

UV Koruyucu Özellikli Mikrokapşül Hazırlanması ve %100 Pamuklu Kumaşa

Güliden KOÇ^{1*}, Muharrem İMAL², Gülizar MANTAR³

¹Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, Kahramanmaraş, Türkiye

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Makine Mühendisliği, Kahramanmaraş, Türkiye

³Gaziantep Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, Gaziantep, Türkiye

ÖZET: Bu çalışmada kompleks koaservasyon metodu kullanılarak UV koruyucu özellikli mikrokapşül üretimi ve kumaşa aktarılması amaçlanmıştır. Bu amaç için Arap zımkı ve Etil selüloz çeper madde olarak, β -karoten ve çay ekstresi çekirdek malzeme olarak kullanılmıştır. Beş farklı çalışma denenmiş olup sonuçlar SEM ve Spektrofotometre ile ölçülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Mikrokapşül, β -Karoten, Çay Ekstresi, Etil Selüloz, UV Koruyucu

Producing of UV Protected Microcapsules and Transferring to %100 Cotton Fabric

ABSTRACT: In this study, it was studied to produce microcapsules UV protected property by complex coaservation method and transferring to fabric. For this aim, arabic gum and Ethyl cellulose used as shell metarials and β -Carotene and tea extract used as core metarials. Five different experiments were performed and the results were analyzed by SEM (Scanning Electron Microscopy) and Spectrophotometer.

Keywords: Microcapsule, β -Carotene, Tea Extract, Ethyl Cellulose, UV Protected

1. GİRİŞ

Tekstil sektöründe katma değer kazandıran, rekabet ortamı yaratan ve pazar payını artıran fonksiyonel işlemlerin önemi gün geçtikçe artmaktadır. Tüketicinin isteklerini sadece estetik özellikler değil aynı zamanda fonksiyonel özelliklerde belirlemektedir. Mikrokapşülasyon teknolojisi son yıllarda tekstil materyallerine fonksiyonel özellik kazandırmada alternatif bir yol olarak kullanılmaktadır[1].

Yapılış şekillerine göre çeşitli mikrokapşül yöntemleri vardır. Ara yüzey polimerizasyonu metodu, in-situ polimerizasyonu, faz ayrımı (koaservasyon) yöntemi, sprey kurutma metodu bunlardan bazılarıdır. En uygun ve en yaygın olarak kullanılmakta olan kimyasal prosesler, basit ve kompleks koaservasyon ve in-situ polimerizasyonu teknikleridir. Tekstildeki mikrokapşülasyon uygulamaları, koku, kozmetik (nemlendirici vb), böcek kovucu madde, güç tutuşurluk maddeleri, vitamin ve ilaç uygulamaları, anti mikrobiyal maddeler, boyarmadde ve FDM uygulaması şeklinde özetlenebilir[2-5].

Kabuk materyali, elde edilmek istenen etkiye, işlem şartlarına ve çekirdek materyaline göre değişmektedir. Birçok araştırmacı 1 μ m den küçük kapsülleri nanokapsüller, 1000 μ m den büyük kapsülleri

makrokapşüller olarak ifade etmektedirler. Genellikle ticari kapsüller 3 ile 800 μ m arasında boyuta ve %10-90 çekirdek materyaline sahiptir [6-7].

Bu çalışmada kompleks koaservasyon yöntemi kullanılmıştır. Kompleks koaservasyon, farklı yüklere sahip iki kolloid kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Hidrofilik kolloidin sulu çözeltisi hazırlandıktan sonra ortama farklı yükteki ikinci kolloid ilave edilmektedir. İkinci kolloidin ilavesinden sonra kolloidler çekirdek madde etrafında toplanmaktadır. Böylece kompleks koaservasyona göre mikrokapşülasyon gerçekleşmektedir [8-9].

2. MATERYAL ve YÖNTEM

2.1. Materyal

Çalışmada çeper madde olarak arap zımkı, etil selüloz ve arap zımkı- etil selüloz, çekirdek madde olarak β -karoten, çay ekstresi ve β -karoten-çay ekstresi kullanılmıştır. β -karoten ve çay ekstresi ile UV koruyuculuk eldesi amaçlanmıştır[10-11]. Duvarın katılmasını sağlamak için formaldehit, çeper ile çekirdek maddeyi ayırmak için sodyum sülfat kullanılmıştır. Elde edilen kapsülleri %100 pamuklu kumaşa aktarılmasını sağlamak için çapraz bağlayıcı kullanılmıştır [12-13].

*Sorumlu Yazar: Güliden KOÇ, gulden_koc@hotmail.com

2.2. Metot

Mikrokapsül üretimi için kompleks koaservasyon yöntemi ile 5 farklı çalışma yapılmıştır, elde edilen mikrokapsüller siyah ve beyaz olmak üzere iki farklı renkte örme kumaşa fluordda çapraz bağlayıcı ile applike edilmiştir. Çalışma basamakları aşağıdaki gibidir.

2.2.1. Mikrokapsül Üretimi

İşlemlerde kullanmak için; Arap zımkı destile su ile 1/10 luk,40-50°C de, Etil selüloz etilen diklorür ile 1/10luk manyetik karıştırıcıda, β -karoten etil alkol ile 1/1000 lik ultrasonik karıştırıcıda çözelti şeklinde hazırlanmıştır. Mikrokapsül çalışmasında kullanılan kimyasal oranları Çizelge 1. de verilmiştir.

Çizelge 1. Mikrokapsül deney çalışmalarında kullanılan kimyasal malzeme oranları

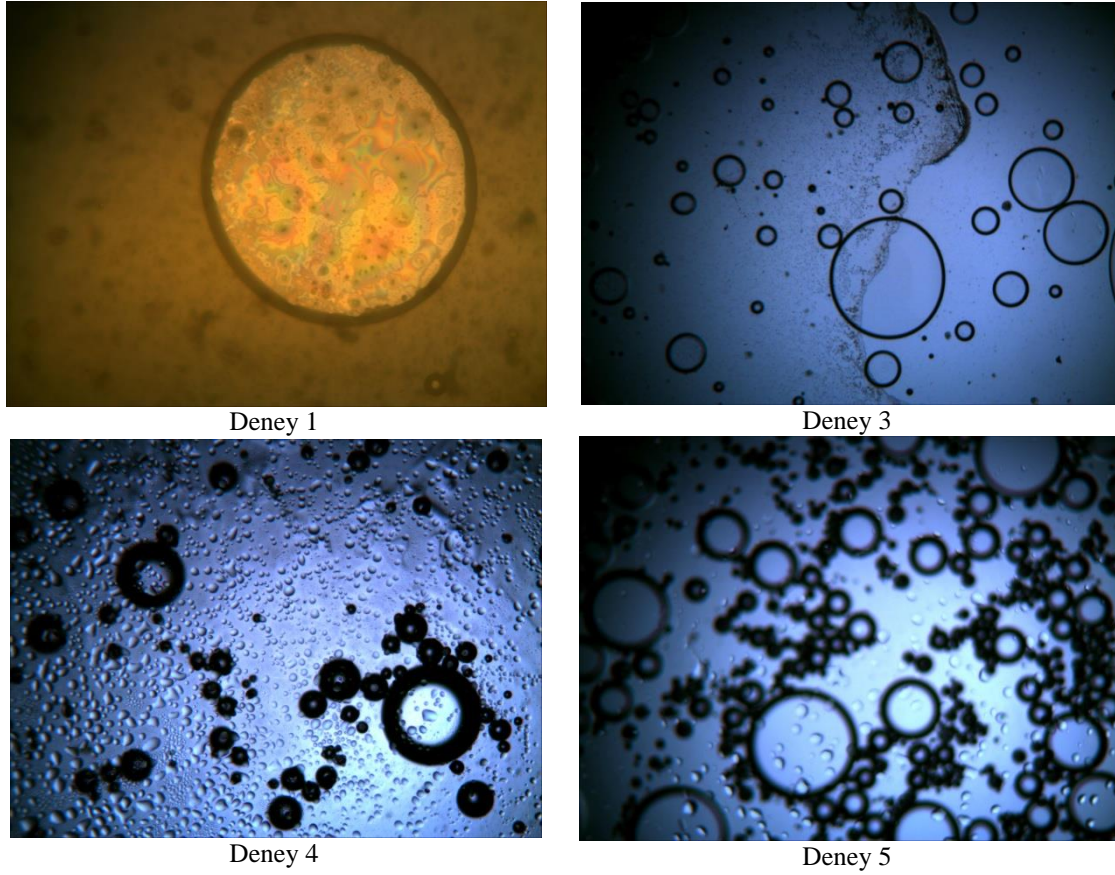
Kimyasal Adı	Deney 1 ml	Deney 2 ml	Deney 3 ml	Deney 4 ml	Deney 5 ml
Arap Zımkı	175	-	70	35	35
Etil selüloz	175	70	-	-	-
Çay ekstresi	25	5	5	-	5
β -karoten	25	5	5	5	-
Sodyum Sülfat	6	1	1	0.5	0.5
Formaldehit	30	6	6	3	3
Kapsül oluşumu	Var	Yok	Var	Var	Var

Çizelge 2. Mikrokapsül üretim prosesi iş akış çizelgesi

Deney No / İşlem Adımı	1	2	3	4	5
	Çeper madde	Çeper madde + Çekirdek madde	Çeper madde	Çeper madde	Çeper madde
Manyetik karıştırıcıda karıştırma	45 dk	20 dk	10 dk	10 dk	10 dk
Ultrasonik karıştırıcıda karıştırma	10 dk	5 dk	-	-	-
	Çekirdek madde		Çekirdek madde	Çekirdek madde	Çekirdek madde
Manyetik karıştırıcıda karıştırma	30 dk		25 dk	25 dk	25 dk
Ultrasonik karıştırıcıda karıştırma	-	-	5 dk	5 dk	5 dk
	Sodyum sülfat				
Manyetik karıştırıcıda karıştırma	15 dk	10 dk	5 dk	5 dk	5 dk
	Formaldehit				
Manyetik karıştırıcıda karıştırma	20 dk	20 dk	20 dk	20 dk	20 dk
	Dondurucuda bekletme				

İşlem boyunca ısıtma yapılmamış olup, pH değişmemiştir.(pH 4-5) Hazırlanan çözeltiler en az 12 saat olacak şekilde dondurucuda bekletilmiştir. Deney çalışmalarında kapsüllerin oluşup oluşmadığı mikroskop altında gözlenmiştir. Buna göre; 1,3,4 ve 5 nolu deneylerde mikrokapsül eldesi sağlanmış, 2 numaralı

deneyde kapsül oluşumu gözlenmemiştir. Şekil 1. de Deney 1-3-4-5 çalışmalarından elde edilen mikrokapsüllerin mikroskoptan alınan görüntüleri görülmektedir. Şekillerde de görüldüğü gibi kapsül oluşumu gözlenmiş ancak homojen bir dağılım elde edilememiştir.



Şekil 1. Deney 1-3-4-5 çalışmalarında elde edilen mikrokapsüllere ait mikroskop görüntüleri

2.2.2. Kumaşa Aplikasyon

Kapsül oluşumu sağlanan çözeltiler değişik oranlarda çapraz bağlayıcı (Clariant orta derece BVA 26) ile karıştırılıp, siyah ve beyaz renkte örme kumaşlara aktarılmıştır.

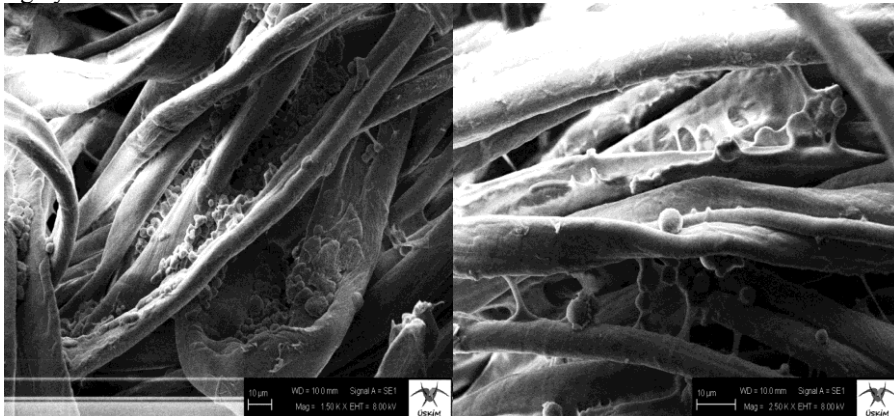
Çözeltiler aşağıdaki oranlarda hazırlanmıştır;

- 100 ml mikrokapsülasyon çözeltisi + 30 ml çapraz bağlayıcı
- 100 ml mikrokapsülasyon çözeltisi +100 ml destile su + 60 ml çapraz bağlayıcı

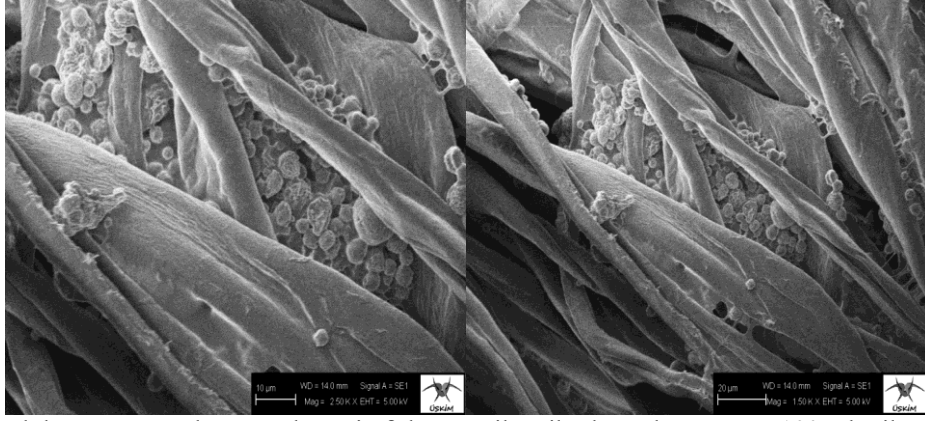
c) 100 ml mikrokapsülasyon çözeltisi +200 ml destile su + 90 ml çapraz bağlayıcı.

Kumaşlar Prowhite marka fluarda 3 bar basınçta, 2m/dk hız (%78 AF) ile geçirilmiştir. Daha sonra etüvde 80°C de 10 dk bekletilmiştir.

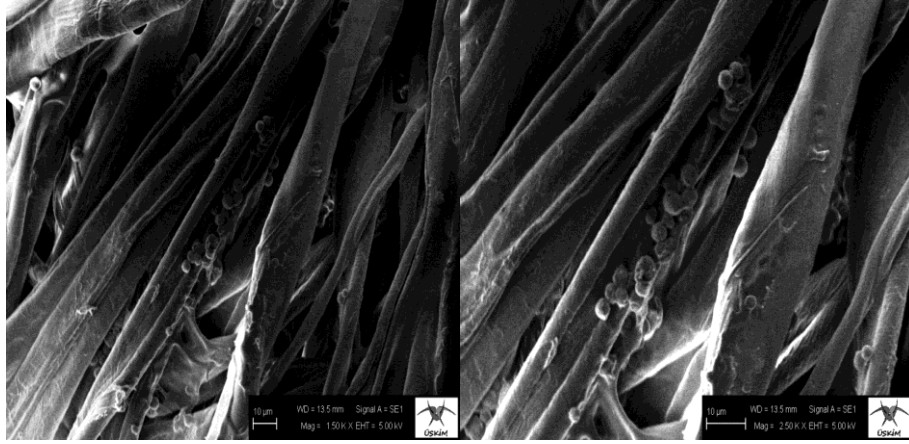
Kumaşa applike edilen mikrokapsüller Zeis Evo LS10 marka SEM cihazında gözlenmiştir. Buna göre Deney 1 de elde edilen mikrokapsüller 3 farklı oranda da siyah ve beyaz renkteki %100 pamuklu örme kumaşa bağlanmıştır.



Şekil 2. Etilselüloz - arap zamkı - çay ekstresi - β -karoten ile mikrokapsül yapımı ve 100 ml mikrokapsülasyon çözeltisi + 30 ml çapraz bağlayıcı ile kumaşa aktarılan SEM görüntüleri



Şekil 3. Etilselüloz - arap zamkı - çay ekstresi - β -karoten ile mikrokapsül yapımı ve 100 ml mikrokapsülasyon çözeltisi +100 ml destile su + 60 ml çapraz bağlayıcı ile kumaşa aktarılan SEM görüntüleri

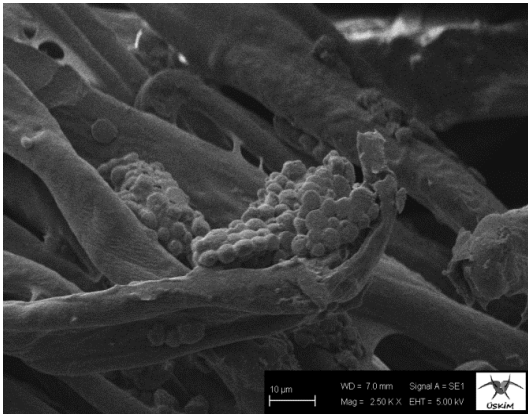


Şekil 4. Etilselüloz-arap zamkı-çay ekstresi- β -karoten ile mikrokapsül yapımı ve 100 ml mikrokapsülasyon çözeltisi +200 ml destile su + 90 ml çapraz bağlayıcı ile kumaşa aktarılan SEM görüntüleri

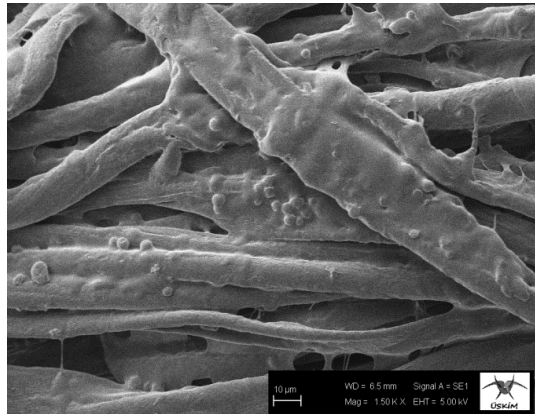
2.2.3. Kumaşları UV Işını ve Gün Işığı Altında Bekletme

İşlem görmüş ve görmemiş kumaşlar 1-3-6-9-12-24 saat olmak üzere UV ışımına, Atlas Sun Test CPS+ markalı gün ışığı simülatöründe 16 saat(7 güne denk

gelmektedir) gün ışığına tabi tutulmuştur. SEM cihazında 12-24 saat UV ışını altında bekletilen kumaşlar ve gün ışığı simülatöründe tutulan kumaşlarda renk ölçümleri yapılmış ve meydana gelen renk farklılıkları değerlendirilmiştir. Yapılan incelemelerde kumaşlar üzerinde mikrokapsül bulunmuştur.

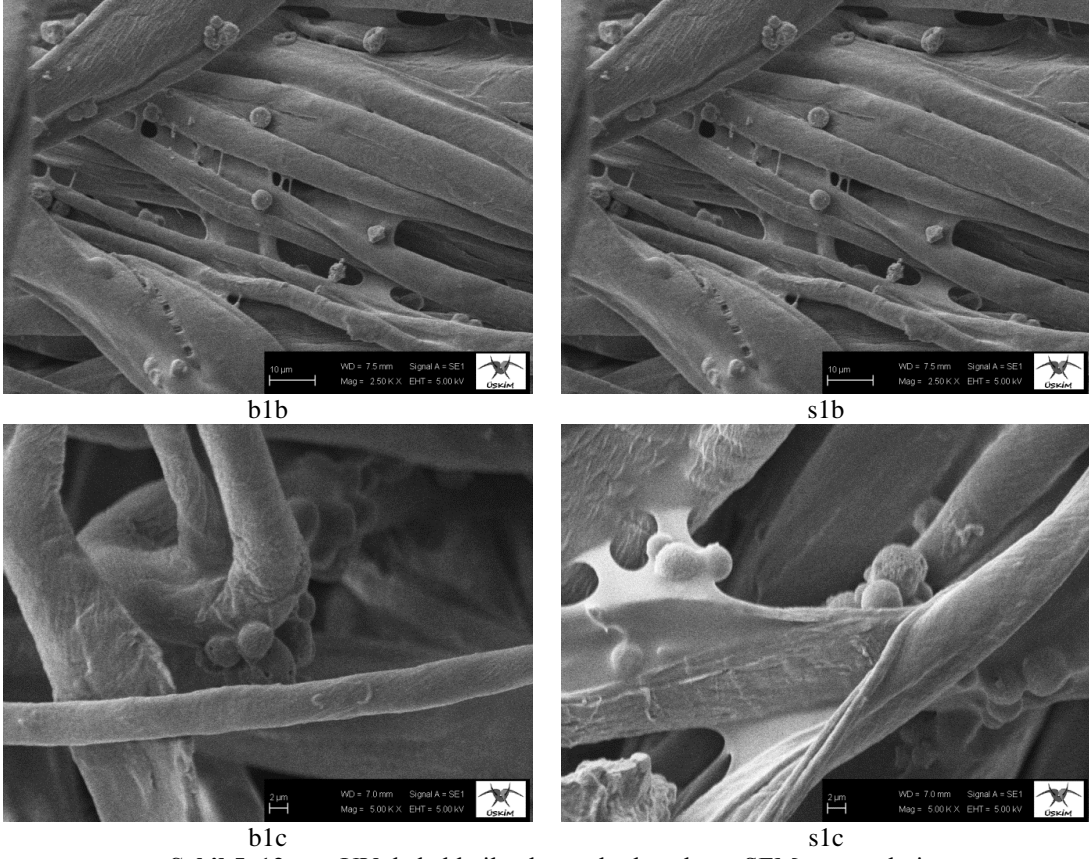


b1a

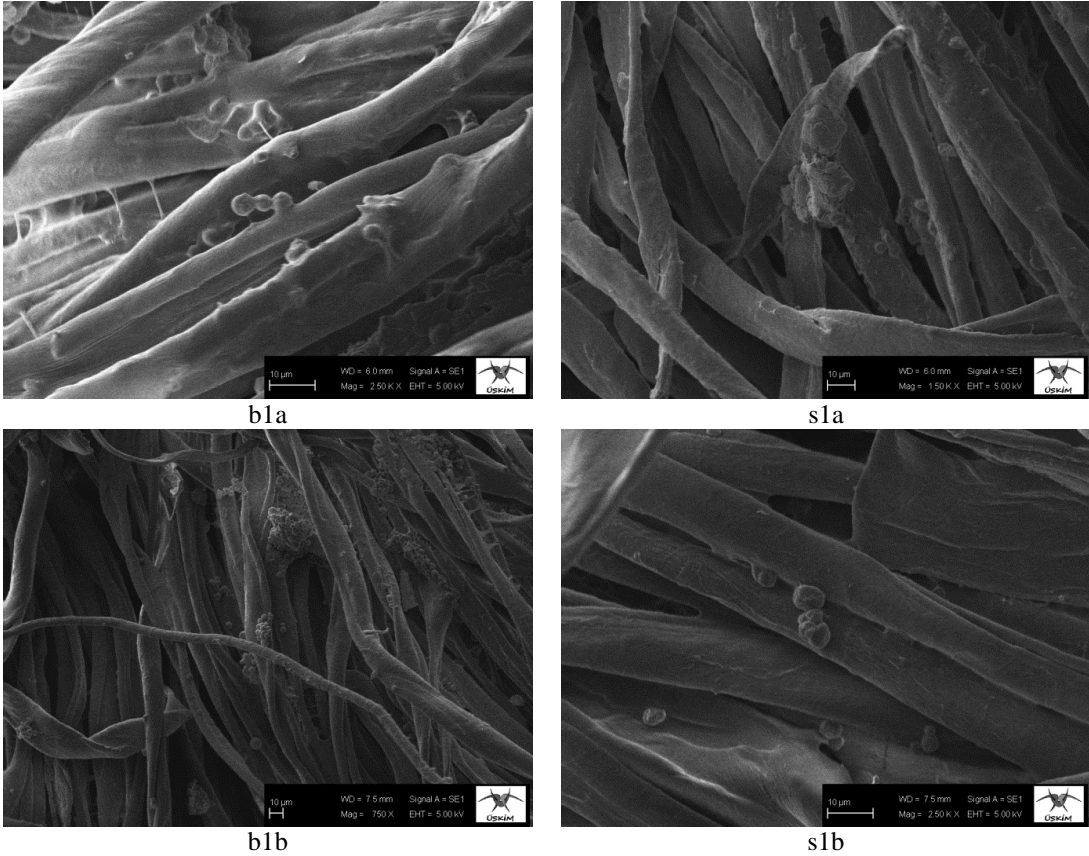


s1a

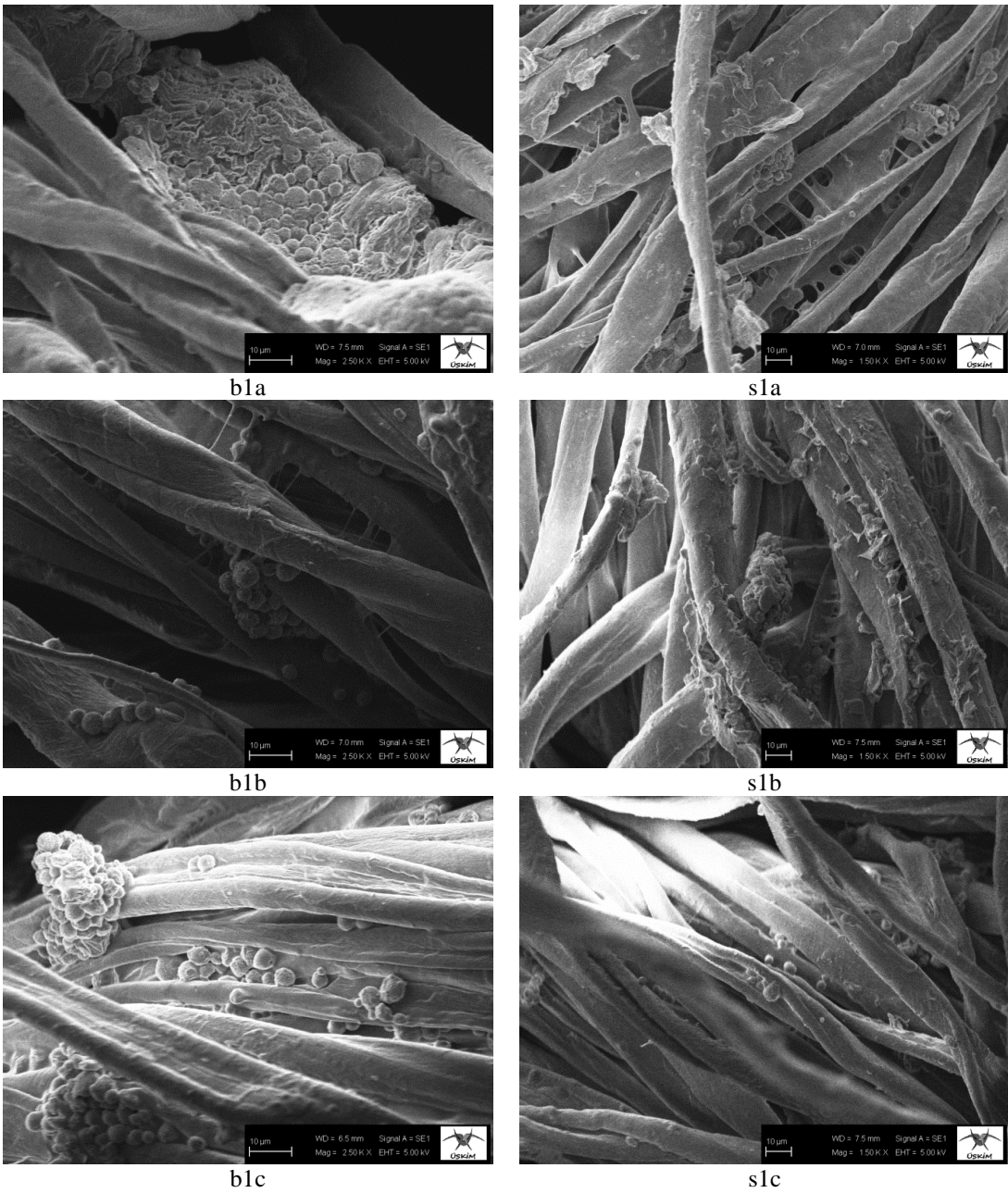
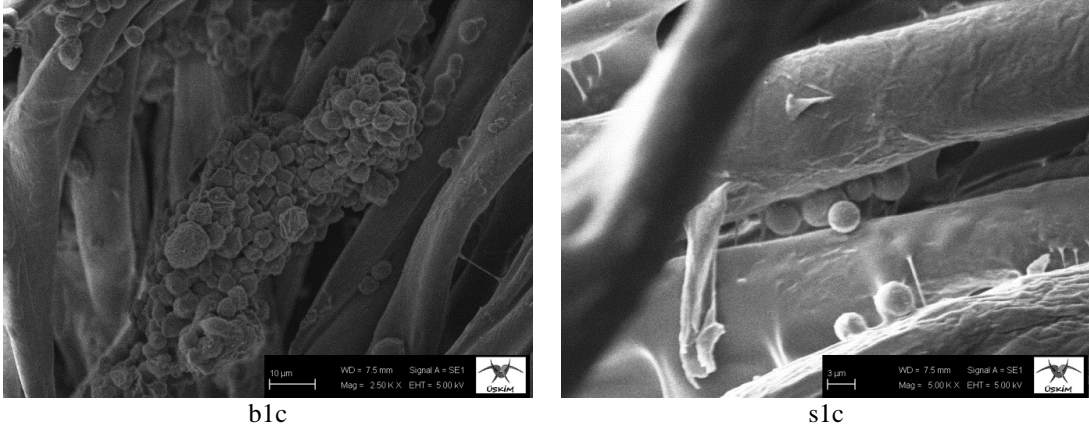
Şekil 5. 12 saat UV de bekletilen kumaşlardan alınan SEM görüntüleri



Şekil 5. 12 saat UV de bekletilen kumaşlardan alınan SEM görüntüleri



Şekil 6. 24 saat UV de bekletilen kumaşlardan alınan SEM görüntüleri



2.2.4. Kumaşlarda Renk Ölçümü

Renk ölçümleri Color i 7 Benchtop Spektrofotometre de yapılmıştır. Aşağıdaki Çizelge 3,4,5 ve 6 te verilen değerler bulunmuştur.

Çizelge 3. 12 saat UV de bekletilen kumaşların renk ölçüm sonuçları

Kumaşlar (12 saat UV)	DEcmc
b1a	14,35
s1a	2,60
b1b	2,82
s1b	2,77
b1c	4,61
s1c	0,88

Çizelge 4. 24 saat UV de bekletilen kumaşların renk ölçüm sonuçları

Kumaşlar (24 saat UV)	DEcmc
b1a	7,58
s1a	4,89
b1b	2,57
s1b	4,44
b1c	1,95
s1c	3,38

Çizelge 5. Gün Işığı simülöründe bekletilen kumaşların renk ölçüm sonuçları

Kumaşlar (Gün Işığı)	DEcmc
b1a	9,26
s1a	2,59
b1b	0,26
s1b	2,67
b1c	3,59
s1c	2,32

Çizelge 6. 12-24 sa Uv de ve gün ışığı simülöründe bekletilen işlem görmemiş kumaşların renk ölçüm sonuçları

İşlem Görmemiş Kumaş	DEcmc
12 sa UV (beyaz)	1,48
12 sa UV (siyah)	2,24
24 sa UV (beyaz)	2,04
24 sa UV (siyah)	3,28
Gün Işığı (beyaz)	3,89
Gün Işığı (siyah)	0,95

3. SONUÇLAR

Yapılan deneysel çalışmada; çeper madde olarak etil selülozun tek başına kullanıldığı denemelerde mikrokapsül elde edilememiş, arap zamkı ile çalışıldığında mikrokapsül elde edilmiş, çeper madde olarak arap zamkı tek çalışıldığında mikrokapsül elde edilmiş fakat kumaşa aplikesinden sonra mikrokapsül gözlemlenememiştir.

Çekirdek madd β-karoten tek çalışıldığında kalın çeperli kapsüller, çay ekstresi tek çalışıldığında ince çeperli ve çok yoğun kapsül eldesi oluşmuştur.

Deneysel çalışmada kapsül eldesinin homojen ve eşit çaplı olmadığı, kumaşa aktarılan kapsüllerin de homojen dağılmadığı, yığılma halinde kaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum yapılan işlemlerde (UV ışığında ve gün ışığında bekletme) sonuçların verimli olarak alınmasına engel olmuş, işlem öncesi ve sonrası kapsül yoğunluğunda değişme olup olmadığı gözlemlenememiştir.

Hazırlanan deney çözeltilerinde β-karotenden kaynaklanan bir renklilik söz konusudur. Özellikle beyaz örme kumaşa aktarımında çözelti rengi kumaşı etkilemiştir. Aktarım da homojen gerçekleştirilemediğinden renk farklılığı değerleri özellikle beyaz kumaşta çok yüksek çıkmıştır. İşlem görmüş siyah kumaşın işlem görmemiş siyah kumaşa göre daha az renk değişimi gösterdiği, işlem gören tüm kumaşlarda keskin bir koku olduğu deney çalışmaları sırasında gözlemlenmiştir.

4. TEŞEKKÜR

Çalışmanın gerçekleştirilmesinde sağladıkları olanaklar ve destekler nedeni ile Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü, Prof. Dr. Dilek KUT, Prof. Dr. Murat TÜRKOĞLU, Doç. Dr. Cem GÜNEŞOĞLU, FİTAŞ FANTAZİ İPLİK FABRİKASI, ELVİN TEKSTİL ve ENSAR TEKSTİL e teşekkür ederiz.

5. KAYNAKLAR

- [1]. Saruñık M. Tekstil Terbiye İşlemlerinde Mikrokapsülasyon Olanakları 27-28 Mayıs 2010 Tekstil Kimyasalları, Boyaları ve Prosesleri Sempozyumu-UŞAK
- [2]. Güler Z., Kut D., 2011, Polyester Perdelik Kumaşta Isıl Regülasyon Sağlamaya Yönelik Mikrokapsül Hazırlanması Ve Uygulanması, Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt 16, Sayı 1

- [3]. Ghosh, S.K. (2006). Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective. S.K. Ghosh. Functional Coatings by Polymer Microencapsulation içinde (1-28) Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [4]. Celep Ş.,(2007), Nanoteknoloji Ve Tekstilde Uygulama Alanları”, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 182 s.
- [5]. Önder E., Sarier N., Çimen E., (2008), Encapsulation Of Phase Change Materials ByComplex Coacervation To Improve Thermal Performances Of Woven Fabrics, *Thermochimica Acta*, 467, s.: 63–72.
- [6]. Thies, C. (1996). A Survey of Microencapsulation Processes. S. Benita, (Ed.), *Microencapsulation Methods and Industrial Applications* içinde (1-21). New York, NY, USA; Marcel Dekker Incorporated.
- [7]. Övez,B.,Yüksel,M., (2002), Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları, *Çevre Koruma Dergisi*, Cilt: 10 Sayı: 43, (2002), 26-29.
- [8]. Erkan G. Bazı Antifungal Ajanların Mikrokapsülasyonu ve Tekstil Materyallerine Aplikasyonu Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi Tekstil Mühendisliği Bölümü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı Eylül 2008
- [9]. Kaş, S.H. (2002). İlaç taşıyıcı partiküler sistemler, A. Z. Gürsoy, (Ed.), *Kontrollü salım sistemleri* içinde (65-99). İstanbul; *Kontrollü Salım Sistemleri Derneği Yayınları* No:1.
- [10]. M. Turkoglu and N. Cigirgil Black tea gel and its protection potential against UV *International Journal of Cosmetic Science*, 2007, 29, 437–442
- [11]. Derviş E., *Oral Antioksidanlar*, *Dermatoz* 2011 ; 2(1) : 263-267.
- [12]. Badulescu, R., Vivod, V., Jausovec, D., Voncina, B. (2008). Grafting of ethylcellulose microcapsules onto cotton fibers. *Carbohydrate Polymers*, 71, 85–91.
- [13]. Nelson, G., Wales, D.S. ve Sagar, B.S. (1991). EP0511 258 B1.