

$a = 12,54(1) \text{ \AA}$, $b = 7,253(6) \text{ \AA}$, $c = 5,920(4) \text{ \AA}$, S. G. *Pnma*, $Z = 4$

	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33} β_{13}	β_{12} β_{23}
Mg(1)	0,2661(1)	0,2500	0,9973(2)	1,42(9)	5,3(2)	8,4(5) -0,07(10)	0,0 0,0
Al(1)	0,08557(9)	0,2500	0,4099(1)	1,25(8)	3,7(1)	4,5(4) -0,25(9)	0,0 0,0
Al(2)	0,0000	0,0000	0,0000	1,29(9)	4,4(2)	8,9(5) -0,1(1)	-0,26(9) -0,4(1)
S(1)	0,08558(8)	0,2500	0,7837(1)	1,30(6)	4,9(1)	6,3(4) -0,11(7)	0,0 0,0
S(2)	0,42731(9)	0,2500	0,2674(1)	1,07(6)	5,3(1)	8,6(4) -0,53(8)	0,0 0,0
S(3)	0,15900(6)	0,00734(8)	0,2420(1)	1,45(6)	4,1(1)	8,7(3) 0,05(5)	0,51(4) 0,8(1)

($\beta = \beta \times 10^3$)

Die Erstbestimmung der Struktur wurde von Eisenmann et al. [1] durchgeführt und hierbei ein R -Wert von 0,055 erreicht. Im Vergleich mit den Strukturdaten von Eisenmann et al. [1] sind die nun vorliegenden a - und b -Gitterparameter sowie die Mg(1)- und Al(2)-Schwefelabstände (Oktaeder) signifikant größer, die Al(1)-S-Abstände bis auf Al(1)-S(2) (Tetraeder) gering kürzer. Die c -Gitterkonstanten sind gleich groß.

Die Einkristallzucht von FeAl_2S_4 mittels chemischen Transportes im gleichen Temperaturgradienten wie für MgAl_2S_4 ergab plättchenförmige, stark verbogene Individuen, die für eine Einkristallstrukturbestimmung nicht geeignet waren. Eine erste strukturelle Näherung wurde durch Vergleich theoretischer Pulverdaten ausgehend von verschiedenen AB_2S_4 -Strukturtypen mit experimentellen Pulverdaten (Einkristallpulver) vorgenommen. Hiernach kann beim derzeitigen Stand der Untersuchungen auch für diese Verbindung Olivinstruktur angenommen werden.

Literatur

1. Eisenmann, B., Jakowski, M., Schäfer, H.: Mater. Res. Bull. **19** (1984) 77.

K. Bente und A. Edenharter (Mineralogisch-Kristallographisches Institut der Universität Göttingen) **Röntgenographische Strukturanalyse von MnSb_2S_4 und Strukturverfeinerung von Berthierit, FeSb_2S_4 .**

Einkristalle von MnSb_2S_4 wurden hydrothermal bei 300°C in Quarzglasampullen bei einem Innendruck von 900 bar und äußerem Argondruck hergestellt. Die maximalen Dimensionen der Einkristalle lagen bei

$1 \times 0,5 \times 0,5$ mm. Im Gegensatz zur Mn-Verbindung kann FeSb_2S_4 unter trocken kondensierten Bedingungen dargestellt werden [2]. Einkristalle von Berthierit, FeSb_2S_4 , entstammen der Lagerstätte Herja (Kisbanya), Rumänien. Die Erstbestimmung der Struktur von Berthierit wurde von Buerger und Hahn [1] durchgeführt.

Die röntgenographischen Beugungsdaten beider Substanzen wurden auf einem Stoe-Vierkreisdiffraktometer mittels monochromatisierter $\text{Mo-K}\alpha$ -Strahlung erfaßt. Die Meßroutinen und Datenreduktionen waren wie folgt: $2\theta = 10-90^\circ$, $2\theta/\omega$ -scan = $0,02/0,02^\circ$ -Steps, minimale Steps/Reflex = 65, max. Zeit/Step = 2 s, LP-Korrektur (REDUC2) nach Langhoff, Absorptionskorrektur (XEMP) für genähertes Ellipsoid nach Sheldrick basierend auf einem ψ -scan-Datensatz. Aus anisotroper Verfeinerung mittels XFLS resultiert für MnSb_2S_4 bei 847 symmetrieunabhängigen Reflexen ein R -Wert von 0,043 sowie für FeSb_2S_4 bei 2737 Reflexen ein R -Wert von 0,062. Beim derzeitigen Stand der Strukturanalyse bzw. -verfeinerung ergeben sich für die beiden Verbindungen folgende kristallographische Daten:

FeSb_2S_4 $a = 11,423(5)$ Å, $b = 14,174(3)$ Å, $c = 3,765(4)$ Å, S. G. $Pnam$							
	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}
Fe	0,3171(1)	0,3352(1)	0,25	0,0023(1)	0,00141(5)	0,0231(8)	0,0001(1)
Sb(1)	0,1447(1)	0,0629(1)	0,25	0,0032(1)	0,00178(2)	0,0237(3)	-0,0001(1)
Sb(2)	0,0388(1)	0,3856(1)	0,75	0,0024(1)	0,00167(2)	0,0231(8)	-0,0001(1)
S(1)	0,1955(2)	0,2703(1)	0,75	0,0022(1)	0,00163(8)	0,0187(11)	0,0001(1)
S(2)	0,4216(2)	0,1841(1)	0,25	0,0025(1)	0,00189(9)	0,0162(11)	0,0001(1)
S(3)	0,2235(2)	0,4944(1)	0,25	0,0019(1)	0,00168(8)	0,0214(12)	0,0000(1)
S(4)	0,4503(2)	0,4043(1)	0,75	0,0023(1)	0,00129(7)	0,0215(12)	-0,0001(1)
MnSb_2S_4 $a = 11,459(5)$ Å, $b = 14,351(8)$ Å, $c = 3,823(2)$ Å, S. G. $Pnam$							
	x	y	z	β_{11}	β_{22}	β_{33}	β_{12}
Mn	0,3160(2)	0,3330(1)	0,25	0,0024(1)	0,0014(1)	0,0218(14)	0,0001(1)
Sb(1)	0,1439(1)	0,0590(1)	0,25	0,0031(1)	0,0016(1)	0,0233(1)	0,0001(1)
Sb(2)	0,0411(1)	0,3859(1)	0,75	0,0024(1)	0,0016(1)	0,0180(5)	0,00002(4)
S(1)	0,1900(3)	0,2666(3)	0,75	0,0021(2)	0,0015(1)	0,0247(22)	0,0002(1)
S(2)	0,4217(3)	0,1777(3)	0,25	0,0022(2)	0,0018(1)	0,0169(20)	0,0002(1)
S(3)	0,2227(3)	0,4945(3)	0,25	0,0021(2)	0,0013(1)	0,0163(20)	0,0001(1)
S(4)	0,4548(3)	0,4048(3)	0,75	0,0015(2)	0,0013(1)	0,0173(19)	0,0001(1)

MnSb_2S_4 ist eine neue Verbindung mit Berthieritstruktur. Die Zunahme der Gitterkonstanten von der Fe- zur Mn-Verbindung entspricht der Zunahme der Ionenradien von Fe^{2+} nach Mn^{2+} . Damit verbunden ist eine Vergrößerung und Idealisierung des entsprechenden Oktaeders. Die Sb-S-Abstände ändern sich vergleichsweise wenig, jedoch für den größeren

Sb(1)–S-Polyeder stärker als für den Sb(2)–S-Polyeder. Isotype Verbindungen mit einem Ersatz von Fe bzw. Mn durch Ni und Co werden derzeit untersucht.

Literatur

1. Buerger, M. J., Hahn, Th.: *Am. Mineral.* **40** (1955) 226.
2. Chang, L., Li, X., Zheng, L.: *Can. Mineral.* **25** (1987) 667.

Christian Betzel (European Molecular Biology Laboratory, Hamburg Outstation, c/o DESY, Hamburg). **Synchrotron radiation and protein crystallography at the EMBL Outstation Hamburg.**

Synchrotron radiation (SR) has been widely used by protein crystallographers in recent years. The availability, performance and number of beam lines has steadily increased throughout the world, with more than ten lines dedicated to the subject on a more or less regular basis.

EMBL has five SR beam lines in Hamburg: two for protein crystallography, two for small angle scattering and one for EXAFS. The lines are situated on the DORIS storage ring at the DESY site.

The two EMBL beam lines for protein crystallography are called for historical reasons X11 and X31. Line X11 is situated in the EMBL building and takes X-rays from the circulating positrons. It is thus only available during parasitic user time. X11 is the high intensity line for protein crystallography.

The X11 line consists of a bent Fankuchen triangular Ge(111) crystal, segmented flat quartz mirrors, slits, and a moveable bench with a mount for either rotation camera or a 2-D detector. All movable elements are remotely controlled from a computer. The distance from the source to the central mirror is 22.5 m and from central mirror to focus 4 m, so that the demagnification is roughly 5:1. The monochromator is bent to achieve focussing in the horizontal plane. The available wavelength is 0.7–2.3 Å. Changing the wavelength requires changing the take-off angle by rotating the whole bench with collimators and detectors. Vertical focussing is carried out by bending the bench on which the mirror segments have been pre-aligned.

The dimensions of the focussed beam are about 1.2×0.7 mm. A modified Arndt-Wonacott rotation camera and an Image Plate Detector is used for film data collection. The whole crystallographic set-up on the bench can be optimally oriented into the beam by a fully automatic procedure taking 1–2 min.