

Hans Burzlaff

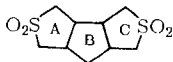
## Die Kristallstruktur des *cis*-Perhydro-cyclopenta[1.2-*c*:3.4-*c'*]-dithiophen-*S.S.S'.S'*-tetroxids, $C_9H_{14}O_4S_2$

Aus dem Mineralogischen Institut der Universität Marburg/Lahn

(Eingegangen am 2. Dezember 1967)

Perhydro-cyclopenta[1.2-*c*:3.4-*c'*]dithiophen-*S.S.S'.S'*-tetroxid kristallisiert in der Raumgruppe  $P2_1/a$  mit den Gitterkonstanten  $a_0 = 9.02$ ,  $b_0 = 15.95$ ,  $c_0 = 8.73$  Å und  $\beta = 122.5^\circ$ . Bei dem Versuch, die Struktur aus der Patterson-Funktion zu ermitteln, konnte die Lage der Schwefelatome gefunden werden, doch ließ sich nicht weiter nach der Schweratom-Methode verfahren, da die schweren Atome der Symmetrie der Obergruppe  $C2/m$  genügten. Die Struktur wurde durch Anwendung der Sayre-Formel bestimmt, das Molekül liegt in der *cis*-Konfiguration vor.

Bei der Darstellung des kristallinen Perhydro-cyclopenta[1.2-*c*:3.4-*c'*]dithiophen-*S.S.S'.S'*-tetroxids durch Böhme und Seitz<sup>1)</sup> war die Frage offen geblieben, ob die Fünferinge A und C des Moleküls eine *cis*- oder eine *trans*-Form bilden. Ähnlich wie beim *N.N'*-Dimethyl-perhydro-cyclopenta[1.2-*c*:3.4-*c'*]dipyrrol-bis-methojodid<sup>2)</sup> sollte diese Frage durch eine Kristallstrukturanalyse geklärt werden.



Nach der Vermessung mehrerer nadelförmiger Kristalle auf dem Zweikreisgoniometer wurde wegen der ausgebildeten Flächenformen die Kristallklasse  $2/m$  vermutet. Mit Hilfe von Schwenk- und Weissenberg-Aufnahmen um die Nadelachse und um die monokline Achse konnte die Vermutung bestätigt werden; auf Grund der Auslöschungen ergab sich als wahrscheinliche Raumgruppe  $P2_1/a$  bei einer Achsenwahl von  $a_0 = 9.02$ ,  $b_0 = 15.95$ ,  $c_0 = 8.73$  Å und  $\beta = 122^\circ$ , dabei liegt die *c*-Achse in der Nadelrichtung. Unter Berücksichtigung der Dichte  $\rho = 1.57$  und des Molekulargewichtes folgt dann bei einem Zellvolumen von  $1060$  Å<sup>3</sup>, daß in der ganzen Zelle vier Formeleinheiten enthalten sind, in der asymmetrischen Einheit also ein Molekül.

<sup>1)</sup> H. Böhme und G. Seitz, Chem. Ber. 101, 1689 (1968).

<sup>2)</sup> H. Burzlaff und E. Hellner, Chem. Ber. 101, 1694 (1968), voranstehend.

## Strukturbestimmung

Wegen der Zellgröße und des beträchtlichen Unterschiedes zwischen den Quadraten der Elektronenzahlen bei Schwefel und Sauerstoff bzw. Kohlenstoff wurde zunächst versucht, die Struktur nach der Schweratom-Methode zu lösen. Die Koordinaten der Schwefelatome konnten durch eine direkte Interpretation der Patterson-Funktion ermittelt werden, doch ließen sich die gefundenen Näherungswerte auch als Besetzung zweier spezieller Punktlagen in der Obergruppe  $C2/m$  ansehen:

$$\begin{array}{llll} S^1 : x = 1/6 & y = 0 & z = 1/4 & 4 \text{ i } x0z \text{ in } C2/m \\ S^2 : x = 1/2 & y = 1/6 & z = 0 & 4 \text{ g } 1/2 \ 1/2 + y \ 0 \text{ in } C2/m \end{array}$$

Daraus folgt, daß die Schwefelatome nur zu Reflexen mit  $h + k = 2n$  beitragen. Rechnet man eine Fourier-Synthese mit diesen Reflexen, deren Vorzeichen als durch die Schwefelatome bestimmt angesehen werden können, dann erhält man zwei Bilder der Struktur, die sich durch eine Spiegelebene senkrecht zur monoklinen Achse ineinander überführen lassen. Entsprechend gilt, daß bei der Superposition auf die Schwefel-Schwefel-Maxima der Patterson-Funktion nur ein Gebilde der Symmetrie  $C2/m$  entstehen kann. Es wurde zunächst versucht, in der Fourier-Synthese mit den Reflexen vom Typ  $h + k = 2n$  die beiden spiegelsymmetrischen Bilder zu trennen, doch war durch die eintretende Überlappung und die zusätzlichen Maxima sowohl eine *cis*-Form als auch eine *trans*-Form möglich. Als nächstes wurde eine Superposition auf die zu den Schwefelatomen gehörigen Maxima durchgeführt, denn es bestand die Aussicht, eines der Sauerstoff-Maxima so zu finden, daß man sich für eines der beiden Bilder entscheiden konnte. Tatsächlich ließen sich tetraedrische Umgebungen um die Schwefelatome erkennen, doch waren gerade im Raum zwischen den Schwefelatomen durch das fortgesetzte Bilden der Minimum-Funktion die Funktionswerte so klein geworden, daß keine sichere Aussage mehr möglich war. Es wurde daher schließlich versucht, mit Hilfe der vereinfachten Sayre-Formel die Vorzeichen der Reflexe mit  $h + k = 2n + 1$  zu bestimmen.

$$s(h) = s(\sum_{h'} F(h') \cdot F(h-h'))$$

In einer Zelle der Raumgruppe  $P2_1/a$  sind acht Symmetriezentren vorhanden, sie bilden den Gitterkomplex  $C$  in vier Darstellungen. Ferner gibt es acht Paritätsklassen der Reflexe, je nachdem  $h, k, l$  gerade =  $g$  oder ungerade =  $u$  ist. Die Klasse der  $ggg$  bildet die Strukturinvarianten, und drei willkürlich gewählte Vertreter aus drei linear unabhängigen Paritätsklassen legen den Nullpunkt fest.

Wenn man jedoch die bekannte Lage der Schwefelatome verwenden will, dann ist kein Reflex vom Typ  $h + k = 2n$  mehr wählbar, also kein Vertreter aus den Klassen  $guu, uuu, uug$ ; daraufhin ist nur noch eine Paritätsklasse aus den restlichen vier linear unabhängig, und man kann nur einen Vertreter einer Paritätsklasse mit einem willkürlichen Vorzeichen versehen. Durch diese Vorzeichenwahl wird eines der beiden Strukturbilder in  $C2/m$  ausgewählt.

Zunächst wurden aus den beobachteten  $|F|^2$ -Werten unitäre  $U$ - und normalisierte  $E$ -Werte berechnet und durch Mittelwertbildung über  $|E|$ ,  $\|E|^2-1|$ ,  $|E|^3$  und  $|E|^4$  bestätigt, daß Zentrosymmetrie vorlag:

$\langle  E  \rangle$	$\langle  E ^2 \rangle$	$\langle \ E ^2-1  \rangle$	$\langle  E ^3 \rangle$	$\langle  E ^4 \rangle$	
0.745	0.972	1.043	1.688	3.52	gefunden
0.798	1.000	0.968	1.594	3	zentrisch
0.886	1.000	0.736	1.330	2	azentrisch

Dann wurden die Vorzeichen von 135 Reflexen des Typs  $h + k = 2n$  aus den Schwefellagen berechnet, ihre  $U$ -Werte waren größer als 0.25, bei der Berechnung machte der Betrag des Schwefelanteiles mindestens 50% des Betrages des beobachteten  $F$ -Wertes aus. Der Reflex (2 1  $\bar{4}$ ) erhielt zur Festsetzung des Nullpunktes das Vorzeichen +1; daraufhin konnten die Vorzeichen von 6 Reflexen des Typs  $h + k = 2n + 1$  über einzelne Sayre-Relationen festgelegt werden. Tab. 1a gibt die Indizes, die  $U$ -Werte, das Vorzeichen und die Wahrscheinlichkeit an, mit der das Vorzeichen gilt:

Tab. 1a. Anfangsvorzeichen des Reflextyps  $h + k = 2n + 1$

h	k	l	$ U $	(h k l)	P
3	2	6	0.31	+1	0.999
2	1	5	0.29	-1	0.995
2	5	7	0.27	+1	0.999
4	3	3	0.26	+1	0.995
1	8	-7	0.24	-1	0.989
4	5	-7	0.20	-1	0.984

Mit den so vorhandenen 142 Vorzeichen wurden von 107 möglichen Reflexen des Typs  $h + k = 2n + 1$ , deren  $|U|$ -Werte größer als 0.15 waren, für 78 Reflexe die Vorzeichen mit Hilfe der vereinfachten Sayre-Formel bestimmt. In der folgenden Abschlußrechnung wurde versucht, die Vorzeichen von 99 Reflexen des Typs  $h + k = 2n + 1$  mit  $0.10 \leq |U| \leq 0.15$  zu bestimmen. Beim ersten Typ konnten 91 Vorzeichen, beim zweiten Typ dagegen nur 80 Vorzeichen gefunden werden. Mit den so ermittelten 384 Strukturamplituden wurde eine Fourier-Synthese gerechnet, in der die Struktur eindeutig zu erkennen war, es handelt sich um eine *cis*-Konfiguration.

Nach der endgültigen Verfeinerung war die Frage von Interesse, wie viele Vorzeichen falsch bestimmt worden waren; die Antwort war etwas überraschend. Schon bei der Vorzeichenbestimmung war bemerkt worden, daß in den 135 Reflexen des Typs  $h + k = 2n$  bei vier Reflexen die Schwefelanteile ein anderes Vorzeichen angaben als die direkte Methode. Die Abschlußrechnung bestätigte die Vorzeichen aus der direkten Methode; insgesamt waren nur 2 von 384 Vorzeichen falsch. Tab. 1b gibt eine Zusammenstellung dieses Ergebnisses.

Tab. 1b. Prüfung der Vorzeichen

	Vorzeichen	möglich	gefunden	richtig	falsch
$h + k = 2n$	$0.25 \leq  U $	135	135	135	0
$h + k = 2n + 1$	$0.15 \leq  U $	107	78	78	0
$h + k = 2n$	$0.20 \leq  U  < 0.25$	99	91	20	1
$h + k = 2n + 1$	$0.10 \leq  U  < 0.15$	146	80	79	1

Die ungleiche Intensitätsverteilung auf die beiden Reflextypen ist charakteristisch für die Überstruktur.

### Strukturverfeinerung

Bei der Verfeinerung der so gefundenen Struktur stand im Vordergrund, wie groß die Aussagekraft eines solchen, im Normalverfahren gewonnenen Datensatzes ist. Für die Verfeinerung nach der Methode der kleinsten Quadrate wurden alle Reflexe verwendet. Für die unbeobachteten Reflexe wurde  $0.5 \cdot F_{\min}$  eingesetzt.

Der Verlauf des Verfeinerungsprozesses soll durch die Zusammenstellung der  $R$ -Werte,  $R = (\sum |F_0 - |F_c||) / \sum F_0$ , wiedergegeben werden (Tab. 2). Dabei ist  $R_w$  der gewichtete  $R$ -Wert; zur Wichtung wird der Kehrwert des experimentellen Fehlers  $\Delta F$  verwendet,  $\sigma$  ist die mittlere Standardabweichung.

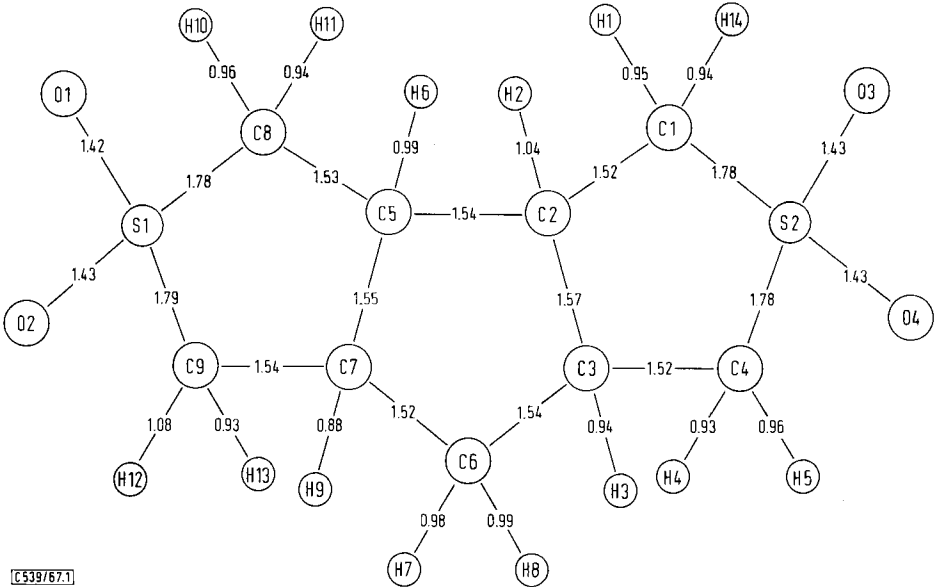
Tab. 2. Verlauf des Verfeinerungsprozesses

Iteration	$R$ (%)	$R_w$ (%)	$\sigma$
1	65.9	71.2	11.89
2	21.8	28.5	4.76
3	16.1	21.0	1.74
4	14.7	19.3	1.60
5	13.5	18.2	1.51
6	12.8	17.6	1.46
7	12.4	17.3	1.43
8	12.1	17.0	1.41
9	10.9	15.0	1.26
10	10.4	14.1	1.19
11	10.2	13.9	1.18
12	10.0	13.6	1.15
13	9.9	13.5	1.14

Der große Unterschied zwischen Iteration 1 und 2 beruht auf einer ungünstigen Abschätzung des Angleichungsfaktors. Nach der Iteration 8 wurde eine Fourier-Synthese gerechnet und nach Wasserstoffatomen gesucht. Es wurden die Maxima aller Wasserstoffatome gefunden, ihre Koordinaten und Temperaturfaktoren wurden

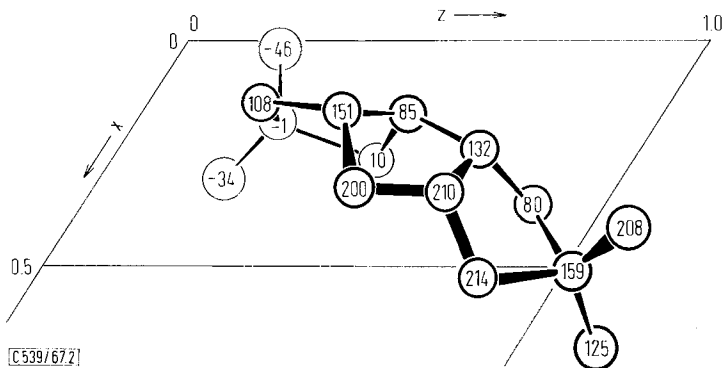
in Iteration 9 bis 11 mit verfeinert. Dabei fiel das Wasserstoffatom H<sup>2</sup> (Tab. 3) durch einen ungewöhnlich hohen Temperaturfaktor auf, eine zweite Fourier-Synthese ergab jedoch die alte Position; als Fehlerursache konnte schließlich eine falsche Koordinatenablesung erkannt werden. Die Koordinaten der Tab. 3 ergaben schließlich die R-Werte der Iteration 13. Beobachtete und berechnete Strukturaktoren stehen auf Anfrage zur Verfügung.

**Strukturbeschreibung**



[C 539/67.1]

Abbild. 1. Schematisches Bild des Moleküls



[C 539/67.2]

Abbild. 2. Projektion eines Moleküls in der Zelle längs der monoklinen Achse; die Zahlen in den Kreisen sind y-Koordinaten in Tausendstel. Die Wasserstoffatome sind weggelassen

Die in dem Molekül auftretenden Abstände und Winkel stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit den in ähnlichen Strukturen bisher bekannten überein, erstere sind in das schematische Bild des Moleküls der Abbild. 1 eingetragen, Tab. 4 gibt eine Zusammenstellung aller wichtigen Abstände und Winkel mit Fehlerabschätzung. Abbild. 2 zeigt die Projektion eines in der Elementarzelle gelegenen Moleküls, Projektionsrichtung ist die monokline Achse. Es ist erkennbar, daß die Fünfferringe nicht sehr eben sind; legt man trotzdem ungefähr mittlere Ebenen in jeden Ring, so ist Ring A gegen Ring B und Ring C gegen Ring B um  $115^\circ$  geneigt.

Eine kritische Betrachtung des Gesamtergebnisses zeigt, daß die Genauigkeit wohl ausreicht, die Wasserstoffatome zu lokalisieren; für Aussagen zur chemischen Bindung ist eine etwas größere Meßgenauigkeit erforderlich.

Der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* bin ich wegen der Ermöglichung der Messungen und der umfangreichen Rechnungen sehr verpflichtet. Den Herren Prof. Dr. H. *Böhme* und Dr. G. *Seitz* möchte ich für die Anregung zu dieser Strukturanalyse, für die Bereitstellung geeigneten Kristallmaterials und die Durchführung einer Dichtebestimmung meinen Dank aussprechen. Vor allem aber möchte ich Herrn Prof. Dr. E. *Hellner* für die Erlaubnis zur Benutzung der Apparaturen und das rege Interesse danken, das er dieser Arbeit entgegen gebracht hat. Den Mitarbeitern des Mineralogischen Institutes der Universität München sowie Herrn Dr. W. *Fischer*, Marburg, sei für die Überlassung eines Teiles der Rechenprogramme ebenfalls gedankt.

## Beschreibung der Versuche

Die Messungen der Integralintensitäten wurden mit dem prozeßbrechnergesteuerten automatischen Einkristalldiffraktometer des Mineralogischen Institutes der Universität Marburg durchgeführt. Gegenüber den Messungen am *N,N'*-Dimethyl-perhydro-cyclopenta-di-bis-methojodid<sup>2)</sup> wurden einige Änderungen am Meßverfahren vorgenommen. Einmal wurde mit Ni-gefilterter  $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung gemessen, weiter wurde im  $\omega$ - $2\theta$ -scan gearbeitet, d. h. Zählrohr- und Kristallachse bewegten sich beim Durchfahren des Reflexionsbereiches im Geschwindigkeitsverhältnis 2:1; ferner wurde anstelle mehrerer Durchläufe durch den Reflexionsbereich, bei denen die Teilsummen der entsprechenden Intervalle jeweils aufaddiert worden waren, nur einmal durch die Reflexionsstellung gefahren. Für jedes der etwa 80 Intervalle wurde am Intervallmittelpunkt eine Messung für eine konstante Zeit vorgenommen, die wahre Reflexionskurve also durch eine Stufenkurve ersetzt.

Innerhalb des  $\text{Cu-K}\alpha$ -Bereiches konnten so bis  $2\theta \leq 120^\circ$  1621 Reflexe vermessen werden; als Drehachse wurde die *c*-Richtung verwendet; infolgedessen konnten alle Reflexe bis auf (*h*01) mit  $h, 1 \neq 0$  in zwei verschiedenen Lagen gemessen werden. Wegen des kleinen Wertes für  $\mu$  wurde von einer Absorptionskorrektur abgesehen, der verwendete Kristall hatte eine Länge von 0.9 mm, der maximale Durchmesser betrug 0.35 mm bei nahezu hexagonalem Querschnitt. Nach etwa 14 Tagen waren alle experimentellen Arbeiten abgeschlossen.

Die Rechnungen wurden auf der Rechenanlage TR4 des Rechenzentrums der Universität Marburg durchgeführt, das verwendete Programm war eine in Algol übersetzte Version des Least Squares-Programm von *Busing, Levy* und *Martin*; die Algol-Übersetzung wurde von Mitarbeitern des Mineralogischen Institutes der Universität München vorgenommen, eine Überarbeitung und Anpassung an die hiesige TR4 besorgte *W. Fischer*.

Tab. 3. Gitterkonstanten und Koordinaten

$a_0 = 9.02 \pm 0.01 \text{ \AA}$		$SC^0 = 0.406 \pm 2$	$SC^4 = 0.429 \pm 2$
$b_0 = 15.95 \pm 0.01 \text{ \AA}$	Raumgruppe $P2_1/a$	$SC^1 = 0.390 \pm 1$	$SC^5 = 0.429 \pm 3$
$c_0 = 8.73 \bullet 0.01 \text{ \AA}$		$SC^2 = 0.415 \pm 2$	$SC^6 = 0.433 \pm 3$
$\beta = 122.5^\circ \pm 0.1^\circ$		$SC^3 = 0.425 \pm 2$	$SC^7 = 0.431 \pm 4$
			$SC^8 = 0.430 \pm 6$

Atom	$x$	$y$	$z$	$B_i$
S <sup>1</sup>	0.1782 ± 2	-0.00148 ± 9	0.2708 ± 2	2.71 ± 4
S <sup>2</sup>	0.5107 ± 2	0.15877 ± 9	0.0180 ± 2	2.63 ± 4
O <sup>1</sup>	0.0161 ± 6	-0.0463 ± 3	0.1889 ± 6	4.16 ± 9
O <sup>2</sup>	0.3085 ± 6	-0.0339 ± 3	0.2408 ● 7	4.60 ± 10
O <sup>3</sup>	0.4146 ± 6	0.2081 ± 3	0.0728 ± 6	4.21 ± 9
O <sup>4</sup>	0.1770 ± 6	0.3749 ± 3	0.1579 ± 6	4.15 ± 9
C <sup>1</sup>	0.3663 ± 7	0.0804 ± 4	0.8631 ± 8	2.92 ± 11
C <sup>2</sup>	0.2404 ± 7	0.1315 ± 3	0.6935 ± 8	2.52 ± 10
C <sup>3</sup>	0.3384 ± 8	0.2099 ± 4	0.6800 ± 8	2.95 ± 10
C <sup>4</sup>	0.5239 ± 9	0.2141 ± 4	0.8494 ± 9	3.55 ± 12
C <sup>5</sup>	0.1588 ± 7	0.0848 ± 3	0.5115 ± 8	2.50 ± 10
C <sup>6</sup>	0.3260 ± 9	0.1998 ± 4	0.4982 ± 9	3.44 ± 12
C <sup>7</sup>	0.1546 ± 8	0.1514 ± 4	0.3804 ± 8	3.02 ± 11
C <sup>8</sup>	0.2623 ± 9	0.0098 ± 4	0.5063 ± 9	3.07 ± 11
C <sup>9</sup>	0.1372 ± 9	0.1075 ± 4	0.2143 ± 10	3.70 ± 12
H <sup>1</sup>	0.310 ± 7	0.051 ± 3	0.913 ± 8	0.0 ± 1.1
H <sup>2</sup>	0.153 ± 9	0.159 ± 5	0.720 ± 10	2.3 ± 1.6
H <sup>3</sup>	0.272 ± 8	0.257 ± 4	0.674 ± 9	1.3 ± 1.3
H <sup>4</sup>	0.101 ● 8	0.316 ± 4	0.830 ± 9	0.8 ± 1.2
H <sup>5</sup>	0.068 ± 9	0.230 ± 4	0.893 ± 9	1.6 ± 1.4
H <sup>6</sup>	0.043 ± 7	0.062 ± 4	0.477 ± 7	0.0 ± 1.0
H <sup>7</sup>	0.425 ± 7	0.166 ± 4	0.515 ± 8	0.0 ± 1.1
H <sup>8</sup>	0.324 ± 10	0.249 ± 5	0.429 ± 11	2.7 ± 1.7
H <sup>9</sup>	0.068 ± 8	0.183 ± 4	0.365 ± 9	0.9 ± 1.2
H <sup>10</sup>	0.262 ± 8	0.457 ± 4	0.459 ± 9	1.1 ± 1.3
H <sup>11</sup>	0.382 ± 12	0.023 ± 5	0.559 ± 12	3.7 ± 2.0
H <sup>12</sup>	0.231 ± 11	0.126 ± 5	0.180 ± 12	3.6 ± 1.9
H <sup>13</sup>	0.016 ± 10	0.113 ± 4	0.126 ± 10	1.8 ± 1.4
H <sup>14</sup>	0.443 ± 7	0.046 ± 3	0.850 ± 7	0.0 ± 1.1

Tab. 4. Abstände und Winkel

Ring A: S<sup>1</sup>—C<sup>9</sup>—C<sup>7</sup>—C<sup>5</sup>—C<sup>8</sup>—S<sup>1</sup>

S <sup>1</sup> —C <sup>9</sup> : 1.79 Å	C <sup>8</sup> —S <sup>1</sup> —C <sup>9</sup> : 96.7°
C <sup>9</sup> —C <sup>7</sup> : 1.54 Å	S <sup>1</sup> —C <sup>9</sup> —C <sup>7</sup> : 106.2°
C <sup>7</sup> —C <sup>5</sup> : 1.55 Å	C <sup>9</sup> —C <sup>7</sup> —C <sup>5</sup> : 109.7°
C <sup>5</sup> —C <sup>8</sup> : 1.53 Å	C <sup>7</sup> —C <sup>5</sup> —C <sup>8</sup> : 106.4°
C <sup>8</sup> —S <sup>1</sup> : 1.78 Å	C <sup>5</sup> —C <sup>8</sup> —S <sup>1</sup> : 103.4°
S <sup>1</sup> —O <sup>1</sup> : 1.42 Å	O <sup>1</sup> —S <sup>1</sup> —O <sup>2</sup> : 116.6°
—O <sup>2</sup> : 1.43 Å	
C <sup>9</sup> —H <sup>12</sup> : 1.08 Å	H <sup>12</sup> —C <sup>9</sup> —H <sup>13</sup> : 118.8°
—H <sup>13</sup> : 0.93 Å	

$C7-H9$ : 0.88 Å	$H9-C7-C5$ : 99.8°
$C5-H6$ : 0.99 Å	$H6-C5-C7$ : 115.5°
$C8-H10$ : 0.96 Å	$H10-C8-H11$ : 116.5°
$-H11$ : 0.94 Å	

Ring B:  $C5-C7-C6-C3-C2-C5$

$C5-C7$ : 1.55 Å	$C2-C5-C7$ : 104.0°
$C7-C6$ : 1.52 Å	$C5-C7-C6$ : 103.8°
$C6-C3$ : 1.54 Å	$C7-C6-C3$ : 103.3°
$C3-C2$ : 1.57 Å	$C6-C3-C2$ : 105.5°
$C2-C5$ : 1.54 Å	$C3-C2-C5$ : 106.2°
$C6-H7$ : 0.98 Å	$H7-C6-H8$ : 103.8°
$-H8$ : 0.99 Å	

Ring C:  $C2-C3-C4-S2-C1-C2$

$C2-C3$ : 1.57 Å	$C1-C2-C3$ : 110.3°
$C3-C4$ : 1.52 Å	$C2-C3-C4$ : 109.1°
$C4-S2$ : 1.78 Å	$C3-C4-S2$ : 104.7°
$S2-C1$ : 1.78 Å	$C4-S2-C1$ : 93.8°
$C1-C2$ : 1.52 Å	$S2-C1-C2$ : 102.4°
$C2-H2$ : 1.04 Å	$H2-C2-C3$ : 101.6°
$C3-H3$ : 0.94 Å	$H3-C3-C2$ : 105.7°
$C4-H4$ : 0.93 Å	$H4-C4-H5$ : 110.9°
$-H5$ : 0.96 Å	
$S2-O3$ : 1.43 Å	$O3-S2-O4$ : 117.6°
$-O4$ : 1.43 Å	
$C1-H1$ : 0.95 Å	$H1-C1-H14$ : 112.4°
$-H14$ : 0.94 Å	

Mittlere Lageunsicherheiten wegen der Koordinatenfehler

für S:  $\pm 0.003$  Å

für O:  $\pm 0.009$  Å

für C:  $\pm 0.01$  Å

für H:  $\pm 0.1$  Å

Daraufhin ergeben sich als Abstandsfehler

(S-O): ● 0.012 Å      (O-S-O):  $\pm 2^\circ$

(S-C):  $\pm 0.013$  Å      (C-S-C):  $\pm 3^\circ$

(C-C):  $\pm 0.02$  Å      (C-C-C):  $\pm 3^\circ$

(C-H):  $\pm 0.11$  Å      (H-C-H):  $\pm 24^\circ$

(H-H):  $\pm 0.2$  Å