

# Mikrokapsül uygulanmış kumaşı Chitosan ile kaplamanın mikrokapsüllerin yıkama dayanımı üzerine etkileri

**Temel ERİKCİ\*, Fatma KALAOĞLU**

*İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Programı, 34469, Ayazağa, İstanbul*

## Özet

*Mikrokapsüller, küçük katı partiküllerinin, sıvı damlacıklarının veya sıvı içinde disperse haldeki katıların üzerine mikron mertebesinde ince bir polimer tabakasının kaplanması vasıtasıyla gerçekleştirilen, mikron düzeyindeki bir paketleme tekniği ile üretilirler. Mikrokapsül ihtiva eden kumaşlar, akıllı kumaşlar olarak adlandırılırlar ve kozmetik, terapi, enerji verici, stres azaltıcı, nemlendirici ve konfor özelliği ayrı ayrı veya bazılarını aynı anda beraberce içerebilmektedirler. Mikrokapsüllerin içindeki aktif maddelerin kullanım sırasında çeşitli şekillerde ve zaman içinde yavaş yavaş salınması ile mikrokapsül uygulanmış kumaşlarda amaçlanan aktif maddelerden uzun süre faydalanabilmek mümkün olmaktadır. Mikrokapsüller kumaştaki liflere kullanılan çok özel binderler vasıtasıyla mükemmel bir şekilde bağlanabilmektedir. Bu çalışmada, içinde Myritol 318 (kokonat yağı) ve vitamin E ihtiva eden mikrokapsüller hazırlanmıştır. Fularda emdirme yoluyla, kokonat yağı ve vitamin E içerikli mikrokapsüller %90 poliamid, %10 elastan içeren örme kumaşa tatbik edilmiştir. Üç farklı çapta elde edilen mikrokapsüller, üç farklı reçete ile kumaşa uygulanmıştır. Daha sonra, mikrokapsül tatbik edilmiş kumaş, içerisinde Chitosan laktik asit çözeltisi bulunan fular banyosundan geçirilmiştir. Chitosan çözeltisinden geçirilmiş ve geçirilmemiş mikrokapsül içerikli kumaşlar, elektron mikroskopunda (SEM) ve gazkromatografî altında incelenerek; mikrokapsüllerin yıkama dayanım performansları ve chitosan ile kaplama yapılmış kumaş üzerinde chitosanın yıkama dayanımına olan pozitif etkisi yapılan analizlerin sonuçlarında kendisini göstermiştir.*

**Anahtar Kelimeler:** *Mikrokapsül, mikrokapsül büyüklüğü, chitosan kaplama, yıkama dayanımı, elektron mikroskobu, gazkromatografik analiz.*

\*Yazışmaların yapılacağı yazar: Temel ERİKCİ. [Temelerickci@lifung.com.tr](mailto:Temelerickci@lifung.com.tr); Tel: (212) 414 03 65.

Bu makale, birinci yazar tarafından İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Programı'nda tamamlanmış olan "Kokonat Yağı/Vitamin E' nin mikrokapsülasyonu ve mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarının artırılması" adlı doktora tezinden hazırlanmıştır. Makale metni 25.09.2007 tarihinde dergiye ulaşmış, 03.06.2008 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 31.07.2010 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

## Chitosan coating on microcapsule treated fabric and its effect on laundering durability

### Extended abstract

Micro-encapsulation is a micro-packaging technique which traditionally involved the deposition of thin polymer coatings on small particles of solids, droplets of liquids or dispersions of solids in liquids. Microencapsulated fabrics are among the latest generation of fabrics known as intelligent fabrics, taking into account the functions they perform i.e. cosmetic, with a gradual release of active or volatile micro-capsules for cosmetic, therapeutic, energy-boosting, stress-busting, moisturizing or deodorizing, and, climatic fabrics with phase change micro-capsules which are heat-regulating. A direct fragrance application on garment may not show durability to repeated laundering. But one can think of encapsulating those fragrance inside a capsule, which, when touched breaks and releases the active material inside. These microcapsules can be bonded very well with fibers via using some special type of binders.

The total process of microencapsulation actually covers three separate processes on a time scale. The first process consists of forming a wall around the core material. The second process involves keeping the core inside the wall material so that it does not release. Also, the wall material must prevent the entrance of undesirable materials that may harm the core. And finally, it is necessary to get the core material out beginning at the right time and at the right rate. Since the beginning of the 90's, trade applications of micro-encapsulation in the textile field have appeared. Textile manufacturers show more and more interest in the textile with durable odour or a cosmetic product which is released by the contact with the skin.

Therefore, the numbers of the researches in cosmetic effects of clothing textiles have started to get increased. The main reasons why clothing textiles need cosmetic effects are:

- Body care (not only face and hand care) is one of the major trends in cosmetics.
- Textiles cover a large part of the body for most of the day, which means a unique opportunity for the convenient transfer of cosmetics to large parts of the body.

- Continuous release of small doses of cosmetics may be more effective than single applications of large amounts of well-known drugs.

- Consumers are increasingly interested in and open to textiles with added effects: functional garments are massive trend in textile. On the other side, cosmetic effects of the clothing textile have been facing with some technical challenges in recent years. The main challenges to attach cosmetic ingredients onto textiles are in such a way that

-They are not destroyed in the finishing process.

-They remain stable during storage.

-They are not washed out during further launderings.

-They are transferred to the skin while the textiles are being worn and can therefore produce real controllable effects.

-The main technical challenges are the washing permanency and the controlled release properties.

In this study, Myritol 318 (coconut oil) and vitamin E mixed microcapsules were prepared. By using foulard process, coconut oil/ Vitamin E mixed microcapsules were applied on 30/1 single jersey fabric (90% Polyamide, 10% Lycra), which is 240 g/sqm. Three different recipes were prepared by using three different microcapsule sizes. Furthermore, microcapsule treated fabric passed through the foulard, which had Chitosan lactic acid solution inside. After that, both Chitosan coated and no Chitosan coated fabric were analyzed under SEM (scanning electron microscopy) and under gas-chromatogram to see its laundering durability performance and the positive effect of Chitosan coating on laundering durability were proved after all these analyses.

In this study, it was found out that, as studied with many researchers before, Chitosan played an active role to improve laundering durability by creating a kind of second membrane around microcapsules that are located inside of the fabric. By this way, the membrane shell of the capsules were strengthened with this second layer and the release of the myritol 318 coconut oil were slowed down. Therefore, the microcapsule life could have been extended within the fabric during further home laundering cycles. Creating a kind of second layer around the microcapsule wall decreased the risk of the capsule breakage. Capsules which have thinner membrane are normally much more brittle.

**Keywords:** Microcapsule, microcapsule size, Chitosan coating, laundering durability, scanning electron microscopy and gas-chromatographic analysis.

## **Giriş**

Mikrokapsüller maddelerin mikroskopik seviyede depolanmasını sağlar. Mikrokapsülleme işleminin tamamı esasen birbirinden ayrı üç farklı süreci kapsar. İlk süreç, içerdeki materyalin etrafında bir duvar katmanı oluşturmaktır. İkincisi, içerdeki materyalin oluşturulan bu dış duvar katmanından dışarı çıkışını engellemektir. Yanı sıra, dış duvar katmanı içerdeki materyale zarar verebilecek istenmeyen materyallerin içeri girişini de engellemelidir. İçerdeki materyali dışarıya doğru zaman başlangıcında ve doğru oranda almak ise üçüncü süreç esnasında gerçekleşir (Ronald vd., 2006). 1940'lı yıllardaki ilk kozervasyon çalışmalarından bu yana mikrokapsüllerin kullanım alanları artmış ve çeşitlilik kazanmıştır. 1990'ların başından itibaren ise, tekstil alanında ticari bağlamda mikrokapsüllerin kullanılması kendini göstermeye başlamıştır. Tekstil üreticileri, giysilerin insan vücuduna, derisine temas etmesiyle kumaşın içinden serbest bırakılması mümkün olan; kalıcı kozmetik ürünlere karşı her geçen gün daha fazla ilgi göstermektedirler. Diğer uygulamalar da araştırılmaktadır (böceklerle karşı ürünler, renklendiriciler, vitaminler ve faz değiştiren materyaller).

## **Materyal ve yöntem**

Bu çalışmada, farklı reçeteler içerisinde bulunan farklı büyüklükteki mikrokapsüller %90 poliamid ve %10 elastan içeren Supplex kumaş üzerine uygulanmıştır.

### **Çalışmada kullanılan mikrokapsüllerin üretim aşamaları aşağıda belirtilmiştir:**

Kopoliakrilat suya eklenmiş ve homojen bir biçimde karıştırılmıştır. Kopoliakrilat rasgele dizilmiş karboksil fonksiyonlu anyonik bir polimerdir. Burada, karboksil polimer tamamen polimerize olmuştur, yani geriye herhangi bir monomer kalmamıştır. Karboksil polimeri aynı zamanda iyi bir emülsifiye ve disperse etme özelliğine sahiptir. Bu yüzden, ilave olarak emülsifiye veya disperse edici herhangi bir malzeme kullanmaya gerek yoktur. Melamin-formaldehit (MF) + karboksil polimer birlikte bu çalışmada kullanılan mikrokapsüllerin dış duvarını oluştururlar. Karboksil polimer ile

melamin-formaldehitin kullanım oranları sırasıyla, 80:20 şeklindedir (Mathis, 2006). Bu öncül anyonik polimerlerin kullanılmasının diğer bir sebebi de, bunların yağ esaslı materyaller için ideal disperse edici özellikte olmaları ve mikrokapsüllerin dışındaki polimer tabakasını oldukça kolay bir polimerizasyonla oluşturabilmeleridir. Yanı sıra, bu tip polimerler suda çözünemeyen maddelerin çok iyi disperse olmasını sağlar ve mikrokapsüller istenen damlacık büyüklüğüne ulaştığında dış kapsül tabakasıyla kolayca çapraz bağlar oluşturabilir.

- a) Herhangi bir yağ esaslı suda çözünmeyen madde aktif madde olarak kullanılabilir. Bu çalışmada gazkromatogram altında miktar analizi yapılmasına da olanak sağlayan vitamin E ve myritol yağı (bir çeşit kokonat yağı) aktif madde olarak kullanılmıştır.
- b) Yağ anyonik polimer çözeltisi içerisinde disperse edilir.
- c) Anyonik polimerin yardımıyla, yağ yüzeye çıkmaz ve anyonik polimer çözeltisi içerisinde emülsifiye edilir. Bu yüzden, disperse ve emülsifiye etme özelliği başlangıçta suyun içerisinde ilave edilen anyonik polimerle sağlanır.
- d) Bu aşamada, damlacıkların büyüklüğü oldukça fazladır ve 50 µ civarındadır.
- e) Hâlihazırda etrafı anyonik polimerle kaplı yağ damlacıklarının büyüklüğünü kullanım alanına göre 2 ila 10 µ mertebesine düşürebilmek için; bir karıştırıcı vasıtasıyla mekanik bir kesme kuvveti uygulanır.
- f) Bu aşamadaki kapsüller henüz katlaşıp, sertleşmemiştir. Halen yağlı bir sıvı ve anyonik polimerler mevcuttur ve bunlar yeteri kadar istikrarlı değildirler.
- g) Kapsülleri yeteri kadar stabil hale getirebilmek için, reaktöre çapraz bağlayıcı bir kimyasal madde eklenir ve 80°C'de 30 dakika boyunca reaksiyon devam ettirilir. Kullanılan çapraz bağlayıcı kimyasal madde melamin-formaldehit esaslı bir malzemedir. Melamin-formaldehit (MF) kapsül yüzeyine sağlamlık ve sertlik verir.

- h) En sonunda, yeterli miktarda stabil mikrokapsül dispersiyonu üretilir. Dış duvarın içerdeki aktif maddeye oranı daima 75/25 oranındadır. Bu sayede, duvar et kalınlığı kolayca hesaplanabilmektedir. Kapsül küçüldükçe, duvar da dolayısıyla inceleyecektir (Mathis, 2007).

#### **Kumaşın su taşıma kapasitesi:**

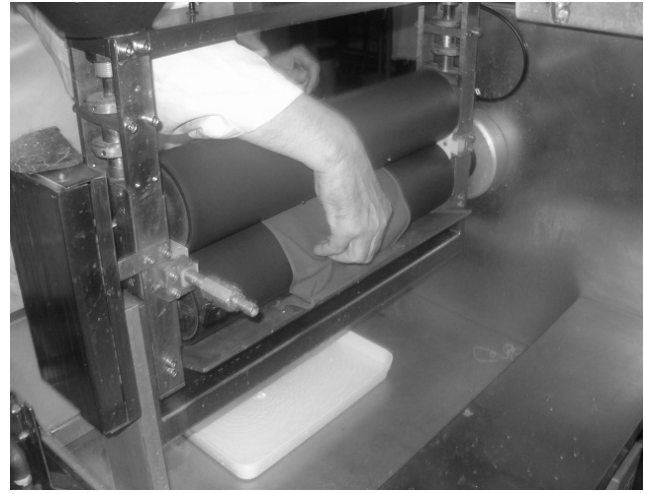
İlk olarak, kuru kumaş ağırlığı ölçülür (Örneğin 19.03 gr.). İkinci olarak, kumaş suya daldırılır ve sonrasında ıslak hale gelen kumaş fular silindirinden 3 m/dak. hızla geçirilerek 5 barlık bir basınç altında sıkılır. Sıkılan kumaşın ağırlığı 29.40 gr olarak ölçülür. Bu yüzden kumaşın su taşıma kapasitesi;  $(29.40-19.03)/19.03 = \% 54.5$  olarak hesaplanır. Farklı çap büyüklüğündeki mikrokapsüllerle değişik reçeteler oluşturulur. Hazırlanan reçetelerin tatbik edildiği kumaşlar, müteakip yıkamalardan sonra, elektron mikroskopu (SEM, LEO/Gemini Supra 35 VP) altında ve gazkromatografik analizle (Agilent 6890) detaylı bir şekilde incelenir. SEM görüntüleri ve gazkromatogram analizleri sayesinde bu çalışmada kullanılan chitosan laktik asit kaplamasının etkileri görülebilecektir.

#### **Kütlesel spektrometrik tarama ile gazkromatografik inceleme:**

Gazkromatograf	: Agilent 6890
Sıcaklık Programı	: 75°C, 0.5 dak.
Kolon	: J&W DB-5HT 30mx 0.32 mm x 0.1 µm film
Taşıyıcı gaz	: helyum, 2 ml/ dak.
Detektör	: MS, Quad, 200°C, kaynak 250°C, tarayıcı 50–500 m/z
Enjektör	: 320°C
Enjeksiyon	: 2 µl ayırım 20:1

Numune hazırlama : Numunenin sıvı çözeltisi tetradecane içeren tetrahydrofuran ile muamele edilir ve 30 dak. boyunca 70°C'de ultrasonik banyo içinde bekletilir. Ekstrakt gazkromatograf ile analiz edilir. Myritol 318 mukayese için referans maddesi olarak kullanılmıştır. (AU064844 -Cognis GmbH). Son olarak, fular uygulaması için, Cognis Laboratuvarları kullanılmıştır.

1. İlk olarak, mikrokapsül dispersiyonu ve binder birleşimi reçetelerinde belirtildiği miktarlarda beherin içine koyulur (Tablo 1).
2. Kumaş numunesi behere daldırılarak tamamen ıslanması sağlanır,
3. Sonrasında, kumaş beherden çıkartılır ve fuların kalender silindirinden 5 barlık bir basınç altında 3 m/dak. lık hızda geçirilir (Şekil 1).
4. Sonuçta, sıkılan kumaş Mathis-Dryer kurutucusundan 3 dakika boyunca 120°C'de işleme tabi tutulur ve kurutulur (Şekil 2).



Şekil 1. Fular prosesi



Şekil 2. Mathis Kurutucu

Tablo 1. Üç farklı boydaki mikrokapsüllerin aplikasyonu ve ikinci fular prosesi ile chitosan kaplanması

FaSch 9024 – 016– A	2–3 µ (Şekil 5)
FaSch 9024 – 016 – B	8–10 µ (Şekil 6)
FaSch 9024 – 016 – C	3–4 µ (Şekil 7)

**Reçete 1. Mikrokapsül aplikasyonu: kapsül A ve ikinci fular prosesi ile chitosan kaplanması**

I. Fular Prosesi		
%5 3001A eldesi için	(5*100/54.4)	9.19g
%0.5 3002A eldesi için	(0.5*100/54.4)	0.92g
%7 Mikrokapsül - A eldesi için	(7*100/54.4)	12.87g
Kimyasalların toplam ağırlığı		22.98g
H <sub>2</sub> O		77.02g
Genel toplam		100g
II. Fular Prosesi		
İkinci fular prosesi ile chitosan kaplanması	Fular banyosunda %3 Chitosan %1.6 laktik asit	Son işlem; 120°C-3dak. kurutma

**Reçete 2. Mikrokapsül aplikasyonu: kapsül B ve ikinci fular prosesi ile chitosan kaplanması**

I. Fular Prosesi		
%5 3001A eldesi için	(5*100/54.4)	9.19g
%0.5 3002A eldesi için	(0.5*100/54.4)	0.92g
%7 Mikrokapsül - B eldesi için	(7*100/54.4)	12.87g
Kimyasalların toplam ağırlığı		22.98g
H <sub>2</sub> O		77.02g
Genel toplam		100g
II. Fular Prosesi		
İkinci fular prosesi ile chitosan kaplanması	Fular banyosunda %3 Chitosan %1.6 laktik asit	Son işlem; 120°C-3dak. kurutma

**Reçete 3. Mikrokapsül aplikasyonu: kapsül C ve ikinci fular prosesi ile chitosan kaplanması**

I. Fular Prosesi		
%5 3001A eldesi için	(5*100/54.4)	9.19g
%0.5 3002A eldesi için	(0.5*100/54.4)	0.92g
%7 Mikrokapsül - C eldesi için	(7*100/54.4)	12.87g
Kimyasalların toplam ağırlığı		22.98g
H <sub>2</sub> O		77.02g
Genel toplam		100g
II. Fular Prosesi		
İkinci fular prosesi ile chitosan kaplanması	Fular banyosunda %3 Chitosan %1.6 laktik asit	Son işlem; 120°C-3dak. kurutma

**Mikrokapsül büyüklüğü**

Bu çalışmada mikrokapsül dispersiyonunun karıştırma devrini değiştirerek üç farklı ebatta mikrokapsül üretilmiştir;

Coulter cihazı kullanılarak, mikrokapsül dispersiyonlarının her birinin çap büyüklük dağılımları ölçülerek grafiğe aktarılır (Şekil 5-Şekil 7). Mikrokapsül dispersiyonu Coulter cihazındaki deliğin içine yerleştirilir (Şekil 4).

**Çalışmada kullanılan binder kaliteleri**

<b>C3001-A</b>	
İçerik	: Silikon emülsiyonu
Form	: Sıvı
Renk	: Beyaz
Koku	: Kokusuz
Viskozite	: 10 cSt - 25°C

Bu hidrofobik karakterli kuvvetli bir binderdir.

**C3002-A**

İçerik	: Silicone emulsion
Form	: Sıvı
Renk	: Beyaz
Koku	: Az
Viskozite	: 20 cSt - 25°C



Şekil 3. Coulter Cihazı

Bu çalışmada kullanılan bütün mikrokapsüllerin içeriği %90 Myritol 318 ve %10 ise vitamin E karışımıdır. Myritol 318 bir çeşit kokonat yağıdır. Aktif madde olarak kokonat yağının kullanılmasının sebepleri şu şekilde sıralanabilir:



Şekil 4. Coulter Cihazı; mikrokapsül dispersiyonu cihazın üzerinde bulunan deliklerin içerisine yerleştirilir

- Kokonat yağı ile iyi bir mikrokapsül dispersiyonu elde edilerek iyi bir mikrokapsül oluşumu sağlanabilir. Myritol 318 berrak, hafif sarımtırak ve kokusuzdur. Düzgün çap dağılım değerinden dolayı, kozmetik ve eczacılıkta cilt bakım ürünlerinde ve kremlerde kullanılabilir.
- Myritol 318 ve vitamin E bu çalışmada kullanılan bir karışım modelidir. Her ikisi de ekstraksiyonlarından sonra kolaylıkla analiz edilebilmektedir ve her ikisi de analitik amaçlı olarak izlemede kullanılır.
- Kokonat yağının diğer yağlara göre raf ömrü daha uzundur. Yüksek sıcaklığa ve çevre şartlarına 2 yıla kadar dayanabilir. Bu özellik, uzun ömürlü mikrokapsül aktif maddesi ihtiva edilebilmesi açısından çok önemlidir.
- Myritol 318 kokonat yağı cilt için çok faydalı özelliklere sahiptir, yanı sıra vitamin E gibi bazı vitaminleri çok iyi çözme kapasitesine sahiptir. Bu çalışmada da vitamin E kullanıldığı için, kokonat yağının kullanılan vitamin E üzerinde çok iyi bir çözücü fonksiyonu olmuştur. Vitamin E ve Myritol 318 karışımı hemen her oranda homojen bir karışım oluşturabilmektedir.
- Kokonat yağı, yağda çözünebilen vitamin E gibi vitaminlerin, minerallerin (özellikle kal-

siyum ve magnezyumun) ve amino asitlerin alınımında ve sindiriminde kolaylaştırıcı etki sağlar. Mikrokapsül ihtiva eden kumaşlardaki mikrokapsüllerin yıkama dayanımını geliştirmek için chitosan kullanılmasının çeşitli sebepleri vardır. Pek çok araştırmacı tarafından da belirtildiği üzere, mikrokapsül üretim metodlarında chitosan çok büyük fayda sağlayan önemli bir polimerdir (Wilson, 2005; Onar vd., 2003; Goud vd., 2005; Hsieh vd., 2006; Zhang vd., 2001; Ye vd., 2006)

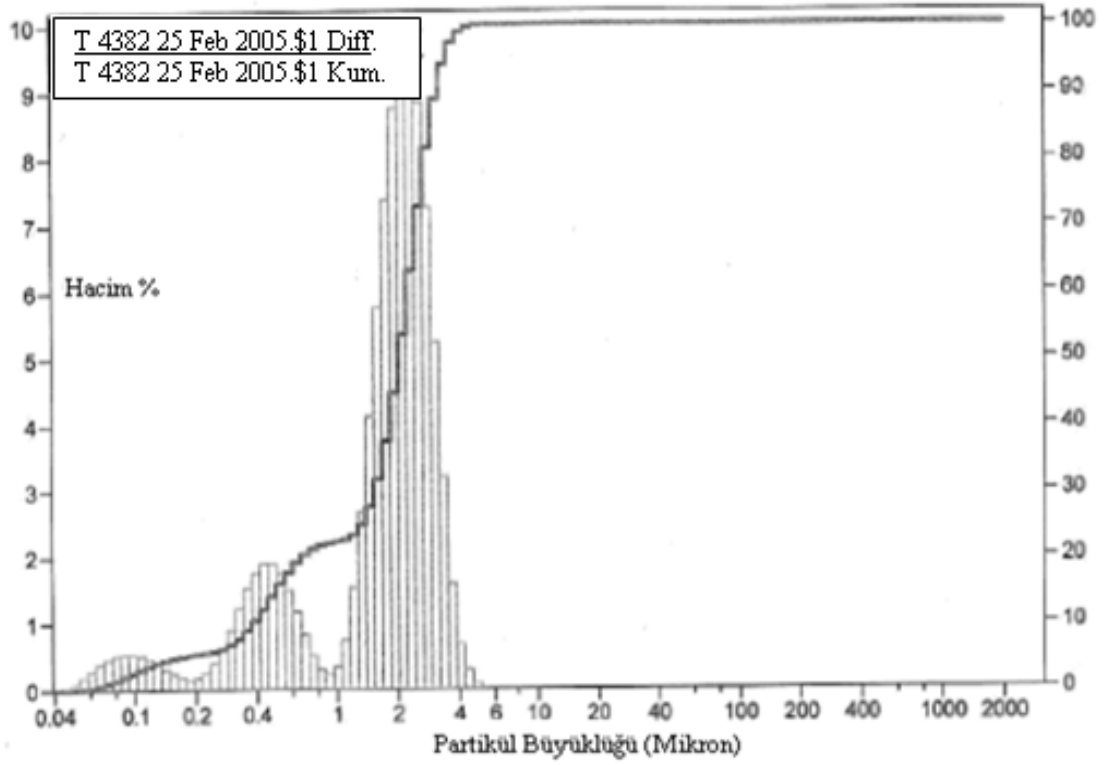
Bu çalışmada ise, chitosan, mikrokapsül dış duvar polimeri olarak kullanılmaktan ziyade, bu kez ikincil bir fular prosesi vasıtasıyla mikrokapsül ihtiva eden kumaşın üzerinde bir nevi kaplama malzemesi olarak kullanılmıştır (Mathis, 2006).

### Deneysel çalışma sonuçları

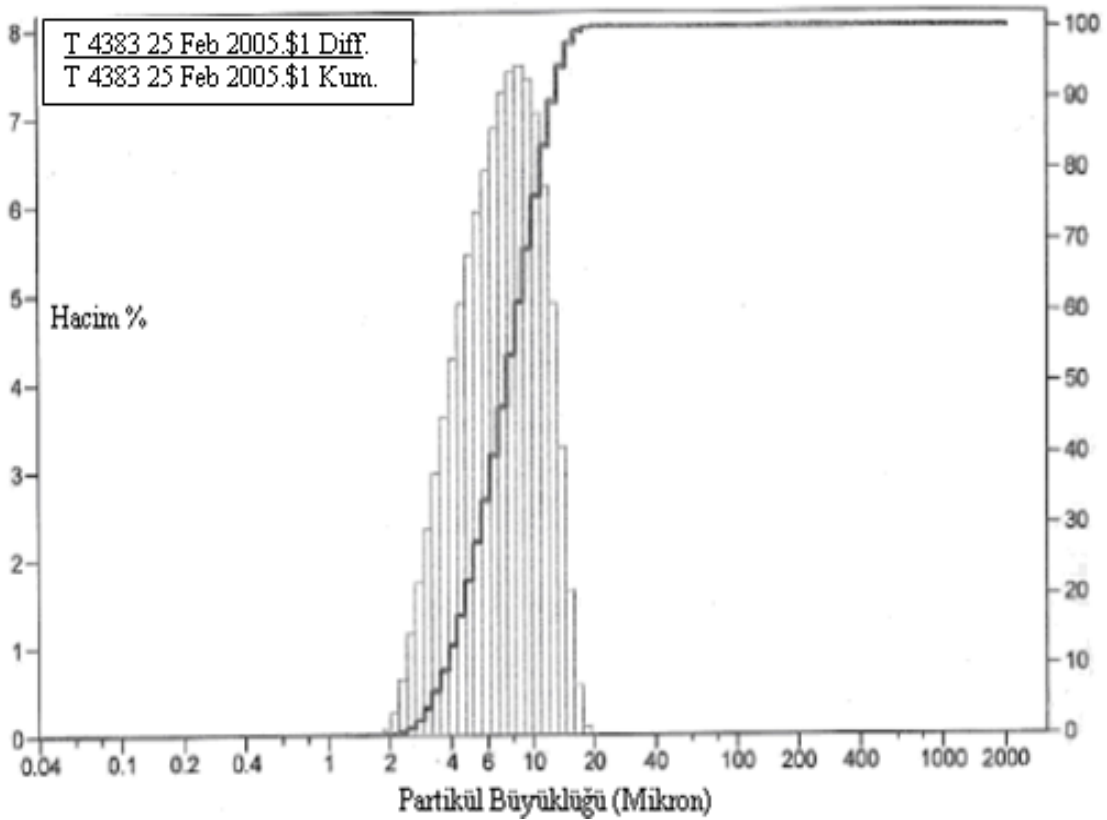
Şekil 5, Şekil 6 ve Şekil 7'de bu çalışmada kullanılmak üzere elde edilen mikrokapsüllerin ortalama partikül büyüklüklerini gösteren Coulter cihazı ile yapılmış ölçüm sonuçları gösterilmektedir. Bu sonuçlara göre A mikrokapsülü çap aralığı 2–3  $\mu$ , B mikrokapsülü çap aralığı 8–10  $\mu$ , C mikrokapsülü çap aralığı 3–4  $\mu$ 'dur.

A, B ve C mikrokapsülleriyle işlem gördükten sonra kumaşların bir bölümü ayrılarak Chitosan ile kaplanmış ve bütün kumaşlar elektron mikroskobu ve gaz kromatografi ile analiz edilmiştir.

Şekil 8, Reçete 1 ile A tipli mikrokapsül uygulanmış; Şekil 9, Reçete 2 ile B tipli mikrokapsül uygulanmış; Şekil 10'da Reçete 3 ile C tipli mikrokapsül uygulanmış Chitosan kaplamasız kumaşın yıkama öncesi ve on yıkama sonrası elektron mikroskop resimlerini göstermektedir. Reçete 1 ve reçete 3 ile yapılan mikrokapsül uygulamalarında 10 yıkamadan sonra mikrokapsüllerin büyük bir kısmının kumaştan ayrıldığı, reçete 2 ile uygulanan mikrokapsüllerin ise 10 yıkamadan sonra kumaştan uzaklaştığı görülmektedir. Şekil 11, Şekil 12 ve Şekil 13 ise Chitosan kaplamalı kumaşların elektron mikroskopik (SEM) sonuçlarını göstermektedir.

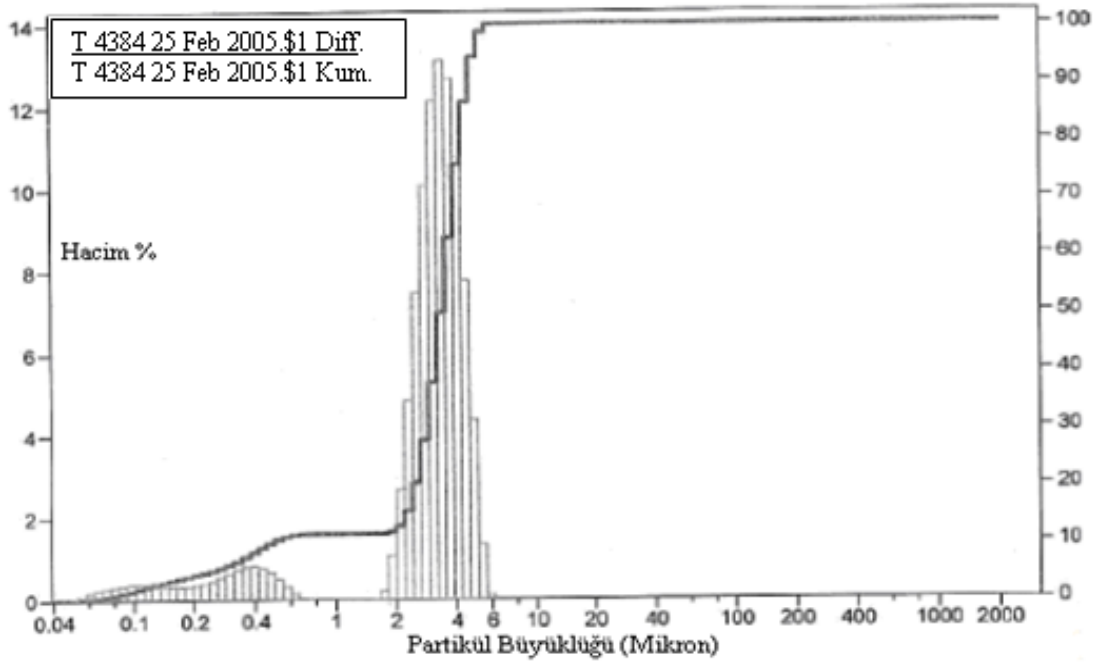


Şekil 5. Çap Büyüklüğü 1.938 µ (Mikroksül A; 2–3 µ)

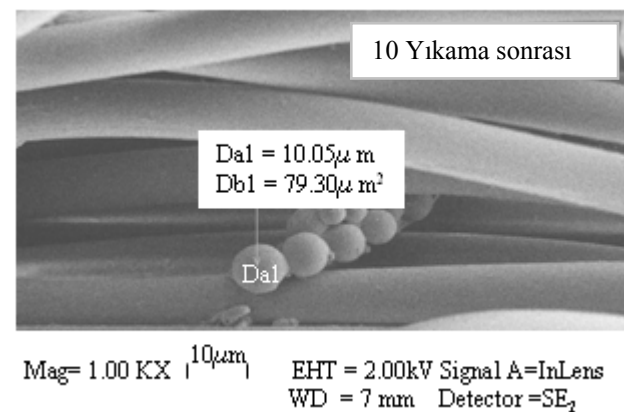
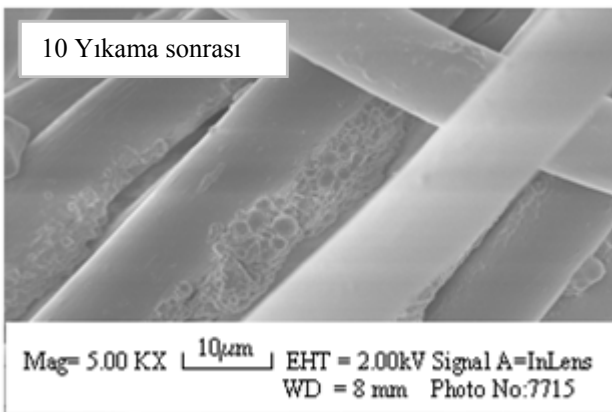
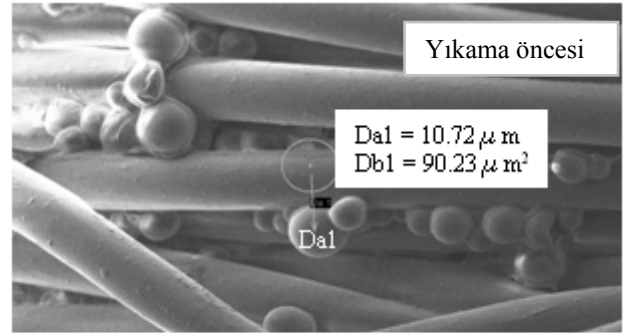
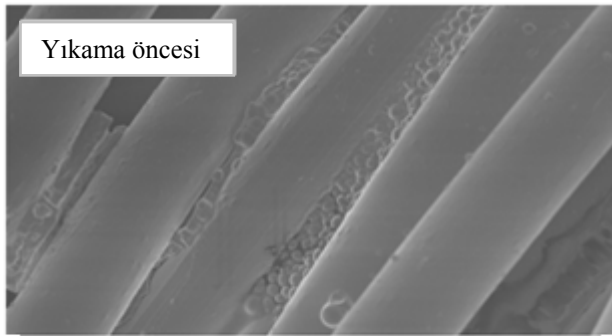


Şekil 6. Çap Büyüklüğü 7.077µ (Mikroksül B; 8–10µ)





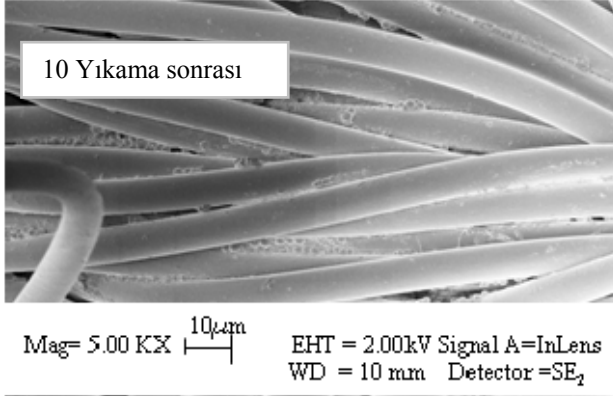
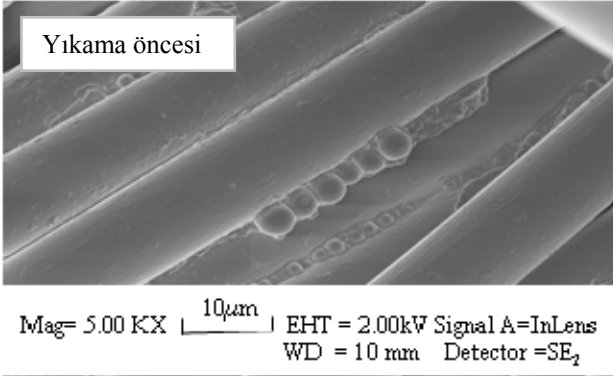
Şekil 7. Çap Büyüklüğü 3.208  $\mu$  (Mikroapsül C; 3–4  $\mu$ )



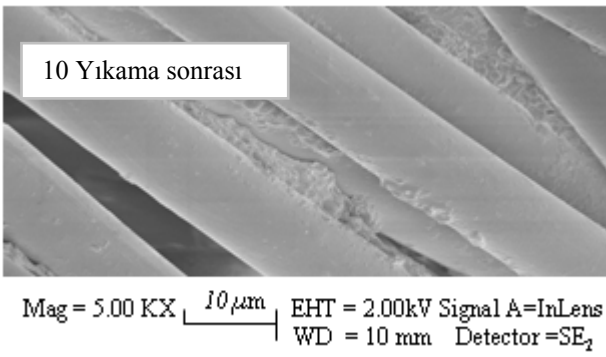
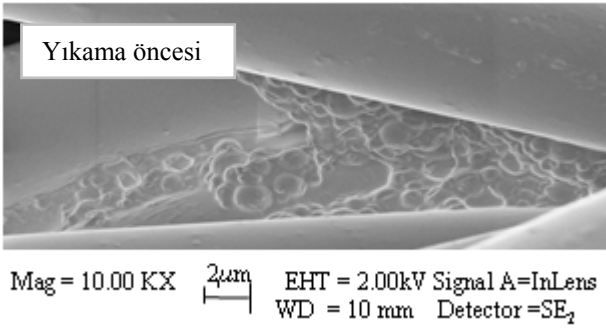
Şekil 8. Reçete 1: Kapsül Tipi A: Fular prosesi  
Chitosan kaplamasız

Şekil 9. Reçete 2: Kapsül Tipi B: Fular prosesi  
Chitosan kaplamasız

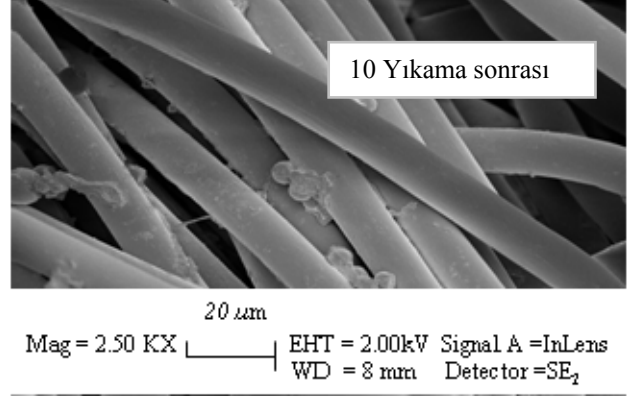
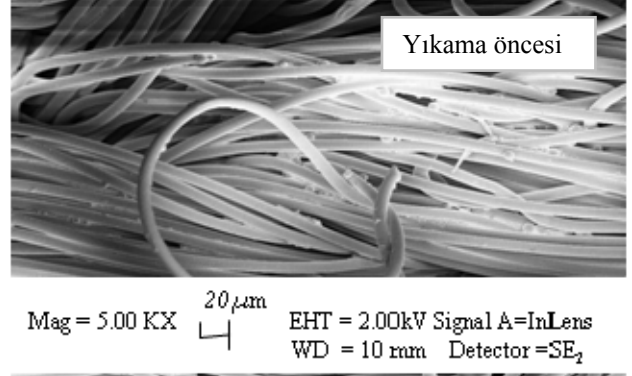




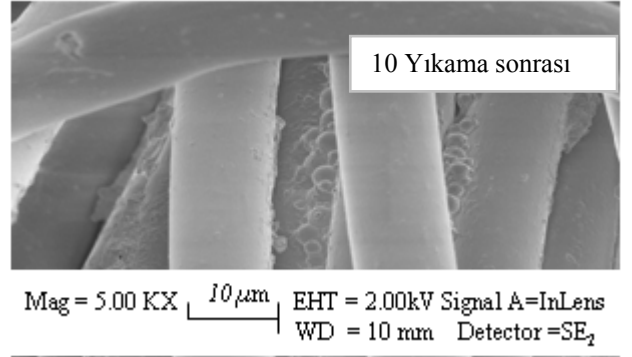
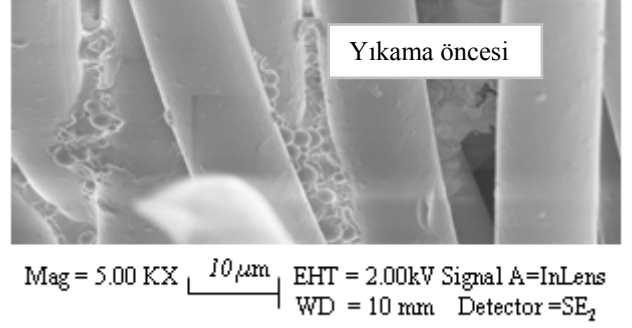
Şekil 10. Reçete 1: Kapsül Tipi A: Fular prosesi Chitosan kaplamalı



Şekil 11. Reçete 2: Kapsül Tipi B: Fular prosesi Chitosan kaplamalı



Şekil 12. Reçete 3: Kapsül Tipi C: Fular prosesi Chitosan kaplamalı



Şekil 13. Reçete 3: Kapsül Tipi C: Fular prosesi Chitosan kaplamalı

Tablo 2 ve Tablo 3 ise farklı reçetelerle mikrokapsül uygulanmış kumaşların chitosan kaplamalı ve kaplamasız olarak Gaz kromatografik analiz sonuçlarını göstermektedir. Gazkromatografi ve elektron mikroskop analiz sonuçları karşılaştırıldığında, chitosan kaplamanın kumaş üstüne uygulanmış mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarında önemli ölçüde artış gösterdiğini göstermektedir.

Chitosan çözeltisi ikincil bir kaplama prosesi olarak kullanıldığında, kumaş üzerinde uygulanacak müteakip 10 ev yıkaması sonucunda aşğıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

#### Reçete 1:

10 yıkama sonucunda, başlangıç değerine göre %43.6-%19.9 = %23.7 oranında daha az miktarda myritol yağı salınmıştır. Bu sonuç, myritol ihtiva eden "A" tipindeki mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarının %23.7 oranında geliştirilmiş olduğunu göstermektedir.

#### Reçete 2:

10 yıkama sonucunda, başlangıç değerine göre %57.9-%15.2 = %42.7 oranında daha az miktarda myritol yağı salınmıştır. Bu sonuç, myritol ihtiva eden "B" tipindeki mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarının %42.7 oranında geliştirilmiş olduğunu göstermektedir.

#### Reçete 3:

10 yıkama sonucunda, başlangıç değerine göre %32.3-%19.1 = %13.2 oranında daha az miktarda myritol yağı salınmıştır. Bu sonuç, myritol ihtiva eden "C" tipindeki mikrokapsüllerin yıkama dayanımlarının %13.2 oranında geliştirilmiş olduğunu göstermektedir.

Mikrokapsül büyüklüğünün etkisi incelendiğinde, daha büyük çaplı kapsül B'nin (8-10µ) diğer küçük kapsüllere, kapsül A(2-3µ) ve kapsül C(3-4µ), göre yıkama dayanımı daha fazla iyileştirilebildiği tespit edilmiştir. Bunu nedeni kapsül B'nin duvarının daha kalın olması ve diğer kapsüllerinkinden daha dayanıklı olmasıdır. Bu sonuçlar Yamamoto ve diğerlerinin (2002) araştırma sonuçlarıyla paralellik göstermektedir.

Tablo 2. Kumaş içindeki mikrokapsüllerin içerdiği myritol 318'in gazkromatografik analiz sonuçları

	I. Analiz	II. Analiz	Ortalama %Ağırlık (w/w)	Kayıp İndeksi
<b>Myritol 318 Yağı - %Ağırlık (w/w) - Reçete 1:</b>				
Reçete 1. Kapsül Tipi A - Yıkama Öncesi-Chitosan Kaplamasız	1.260	1.320	1.290	1.000
Reçete 1. Kapsül Tipi A - 1. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	1.280	1.250	1.260	0.976
Reçete 1. Kapsül Tipi A - 5. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	0.723	0.801	0.762	0.591
Reçete 1. Kapsül Tipi A - 10. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	0.703	0.751	0.727	0.564
Yıkama Öncesiyle - 10. Yıkama Sonrası Oluşan Myritol 318 Miktar Azalması (%)	%44.2	%43.1	%43.6%	
<b>Myritol 318 Yağı - %Ağırlık (w/w) - Reçete 2:</b>				
Reçete 2. Kapsül Tipi B - Yıkama Öncesi-Chitosan Kaplamasız	1.680	1.730	1.700	1.000
Reçete 2. Kapsül Tipi B - 1. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	1.370	1.290	1.330	0.782
Reçete 2. Kapsül Tipi B - 5. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	0.773	0.777	0.775	0.456
Reçete 2. Kapsül Tipi B - 10. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	0.653	0.777	0.715	0.420
Yıkama Öncesiyle - 10. Yıkama Sonrası Oluşan Myritol 318 Miktar Azalması (%)	%61.1	%55.1	%57.9%	
<b>Myritol 318 Yağı - %Ağırlık (w/w) - Reçete 3:</b>				
Reçete 3. Kapsül Tipi C - Yıkama Öncesi-Chitosan Kaplamasız	1.630	1.660	1.640	1.000
Reçete 3. Kapsül Tipi C - 1. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	1.620	1.680	1.650	1.060
Reçete 3. Kapsül Tipi C - 5. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	1.210	1.150	1.180	0.719
Reçete 3. Kapsül Tipi C - 10. Yıkama Sonrası-Chitosan Kaplamasız	1.130	1.080	1.110	0.677
Yıkama Öncesiyle - 10. Yıkama Sonrası Oluşan Myritol 318 Miktar Azalması (%)	%30.7	%34.9	%32.3	

Tablo 3. İlave chitosan kaplaması yapılmış, kumaş içindeki mikrokapsüllerin içerdiği myritol 318'in gazkromatografik analiz sonuçları

	I. Analiz	II. Analiz	Ortalama % Ağırlık (w/w)	Kayıp İndeksi
<b>Myritol 318 Yağı - %Ağırlık (w/w) - Reçete 1:</b>				
Reçete 1. Kapsül Tipi A – Yıkama Öncesi- Chitosan Kaplamalı	1.250	1.230	1.240	1.000
Reçete 1. Kapsül Tipi A – 1. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.210	1.140	1.170	0.944
Reçete 1. Kapsül Tipi A – 5. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.040	1.040	1.040	0.839
Reçete 1. Kapsül Tipi A – 10. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.010	0.974	0.993	0.800
Yıkama Öncesiyle - 10. Yıkama Sonrası Oluşan Myritol 318 Miktar Azalması (%)	%19.2	%20.8	%19.9	
<b>Myritol 318 Yağı - %Ağırlık (w/w) - Reçete 2:</b>				
Reçete 2. Kapsül Tipi B – Yıkama Öncesi- Chitosan Kaplamalı	1.570	1.590	1.580	1.000
Reçete 2. Kapsül Tipi B – 1. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.500	1.390	1.440	0.911
Reçete 2. Kapsül Tipi B – 5. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.310	1.300	1.310	0.829
Reçete 2. Kapsül Tipi B – 10. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.390	1.290	1.340	0.848
Yıkama Öncesiyle - 10. Yıkama Sonrası Oluşan Myritol 318 Miktar Azalması (%)	%11.5	%18.9	%15.2	
<b>Myritol 318 Yağı - %Ağırlık (w/w) - Reçete 3:</b>				
Reçete 3. Kapsül Tipi C – Yıkama Öncesi- Chitosan Kaplamalı	1.240	1.380	1.310	1.000
Reçete 3. Kapsül Tipi C – 1. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.250	1.150	1.200	0.916
Reçete 3. Kapsül Tipi C – 5. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.190	1.130	1.160	0.885
Reçete 3. Kapsül Tipi C – 10. Yıkama Sonrası- Chitosan Kaplamalı	1.130	0.994	1.060	0.809
Yıkama Öncesiyle - 10. Yıkama Sonrası Oluşan Myritol 318 Miktar Azalması (%)	%8.9	%28.0	%19.1	

## Sonuçlar

Bu çalışmada, chitosanın kumaşın içerisinde konumlandırılmış olan mikrokapsüllerin etrafında bir nevi ikinci bir duvar oluşturarak, yıkama dayanımının geliştirilmesinde önemli bir katkı sağladığı anlaşılmıştır. Bu sayede oluşturulan ikincil tabaka ile kapsüllerin dış duvarı daha da kuvvetlendirilmiş ve myritol yağının serbest bırakılma hızı yavaşlatılabilmektedir. Dolayısıyla, müteakip kumaş yıkamalarına karşın mikrokapsüllerin ömrü daha da uzatılabilmektedir. Bu ikinci tabaka aynı zamanda mikrokapsüllerin kırılma riskini azaltmıştır. Çünkü ince dış tabakalı kapsüller diğerlerine oranla daha kırılabilir yapıdadırlar. Bu çalışmada kullanılan kapsül "B" en kalın duvara sahip olmakla birlikte, mikrokapsül duvarının ilave olarak chitosan kaplamasıyla desteklenmesi sonucu; ev yıkamaları ve depolama süresi boyunca istenmeyen hızlı erken kapsül kırılmalarının oranı azaltılabilmektedir.

## Teşekkür

Sabancı Üniversitesi'ne ve Cognis GmbH'e, bu çalışma esnasında sağladıkları her türlü yardım için sonsuz teşekkürler.

## Kaynaklar

- Goud, H.D.K., Park, H.J., (2005). *Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients*, Taylor & Francis, Inc. **23**, 1361–1394.
- Hsieh, W.C., Chang, C.P., Gao, Y.L., (2006). Controlled release properties of Chitosan encapsulated volatile citronella oil microcapsules by thermal treatments, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, **53**, 209–214.
- Mathis, R., (2006). *Mikrokapsül üretiminde iş akışı*, Kişisel Görüşme.
- Mathis, R., (2007). *Mikrokapsül üretiminde iş akışı*, Kişisel Görüşme.
- Onar, N., Sariisik, M., (2003). *Using and Properties Biofibers Based on Medical Applications*, Pamukkale University, Textile Engineering Department, Izmir 35040, Turkey.
- Ronald, J. V., (2006). President, Ronald T.Dodge Company, *Articles on microencapsulation and related areas authored*.

- Wilson, A., (2005). *Focus on Chitin & Chitosan*, University of York, Newsletter, Issue 4, July.
- Yamamoto, T., Dobashi, T., Kimura, M., Chang, C.P., (2002). An approach to analysis of pigment release from microcapsules with size distribution, *Colloid Surface Biointerfaces* **25**. 305–311.
- Ye, S., Wang, C., Liu, X., Tong, Z, Ren, B., Zeng, F., (2006). *New loading process and release properties of insulin from polysaccharide microcapsules fabricated through layer-by-layer assembly*, Research Institute. of Mathematic Science. South China University of Technology., China.
- Zhang, L., Jin, W., Liu, H., Du, Y., (2001). Structure and Control Release of Chitosan/Carboxymethyl Cellulose Microcapsules, *Journal of Applied Polymer Science*, **82**, 584–592.