

ABSTRACT AND REFERENCES
MATERIALS SCIENCE

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.297773

DETERMINING THE INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL
PARAMETERS OF ELECTRON BEAM SURFACING
PROCESS ON THE MICROSTRUCTURE AND
MICROHARDNESS OF Ti-6Al-4V ALLOY (p. 6-12)

Vladyslav Matviichuk

E. O. Paton Electric Welding Institute
of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9304-6862>

Vladimir Nesterenkov

E. O. Paton Electric Welding Institute
of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7973-1986>

Olena Berdnikova

E. O. Paton Electric Welding Institute
of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9754-9478>

This paper reports the devised technology and equipment for manufacturing parts and assemblies with pre-defined properties by 3D printing methods. Underlying the technology is the application of a high-power electron beam to fuse metal powder in a vacuum chamber with the formation of successive layers that repeat the contours of the digital model of the product.

The object of research is the process of surfacing products made of Ti6Al4V titanium alloy powder. The influence of technological parameters (speed and power of the electron beam) on the formation of the structure of the deposited metal and its mechanical properties was investigated.

3 samples printed under 3 modes were studied: beam speed, 270, 540, and 780 mm/s; power, 240, 495, and 675 W, respectively. The beam energy density was 44.5 J/mm³; the trajectory displacement step was 0.2 mm; the dynamic focusing current Idf was -0.31 A; and the powder layer thickness was 0.1 mm.

The samples were examined by conventional methods. The structures were studied using an optical microscope, images were recorded with a camera. The Vickers hardness was measured with a microhardness meter in the direction from the technological supports to the surface of the sample, as well as along the surface of the product, and in the layers of the middle part of the sample.

It was established that the articles had a dense cast structure of surfaced metal. On all samples, large crystallites with a uniform lamellar-acicular structure of α' -phase with a small amount of β -phase are formed along the height, mostly without defects with uniform microhardness both along the height and along the surface.

It was determined that the surfacing mode at beam speed, 240 mm/s; power, 270 W is the most rational for practical use. Under this mode, a stronger structure is formed when it is crushed, reducing the width of the crystallites by 1.55 and 1.17 times compared to other modes.

Keywords: electron beam surfacing, titanium alloy, Ti-6Al-4V, technological parameters, metallographic studies.

References

- Matviichuk, V. A., Nesterenkov, V. M., Berdnikova, O. M. (2022). Additive electron beam technology of manufacture of metal products from powder materials. *Avtomatičeskaâ Svarka* (Kiev), 2022 (2), 16–25. <https://doi.org/10.37434/as2022.02.03>
- Matviichuk, V., Nesterenkov, V., Berdnikova, O. (2022). Determining the influence of technological parameters of the electron-beam surfacing process on quality indicators. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, 1 (12 (115)), 21–30. <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2022.253473>
- Wanjara, P., Backman, D., Sikar, F., Gholipour, J., Amos, R., Patnaik, P., Brochu, M. (2022). Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Additively Manufactured by Electron Beam Melting with 3D Part Nesting and Powder Reuse Influences. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 6 (1), 21. <https://doi.org/10.3390/jmmp6010021>
- Tan, X., Kok, Y., Tan, Y. J., Descoins, M., Mangelinck, D., Tor, S. B. et al. (2015). Graded microstructure and mechanical properties of additive manufactured Ti-6Al-4V via electron beam melting. *Acta Materialia*, 97, 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.036>
- Kok, Y., Tan, X., Tor, S. B., Chua, C. K. (2015). Fabrication and microstructural characterisation of additive manufactured Ti-6Al-4V parts by electron beam melting. *Virtual and Physical Prototyping*, 10 (1), 13–21. <https://doi.org/10.1080/17452759.2015.1008643>
- Kok, Y. H., Tan, X. P., Loh, N. H., Tor, S. B., Chua, C. K. (2016). Geometry dependence of microstructure and microhardness for selective electron beam-melted Ti-6Al-4V parts. *Virtual and Physical Prototyping*, 11 (3), 183–191. <https://doi.org/10.1080/17452759.2016.1210483>
- Ran, J., Jiang, F., Sun, X., Chen, Z., Tian, C., Zhao, H. (2020). Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Fabricated by Electron Beam Melting. *Crystals*, 10 (11), 972. <https://doi.org/10.3390/cryst10110972>
- Wang, X., Chou, K. (2018). EBSD study of beam speed effects on Ti-6Al-4V alloy by powder bed electron beam additive manufacturing. *Journal of Alloys and Compounds*, 748, 236–244. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.173>
- Sino-Euro Materials Technologies. Available at: <https://en.c-semt.com/ti/>
- Grabin, V. F. (1975). *Osnovy metallovedeniya i termicheskoy obrabotki svarynyh soedineniy iz titanovyh splavov*. Kyiv: Naukova dumka, 263.
- Zamkov, V. N. (Ed.) (1986). *Metallurgiya i tehnologiya svarki titana i ego splavov*. Kyiv: Naukova dumka, 240.

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.298302

SYNTHESIS OF NANOCRYSTALLINE NICKEL
VIA PULSED CURRENT ELECTRODEPOSITION
IN ADDITIVE-FREE DEPOSITION BATH
AND COMPARISON OF NANOSCALE
CHARACTERIZATION (p. 13-19)

Rahmad Imbang Tritjahjono
Politeknik Negeri Bandung, Ciwaruga, Bandung, Indonesia
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6586-1352>

An experimental investigation on synthesis of nanocrystalline nickel by pulsed current electrodeposition has been carried out in an additive-free Watts bath employing nickel-sulphate solution with similar nickel ion concentrations. Aluminum was used as a substrate. It demonstrated the advantage of easier removal process of electrodeposited nanocrystalline nickel from its substrate. Whereas the use of high-purity nickel anode was intended to replace nickel ions, which decreased during electrodeposition. Different peak current densities of 450, 750 and 1000 mA/cm² were applied. A pulsed current was set at a similar pulse pattern of on-time and off-time of 1 ms and 9 ms respectively. The shorter on-time demonstrated the ability to limit ion deposition, which was related to the formation of finer grains. The off-time arrangement was targeted to ensure that the ion mobility had completely stopped. Higher current density

demonstrated a dominant impact on deposits, generating a higher nucleation rate that is related to depositing nanocrystalline nickel. A peak current density of 1000 mA/cm² produced grain sizes in the nanoscale regime.

Without any additional additive, nanocrystalline nickel was successfully yielded. Investigation of grain size obtained from the 1000 mA/cm² has been conducted by extracting full width at half maximum peak intensity (FWHM) revealed from X-ray diffraction (XRD) and Transmission Electron Microscopy (TEM) exhibited consistent results of 22 nm and 25.4±3.4 nm, respectively. It is also evidence of the significant role of pulsed current density. In inclusion, nanocrystalline nickel can be synthesized in an electrodeposition bath without any addition of additives.

Keywords: nanocrystalline, nickel, nanoscale, electrodeposition, additive, pulsed current, nucleation rate, pyramidal, FWHM.

References

1. Wasekar, N. P., Haridoss, P., Seshadri, S. K., Sundararajan, G. (2016). Influence of mode of electrodeposition, current density and saccharin on the microstructure and hardness of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings. *Surface and Coatings Technology*, 291, 130–140. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.02.024>
2. Dong, Y., Yang, H., Zhang, L., Li, X., Ding, D., Wang, X. et al. (2020). Ultra-Uniform Nanocrystalline Materials via Two-Step Sintering. *Advanced Functional Materials*, 31 (1). <https://doi.org/10.1002/adfm.202007750>
3. Zhang, F., Yao, Z., Moliar, O., Tao, X., Yang, C. (2020). Nanocrystalline Ni coating prepared by a novel electrodeposition. *Journal of Alloys and Compounds*, 830, 153785. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.153785>
4. Klapper, H. S., Zadorozne, N. S., Rebak, R. B. (2017). Localized Corrosion Characteristics of Nickel Alloys: A Review. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 30 (4), 296–305. <https://doi.org/10.1007/s40195-017-0553-z>
5. Wang, F., Li, L., Liu, J., Shu, Q. (2017). Research on tool wear of milling nickel-based superalloy in cryogenic. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 91 (9-12), 3877–3886. <https://doi.org/10.1007/s00170-017-0079-6>
6. Zhou, X., Ouyang, C. (2017). Anodized porous titanium coated with Ni-CeO₂ deposits for enhancing surface toughness and wear resistance. *Applied Surface Science*, 405, 476–488. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.02.034>
7. Merita, F., Umemoto, D., Yuasa, M., Miyamoto, H., Goto, T. (2018). Electrodeposition of nanocrystalline nickel embedded with inert nanoparticles formed via inverse hydrolysis. *Applied Surface Science*, 458, 612–618. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.07.123>
8. Gu, C., Lian, J., He, J., Jiang, Z., Jiang, Q. (2006). High corrosion-resistance nanocrystalline Ni coating on AZ91D magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 200 (18-19), 5413–5418. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.07.001>
9. Zhou, X., Wu, F., Ouyang, C. (2017). Electroless Ni–P alloys on nanoporous ATO surface of Ti substrate. *Journal of Materials Science*, 53 (4), 2812–2829. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1686-1>
10. Fratesi, R., Ruffini, N., Malavolta, M., Bellezze, T. (2002). Contemporary use of Ni and Bi in hot-dip galvanizing. *Surface and Coatings Technology*, 157 (1), 34–39. [https://doi.org/10.1016/s0257-8972\(02\)00137-8](https://doi.org/10.1016/s0257-8972(02)00137-8)
11. Zeng, C., Tian, W., Liao, W. H., Hua, L. (2016). Microstructure and porosity evaluation in laser-cladding deposited Ni-based coatings. *Surface and Coatings Technology*, 294, 122–130. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.03.083>
12. Sadeghimeresht, E., Markocsan, N., Nylen, P., Bjorklund, S. (2016). Corrosion performance of bi-layer Ni/Cr₂C₃–NiCr HVAF thermal spray coating. *Applied Surface Science*, 369, 470–481. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.002>
13. John, A., Saeed, A., Khan, Z. A. (2023). Influence of the Duty Cycle of Pulse Electrodeposition-Coated Ni-Al₂O₃ Nanocomposites on Surface Roughness Properties. *Materials*, 16 (6), 2192. <https://doi.org/10.3390/ma16062192>
14. Matsui, I., Watanabe, A., Takigawa, Y., Omura, N., Yamamoto, T. (2020). Microstructural heterogeneity in the electrodeposited Ni: insights from growth modes. *Scientific Reports*, 10 (1). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-62565-z>
15. Watanabe, A., Yamamoto, T., Takigawa, Y. (2022). Tensile strength of nanocrystalline FeCoNi medium-entropy alloy fabricated using electrodeposition. *Scientific Reports*, 12 (1). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-16086-6>
16. Cheng, A.-Y., Pu, N.-W., Liu, Y.-M., Hsieh, M.-S., Ger, M.-D. (2023). Evaluation of Ni–B alloy electroplated with different anionic groups. *Journal of Materials Research and Technology*, 27, 8360–8371. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.11.243>
17. Rashidi, A. M., Amadeh, A. (2008). The effect of current density on the grain size of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings. *Surface and Coatings Technology*, 202 (16), 3772–3776. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.01.018>
18. Moti, E., Sharifi, M. H., Bahrololoom, M. E. (2008). Electrodeposition of nanocrystalline nickel by using rotating cylindrical electrodes. *Materials Chemistry and Physics*, 111 (2-3), 469–474. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2008.04.051>
19. Liu, H., Wang, H., Ying, W., Liu, W., Wang, Y., Li, Q. (2020). Influences of Duty Cycle and Pulse Frequency on Properties of Ni-SiC Nanocomposites fabricated by Pulse Electrodeposition. *International Journal of Electrochemical Science*, 15 (10), 10550–10569. <https://doi.org/10.20964/2020.10.33>
20. Lv, B., Hu, Z., Wang, X., Xu, B. (2015). Electrodeposition of nanocrystalline nickel assisted by flexible friction from an additive-free Watts bath. *Surface and Coatings Technology*, 270, 123–131. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.03.012>
21. Nayana, K. O., Ranganatha, S., Shubha, H. N., Pandurangappa, M. (2019). Effect of sodium lauryl sulphate on microstructure, corrosion resistance and microhardness of electrodeposition of Ni–Co₃O₄ composite coatings. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 29 (11), 2371–2383. [https://doi.org/10.1016/s1003-6326\(19\)65143-5](https://doi.org/10.1016/s1003-6326(19)65143-5)
22. Chauhan, M., Mohamed, F. A. (2006). Investigation of low temperature thermal stability in bulk nanocrystalline Ni. *Materials Science and Engineering: A*, 427 (1-2), 7–15. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.10.039>

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.299067

THE EFFECT OF CARBON BLACK PERCENTAGE ON MECHANICAL PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF POLYBUTYLENE TEREPHTHALATE/POLYAMIDE 6/CARBON BLACK BLENDS (p. 20–26)

Pham Thi Hong Nga

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6965-6727>

Hua Phan Hieu

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam

ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-6159-8719>

Ngo Quoc Bao

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam

ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-7422-5228>

Ha Trong Kien

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam

ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-3860-0665>

Nguyen Vinh Tien

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1863-4138>

Nguyen Chi Thanh

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3638-9903>

Pham Quan Anh

Ho Chi Minh City University of Technology and Education,
Ho Chi Minh City, Vietnam
ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-4719-4262>

This study focuses on analyzing the influence of carbon black (CB) on Polybutylene terephthalate (PBT)/Polyamide 6 (PA6) blends. This study aims to solve the source of waste from toothbrush filament during production. This PBT/PA6 mixture does not meet the mechanical properties due to the incompatibility of these two plastics, which means this waste must be discarded and cannot be reused. When combined with CB, it creates a new type of plastic with more stable mechanical properties that can be applied in many areas of life and, at the same time, helps manufacturing businesses save on waste treatment costs. To create these PBT/PA6/CB blends, the research team used injection molding with a PBT/PA6 ratio of 75/25 combined with 0, 4, 8, and 12 % carbon black. The tensile and impact strength were tested according to the ASTM D638 and ASTM D256 standards. The results found that when adding 4 % CB to the PBT/PA6 plastic mixture, the tensile strength decreased from 34.9 to 34.8 MPa. Meanwhile, the tensile strength is improved when adding 8 % CB (35.3 MPa). At 12 % CB, a difference in tensile strength results, decreasing to 29.7 MPa. This result shows that the ratio 75/25 can give the best tensile strength value of the PBT/PA6 mixture with 8 wt. % CB. The impact strength was 3.5, 2.9, and 2.7 kJ/m² according to 4, 8, and 12 % CB samples. Mechanical quality tests have shown that the tensile strength is improved when combining CB into the PBT/PA6 mixture, but the impact strength is reduced. SEM results show that most CB interacts with PBT/PA6 mainly because the PA6 particles are spherical and tend to separate easily from the mixture. The research found that increasing CB density worsens the bonding ability between PBT and PA6. These results help us provide experience for the most appropriate application for each purpose.

Keywords: PBT/PA6 blend, PBT, carbon black, tensile strength, impact strength, microstructure.

References

- Mohanty, A. K., Vivekanandhan, S., Pin, J.-M., Misra, M. (2018). Composites from renewable and sustainable resources: Challenges and innovations. *Science*, 362 (6414), 536–542. <https://doi.org/10.1126/science.aat9072>
- Banik, K., Mennig, G. (2008). Effect of mold temperature on the long-term viscoelastic behavior of polybutylene terephthalate. *Polymer Engineering & Science*, 48 (5), 957–965. <https://doi.org/10.1002/pen.20989>
- Li, H., Wang, J., Li, G., Lu, Y., Wang, N., Zhang, Q., Qu, X. (2016). Preparation of core-shell structured particle and its application in toughening PA6/PBT blends. *Polymers for Advanced Technologies*, 28 (6), 699–707. <https://doi.org/10.1002/pat.3969>
- Lievana, E., Karger-Kocsis, J. (2003). Impact modification of PA-6 and PBT by epoxy-functionalized rubbers. *Macromolecular Symposia*, 202 (1), 59–66. <https://doi.org/10.1002/masy.200351206>
- Chiou, K.-C., Chang, F.-C. (2000). Reactive compatibilization of polyamide-6 (PA 6)/polybutylene terephthalate (PBT) blends by a multifunctional epoxy resin. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 38 (1), 23–33. [https://doi.org/10.1002/\(sici\)1099-0488\(20000101\)38:1<23::aid-polb3>3.0.co;2-y](https://doi.org/10.1002/(sici)1099-0488(20000101)38:1<23::aid-polb3>3.0.co;2-y)
- Wakita, N. (1993). Melt elasticity of incompatible blends of poly(butylene terephthalate)(PBT) and polyamide 6 (PA6). *Polymer Engineering & Science*, 33 (13), 781–788. <https://doi.org/10.1002/pen.760331302>
- Hu, J., Zhang, H.-B., Hong, S., Jiang, Z.-G., Gui, C., Li, X., Yu, Z.-Z. (2014). Simultaneous Improvement in Both Electrical Conductivity and Toughness of Polyamide 6 Nanocomposites Filled with Elastomer and Carbon Black Particles. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 53 (6), 2270–2276. <https://doi.org/10.1021/ie4035785>
- Chang, B. P., Mohanty, A. K., Misra, M. (2018). Tuning the compatibility to achieve toughened biobased poly(lactic acid)/poly(butylene terephthalate) blends. *RSC Advances*, 8 (49), 27709–27724. <https://doi.org/10.1039/c8ra05161e>
- Tran, K. L., Pham, T. H. N., Tran, M. T. U. (2023). Research on tensile strength of PBT/PA6/activated carbon composite materials. Proceeding The International Conference on Science, Education and Viable Engineering (ICSEVEN 2023), 207–215.
- Pham, T. H. N., Phuc, L. H. T., Ngan, L. D. H., Triem, T. D., Uyen, T. M. T., Van Thuc, N. et al. (2023). Effect of Glass Fiber on the Tensile Strength of Poly(butylene terephthalate)/Polyamide 6 Blends. *Polymer Science, Series A*, 65 (5), 543–549. <https://doi.org/10.1134/s0965545x23701158>
- Yang, H., Li, B., Zhang, Q., Du, R., Fu, Q. (2011). Simultaneous enhancement of electrical conductivity and impact strength via formation of carbon black-filler network in PP/EPDM Blends. *Polymers for Advanced Technologies*, 22 (6), 857–862. <https://doi.org/10.1002/pat.1588>
- Huang, J. (2002). Carbon black filled conducting polymers and polymer blends. *Advances in Polymer Technology*, 21 (4), 299–313. <https://doi.org/10.1002/adv.10025>
- Li, H., Tuo, X., Guo, B.-H., Yu, J., Guo, Z.-X. (2021). Comparison of Three Interfacial Conductive Networks Formed in Carbon Black-Filled PA6/PBT Blends. *Polymers*, 13 (17), 2926. <https://doi.org/10.3390/polym13172926>
- Tang, L., Wang, L., Chen, P., Fu, J., Xiao, P., Ye, N., Zhang, M. (2017). Toughness of ABS/PBT blends: The relationship between composition, morphology, and fracture behavior. *Journal of Applied Polymer Science*, 135 (13). <https://doi.org/10.1002/app.46051>
- Xiao, J., Hu, Y., Yang, L., Cai, Y., Song, L., Chen, Z., Fan, W. (2006). Fire retardant synergism between melamine and triphenyl phosphate in poly(butylene terephthalate). *Polymer Degradation and Stability*, 91 (9), 2093–2100. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.01.018>
- Fang, H., Wu, F. (2014). Nonisothermal crystallization kinetics of poly(butylene terephthalate)/multiwalled carbon nanotubes nanocomposites prepared by in situ polymerization. *Journal of Applied Polymer Science*, 131 (19). <https://doi.org/10.1002/app.40849>
- Pham, N. T.-H. (2021). A Study of Recycled Poly(butylene terephthalate) and Low-Density Polyethylene Blend. *Polymer Science, Series A*, 63 (6), 800–803. <https://doi.org/10.1134/s0965545x21060080>
- Sato, Y., Masumizu, S., Sakaue, K., Koyanagi, J., Ohtani, A., Sakai, T. (2022). Evaluation of viscoelastic non-isochoric plastic behavior of PBT and PA6. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 27 (3), 829–841. <https://doi.org/10.1007/s11043-022-09552-1>
- Shuidong, Z., Lingcao, T., Jizhao, L., Hanxiong, H., Guo, J. (2014). Relationship between structure and properties of reprocessed glass fiber reinforced flame retardant poly(butylene terephthalate). *Polymer Degradation and Stability*, 105, 140–149. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2014.04.009>
- Jubinville, D., Chang, B. P., Pin, J.-M., Mohanty, A. K., Misra, M. (2019). Synergistic thermo-oxidative maleation of PA11 as compatibilization strategy for PA6 and PBT blend. *Polymer*, 179, 121594. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2019.121594>

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.297066

EFFECT OF ZnO NANOPARTICLES SYNTHESIZED BY THE IMPROVED METHOD ON THE ANTIBACTERIAL PROPERTIES OF COTTON TEXTILE MATERIALS (p. 27–34)

Tatyana Asaulyuk

Kherson National Technical University, Khmelnytskyi, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5961-6895>

Olga Semeshko

Kherson National Technical University, Khmelnytskyi, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8309-5273>

Yuliya Saribekova

Kherson National Technical University, Khmelnytskyi, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6430-6509>

Irina Kulish

Kherson National Technical University, Khmelnytskyi, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0961-5904>

Ihor Horokhov

Kherson National Technical University, Khmelnytskyi, Ukraine
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9483-4123>

The object of this study is imparting antimicrobial properties to textile materials made from natural fibers and their blends.

The study is aimed at solving the problem of ensuring a prolonged antimicrobial effect of cotton-containing fabrics.

The use of ZnO nanoparticles, synthesized by the simple resource-saving method, as part of polymer-colloidal finishing compositions for the fabrics finishing is proposed. The effectiveness of using synthesized ZnO to impart prolonged antibacterial properties to cotton fabrics was assessed by studying the morphology, chemical composition, and bactericidal activity of nanoparticles.

ZnO nanoparticles were synthesized by direct precipitation method at low temperatures in a short time in an aqueous solution using zinc acetate dihydrate and sodium hydroxide as precursors. The average crystallite size calculated using the Scherrer method is 28 nm. The degree of crystallinity according to X-ray diffraction pattern is 93 %.

Using scanning electron microscopy, the formation of nanoparticles of uniform size in the form of short rods was established and the successfully synthesized ZnO phase in the hexagonal wurtzite structure was confirmed. The chemical purity of the crystalline material was confirmed using energy dispersive analysis. The atomic percentages of the elements are 47.6 % and 52.4 % for Zn and O, respectively. Study of the inhibition zone around fabric disks treated with ZnO showed their high bactericidal activity against air microflora and the gram-negative bacterium P. aeruginosa. It has been established that the use of ZnO as part of a polymer-colloidal system based on the acrylic polymer ensures the resistance of bactericidal treatment to washing.

The reported scientific results are of practical importance for improving the standard technological process for finishing cotton textile materials.

Keywords: ZnO nanoparticles, precipitation method, morphological structure, EDX, antibacterial activity.

References

- Gutarowska, B., Michalski, A. (2012). Microbial Degradation of Woven Fabrics and Protection Against Biodegradation. *Woven Fabrics*. <https://doi.org/10.5772/38412>
- Brar, S. K., Verma, M., Tyagi, R. D., Surampalli, R. Y. (2010). Engineered nanoparticles in wastewater and wastewater sludge – Evidence and impacts. *Waste Management*, 30 (3), 504–520. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2009.10.012>
- Shahidi, S., Wiener, J. (2012). Antibacterial Agents in Textile Industry. *Antimicrobial Agents*. <https://doi.org/10.5772/46246>
- Reshma, A., Brindha Priyadarisini, V., Amutha, K. (2018). Sustainable antimicrobial finishing of fabrics using natural bioactive agents - a review. *International Journal of Life Science and Pharma Research*, 8 (4), 10–20. <https://doi.org/10.22376/ijpbs/lpr.2018.8.4.110-20>
- Sadeghi-Kiakhani, M., Safapour, S. (2016). Improvement of dyeing and antimicrobial properties of nylon fabrics modified using chitosan-poly (propylene imine) dendrimer hybrid. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 33, 170–177. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2015.09.034>
- Arif, D., Niazi, M. B. K., Ul-Haq, N., Anwar, M. N., Hashmi, E. (2015). Preparation of antibacterial cotton fabric using chitosan-silver nanoparticles. *Fibers and Polymers*, 16 (7), 1519–1526. <https://doi.org/10.1007/s12221-015-5245-6>
- Vigneshwaran, N., Arputharaj, A. (2020). Functional Finishing of Cotton Textiles Using Nanomaterials. *Advances in Functional Finishing of Textiles*, 43–56. https://doi.org/10.1007/978-981-15-3669-4_2
- Li, G. R., Hu, T., Pan, G. L., Yan, T. Y., Gao, X. P., Zhu, H. Y. (2008). Morphology–Function Relationship of ZnO: Polar Planes, Oxygen Vacancies, and Activity. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112 (31), 11859–11864. <https://doi.org/10.1021/jp8038626>
- Harun, N. H., Mydin, R. B. S. M. N., Sreekanth, S., Saharudin, K. A., Ling, K. Y., Basiron, N. et al. (2018). Shape-Dependent Antibacterial Activity against Staphylococcus aureus of Zinc Oxide Nanoparticles. *Malaysian Journal of Medicine and Health Sciences*, 14, 141–146. Available at: https://medic.upm.edu.my/upload/dokumen/2018121315303524_MJMHS_SUPP_2018.pdf
- Kolodziejczak-Radzimska, A., Jasionowski, T. (2014). Zinc Oxide – From Synthesis to Application: A Review. *Materials*, 7 (4), 2833–2881. <https://doi.org/10.3390/ma7042833>
- Raha, S., Ahmaruzzaman, Md. (2022). ZnO nanostructured materials and their potential applications: progress, challenges and perspectives. *Nanoscale Advances*, 4 (8), 1868–1925. <https://doi.org/10.1039/d1na00880c>
- Hu, R., Yang, J., Yang, P., Wu, Z., Xiao, H., Liu, Y., Lu, M. (2020). Fabrication of ZnO@Cotton fabric with anti-bacterial and radiation barrier properties using an economical and environmentally friendly method. *Cellulose*, 27 (5), 2901–2911. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02965-1>
- Abramov, O. V., Gedanken, A., Koltypin, Y., Perkas, N., Perelstein, I., Joyce, E., Mason, T. J. (2009). Pilot scale sonochemical coating of nanoparticles onto textiles to produce biocidal fabrics. *Surface and Coatings Technology*, 204 (5), 718–722. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.09.030>
- Asaulyuk, T., Saribekova, Y., Semeshko, O., Kulish, I. (2023). Study of the effect of precursors on the structural characteristics of synthesized ZnO nanoparticles. *Herald of Khmelnytskyi National University. Technical Sciences*, 1 (2 (319)), 15–19. <https://doi.org/10.31891/2307-5732-2023-319-1-15-19>
- Kasahun, M., Yadate, A., Belay, A., Belay, Z., Ramalingam, M. (2020). Antimicrobial Activity of Chemical, Thermal and Green Route-Derived Zinc Oxide Nanoparticles: A Comparative Analysis. *Nano Biomedicine and Engineering*, 12 (1). <https://doi.org/10.5101/nbe.v12i1.p47-56>
- Romadhan, M. F., Suyatma, N. E., Taqi, F. M. (2018). Synthesis of ZnO Nanoparticles by Precipitation Method with Their Antibacterial Effect. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16 (2), 117. <https://doi.org/10.22146/ijc.21153>
- Wang, Z., Li, H., Tang, F., Ma, J., Zhou, X. (2018). A Facile Approach for the Preparation of Nano-size Zinc Oxide in Water/Glycerol with Extremely Concentrated Zinc Sources. *Nanoscale Research Letters*, 13 (1). <https://doi.org/10.1186/s11671-018-2616-0>
- Ramadan, M. A., Nassar, S. H., Montaser, A. S., ElKhatib, E. M., Abdel-Aziz, M. S. (2016). Synthesis of Nano-sized Zinc Oxide and Its Application for Cellulosic Textiles. *Egyptian Journal of Chemistry*, 59 (4), 523–535. <https://doi.org/10.21608/ejchem.2016.1412>
- Wang, B., Zhang, Y., Mao, Z., Yu, D., Gao, C. (2014). Toxicity of ZnO Nanoparticles to Macrophages Due to Cell Uptake and Intracellular Release of Zinc Ions. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 14 (8), 5688–5696. <https://doi.org/10.1166/jnn.2014.8876>

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.297773

ВИЗНАЧЕННЯ ВПЛИВУ ПАРАМЕТРІВ ТЕХНОЛОГІЧНОГО ПРОЦЕСУ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОГО НАПЛАВЛЕННЯ НА МІКРОСТРУКТУРУ І МІКРОТВЕРДІСТЬ СПЛАВУ Ti-6Al-4V (с. 6–12)

В. А. Матвійчук, В. М. Нестеренков, О. М. Берднікова

Представлено розроблену технологію та обладнання для виготовлення методами 3D друку деталей і вузлів із заздалегідь прогнозованими властивостями. В основі технології лежить застосування пучка електронів високої потужності для сплавлення металевого порошку у вакуумній камері з утворенням послідовних шарів, які повторюють контури цифрової моделі виробу.

Об'єктом досліджень є процес наплавлення виробів з порошку титанового сплаву Ti6Al4V. Досліджено вплив технологічних параметрів (швидкості та потужності електронного променя) на формування структури наплавленого металу та його механічні властивості.

Досліджено 3 зразки, які надруковані на 3 режимах: швидкість променя 270, 540 та 780 мм/с з потужністю 240, 495 та 675 Вт відповідно. Густина енергії променя 44,5 Дж/мм³, крок зміщення траєкторії 0,2 мм, струм динамічного фокусування Idf: -0,31 А, товщина шару порошку 0,1 мм були незмінні.

Зразки досліджували традиційними методами. Структури вивчали із застосуванням оптичного мікроскопа, зображення фіксували фотокамерою. Твердість за Віккерсом вимірювали мікротвердометром у напрямку від технологічних опор до поверхні зразка, а також вздовж поверхні виробу та в шарах середньої частини зразка.

Встановлено, що вироби мають щільну литу структуру наплавленого металу. На всіх зразках за висотою формуються великі кристаліти з однорідно пластинчасто-голчастою структурою α' -фази з невеликою кількістю β -фази, переважно без дефектів при рівномірній мікротвердості як за висотою, так і вздовж поверхні.

Визначено, що режим наплавлення: швидкість променю 240 мм/с; потужність 270 Вт є найбільш раціональним для практичного застосування. На цьому режимі відбувається формування більш міцної структури при її подрібненні зменшенні ширини кристалітів в 1,55 та 1,17 разів у порівнянні з іншими режимами.

Ключові слова: електронно-променеве наплавлення, титановий сплав, Ti-6Al-4V, технологічні параметри, металографічні дослідження.

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.298302

СИНТЕЗ НАНОКРИСТАЛІЧНОГО НІКЕЛЮ ЗА ДОПОМОГОЮ ЕЛЕКТРООСАДЖЕННЯ ІМПУЛЬСНИМ СТРУМОМ У ВАННІ ОСАДЖЕННЯ БЕЗ ДОБАВОК ТА ПОРІВНЯННЯ ХАРАКТЕРИСТИК НАНОМАСШТАБІВ (с. 13–19)

Rahmad Imbang Tritjahjono

Експериментальне дослідження синтезу нанокристалічних ніkelів шляхом електроосадження імпульсним струмом було проведено у ванні Watts без добавок із застосуванням розчину сульфату нікелю з аналогічною концентрацією іонів нікелю. В якості підкладки використовувався алюміній. Це продемонструвало перевагу легшого процесу видалення електроосадженого нанокристалічного ніkelю з його підкладки. Тоді як використання високочистого нікелевого анода мало на меті замінити іони нікелю, кількість яких зменшилася під час електроосадження. Були застосовані різні пікові щільності струму 450, 750 і 1000 мА/см². Імпульсний струм був встановлений на подібну схему імпульсів увімкнення та вимкнення 1 мс та 9 мс відповідно. Коротший час увімкнення продемонстрував здатність обмежувати осадження іонів, що було пов'язано з утворенням більш дрібних зерен. Організація перерви була спрямована на те, щоб повністю припинити рух іонів. Вища щільність струму продемонструвала домінуючий вплив на відкладення, створюючи більш високу швидкість зародження, що пов'язано з осадженням нанокристалічного ніkelю. Пікова щільність струму 1000 мА/см² створювала розміри зерен у нанорозмірному режимі.

Нанокристалічний ніkel був успішно отриманий без будь-яких додаткових добавок. Дослідження розміру зерна, отриманого від 1000 мА/см², було проведено шляхом виділення повної ширини на половині максимальної пікової інтенсивності, виявленої за допомогою дифракції рентгенівських променів і трансмісійної електронної мікроскопії, які показали узгоджені результати 22 нм і 25,4±3,4 нм відповідно. Це також свідчить про значну роль густини імпульсного струму. Крім того, нанокристалічний ніkel може бути синтезований у ванні електроосадження без будь-яких добавок.

Ключові слова: нанокристалічний, ніkel, нанорозмір, електроосадження, добавка, імпульсний струм, швидкість зародження, піраміда, повна ширина на половині максимальної пікової інтенсивності.

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.299067

ВПЛИВ ВІДСОТКУ САЖІ НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА МІКРОСТРУКТУРУ СУМІШІ ПОЛІБУТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТУ/ПОЛІАМІДУ 6/САЖІ (с. 20–26)

Pham Thi Hong Nga, Hua Phan Hieu, Ngo Quoc Bao, Ha Trong Kien, Nguyen Vinh Tien, Nguyen Chi Thanh, Pham Quan Anh

Це дослідження зосереджено на аналізі впливу сажі на суміші полібутилентерефталату (ПБТ)/поліаміду 6 (ПА6). Це дослідження спрямоване на виявлення джерела відходів від нитки зубної щітки під час виробництва. Ця суміш ПБТ/ПА6 не відповідає механічним властивостям через несумісність цих двох пластмас, що означає, що ці відходи потрібно викинути та не можна використовувати

повторно. У поєднанні із сажею він створює новий тип пластику з більш стабільними механічними властивостями, який можна застосовувати в багатьох сферах життя, і, в той же час, допомагає виробничим підприємствам заощаджувати витрати на переробку відходів. Для створення цих сумішей ПБТ/ПА6/сажа дослідницька група використовувала ліття під тиском із співвідношенням ПБТ/ПА6 75/25 у поєднанні з 0, 4, 8 та 12 % сажі. Міцність на розтягування та ударну міцність перевіряли відповідно до стандартів ASTM D638 та ASTM D256. Результати показали, що при додаванні 4 % сажі до пластикової суміші ПБТ/ПА6 міцність на розрив зменшилася з 34,9 до 34,8 МПа. Між тим, міцність на розрив покращується при додаванні 8 % сажі (35,3 МПа). При 12 % сажі виникає різниця в міцності на розрив, яка зменшується до 29,7 МПа. Цей результат показує, що співвідношення 75/25 може дати найкраще значення міцності на розрив суміші ПБТ/ПА6 з 8 мас. % сажі. Ударна в'язкість становила 3,5, 2,9 і 2,7 кДж/м² за зразками 4, 8 і 12 % сажі. Механічні випробування якості показали, що міцність на розрив покращується при поєднанні сажі із сумішшю ПБТ/ПА6, але міцність на удар знижується. Результати скінченно-елементного моделювання показують, що більшість сажі взаємодіє з ПБТ/ПА6 головним чином через те, що частинки ПА6 мають сферичну форму та мають тенденцію легко відокремлюватися від суміші. Дослідження показали, що збільшення щільноті сажі погіршує зв'язок між ПБТ і ПА6. Ці результати допомагають отримати досвід для найбільш відповідного застосування для кожної мети.

Ключові слова: суміш ПБТ/ПА6, ПБТ, сажа, міцність на розрив, ударна в'язкість, мікроструктура.

DOI: 10.15587/1729-4061.2024.297066

ВПЛИВ СИНТЕЗОВАНИХ УДОСКОНАЛЕНИМ МЕТОДОМ НАНОЧАСТИНОК ZnO НА АНТИБАКТЕРІАЛЬНІ ВЛАСТИВОСТІ БАВОВНЯНИХ ТЕКСТИЛЬНИХ МАТЕРІАЛІВ (с. 27–34)

Т. С. Асаулюк, О. Я. Семешко, Ю. Г. Сарібекова, І. М. Куліш, І. В. Горохов

Об'єкт дослідження – надання антимікробних властивостей текстильним матеріалам із природних волокон та їх сумішей.

Дослідження спрямоване на вирішення проблеми забезпечення пролонгованої антимікробної дії бавовняновмісних тканин.

Запропоновано застосування наночастинок ZnO, синтезованих простим ресурсозберігаючим методом, у складі полімерно-колоїдних опоряджувальних композицій для заключної обробки тканин. Ефективність використання синтезованого ZnO для надання стійких антибактеріальних властивостей бавовняним тканинам оцінено шляхом дослідження морфології, хімічного складу і бактерицидної активності наночастинок.

Наночастинки ZnO синтезовані методом прямого осадження при низьких температурах за короткий час у водному розчині з використанням цинку ацетату дигідрату і натрію гідроксиду. Середній розмір кристалітів, розрахований за методом Шеррера, становить 28 нм. Ступінь кристалічності за даними рентгенограмами складає 93 %.

Методом скануючої електронної мікроскопії встановлено утворення однорідних за розміром наночастинок у формі коротких стрижнів і підтверджено успішно синтезовану фазу ZnO у гексагональній структурі вюрциту. Хімічна чистота кристалічного матеріалу доведена за допомогою енергодисперсійного аналізу. Атомні відсотки вмісту елементів становлять 47,6 % і 52,4 % для Zn і O відповідно. Дослідження зони інгібування навколо дисків тканин, оброблених ZnO, показало їх високу бактерициду активність проти мікрофлори повітря та грамнегативної бактерії *P. aeruginosa*. Встановлено, що застосування ZnO у складі полімерно-колоїдної системи на основі акрилового полімеру забезпечує стійкість бактерицидної обробки до прання.

Отримані наукові результати мають практичне значення для вдосконалення типового технологічного процесу опорядження бавовняних текстильних матеріалів.

Ключові слова: наночастинки ZnO, метод осадження, морфологічна структура, EDX, антибактеріальна активність.