[Article]

doi: 10.3866/PKU.WHXB201611082

www.whxb.pku.edu.cn

EXELFS 对二氧化铀晶格结构的分析

蒋奥克¹ 赵雅文² 龙 重² 张 雷² 胡 殷¹ 曾荣光²
张延志¹ 肖 红² 朱康伟^{1,*} 刘柯钊^{2,*}⁽¹⁾表面物理与化学重点实验室, 四川 绵阳 621900; ⁽²⁾中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900

摘要: 本文展示了广延能量损失精细结构(EXELFS)分析用于 UO_2 的微区研究。首先, 利用 IFEFFIT 软件从 UO_2 中氧元素的电子能量损失谱(EELS)提取 EXELFS, 并进行傅里叶转换得到实空间实验谱, 再将实空间实验谱进行傅里叶逆变换得到倒空间实验谱。接下来, 将得到的两张实验谱用 IFEFFIT 软件进行拟合, 最终得到 UO_2 中氧原子周围的局域结构信息。与 X 射线衍射(XRD)实验数据进行比对后得知, EXELFS 分析得到的 UO_2 晶格常数较其略小 1.4%。结果表明运用 EXELFS 分析可以实现 UO_2 中晶格结构的精细分析。

关键词: 锕系元素; 铀氧化物; 电子能量损失谱; 广延能量损失精细结构; 径向结构函数
中图分类号: O641; O766

EXELFS Analysis of Lattice Structure of Uranium Dioxide

JIANG Ao-Ke¹ ZHAO Ya-Wen² LONG Zhong² ZHANG Lei² HU Yin¹
ZENG Rong-Guang² ZHANG Yan-Zhi¹ XIAO Hong² ZHU Kang-Wei^{1,*} LIU Ke-Zhao^{2,*}⁽¹⁾Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Mianyang 621900, Sichuan Province, P. R. China;⁽²⁾China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, Sichuan Province, P. R. China)

Abstract: The present work demonstrates that extended energy loss fine structure (EXELFS) analysis can be used to investigate the microstructure of Uranium dioxide. First, EXELFS was extracted by IFEFFIT package from oxygen-K edge in electron energy-loss spectrometry (EELS) spectrum of UO_2 . Next, the EXELFS was Fourier transformed to obtain the experimental real-space spectrum, which was then back-Fourier transformed to obtain the experimental reciprocal-space spectrum. In the next step, the two experimental spectra were fitted with the IFEFFIT package to obtain information about the local structure of the oxygen atoms. Finally, the lattice constant of UO_2 determined by EXELFS analysis was found to be merely 1.4% lower than that experimentally obtained by X-ray diffraction (XRD). This result confirms that EXELFS analysis is a feasible method of investigating UO_2 microstructural information.

Key Words: Actinide element; Uranium oxide; Electron energy-loss spectrometry; Extended energy loss fine structure; Radial structural function

1 引 言

UO_2 是一种重要核反应堆燃料并已应用于各种堆型中, 具有良好的堆内行为, 并且在贮存和处理过程中性质稳定¹。长期以来在核燃料的研究中引起了广泛的关注, 其晶体结构通常可以由 X 射

线衍射(XRD)和中子衍射等方法得到²⁻⁴。然而其纳米尺度的显微分析却只能依赖于透射电镜, 在透射电镜研究中, 虽然高角环形暗场像(HAADF)能够拍摄到 UO_2 的 U 原子像, 但因为 HAADF 像信号强度正比于 $Z^{1.7}$ (Z 为原子序数)⁵⁻⁹, 这使得 U 和 O 信

Received: September 5, 2016; Revised: November 8, 2016; Published online: November 8, 2016.

*Corresponding authors. LIU Ke-Zhao, Email: liukz@hotmail.com. ZHU Kang-Wei, Email: zhukw07@qq.com.

The project was supported by the National Natural Science Foundation of China (11404295, 11404296, 11305148).

国家自然科学基金(11404295, 11404296, 11305148)资助项目

© Editorial office of Acta Physico-Chimica Sinica

号的衬度相差太大, 因此, 不易在 HAADF 像中观察到 O 原子在晶格中的占位情况。

广延能量损失精细结构(EXELFS)起始于电子能量损失谱(EELS)中电离边后数十电子伏特处, 它能提供与广延 X 射线吸收精细结构(EXAFS)相同的信息——特定原子的局域结构。两者的数据处理方法相似, 均可得到晶态、非晶态材料, 甚至溶液中特定原子的径向结构信息(RSF)^[10-16]。然而相比之下, EXELFS 在研究中使用的频率较 EXAFS 低很多, 这是因为 EELS 本身存在背底过高的缺点, 并且谱强度随着损失能量增加而呈幂级函数下降, 通常只取到 2000 eV 以前的信号, 信号质量明显不如同步辐射得到的 X 射线吸收光谱(XAS)。但是, EXELFS 相较 EXAFS 的优点在于, 可以结合透射电镜其它的分析手段, 有较高的空间分辨率。另外, 透射电镜样品所需物质的量远少于同步辐射样品, 且透射电镜资源比同步辐射光源更为丰富。目前, 已有一些研究利用 EXELFS 分析来获取石墨、BN、SiC、Al₂O₃、MgO、TiAl 等材料中特定原子的局域结构信息^[17-21]。而 EXELFS 分析方法在锕系元素材料中的应用, 在其它文献中鲜有提及。本文尝试利用 EXELFS 分析获取 O 原子局域结构信息, 探究 UO₂ 中氧原子的晶格占位情况。

2 实验部分

2.1 UO₂ 粉末样品的制备

将金属铀放置在约 50000 Pa 的 H₂ 环境中充分反应约 20 min, 尔后将 H₂ 抽出, 将反应产物放置足够长的时间, 利用环境气氛中残余的 O₂ 使铀的氢化物充分氧化, 将最终产物粉末收集并进行分析。

2.2 产物的分析标定

俄歇电子能谱(AES)分析: 将产物粉末压片后, 用导电胶粘在样品台上送入 AES 设备腔室进行分析。AES 设备型号为 PHI650SAM。

X 射线衍射(XRD)分析: 将产物粉末压片后, XRD 分析在 X'Pert PRO 设备上。扫描速率为 10 (°)·min⁻¹, 扫描范围为 20°–90°。

透射电子显微(TEM)分析: 将产物粉末在玛瑙研钵稍微研磨后用酒精分散, 用滴管将其转移到铜网上, 待样品干燥后移入 TEM 室内进行观察。TEM 的分析是由在高分辨透射电镜下获得的, 包含高分辨透射电镜(HRTEM)像和 HAADF 像。

2.3 样品 EELS 的获取

EELS 采集在透射电镜工作电压为 300 kV 的 STEM 模式下进行, 采集范围为 300–800 eV, EELS 的能量分辨率为 1.6 eV。

3 结果与讨论

3.1 粉末样品的分析

AES 和 XRD 表征如图 1 所示。图 1(a) 为 0–600 eV 范围的 AES 微分谱, 从中可以看到 U(OPV) 和 O(KLL) 信号, U(OPV) 位于 73.4 eV, O(KLL) 位于 509.8 eV 处, 两者都对应着 UO_{2+x} 的信号^[22,23], 从其信号峰的强度分析可以得到 O 和 U 两者的化学计量比接近 2 : 1 (为方便描述, 下文将 UO_{2+x} 称作 UO₂)。

图 1(b) 为粉末样品的 XRD 图谱, 将样品的 XRD 谱与 UO₂ 标准 XRD 衍射卡片(78-0725)比对, 两者的衍射峰位置一致。由此可以确定制得的粉末样品是为 CaF₂ 结构的 UO₂。并且, 由 XRD 数据得到 UO₂ 样品晶格常数为 0.5451 nm。

粉末样品的透射电镜照片如图 2 所示, 包括

图1 UO_{2+x} 粉末样品的 AES 微分谱和 XRD 谱

Fig.1 Auger electron spectrum (AES) and X-ray diffraction (XRD) spectrum for UO_{2+x} powder sample

(a) AES indicates U : O atomic ratio 1 : 2; meanwhile,
(b) XRD spectrum reveals its face centered cubic (fcc) structure.

图2 UO₂样品的TEM图像Fig.2 Transmission electronic microscopy (TEM) images of UO₂ sample

(a) A high-resolution transmission electronic microscopy (HRTEM) image and (b) a high-angle annular dark-field (HAADF) image of UO₂ sample obtained under 300 kV. inset: the HAADF image's fast Fourier transformation (FFT)

HRTEM 图像(图 2(a))和 HAADF 图像(图 2(b)), 插图为 HAADF 像快速傅里叶变换(FFT)后的照片。根据图 2(a), 粉末的晶粒尺寸约在 5 到 10 nm 之间。在图 2(b)中, 根据其 FFT 照片, 样品为面心立方(fcc)结构, HAADF 图像中的红色线段长 5.53 nm, 跨越 10 个 {100} 晶面间距, 因此, 由 HAADF 像得到的晶格常数为 0.553 nm, 与文献报道²中 UO₂ 的晶格常数 0.546 nm 接近。

综上所述, 通过将金属铀氢化反应后长时间氧化得到的样品为 UO₂ 粉末。在此基础上, 用 EXELFS 对 UO₂ 中氧原子局域结构信息进行分析。

3.2 EXELFS 分析

图 3 为 UO₂ 样品氧元素 EELS 图, O-K 边位于 532 eV 附近, 其 EXELFS 可以认为从边后约几十电子伏特一直延伸到约 745 eV 处, 此时出现 U-N₅ 边。

图3 UO₂样品电子能量损失谱Fig.3 Electron energy-loss spectrum (EELS) of UO₂ sample

O-K edge onset occurs at around 532 eV, and effective extended energy loss fine structure (EXELFS) range is less than 200 eV due to occurrence of U-N₅ edge, which is located at 745 eV approximately.

将 EELS 背底从 O-K 边扣除, 去卷积, 并利用 IFEFFIT 软件包^{24,25}中的 Athena 对其进行归一化, 再依据式(1)将能量坐标转化成波矢坐标, 得到 $\chi(k)$ (式(2))。

$$k = \sqrt{\frac{2m}{\hbar}(E - E_0)} \quad (1)$$

其中, m 是电子质量, $\hbar$ 是普朗克常数, E_0 是吸收边能量, 但 E_0 并非简单等同于电离阈值。虽然 E_0 位于吸收边附近, 但并没有一种简单的方法严格确定 E_0 , 通常可以认为, 它位于吸收边起始处和吸收边拐点和第一吸收峰等处。好在此阶段对于 E_0 的精确度要求不高, 这是因为在后续的数据分析中, 为了补偿或者消除诸如成键、电子组态或原子电荷的影响, 需要 E_0 浮动可变。因此, 初始所定 E_0 的误差可在以后一并消除^{10,13,26,27}。

$\chi(k)$ 可以解释为吸收原子内层电子受激发以后, 以电子波的形式向外传播, 受到近邻原子的一次散射, 一部分电子波被背散射回到吸收原子处, 它们与出射波能量相同, 但位相不同, 从而, 出射波和散射波发生干涉, 调制得到 $\chi(k)$, $\chi(k)$ 可以由式(2)表达^{10,26}。

$$\chi(k) = \sum_j \frac{N_j S_0^2(k) F_j(k)}{r_j^2 k} \exp\left[-\frac{2r_j}{\lambda(k)}\right] \times \exp(-2\sigma_j^2 k^2) \sin[2kr_j + \Phi(k)] \quad (2)$$

其中, N_j 是第 j 配位层配位数, r_j 是吸收原子到配位原子的间距, $F_j(k)$ 是背散射振幅, $S_0^2(k)$ 是振幅衰减因子, $\lambda(k)$ 是电子的平均自由程, σ_j 是 Debye-Waller 因子, $\Phi(k)$ 是总相移。通常 $\chi(k)$ 还需要乘上权重因子 k^n , $n = 1, 2, 3$, 得到 $k^n \cdot \chi(k)$, 这是因为 $\chi(k)$ 振幅随着 k 增大而迅速衰减。

本实验中, 选取 k (即 $n = 1$) 为权重因子, 在 k 空间中得到前后振幅较均匀的 $k \cdot \chi(k)$, 见图 4(a)。然而, 该 $k \cdot \chi(k)$ 曲线光滑度相较一些 EXAFS 研究²⁸⁻³⁰ 得到的 $k^n \cdot \chi(k)$ 较差, 可能的原因其一是, 本实验中提取 EXELFS 和拟合曲线的软件为适用于 EXAFS 的 IFEFFIT 软件包, 如在扣除背底时, EXELFS 的幂级数背底不同于 EXAFS 多项式背底, 因此, 将会导致 $k \cdot \chi(k)$ 曲线存在更多不平滑的起伏³¹; 其二是, EELS 本身信噪比差于 XAS, 而在样品的微区研究中, 考虑到样品漂移的问题^{6,7}, 约为 $0.5 \text{ nm} \cdot \text{min}^{-1}$, 需要快速地得到 EELS, 因此, 又进一步地限制了 EELS 的信噪比。

选取 $k_{\min} = 0.20 \text{ nm}^{-1}$, $k_{\max} = 0.59 \text{ nm}^{-1}$, 对 $k \cdot \chi(k)$

图4 $k \cdot \chi(k)$ 谱和径向结构信息Fig.4 Weighted spectrum $k \cdot \chi(k)$ and radial structural function (RSF)

Fourier transforming (a) the weighted EXELFS spectrum $k \cdot \chi(k)$ versus k derived from O-K edge oscillation into (b) RSF, where the dash line in the RSF illustrates the range which will be back-Fourier transformed into k' space.

进行快速傅里叶变换(FFT), 得到 $FT[k \cdot \chi(k)]$, 即 RSF, 见图4(b)。注意到RSF有四个峰, 然而, 位于0.1 nm附近的第一个峰并不对应着O原子实际的配位层(O原子与第一配位层U原子间距理论值为0.2363 nm), 它是在FFT后, 过滤低频信号时的残留³²。第二个峰约在0.21 nm附近, 它可能对应着或包含着第一配位层的信息, 然而, 峰位并非直接对应着配位原子距离, 很显然, 它小于第一配位层的间距, 这是因为 $\chi(k)$ 表达式中 $\Phi(k)$ 的存在, 因此, RSF上的处于 r'_j 的峰与实际配位层的 r_j 总是相差一个 Δr ¹³, $\Delta r = 0.02-0.05$ nm。第三、四个峰可能对应着其他配位层, 但并非本文所研究。选取RSF第二个峰(图4(b)中虚线所示, 峰的范围从0.13到0.28 nm), 进行傅里叶反变换, 也称傅里叶滤波, 回到波矢空间(为区别于前述的 k 空间, 用 k' 空间替代), 因此, k' 空间实验谱只包含了被选中的配位层的信息, 事实上, k' 空间实验谱还能解析出背散射振幅和相移等信息²⁷。

为得到O原子的配位层和配位数, 以及其它

实验参数, 需要利用IFEFFIT软件包中的Artemis同时对RSF和 k' 空间的实验谱进行拟合。通过输入晶体模型(空间群 $fm3m$, 初始晶格常数0.546 nm, 吸收原子O(1/4, 1/4, 1/4), 散射原子U(0, 0, 0)), 反复调整参数(ΔE_0 、 Δr 、 σ^2 、 N 和 S_0^2 等), 使得拟合得到的计算谱与实验谱吻合, 从而得到更为精确且有物理意义的实验参数。试用第一配位层(第一路径, 见表1和图5)拟合RSF第二个峰。如图6(a, b)中, 实线分别是RSF和 k' 空间的实验谱, 虚线是拟合的计算谱。容易看到, 尽管 k' 空间实验谱的拟合情况较好, 但在RSF中, 尤其峰顶处, 始终无法完全吻合, 原因如下: 考虑到RSF第二个峰有一定的展宽, 并且第一、二配位层(第一、二路径)半径相差较小, 而第三路径的有效半径¹²距前两者相差较大, 因此, 该峰实际上包含了前两个配位层的信息, 如果只通过第一配位层来拟合实验谱, 必然在RSF峰上无法吻合。因此, 通过前两个配位层的9个参数(ΔE_{01} 、 Δr_1 、 σ_1^2 、 N_1 、 S_0^2 ;

表1 O-K边拟合结果^aTable 1 O-K edge fit results^a

	Effective radius ^c /nm	Fitting parameter ^b				
		N	r/nm	σ^2/nm^2	S_0^2	$\Delta E_0/\text{eV}$
path 1 ^d	0.2364	4	0.2326(7)	0.00015	0.9	8.6
path 2 ^e	0.2730	6	0.2686(8)	0.00016	0.9	-6.3
path 3	0.3729	—	—	—	—	—

^afit ranges r : 0.13–0.28 nm, k : 0.22–0.59 nm⁻¹; ^b N : coordination number, r : bond length, σ^2 : Debye-Waller factor, S_0^2 : amplitude reduction factor, ΔE_0 : energy shift; ^ceffective radius is a theoretical value according to the crystalline model where lattice constant is 0.546 nm; ^di.e. the first shell; ^ei.e. the second shell

图5 UO₂晶格中前三条散射路径Fig.5 First three scattering paths in UO₂ lattice

First two paths correspond to the first shell and the second shell respectively, while in the third path, electron wave propagates from origin to another oxygen atom, which is on the second shell, and then to a uranium atom, which is on the first shell, and finally scatters to the origin.

图6 两种拟合思路得到的结果

Fig.6 Fitting results obtained by two methods

Although the spectrum in k' space was fitted well, there was a variance between experimental and calculated spectra through the first path.

On the other hand, both RSF and the spectrum in k' space through the first two paths were fitted well.

ΔE_{02} 、 Δr_2 、 σ_2^2 、 N_2 、 S_0^2 重新对实验谱进行拟合, 拟合结果见表1和图6(c, d)。需要指出的是, 因为晶体 UO_2 的空间群为 $fm\bar{3}m$, 即 $r_1 = \frac{\sqrt{3}}{4}a$, $r_2 = \frac{1}{2}a$, 此处 a 为晶格常数, 且 r_1 (Δr_1)和 r_2 (Δr_2)随着晶格膨胀或收缩, 成比例地增大或减小, 因而 $\Delta r_2 = 1.15\Delta r_1$ 。由实验结果知, 拟合得到的 r_1 和 r_2 分别是0.2326(7) nm和0.2686(8) nm, 并由此推得 UO_2 粉末样品晶格常数为0.5374 nm, 与前述XRD实验数据相差0.0077 nm (相差1.4%), 因此, EXELFS分析对于该钢系元素材料的精度, 基本与之前其它EXELFS研究^{18,33,34}的精度一致。另一方面, 拟合得到的第一和第二配位层原子数分别为4和6, 与 UO_2 经典模型吻合, 因此, 验证了O原子位于U晶格中四面体间隙, 也是对HAADF像不易观察到轻元素原子的补充。尽管在 UO_2 样品微区研究中, EELS信噪比较差, 且因为U- N_3 边紧接着O- K 边出现, 使得可利用的EXELFS较短, 然而, 通过类似于EXAFS研究办法的分析, 仍然可以得到较为可靠的实验结果, 验证了经典的 UO_2 晶体模型, 这为

确定某些同时存在重轻元素的钢系元素材料的晶体结构提供新的研究手段。

4 结论

(1) 在用透射电镜观察 UO_2 时, HAADF图像对于获取氧原子占位信息有困难。本文用EXELFS分析方法确定了钢系元素材料中氧原子晶格中占位信息。

(2) 在 UO_2 样品微区研究中, EXELFS分析得到的 UO_2 晶格常数与XRD的标准结果接近, 基本上与之前其它EXELFS研究的精度一致。这表明EXELFS分析对于 UO_2 的研究得到的结果较为准确。

(3) 通过IFEFFIT软件包对实验谱曲线的拟合, 得到吸收原子O前两层配位层的配位数及其键长, 由此确定了氧原子在 UO_2 中的晶格占位, 与经典的 UO_2 晶体模型一致。因此, 结合HAADF图像以及EXELFS对轻原子占位的分析, 可以通过透射电镜确定 UO_2 的氧原子相关的结构信息。

(4) 本文的研究表明, 通过EXELFS的分析可成功确定 UO_2 中O原子的晶格占位, 这为确定某些同时存在重轻元素的钢系元素材料的晶体结构提

供新的研究手段。

References

- (1) He, H.; Shoosmith, D. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2010**, *12* (28), 8108. doi: 10.1039/b925495a
- (2) Rundle, R. E.; Baenziger, N. C.; Wilson, A. S.; McDonald, R. A. *J. Am. Chem. Soc.* **1948**, *70* (1), 99. doi: 10.1021/ja01181a029
- (3) Willis, B. T. M. *J. Phys.* **1964**, *25* (5), 431. doi: 10.1051/jphys:01964002505043100
- (4) Higgs, J. D.; Thompson, W. T.; Lewis, B. J.; Vogel, S. C. *J. Nucl. Mater.* **2007**, *366* (3), 297. doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.03.054
- (5) Hartel, P.; Rose, H.; Dinges, C. *Ultramicroscopy* **1996**, *63* (2), 93. doi: 10.1016/0304-3991(96)00020-4
- (6) Muller, D. A. *Nat. Mater.* **2009**, *8* (4), 263. doi: 10.1038/NMAT2380
- (7) Fitting Kourkoutis, L.; Xin, H. L.; Higuchi, T.; Hotta, Y.; Lee, J. H.; Hikita, Y.; Schlom, D. G.; Hwang, H. Y.; Muller, D. A. *Philos. Mag. A* **2010**, *90* (35–36), 4731. doi: 10.1080/14786435.2010.518983
- (8) Krivanek, O. L.; Chisholm, M. F.; Nicolosi, V.; Pennycook, T. J.; Corbin, G. J.; Dellby, N.; Murfitt, M. F.; Own, C. S.; Szilagyi, Z. S.; Oxley, M. P.; Pantelides, S. T.; Pennycook, S. J. *Nature* **2010**, *464* (7288), 571. doi: 10.1038/nature08879
- (9) Kirkland, E. J. *Advanced Computing in Electron Microscopy*, 2nd ed.; Springer: New York, 2010; pp 106–108. doi: 10.1007/978-1-4419-6533-2
- (10) Egerton, R. F. *Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope*, 3rd ed.; Springer: New York, 2011; pp 216–286. doi: 10.1007/978-1-4419-9583-4
- (11) Williams, D. B.; Carter, C. B. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*, 2nd ed.; Springer: New York, 2009; pp 741–754. doi: 10.1007/978-0-387-76501-3
- (12) Teo, B. K.; Joy, D. C.; Society, M. *EXAFS Spectroscopy, Techniques and Applications*; Springer: New York, 1981; pp 5–17. doi: 10.1007/978-1-4757-1238-4
- (13) Teo, B. K. *Extended X-Ray Absorption Fine Structure (EXAFS) Spectroscopy*; Springer: Berlin Heidelberg, 1986; pp 114–133. doi: 10.1007/978-3-642-50031-2
- (14) Cai, X. H.; Liu, Y. J.; Liu, Z. W.; Xie, Y. C. *Acta Phys. -Chim. Sin.* **1994**, *10* (1), 15. [蔡小海, 刘英骏, 刘智巍, 谢有畅. 物理化学学报, **1994**, *10* (1), 15.] doi: 10.3866/PKU.WHXB19940105
- (15) Liu, H. Y.; Fang, C. H.; Fang, Y.; Zhou, Y. Q.; Zhu, F. Y.; Ge, H. W.; Yang, Z. X.; Tang, Y. L. *Acta Phys. -Chim. Sin.* **2014**, *30* (11), 1979. [刘红艳, 房春辉, 房艳, 周永全, 朱发岩, 戈海文, 杨子祥, 唐玉玲. 物理化学学报, **2014**, *30* (11), 1979.] doi: 10.3866/PKU.WHXB201409251
- (16) Zhu, M. G.; Pan, G.; Li, X. L.; Liu, T.; Yang, Y. H. *Acta Phys. -Chim. Sin.* **2005**, *21* (10), 1169. [朱孟强, 潘纲, 李贤良, 刘涛, 杨玉环. 物理化学学报, **2005**, *21* (10), 1169.] doi: 10.3866/PKU.WHXB20051022
- (17) Serin, V.; Zanchi, G.; Sévely, J. *Microsc. Microanal. Microstruct.* **1992**, *3* (2–3), 201. doi: 10.1051/mm:0199200302-3020100
- (18) Bourdillon, A. J.; Elmashri, S. M.; Forty, A. J. *Philos. Mag. A* **1984**, *49* (49), 341. doi: 10.1080/01418618408233278
- (19) Haskel, D.; Sarikaya, M.; Qian, M.; Stern, E. A. *Ultramicroscopy* **1995**, *58* (3–4), 353. doi: 10.1016/0304-3991(95)00011-O
- (20) Stern, E. A.; Qian, M.; Sarikaya, M. Spatially Resolved Local Atomic Structure from ExelFs. In *Determining Nanoscale Physical Properties of Materials By Microscopy and Spectroscopy*, Symposium on Determining Nanoscale Physical Properties of Materials by Microscopy and Spectroscopy, Boston, MA, Nov 29–Dec 03, 1993; Sarikaya, M., Wickramasinghe, H. K., Isaacson, M. Eds.; Materials Research Soc, Pittsburgh, 1994; pp 3–14. doi: 10.1557/PROC-332-3
- (21) Sikora, T.; Hug, G.; Jaouen, M.; Rehr, J. J. *Phys. Rev. B* **2000**, *62* (3), 1723. doi: 10.1103/PhysRevB.62.1723
- (22) Allen, G. C.; Wild, R. K. *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **1974**, *5* (5), 493. doi: 10.1039/DT9740000493
- (23) Ellis, W. P.; Campbell, B. D. *J. Appl. Phys.* **1970**, *41* (4), 1858. doi: 10.1063/1.1659117
- (24) Ravel, B.; Newville, M. *J. Synchrotron Rad.* **2005**, *12* (Pt 4), 537. doi: 10.1107/S0909049505012719
- (25) Ravel, B.; Newville, M. *Phys. Scr.* **2005**, *2005* (T115), 1007. doi: 10.1238/Physica.Topical.115a01007
- (26) Ma, L. D.; Yang, J. F. *Introduction to Synchrotron Radiation Applications*; Fudan Press: Shanghai, 2001; pp 149–173. [马礼敦, 杨福家. 同步辐射应用概论. 上海: 复旦大学出版社, 2001: 149–173.]
- (27) Lee, P. A.; Citrin, P. H.; Eisenberger, P.; Kincaid, B. M. *Rev. Mod. Phys.* **1981**, *53* (4), 769. doi: 10.1103/RevModPhys.53.769
- (28) Walter, M.; Somers, J.; Fernández-Carretero, A.; Rothe, J. *J. Nucl. Mater.* **2008**, *373* (1–3), 90. doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.05.027
- (29) Moll, H.; Denecke, M. A.; Jalilvand, F.; Sandstroem, M.; Grenthe, I. *Inorg. Chem.* **1999**, *30* (25), 1795. doi: 10.1021/ic981362z
- (30) Allen, G. C.; Tempest, P. A.; Garner, C. D.; Ross, I.; Jones, D. J. *J. Phys. Chem.* **1985**, *89* (8), 1334. doi: 10.1021/j100254a004
- (31) Sarikaya, M.; Qian, M.; Stern, E. A. *Micron* **1996**, *27* (6), 449. doi: 10.1016/S0968-4328(96)00044-3
- (32) <http://bruceravel.github.io/demeter/ug/index.html> (accessed Nov 4, 2016)
- (33) Qian, M.; Sarikaya, M.; Stern, E. A. *Ultramicroscopy* **1995**, *59* (1–4), 137. doi: 10.1016/0304-3991(95)00024-U
- (34) Garg, R. K.; Claverie, A.; Balossier, G. *Microsc. Microanal. Microstruct.* **1990**, *1* (1), 55. doi: 10.1051/mm:019900010105500