

УДК 546.883+548.33

СИНТЕЗ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ $\text{H}_2 - x\text{Ta}_2\text{O}_6 - 0.5x \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ ($0 \leq x \leq 2$) СО СТРУКТУРОЙ ГЕКСАГОНАЛЬНОЙ ВОЛЬФРАМОВОЙ БРОНЗЫ

© 2019 г. И. П. Зибров^{1, *}, В. П. Филоненко¹, М. В. Тренихин^{2, 3},
Е. Е. Никишина⁴, Е. Н. Лебедева⁴, Д. В. Дробот⁴

¹Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина Российской академии наук, Россия,
108840 Москва, Троицк, Калужское ш., 14

²Омский научный центр СО Российской академии наук, Россия, 644024 Омск, пр. Карла Маркса, 15

³Омский государственный технический университет, Россия, 644050 Омск, пр. Мира 11

⁴МИРЭА – Российский технологический университет, Россия, 119454 Москва, пр. Вернадского, 78

*e-mail: zibrov@hppi.troitsk.ru

Поступила в редакцию 23.08.2018 г.

После доработки 04.09.2018 г.

Принята к публикации 17.10.2018 г.

Термобарической обработкой аморфного маловодного гидроксида тантала $\text{TaO}_{0.5-2.0}(\text{OH})_{4-1} \cdot 1.0-2.5 \text{H}_2\text{O}$ при $p = 5.0-6.0$ ГПа и $t = 800-900^\circ\text{C}$ получена смесь двух фаз: $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ (пр. гр. $R\bar{6}_3/mcm$, $a = 7.4736(2) \text{ \AA}$, $c = 7.6798(2) \text{ \AA}$, $Z = 3$, $V = 371.48(1) \text{ \AA}^3$) и $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ (пр. гр. $R\bar{6}_3/mcm$, $a = 7.4998(1) \text{ \AA}$, $c = 7.6171(2) \text{ \AA}$, $Z = 3$, $V = 371.04(1) \text{ \AA}^3$), кристаллизующихся в структурном типе гексагональной вольфрамовой бронзы (ГВБ). Термогравиметрический анализ показал наличие 4.9(3)% воды в материале. После удаления воды, при нагреве на воздухе до 550°C структура ГВБ переходит в $\delta\text{-Ta}_2\text{O}_5$. Проведен полнопрофильный анализ рентгеновской дифрактограммы и получены значения структурных факторов достоверности: $R_F = 0.0374$ для $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ и $R_F = 0.0416$ для $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$. Предполагается, что в этих соединениях действуют разные механизмы реализации стехиометрии базовой ячейки ГВБ MO_3 .

Ключевые слова: термобарическая обработка, термогравиметрический анализ, полнопрофильный анализ, оксид тантала

DOI: 10.1134/S0002337X19040171

ВВЕДЕНИЕ

Ранее мы сообщали, что при термобарической обработке аморфного маловодного гидроксида (МВГ) тантала [1] получены гидрат $F\text{-Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ ($p = 5.0-8.0$ ГПа, $t = 950-1100^\circ\text{C}$) [2, 3] и смесь двух фаз: $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ со структурой дефектного пирохлора и $\delta\text{-Ta}_2\text{O}_5$ ($p = 5.0$ ГПа, $t = 600-750^\circ\text{C}$) [4]. В работе [4] отмечено, что при обработке МВГ Та при $t = 800^\circ\text{C}$ на дифрактограмме продуктов появляются новые пики, т.е. происходит кристаллизация новых соединений.

Целью настоящей работы явилась термобарическая обработка МВГ тантала при температурах $800-900^\circ\text{C}$, определение состава и структуры получаемых продуктов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Порошок МВГ тантала состава $\text{TaO}_{0.5-2.0}(\text{OH})_{4-1} \cdot 1.0-2.5 \text{H}_2\text{O}$ предварительно прессовали в таблетки диаметром 5 и высотой 3–4 мм. Схема экс-

периментов при высоких давлениях с использованием камеры “тороид” описана в [5, 6]. Для предотвращения химического взаимодействия образцы изолировали от графитового нагревателя тугоплавкой фольгой (Та, W). После набора давления до требуемого значения образец разогревали и выдерживали под давлением при заданной температуре в течение 5 мин. Затем образец охлаждали со скоростью около $100^\circ\text{C}/\text{с}$, давление плавно снижали и извлекали материал из контейнера.

Фазовый анализ продуктов нагрева осуществляли на порошковом рентгеновском дифрактометре D-Max III C (RIGAKU, Япония) ($\text{CuK}\alpha$ -излучение, Si-монохроматор).

Структурные исследования материала проводили в Imaging Plate Гинье-камере G670 (Huber, Германия) в геометрии на просвет с использованием $\text{CuK}\alpha_1$ -излучения ($\lambda = 1.540598 \text{ \AA}$) в области углов $2\theta = 4^\circ-100^\circ$.

Электронно-микроскопические исследования проводили на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOL JEM-2100 (ускоряющее на-

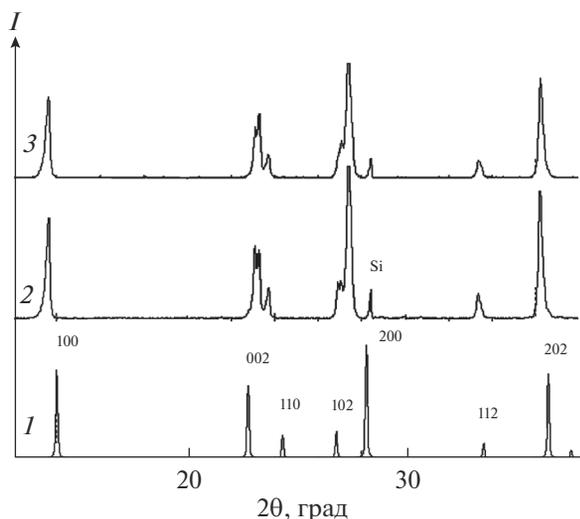


Рис. 1. Дифрактограммы гексагональной модификации WO_3 [7] (структурный тип ГВБ) (1) и образцов, полученных после термобарической ($p = 5.0$ ГПа) обработки МВГ тантала при $t = 800$ (2) и $900^\circ C$ (3).

пряжение 200 кВ, разрешение на решетке 0.14 нм). Для этого небольшие количества порошков растирали в агатовой ступке. Затем порошок диспергировали в этиловом спирте, полученную суспензию наносили на медную сетку, покрытую перфорированной углеродной пленкой.

Дифференциальный термический анализ (ДТА), совмещенный с термогравиметрией (ТГ), проводили на воздухе на установке ULVAC TGD 7000 (SINKU-RIKO, Япония).

ИК-спектр изучали на спектрофотометре Record M-80. Для измерения ИК-спектров готовили

таблетки путем прессования смеси порошков исследуемого материала (0.5%) с чистым КВг.

МВГ тантала получали взаимодействием $TaCl_5$ с раствором аммиака (6.0–9.5 моль/л) [1]. Полученный МВГ тантала представлял собой белый порошок с содержанием Ta_2O_5 82–85 мас. % и низким содержанием примесей хлорид-иона (менее 0.05 мас. %).

Термобарическую обработку МВГ проводили при давлении 5.0 ГПа и температурах 800–900°C (всего было получено 5 образцов).

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Результаты РФА двух образцов представлены на рис. 1. Их дифрактограммы практически полностью совпадают с дифрактограммой гексагональной вольфрамовой бронзы (ГВБ). Отличие состоит в расщеплении некоторых пиков, например 002, 102, 202. Анализ характера расщепления пиков показал, что оно не может определяться ромбическим или моноклинным искажением гексагональной ячейки ГВБ (в этом случае пики с индексами 001 не расщепляются), а связано с присутствием в материале двух гексагональных фаз с близкими параметрами элементарной ячейки. Из рис. 1 также следует, что количество фаз в смеси может меняться в зависимости от температуры обработки: при 800°C количество фаз примерно одинаково, а при 900°C фазы с меньшим параметром c больше (пик 002). Структура фаз представлена на рис. 2.

Базовая ячейка ГВБ имеет стехиометрию MO_3 . Она образуется соединенными вершинами октаэдрами, формирующими каналы гексагональной формы. Требуемая стехиометрия M_2O_5 может

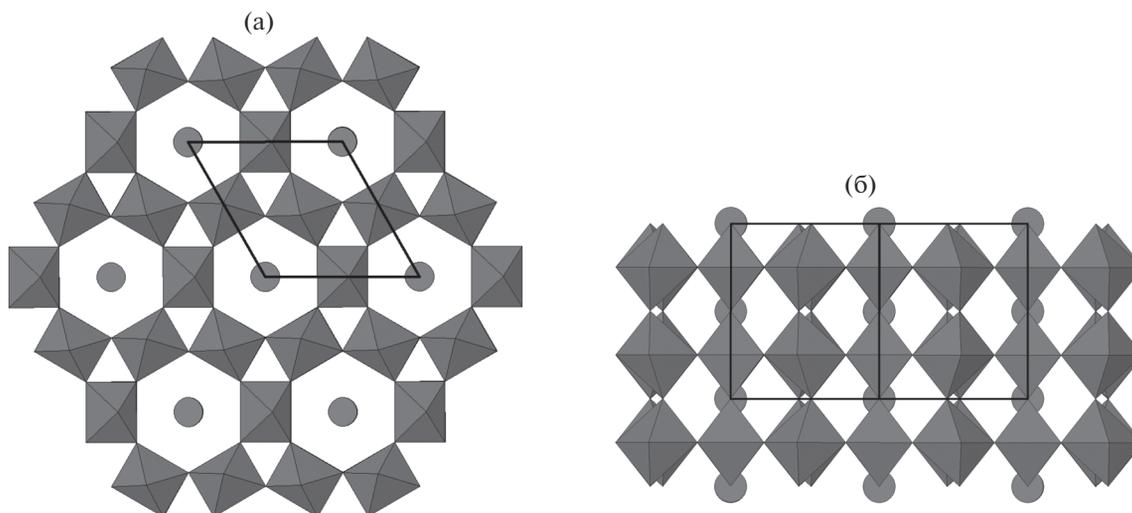


Рис. 2. Структура $Ta_2O_5 \cdot 2/3 H_2O$ и $H_2Ta_2O_6 \cdot 2/3 H_2O$ в направлении [001] (а), [110] (б): темные полиэдры – октаэдры $[TaO_6]$, темные кружки – молекулы воды в каналах структуры.

Таблица 1. Экспериментальные данные для $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ и $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ ($T = 298 \text{ K}$)

| Химическая формула | $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ | $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ |
|---------------------------------|--|--|
| Молекулярный вес | 471.896 | 453.896 |
| Пр. гр. | $R\bar{6}_3/m\ c\ m$ | $R\bar{6}_3/m\ c\ m$ |
| $a, \text{Å}$ | 7.4998(1) | 7.4736(2) |
| $c, \text{Å}$ | 7.6171(2) | 7.6798(2) |
| $V, \text{Å}^3$ | 371.04(1) | 371.48(1) |
| Z | 3 | 3 |
| $d_{\text{выч}}, \text{г/см}^3$ | 6.334 | 6.085 |
| Доля в смеси | 0.63(5) | 0.37(5) |
| R_F | 0.0416 | 0.0374 |
| R_p | | 0.0541 |
| R_{wp} | | 0.0774 |
| Уточняемые параметры | 39 | 39 |

быть реализована в данном случае тремя способами: 1 – внедрением дополнительного тантала (1.2 атома Ta на ячейку), 2 – дефицитом кислорода (3 атома O на ячейку), 3 – замещением кислорода OH-группами (6 OH-групп вместо шести атомов кислорода).

Образец, полученный после термобарической обработки МВГ тантала при $t = 900^\circ\text{C}$ и $p = 5.0 \text{ ГПа}$ (рис. 1, дифрактограмма 3), использовали для уточнения структуры. Собранные рентгеновские данные подвергли процедуре полнопрофильного анализа с использованием пакета программ GSAS [8, 9]. В качестве стартовой модели структуры взяты координаты атомов из работы [10]. Результаты уточнения представлены в табл. 1, координаты атомов – в табл. 2 и 3, а межатомные расстояния – в табл. 4. На рис. 3 показаны экспериментальные данные, рассчитанная дифракционная кривая и разность между ними.

На следующем этапе протестирована возможность реализации стехиометрии по первому механизму. Дополнительный тантал может занимать две позиции в ячейке: в гексагональном канале в плоскости атомов тантала (0 0 0.25) и в тригональ-

ной призме (0.33 0.33 0). Уточнение занятости этих позиций танталом показало, что эти величины практически равны нулю, что дает однозначный ответ относительно первого механизма – дополнительного тантала в ячейке нет. Относительно второго и третьего механизмов сказать что-либо невозможно, т.к. электронная плотность на кислороде и водороде пренебрежимо мала по сравнению с танталом. По этой же причине не удалось уточнить координаты O1, поэтому они зафиксированы в соответствии с моделью [10]. Тепловые параметры кислорода также не уточнялись. Однако результаты ТГ-анализа позволяют сделать выводы о действии второго и третьего механизмов.

Результаты ТГ-анализа образца, полученного после термобарической обработки МВГ тантала при $t = 900^\circ\text{C}$ и $p = 5.0 \text{ ГПа}$, представлены на рис. 4. Общее количество воды в образце составляет 4.9(3) мас. %. Из кривой ТГ видно, что вода удаляется из образца в два этапа: в интервале температур 200–400 $^\circ\text{C}$ образец теряет примерно 1.5 мас. %, от 400 до 600 $^\circ\text{C}$ – остальные 3.4 мас. %. При этом второй этап сопровождается более сильным эндотермическим эффектом, чем первый. Вероятно, такое поведение связано с действием разных механизмов: на первом этапе удаляется слабо связанная в каналах структуры вода, а на втором – вода, связанная с гидроксильными группами.

Дифрактограммы исследуемого образца, нагретого до 550 и 830 $^\circ\text{C}$, представлены на рис. 5. Видно, что при удалении воды исходная структура не сохраняется, происходит переход в $\delta\text{-Ta}_2\text{O}_5$, структура которого также может быть отнесена к ГВБ [11, 12]. Для изучения этого превращения образец нагревали в аргоне до 300 $^\circ\text{C}$ со скоростью 3 $^\circ\text{C}/\text{мин}$ и выдерживали при этой температуре в течение 1 ч.

При такой термообработке количество оставшейся в материале воды составило 1–1.5 мас. %, а смесь двух гексагональных фаз превратилась в одну фазу с параметрами $a = 7.5014(22) \text{ Å}$, $c = 7.5918(12) \text{ Å}$, $V = 369.96 \text{ Å}^3$, т.е. ее объем меньше, чем объем исходных соединений (табл. 1).

На рис. 6 представлено ПЭМ-изображение гексагональной структуры в направлении [001],

Таблица 2. Атомные координаты, изотропные тепловые параметры $U_{iso} (\text{Å}^2)$ и занятости позиций для $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$

| Атом | Позиция | Заполнение позиции | x | y | z | U_{iso} |
|----------------------|---------|--------------------|-----------|------|------|-----------|
| Ta | 6g | 1.0 | 0.4959(5) | 0 | 0.25 | 0.0327(4) |
| O1 | 12j | 0.75 | 0.22 | 0.42 | 0.25 | 0.025 |
| O2 | 6f | 1.0 | 0.5 | 0 | 0 | 0.025 |
| O3(H ₂ O) | 2b | 1.0 | 0 | 0 | 0 | 0.025 |

Таблица 3. Атомные координаты, изотропные тепловые параметры U_{iso} (Å^2) и занятости позиций для $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$

| Атом | Положение | Заполнение позиции | <i>x</i> | <i>y</i> | <i>z</i> | U_{iso} |
|----------------------|-----------|--------------------|------------|----------|----------|-----------|
| Ta | 6g | 1.0 | 0.5001(19) | 0 | 0.25 | 0.0188(5) |
| O1 | 12j | 0.75 | 0.22 | 0.42 | 0.25 | 0.025 |
| O2 | 6f | 1.0 | 0.5 | 0 | 0 | 0.025 |
| O3(H ₂ O) | 2b | 1.0 | 0 | 0 | 0 | 0.025 |

на вставке показана соответствующая ей электронограмма (фурье-преобразование). Межплоскостные расстояния хорошо совпадают со структурой полученных гексагональных фаз. Профиль радиального распределения контраста, полученный с электронограммы, показан на рис. 7. На нем четко видны два максимума, соответствующие *c*/2. Это является прямым подтверждением наличия в материале двух фаз с отличающимися параметрами *c*, т.е. подтверждением результатов уточнения структуры по рентгеновским данным. При этом следует учитывать, что точность измерений в электронной микроскопии значительно уступает точности рентгеновских данных.

ИК-спектр образца (рис. 8) практически совпадает с ИК-спектром дефектного пирохлора $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [4]. В обоих спектрах имеются линии поглощения, связанные с наличием молекул воды в каналах структуры: 3175, 1410, 1080, 870, 670 cm^{-1} .

Таблица 4. Некоторые межатомные расстояния r_{ij} (Å) для $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ и $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$

| Фаза | $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ | $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ |
|-----------------------|--|--|
| Ta–O1 ^{iv} | 1.8958(26) | 1.866(10) |
| Ta–O1 ⁱ | 1.9963(25) | 2.012(10) |
| Ta–O1 ⁱⁱ | 1.8958(26) | 1.866(10) |
| Ta–O1 ⁱⁱⁱ | 1.9963(25) | 2.012(10) |
| Ta–O2 ^v | 1.90453(7) | 1.91996(6) |
| Ta–O2 ^{vi} | 1.90453(7) | 1.91996(6) |
| O1–O1 ^{iv} | 2.77795(4) | 2.76825(6) |
| O1–O1 ⁱⁱⁱ | 2.59800(4) | 2.58892(6) |
| O1–O1 ⁱⁱ | 2.85780(4) | 2.84781(6) |
| O1–O2 ^{vii} | 2.77463(4) | 2.78031(5) |
| O1–O2 ^{viii} | 2.67134(4) | 2.67798(5) |

Примечание. Операторы симметрии: (i) $-x + y, -x, 1/4$; (ii) $-x, -x + y, 1/4$; (iii) $y, x, 1/4$; (iv) $-y, x-y, 1/4$; (v) $1/2, 0, 0$; (vi) $1/2, 0, 1/2$; (vii) $0, 1/2, 0$; (viii) $1/2, 1/2, 0$.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Молекулы воды располагаются в гексагональных каналах структуры между плоскостями атомов тантала. При полностью заполненных позициях воды формула соединения соответствует $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$, что составляет 2.65 мас. % воды. Если стехиометрия реализуется по механизму дефицита кислорода (по такому же механизму реализуется стехиометрия в *F*- Ta_2O_5 [3], стехиометрия базовой ячейки в котором M_3O_8), то его отсутствие не отражается на содержании воды в фазе, которое также составляет 2.65 мас. %. При действии третьего механизма (замещение кислорода OH-группами) формулу соединения можно представить как $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ или $\text{Ta}_2\text{O}_4\text{—OH—OH} \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$, что соответствует 6.38 мас. % воды в материале. Получить общее содержание воды в образце на уровне 5 мас. % можно, если предположить, что в одной фазе действует второй (дефицит кислорода), а в другой – третий механизмы реализации стехиометрии. Для образца, на котором проводили уточнение структуры, расчетное содержание воды составило $6.38 \text{ мас. \%} \times 0.63 + 2.65 \text{ мас. \%} \times 0.37 = 5.0 \text{ мас. \%}$, что практически совпадает с результатом его ТГ-анализа. Именно на основании этого расчета мы предположили, что в образце присутствуют 63% соединения $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ и 37% – соединения $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$, т.к. на основании рентгеновских данных они неразличимы. Очевидно, что оба механизма реализации требуемой стехиометрии могут действовать одновременно в одной фазе, но тогда без ответа остается вопрос, почему при термобарической обработке МВГ тантала всегда получается смесь двух гексагональных фаз.

Существенным отличием между *F*- $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ [3] и гексагональными гидратами является схема их превращений при нагреве при обычном давлении. *F*- $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$ при удалении воды переходит в оксид *F*- Ta_2O_5 , который при дальнейшем нагреве превращается в δ - Ta_2O_5 . Две гексагональные фазы превращаются сначала в одну с содержанием воды 1–1.5 мас. %, а при полном удалении воды переходят в фазу δ - Ta_2O_5 , структура которой также относится к ГВБ [11, 12]. Отличие

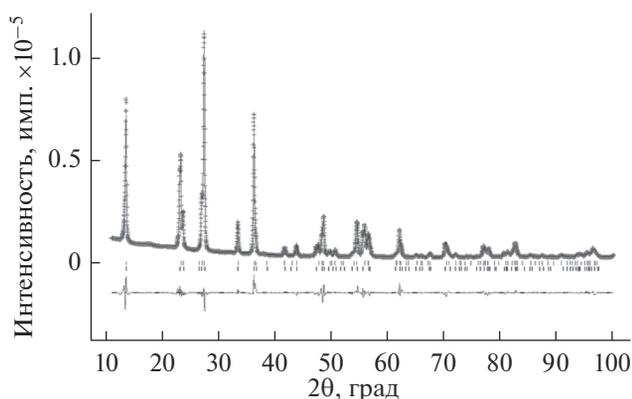


Рис. 3. Результаты полнопрофильного анализа по методу Ритвельда: верхняя кривая соответствует рассчитанным данным (экспериментальные точки также показаны), нижняя кривая - разность между экспериментальными и рассчитанными данными, вертикальные штрихи показывают все возможные брэгговские рефлексы (верхний ряд - $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$, нижний ряд - $\text{Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3 \text{H}_2\text{O}$).

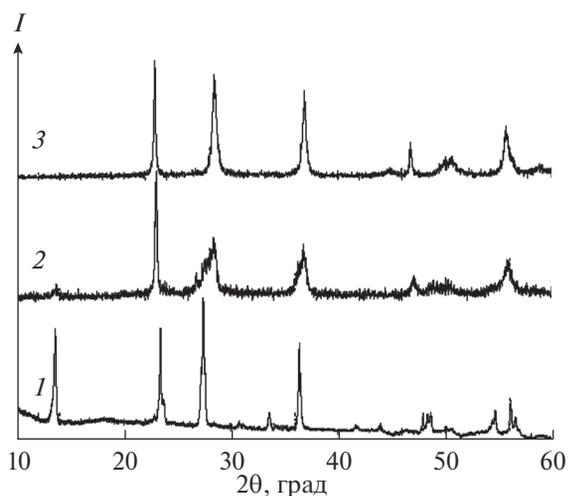


Рис. 5. Дифрактограммы образца, полученного при $t = 900^\circ\text{C}$ (дифрактограмма 3 на рис. 1) и нагретого в атмосфере аргона до 300°C со скоростью $3^\circ\text{C}/\text{мин}$ с последующей выдержкой в течение 1 ч (1), на воздухе до 550°C со скоростью $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ (2), на воздухе до 830°C со скоростью $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ (3).

δ -фазы от гексагонального WO_3 состоит в формуле элементарной ячейки - Ta_4O_{10} и W_3O_9 , соответственно. Четвертый атом тантала занимает позицию в гексагональном канале в плоскости танталовых атомов, а десятый атом кислорода - в гексагональном канале между плоскостями танталовых атомов. Таким образом, между гексагональными гидратами и $\delta\text{-Ta}_2\text{O}_5$ существует практически полное структурное соответствие, которое и приводит к прямому переходу гидратов в

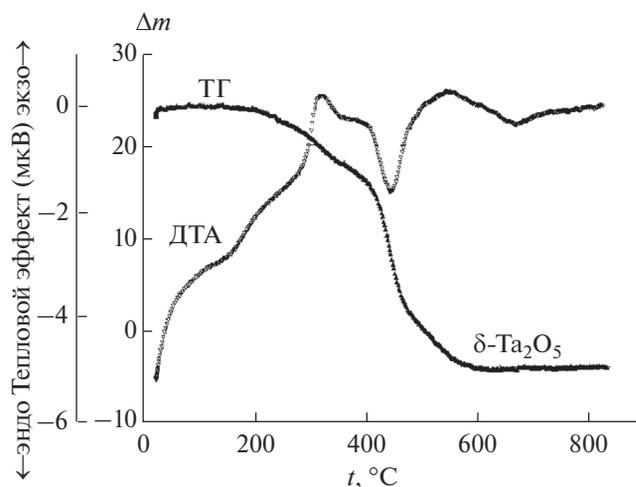


Рис. 4. Результаты термического анализа образца после термобарической обработки МВГ тантала при $t = 900^\circ\text{C}$ и $p = 5.0$ ГПа (скорость нагрева на воздухе $10^\circ\text{C}/\text{мин}$, масса образца 27.3 мг).

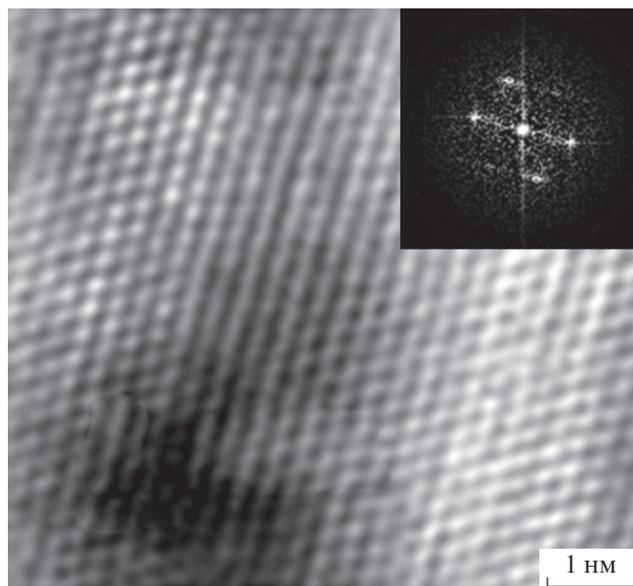


Рис. 6. ПЭМ-изображение образца, полученного после термобарической обработки МВГ тантала при $t = 900^\circ\text{C}$ и $p = 5.0$ ГПа, вдоль оси c и соответствующая электронограмма.

δ -модификацию. Можно также отметить сходство структуры полученных фаз со структурой дефектного пирохлора $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [4], который построен из точно таких же плоскостей (гексагональных сеток). Отличие состоит только в способе соединения этих плоскостей между собой.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом кристаллизации аморфного МВГ тантала при давлении 5.0 ГПа в температурном

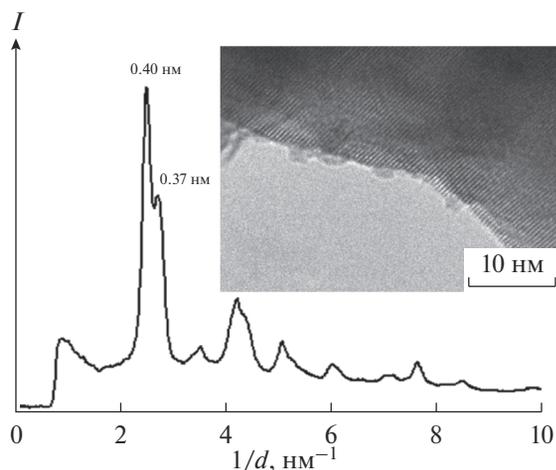


Рис. 7. Профиль радиального распределения контраста, полученный с электронограммы; на вставке – характерное ПЭМ-изображение.

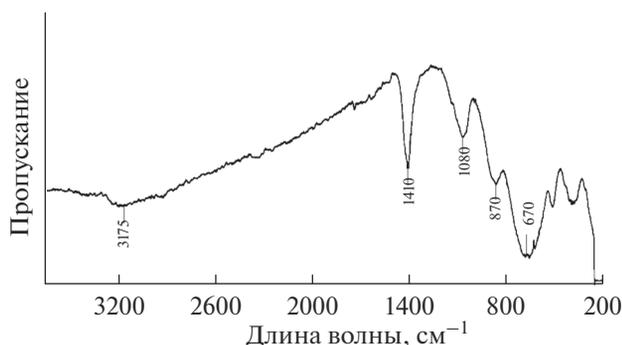


Рис. 8. ИК-спектр пропускания образца, полученного после термобарической обработки МВГ тантала при $t = 900^\circ\text{C}$ и $p = 5.0$ ГПа.

интервале $800\text{--}900^\circ\text{C}$ получена смесь двух фаз: $H_2Ta_2O_6 \cdot 2/3 H_2O$ и $Ta_2O_5 \cdot 2/3 H_2O$, кристаллизующихся в структурном типе ГВБ (WO_3 гекс.).

Проведен полнопрофильный анализ дифрактограммы на основе ГВБ-структуры этих соединений. Полученные величины факторов достоверности ($R_F = 0.0416$ и $R_F = 0.0374$) свидетельствуют о правильности выбранной модели.

Показано, что при нагреве $H_2Ta_2O_6 \cdot 2/3 H_2O$ и $Ta_2O_5 \cdot 2/3 H_2O$ на воздухе они теряют воду в интервале $200\text{--}600^\circ\text{C}$, что приводит к их превращению в $\delta\text{-}Ta_2O_5$.

Вероятно, прямой переход происходит благодаря структурному соответствию между гексагональными гидратами и гексагональной фазой $\delta\text{-}Ta_2O_5$.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-03-00171 а.

Исследования, проведенные методом ПЭМ, выполнены с использованием приборной базы Омского регионального центра коллективного пользования СО РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Никитина Е.Е., Лебедева Е.Н., Дробот Д.В. Способ получения гидроксида тантала: Патент РФ 2314258. 2008. Бюл. № 1.
2. Nikishina E.E., Drobot D.V., Filonenko V.P., Zibrov I.P., Lebedeva E.N. Crystallization Features of Amorphous Tantalum Pentoxide under Atmospheric and High Pressure // Russ. J. Inorg. Chem. 2002. V. 47. № 1. P. 10–13.
3. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Drobot D.V., Nikishina E.E. Structure of a High-Pressure Hydroxide $Ta_2O_5 \cdot 2/3 H_2O$ and a Derivative Metastable Oxide Ta_2O_5 // Russ. J. Inorg. Chem. 2003. V. 48. № 4. P. 464–471.
4. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Nikishina E.E., Lebedeva E.N., Drobot D.V. High-Pressure Synthesis of $H_2Ta_2O_6 \cdot H_2O$ with a Defect Pyrochlore Structure // Inorg. Mater. 2016. V. 52. № 1. P. 38–43.
5. Filonenko V.P., Zibrov I.P. High-Pressure Phase Transitions of M_2O_5 ($M = V, Nb, Ta$) and Thermal Stability of New Polymorphs // Inorg. Mater. 2001. V. 37. № 9. P. 953–959.
6. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Werner P.-E., Marinder B.-O., Sundberg M.A. New High-Pressure Modification of Nb_2O_5 // J. Solid State Chem. 1998. V. 141. P. 205–211.
7. Gerand B., Nowogrocki G., Guenot J., Figlarz M. Structural Study of a New Hexagonal Form of Tungsten Trioxide // J. Solid State Chem. 1979. V. 29. P. 429–434.
8. Larson A.C., Von Dreele R.B. General Structure Analysis System (GSAS) // Los Alamos National Laboratory. 1987. Report LA-UR-86-748.
9. Toby B.H. *EXPGUI*, a Graphical User Interface for *GSAS* // J. Appl. Crystallogr. 2001. V. 34. P. 210–213.
10. Magnéli A. Studies on the Hexagonal Tungsten Bronzes of Potassium, Rubidium and Cesium // Acta Chem. Scand. 1953. V. 7. P. 315–324.
11. Fukumoto A., Miwa K. Prediction of Hexagonal Ta_2O_5 Structure by First-Principles Calculations // Phys. Rev. B. 1997. V. 55. № 17. P. 11155–11160.
12. Pérez-Walton S., Valencia-Balvín C., Padilha A.C.M., Dalpian G.M., Osorio-Guillén J.M. A Search for the Ground State Structure and the Phase Stability of Tantalum Pentoxide // J. Phys. Condens. Matter. 2016. V. 28. P. 1–11.