

IMMOBILISASI MIKROKAPSUL MINYAK JERUK NIPIS

(*Citrus aurantifolia*) PADA KAIN KAPAS

IMMOBILIZATION OF LIME OIL (*Citrus aurantifolia*) MICROCAPSULES ON COTTON FABRIC

Tatang Wahyudi, Agus Surya Mulyawan, Doni Sugiyana, Euis Julaeha

Balai Besar Tekstil, Jalan Jenderal Ahmad Yani No. 390 Bandung
E-mail: texirdti@bdg.centrin.net.id

Tanggal diterima: 12 Desember 2017, direvisi: 9 Januari 2018, disetujui terbit: 11 Januari 2018

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dipelajari sintesis mikrokapsul minyak jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) dan immobilisasinya pada sampel kain kapas. Sintesis mikrokapsul dilakukan dengan metode polimerisasi *in-situ* menggunakan bahan kulit (*shell*) melamin formaldehid. Immobilisasi mikrokapsul pada kain kapas dilakukan dengan metode *pad-dry* dengan menggunakan *binder* poliakrilat dan *crosslinking agent* N-methylol dihydroxyethylene urea. Sebagai bahan pembanding, metode immobilisasi yang sama dilakukan pula pada mikrokapsul minyak jeruk nipis berbasis kulit etil selulosa. Hasil penelitian menunjukkan bahwa mikrokapsul hasil sintesis terkarakterisasi mempunyai bentuk sperik dengan ukuran partikel 0,44 – 2,10 µm. Immobilisasi mikrokapsul berbasis melamin formaldehid memperlihatkan hasil optimum menggunakan *binder* poliakrilat, sedangkan mikrokapsul berbasis etilselulosa memperlihatkan hasil optimum menggunakan *crosslinking agent* N-methylol dihydroxyethylene urea. Kedua sampel kain dengan teknik immobilisasi optimum memperlihatkan ketahanan terhadap pencucian cukup baik hingga setara 5 kali pencucian rumah tangga.

Kata kunci: *Citrus aurantifolia*, immobilisasi, kain kapas, mikrokapsul.

ABSTRACT

*In this research, synthesis of lime oil (*Citrus aurantifolia*) microcapsule and its immobilization on cotton sample were studied. The method of microencapsulation that used was in-situ polymerization using melamine formaldehyde as shell material. Immobilization of microcapsules on cotton fabrics was carried out by pad-dry method using polyacrylate as binder and N-methylol dihydroxyethylene urea as a crosslinking agent. As a comparative, similar immobilization method was also studied for lime oil microcapsule based on ethyl cellulose shell. The results showed that the characteristic of melamine formaldehid microcapsules has a spherical shape with a particle size of 0.44 - 2.10 µm. Immobilization of the melamineformaldehyde based microcapsules show the optimized results using polyacrylate as binder, whereas the ethylcellulose based microcapsules show the optimized results using N-methylol dihydroxyethylene urea as crosslinking agent. Both of fabric samples with optimized immobilization techniques show good fastness against washing equal up to 5 times household washing.*

Keywords: *Citrus aurantifolia*, immobilization, microcapsule, cotton fabric.

PENDAHULUAN

Penggunaan produk teknologi mikroenkapsulasi dalam proses penyempurnaan tekstil pada saat ini telah menjadi target komersial yang penting dan tantangan *engineering* tersendiri dalam menghasilkan tekstil dan produk tekstil fungsional dengan nilai tambah tertentu. Berbagai zat aktif terenkapsulasi dapat diaplikasikan pada penyempurnaan tekstil berupa zat pewangi (aroma)¹⁻³, zat anti mikroba⁴, zat pengusir

serangga⁵, phase change materials (PCM)⁶ dan lain-lain.

Dalam penerapan mikrokapsul pada kain/tekstil yang menjadi tantangannya antara lain dalam hal bagaimana mendapatkan kekuatan mekanis mikrokapsul yang memadai agar bertahan cukup lama pada kain. Selain itu mikrokapsul yang digunakan juga harus memiliki mekanisme dan kecepatan pelepasan (*release*) zat aktif terenkapsulasi tertentu yang diinginkan, mempunyai kestabilan dan bersifat non-toksik. Zat

aktif terenkapsulasi dapat berupa bahan kimia sintetis atau zat aktif natural yang berasal dari alam. Zat aktif yang berasal dari alam pada umumnya mempunyai sifat kurang toksik dan lebih ramah lingkungan. Dalam hal pembuatan mikrokapsul aroma, beberapa zat aktif natural dalam bentuk minyak atsiri dapat diisolasi dari kulit buah, daun atau batang tanaman tertentu seperti bunga lavender, daun dan kulit buah tanaman jeruk, kayu putih, sereh wangi dan sebagainya. Minyak atsiri merupakan kompleks senyawa polar dan non polaryang secara kimia tersusun atas senyawa mono dan seskuiterpen serta polipropenoid aromatik. Minyak atsiri disintesis oleh tumbuhan melalui jalur asam mevalonat untuk senyawa terpen, sedangkan polipropenoid melalui jalur asam sikimat.^{7,8}

Indonesia merupakan negara yang cukup banyak menghasilkan minyak atsiri. Salah satu sumber minyak atsiri adalah kulit buah jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*). Dilaporkan bahwa minyak kulit jeruk nipis memiliki kandungan zat aktif lebih tinggi dibanding dengan jenis jeruk lainnya.^{9,10} Potensi produksi minyak jeruk nipis cukup terbuka luas, baik menggunakan bahan baku yang berupa kulit jeruk nipis segar maupun kulit jeruk nipis yang berbentuk limbah dari perusahaan minuman. Data hasil studi di industri kecil menunjukkan penggunaan bahan baku buah jeruk nipis hingga 6 ton/bulan, sehingga menghasilkan limbah kulit jeruk yang cukup besar. Degradasi alami limbah kulit jeruk memerlukan waktu cukup lama karena adanya kandungan minyak atsiri yang terdapat dalam kulit jeruk, sehingga menjadi masalah dalam pengelolaannya. Minyak atsiri jeruk nipis disamping memiliki aroma khas, juga memiliki sifat menghambat aktivitas mikroorganisme¹¹, sehingga tidak mudah membusuk. Penggunaan minyak atsiri kulit jeruk nipis banyak diaplikasikan pada bidang farmasi dan kosmetik, namun demikian belum banyak dilakukan penelitian untuk aplikasi di bidang tekstil.

Material kulit (*shell*) mikrokapsul yang dapat digunakan adalah antara lain gum arabic¹², poliuretan¹³, etil selulosa¹⁴, melamin formaldehid.¹⁵ Immobilisasi atau penerapan mikrokapsul dalam proses penyempurnaan tekstil dapat dilakukan dengan berbagai teknik seperti *padding*, *coating*, *spraying*, perendaman atau pencapan.^{16,17} Suatu zat pengikat (*binder*) diperlukan agar mikrokapsul memiliki ketahanan terhadap pencucian, gosok dan sebagainya. Beberapa *binder* yang banyak digunakan secara komersial adalah *binder* berbasis poliakrilat, poliuretan, urea, silicon. Pada penelitian penulis sebelumnya telah dilakukan pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis dengan menggunakan kulit (*shell*) mikrokapsul berbasis etil selulosa. Dalam perkembangannya penggunaan kulit kapsul perlu dipelajari dengan menggunakan

material jenis lain dalam kerangka untuk mendapatkan sifat *time release* mikrokapsul yang lebih baik.

Pada penelitian ini dipelajari pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis menggunakan kulit melamin formaldehid dan metode immobilisasi mikrokapsul pada kain kapas. Metode immobilisasi mikrokapsul minyak jeruk nipis pada kain kapas dilakukan dengan teknik *pad-dry* menggunakan bantuan beberapa jenis *binder/crosslinking agent* yang kompatibel agar diperoleh ketahanan yang optimal.

METODE

Bahan dan peralatan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Minyak kulit buah jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) yang diperoleh dengan cara destilasi menggunakan alat *Stahl*, melamin (Merck), formaldehida 37% (Merck), polivinil alkohol/PVA teknis (Brataco), *emulsifier Tween 20* (Sigma), asam klorida (Merck), natrium karbonat (Merck), binder poliakrilat Ruco Capsula BCR (Rudolf), *crosslinking agent N-methylol dihydroxyethylene urea modified Rucofan* (Rudolf) dan air demineralisasi (Brataco).

Peralatan yang digunakan antara lain: alat hidrodestilasi *Stahl*, *Gas Chromatograph-Mass Selective Detector/GC-MSD* (Agilent tipe GC 7890A/MSD 5975 C), *fourier transform infra red/FTIR* (Shimadzu Prestige 21), *magnetic stirrer*, *scanning electron microscope/SEM* (JEOL tipe JSM 6510), *particle size analyzer/PSA* (Beckman Coulter tipe LS 13 320), evaporator (Buchi), dan peralatan gelas lainnya.

Preparasi minyak jeruk nipis

Pembuatan minyak kulit jeruk nipis dilakukan dengan proses penyulingan secara hidrodestilasi menggunakan metode *Stahl* sebagaimana telah dilakukan pada studi penulis sebelumnya.¹⁸ Secara garis besar langkah pengerjaannya sebagai berikut : Pertama-tama buah jeruk nipis dicuci dengan alkohol untuk menghilangkan insektisida dan fungisida yang mungkin terdapat pada permukaan kulitnya, kemudian dibilas dengan air sampai bersih. Selanjutnya buah jeruk nipis dikupas untuk memisahkan kulitnya. Kulit jeruk nipis yang telah dipotong-potong berukuran panjang kurang lebih 2 cm sebanyak 500 gram disulung selama 8 jam. Minyak yang diperoleh ditampung dalam botol gelas bertutup rapat dan disimpan di lemari pendingin.

Pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis berbasis kulit melamin formaldehid

Prinsip pembuatan mikrokapsul minyak jeruk nipis dilakukan dengan metode polimerisasi

in-situ yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya.¹⁹ Tahapan diawali dengan prepolymerisasi melamin-formalin, yaitu dengan mencampurkan 1,5 gram melamin, 4,8 mL formaldehid 37% dan 50 mL air, lalu dilanjutkan dengan penambahan air hingga volume 100 mL, pada pH 8,5-9. Campuran diaduk pada temperatur 70 °C selama 10 hingga 30 menit hingga larutan menjadi bening. Tahapan berikutnya adalah emulsi minyak jeruk, dengan mencampurkan 2 gr Tween 20 dan 75 mL air kemudian diaduk hingga larut. Pada campuran ini ditambahkan 1-10 mL minyak jeruk pada temperatur kamar, sambil diaduk pada kecepatan 1000 rpm. Emulsi minyak jeruk dimasukkan ke dalam larutan prepolymer melamin-formalin, kemudian diaduk dan diatur hingga pH 5. Dalam campuran ini lalu ditambahkan larutan PVA melalui pengadukan pada temperatur 70°C selama 30 menit. Slurry kemudian didekantasi dan dikeringkan dalam desikator.

Immobilisasi mikrokapsul pada kain kapas

Mikrokapsul yang digunakan pada percobaan immobilisasi pada kain kapas selain mikrokapsul minyak jeruk nipis berbasis kulit kapsul melamin formaldehid (MF) hasil sintesis, juga digunakan mikrokapsul minyak jeruk nipis berbasis kulit kapsul etil selulosa (EC) yang disintesis dengan cara yang dilakukan penulis sebelumnya.¹⁸ Immobilisasi mikrokapsul pada kain kapas diawali dengan penyiapan sampel kain kapas siap celup dengan gramasi 0,01 gram/cm² berukuran 7 cm x 35 cm. Larutan mikrokapsul disiapkan dengan variasi jenis mikrokapsul (EC dan MF) dan *binder/crosslinking agent*. Volume larutan mikrokapsul yang diimmobilisasikan ditentukan sebesar 100 mL dengan masing-masing kadarsesebagai berikut: mikrokapsul minyak jeruk EC 1,4%, mikrokapsul melamin formaldehid (MF) 1,25%, *binder* poliakrilat 4%, *crosslinking agent* N-methylol dihydroxyethylene urea 3%. Larutan mikrokapsul dan *binder/crosslinking* diaduk sampai homogen, kemudian kain kapas dimasukkan

ke dalam larutan mikrokapsul selama 5-10 menit sambil diaduk dengan batang pengaduk. Sampel kain selanjutnya dikeringkan pada mesin *drying* selama 3 menit. Proses perendaman kain dengan larutan mikrokapsul dan pengeringannya diulang sebanyak 2 hingga 3 kali. Sampel kain kapas yang telah mengalami perlakuan dengan mikrokapsul diamati menggunakan SEM dan diuji daya tahan cucinya sesuai standar uji SNI ISO 105-C06:2010.

Pengujian dan karakterisasi

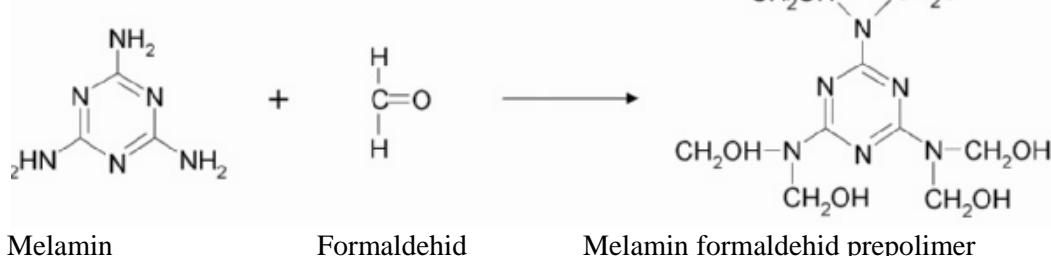
Pengamatan terhadap morfologi mikrokapsul minyak jeruk nipis dan sebaran ukuran partikel mikrokapsul dilakukan dengan menggunakan SEM dan PSA. Karakterisasi kain terimmobilisasi mikrokapsul dilakukan dengan menggunakan SEM untuk mengamati morfologi, dan FTIR untuk menganalisis pembentukan mikrokapsul. Uji ketahanan cuci dilakukan sesuai dengan standar uji SNI ISO 105-C06:2010

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi mikrokapsul

Pembentukan *shell* mikrokapsul melamin-formaldehid via polimerisasi *in-situ* diawali dengan pembuatan preparat prepolymer melamin-formaldehid (MF prepolymer) dengan cara mereaksikan melamin dengan formaldehid pada pH basa menurut reaksi sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 1.¹⁵

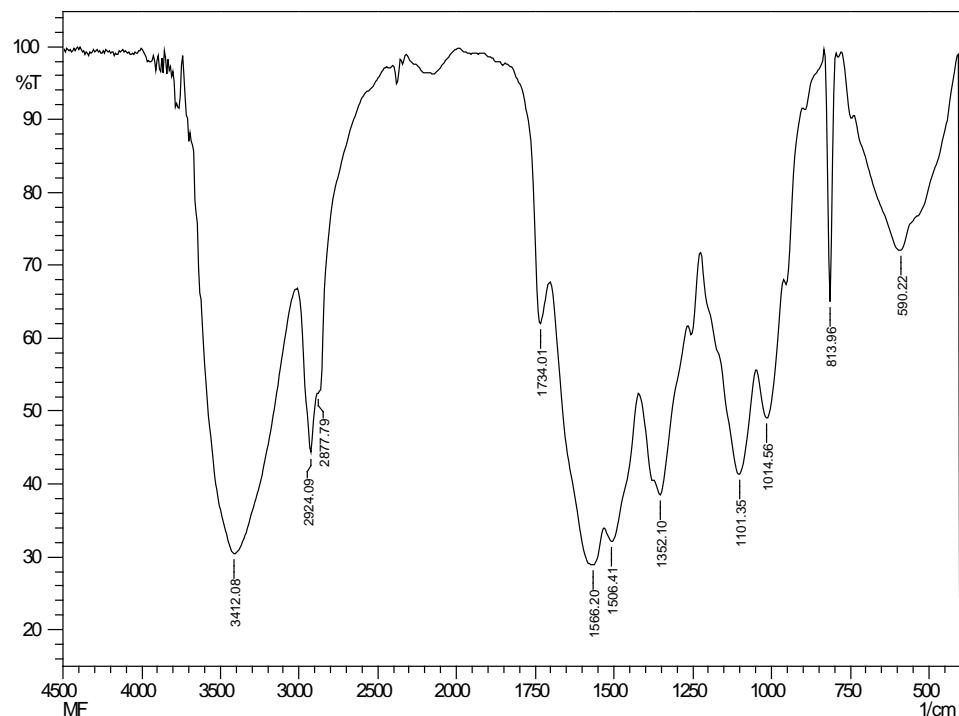
Pembentukan *shell* melamin-formaldehid sendiri terjadi ketika larutan MF prepolymer diturunkan pH-nya secara gradual dari pH basa menjadi pH asam (pH 5). Pada proses pembuatan mikrokapsul minyak jeruk, melamin formaldehid secara bertahap akan menempel dan terjadi *crosslinking* pada permukaan butiran minyak jeruk hingga akhirnya membungkus minyak jeruk. Berdasarkan persamaan reaksi di atas (Gambar 1) melamin formaldehid terbentuk sebagai akibat adanya ikatan antara seluruh atom N gugus amina pada senyawa melamin dengan atom C dari senyawa formaldehid. Hal ini terbukti ketika



Gambar 1. Reaksi melamin dengan formaldehid pada pH basa.¹⁵

sampel mikrokapsul hasil sintesis diuji dengan alat FTIR memberikan spektra vibrasi *stretching C-O* pada 1101 cm^{-1} , ikatan *C-N* pada 1352 cm^{-1} , dan vibrasi *bending N-H* pada 1566 cm^{-1} . Hasil pengujian mikrokapsul dengan menggunakan FTIR selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 2.

ukuran mikrokapsul terdistribusi pada rentang cukup lebar. Mikrokapsul MF/minyak jeruk yang disintesis pada kecepatan pengadukan 1000 rpm memberikan distribusi ukuran partikel $0,44 - 2,10\text{ }\mu\text{m}$, dimana ukuran mikrokapsul berukuran $0,44\text{ }\mu\text{m}$ berkisar $< 10\%$, sementara mikrokapsul yang

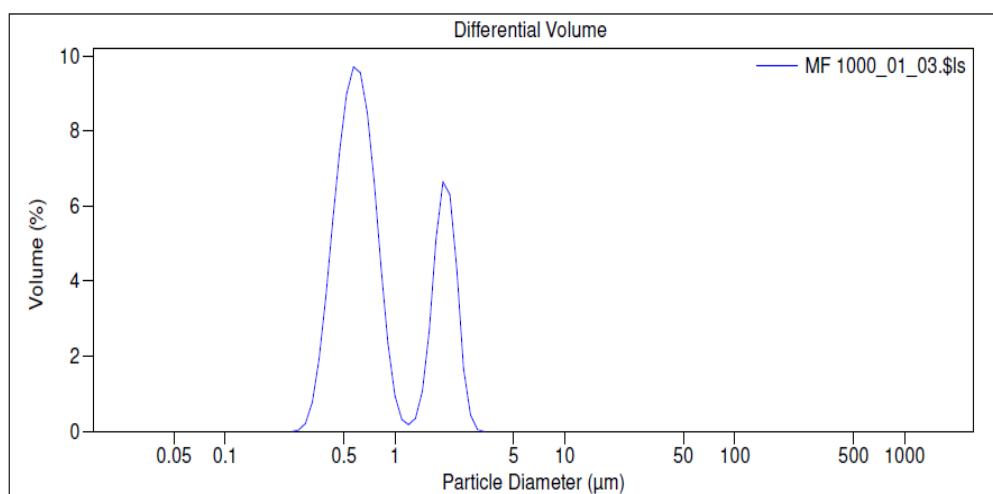


Gambar 2. Spektra FTIR mikrokapsul melamin-formaldehid hasil sintesis.

Hasil pengukuran distribusi partikel mikrokapsul minyak jeruk dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) dapat dilihat pada Gambar 3. Pada Gambar 3 memperlihatkan dua puncak kurva distribusi yang menggambarkan

berukuran $2,10\text{ }\mu\text{m}$ berkisar $< 90\text{ }%$. Ukuran partikel mikrokapsul rata-rata adalah $0,998\text{ }\mu\text{m}$.

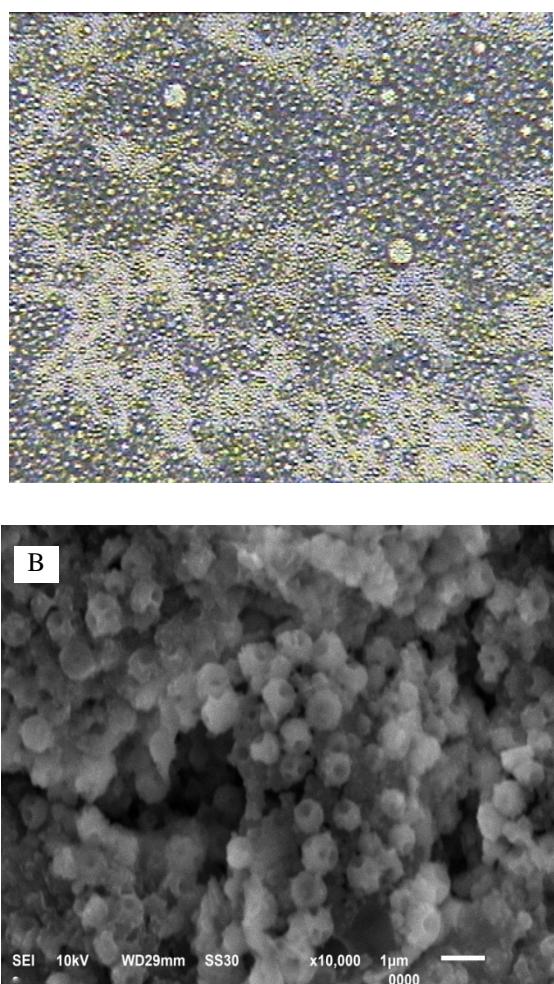
Pengamatan morfologi mikrokapsul minyak jeruk dilakukan dengan menggunakan alat SEM. Namun demikian sebelumnya sebagai pengamatan



Gambar 3. Hasil pengukuran distribusi ukuran partikel mikrokapsul jeruk nipis menggunakan PSA.

awal dilakukan pula pengamatan menggunakan mikroskop optik. Hasil pengamatan mikrokapsul minyak jeruk menggunakan mikroskop optik dan SEM dapat dilihat pada Gambar 4.

Pengamatan dengan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 640 kali (Gambar 4-a) tampak mikrokapsul minyak jeruk terlihat jelas dan terang dengan bentuk sperik. Butiran minyak dalam sistem emulsi tersalut melamin formaldehid yang berada pada antarmuka minyak-air. Interaksi yang terjadi antara minyak dan melamin formaldehid adalah interaksi hidrofobik dan interaksi elektrostatik dengan bantuan zat pengemulsi.²⁰ Hasil pengamatan menggunakan SEM (Gambar 4-b) dengan perbesaran 10.000 kali memperlihatkan bahwa mikrokapsul pada umumnya berbentuk sperik. Tampak teramat cukup banyak mikrokapsul dalam ben A yang kurang sempurna (kempes) atau terdeformasi.



Gambar 4. Mikrokapsul jeruk nipis MF: A) Citra mikroskop yang dilengkapi video analyzer (perbesaran 640X); B) Citra SEM perbesaran 10.000 X.

Hal ini kemungkinan disebabkan oleh insiden yang disebabkan oleh berkas elektron pada saat analisis/pengukuran berlangsung. Seiring meningkatnya upaya perbesaran yang dilakukan untuk mendapat gambar yang lebih baik, kejadianya adalah elektron menjadi terkonsentrasi di area sampel, bahkan terkadang pada satu mikrokapsul tunggal, sehingga energi yang terlambau tinggi yang datang terserap oleh sampel mikrokapsul akan mendeformasi sampel mikrokapsul.²¹

Evaluasi sampel kain hasil immobilisasi dengan mikrokapsul

Hasil pengamatan terhadap hasil immobilisasi mikrokapsul pada sampel kain kapas yang dilakukan dengan bantuan *binder/crosslinking agent* ditunjukkan pada Gambar 5. Pengamatan menggunakan SEM dimaksudkan untuk mengkonfirmasikan keberadaan mikrokapsul minyak jeruk pada serat kain. Mikrokapsul minyak jeruk nipis yang berbasis kulit etil selulosa (EC) pada kain kapas (Gambar 5-A dan 5-B) tampak terlihat sangat jelas dikarenakan ukuran partikelnya relatif lebih besar dibanding mikrokapsul berbasis kulit melamin formaldehid (MF) (Gambar 6-A dan 6-B). Pada kain kapas, mikrokapsul etil selulosayang diimmobilisasikan dengan menggunakan dihidroksimetilen memungkinkan terjadinya ikatan *crosslinking* dengan gugus OH dari selulosa serat kapas.²² Immobilisasi mikrokapsul dengan menggunakan *binder* poliakrilat hanya menimbulkan ikatan antara mikrokapsul dengan serat kapas seperti halnya proses *coating* pada umumnya.

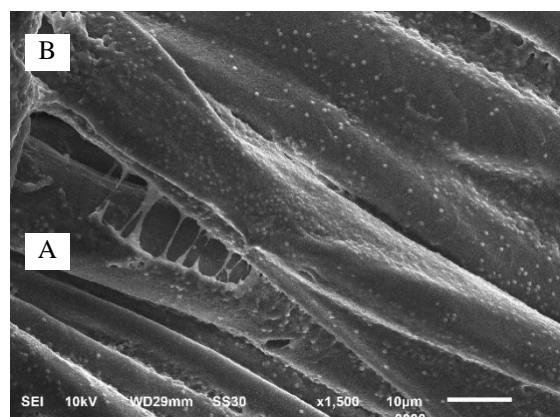
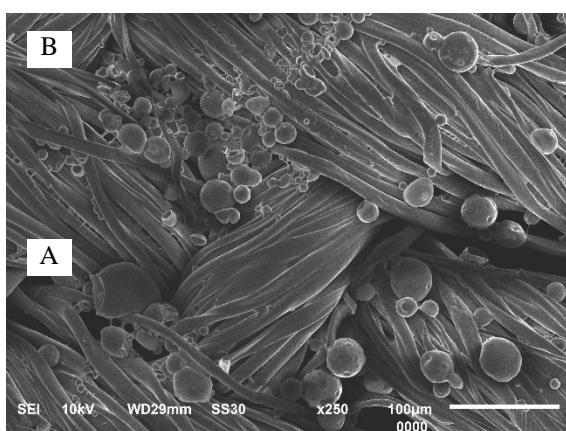
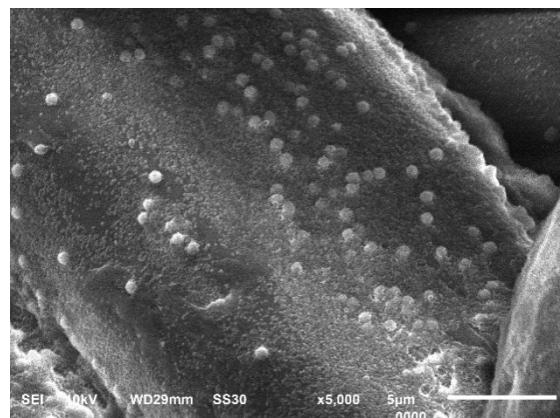
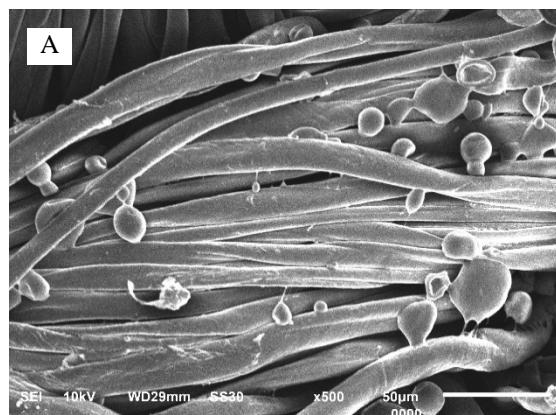
Hasil evaluasi terhadap mikrokapsul pada kain kapas setelah proses pencucian dapat dilihat pada Tabel 1. Tampak terjadi penurunan jumlah mikrokapsul baik setelah pencucian setara 1 kali pencucian rumah tangga maupun setelah pencucian setara 5 kali pencucian rumah tangga. Kemungkinan yang terjadi bahwa mikrokapsul yang hilang selama proses pencucian adalah mikrokapsul yang tidak terfiksasi pada kain kapas, hal ini terlihat dari nilai penurunannya yang tidak jauh berbeda diantara dua tipe pencucian tersebut. Disamping itu teramat bahwa untuk mikrokapsul berbasis kulit etil selulosa lebih cocok menggunakan *binder* dihidroksietilen urea, sedangkan *binder* poliakrilat cocok untuk mikrokapsul yang berbasis kulit melamin formaldehid. Immobilisasi mikrokapsul melamin formaldehid pada kain kapas, memperlihatkan ketahanan terhadap pencucian hingga setara 5 kali pencucian rumah tangga dengan penurunan terbaik untuk mikrokapsul etil selulosa/*binder* dihidroksi etilen urea dan mikrokapsul melamin

Tabel 1 Jumlah mikrokapsul pada sampel kain

Sampel kain dengan: basis kulit mikrokapsul <i>/binder</i>	Jumlah mikrokapsul pada sampel kain sebelum pencucian (mg/cm ²)	Jumlah mikrokapsul pada sampel kain setelah pencucian (mg/cm ²)	Penurunan jumlah mikrokapsul (%)		
			A1S	A1M	A1S
EC/poliakrilat	0,65	0,28	0,35	57	46
EC/dihidroksietilen urea	2,10	1,52	1,63	27	23
MF/poliakrilat	1,41	0,97	1,10	31	22
MF/dihidroksietilen urea	1,24	0,42	0,67	66	46

Keterangan : EC (etil selulosa), MF (melamin formaldehid), A1S (pencucian setara 1 x pencucian rumah tangga), A1M (pencucian setara 5 x pencucian rumah tangga).

formaldehid/*binder* poliakrilat masing-masing berturut-turut 23% dan 22%.



Gambar 5. Citra SEM kain kapas terimmobilisasi mikrokapsul: A) mikrokapsul EC/*binder* poliakrilat; B) mikrokapsul EC/*binder* dihidroksietilen urea.

Gambar 6. Citra SEM kain kapas terimmobilisasi mikrokapsul: A) mikrokapsul MF/*binder* poliakrilat; B) mikrokapsul MF/*binder* dihidroksietilen urea.

KESIMPULAN

Mikrokapsul minyak jeruk nipis dalam kapsul melamin formaldehid berhasil disintesis dengan metode polimerisasi *in-situ*. Mikrokapsul terkarakterisasi dengan menggunakan SEM berbentuk sperik. Mikrokapsul minyak jeruk dengan basis kulit melamin formaldehid yang disintesis pada kecepatan pengadukan 1000 rpm memiliki ukuran partikel 0,44 – 2,10 μm . Immobilisasi mikrokapsul melamin formaldehid pada kain kapas memperlihatkan ketahanan terhadap pencucian hingga setara 5 kali pencucian rumah tangga. Penurunan tahan cuci terbaik untuk mikrokapsul etil selulosa/*binder* dihidroksi etilen urea dan mikrokapsul melamin formaldehid/*binder* poliakrilat masing-masing berturut-turut 23% dan 22%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini terlaksana dengan bantuan anggaran penelitian DIPA Balai Besar Tekstil tahun 2017.

PUSTAKA

1. Wang J.M., Zheng W., Song Q.W., Zhu H., & Zhou Y., Preparation and characterization of natural fragrant microcapsules, *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics*, **1**, 293-299 (2009).
2. Jing H., Properties of aroma sustained release cotton fabric with rose fragrance nanocapsule, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, **19**, 3, 523-528 (2011).
3. Nelson G., Application of microencapsulation in textile, *International Journal of Pharmaceutics*, **242**, 55-62 (2002) .
4. Saraswathi R., Krishnan P.N., & Dilip C., Antimicrobial activity of cotton and silk fabric with herbal extract by microencapsulation (2010), *Asian Pasific Journal of Tropical Medicine*, 128-132 (2010).
5. Nejman A., Cieślak M., Gajdzicki B., Goetzendorf B.G., & Karaszewska A., Methods of PCM microcapsules application and the thermal properties of modified knitted fabric, *Thermochimica Acta*, **589**, 158-163 (2014).
6. Specos M.M., García J.J., Tornesello J., Marino P., Della Vecchia M., M.V. Defain Tesoriero M.V., et.al. Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles, *Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine and Hygiene*, **104** (10), 653-658 (2010).
7. Deperindag, Indonesian essential oils the scents of natural life, *Handbook of commodity profile* (2011).
8. Bilia A.R., Guccione C., Isacchi B., Righeschi C., Firenzuoli F., & Bergonzi M.C. , Essential Oils Loaded in Nanosystems: A Developing Strategy for a Successful Therapeutic Approach, *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, **20**, 1-14 (2014).
9. Neri L.S., Verbel J.O., & Stashenko E., Repellent activity of essential oils: review, *Bioresources Technology*, **101**, 372-378 (2010).
10. Guenther E., Minyak Atsiri, Jilid I dan III, Penerbit Universitas Indonesia (1990).
11. Pathan R.K., Gali P.R., Pathan P., Gowtham T., & Pasupuleti S., In vitro Antimicrobial Activity of Citrus aurantifolia and its Phytochemical screening, *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, S328-S331 (2012).
12. Krishnan S., Kshirsagar A.C., & Singhal R.S., The use of gum arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent, *Carbohydrate Polymers*, **62** (4), 309-315 (2005).
13. Rodrigues S.N., Martins I.M. , Fernandes I.P., Gomes P.B., Mata F.G., Barreiro M.F., et.al., Scentfashion: Microencapsulated perfumes for textile application, *Chemical Engineering Journal*, **149**, 463-472 (2005).
14. Mirabedini S.M., Dutil I., & Farnood R.R., Preparation and characterization of ethyl cellulose-based core-shell microcapsules containing plant oils, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, **394**, 74– 84 (2012).
15. Hwang J.S., Kim J.N., Wee Y.J., Yun J.S., Jang H.G., Kim S.H., et.al., Preparation and characterization of melamine-formaldehyde resin microcapsules containing fragrant oil, *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, **11**, 332-336 (2006).
16. Badulescu R., Vivod V., Jausovec D., & Voncina B., Grafting of ethylcellulose microcapsules onto cotton fibers, *Carbohydrate Polymers* , **71** , 85–91(2007).
17. Martins I.M., Barreiro M.F., Coelho M., & Rodrigues A.E., Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic application-review, *Chemical Engineering Journal*, **245**, 191-200 (2014).
18. Wahyudi T., Mulyawan A.S., Kasipah C., Prayudie U., & Julaeha E., Pembuatan mikrokapsul minyak jeruk (*Citrus aurantifolia*)

- untuk aplikasi pada penyempurnaan tekstil,
Arena Tekstil, **32** (1), 1-8 (2017).
19. Hong K., & Park S., Melamine resin microcapsules containing fragrant oil: synthesis and characterization, *Materials Chemistry and Physics*, **58**, 128-131 (1999).
 20. Fei X., Zhao H., Zhang B., Cao L., Yu. M, Zhou J., et.al., Microencapsulation mechanism and size control of fragrant microcapsules with melamine resin shell, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 1-20 (2015).
 21. Teixeira C.S.N.R., Martins I.M.D., Mata V.L.C., Barreiro M.F.F., & Rodrigues A.E., Characterization and evaluation of commercial fragrance microcapsules for textile application, *Journal of The Textile Institute*, **103** (3), 269–282 (2012).
 22. Erkan G., Sarisik M., & Pazarlioglu N.K., The Microencapsulation of Terbinafine via In Situ Polymerization of Melamine-Formaldehyde and Their Application to Cotton Fabric, *Journal of Applied Polymer Science*, **118**, 3707–3714 (2010).
-