

Влияние состава электролита на защитные свойства ПЭО-покрытия на циркониевом сплаве Zr-1Nb

*Р. Г. Фаррахов^а, Е. В. Парфенов^а, В. Р. Мукаева^а, М. В. Горбатков^а,
П. В. Тарасов^а, А. Р. Фаткуллин^б, Н. Рамешбабу^с, Б. Рависанкар^с

^аФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ),
г. Уфа, 450008, Россия, *e-mail: frg1982@mail.ru

^бФилиал ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ),
г. Кумертау, 453000, Россия

^сНациональный институт технологии Тиручирапалли,
Тиручирапалли, Тамил Наду, 620015, Индия

Поступила 23.08.2018

После доработки 30.10.2018

Принята к публикации 30.10.2018

Обсуждается влияние состава электролита на защитные свойства покрытий циркониевого сплава Zr-1Nb, полученных плазменно-электролитическим оксидированием. Для выявления наиболее эффективного электролита исследовались топография и микроструктура покрытия, элементный и фазовый состав, проводились электрохимические и ускоренные эксплуатационные испытания. Установлено, что покрытия, полученные в силикатно-фосфатном электролите, обладают наилучшими защитными свойствами.

Ключевые слова: плазменно-электролитическое оксидирование, циркониевый сплав, электрохимические испытания, коэффициент ориентации гидридов, наводороживание.

УДК 544.653

DOI: 10.5281/zenodo.2551229

ВВЕДЕНИЕ

Циркониевые сплавы получили широкое распространение в атомной энергетике благодаря свойствам прозрачности для нейтронов в активной части реактора и удовлетворительным коррозионным свойствам. Международные научные коллективы ориентированы в основном на исследования двух типов сплавов циркония: 1) легированных ниобием Zr-Nb (сплав Э-110 (Zr-1%Nb) и другие), 2) легированных оловом Zr-Sn (Zircaloy различных марок) [1–3]. Данные циркониевые сплавы, эксплуатируемые в качестве оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) в перегретой воде и водяном паре, подвержены коррозии, сопровождаемой выделением кислорода и водорода, который внедряется в сплав и охрупчивает его, что может привести к выходу ТВЭЛ из строя [4, 5]. Плазменно-электролитическое оксидирование (ПЭО) циркониевых сплавов является перспективным методом повышения их эксплуатационных свойств, благодаря свойствам формируемых защитных покрытий [6–8].

Основной решаемой проблемой при создании таких покрытий является повышение коррозионной стойкости, снижение эффекта наводороживания при длительной эксплуатации в водородных и кипящих ядерных реакторах. В большинстве случаев эффективность защиты

косвенно оценивается по величинам тока коррозии, поляризационному сопротивлению, фазовому составу покрытия, его толщине, пористости, микротвердости, адгезионной прочности. Данные об ускоренных эксплуатационных испытаниях, а также о наводороживании приводятся реже.

ПЭО-покрытие на цирконии может теоретически содержать моноклинную – низкотемпературную фазу, тетрагональную и кубическую – высокотемпературные фазы. Высокотемпературные фазы, как правило, обладают лучшими защитными свойствами, но они нестабильны при комнатной и рабочей температуре, потому для их стабилизации применяют иттрий и кремний, образующие частично замещенные оксиды тетрагональной сингонии (например, циркон $ZrSiO_4$). Ряд исследователей представил данные о наличии тетрагонального оксида циркония в ПЭО-покрытии, однако закономерности и механизмы их образования не сформулированы [9–11].

Защитные свойства формируемых ПЭО-покрытий определяются составом электролита и электрическим режимом обработки. Анализ электролитов показал, что в основном при ПЭО различных циркониевых сплавов используются водные растворы щелочей КОН, NaOH. Также в щелочные электролиты вводятся

добавки различных фосфатов и силикатов, как правило, натрия. Реже используются алюминаты, бораты, гипофосфиты, а также аналогичные соли калия [12–16]. В качестве электрических режимов ПЭО циркониевых сплавов применяются режимы постоянного, импульсного униполярного и биполярного напряжения и тока, также используется переменно-токовый режим 50 Гц [17–21]. Однако в настоящее время сведения о влиянии компонентов силикатно-фосфатного электролита на защитные свойства ПЭО-покрытия недостаточно освещены.

Цель данной работы – изучение влияния состава электролита на защитные характеристики ПЭО-покрытия и выявление наиболее эффективного электролита для ПЭО циркониевого сплава Zr-1Nb.

1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

1.1. Методика плазменно-электролитического оксидирования

Для проведения экспериментов использовались образцы, изготовленные из сплава Э110, с шероховатостью поверхности R_a 0,08 мкм. Образцы из листового проката нарезались в виде пластин размером 20×20×0,8 мм. Образцы длиной 30 мм для ускоренных эксплуатационных испытаний нарезались из трубы 9,10×7,73 мм.

Плазменно-электролитическое оксидирование проводилось при постоянной температуре $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Время обработки во всех опытах составляло 10 мин. Использовались водные растворы электролитов объемом 6 литров: 1 г/л КОН+2 г/л Na_2SiO_3 +2 г/л $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ (APS), 1 г/л КОН+2 г/л $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ (AP) и 1 г/л КОН+2 г/л Na_2SiO_3 (AS). Образцы были обработаны в импульсном униполярном напряжении (PUP) с частотой импульсов 500 Гц. Коэффициент заполнения импульсов составлял $dp = 50\%$, эксперименты проводились при постоянной плотности тока $j = 10 \text{ А/дм}^2$. Данный режим зарекомендовал себя наилучшим образом при сравнении постоянно токового, униполярного и биполярного режимов [16]. ПЭО образцов проводилось на автоматизированной технологической установке для исследования электролитно-плазменных процессов, разработанной на кафедре ТОЭ УГАТУ [22], которая позволяет с высокой точностью поддерживать параметры процесса ПЭО и управлять ими по заданной программе.

1.2. Методика исследования характеристик поверхности

Шероховатость полученного покрытия измерялась с помощью профилометра TR-220.

Топография и микроструктура поверхности исследовались посредством растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6490LV для вида сверху и на поперечных шлифах. Пористость покрытия оценивалась по программе ImageJ по фотографиям, полученным с использованием растрового электронного микроскопа. Элементный анализ проводился с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии на приставке EDS-INCA-Sight в составе растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6490LV. Испытание на адгезионную прочность осуществлялось на приборе Revetest (CSM instruments, Switzerland) с использованием алмазного индентора с радиусом закругления 200 мкм.

Рентгенофазовый анализ проводился на дифрактометре Shimadzu XRD-6100 при излучении Cu-K α от 10 до 80 градусов 2θ , шаг 0,02 градуса 2θ , время измерения каждого шага 1 с. Фазовый состав поверхности исследовался для непокрытого сплава, для всех полученных покрытий и образцов после ускоренных эксплуатационных испытаний. Обработка спектров осуществлялась согласно программному обеспечению Philips X'Pert HighScore Plus с банком данных PDF2.

Электрохимические исследования проводились с помощью потенциостата P-5X «Элинс» (Россия) в 0,1 М растворе LiOH в трехэлектродной ячейке объемом 80 мл с хлорид-серебряным электродом сравнения и платиновым противоз электродом. Измерение электродного потенциала выполнялось в течение 2 часов для достижения установившегося значения. Измерение поляризационных кривых осуществлялось в диапазоне от $-1,5$ до $+0,2$ В (относительно электрода сравнения) со скоростью сканирования 0,25 мВ/с. Потенциал и ток коррозии вычислялись по методу Тафеля из поляризационных кривых [23].

1.3. Методика ускоренных эксплуатационных испытаний

Ускоренные эксплуатационные испытания проводились для образцов, обработанных в наиболее эффективном электролите в автоклаве Midiclave 250 мл. Для весовой коррозии испытания выполнялись при температуре 400°C в среде водяного пара в течение 70 часов. Образцы до и после испытаний взвешивались на аналитических весах A&D GR-200 с точностью 0,1 мг.

Для расчета коэффициента ориентации гидридов испытания осуществлялись при температуре 400°C в паровой среде над 20% водным раствором LiOH в течение 60 часов. Определение коэффициента ориентации гидридов

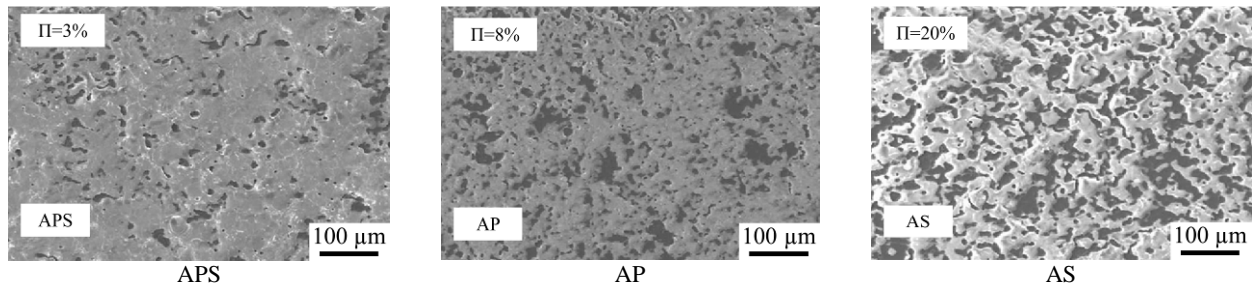


Рис. 1. Изображения поверхности покрытий, полученных в различных электролитах (вид сверху).

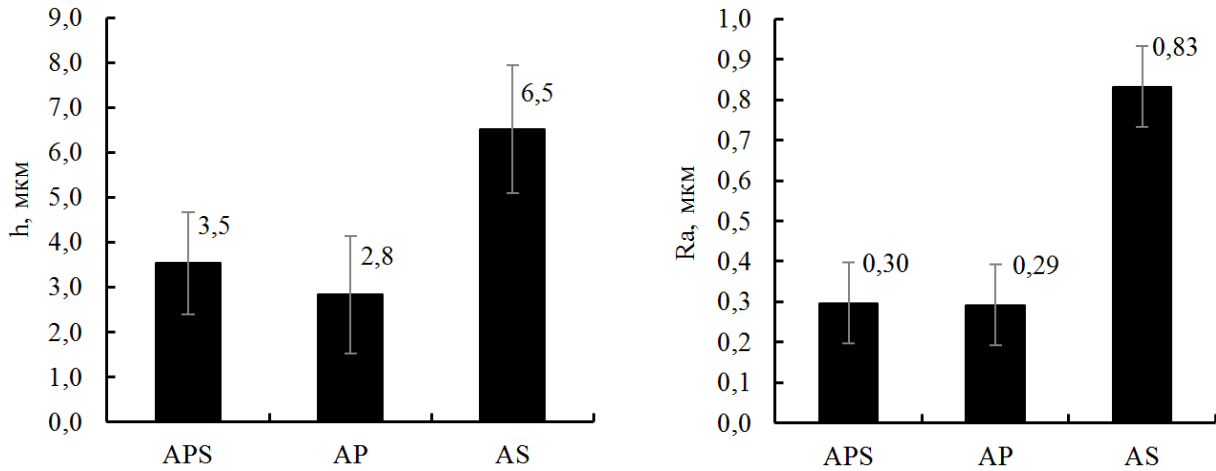


Рис. 2. Толщина и шероховатость ПЭО-покрытий, полученных в различных электролитах.

проводилось металлографическим методом на микроскопе Neophot фирмы Carl Zeiss. Съёмки образцов выполнялись в светлом поле при увеличении $\times 50$ крат. Для оценки использовался общий коэффициент, рассчитываемый, как длина гидридов, расположенных под углом 45° и более к поверхности, к общей длине гидридов.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

2.1. Топография и морфология поверхности покрытия

В результате обработки были получены покрытия толщиной от 2,8 до 6,5 мкм с шероховатостью поверхности R_a от 0,29 до 0,74 мкм. На рис. 1 показаны поперечные шлифы покрытий, полученных в различных электролитах с указанием их пористости.

Полученные покрытия имеют характерную пористую структуру, что связано с воздействием микрозарядов при обработке. Максимальный размер пор достигает значений 10 мкм, мелкие поры имеют размер 2–3 мкм. Наибольшая пористость покрытия наблюдается у образца, обработанного в AS электролите, $\Pi = 20\%$, наименьшая – у APS – $\Pi = 3\%$.

Установлено, что толщина покрытия h и шероховатость R_a зависят от состава электролита (рис. 2) и данные параметры коррелированы между собой ($R^2 = 0,987$).

Наибольшая толщина покрытия и шероховатость наблюдаются при обработке образцов в

AS электролите, при обработке в электролитах APS и AP эти параметры имеют меньшие значения и практически идентичны.

Механическая связь между нанесенным покрытием и подложкой характеризуется адгезионной прочностью, и чем выше эта связь, тем выше качество нанесенного покрытия. Результаты испытаний разрушающим методом контроля качества покрытия на адгезионную прочность представлены в табл. 1.

Таблица 1. Значения критической нагрузки

Электролит	Критическая нагрузка, Н
APS	$5,23 \pm 0,57$
AP	$4,63 \pm 0,56$
AS	$3,97 \pm 0,57$

Наибольшее значение критической нагрузки, при которой ПЭО-покрытие разрушается, наблюдается у образца, обработанного в APS электролите, что говорит о его большей прочности. Наименьшую прочность имеет образец, обработанный в AS электролите, что связано с высокой пористостью и шероховатостью поверхности.

2.2. Элементный и фазовый состав покрытия

Аналитический метод энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) позволил определить состав ПЭО-покрытия. Основными элементами, входящими в состав покрытия, являются Zr и O, образующие оксид циркония. Кроме них присутствуют на уровне менее 1% Nb – легирующий элемент сплава и Na, Si, K –

Таблица 2. Элементный состав ПЭО-покрытий

Электролит	Элементы						
	O	Na	Si	P	K	Zr	Nb
APS	62.32	0.69	0.38	0	0.32	35.62	0.66
AP	56.51	0.37	0	0	0.14	42.08	0.91
AS	58.9	0.25	0.8	0	0.28	38.87	0.9

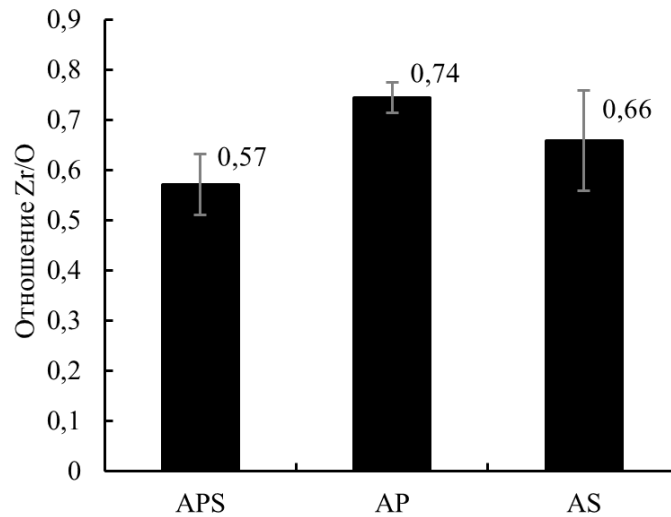


Рис. 3. Отношение атомных процентов циркония и кислорода в ПЭО-покрытии, полученном в различных электролитах.

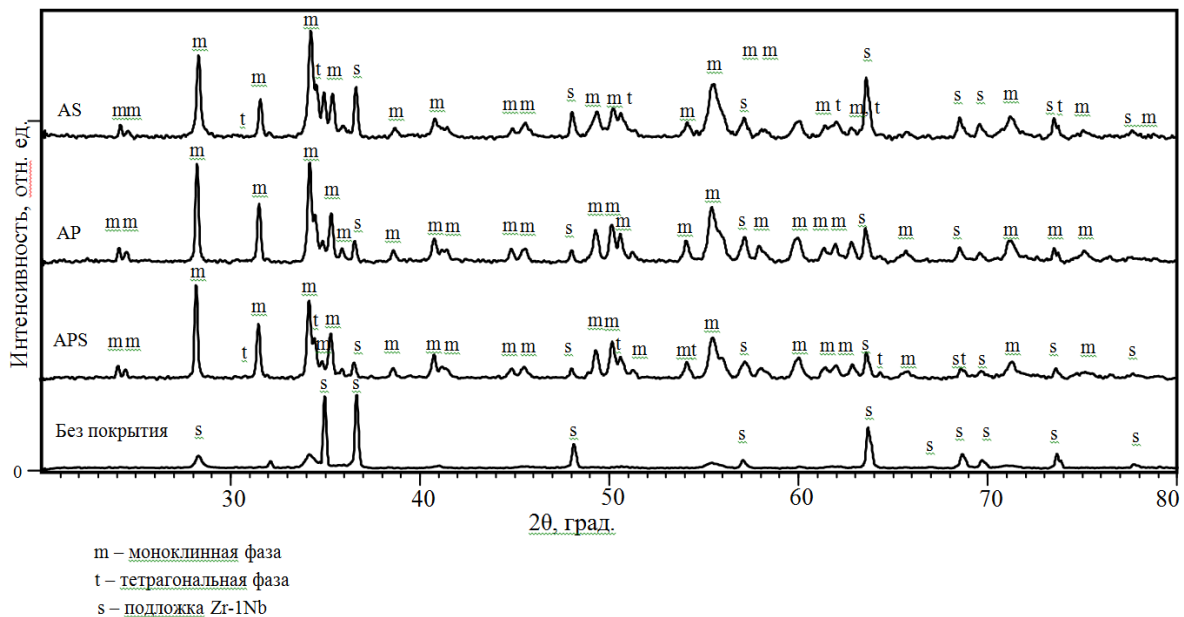


Рис. 4. Типичные рентгенограммы для сплава Zr-1Nb и ПЭО-покрытий на нем, полученных в различных электролитах.

входящие в состав электролитов. Результаты анализа элементного состава ПЭО-покрытий представлены в табл. 2. Для идеального оксидного покрытия ZrO_2 соотношение атомных процентов должно быть 1:2. На рис. 3 представлено данное соотношение для различных электролитов.

Отклонение от указанного соотношения свидетельствует о том, что в составе ПЭО-покрытия имеются включения элементов электролита. Как видно из рис. 3, наименьшее отклонение от идеального соотношения отмечается у покрытия, полученного в APS электролите.

Рентгенофазовый анализ показывает, что подложка характеризуется линиями α -Zr, а в состав покрытия входят кристаллические фазы моноклинной m - ZrO_2 и тетрагональной t - ZrO_2 модификаций ZrO_2 (рис. 4). Высокотемпературная кубическая фаза не обнаружена. Соотношение между количеством m - ZrO_2 и t - ZrO_2 определялось по площади характеристических пиков рефлексов на $28,07^\circ$ и на $29,83^\circ$ соответственно. Данные рефлексы имеют максимальную интенсивность для каждой фазы и хорошо разнесены друг от друга по углу 2θ .

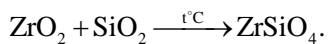
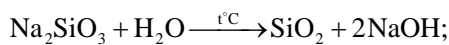
Из приведенной рентгенограммы (рис. 4) видно, что преобладающей во всех электролитах

является моноклинная фаза $m\text{-ZrO}_2$. Высокотемпературная тетрагональная $t\text{-ZrO}_2$ модификация встречается в покрытиях, полученных в APS и AS электролитах на уровне 2%, в электролите AP встречается только на уровне следов. Здесь необходимы дальнейшие исследования для поиска оптимального состава электролита с целью значительного повышения доли высокотемпературной тетрагональной фазы оксида циркония в ПЭО-покрытии.

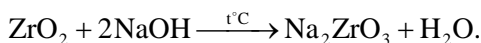
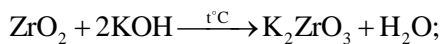
Результаты EDX анализа показали наличие элементов электролита в составе покрытия, однако не все кристаллические фазы с данными элементами обнаруживаются рентгенофазовым анализом, что свидетельствует об аморфном состоянии образовавшихся веществ [24].

В покрытиях, полученных в силикат-содержащих электролитах (APS и AS), присутствуют атомы Si, которые могут находиться в покрытии в виде силиката циркония ZrSiO_4 , который способствует стабилизации высокотемпературной $t\text{-ZrO}_2$ фазы и улучшению защитных характеристик покрытия [15].

Химические реакции формирования покрытия могут протекать при высокой локальной температуре за счет действия микроразрядов. Реакция образования силиката циркония имеет две стадии:



Элементы Na и K обнаруживаются в покрытиях, полученных во всех трех электролитах, и могут находиться в виде включений цирконатов натрия и калия, Na_2ZrO_3 , K_2ZrO_3 , являющихся тугоплавкими, нерастворимыми в воде веществами, улучшающими коррозионные свойства покрытия [25]. Образование цирконатов натрия и калия проходит по следующим реакциям:



Наибольшее значение атомных процентов Na и K наблюдается в покрытии, полученном в APS электролите. В покрытии, полученном в AS электролите, содержание Si больше, чем в покрытии, полученном в APS электролите, а содержание Na и K меньше. Кроме того, в AS электролите покрытие получается с наибольшей пористостью, что в совокупности не улучшает его защитные характеристики. Покрытие, полученное в AP электролите, имеет большую пористость в сравнении с покрытием, полученным в APS электролите, и меньшее содержание Na и K в составе предполагаемых цирконатов, что отрицательно сказывается на защитных характеристиках покрытия. Таким

образом, исходя из результатов элементного и рентгенофазового анализа, покрытие, полученное в APS электролите по составу образовавшихся в покрытии веществ, ингибирующих коррозионные процессы и способствующих улучшению защитных характеристик, представляется наиболее перспективным.

2.3. Электрохимические испытания

В результате проведения электрохимических коррозионных испытаний были получены поляризационные кривые (рис. 5).

На основе анализа поляризационных кривых были рассчитаны электрохимические параметры, определяющие коррозионную стойкость образцов: потенциал свободной коррозии (E_{corr}) и ток коррозии (i_{corr}). Результаты представлены на рис. 6.

Как видно из рис. 6, на значение потенциала свободной коррозии большое влияние оказывает состав электролита. Значение потенциала свободной коррозии указывает на возможности поверхности образцов к активному участию в электрохимической реакции коррозии. Покрытие, полученное в APS электролите, имеет более пассивную поверхность, в отличие от необработанного образца и образцов, обработанных в других электролитах. Об этом говорит большая величина E_{corr} . Величина E_{corr} ведет себя аналогично отношению атомных процентов циркония и кислорода в ПЭО-покрытии. Увеличение соотношения Zr/O в ПЭО-покрытии приводит к снижению степени пассивации поверхности. Так, обработка в AP и AS электролитах делает поверхность покрытия более активной, что не улучшает защитные характеристики покрытия.

Скорость протекания химического процесса коррозии определяется величиной тока коррозии i_{corr} . Значения токов коррозии у обработанных образцов более чем на порядок меньше по сравнению с необработанным образцом. Наименьший ток коррозии наблюдается у образца, обработанного в APS электролите. Характер изменения тока коррозии в зависимости от состава электролита также подобен характеру изменения отношения атомных процентов циркония и кислорода в ПЭО-покрытии.

Для оценки скорости протекания коррозионных процессов было рассчитано поляризационное сопротивление R_p по выражению Штерна-Гери по тафелевским участкам поляризационных кривых [23]:

$$R_p = \frac{\beta_a \beta_c}{2,3 i_{corr} \cdot (\beta_a + \beta_c)},$$

где β_a , β_c – наклоны анодного и катодного участков поляризационных кривых на тафелевском участке. Результаты вычислений представлены в табл. 3.

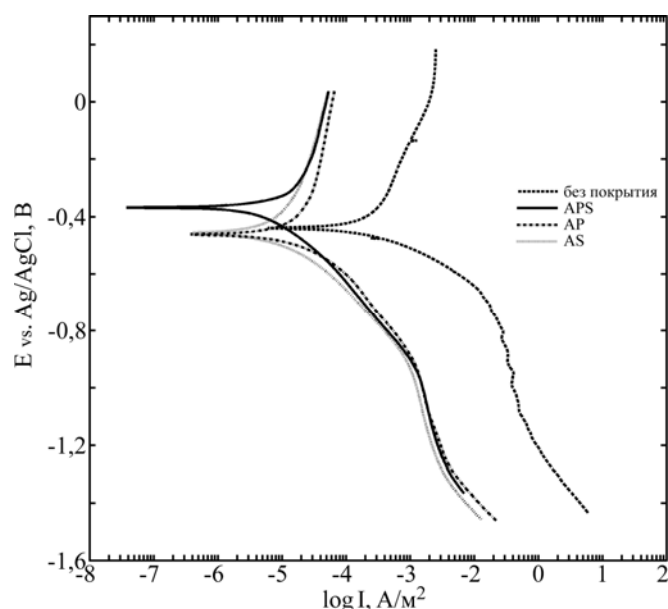


Рис. 5. Поляризационные кривые для образцов, обработанных в различных электролитах.

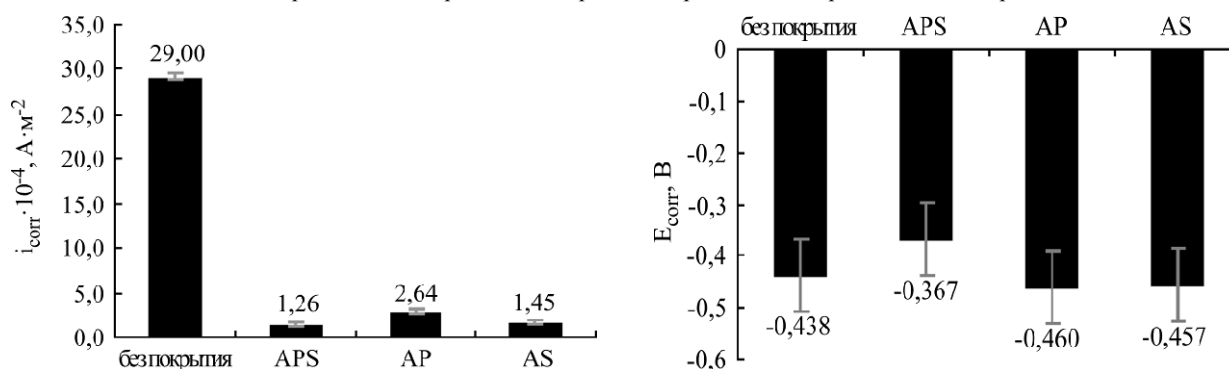


Рис. 6. Потенциал и ток коррозии для образцов, обработанных в различных электролитах.

Таблица 3. Электрохимические параметры образцов

Образец	β_a (В/дек)	β_c (В/дек)	R_p (Ом·м ²)
Без покрытия	0,497	0,126	15
APS	0,527	0,273	628
AP	0,534	0,225	310
AS	0,582	0,232	545

Наибольшее поляризационное сопротивление наблюдается у образца, обработанного в APS электролите, что объясняет минимальный ток коррозии.

По совокупности всех проведенных исследований наиболее эффективным электролитом (среди щелочных силикатно-фосфатных) для ПЭО циркониевого сплава Zr-1Nb представляется APS электролит. Для образцов, обработанных в APS электролите, были проведены ускоренные эксплуатационные испытания, что позволяет получить информацию о состоянии образцов после эксплуатации в более короткий промежуток времени.

2.4. Ускоренные эксплуатационные испытания

Ускоренные эксплуатационные испытания проводились для образцов, обработанных в APS электролите, и образцов без покрытия.

После ускоренных эксплуатационных испытаний на водную коррозию образцов с ПЭО-покрытием тетрагональная модификация ZrO_2 не фиксируется рентгеновским методом, покрытие содержит только кристаллическую фазу моноклинного ZrO_2 , то есть при работе при повышенных температурах происходит постепенный фазовый переход оксида циркония в термодинамически более равновесное состояние. Поэтому возникает необходимость в проведении дальнейших исследований, направленных на поиск стабилизирующих факторов, позволяющих сохранять высокотемпературную t- ZrO_2 фазу в условиях эксплуатации. На поверхности образца без покрытия сформировалась темная, плотная матовая окисная пленка. На образцах с покрытием отмечается наличие на поверхности оксидной пленки белого цвета, что не допускается по методике предприятия-изготовителя

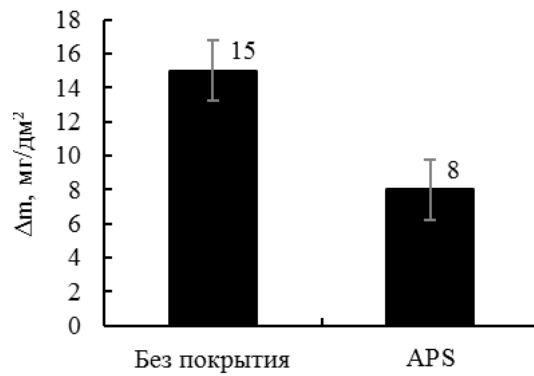


Рис. 7. Прирост массы после ускоренных испытаний.

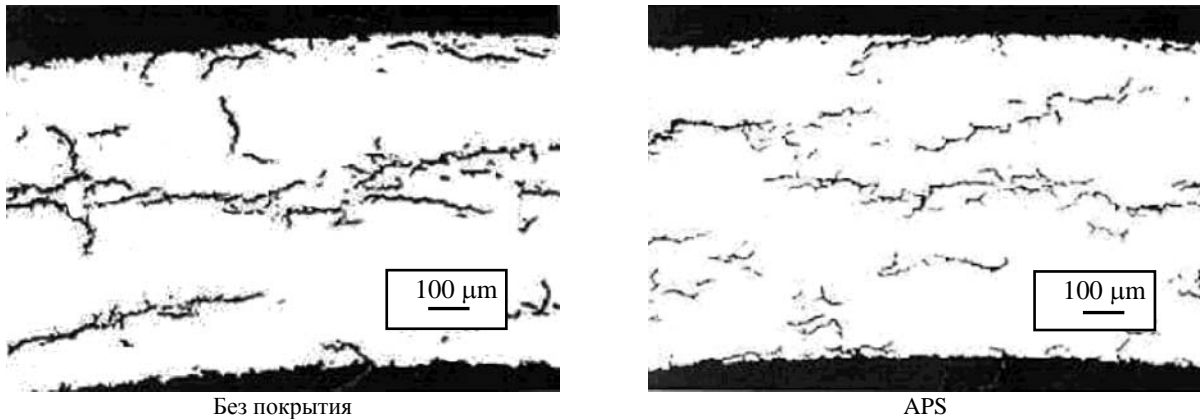


Рис. 8. Оптические фотографии поперечного шлифа труб со сформированными в результате ускоренных испытаний гидродами: без покрытия и с ПЭО-покрытием, полученным в электролите APS.

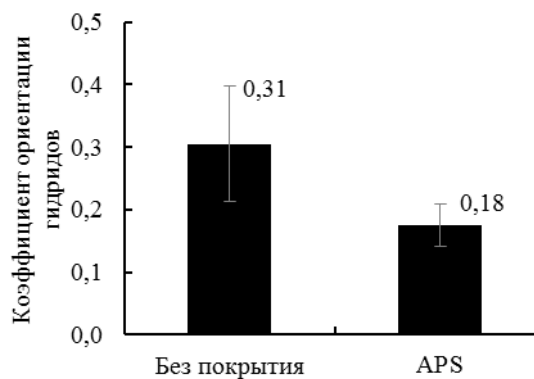


Рис. 9. Коэффициент ориентации гидридов для образца без покрытия и с ПЭО-покрытием, полученным в электролите APS.

материала. При идентичности фазового состава продуктов коррозии данный эффект может быть связан с влиянием аморфных соединений Si, Na, K, зафиксированных в покрытии. Данное обстоятельство требует дальнейших исследований.

На рис. 7 приведены результаты испытаний на весовую коррозию, из которого видно, что весовой показатель коррозии – прирост массы – выше у необработанного образца. Полученный результат хорошо согласуется с данными электрохимических испытаний.

Как отмечалось выше, в процессе эксплуатации циркониевого сплава в ядерном реакторе возникает проблема возможного растрескивания изделия в связи с неблагоприятной ориентацией гидридов, образование которых связано с насы-

щением сплава водородом в результате водной коррозии. После ускоренных испытаний для определения коэффициента ориентации гидридов на поверхности образцов (труба 9,10×7,73 мм) с покрытием и без покрытия сформировалась белая плотная оксидная пленка. На рис. 8 приведены оптические фотографии поперечного шлифа стенок труб со сформированными в результате ускоренных испытаний гидродами.

Из рис. 8 видно, что для образца с покрытием заметны уменьшение длины и степени разветвленности сетки гидридов, а также уменьшение числа радиально растущих гидридов. Результаты расчета коэффициента ориентации гидридов представлены на рис. 9.

Как видно из рис. 9, для образца с покрытием данный критически важный для твэлов параметр не увеличивается. Следовательно, можно говорить о благоприятном воздействии ПЭО-покрытия на защиту от водной коррозии, что свидетельствует о правильности выбранной методики разработки защитных покрытий для реакторных циркониевых сплавов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В статье описано исследование влияния состава электролита на защитные свойства ПЭО-покрытия, сформированного на циркониевом сплаве Zr-1Nb. Установлено что по совокупности характеристик наиболее эффективным является щелочной электролит, одновременно содержащий добавки пирофосфата и силиката натрия (APS). Покрытия, полученные в данном электролите, имеют наименьшую пористость, средние значения толщины покрытия и шероховатости поверхности, наибольшую адгезионную прочность покрытия. Оксидное покрытие ZrO_2 , полученное в APS электролите, имеет соотношение атомных процентов, близкое к идеальному, и содержит не только моноклинную, но и тетрагональную фазы. По результатам электрохимических испытаний установлено, что ПЭО более чем на порядок снижает ток коррозии, при этом покрытие, полученное в APS электролите, имеет наиболее пассивную поверхность, наименьший ток коррозии и наибольшее поляризационное сопротивление. Результаты ускоренных эксплуатационных испытаний показали снижение весовой коррозии образцов в 1,8 раза и уменьшение коэффициента ориентации гидридов в 1,7 раза по сравнению с необработанным образцом.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Авторы выражают благодарность Российскому фонду фундаментальных исследований и Индийскому департаменту науки и технологий за финансовую поддержку исследований (совместный проект № 16-53-48008).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

ЛИТЕРАТУРА

- Lin J., Li H., Szpunar J.A., Bordoni R. et al. *Mater Sci and Engin.* 2004, **381**, 104–112.
- Cheng Y., Matykina E., Arrabal R., Skeldon P. et al. *Surf Coat Tech.* 2012, **206**(14), 3230–3239.
- Jeong Y.H., Lee K.O., Kim H.G. *J Nucl Mater.* 2002, **302**, 9–19.
- Motta A.T., Yilmazbayhan A., da Silva M.J.G., Comstock R.J. et al. *J Nucl Mater.* 2007, **37**(1–3), 61–75.
- Theaker J.R., Choubey R., Moan G.D., Aldridge S.A. et al. *Proceedings of Tenth International Symposium "Zirconium in the Nuclear Industry"*. 21–24 June 1993, Baltimore, ASTM, 1994. P. 221–242.
- Борисов А.М., Востриков В.Г., Романовский Е.А., Ткаченко Н.В и др. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.* 2013, (4), 76–80.
- Klapkiv M.D., Povstyana N.Yu., Nykyforchyn H.M. *Mater Sci.* 2006, **42**(2), 277–286.
- Zhang D., Bai X., Chen B., Liu F. et al. *Rare Met Mater Eng.* 2003, **32**, 658–661.
- Apelfeld A.V., Ashmarin A.A., Borisov A.M., Vinogradov A.V. et al. *Surf Coat Technol.* 2017, **328**, 513–517.
- Malinovschi V., Marin A., Negrea D., Andrei V., Coasa E. *Mater Res Express.* 2017, **4**(9), doi:10.1088/2053-1591/aa87c9.
- Malinovschi V., Marin A., Negrea D., Andrei V. et al. *Appl Surf Sci.* 2018, **451**, 169–179.
- Simka W., Sowa M., Socha R.P., Maciej A., Michalska J. *Electrochim Acta.* 2013, (104), 518–525.
- Cheng Y., Wu F., Dong, J., Wu X. et al. *Electrochim Acta.* 2012, (85), 25–32.
- Xue W., Zhu Q., Jin Q., Hua M. *Mater Chem Phys.* 2010, **120**, 656–660.
- Cheng Y., Matykina E., Skeldon P., Thompson G. *Electrochim Acta.* 2011, **56**, 8467–8476.
- Farrakhov R.G., Mukaeva V.R., Fatkullin A.R., Gorbatkov M.V. et al. *IOP Conf Ser Mater Sci and Engin.* 2017, **292**, 012006.
- Zou Z., Xue W., Jia X., Du J. et al. *Surf Coat Technol.* 2013, **222**, 62–67.
- Matykina E., Arrabal R., Skeldon P., Thompson G.E. et al. *Surf Coat Technol.* 2010, **204**(14), 2142–2151.
- Cheng Y., Cheng W.F. *Trans Nonferrous Met Soc China.* 2012, **22**, 1638–1646.
- Stojadinovic S., Radic-Peric J., Vasilic R., Peric M. *Appl Spectr.* 2014, **68**(1), 101–112.
- Arun S., Hariprasad S., Ravisankar B., Parfenov E. et al. *Trans Indian Inst Met.* 2018, **71**(7), 1699–1713.
- Парфенов Е.В., Фаррахов Р.Г., Мукаева В.Р., Горбатков М.В. и др. *Вестник УГАТУ.* 2016, **204**(74), 23–31.
- Scully J.R. *Corrosion.* 2000, **56**(2), 199–218.
- Patnaik P. *Handbook of inorganic chemicals.* MGH, 2003. 1125 p.
- Рипан Р., Четяну И. *Неорганическая химия. Том 2. Химия металлов.* М.: Мир, 1972. 865 с.

Summary

The paper discusses the effect of the electrolyte composition on the protective properties of the PEO coating on the Zr-1Nb zirconium alloy. To assess the functional properties of the coatings, its topography and microstructure, elemental and phase content were studied, and electrochemical and accelerated operational tests to identify the most efficient electrolyte were performed. It was found that the coatings obtained in the silicate-phosphate electrolyte exhibit the best protective properties.

Keywords: plasma electrolytic oxidation, zirconium alloy, electrochemical tests, coefficient of hydride orientation, hydrogen pickup.