3)	0,062 (3)
C12	0,9424 (5)	0,7051 (7)	0,5196 (5)	0,105 (6)
C13	0,1630 (6)	0,8002 (8)	0,1776 (6)	0,130 (7)
C14	0,5801 (10)	0,2551 (8)	0,2352 (6)	0,085 (8)
C15	0,7066 (8)	0,5066 (8)	0,1742 (6)	0,086 (8)
O16	0,6671 (3)	0,6467 (4)	0,5518 (2)	0,068 (2)
O17	0,3078 (3)	0,6844 (5)	0,3942 (2)	0,080 (3)
C10'	0,396 (2)	0,334 (3)	0,1372 (17)	0,103 (6)
C14'	0,681 (2)	0,292 (2)	0,2464 (17)	0,090 (5)
C15'	0,597 (2)	0,543 (2)	0,1159 (15)	0,082 (5)

Tableau 2. Paramètres géométriques (Å, °)

C1—C2	1,510 (4)	C7—C8	1,543 (8)
C1—C6	1,519 (4)	C7—C13	1,490 (8)
C1—C11	1,569 (4)	C7—O17	1,445 (4)
C2—C3	1,449 (6)	C8—C9	1,548 (8)
C2—O16	1,448 (4)	C9—C10	1,504 (8)
C3—C4	1,491 (6)	C9—C10'	1,444 (19)
C3—C12	1,496 (6)	C10—C11	1,526 (7)
C3—O16	1,469 (4)	C11—C14	1,498 (8)
C4—C5	1,512 (6)	C11—C15	1,563 (8)
C5—C6	1,519 (6)	C11—C14'	1,576 (19)
C6—C7	1,464 (5)	C11—C15'	1,435 (17)
C6—O17	1,468 (4)		
C2—C1—C6	109,9 (2)	C8—C7—C13	115,7 (4)
C2—C1—C11	112,0 (2)	C8—C7—O17	115,3 (4)
C6—C1—C11	114,3 (2)	C13—C7—O17	114,7 (4)
C1—C2—C3	123,0 (3)	C7—C8—C9	113,1 (4)
C1—C2—O16	115,0 (3)	C8—C9—C10	115,1 (5)
C3—C2—O16	60,9 (2)	C8—C9—C10'	112,0 (9)
C2—C3—C4	119,3 (3)	C10—C9—C10'	49,1 (8)
C2—C3—C12	120,9 (4)	C9—C10—C11	119,9 (5)
C2—C3—O16	59,5 (2)	C1—C11—C10	111,3 (3)
C4—C3—C12	115,6 (4)	C1—C11—C14	108,2 (4)
C4—C3—O16	113,2 (3)	C1—C11—C15	110,8 (3)
C12—C3—O16	115,0 (3)	C1—C11—C10'	108,9 (7)
C3—C4—C5	117,3 (4)	C1—C11—C14'	110,6 (7)
C4—C5—C6	118,1 (3)	C1—C11—C15'	115,6 (7)

#### Références

- Allinger, N. L. (1989). *J. Am. Chem. Soc.* **111**, 8552–8566.  
Benharref, A., Chekroun, A. & Lavergne, J. P. (1991). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **128**, 738–741.  
Bucourt, R. & Hainaut, D. (1965). *Bull. Soc. Chim. Fr.* **5**, 1366–1377.  
Chiaroni, A., Pais, M., Riche, C., Benharref, A., Chekroun, A. & Lavergne, J. P. (1991). *Acta Cryst.* **C47**, 1945–1948.  
Dewar, M. J. S., Zebisch, E. G., Healy, E. F. & Stewart, J. J. P. (1985). *J. Am. Chem. Soc.* **107**, 3902–3909.  
Enraf-Nonius (1989). *CAD-4 Software*. Version 5,0. Enraf-Nonius, Delft, Les Pays Bas.  
Johnson, C. K. (1965). *ORTEP*. Report ORNL-3794. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, EU.  
Joseph, T. C. & Dev, S. (1961). *Tetrahedron Lett.* pp. 216–222.  
Joseph, T. C. & Dev, S. (1968). *Tetrahedron*, **24**, 3809–3827.  
Mohamadi, F., Richards, N. G. J., Guida, W. C., Lipskamp, C., Caufield, G., Chang, G., Hendrickson, T. & Still, W. C. (1990). *J. Comput. Chem.* **11**, 440–467.  
Narula, A. P. S. & Dev, S. (1977). *Tetrahedron*, **33**, 813–816.  
Plattier, M. & Teisseire, P. (1974). *Recherches*, **19**, 131–144.  
Riche, C. (1981). *PHIL. Program for Data Reduction for Philips PW1100 Diffractometer*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, Gif-sur-Yvette, France.  
Riche, C. (1983). *R3M. Représentation et Manipulation de Modèles Moléculaires*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, Gif-sur-Yvette, France.

- Riche, C. (1992). *ACTACIF. Logiciel de Préparation des Fichiers CIF*. Institut de Chimie des Substances Naturelles du CNRS, Gif-sur-Yvette, France.
- Sheldrick, G. M. (1976). *SHELX76. Program for Crystal Structure Determination*. Université de Cambridge, Angleterre.
- Sheldrick, G. M. (1985). *SHELXS86. Program for the Solution of Crystal Structures*. Université de Göttingen, Allemagne.
- Teisseire, P. & Plattier, M. (1974). *Recherches*, **19**, 167–172.

*Acta Cryst.* (1996). **C52**, 2507–2510

### (±)-3-Formyl-1-methyl-2-(2-phenylethyl)cyclohex-2-enecarboxylic Acid: an Investigation of Disorder

SOMA GHOSH,<sup>a</sup> GOLAM MOSTAFA,<sup>a</sup> MONIKA MUKHERJEE,<sup>a</sup> SITARAM PAL<sup>b</sup> AND ALOK K. MUKHERJEE<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Department of Solid State Physics, Indian Association for the Cultivation of Science, Jadavpur, Calcutta 700032, India, <sup>b</sup>Department of Organic Chemistry, Indian Association for the Cultivation of Science, Jadavpur, Calcutta 700032, India, and <sup>c</sup>Department of Physics, Jadavpur University, Calcutta 700032, India. E-mail: sspmm@iacs.ernet.in

(Received 22 January 1996; accepted 30 April 1996)

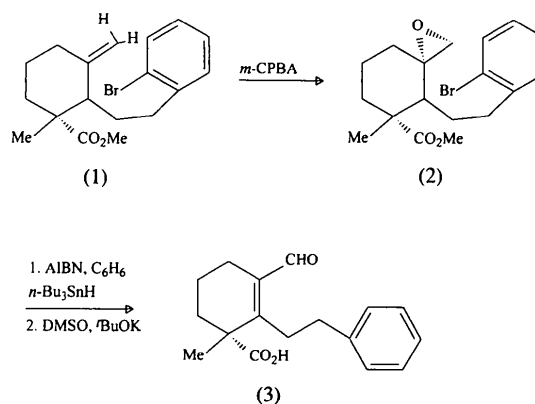
#### Abstract

The structure of the title compound, C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>O<sub>3</sub>, a substituted cyclohexene system, has been determined. The high degree of disorder in various substituent moieties results in two different orientations of the molecule in the crystal lattice which have unequal occupancy factors. Lattice-energy calculations based on van der Waals attractive and repulsive potentials clearly show minima at the observed disordered positions. The difference in occupancy factors between the two molecular orientations can be explained from the relative values of lattice energies.

#### Comment

The structure determination of the title compound (3) was not straightforward. The *E* map computed using the phases from the best set [ABSFOM = 0.700, PSIZERO = 0.702, RESID = 27.14, CFOM = 2.548 (MILTAN88; Debaerdemaeker *et al.*, 1988)] was too confusing to interpret. Only a small fragment of the molecule consisting of five C atoms of the cyclohexene ring (C1–C5) could be identified unambiguously. Successive weighted Fourier maps revealed three more positions (C7, C8, C9) and several low-weight peaks which could be explained by introducing two orientationally disordered molecules

(A and B). Full-matrix least-squares refinement (on  $F^2$ ) of the positional and isotropic displacement parameters of eight C atoms (C1–C5, C7–C9) common to both orientations A and B with occupancy factors of 1.0 while the disordered atoms were held fixed with occupancy values of 0.5 reduced the *R* value to 0.24. Further cycles of refinement were carried out in which the occupancy and isotropic displacement parameters of the atoms in the two disordered molecules were refined in alternate cycles, allowing the occupancy to vary while keeping the displacement parameters fixed. The refined occupancy factors of the two orientations (A and B) were close to 0.6 and 0.4, respectively. All H atoms, except the one on the disordered carboxy group, were placed at geometrically calculated positions and not refined. In the final cycles of least-squares refinement, all the non-H atoms were made anisotropic and the two disordered molecules were refined alternately keeping the occupancy factors of the two molecules A and B fixed at 0.6 and 0.4, respectively. Though the final *R* value of 0.1052 is apparently large, a consequence of the high degree of disorder prevailing in the structure, the difference map did not reveal any peaks of stereochemical significance at this stage (maximum/minimum peak heights = +0.31/–0.20 e Å<sup>-3</sup>). This indicated that the gross structural features were correct. In the light of the approximation involved in the refinement of occupancies and the interaction between these and the displacement parameters, the observed values of temperature factors may not be very reliable.



The ORTEPII (Johnson, 1976) views (Fig. 1) show that the molecule consists of a tri-substituted cyclohexene system joined to a phenyl ring at the 2-position through an ethyl moiety. Apart from the cyclohexene ring disordered at positions C6A and C6B, all other non-rigid groups of the molecule are disordered about different directions probably as a result of the vibrational motions. The two molecular orientations A and B could arise from rotation about an axis perpendicular to the substituent moieties at C4, and libration about the axis joining C3 and the centroid of the terminal phenyl ring.