

KRZEM JAKO WZORZEC W BADANIACH WSPÓŁCZESNYCH MATERIAŁÓW

J. Kucytowski^{1*} i **K. Wokulska**¹

¹ Instytut Nauki o Materiałach, Zakład Krystalografii, Uniwersytet Śląski,
40 – 007 Katowice, ul. Bankowa 12

Słowa kluczowe: kryształy krzemu, parametr sieciowy, metoda Bonda.

**) kucyto0@konto.pl*

Streszczenie: W pracy przedstawiono możliwości zastosowania krzemu jako materiału wzorcowego do wyznaczania parametrów sieciowych. Przeanalizowano wartości parametrów sieciowych zarówno polikrystalicznego jak i monokrystalicznego krzemu. Uzyskane w Instytucie Nauki o Materiałach wartości parametrów sieciowych monokryształu krzemu przy pomocy metody Bonda porównano z danymi literaturowymi.

Abstract: In this work, possibilities of application of silicon as a standard reference material to the lattice parameter determination are shown. The values of the lattice parameters of polycrystalline silicon and silicon single crystals are analyzed. The values of lattice parameters of silicon single crystals obtained in the Institute of Materials Science, Silesian University, by the Bond method are compared with the literature data.

1. Wstęp

W badaniach materiałowych oczekuje się obecnie nie tylko dużej precyzji pomiarów, ale i ich udokładnienia. Szczególnie wyraźnie widać to w badaniach strukturalnych, gdzie wykorzystuje się coraz doskonalsze techniki pomiarowe, komputerową rejestrację wyników i numeryczną analizę danych. Dzięki temu stało się możliwe uzyskanie wartości parametrów sieciowych z wysoką dokładnością. W pomiarach parametrów sieciowych precyzja wyznaczenia odległości międzypłaszczyznowych ograniczona jest precyzją profilu linii dyfrakcyjnej i jej intensywnością, a także kątem ugięcia θ . Profil linii dyfrakcyjnej i jej intensywność w dużym stopniu zależy od geometrii wiązki kolimatora, rozbieżności wiązki rentgenowskiej jak również funkcji odbicia kryształu. Ważnym również czynnikiem jest sama aparatura badawcza (tj. kolimacja wiązki rentgenowskiej).

Ponieważ zgodnie z równaniem Bragga wyznaczenie odległości międzypłaszczyznowej, która posłuży do wyznaczenia parametrów komórki elementarnej kryształu jest powiązana nie tylko z długością fali promieniowania rentgenowskiego, ale również z określeniem kąta θ metody stosowane w pomiarach parametrów sieciowych monokryształów różnią się znacząco dokładnością ich wyznaczenia. W tradycyjnych metodach pomiaru parametrów sieciowych w których wykorzystuje się kliszę fotograficzną (np. metoda obracanego monokryształu) dokładność wyznaczenia odległości międzypłaszczyznowej jest w granicach $\Delta d/d = 1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-4}$. Przy wykorzystaniu specjalnych metod badania monokryształów, między innymi stosując np. goniometr trójkołowy dokładność ta wzrasta do $\Delta d/d = 1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-5}$.

W celu zwiększenia dokładności i precyzji wyznaczenia odległości międzypłaszczyznowych stosowane są metody, w których wykorzystuje się dyfraktometrię wielokrystaliczną. Metody te polegają głównie na wyeliminowaniu wpływu asymetrii linii rentgenowskiej. Do metod tych zalicza się między innymi metody dyfraktometrii dwukrystalicznej, wielowiązkowej dyfraktometrii i topografii dwukrystalicznej. Metody te pozwalają uzyskać wysoką precyzję pomiaru w granicach $\Delta d/d = 10^{-7}$, a maksymalnie $\Delta d/d = 10^{-9}$ w metodach opartych o interferometrię rentgenowską. Podobnie dużą precyzją pomiarów charakteryzują się metody porównawcze stosujące komparatory wielowiązkowe, które są układami wielokrystalicznymi. Ich zasada pomiaru opiera się na wykorzystaniu dwóch oddzielnych wiązek rentgenowskich, które wychodzą z dwóch lub jednego źródła. Układ dwukrystaliczny pozwala na pomiar bezdyspersyjny, a dyfrakcja promieni rentgenowskich zachodzi w transmisji (przypadek Lauego). Metody oparte na komparatorach wielowiązkowych wykorzystuje się głównie do określania wzorców odległości międzypłaszczyznowych, jak również kontroli stechiometrii monokryształów półprzewodników o wysokim stopniu czystości i doskonałości strukturalnej. Szczegółowe omówienie wyżej wymienionych metod zostało przedstawione w [1].

Drugą grupę metod wyznaczania odległości międzypłaszczyznowych stanowią tzw. metody bezwzględne. W metodach tych znane są długości linii emisyjnej promieniowania rentgenowskiego, natomiast brana pod uwagę dokładność musi być co najmniej taka jak samego pomiaru. Ma to szczególne znaczenie dla zaawansowanych technologii z wykorzystaniem materiałów półprzewodnikowych. Zarówno precyzyjne

jak i dokładne wyznaczenie parametrów sieciowych pozwala na określenie jednorodności materiałów, naprężeń powstających w trakcie wzrostu, wpływu domieszek [2] i zmian pod wpływem napromieniowania.

2. Wzorce parametrów sieciowych polikrystalicznego krzemu

Zastosowanie polikrystalicznych dyfraktometrów do wyznaczania struktury krystalicznej wymaga znajomości parametrów komórki elementarnej z jak najwyższą precyzją a kryształ wzorcowy konieczny jest do kalibracji dyfraktometru. Doskonały wzorec ważny jest dla porównań danych pomiarowych w laboratorium. Zastosowanie wzorców wewnętrznych dla dyfraktometrii polikrystalicznej, choć znane od lat, pozwala na uzyskanie zgodnych danych dla różnych próbek i w różnych laboratoriach tylko wówczas, gdy użyty zostanie ten sam wzorec. Zatem pomiary względne można prowadzić z dużo większą precyzją niż absolutne. W tym celu w NIST (National Institute of Standards and Technology), dawniej NBS (National Bureau of Standards) od wielu lat przygotowuje się certyfikaty wzorcowe parametrów sieciowych m.in. krzemu. Są to tzw. SRMy – Standard Reference Materials[®]. Dla SRM 640, SRM 640a i 640b przeprowadzono procedury pomiarowe w latach 1975 – 1987 [1-3]. Zestawienie wyników przedstawiono w Tabeli 1.

Tabela 1. Parametry sieciowe wzorców polikrystalicznego krzemu; długość promieniowania λ $\text{CuK}\alpha_1 = 0.15405981 \text{ nm}$ [6].

Materiał	Parametr sieciowy [nm]	Wzorec wewnętrzny	Literatura
SRM 640	$0,543\ 088\ 0 \pm 35 \cdot 10^{-8}$	Wolfram	[3]
SRM 640a	$0,543\ 082\ 5 \pm 36 \cdot 10^{-8}$	Wolfram, srebro	[4]
SRM 640b	$0,543\ 094\ 0 \pm 35 \cdot 10^{-8}$	Wolfram, srebro	[5]
SRM 640c	$0,543\ 1194\ 6 \pm 92 \cdot 10^{-9}$	-	[7]

Wyniki pomiarów parametrów sieciowych otrzymano w oparciu o wzorce wewnętrzne srebra i wolframu przy użyciu promieniowania $\text{CuK}\alpha_1$, ale także $\text{CoK}\alpha_1$ i $\text{NiK}\alpha_1$. Jednak już same wzorce były mało dokładne, bowiem zostały scharakteryzowane klasycznymi metodami fotograficznymi, a długość promieniowania rentgenowskiego nie była podana w jednostkach metrycznych. Wyniki pomiarów parametrów sieciowych były później skalowane [8] do dokładniejszej wartości długości promieniowania wyznaczonej przez Deslattes'a i Henins'a $\lambda = 1,5405981(15) \text{ \AA}$ [6], wyłącznie dla $\text{CuK}\alpha_1$. Stąd wynika duża rozbieżność danych literaturowych dotyczących wartości parametrów sieciowych krzemu.

W ostatnich latach pojawiły się nowe techniki badawcze umożliwiające wyznaczenie parametrów sieciowych materiałów polikrystalicznych ze znacznie większą dokładnością oraz lepszą techniką otrzymania wzorcowych próbek. W 2000 r. J.P. Cline i in. [7]

sporządzili wzorec do kalibrowania pozycji linii dyfrakcyjnej i jej kształtu. Nowy wzorec polikrystalicznego krzemu SRM 640c stosowany jest do dnia dzisiejszego. Jednostkowy wzorec zawiera $\sim 7.5 \text{ g}$ proszku krzemu zamkniętego w ampule wypełnionej argonem. Proszek spreparowany był z bryłki monokrystalicznego, ultra czystego, samoistnego krzemu przez zmielenie go do rozmiaru ziarna $4.5 \text{ }\mu\text{m}$. Otrzymany proszek był wygrzewany w atmosferze argonu, w 1000°C przez 2 godziny a następnie hermetycznie zamknięty w ampule z argonem. Szczegółowe omówienie przeprowadzonych pomiarów przedstawiono w pracy [7]. Wartość parametru sieciowego tego wzorca wynosi $a = 0,54311946 \pm 9,2 \cdot 10^{-7} \text{ nm}$. Ponieważ pomiary prowadzone były w zmiennej temperaturze wartość parametru sieciowego została skorygowana do temperatury 22.5°C z zastosowaniem do korekty temperatury współczynnika rozszerzalności termicznej $\alpha = 2,581 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [9]. Wykorzystano też nową wartość długości promieniowania rentgenowskiego $\text{Cu K}\alpha_1$, $\lambda = 0,15405929 \pm 5 \cdot 10^{-7} \text{ nm}$, wyznaczoną przez Hölzera i in. [10].

3. Wzorcowe parametry sieciowe monokrystalów krzemu

Długość stosowanego promieniowania stała się wartością krytyczną dla otrzymania odpowiednich wzorców parametrów sieciowych krzemu. W Tabeli 2 zestawiono chronologicznie stosowane wartości długości λ dla promieniowania $\text{CuK}\alpha_1$. Obecnie znane są absolutne długości promieniowania $\text{K}\alpha_{1,2}$ oraz $\text{K}\beta$ dla: Cu, Cr, Co, Mn, Fe, i Ni w skali metrycznej z dokładnością $10^{-7} - 10^{-9} \text{ nm}$, ta ostatnia wartość dla promieniowania Cu [10].

Otrzymane wyniki są rezultatem pomiarów parametrów sieciowych niemal idealnych, bezdefektowych monokrystalów krzemu w wyniku kompleksowej rentgenowskiej i optycznej (laserowej) interferometrii, które prowadzone były w systemie metrycznym [6]. Pomiary przeprowadzono na monokrystalu WASO 9. Monokrystal ten otrzymano metodą wielokrotnego topienia strefowego w Wacker Chemitronic w Burghausen i stanowił on część dużej partii materiału monokrystalicznego.

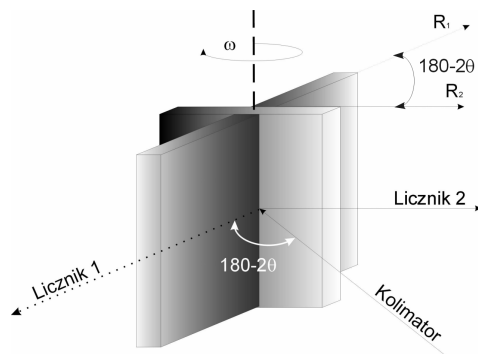
Tabela 2. Chronologiczne zestawienie długości stosowanego promieniowania $\text{CuK}\alpha_1$.

Autor	$\lambda, \text{CuK}\alpha_1$	Literatura
Tablice Krystalograficzne	0,154 05	[11]
J.A. Bearden – 1967 rok	0,154 056 2	[12]
R. Deslattes i in. – 1973 rok	0,154 059 81	[6]
J. Härtwig i in. – 1991 rok	0,154 059 292	[13]
G. Hölzer i in. – 1997 rok	0,154 059 29(5)	[10]

Monokrystal ten o niskiej zawartości tlenu i węgla ($N_C = 9 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, $N_O = 2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$), kalibrowany był względem wcześniej badanego wzorca [14] za pomocą dwukrystalicznego, transmisyjnego komparatora, a jego

jednorodność była sprawdzana przy pomocy dwukrystalicznej topografii rentgenowskiej ($\Delta d/d=2 \cdot 10^{-8}$, gdzie d – oznacza odległość międzypłaszczyznową) [15]. Parametr sieciowy monokryształu WASO 9 został określony w jednostkach metrycznych i wynosił w próżni, w temperaturze 22,5°C, $a = 0,543101988 \pm 3,4 \cdot 10^{-8}$ nm [15], a w odniesieniu do normalnego ciśnienia atmosferycznego i temperatury 20°C, $a = 0,543098367 \pm 3,4 \cdot 10^{-8}$ nm. Po uwzględnieniu śladowych ilości zanieczyszczeń, które są nie do uniknięcia w trakcie monokryształizacji, wyznaczone zostały parametry sieciowe "idealnie czystego" monokryształu krzemu Si^p jako wartość wzorcowa $a = 0,543098396 \pm 3,4 \cdot 10^{-8}$ nm [16]. Inną metodą stosowaną do pomiaru parametrów sieciowych niemal doskonałych kryształów jest metoda Bonda [17-18]. Wyniki otrzymane tą metodą z udziałem wzorcowej długości fali w układzie metrycznym mogą być uważane za bezwzględne [13]. Pomiar metodą Bonda opiera się na wyeliminowaniu błędów niecentryczności i ustawienia zera goniometru poprzez wykorzystanie nieruchomego w czasie pomiaru licznika, będącego jedynie monitorem położenia kryształu. Rejestracja krokowa profilu dyfrakcyjnego dla wybranego układu płaszczyzn (hkl) odbywa się dwukrotnie poprzez obrót kryształu wokół osi ω w dwóch symetrycznych położeniach R_1 i R_2 (Rys. 1). Oba położenia kryształu różnią się o kąt $\alpha = (180^\circ - 2\theta)$. Wartość kąta θ_B wynosi:

$$\theta = 90^\circ - \frac{(R_1 - R_2)}{2}$$



Rysunek 1. Geometria pomiaru kąta Bragga w metodzie Bonda.

Metoda Bonda zasadniczo pozwala na wyznaczenie odległości międzypłaszczyznowej w jednym punkcie kryształu i w trakcie jednego cyklu pomiarowego. Skanuje się wyłącznie maksimum profilu. Ponieważ wiązka promieniowania padająca na kryształ nie jest ściśle monochromatyczna ani zupełnie równoległa, prowadzi to do przemieszczenia się położenia maksimum skanowanego profilu linii o $\Delta\theta$. Przesunięcie refleksu jest całkowitym błędem systematycznym, który musi być uwzględniony, aby wyznaczona wartość parametru sieciowego a była wartością rzeczywistą [17]:

$$\Delta\theta = \Delta\theta_{ref} + \Delta\theta_{HD} + \Delta\theta_{VD} + \Delta\theta_S + \Delta\theta_{AC} + \Delta\theta_A + \Delta\theta_B + \dots$$

gdzie: kolejne człony oznaczają wpływ: $\Delta\theta_{ref}$ - załamania, $\Delta\theta_{HD}$ - rozbieżności poziomej (w płaszczyźnie obrotu), $\Delta\theta_{VD}$ - rozbieżności pionowej (osiowej), $\Delta\theta_S$ - członu wolno zmieniającego się z θ i z λ (dyspersja, całkowite odbicie), $\Delta\theta_{AC}$ - absorpcji w kryształach, $\Delta\theta_A$ - absorpcji w materiale ogniska, okienkach i powietrzu, $\Delta\theta_B$ - absorpcji w ognisku lampy. Zestawienie wzorcowych wartości parametrów sieciowych monokryształów Si przedstawiono w Tabeli 3.

Tabela 3. Wartości parametrów sieciowych monokryształów krzemu przeliczone dla długości fali $\text{CuK}\alpha_1$ według Hölzera $\lambda=0,15405929 \pm 5 \cdot 10^{-7}$ nm [10].

Metoda pomiarowa	Parametr sieciowy [nm]	Literatura
Bond	0,543 098 32	[19]
Interferometryczna	0,543 099 65	[6]
Bond	0,543 098 99	[20]
Bond	0,543 098 89	[21]
Bond	0,543 097 49	[22]
Bond	0,543 098 39	[16]

Monokryształy krzemu posiadają wartości parametrów sieciowych bardziej wiarygodne i mogą być wykorzystywane jako kryształy wzorcowe w wielu innych technikach. W naszym laboratorium począwszy od 1986 roku kryształ wzorcowy, nazwany Si_{KAT}, mierzony był wielokrotnie na dyfraktometrze Bonda. Monokryształ ten został otrzymany metodą Czochralskiego w ITME w Warszawie. Wyznaczone wartości parametrów sieciowych tego monokryształu przedstawione są w Tabeli 4. Wartości te są korygowane do temperatury 20°C zgodnie z [21].

Tabela 4. Parametry sieciowe wzorca Si_{KAT}. Długość fali $\text{CuK}\alpha_1$ wg. Hölzera $\lambda=0,15405929 \pm 5 \cdot 10^{-7}$ nm [10], refleks 444.

Pomiar	Parametr sieciowy wzorca Si _{KAT} [nm]
1986 rok – Katowice	$0,543\ 098\ 9 \pm 7 \cdot 10^{-7}$
1987 rok – Katowice	$0,543\ 099 \pm 7 \cdot 10^{-6}$
1990 rok – Katowice	$0,543\ 099\ 6 \pm 5 \cdot 10^{-7}$
1995 rok – Katowice	$0,543\ 099\ 1 \pm 3 \cdot 10^{-7}$
2003 rok – Katowice	$0,543\ 099 \pm 1 \cdot 10^{-6}$
2007 rok – Katowice	$0,543\ 099 \pm 2 \cdot 10^{-6}$

4. Podsumowanie

Przedstawiony w pracy przegląd literaturowy wykazał możliwość zastosowania krzemu, zarówno w polikrystalicznej jak i monokrystalicznej postaci, jako materiału wzorcowego umożliwiającego wyznaczenie parametrów sieciowych z wysoką precyzją. Pomimo zastosowania wyrafinowanych technik pomiarowych i obliczeniowych występuje ewidentna, przy tej skali

dokładności, różnica $\Delta a = 2,10 \cdot 10^{-4}$ nm pomiędzy wartościami parametrów sieciowych wzorca polikrystalicznego, a monokrystalicznego. Różnica ta może mieć związek z obecnością zanieczyszczeń w badanych kryształach. W przypadku pomiarów parametrów sieciowych monokryształów stosowane wzorce posiadają jedynie niewielkie ilości atomów zanieczyszczeń. Są nimi przede wszystkim tlen i węgiel. Dla najlepszych monokryształów, takich jak WASO 9 koncentracja zanieczyszczeń jest rzędu $N_C = 9 \cdot 10^{15}$ cm⁻³ atomów węgla i $N_O = 2 \cdot 10^{15}$ cm⁻³ atomów tlenu. Daje to względną zmianę parametrów sieciowych $\Delta a = 7 \cdot 10^{-8}$ nm. Monokryształy otrzymywane metodą Czochralskiego są znacznie bardziej zanieczyszczone i mogą one zawierać $2 \cdot 10^{17} - 1,5 \cdot 10^{18}$ cm⁻³ atomów tlenu, powodując w efekcie zmiany parametrów sieciowych o $\Delta a = 4,8 \cdot 10^{-7} - 3,6 \cdot 10^{-6}$ nm. Różnica w parametrach sieciowych polikryształów i monokryształów może wynikać również z samej specyfiki pomiaru. W metodach polikrystalicznych wartość parametru sieciowego jest wartością uśrednioną z większej ilości kryształitów, które mogą pomiędzy sobą się różnić, pod względem zawartości zanieczyszczeń. Dlatego też monokryształy krzemu znalazły liczne zastosowanie, przede wszystkim do wyznaczania wielu stałych fizycznych: wyznaczono dzięki nim nową wartość stałej Avogadro $N_A = 6,022\,135\,3(20) \cdot 10^{23}$ mol⁻¹ [24], wprowadzono nowy wzorec masy (kg), jak również udokładniono wartość stałej Plancka $h = 6,626\,075\,5(40) \cdot 10^{-34}$ Js [25]. Należy również zwrócić uwagę na zastosowanie wzorcowych, bezdefektowych monokryształów krzemu w badaniach synchrotronowych, a szczególnie w monochromatyzacji promieniowania synchrotronowego. Dzięki użyciu odpowiednio dobranych monochromatorów krzemowych typu Bartelsa Si (111) dwu – lub czteroodbiciowych możliwe jest uzyskanie ściśle monochromatycznej wiązki promieniowania synchrotronowego. Pozwoli to na bardziej subtelną charakteryzację stechiometrii badanych materiałów i wpływu defektów na ich właściwości.

Literatura:

- [1] E. Gałdecka, "X-ray diffraction methods: single crystals", *International Tables for Crystallography, T. C*, rozdz. 5.3, (2006) 505-536.
- [2] J. Kucytowski, K. Wokulska, "Lattice parameter measurements of boron doped Si single crystals", *Cryst. Res. Technol.* **40** (2005) 424-428.
- [3] C.R. Hubbard, H.E. Swanson, F.A. Mauer, "A silicon powder diffraction standard reference material", *J. Appl. Crystallogr.* **8** (1975) 45-48.
- [4] C.R. Hubbard, "Certification of Si powder diffraction standard reference material 640a", *J. Appl. Crystallogr.* **16** (1983) 285-288.
- [5] L. Kieffer, R. McKenzie, C.R. Hubbard, C. Robbins, N. Wong, *National Bureau of Standards Certificate: SRM 640b*, National Bureau of Standards, Gaithersburg, MD 20899, USA (1987) 1-4.
- [6] R. Deslattes, A. Henins, "X-ray to visible wavelength ratios", *Phys. Rev. Lett.*, **31** (1973) 972-975.
- [7] J.P. Cline, R.D. Deslattes, J-L. Staudenmann, E.G. Kessler, L.T. Hudson, A. Henins, R.W. Cheary, *NIST Certificate: SRM 640c*, NIST, Gaithersburg, MD 20899, USA (2000) 1-4.
- [8] D.Y. Short, "On a small error in SRM640, SRM640a and SRM640b lattice parameters", *J. Appl. Crystallogr.* **26** (1993) 272-276.
- [9] A. Bergamin, G. Cavagnero, G. Mana, G. Zosi, "Lattice parameter and thermal expansion of monocrystalline silicon", *J. Appl. Phys.* **82** (1997) 5396-5400.
- [10] G. Hölzer, M. Fritsch, M. Deutsch, J. Härtwig, E. Förster, " $K\alpha_{1,2}$ and $K\beta_{1,3}$ x-ray emission lines of the 3d transition metals", *Phys. Rev. A* **56** (1997) 4554-4568.
- [11] *International Tables for Crystallography, T.3* (Kynoch Press, Birmingham 1962).
- [12] J.A. Bearden, "X-Ray Wavelengths", *Rev. Mod. Phys.* **39** (1967) 78-124.
- [13] J. Härtwig, S. Großwig, P. Becker, D. Windisch, "Remeasurement of the $CuK\alpha_1$ emission X-ray wavelength in the metrical system (present stage)", *phys. stat. sol. (a)* **125** (1991) 79-89.
- [14] P. Becker, K. Dorenwendt, G. Ebeling, R. Lauer, W. Lucas, R. Probst, H.J. Rademacher, G. Reim, P. Seyfried, H. Siegert, "Absolute measurement of the (220) lattice plane spacing in a silicon crystal", *Phys. Rev. Lett.* **46** (1981) 1540-1543.
- [15] D. Windisch, P. Becker, "Silicon Lattice Parameters as an Absolute scale of length for high precision measurements of fundamental constants", *phys. stat. sol. (a)* **118** (1990) 379-387.
- [16] J. Härtwig, J. Bąk-Misiuk, H. Berger, H.-G. Brühl, Y. Okada, S. Großwig, K. Wokulska, J. Wolf, "Comparison of lattice parameters obtained from an internal silicon monocrystal standard", *phys. stat. sol. (a)* **142** (1994) 19-26.
- [17] K. Wokulska, Precyzyjny pomiar parametrów sieciowych i jego zastosowanie do badania struktury kryształów roztworów stałych, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice 1997.
- [18] W.L. Bond, "Precision lattice constant determination", *Acta Crystallogr.* **13** (1960) 814-818.
- [19] R.L. Barns, "A survey of precision lattice parameter measurements as a tool for the characterization of single-crystal materials", *Mat. Res. Bull.* **2** (1967) 273-282.
- [20] C.R. Hubbard, F.A. Mauer, "Precision and Accuracy of the Bond Method as Applied to Small Spherical Crystals", *J. Appl. Crystallogr.* **9** (1976) 1-8.
- [21] K. Łukaszewicz, D. Kucharczyk, M. Malinowski, A. Pietraszko, "New model of the Bond diffractometer for precise determination of lattice parameters and thermal expansion of single crystals", *Kristall Techn.* **13** (1978) 561-567.
- [22] Y. Okada, "A high-temperature attachment for precise measurement of lattice parameters by Bond's method between room temperature and 1500 K", *J. Phys. E: Sci. Instrum.* **15** (1982) 1060-1063.
- [23] Y. Okada, Y. Tokumaru, "Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 K", *J. Appl. Phys.* **56** (1984) 314-320.
- [24] P. Becker, H. Bettin, H-U. Danzebrink, M. Gläser, U. Kuetgens, A. Nicolaus, D. Schiel, P. Bièvre, S. Valkiers, P. Taylor, "Determination of the Avogadro constant via the silicon route", *Metrologia*, **40** (2003) 271-287.
- [25] E.R. Cohen, B.N. Taylor, "The 1986 CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants", *J. Res. Natl. Bureau Stand.* **92** (1987) 1-14.