

## Mikrokapsül Aplikasyonu Sonrası Multifonksiyonel Havlu Eldesi

Sevil TÜRKÇEN GÜNÇ\*<sup>1</sup> , Saliha Büşra KARAKELLE\*<sup>2</sup> , Dilek KUT TOPRAKKAYA\*<sup>3</sup> 

<sup>1,2</sup>Bursalı Tekstil San. ve Tic. A.Ş., Bursa, 16369, Türkiye

<sup>3</sup>Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, 16059, Türkiye

Araştırma Makalesi, Geliş Tarihi: 26.02.2021, Kabul Tarihi: 27.04.2021

### Özet

Tekstil endüstrisinde sanayileşmeyi sürdürebilmek ve çevreyi koruyabilmek için işletme bünyesinde konvansiyonel yöntemle elde edilen nihai ürün olan havluya, mikrokapsül teknolojisi ile farklı fonksiyonel özelliklerin (kötü kokuları absorbe edici, mantar ve bakteri oluşumunu engelleyici) eklenmesi ile katma değeri yüksek yeni bir ürün gamı geliştirilmiştir. Çalışmada; doğal ekstratların (bal ve propolis) özütleri alınıp çeper malzeme (jelatin ve arap zamkı) ile kaplanarak mikro ve nano boyutta kapsül elde edilerek optik mikroskopta partikül boyutları görüntülenmiştir. UV-VIS spektrofotometre ölçümü ile mikrokapsüllerdeki etken madde miktarı tespit edilmiştir. Elde edilen kapsüllerin havlu ve bornoza aktarımı emdirme yöntemine göre gerçekleştirilmiştir. Havluya applike edilen kapsülün kumaş üzerinde homojen dağılımını gözlemek için SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) görüntüleri alınmıştır. Havlu kumaşa yıkama testleri yapılarak kapsüllerin yıkama dayanımı değerlendirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Mikrokapsül Teknolojisi, Doğal Ekstrakt, Aplikasyon, Multifonksiyonel Tekstil Ürünleri.

## Multifunctional Towel Handing After Microcapsule Application

### Abstract

In order to sustain industrialization in the textile industry and protect the environment, a new product range with high added value was developed by adding different functional properties (absorbing bad odors, preventing fungus and bacteria formation) to the towel, which is the final product obtained by conventional method within the enterprise, with microcapsule technology. Microcapsulation technology is one step ahead of other methods in terms of its environmental and economic advantages. In the study; Extracts of natural extracts (honey and propolis) were taken and coated with a wall material (gelatin and gum arabic), micro and nano-sized capsules were obtained and particle sizes were visualized under an optical microscope. UV-VIS transfer of the obtained capsules to towel and bathrobe was carried out according to the impregnation method. SEM (Scanning Electron Microscopy) images were taken to observe the homogeneous distribution of the capsule applied to the towel on the fabric. Washing tests were performed on the towel fabric and the washing resistance of the capsules was improved.

**Keywords:** Microcapsule Technology, Natural Extract, Application, Multifunctional Textile Products.

<sup>1</sup>Sorumlu yazar sevilturkcen@gmail.com, <sup>2</sup>busra.karakelle@bursaligrubu.com, <sup>3</sup>dilek@uludag.edu.tr

## 1. GİRİŞ

Tekstilde bitim işleminde kullanılan kimyasal (doğal veya sentetik) maddeler ile tekstil ürünlerine birçok fonksiyonel özellikler kazandırılmaktadır. Fonksiyonel tekstillerin kullanımı her geçen yıl artış göstermektedir. Son yıllarda fonksiyonel tekstiller hızla büyüyen ve gelişen teknolojiyle, tekstil endüstrisi için yeni hedef kitleler ve yeni pazarlar oluşturmaktadır. Fonksiyonel tekstiller, yüksek katma değere sahip müşteri ihtiyaçlarını karşılayan ürünler olarak tanımlanmaktadır (Roshan vd, 2015).

Tekstil endüstrisinde, üretim teknikleri geliştirilerek ürün kalitesi arttırılmaya ve çevre dostu üretim süreci yapılmaya yönelik çalışmalar önem kazanmaya başlamıştır. Giyim, artık insanlar için geleneksel fonksiyonların yanında ek fonksiyonlar taşıyan konfor ve koruma özellikli ürünler haline gelmektedir. Bu özelliklerden bariyer etkili koruyucu ve termofizyolojik konfor giysiler önde gelen ürünlerdendir (Roshan vd. 2015).

### 1.1. Balın Özellikleri

Bal arıları, çiçekli bitkilerden ve bitkiler üzerinde tutunan küçük canlıların salgıladıklarını toplayarak kendine ait farklı maddeler karıştırarak değişikliğe uğratırlar. Ardından biriktirdikleri ve değişikliğe uğrattıkları ürünü bal peteklerine depolarlar. Depoladıkları madde, bal olarak tanımlanmaktadır. Ayrıca tatlı ve tatlandırıcı madde olarak da tanımlanabilmektedir (Türk Gıda Kodeksi 2000/39 sayılı Bal Tebliği).

Bal, tatlı veya tatlandırıcı bir üründür. Nedeni balın içerisinde bulunan üç farklı şekerden kaynaklanmaktadır. Bunlar, Meyve şekeri (%40), Sakroz (%2) ve Üzüm şekeri (%34)'dir. Balın geriye kalan %24'ünün %17'lik bölümü su, geri kalan %7'lik bölümü ise Alüminyum, Gümüş, Albumin, Dekstril, Nitrojen, Demir, Sodyum, Sülfür, Magnezyum, Fosfor, Polen, Manganez, Protein ve asitlerden oluşur. Balın kaliteli olmasını sağlayan en önemli bölümünü ise %7'lik karışım belirler (Hoyt, New Yorks 181).

Balın antibakteriyel özelliği sayesinde içinde bulunan farklı mikroorganizmalar üreyemez ve yaşayamaz. Dünyada çapındaki literatürlerde ve uygulamaya geçen tedavi olarak da adlandırılan geleneksel ve tamamlayıcı tıp'ta; propolis, arı sütü ve polenin yanı sıra, bal da tedavi yöntemleri arasında günümüz teknolojisinde kullanılmaktadır (Lusby vd., 2002; Garede vd., 2004).

### 1.2. Propolisin Özellikleri

Propolis, bal arıları tarafından üretilen yapışkan bir arı ürünüdür. Bal arıları, çiçeklerin ve bitkilerin tomurcuk, yaprak, gövdelerinden toplanan, reçine kıvamında olan üründür. Propolisin en belirgin özellikleri arasında; antifungal, antibakteriyel ve antiviral aktivite etkileri yer almaktadır. Propolisin antibakteriyel aktivitelerinin başlıca etken madde grupları sırası ile; flavonoidler, alifatik ve aromatik asitler ve esterlerdir (Basim vd., 2006). Propolisin içeriğinde flavonoidler, fenolik asit ve esterleri, steroidler terpenoidler, aminoasitler ve inorganik bileşikler gibi farklı kimyasal bileşikler bulunmaktadır (Moreno vd., 2000).

Propolisin içeriği ve etkisinin değişmesi nedenleri arasında; toplanma süresi, iklim şartları, mevsim dönüşümleri, coğrafi bölgeye göre oldukça farklılık göstermektedir (Sforcin vd., 2000). Çeşitli ülkelerden çözümlenen propolisin içerdiği kimyasal bileşenler Tablo 1'de verilmiştir.

**Tablo 1.** Propolisin bileşenleri

Bileşen Sınıfı	Bileşen Grubu	Ülkeler
Resinler	%45 – 55 Flavonoid	Hungary Bulgaria Czechoslovakia Egypt England Austria, Germany
	Fenolik Asit ve Esterler	Hungary Bulgaria Mongolia
Mum ve Yağ Asitleri	%25 – 35	Hungary
Esansiyel Yağlar	%10	Hungary
Polen	%5	Poland

Diğer Organik ve Mineral Maddeler	%5 (14 iz element, en yaygın Fe ve Zn)	Bulgaria
	Ketonlar	Cuba
	Laktonlar	Cuba
	Kinonlar	Cuba
	Steroidler	England
	Benzoik asit ve esterleri	England
	Vitaminler, sadece B3	England
Şekerler		

Propolis ürününün en önemli bilinen ve en fazla araştırılan hususlardan biri antibakteriyel özelliğidir. Propolisin farklı mikroorganizmalara karşı (örneğin; mantar, bakteri, virüs, vb.) etkisi ile ilgili çok fazla bilimsel araştırmalar ve çalışmalar yapılmıştır (Kujumgiev vd.,1993; De Castro vd.,1995). Tablo 2’de doğal propolisin maddesinin mikroorganizmalar üzerine etkisi incelenmiştir.

**Tablo 2.** Propolisin mikroorganizmalar üzerine etkisi

Hedef Mikroorganizma
<b>Bakterisidal Etkileri</b>
Bacillus larvaları
B. subtilis ve diğerleri
Staphylococcus türleri
Staphylococcus aureus
Streptococcus
Streptomyces
Saccharomyces cerevisiae
Escherichia coli
Salmonella ve Shigella
Salmonella

Klebsiella pneumoniae
<b>Fungisidal Etkileri</b>
Candida albicans
Aspergillus niger
Botrytis cinerea
Ascospaera apis
Plasmopara viticola
<b>Antiviral Etkileri</b>
Herpes
Patates virüsü
Influenza
<b>Nematodisidal Etkileri</b>
Ascaris suum

### 1.3. Mikrokapsül Elde Edilme Aşamaları

Doğal ekstraktlar çok farklı alanlarda (gıda, ilaç, kozmetik, tekstil, kimya, vb.) kullanım olanağı bulmuştur. Günümüz teknolojisinde mikrokapsülleme yöntemi ile doğal ekstraktların boyutları küçültülerek mikro veya nano boyutta kapsüller üretilebilmektedir. Elde edilen bu mikro ve nano kapsüllerin içerisine verilmek istenen fonksiyonel özellikler hapsedilebilmektedir.

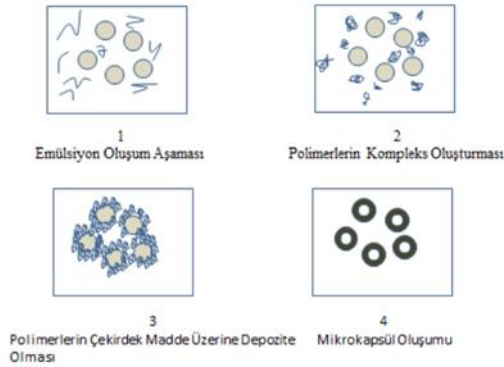
Mikrokapsüllerin dış çeper özelliklerinin farklılaştırılması ile farklı alanlara yönelik kullanımı çok fazla önem kazanmıştır (örneğin; jelatin, arap zamkı, vb). Eczacılık biliminde, sağlık alanı ile ilgili ilaç, vitamin, krem, kozmetik gibi tüm ürünlerde, mikrokapsüllü ürünler kullanılmaya başlanmıştır. Bunların yanı sıra mikrokapsülleme yöntemlerinden tekstil, gıda sektörü, tatlar ve esanslar, yapıştırıcılar, vb. gibi çok fazla alanlarda bu teknolojiye faydalanılmaktadır (Övez vd., 2002).

Doğal maddelerin mikrokapsüllemesi için farklı metodlar ve teknikler kullanılmaktadır. İç çekirdek maddenin fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlı olarak mikrokapsülleme metodları da değişmektedir. Koaservasyon yöntemlerinden en yoğun bir şekilde kullanılmakta olanı kompleks koaservasyon yöntemidir. İç çekirdek ve dış çeper doğal polimerlerden oluşmaktadır. Bu doğal polimerlerin fazlarının

birbirlerinden aynı anda ayrıldıkları koaservasyon metodu olan bu yöntem, anyonik ve katyonik maddelerin suda çok hızlı çözünebilen yeteneğine dayanmaktadır. Bu ayrılmanın sonucu olarak iki farklı faz meydana gelmektedir. Doğal polimerlerin çok fazla olduğu bölüm, kompleks koaservat olarak adlandırılmaktadır (Koç vd., 2010).

Kompleks koaservasyon yöntemi ile mikrokapsüllerin hazırlanması dört adımda gerçekleşmektedir (Şekil 1):

1. Emülsiyon Oluşumu
2. Polimerlerin Kompleks Oluşturması
3. Kaplamanın Oluşması
4. Kaplama Sertleşmesi – Mikrokapsül Oluşumu



Şekil 1. Mikrokapsül oluşum basamakları

Bu çalışmanın amacı kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak elde edilen mikrokapsüllerin aktarıldığı havlu kumaşlarda antimikrobiyal özelliklerin araştırılmasıdır. Bu amaçla bal ve propolis doğal ekstratları, kompleks koaservasyon yöntemi kullanılarak mikro kapsül formuna getirilmiştir. Kapsüllerin karakterizasyonları, Optik Mikroskop, Taramalı elektron mikroskopu (SEM) partikül boyutu analizi ve UV-VIS Spektrofotometresi ile de pik dağılımları gerçekleştirilmiştir. Mikro kapsüller pamuklu kumaşlara çapraz bağlayıcı aracılığı ile aktarılmış, SEM analizleri kullanılarak kumaş üzerindeki varlığı incelenmiştir.

## 2. MATERYAL VE METOT

### 2.1. Mikrokapsül Yapımında Kullanılan Cihazlar ve Kimyasallar

Bu çalışmada; bal ve propolisin, kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsülleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Uygulama aşamasında iç ve dış çeperi için birbirleri ile

uyumlu olan doğal yapılar seçilmiştir. Bunlar; dış çeper malzemeleri arap zıncı ve jelatin (%10), emülsiyon oluşturmak için sodyum sülfat çözeltisi (%20), çapraz bağlayıcı olarak sitrik asit çözeltisi (%20) ve pH'ı ayarlamak için NaOH (sodyum hidroksit) kullanılmıştır.

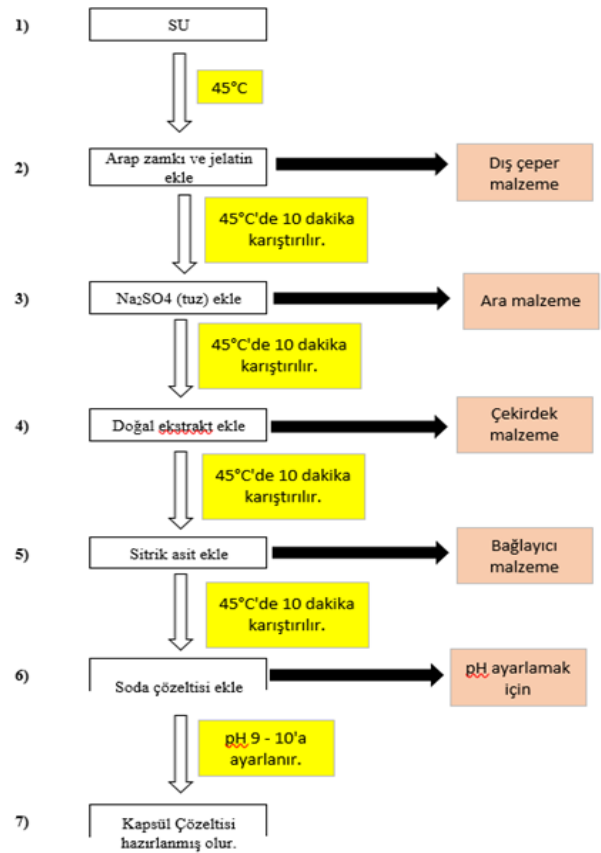
Mikrokapsüllenen bal ve propolis doğal ekstratları Talya Bitkisel firmasından alınmıştır.

Elde edilen mikrokapsüllerin karakterizasyonu için UV-VIS (Spektrofotometre), TGA (Termogravimetrik analiz; TG/DTA) ve DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskopu) kullanılmıştır.

### 2.2. Mikrokapsüllerin Hazırlanması

Kompleks koaservasyon yöntemine göre mikrokapsül eldesinde pH, karıştırma devri ve çalışmada kullanılan maddelerin ekleniş sırası önemli parametrelerdir. En yoğun ve homojen kapsül eldesinin gerçekleştiği koşulların belirlenebilmesi amacıyla optimizasyon çalışmaları yapılmış ve ideal koşullar aşağıda belirtilmiştir.

Şekil 2'de mikrokapsülasyon aşamalarının akış şeması verilmiştir.



Şekil 2. Mikrokapsülasyon aşamaları akış şeması

Çalışmada, kapsül oluşumu için gereken doğal ve organik ürünlerin çözeltiye ekleniş sıraları, süreleri ve kapsül oluşumu için gereken pH önemlidir.

Ekleniş sırası (Şekil 3):

-Karıştırma kabına su eklenerek, 45°C'ye ısıtılır.

-Üzerine yine 45°C'ye ısıtılmış olan dış çeper (jelatin ve arap zıncığı) çözeltisinden (%10) eklenip, 2 saat karıştırılır.

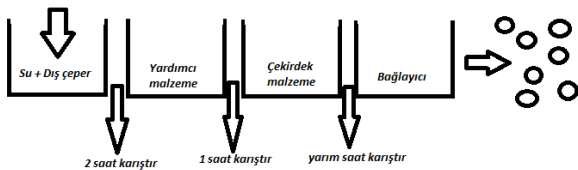
-Üzerine ara malzeme (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) eklenir ve 1 saat daha karıştırmaya devam edilir.

-Daha sonra çekirdek malzemeler (Bal + Propolis,) damla damla ve çok yavaş olacak şekilde eklenir ve yarım saat daha karıştırılır.

-Üzerine bağlayıcı (sitrik asit) eklenip, 10 dk. daha karıştırılır.

-Oluşan çözeltinin pH'ı 3 (asidik) olduğu için seyreltik soda çözeltisi ile pH'a 9 – 10 arasına yükseltilir.

-Daha sonra oluşan kapsül çözeltisi soğumaya bırakılır ve soğutucuya konur.



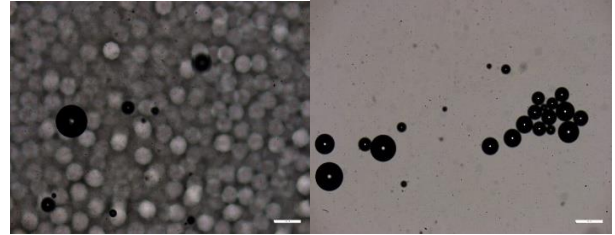
Şekil 3. Mikrokapsül oluşumu ve ürünlerin ekleniş sıraları

### 3. BULGULAR

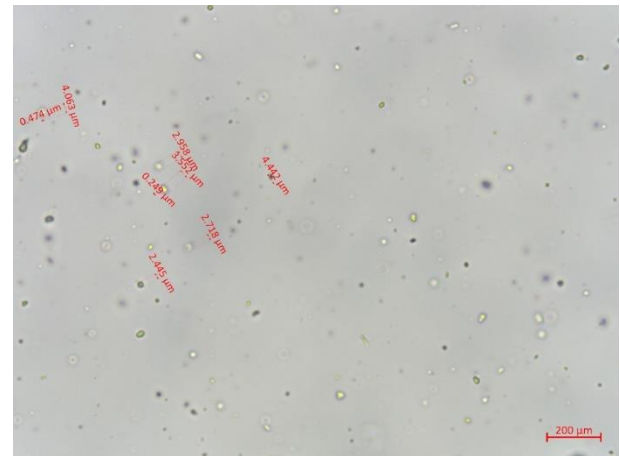
Bu çalışmada, bal ve propolis doğal ekstraktlardan oluşan mikrokapsüller elde edilmiştir. Dış çeperinde ise arap zıncığı ve jelatin doğal karışımları kullanılarak kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsüller oluşturulmuştur. Daha sonra homojenizatör cihazında seramik çarpıştırıcılar ile boyutları küçültülüp, homojen hale getirilmiştir. İç çekirdek ve dış çeper malzemeleri birbirleri ile emülsiyon oluşturmaları için sodyum sülfat çözeltisi (%20) kullanılmıştır. Oluşturulan mikrokapsülleri hem birbirleri ile hem de havlu kumaşa aplik edebilmek için çapraz bağlayıcı olan doğal sitrik asit çözeltisi (%20) duvar materyallerine eklenmiştir.

1:5 (çekirdek malzeme: çeper malzeme) oranında çalışmalar yapılarak mikrokapsüllerin fonksiyonel

etkileri analizlerin sonuçlarına göre incelemeye alınmıştır. Bazı literatür çalışmalarında mikrokapsülasyon üretim aşamalarındaki çapraz bağlayıcı olarak formaldehit kullanılmıştır. Fakat formaldehit kimyasalının içeriğindeki maddeler insan sağlığı açısından zararlı olduğu için bu çalışmada çapraz bağlayıcı olarak doğal sitrik asit çözeltisi kullanılmıştır. Şekil 4'te bal ve propolis mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri; Şekil 5'te tanecik boyut analiz görüntüleri bulunmaktadır.



Şekil 4. Bal ve propolis mikrokapsüllerin optik mikroskop görüntüleri

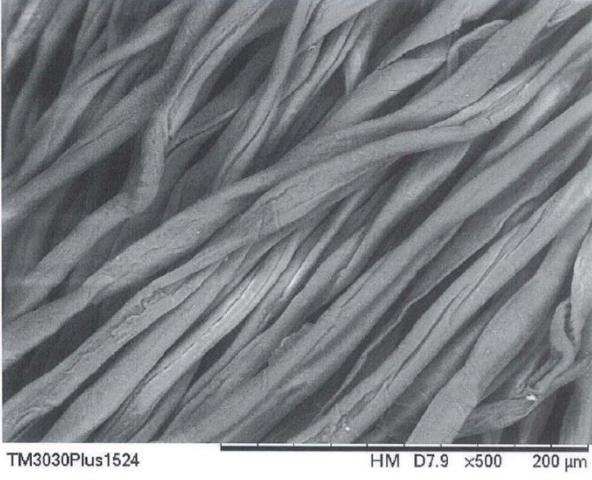


Şekil 5. Bal ve propolis mikrokapsüllerin tanecik boyut analiz görüntüleri

Bursalı Tekstil Ar-Ge Merkezi firmasında bulunan optik mikroskop ile boyutları küçültülen kapsüllerin tanecik boyut analizi yapılmıştır. Çalışmada 10 mikron ve altında mikron boyutlar elde edilmiştir.

10:20 g/L Mikrokapsül Çözeltisi / Çapraz Bağlayıcı (Bal+Propolis / Sitrik Asit) çözeltisi %100 pamuklu havlu kumaşa emdirme yöntemine göre Fulard cihazında aktarılmıştır. Mikrokapsüller havlu kumaşa aplik edildikten sonra laboratuvar tipi kurutma makinasında 120 C'de ve belirli bir hızda geçirilerek kapsül çözeltisi havlu kumaşa fikse edilmiştir. Fikseleme işlemi tamamlanan kumaşların SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) cihazında görüntülenmesi yapılmıştır.

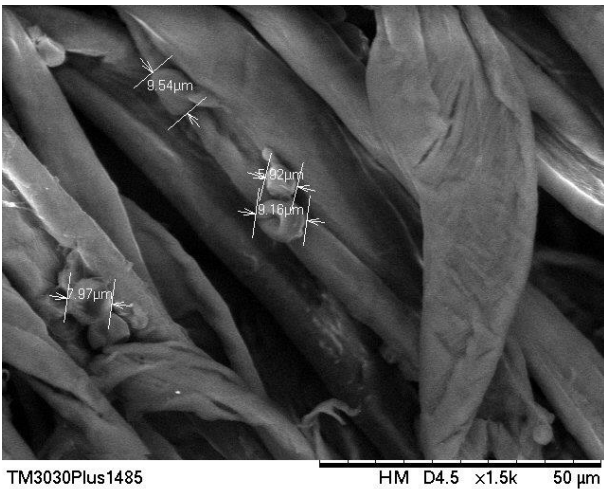
Şekil 6’da Orijinal havlu kumaş SEM görüntüsü; Şekil 7’de bal ve propolis içeren mikrokapsül SEM görüntüsü; Şekil 8’de bal ve propolis içeren mikrokapsül SEM görüntüsü ve boyut ölçümü bulunmaktadır.



Şekil 6. Orijinal havlu kumaş SEM görüntüsü



Şekil 7. Bal ve Propolis içeren mikrokapsül SEM görüntüsü

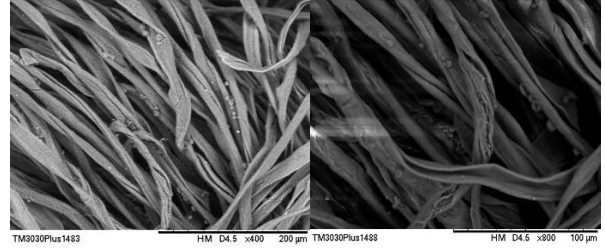


Şekil 8. Bal ve propolis içeren mikrokapsül SEM görüntüsü ve boyut ölçümü

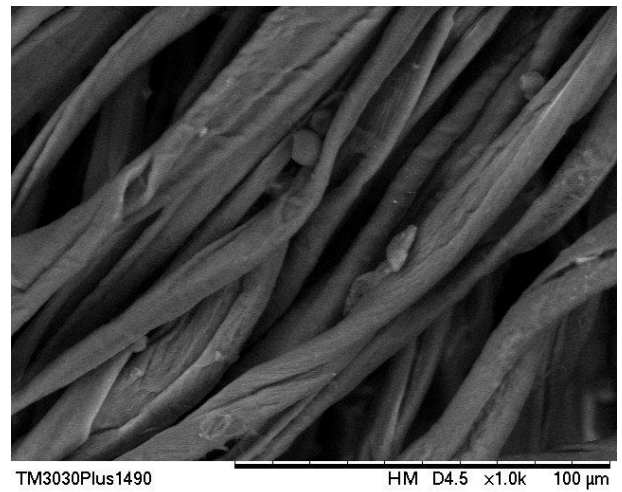
SEM görüntüleri incelendiğinde, hem mikrokapsüllerin havlu kumaşa aplikasyon işlemi hem de boyutlarının çalışma hedefinde bulunan 10 mikron ve altında olması sağlanmıştır.

Taramalı elektron mikroskobu analizi sonucunda; mikrokapsül içermeyen %100 pamuktan dokunan kumaşların kusursuz bir morfolojik yüzey yapısına sahip olduğu görülmüştür. Mikrokapsül ile işlem görmüş %100 pamuklu havlu kumaş yapısında liflere bağlanmış küresel formda mikrokapsüllerin var olduğu kanıtlanmıştır. Yapılan SEM ölçümleri sonucunda kumaş yüzeyinin üzerine applike edilen mikrokapsüller ortalama çapları 5-6 µm’dir. Homojen dağıldığı gözlemlenmiştir. Şekil 9’da Bal ve propolis içeren mikrokapsül 1. ve 5. yıkama sonucu SEM görüntüsü; Şekil 10’da 15. yıkama sonucu SEM görüntüsü bulunmaktadır.

Bu çalışmanın bir diğer hedefi olan 15 yıkamaya dayanıklı olmasıdır ve bu süreç doğrultusunda standart havlu ve multifonksiyonel havlu kumaşların performans test analiz sonuçları ve kıyaslanması yapılmıştır.



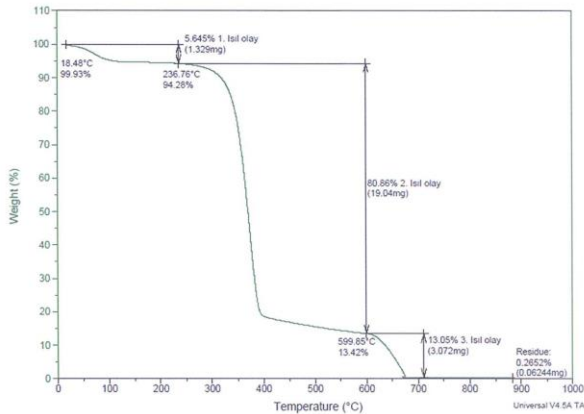
Şekil 9. Bal ve propolis içeren mikrokapsül 1. ve 5. yıkama sonucu SEM görüntüsü



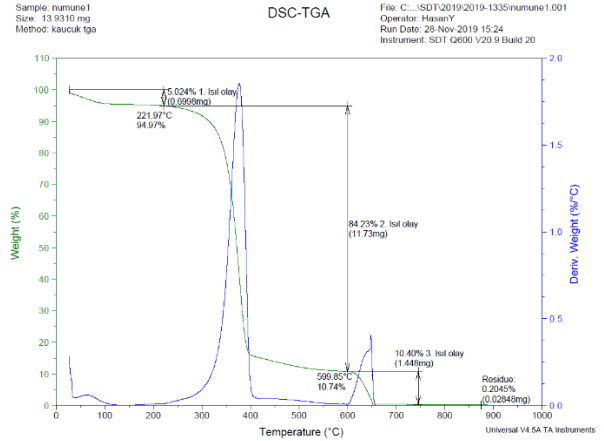
Şekil 10. Bal ve propolis içeren mikrokapsül 15. yıkama sonucu SEM görüntüsü

Havlu kumaşların üretilen mikrokapsül çözeltilerinin aplike edilmesinin ardından 15 yıkamaya dayanıklı olup olmadığı test edilmiştir. Yukarıda verilen SEM görüntülerinden mikrokapsül çözeltilerinin 15 yıkamaya kadar dayanıklı olduğu gözlenmiştir. Bunun sebebi; üretilen mikrokapsüllerin tanecik boyutları 10 mikron ve altında gerçekleştirildiği için kapsül boyutu ne kadar küçük olursa havlu kumaşın yüzeyine tutunması o kadar artacaktır. Bunun sayesinde 15 yıkamaya kadar hala dayanıklıdır.

Oluşturulan mikrokapsüllü havlu kumaşlara TGA (Termogravimetrik Analiz) ve DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. TGA analizinde yapılan çalışmada; bir atmosferdeki ürünün kütlesi, zamana veya sıcaklığa göre (zamanla doğrusal olarak) fonksiyona karşı kaydedilir. Termogravimetrik analiz; malzemenin kütleli (gramaj) kaybına uğradığı sıcaklığı belirler. Bu işlem numunenin buharlaştığını veya bozulduğunu gösterir. Belirli bir sıcaklığa getirilen numunenin TGA analizi ile belirlenen özellikleri sırası ile; ağırlık kaybı bilgisi, örnek bileşenin içeriğini ve bozulma aşamasındaki reaksiyonlarını izleme kolaylığı sağlamaktadır. Şekil 11’de orijinal havlu kumaşın TGA ve DSC sonuçları; Şekil 12’de bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın DSC ve TGA görüntüleri bulunmaktadır.



Şekil 11. Orijinal havlu kumaşın TGA ve DSC sonuçları



Şekil 12. Bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın DSC ve TGA görüntüleri

Sonuçlar incelendiğinde; bal ve propolis mikrokapsülleri içeren multifonksiyonel havlu kumaşa ait grafiklerde malzeme pamuk olduğu için sıcaklıkla birlikte bozunma ve kömürleşme (C’a dönüşme) gerçekleşiyor. Önce yapıdaki su ve su bazlı bileşikler uçuyor, gaz çıkışı gerçekleşiyor, en son orijinal numune için yaklaşık 660-670 C’ler civarında tamamen C’a dönüşüyor.

Oluşturulan mikrokapsüllü havlu kumaşlara ISO 105-C06 A1M – yıkama haslığı testi ve ISO 105-X12 sürtme haslığı testleri uygulanmıştır. Tablo 3’te yıkama ve sürtme haslığı testi sonuçları bulunmaktadır.

Tablo 3. Yıkama ve sürtme haslığı testi sonuçları

Numune	Renk Sürtme Haslığı		Renk Değişimi	Renk Yıkama Haslığı
	Kuru	Yaş		
Orijinal Havlu	5	4/5	4/5	4
Mikrokapsüllü Havlu	5	4/5	4/5	4/5

Sonuçlar incelendiğinde; sürtme haslığında değişkenlik olmazken, yıkama haslığında yarım puan iyileşme gözlenmiştir.

Oluşturulan mikrokapsüllü havlu kumaşlara ISO 13937-2 Yırtılma Mukavemeti testi ve ISO 13934-2 Kopma Mukavemeti testleri uygulanmıştır. Tablo 4’te kopma ve yırtılma mukavemet testi sonuçları bulunmaktadır.

**Tablo 4.** Kopma ve yırtılma mukavemet testi sonuçları

Numune	Kopma Mukavemeti		Yırtılma Mukavemeti	
	Çözü (N)	Atkı (N)	Çözü (N)	Atkı (N)
<b>Orijinal Havlu</b>	228,55	251,66	18,74	41,88
<b>Mikrokapsüllü Havlu</b>	229,1	251,78	18,89	41,9

Sonuçlar incelendiğinde hem kopma mukavemetinde hem de yırtılma mukavemetinde az da olsa kapsül içeren havlu içerdiği bağlayıcılar sayesinde çözgü ve atkı yönünde iyileşme gözlenmiştir.

Oluşturulan mikrokapsüllü havlu kumaşlara TS 866 Hidrofilite testi uygulanmıştır. Tablo 5’te hidofilite testinin sonuçları bulunmaktadır.

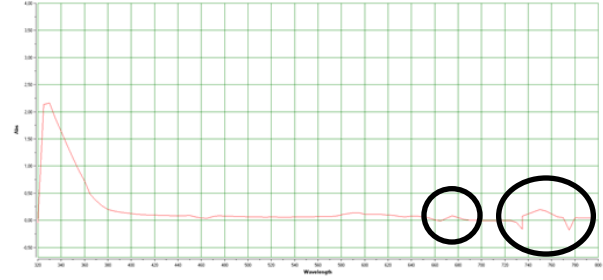
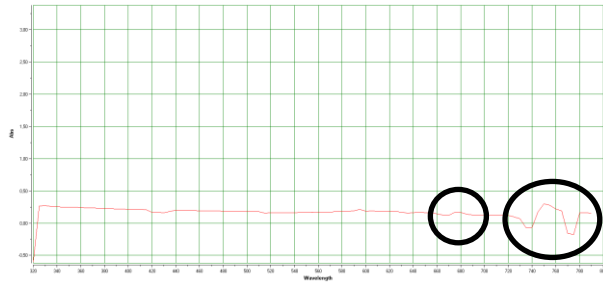
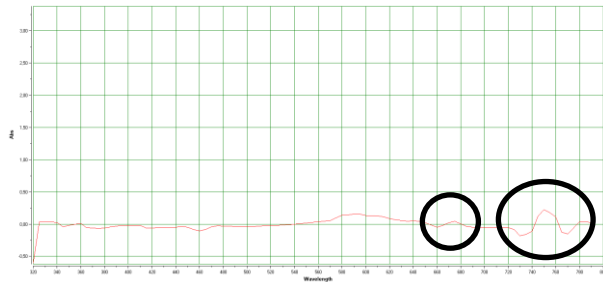
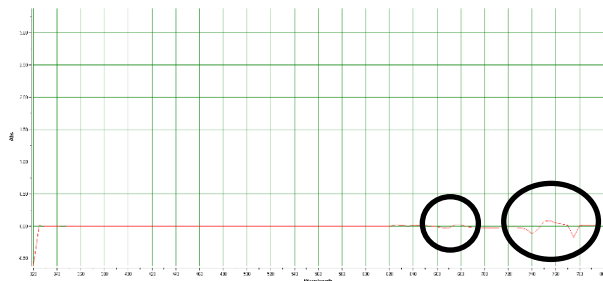
**Tablo 5.** Hidrofilite test sonuçları

Numune	1.Ölçüm (sn)	2.Ölçüm (sn)	3.Ölçüm (sn)	Ort. (sn)
<b>Orijinal</b>	6	6,5	5,2	5,9
<b>Mikrokapsüllü Havlu</b>	4,1	4,3	4	4,13

Sonuçlar incelendiğinde; mikrokapsül içeren havlu kumaş standart havlu kumaşa göre daha hızlı şekilde suyu emmiştir.

Kalite kontrol testi olarak “In Vitro” kalite testleri firmamız bünyesinde bulunan UV-VIS cihazında test edilmiştir. Multifonksiyonel özellikli havlu ve bornoz kumaşların 40°C’de 15 kere yıkanarak her yıkama adımında ki suyu UV-VIS cihazında absorbans sonuçlarına bakılmıştır. Şekil 13’te bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın yıkama öncesi UV-VIS görüntüleri; Şekil 14’te bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın 5 yıkama sonrası UV-VIS görüntüleri; Şekil 15’te bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın 10 yıkama sonrası UV-VIS görüntüleri; Şekil 16’da bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın 15 yıkama sonrası UV-VIS görüntüleri bulunmaktadır.

Sonuçların değerlendirilmesi; apre uygulanmış kumaşların tekrarlı yıkamalar sonrası alınan piklerin birbiri ile vermiş olduğu pikler değerlendirilmiştir.

**Şekil 13.** Bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın yıkama öncesi UV-VIS görüntüleri**Şekil 14.** Bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın 5 yıkama sonrası UV-VIS görüntüleri**Şekil 15.** Bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın 10 yıkama sonrası UV-VIS görüntüleri**Şekil 16.** Bal ve propolis içeren mikrokapsüllü havlu kumaşın 15 yıkama sonrası UV-VIS görüntüleri



Sonuçlar incelendiğinde, oluşturulan mikrokapsüllü havlu kumaşların yıkama öncesi mikrokapsül çözeltisinde çözelti pikleri yoğun olarak 700 – 780 dalga boyu arasında pik vermektedir. 5, 10 ve 15 yıkama sonrasında pik yoğunluğu halen 700 – 780 dalga boyunda pik vermektedir. 15 yıkama sonrasında istenen etkinliğin devam ettiği gözlenmiştir.

#### 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, havlu ve bornoz grubuna yönelik kullanım amacıyla bal ve propolis doğal ekstraktlarını içeren kapsüller üretilmiştir. Doğal ekstrakt olan bal ve propolis mikrokapsüllerin, dış çeper olarak arap zıncı ve jelatin duvar malzemesi kullanılarak kompleks koaservasyon metodu ile mikrokapsülasyon işlemi yapılmıştır. Daha sonrasında 50l/h hızında çalışan pilot üretim için üretilen homojenizatör cihazında oluşturulan mikrokapsüller daha küçük partikül boyutuna ayırıştırılmak ve homojen bir şekilde dağılım sağlamak için cihazdan belirli basınçta ve dakikada geçirilmiştir. Yapılan çalışmalar sırasında çekirdek malzeme, çeper malzemelerin oranları değiştirilerek ve bağlayıcı miktarları gibi diğer tüm parametreler değiştirilerek kapsül üretimi tamamlanmıştır. SEM görüntüleri ile ölçümlenen mikrokapsüllerin morfolojik yapılarının görüntüleri tayin edilmiştir. Elde edilen mikrokapsüllerin sırası ile; DSC, Termogravimetrik Analiz, UV-VIS, mukavemet, hidrofilite, haslık testleri ve antibakteriyel aktivite analizleri yapılmıştır. Çalışılan parametreler doğrultusunda bal ve propolis doğal ürünlerini içeren kapsül üretiminde kullanılan malzemelerin oranları şunlardır: ara malzeme miktarı (SS) %20, çapraz bağlayıcı (doğal sitrik asit) miktarı %20 ve en yaygın olarak kullanılan dış çeper malzemelerinden arap zıncı ve jelatinin oranlarının 1:1 olduğu çalışmalar sonucunda tespit edilmiştir. Mikrokapsül oluşumunun gözlemlendiği ürünün UV-VIS spektrofotometresi analizi ile kapsüllerin havlu kumaş üzerinde ki yıkama dayanımları tespit edilmiştir. TGA ve DSC analizleri ile termal kararlılıkları tayin edilmiştir.

Oluşturulan mikrokapsüllü havlu kumaşlara nemli ortamdan gelen gram negatif (-) bakterilerine karşı test edilmiştir. Gram negatif (-) bakteri olan Escheria Coli, Staphylacoccus aureus (gram pozitif (+)) bakterisine göre daha dirençli olduğu için “ASTM E2149:2013-E.coli ATCC 25922” test metoduna göre analiz işlemi yapılmıştır. Test sonucunda, yıkama öncesi antibakteriyel test aktivitesi: %99,96 çıkmıştır. Aynı kumaşın 40°C’de 15 yıkama sonrası antibakteriyel test aktivitesi %91,66 çıkmıştır.

Bursalı Tekstil Ar-Ge ekibi tarafından geliştirilen formülasyonun patent başvurusu gerçekleştirilmiştir. Çıktı patent başvurusu ile koruma altına alınmış olup Türk Patent ve Marka Kurumu tarafından Patent tescili beklenmektedir.

Patent Başvuru Numarası: 2018/19685.

#### TEŞEKKÜR

Bursalı Tekstil Ar-Ge Merkezi çalışanlarına, Prof. Dr. Dilek KUT TOPRAKKAYA’ya ve TÜBİTAK 3180776 no’lu projeye yardımları ve desteklerinden dolayı teşekkür ederiz.

#### KAYNAKLAR

Basim E., Basim H. and Özcan M. (2006). Antibacterial Activities Of Turkish Polen And Propolis Extracts Against Plant Bacterial Pathogens, Journal Of Food Engineering, 77, 992-996.

Hoyt M., The World Of Bees, Coward Menann Inc, New Yorks 181.

Koç M., Sakin M. Ve Kaymak F. (2010). Mikroenkapsülasyon ve Gıda Teknolojisinde Kullanımı, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 16(1), 77-86.

Kujumgiev A., Bankova V., Ignatova A., and Popov S. (1993). Antibacterial Activity Of Propolis, Some Of Its Components And Analogs, Pharmazie, 48, 785-786.

Lusby P. E., Coombes A. and Wilkinson J. M. (2002). Honey: A Potent Agent for Wound Healing? J. Wocn. S.295-300.

Moreno M.I.N., Isla M.I., Sampietro A.R. and Vattuone, M.A. (2000). Comparison Of The Free Radical-Scavenging Activity Of Propolis From Several Regions of Argentina J.Ethnopharmacol., 71, 109-114.

Roshan P. (2015). Functional Finishes For Textiles. Woodhead Publishing Limited, 656p, Cambridge.

Sforcin J.M., Fernandes Jr., A., Lopes C.A., Bankova V., Funari S.R. (2000). Seasonal Effect On Brazilian Propolis Antibacterial Activity, J. Ethnopharmacol., 73, 243-249.

Övez B. ve Yüksel M. (2002). Parfümlerin Çapraz Bağlı Mikrokapsüllerden Yavaş Salgılanmaları, Ekoloji Dergisi, 43(10), 26-29.