MAGYAR KÉPZŐMŰVÉSZETI EGYETEM

Doktor Iskola

Mestermunka

EGY KÖTŐANYAG VIZSGÁLATI PROTOKOLL BEMUTATÁSA – EGY RENESZÁNSZ TÁBLAKÉP ÉS EGY EGYIPTOMI SZARKOFÁG KÖTŐANYAGAINAK ELEMZÉSE

Varga Tímea

Témavezető:

Galambos Éva DLA

2018

Tartalom

I.BEVEZETÉS	3
II. A DOLGOZATBAN BEMUTATOTT VIZSGÁLATOK LÉPÉSEI	3
II.1. Fénymikroszkópos vizsgálatok	3
II.2. Mikrokémiai tesztek szervetlen anyagokra	3
II.3. Cseppentéses tesztek	4
II.4. SEM-EDS vizsgálatok	4
II.5. FTIR mérések	4
III. ÖTFÉLE CSEPPENTÉSES (SPOT) KÖTŐANYAGTESZT BEMUTATÁSA STANDARDOKON	5
III.1. Schiff vagy PAS (Periodic Acid Schiff) reakció – fehérje kimutatására	5
III.2. Szappanképzés (hab teszt) - száradó olajok kimutatására	9
III.3. Bial's teszt – növényi gumik kimutatására	
III.4. Storch/Morawski reakció – természetes gyanták kimutatására	15
III.5. Kálium-jodidos (Lugol oldatos) teszt – keményítő és dextrin kimutatására	
IV. A VIZSGÁLATSOR ALKALMAZÁSA KÉT MŰTÁRGY ESETÉBEN	20
II.1 Altobello Melone: Krisztus színeváltozása	20
II.1.1. Fénymikroszkópos vizsgálatok és mikrokémiai tesztek szervetlen összetevőkre	20
IV.1.2. Cseppentéses tesztek	
IV.1.3. SEM-EDS	
IV.1.4. FTIR mérések kötőanyag meghatározásra	54
IV.1.5. A mintákon végzett vizsgálatok összegzése a kötőanyag meghatározás szempontjából	
II.2 Az 51.638 leltári számú római szarkofág (Szépművészeti Múzeum, Egyiptomi osztály)	60
IV.2.1. Fénymikroszkópos vizsgálatok és mikrokémiai tesztek szervetlen összetevőkre	60
IV.2.2. Cseppentéses tesztek	76
IV.2.3. SEM-EDS	
IV.2.4. FTIR	93
IV.1.5. A mintákon végzett vizsgálatok összegzése a kötőanyag meghatározás szempontjából	
V. A VIZSGÁLATOK SORÁN SZERZETT TAPASZTALATOK ÖSSZEGZÉSE	
VI. IRODALOMJEGYZÉK	
VII. KÉPJEGYZÉK	
VIII. MELLÉKLETEK	

I.BEVEZETÉS

Valószínűleg ahány restaurálással, vagy restaurátorképzéssel, műtárgyak kutatásával foglalkozó intézmény van a világon, annyi különböző protokoll létezik a kötőanyag kutatásra. Hogy ki milyen teszteket és méréseket alkalmaz, meghatározza, hogy milyen felszereléssel rendelkezik, mire van anyagi lehetősége, és milyen tapasztalatokat szerzett az egyes eljárásokkal. Természetesen a legideálisabb eset az lenne, ha minden műtárgy vizsgálatakor a legtöbb, és legpontosabb eredményeket adó teszteket és méréseket végeznénk el, de erre sajnos általában nincs lehetőség. Ebben a munkában egy olyan vizsgálatsort mutatok be, amely kémiai-fizikai reakciókon alapuló teszteket, és műszeres vizsgálatokat is alkalmaz. Az egyes technikákkal kapott eredményeket egymással kiegészítve következtethetünk a rétegek kötőanyagára.

A cseppentéses (spot test) tesztek alternatívát jelentenek a metszetszínezéssel szemben. Kivitelezésük nem túl bonyolult és költséges, de szakmai felkészültséget és megfelelő laborkörülményeket kívánnak meg. A dolgozatban részletesen, lépésenként bemutatásra kerül 5 féle, kötőanyagtípusra specifikus teszt. A lehetséges pozitív eredményeket standardokon mutatjuk be, majd két műtárgy mintáin más technikákkal kiegészítve, egy vizsgálatsor részeiként is.

II. A DOLGOZATBAN BEMUTATOTT VIZSGÁLATOK LÉPÉSEI

II.1. Fénymikroszkópos vizsgálatok

A műtárgyakból vett minták fénymikroszkópos vizsgálatával alapvető információkhoz jutunk. A keresztmetszet csiszolatok alapján a rétegszerkezetet, a szemcsepreparátumokkal a pigmentek mikroszkópos jellemzőit, és sok esetben a típusát is meg tudjuk határozni. A további tesztekhez és műszeres mérésekhez elengedhetetlen kiindulási alapot jelentenek ezek a vizsgálatok: a cseppentéses tesztekhez ezek alapján preparáljuk a mintákat a megfelelő rétegekből, a műszeres elemzéseket pedig általában keresztmetszeten végezzük. A fénymikroszkópos vizsgálatokra a Magyar Képzőművészeti Egyetem Restaurátor tanszékének laborjában került sor, Zeiss Discovery V20 sztereo mikroszkóp, illetve Zeiss Axioimager 2 (2x-40x) polarizációs mikroszkóp használatával. A felvételeket Axiocam MRc5 kamerával, és Canon D500-as tükörreflexes fényképezőgéppel készítettük.

II.2. Mikrokémiai tesztek szervetlen anyagokra

A szervetlen anyagokra végzett egyszerű mikrokémiai tesztek (pl. kálium-ferrocianid teszt vastartalom, kén-hidrogén teszt réz- és ólomtartalom kimutatására, savas megcseppentés karbonátok meghatározásához) olyan kiegészítő információkat adnak, amelyek lényegesek lehetnek a kötőanyag elemzés szempontjából. Bizonyos szervetlen összetevők jelenléte hatással lehet a további tesztek eredményeire. Jó példa erre, hogy a savas alapú tesztek kiértékelhetőségét a kioldódó karbonát tartalom igen

megnehezíti, vagy például ha egy réteg ólomfehéret tartalmaz, az befolyásolhatja az FTIR mérések eredményességét is a kötőanyag esetében. A mikrokémiai tesztek a Magyar Képzőművészeti Egyetem Restaurátor tanszékének laborjában készültek.

II.3. Cseppentéses tesztek

Ezekhez a kémiai reakciókon alapuló vizsgálatokhoz viszonylag kis mennyiségű mintára van szükség és a megfelelő reagensekre. Az eljárások elég érzékenyek és szelektívek, de természetesen ezeknél is előfordulnak olyan körülmények, amelyeket a kivitelezéskor figyelembe kell venni. A cseppentéses tesztekkel bizonyos elemek vagy összetevők meghatározására van lehetőség, viszonylag egyszerűen és költséghatékonyan. Ezeknek az eljárásoknak is megvannak a korlátaik, csupán egy anyagtípus jelenlétét vagy hiányát jelzik, a pontos és biztos eredményekhez egyéb vizsgálatok is szükségesek.

Fel kell hívni továbbá a figyelmet, hogy ezek a kémiai tesztek egyes esetekben veszélyes, vagy mérgező anyagok használatát jelentik. Ezért a vizsgálatokat csak képzett szakembernek (labor technikus, kémikus) megfelelő körülmények között (elszívóval vagy vegyifülkével felszerelt labor), és megfelelő védőöltözetben végezzék (köpeny, szeműveg, kesztyű, esetleg maszk). A cseppentéses tesztek a Pardubicei Egyetem Restaurátor tanszékének laborjában készültek, szakmai felügyelet mellett.

A cseppentéses, vagy mikrokémiai teszteket a következőképp osztjuk fel:

- Elem specifikus reakciók
- Csoport specifikus reakciók

II.4. SEM-EDS vizsgálatok

A SEM-EDS vizsgálatokkal meghatározhatjuk, hogy egy-egy réteg milyen kémiai elemeket tartalmaz. Mivel a technika csak az elemekre vonatkozóan ad információt, a legbiztosabban a fénymikroszkópos vizsgálatok eredményeivel összevetve következtethetünk a pigmentek. töltőanyagok típusára. A SEM-EDS vizsgálatokra a Pardubicei Egyetem Restaurátor tanszékének laborjában került sor, Tescan márkájú, Mira3 berendezéssel.

II.5. FTIR mérések

Az FTIR vizsgálattal a rétegben található összetevőkre a molekula kötés rezgések alapján következtethetünk. Bizonyos szervetlen összetevők nagymértékben befolyásolják a kötőanyag típusának meghatározhatóságát, mint például a gipsz. Az FTIR méréseket a prágai Technikai Múzeum laborjában végezték, Nicolet iN 10 mikroszkóppal, germánium ATR kristály alkalmazásával.

III. ÖTFÉLE CSEPPENTÉSES (SPOT) KÖTŐANYAGTESZT BEMUTATÁSA STANDARDOKON

A tesztek anyagai és lépéseinek leírása Bayer K., Bayerová, T.: Basics of binding media and pigment identification, 2018, című egyetemi jegyzete alapján készült, a standardok kivitelezésében Karol Bayer állt a szerző segítségére, a felvételeket a szerző készítette

III.1. Schiff vagy PAS (Periodic Acid Schiff) reakció – fehérje kimutatására

Csoport specifikus reakció pirrol származékokra

Szükséges anyagok és felszerelés

- Dimetil-amino-benzaldehid
- koncentrált hangyasav
- kapilláris cső, 100mm, 80µl
- tűszelepes Bunsen-égő
- szűrőpapír

A vizsgálat elve

Fehérje specifikus teszt, a többi kötőanyagtípus nem adhat rá pozitív eredményt. Melegítés hatására a fehérje szétesik (pirolizálódik¹), és illékony pirrol² származékok keletkeznek (I). A gáz halmazállapotú származékok reagálnak a reagens p-dimetil-amino-benzaldehiddel³ (II), és egy kondenzációs termék - Schiff bázis⁴ jön létre - ami újrarendeződik egy lila színű kinin-származékká.

¹ Magas hőmérséklet eredményeképpen létrejövő kémiai bomlás. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html</u> 2018.05.16.

 $^{^{2}}$ C₄H₅N, öttagú, gyűrűs aromás vegyület.

http://tudasbazis.sulinet.hu/hu/termeszettudomanyok/kemia/szerves-kemia/nitrogentartalmu-heteroaromas-vegyuletek/a-pirrol-azimidazol-es-a-purin 2018.05.16.

³ C₉H₁₁NO, CAS Number: 100-10-7 <u>https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/4- dimethylamino benzaldehyde#section=Top</u> 2018.05.16.

⁴ Olyan vegyület, amely egy aromás aminosav és egy aldehid vagy keton kondenzációjával keletkezik. Pl.: RNH₂+R'CHO→RN:CHR'+H₂O

A vegyületek gyakran kristályosak; a szerves kémiában az aromás aminok meghatározására használják (előállítják a Schiff-bázist és mérik az olvadáspontot). Nevét a német kémikus, Hugo Schiff (1834-1915) után kapta. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html</u> 2018.05.16.



1. kép: A reakció folyamata

A reagens elkészítése

A por formában kapható p-dimetil-amino-benzaldehidből körülbelül 2 g-nyit teszünk egy nagyobb műanyag mintatartó aljába, és pipettával a koncentrált hangyasavból⁵ 2-3 cseppet cseppentünk rá. Nem baj, ha marad a reagensből szilárd állagú az oldatban, ez jelzi, hogy biztosan telített.

A vizsgálat menete



2. kép: Az elkészített P-DAB reagens és a szükséges anyagok: p-Dimetil-amino-benzaldehid és metánsav (hangyasav)

3. kép: A szétválasztott réteg darabkája

- 1. Sztereo mikroszkóppal kiválasztjuk a vizsgálni kívánt réteget, majd különválasztjuk őket egy megfelelő szikével.
- Egy 80µl-es kémcsőbe tesszük a mintát, és egy megfelelő eszközzel (tű, vagy gömbölyű végű üvegeszköz) kb. 2 cm mélyre nyomjuk bele.

⁵ **metánsav (hangyasav)**: Színtelen, csípős szagú és ízű folyadék: HCOOH; relatív sűrűsége: 1,2; op.: 8 °C; fp.: 101 °C. Előállítható a nátriumsóból (nátrium-metanoát) koncentrált kénsav hatására. A természetben a hangyákban, és szúrós csalánokban fordul elő. A legegyszerűbb karbonsav. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html 2018.05.16.



4. kép: A szétválasztott réteg darabkáit a kapillárisba helyezzük, kb. 2 cm-nyire az egyik végétől



- 5. kép: A minta a kapillárisban
- 3. Gázláng felett megolvasztjuk a kémcső végét, és összezárjuk vele a kémcsövet. Nem szabad megfogni a kémcső nyitottan maradó végét, mert szennyeződés kerülhet a csőre, ami befolyásolhatja a tesztet. (A gázlángnak elég magas hőmérsékletűnek kell lennie, olyan erősnek, hogy ne lássuk a láng narancssárga színét, hanem csak a kék részt. Ha elég sok levegőt engedünk a rendszerbe, hangosabb lesz, és a láng is kevésbé lesz látható. A láng két kék részből fog állni, a belső, kisebb kék rész külső peremén a legmagasabb a hőmérséklet. Körbe-körbe kell forgatni a csövet, hogy ne deformálódjon el, ne hajoljon el a cső. Végül mikroszkóp alatt ellenőrizni kell, hogy lezárult-e a vége.)



6. kép: A kémcső végét gázláng felett összeolvasztjuk - bezárjuk

7. kép: A mintát lerázzuk a kapilláris összezárt végébe

- 4. Lerázzuk a mintát a kapilláris összezárt végébe.
- Szűrőpapírból olyan vékony darabot vágunk, amit bele tudunk a kémcső nyitottan hagyott végébe illeszteni, körülbelül a cső harmadáig. Ellenőrizzük a levágott darabot, hogy biztosan belefér-e a kapillárisba.
- 6. A szűrőpapírt belemártjuk a reagensbe, kb. 2 cm-nyire, majd visszatesszük a kapilláris nyitott végébe.





9. kép: A levágott papírt a kémcsőbe próbáljuk

7. A kémcső zárt végét lassan a gázláng fölé közelítjük, folyamatosan mozgatva megmelegítjük, hogy elkerüljük az üveg megolvadását és elhajlását. A kémcső közepét is átmelegítjük, hogy a keletkező gáz ne csapódjon ki a kémcső hidegen maradó oldalán. Fokozatosan tovább tartjuk a lángban, és melegítjük tovább a mintát, körülbelül 2 percen keresztül. A keletkező gáz lilásan elszínezi a papír reagensbe mártott végét, ha fehérje van a mintában. A minta elszenesedhet a vizsgálat közben, de ez nem befolyásolja az eredményt.



 kép: A szűrőpapír végét a reagensbe mártjuk, majd visszaillesztjük a kapillárisba



11. kép: Gázláng felett fokozatosan melegítjük a mintát

A minták előkészítésénél a vizsgálatra törekednünk kell arra, hogy csak egy rétegből származzon a kaparék. Ezt nagyon vékony rétegek esetén szinte lehetetlen elérni, ezért tisztában kell vele lennünk, hogy pontosan mely rétegeket tartalmazza a mintánk. Ha például egy olaj festményből vett festékréteget vizsgálunk, és ennek vastagsága csupán 20 mikron körüli, szinte biztos, hogy a kaparékunkban marad alapozóréteg is. Az alapozók tipikus kötőanyaga állati fehérje (enyv), ami pozitív reakciót adhat, így a vizsgálat a festékréteg szempontjából hamis eredményt hozhat.

III.2. Szappanképzés (hab teszt) - száradó olajok kimutatására

Csoport-specifikus reakció

Szükséges anyagok és felszerelés

- Ammónium-hidroxid 26%-os (tömény)
- Hidrogén-peroxid 30%-os (tömény)
- tárgylemez

A vizsgálat elve

A száradó olajokban található zsírsavak vagy észtereik lúggal történő elszappanosításakor hab (felület aktív anyag) képződik. Ammónium-hidroxidot alkalmazva a reakcióhoz ammónia hab keletkezik. Hidrogénperoxid hozzáadásával oxigén szabadul fel, és stabil hab képződik a felületen.



A vizsgálat menete

1. A mintát egy süllyesztett tárgylemez közepére tesszük, és kicsit szétnyomjuk egy fém eszközzel, hogy nagyjából por állagú legyen.



13. kép: A vizsgálandó réteg darabkája

14. kép: A mintát porítjuk

2. Egy nagyobb pipettával körülbelül 2 csepp 26%-os (tömény) ammónium-hidroxidot (NH₄OH) cseppentünk rá.



15. kép: Tömény ammónum-hidroxidot cseppentünk a mintára

16. kép: Tömény hidrogén-peroxidot adunk az oladathoz

3. Ezután 1-2 csepp friss hidrogén-peroxidot cseppentünk (30% p.a.) az ammónium-hidroxidba. Ha az oldat felületén sűrű, stabil hab képződik, ami percekig megmarad, akkor olaj van a mintában.



17. kép: A megcseppentett minta a tárgylemezen

18. kép: A pozitív reakció eredménye stabil hab

A teszthez használt hidrogén-peroxidnak "frissnek" kell lennie – vagyis a hosszabb ideig kisebb üvegben tárolt anyag nem biztos, hogy jól fog működni.

Más anyagok is képesek buborékokat, esetleg habot képezni, ha ezen a módon kezeljük őket – például egyes gyanták is. Ezekben az esetekben azonban a hab nem stabil, kevésbé "sűrű", és pár perc alatt eltűnik az oldat felületéről.

Csakúgy, mint a Schiff reakció esetében, ennél a tesztnél is nagyon fontos, hogy a vizsgálandó rétegeket precízen szétválasszuk a hamis eredmények elkerülése érdekében.

III.3. Bial's teszt – növényi gumik kimutatására

Csoport specifikus reakció pentózra

Szükséges anyagok és felszerelés

- Orcinol (5-methyl-resorcinol)
- koncentrált sósav (HCl)
- 10%-os vas-klorid oldat (FeCl)
- kapilláris, 100mm, 80µl
- tárgylemez
- tűszelepes Bunsen-égő
- glicerin
- kisméretű főzőpohár vagy kémcső
- kémcsőfogó

A vizsgálat elve

A növényi gumik (pl. gumiarábikum, gyümölcsfa gumik), és a keményítő vagy keményítő származékok a poliszacharidok⁶ közé tartoznak, de makromolekuláik között kémiai összetételbeli különbség van. A keményítők ugyanis kizárólag hexózból⁷ épülnek fel (vagyis cellulózból), míg a növényi gumik pentózt⁸ is tartalmaznak. Melegítés hatására a pentóz molekulák széthasadnak, és sósavval reagálva (dehidratáció⁹) furfurol¹⁰ (furánaldehid) keletkezik. Orcinollal¹¹ (5-methyl-resorcinol) reagáltatva a furfurolt, zöld színű fukszin¹² származék alakul ki.

⁶ Monoszacharid (egyszerű cukor) molekulák hosszú láncából álló szénhidrátok bármely csoportja. A homopoliszacharidok csak egy típusú monoszacharidból állnak; a heteropoliszacharidok két, vagy több típusúból. Néhány fontos poliszacharid: a keményítő, a glikogén és a cellulóz. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html</u> 2018.05.18.

⁷ Monoszacharid, amelynek hat szénatom van a molekulájában. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s08.html</u> 2018.05.18.

⁸ Monoszacharid, amely molekulánként öt szénatomot tartalmaz. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007

https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html 2018.05.18.

⁹ Kémiai reakció, amelyben egy vegyület 2:1 arányban veszít hidrogént és oxigént. Azok az anyagok, mint például a tömény kénsav, amelyek képesek a H₂O elvonásárára ilyen módon, a dehidratálószerek. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s04.html</u> 2018.05.18.

¹⁰ Színtelen folyadék, $C_5H_4O_2$. A <u>furán</u> aldehidszármazéka; Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007

https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html 2018.05.18.

¹¹ Analitikai reagens. CAS number: 6153-39-5, $CH_3C_6H_3$ -1,3-(OH)₂ · H_2O . https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/o1875?lang=hu®ion=HU 2018.05.18.

¹² Anilin származék, eredetileg textilipari színezék. Változatait analitikai reagensként használják. Fluorescent and luminescent probes for Biological activity, A practical guide to technology for quantitative real-time analysis, second edition, Edited by: WT-Mason, Biological techniques series, Academic press 1999



zöld színű komplex

19. kép: A reakció folyamata

A Bial's reagens elkészítése

A reagens: telített orcinol oldat készítése koncentrált sósavban (HCl) (körülbelül 0,4g orcinol 1 ml koncentrált sósavban)

B reagens: 10%-os vas-klorid oldat (FeCl₃)

Közvetlenül a teszt előtt keverjünk össze 1 ml A reagenssel 2,5 ml B reagenst

A vizsgálat menete







21. kép: A reagensből egy tárgylemez szélére cseppentünk

- A mintát a kapillárisba helyezzük, megfelelő eszközzel (tű, gömbölyű végű üvegpálcika) körülbelül 1 cm-nyire betoljuk a cső végétől.
- 2. A reagensből két-három cseppet egy tárgylemez szélére cseppentünk, és a kapillárist merőlegesen a lemez oldalához tartva felszívunk belőle egy keveset.
- 3. Körülbelül 2 cm-nyire beljebb mozgatjuk az oldatot a kapilláris végétől, majd gázláng felett óvatosan forgatva lezárjuk a cső végét.



22. kép: Kis mennyiséget felszívunk a kapillárisba a reagensből

23. kép: Gázláng felett lezárjuk a cső végét

4. Megvárjuk, amíg a cső vége kihűl, majd lerázzuk a reagenst a mintával a kapilláris zárt aljába. Nem szabad levegőnek maradnia az oldat alatt, mert melegítéskor kifröccsenhet, és balesetet okozhat.



24. kép: Kémcsőfogóval mozgatjuk a kémcsövet

25. kép: Gázláng felett óvatosan melegítjük a kémcsövet

5. Glicerint töltünk egy kisméretű kémcsőbe vagy főzőpohárba. A kapillárist a reagenssel belehelyezzük, a glicerinnek el kell lepnie a reagenst. A kapilláris nyitott végének a vizsgálatot végző személytől ellenkező irányba kell esnie, hogy az esetleg kifröccsenő reagens ne okozzon sérülést! Egy fém kémcsőfogóval mozgatjuk az üveget a gázláng fölé.

6. A gázlángot nagy intenzitásra állítjuk (a lángnak csak a kék középső része látszódjon, a hőmérsékletet növeljük ilyen módon), és a láng külső részébe (a nem látható rész, ahol a hőmérséklet alacsonyabb) tartjuk pár pillanatra az üveget. Kivesszük a lángból, és a kapillárist kiemeljük a glicerinből, megrázogatjuk a reagenst, és visszaengedjük a csövet az oldatba. Ismét a láng külső részéhez mozgatjuk az üveget, az előző lépést ismételjük körülbelül 5-10 percig. Miután átforrósodott a glicerin, és benne a reagens, ha a minta pentózt tartalmaz, a sárga színű oldat zölddé változik. A színreakció kizárólag pentóz jelenlétében következik be.



26. kép: A mintával összekevert Bial's reagens a melegítés előtt

27. kép: Pozitív eredmény, zöld szín

III.4. Storch/Morawski reakció – természetes gyanták kimutatására

Csoport-specifikus reakció

Szükséges anyagok és felszerelés

- Ecetsav-anhidrid¹³ ($C_4H_6O_3$)
- koncentrált kénsav (H₂SO₄)
- óraüveg
- üveg pipetták
- tűszelepes Bunsen-égő
- fém csipesz
- tárgylemez
- kapilláris cső, 100mm, 80µl

A vizsgálat elve

A gyanták és balzsamok színes reakció termékeket hoznak létre, a reakció mechanizmusa nem teljesen tisztázott.

A vizsgálat menete



28. kép: A teszthez szükséges anyagok és eszközök

29. kép: A mintára ecetsav-anhidridet cseppentünk

- 1. A mintát egy óraüvegre tesszük. Rácseppentünk egy nagyméretű üveg pipettából 2-3 csepp ecetsavanhidridet.
- Fém csipesszel fogjuk meg az óraüveget, és gázláng felett óvatos melegítéssel oldjuk fel a gyantát az ecetsav anhidridben. Viszonylag alacsony hőmérsékleten dolgozzunk (a láng legyen látható). Az óraüveget lassan mozgassuk körbe-körbe a láng felső része felett, nem tegyük bele a közepébe,

¹³ Csípős szagú, színtelen folyadék, (CH₃CO)2O, fp. 139.5 °C. Használják szerves szintézisekben acetilező szerként (-OH vagy -NH csoportot támad) és az aszpirin és cellulóz műanyagok gyártásnál. Vízzel hidrolizálva etánsavat ad. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s05.html#etansav_anhidrid</u> 2018.05.18.

vegyük ki időnként a lángból. Ne tartsuk egy helyben az óraüveget, mert szétrepedhet a közepe. Nem baj, ha a sav elpárolog, töltsünk újabb cseppet a mintára, ha még nem oldódott fel. Mindig viseljünk kesztyűt, köpenyt és szemüveget, mert a sav szétfröccsenhet, ha túlhevül.





30. kép: A feloldott mintát kapillárisba szívjuk fel

31. kép: Kénsav és ecetsav-anhidridben feloldott minta a kapillárisban

- 3. Ha feloldódott a minta (vagy oldódott belőle egy kis mennyiség), szívjuk fel egy üveg pipettával az oldatot, és egy tárgylemez szélére cseppentsük (Lásd az ábrát a Bial's tesztnél). A kapillárist érintsük hozzá a tárgylemez szélén lévő oldathoz, és szívjunk át bele egy keveset. Körülbelül egy centire "rázzuk le" a kapilláris nyílásától.
- 4. Egy másik tárgylemez szélére cseppentsünk egy üveg pipettával kénsavat, és szívjunk be a kapillárisba az ecetsav anhidrides oldattal megegyező mennyiségű kénsavat. Legyen közte levegő! "Rázzuk" kicsit le a kénsavat is, körülbelül 1 cm-nyire a kapillárisba.
- 5. Erős láng felett (magas hőmérsékleten) zárjuk le a kapilláris végét (Lásd az ábrát a Schiff reakciónál). Nagyon fontos hogy ennél a tesztnél biztosan összeolvadjon a cső vége, hogy az utolsó lépésnél ne fröccsenjen ki a sav.



32. kép: A cső végét gázláng felett lezárjuk
33. kép: Pozitív eredmény, egyenletes lilás-barna szín
6. Hagyjuk kihűlni a kapillárist (kb. 1-2 perc) és az oldatokat rázzuk le az aljába, hogy

összekeveredjenek. Ha homogén, egyenletes színű lilás-barnás színt kapunk, a minta tartalmaz gyantát.

Poliszacharid tartalmú mintáknál félrevezető eredményt kaphatunk, mert ez az anyagcsoport is színreakciót ad, de szürkés színűt. További különbség, hogyha a minta nem oldódik fel ecetsavanhidridben, és kis darabkák fognak maradni a kémcsőben. Amikor az utolsó lépésben létrejön a reakció, az elszíneződés nem egyenletes, homogén lesz, hanem kis szürke, sötét foltok keletkeznek a fel nem oldódott anyagból.

III.5. Kálium-jodidos (Lugol oldatos) teszt – keményítő és dextrin kimutatására

Csoport specifikus reakció

Szükséges anyagok és felszerelés

- Kálium-jodid oldat¹⁴
- tárgylemez

A vizsgálat elve

Amikor a jód atom a keményítő vagy dextrin molekulához köt, kék színű komplex jön létre (dextrin esetében nem inkább kékes-lila, barnás-vörös színű).

$$\begin{split} I_2(s) &+ I^-(aq) \rightarrow I_3^-(aq) \\ I_3^-(aq) + keményítő molekula \rightarrow [keményítő-I_5]^- + I^-(aq) \\ & kék vagy barnás komplex \\ & 34. kép: A reakció folyamata \end{split}$$

A reagens elkészítése

Mivel a jód rosszul oldódik vízben, jód és kálium-jodid keverékét használjuk az oldat előállításához. 2,5 g jódot és 1,7 g kálium-jodidot oldjunk fel 100 ml desztillált vízben.

A vizsgálat menete



35. kép: A vizsgálathoz szükséges anyagok és eszközök



36. kép: Cseppentsünk az oldatból a tárgylemezre a minta mellé

1. A mintát egy tárgylemezre tesszük.

¹⁴ Fehér, kristályos, szilárd anyag: KI, erősen keserű ízű, oldható vízben, etanolban, acetonban; szabályos; relatív sűrűsége: 3,13; op.: 681 °C fp.: 1330 °C. Előállítható: jódot forró kálium-hiroxid oldattal reagáltatva, majd frakcionált kristályosítással elválasztva a jodáttól (ami szintén keletkezik). A kálium-jodidot széles körben alkalmazzák analitikai reagensként, a fényképészetben, és az asztali sóhoz is adagolják adalékanyagként, a jódhiány miatt kialakuló golyvának és más rendellenességeknek megelőzésére. Kémiai Kislexikon Typotex Elektronikus Kiadó Kft. 2007 <u>https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s11.html</u> 2018.05.18.

2. A kálium-jodid oldatot a minta mellé cseppentjük, nem közvetlenül a mintára.



37. kép: A reagens a tiszta keményítő mellett

38. kép: Kék színű komplex jön létre



39. kép: A reagens a tiszta dextrin mellett

40. kép: Barnás színű komplex jön létre

3. Mikroszkóp alatt egy tűvel belehúzzuk az oldat egy részét a mintába. Keményítő tartalom esetén sötétkék színű komplex jön létre, dextrin esetén pedig barna színű.

IV. A VIZSGÁLATSOR ALKALMAZÁSA KÉT MŰTÁRGY ESETÉBEN

II.1 Altobello Melone: Krisztus színeváltozása

Mintavételi helyek



41. kép: Mintavételi helyek Altobello Melone: Krisztus színeváltozása című festményén¹⁵

II.1.1. Fénymikroszkópos vizsgálatok és mikrokémiai tesztek szervetlen összetevőkre

1. minta



42. kép: A mintavételi hely fotója

Az első mintát János köpenyéből vettük. A makro felvételen látható (balra), hogy a ruha színét egy világosabb vörös alapszínre felvitt sötétebb vörös lazúrral alakították ki. A két réteg a sztereo mikroszkópos képen is (lent, balra) látható.

¹⁵ Az ábrán csak a dolgozatban vizsgált minták helye van feltüntetve



43. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)



44. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

Az alapozó fehér, kisméretű és nagyobb (akár 100-300 mikron körüli), szögletes szemcsékkel. Két festékréteget különböztethetünk meg. Alul a narancssárga, fehérrel kevert réteg látható, felette a rózsaszínes lazúr. A rózsaszín gömbölyded szemcsék UV és BV gerjesztésben lumineszkálnak, ami szerves színezékre utal.





45. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



46. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A narancssárgával kevert rétegben szögletes áttetsző szemcsék is találhatóak. Az alapozás és a festékrétegek között vékony, lumineszkáló réteg látható, valószínűleg szigetelés. A drapéria színét tehát úgy alakították ki, hogy egy fehérrel kevert narancssárgás alapszínre vörös lazúrt vittek fel.



47. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



48. kép: Mínium szemcse, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



50. kép: Rózsaszín szemcsék a lazúrból, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



49. kép: Mínium szemcse jellegzetes zöld interferencia színe, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

A festékrétegekből készített preparátumban az 5 mikron körüli szemcsékből álló vörös pigment mikroszkópos jellemzői alapján mínium. A lumineszkáló rózsaszín pigment jellegzetes gömbölyded alakú szemcsékből áll, valószínűleg szervetlen hordozóra lecsapatott szerves színezék. A rétegben találhatóak továbbá néhány mikronos erősen kettőstörő áttetsző szemcsék is.



A keresztmetszet csiszolaton mikrokémiai tesztet végeztünk ólom tartalom kimutatására. Az alsó, fehérrel kevert narancssárga festékréteg elsötétedett a hidrogénszulfidtól, ami megerősíti az ólom tartalmú vörös (mínium) és fehér (ólomfehér) használatát. A szigetelőréteg szintén elsötétedett, ami ólom szikkatív használatára utal.

51. kép: Kénhidrogén teszt az 1. mintán

2. minta



52. kép: A mintavételi hely fotója

A második mintát Jakab kék ruhájából vettük. Az alapozó színe sárgásabb, mint az 1. mintánál, ezt okozhatja a magasabb kötőanyag tartalom, vagy a korábbi beavatkozások során a pergő festékrétegek rögzítéséhez használt ragasztó.



53. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)



54. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

A keresztmetszeten láthatjuk, hogy az alapozást több rétegben vitték fel. Az alapozó és a festékréteg is függőlegesen keresztül repedt, a repedésben lévő transzparens anyag erősen lumineszkál: a rétegek rögzítésére használt ragasztó lehet.



55. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



56. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A festékréteg nagyméretű, szögletes kék szemcsék és fehér pigment keveréke, vörös kísérőásványokat is találunk benne. A kék és vörös szemcsék UV és BV gerjesztésben sötéten jelentkeznek, ami vas vagy réz tartalomra utal. A festett réteg alatti transzparens szigetelés nagyon vékony, UV és BV gerjesztésben jobban kivehető, lumineszkál.



57. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



58. kép: Azurit szemcsék vörös kísérőásvánnyal, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

A festett rétegből készített preparátumban található kék pigment mikroszkópos tulajdonságai alapján azurit. A kísérőásványként előforduló vörös szemcse valamilyen réztartalmú ásvány lehet (például kuprit). Kisebb mennyiségben erősen kettőstörő, kisméretű áttetsző szemcsék is láthatóak a rétegben, ami valószínűleg ólomfehér.

3. minta



A harmadik mintát János ruhájából vettük. Az alapozás itt is sötétebb, sárgásbarna, valószínűleg az utólag használt beitató anyag miatt.

59. kép: A mintavételi hely fotója



60. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)



61. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

A festékréteg keverék, a zöld szemcsék mellett vörösek, sárgák és feketék is találhatóak benne. UV és BV gerjesztésben a réteg sötét, ami réz vagy vas tartalomra utal. A transzparens, UV gerjesztésben erősen lumineszkáló réteg a szigetelés lehet.



62. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



63. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív



64. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



65. kép: Zöld és vörös szemcse párhuzamos (balra) és részben keresztezett analizátor - polarizátor állás, polarizációs m., 40x-es objektív

A zöld pigment megjelenése és mikroszkópos tulajdonságai alapján szerves réz-komplex. A zöld szemcsén belül megfigyelhetőek a sárgás-barnás elváltozások, ami jellemző az átalakuló réz-rezinátokra. A kísérőásványként előforduló vörös szemcsék magas törésmutatójúak, valószínűleg réz kísérőásványok (pl. kuprit).



A zöld szemcsék kénhidrogén gáz hatására elsötétedtek, ami igazolja a pigment réz tartalmát.

66. kép: Kénhidrogén teszt



A zöld réteg vas- és réztartalmának kimutatására mikrokémiai tesztet végeztünk. A keletkező kék csapadék vasat, a vörösesbarna pedig rezet jelez a rétegben.

67. kép: Mikrokémiai teszt vas- és réztartalom kimutatására

4. minta



A mintát Jézus fehér ruhájából vettük. A sztereo mikroszkópos felvételeken láthatjuk, hogy a minta összetöredezett, a rétegeket barnás, ragasztó tartja össze.

68. kép: A mintavételi hely fotója



69. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)



70. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

Az alapozó erősen sérült, az UV és BV gerjesztésben erősen lumineszkál a ragasztó, ami befolyt a repedésekbe. A mintát alul egy vékony alapozóréteg tartja össze, ami szintén erősen lumineszkál – valószínűleg a pergő rétegek visszaragasztására használt anyag miatt.



71. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



72. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A fehér festékréteg nagyrészt aprószemcsés fehér, kisebb mennyiségű szögletes, áttetsző szemcsével, és a szín árnyalására használt feketével. A réteg alsó részén is láthatunk fekete szemcséket, ami aláfestésre vagy alárajzra is utalhat.



73. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



74. kép: Kettőstörő fehér szemcsék aggregátumba rendeződve, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



A festékrétegből készített szemcsepreparátumban (fent) aprószemcsés, aggregátumokba összeállt, erősen kettőstörő szemcséket láthatunk. Kisebb mennyiségben gyengén kettőstörő áttetsző szögletes szemcsék is előfordulnak benne. A fehér festékréteg kén-hidrogén gáz hatására nagyrészt elsötétedett (balra), ami ólomfehér pigment használatára utal.

75. kép: Pozitív kénhidrogén teszt

6. minta



A 6. mintát a testszínből (János lábfejéből) vettük. A festékréteg repedezett és hiányos, a sztereo mikroszkópos képen látható az alapozás helyenkénti sárgás elszíneződése, amit a ragasztóanyag okozhatott.

76. kép: A mintavételi hely fotója



77. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)



78. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

Az alapozóban megfigyelhetjük a nagyméretű, hasábos szemcséket. A festékréteg viszonylag vékony az alapozáshoz képest, 25 mikron körüli.



79. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



80. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A testszín keverék: fehér, sárga és vörös pigmentek alkotják. UV és BV gerjesztésben lumineszkál a vékony szigetelőréteg.



81. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



82. kép: Vörös szemcse és aggregátumba összeállt kettőstörő fehér pigment, párhuzamos és keresztezett analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

A festékrétegből készített szemcsepreparátumban található vörös pigment mikroszkópos jellemzői alapján cinóber lehet. Az erősen kettőstörő, aprószemcsés áttetsző szemcsék a 4. minta fehér rétegében látottakkal megegyeznek: vagyis ólomfehér lehet a pigment.

7. minta



83. kép: A mintavételi hely fotója

A 7. mintát Péter narancssárgás köpenyéből vettünk. A festékréteg szintén hiányos és repedezett volt a mintavétel helyén. Az alapozórétegek sárgásbarna elszíneződését a pergő rétegek rögzítésére szolgáló ragasztó okozhatta.



84. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)



85. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

Az alapozó egy vastagabb, nagyszemcsés alsó, és három vékonyabb felső rétegből áll. A rétegek jól megkülönböztethetőek, a felső vékonyabbak sötétebbek, valószínűleg a nagyobb mennyiségű kötőanyagtól. A keresztmetszet bal oldalán az alapozóréteg feléig leérő repedés található.



86. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



87. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A narancssárga réteg szemcséi szögletesek, hasábosak, UV és BV gerjesztésben sötétek. A rétegből készített preparátumban látható szemcsék gyantaszerűek, megjelenésre a realgárhoz és az auripigmenthez hasonlóak, de izotrópok.



88. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



89. kép: Hasábos, gyantaszerűen fénylő szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

8. minta



A 8. mintát Péter ruhájából vettük. A festékréteg szintén felkagylósodott, összerepedezett. A sztereo mikroszkópos képen a minták alja sárgás, ami a visszaragasztáshoz használt ragasztó lehet. A bal oldali minta alján vörös szemcséket is láthatunk.

90. kép: A mintavételi hely fotója



91. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra)

8a



92. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

Az alapozóban két réteget különböztethetünk meg. Felette normál megvilágításban transzparens, UV és BV gerjesztésben erősen lumineszkáló réteg található, ami szigetelés lehet. Két festékréteg található a mintán: az alsó élénkebb vörös, a felső rózsaszínes árnyalatú.



93. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



94. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

Az alsó festékrétegben látható fehér ovális, lumineszkáló "csomók" valószínűleg ólom szappanok, vagyis a kötőanyag olaj, vagy olaj tartalmú lehet. A festékréteg keverék, vörös, fekete és fehér szemcsékből áll. A vörösek UV-ban sötéten jelentkeznek. A felső réteg UV és BV gerjesztésben rózsaszínes, valószínűleg (szervetlen hordozóra lecsapatott) szerves színezék.



95. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



96. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A másik beágyazott minta alján vörös keverék réteg maradványai láthatóak. A narancssárgás szemcsék mellett feketék, és apró élénkvörösek is találhatóak benne. Összetételében és megjelenésében eltér a felső vörös rétegtől. A réteg korábbi festék maradéka, vagy befolyt retus lehet.



97. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



98. kép: Vörös szemcse az alsó festékrétegből, párhuzamos (balra), és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



99. kép: Vörös és fekete szemcsék az alsó festékrétegből, párhuzamos (balra), és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív


100. kép: Rózsaszín szemcsék a lazúrból, párhuzamos (balra), és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

A felső festékrétegből készített szemcsepreparátumban kétféle vörös, aprószemcsés kettőstörő fehér, és rózsaszínű izotróp pigmentet találtunk. A barnás-vöröses árnyalatú pigment mikroszkópos tulajdonságai alapján vas-oxid vörös lehet, ezt megerősíti a pozitív vasteszt a kaparékon. Az erősen kettőstörő, hasábos vörös pigment jellemzői alapján cinóber, a rózsaszín pedig szervetlen hordozóra lecsapatott szerves színezék lehet. A színezék szemcséi megjelenésükben és tulajdonságaiban egyeznek az 1. minta lazúr rétegében találtakkal.



101. kép: A kék csapadék vasat jelez a vörös rétegben

A vörös réteg vastartalmának igazolására végzett mikrokémiai teszt pozitív lett.

Az alapozó (az 1-es mintából)



102. kép: Kalcium-szulfát szemcse, keresztezett analizátor - polarizátor állás, beiktatott lambda lemez (jobbra), pol. m., 40x-es objektív



103. kép: Mikrokémiai teszt az alapozón

Az alapozóból készített preparátumban mikroszkópos tulajdonságai alapján kalcium-szulfát szemcséket azonosítottunk. A kaparék minta sósavas megcseppentésre nem pezsgett, a teszt alátámasztotta a töltőanyag meghatározást.

IV.1.2. Cseppentéses tesztek

1. Fehérje kimutatása Schiff/PAS reakcióval

A tesztet a 2. 3. 4. 6. és 8. mintákon végeztük el, valamint az alapozón, amit az 1. mintából vettünk. A rétegeket igyekeztünk a lehető legjobban szétválasztani egymástól, hogy elkerüljük az esetleges hamis eredményeket.



104. kép: A megvizsgált alapozó darab (az 1-es mintából)



106. kép: A teszthez használt kék festékréteg (2.) darabjai



105. kép: Pozitív fehérje teszt eredmény az alapozóra



107. kép: Negatív fehérje teszt eredmény a kék festékrétegre



108. kép: Minta a zöld festékrétegből (3.)



109. kép: A zöld festékréteg gyenge pozitív fehérjére





110. kép: A fehér festékréteg (4.) darabja

111. kép: A papír elsötétedett, de nem lila színű



112. kép: A teszthez használt testszín (6.) darabja



113. kép: Kissé elsötétedett papír, de nem látható lila szín







115. kép: Gyenge pozitív eredmény a vörös rétegre

A festmény alapozójából vett minta egyértelműen pozitív eredményt adott a Schiff tesztre, vagyis fehérje tartalmú. A festékrétegek közül a kék (2.) szín vizsgálata negatív lett, a zöld (3.) és a vörös (8.) rétegek esetében halvány lilásan elszíneződött a szűrőpapír. A fehér (4.) és a testszín (6.) tesztjéhez használt papír

kissé elsötétedett, de nem látható lila árnyalat, ami fehérje jelenlétét alátámasztaná¹⁶. Ezek alapján az alapozó fehérje tartalmú, és a festett rétegek feltehetően nem azok.

2. Száradó olaj kimutatása szappanképzéssel

A tesztet ugyanazokon a mintákon végeztük el, mint a Schiff-reakciót, vagyis a 2. 3. 4. 6. és 8., valamint az 1. mintából vett alapozón. Ennél a vizsgálatnál is törekedtünk a lehető legjobban szétválasztani a rétegeket, de egyes mintáknál ez nem sikerült tökéletesen (pl. 2. és 8.).





116. kép: A teszthez használt alapozó darab az 1-es mintából

117. kép: Az alapozó pozitív eredménye



118. kép: A kék réteg (2.) darabja



119. kép: A kék réteg egyértelműen pozitív

¹⁶ A papír kismértékű elsötétedését a teszt kivitelezésének tökéletlensége is okozhatja – ha a láng felett tartott kapilláris túlságosan átforrósodik, a papír megfeketedhet, megbarnulhat.



120. kép: A zöld réteg (3.) teszthez használt darabjai



121. kép: A zöld minta gyenge pozitív eredménye



122. kép: A fehér (4.) réteg vizsgálathoz használt darabja



123. kép: A teszt egyértelműen pozitív a fehér rétegen



124. kép: A testszínből (6.) vett minta darabja



125. kép: A testszín eredménye gyenge pozitív



126. kép: A vörös (8.) réteg vizsgálathoz használt darabja

127. kép: A vörös réteg gyenge pozitív eredménye

Az alapozó darabja az oldatokkal (ammónium-hidroxid majd hidrogén-peroxid) megcseppentve lassan elpezsgett, közben kisebb és nagyobb méretű buborékok is keletkeztek. A kialakuló sűrű hab közvetlenül a mintadarab felett percekig megmaradt, ami arra utalhat, hogy az alapozóban is lehet száradó olaj (esetleg a festékrétegekből átszívódott olaj is okozhatta a reakciót) vagy a szigetelő réteg.

A kék (2.) és fehér (4.) festékrétegeken végzett vizsgálat során egyértelműen stabil, tartósan megmaradó (több mint 5 percig) hab keletkezett, ami száradó olaj jelenlétét jelzi.

A zöld (3.), a vörös (8.) és a testszín (6.) esetében ugyanúgy keletkeztek kisebb és nagyobb buborékok, mint az alapozónál, de stabil, tartósan megmaradó hab nem alakult ki. Ezt okozhatja esetleg a minták kis mérete (3. és 6.), ha nincs elegendő olaj a mintában az egyértelmű eredményhez.

A tesztek alapján valószínűsíthető hogy a festett rétegek inkább olaj tartalmúak, az alapozó pedig vagy tartalmaz olajat vagy csak beszívta a felette lévő szigetelő és festett rétegek kötőanyagát.

3. Növényi gumik kimutatása Bial's teszttel (pentóz kimutatás)

A pentóz tartalom kimutatásához a 4-es minta alapozójából, a fehér (4.) és a testszín (6.) rétegeiből vettünk mintákat.



Az alapozóból vett mintákat feloldottuk a reagensben, majd glicerinfürdőben melegítettük. A Bial's reagens sárgás színe nem változott el, vagyis az alapozó negatív eredményt adott növényi gumikra.

128. kép: Alapozó darabok a teszthez a 4-es mintából







130. kép: A reagens színe változatlan a melegítés után



131.kép: A teszthez használt fehér réteg (4.) darabjai

A fehér (4.) festékréteg darabajaival végzett teszt ugyanúgy negatív lett, mint az alapozó rétegé.



132. kép: A reagens a melegítés előtt

133. kép: A reagens színe változatlan a melegítés után



A testszín (6.) mintái se okoztak színváltozást a reagensben, vagyis ez a réteg is negatív növényi gumikra.

134. kép: A teszthez használt testszín (6.) darabjai



135. kép: A reagens a melegítés előtt

136. kép: A reagens színe változatlan a melegítés után

Összefoglalva, mindhárom (alapozó a 4-es mintából, fehér réteg (4.) és testszín (6.)) minta negatív eredményt adott növényi gumikra a Bial's teszttel.

4. Természetes gyanták kimutatása Storch-Morawski teszttel

A természetes gyanta tartalom vizsgálatához a zöld (3.) a testszín (6.) és a vörös (8.) rétegből vettünk mintákat.



137. kép: A vizsgálathoz használt zöld réteg (3.)

138. kép: A teszt negatív eredménye a zöld rétegen



139. kép: A testszín (6.) darabja a teszt előtt

140. kép: Negatív eredmény a testszín rétegén





142. kép: A vörös réteg negatív eredménye

A mintavételre a festményből már a lakk- és átfestések eltávolítása után került sor, így a bevonatként esetleg használt természetes gyanták már nem adhattak hamis eredményt a festett rétegekre (a lakkrétegek hiányát megerősítik a keresztmetszet csiszolatok felvételei). Mindhárom minta negatív lett a Storch-Morawski vizsgálattal természetes gyantára.

5. Keményítő vagy dextróz kimutatása kálium-jodiddal

A keményítő vagy dextróz használatának vizsgálatához az 1. minta alapozójából, a fehér (4.) és a sárga (7.) festékrétegből vettünk mintákat.



143. kép: Az 1. mintából vett alapozó darab a teszt előtt



144. kép: Az alapozó minta a kálium-jodid oldatban nem sötétedett el



145.kép: A fehér (4.) réteg darabja a vizsgálat előtt



147. kép: A sárga (7.) réteg darabja a teszt előtt



146. kép: A fehér réteg a reagensben nem változott el



148. kép: A sárga réteg a kálium-jodid oldatban nem sötétedett el

A fehér (4.) minta esetében az a festékrétegen maradt alapozó kismértékben elsötétedett, ez jelentheti, hogy a rétegben keményítő vagy dextróz van. Az alapozó (az 1. mintából) és a sárga (7.) réteg nem változott el, vagyis negatív eredményt adtak keményítőre és dextrózra. Mivel a festményt több alkalommal is javították, restaurálták, elképzelhető, hogy a beavatkozások során ilyen anyagokat is használtak.

IV.1.3. SEM-EDS

1. minta



149. kép: Az alapozó mérési helye

150. kép: Az alapozó nagy mennyiségű kalciumot és ként tartalmaz



151. kép: Az alsó vörös réteg 1. mérési helye, vörös pigmentek



153. kép: Az alsó, vörös réteg 2. mérési helye, fehér pigmentek



152. kép: A magas ólom tartalom megerősíti, hogy a vörös pigment mínium



154. kép: A fehér rétegben magas a kalcium, kén és ólom tartalom



155. kép: A felső vörös lazúr mérési helye, vörös pigmentek

156. kép: A lazúrban a nagy mennyiségű kén és kalcium mellett alumínium is található

Az alapozó töltőanyaga a mérések alapján gipsz. Az 1. minta narancsos árnyalatú pigmentje mínium, amire a magas ólom tartalom utal a rétegben. A lazúrban alumínium tartalmú anyag (pl. alumíniumhidroxid) és valószínűleg kalcium-szulfát található, ezek feltehetően a vörös színezék hordozója, töltőanyaga.

2. minta



157. kép: A kék réteg mérési helye, kék és fehér pigmentek, vörös kísérőásvánnyal

158. kép: A kék rétegben nagy mennyiségű réz és ólom található

A vizsgálat alapján a 2. minta festett rétege azurit és ólomfehér keveréke lehet.

3. minta



159. kép: A zöld réteg 1. mérési területe



161. kép: A zöld réteg 2. mérési területe







160. kép: A rétegben nagy mennyiségű réz és vas található



162. kép: Az ólom és ón tartalom valószínűleg a kisebb mennyiségű sárga pigmenthez köthető



164. kép: A szigetelő rétegben foszfor található

A 3. minta zöld színű keverék réteg, magas réz tartalommal, ami a zöld pigmenthez, és vas tartalommal, ami a zöld és a vörös szemcsékhez is köthető. A rétegben kisebb mennyiségű ólom is előfordul ónnal, ami

ólom-ón sárga használatát is feltételezi. A festékréteg alatti szigetelés foszfort tartalmaz, ez megerősítheti a szerves anyag használatát, illetve a festékrétegben használt fekete színű szemcsék is tartalmazhatják az elemet, amennyiben csontfeketét használt a festő.

A 4. minta



165. kép: A fehér réteg mérési területe



A vizsgálat alapján a 4. minta festett rétege ólomfehér tartalmú, kalcium-szulfáttal keverve.



A 6. minta

167. kép: A testszín 1. mérési területe

168. kép: A rétegben nagy mennyiségű kalcium, kén és ólom található



169. kép: A testszínben található vörös szemcse mérési helye

170. kép: A vizsgált vörös színű szemcse ként és higanyt is tartalmaz

A 6. minta a testszín, melynek kialakításához a mérési eredmények szerint ólom fehéret, kalciumkarbonátot és cinóbert is használtak.

A 7. minta



171. kép: A narancssárga réteg egy szemcséjének mérési helye



A 7-es minta narancssárgás pigmentjét a műszeres vizsgálat alapján auripigmentként határozták meg, erre az arzén és a kén tartalom arányainak összehasonlításából következtettek (kb. 65% As és 45% S). A realgár és az auripigment kémiailag ugyanabból a két elemből áll (arzén és kén), de mennyiségüket tekintve eltérnek egymástól a két pigmentben (realgár: arzén: 70%, kén: 30%, auripigment: arzén: 60%, kén: 40%). Pontosabb eredményeket XRD mérésekkel kaphatnánk a pigmentről, ugyanis a fent említett ásványok mellett további arzén-szulfid változatok is szóba jöhetnek.

A 8. minta



173. kép: Az alsó vörös réteg mérési területe



174. kép: A rétegben magas az ólom és vas tartalom



175. kép: A felső vörös lazúr mérési területe

176. kép: A lazúrban nagy mennyiségű kalcium és kén mellett alumínium is előfordul

A 8. minta festékrétege vörös okker és ólom tartalmú vörös pigment (mínium) keveréke. A mérések nem állapítottak meg higany tartalmat, így nem támasztották alá a mikroszkópos vizsgálatok szerinti cinóber tartalmat. A 8-as minta lazúrját kalcium-szulfát, valamint az alumínium és szilícium alkotják, amelyek a színezék szervetlen hordozói vagy töltőanyagai lehetnek.

IV.1.4. FTIR mérések kötőanyag meghatározásra

Az FTIR méréseket Ivana Kopecká és Eva Svobodová, a prágai Narodní Techniké Muzeum (Nemzeti Technikai Múzeum) munkatársai végezték. A vizsgálat hivatalos, angol nyelven készített összefoglalója a dolgozat mellékletében található

A festményből 3 minta (1. 2. és 3.) infravörös spektroszkópos mérésére került sor.

1. minta



177. kép: Az 1. és 2. minta alapozóinak spektruma

A minták alapozó rétege gipsz, amelynek a csúcsai kitakarják az esetleges fehérje kötőanyag sávjait a spektrumokon. (Olajra jellemző csúcs nem látható a felvételen.) A vizsgálatokat készítő szakemberek ezért a kötőanyagra nem tudtak következtetni.



178. kép: Az 1. minta vörös festékrétegének spektruma a feltételezett összetevők standard spektrumaival összevetve Az 1. minta vörös festékrétegének kötőanyagaként lenolajat és tojásfehérjét valószínűsítettek.

2. minta





A 2. és 3. minta alapozóiról készített spektrumokon szintén csak a gipsz és anhidrit sávjai jelennek meg, az átfedések miatt a szerves összetevő nem meghatározható.



180. kép: A 2. minta kék festékrétegének spektruma a feltételezett összetevők standard spektrumaival összevetve

A kék festékrétegben az azuriton és ólomfehéren kívül szintén száradó olajat és tojás fehérjét valószínűsítettek.

3. minta



181. kép: A 2. és 3. minta alapozóinak spektruma az anhidrit standard spektrummal összevetve

A 3. minta alapozójáról készített spektrumon szintén csak az anhidrithez és gipszhez köthető csúcsok láthatóak, amelyek átfedésben vannak a kötőanyag csúcsokkal.



182. kép: A 3. minta zöld festékrétegének spektruma a feltételezett összetevők standard spektrumaival összevetve

A spektrumok alapján a zöld festékréteg is olaj és fehérje kötőanyagú.

Az FTIR vizsgálatok alapján a táblakép alapozórétegének kötőanyaga nem volt meghatározható, a szervetlen összetevő (gipsz) csúcsainak átfedése miatt. A festékrétegek kötőanyagát olaj és kis mennyiségű fehérje keverékeként valószínűsítik.

	alapozó	1B világos vörös, vörös lazúrral	2B kék	3B zöld	4A fehér	6 testszín	7A sárga	8A vörös, vörös lazúrral
fény mikrosz- kópos vizsgálat	gipsz	mínium, ólomfehér + szerves színezék	azurit	réz tartalmú zöld sárga és vörös szem- csékkel keverve	ólomfehér és kalcium- karbonát	ólomfehér sárga és vörös okker, cinóber (?) szem- csékkel keverve	realgár (izotróp típus?)	cinóber (?), vasoxid vörös + szerves színezék
mikrokémi ai tesztek szervetlen összete- vőkre	negatív sósav teszt (gipsz)	pozitív kén- hidrogén teszt (ólom)		pozitív kén- hidrogén teszt (réz)	pozitív kén- hidrogén teszt (ólom)			pozitív kálium- ferro-cianid teszt (vas)
cseppen- téses tesztek								
fehérje	pozitív		negatív	negatív	negatív	negatív		pozitív
olaj	pozitív		pozitív	pozitív (?)	pozitív	pozitív (?)		pozitív (?)
keményítő	negatív				negatív		negatív	
gyanta				negatív		negatív		negatív
gumi	negatív	, . ,			negatív	negativ		
Sem-EDS	kalcium- szulfát	kalcium- karbonát és/vagy kalcium- szulfát	azurit ólom- fehérrel keverve	réz és vas tartalmú pigmen- tek, ólom- ón sárga (?)	ólom- fehér, kalcium- karbonát	olom-tehér és vörös okker, sárga okker (?) cinóber	auripig- ment (az As and S közötti arányok miatt)	vörös okker és mínium
FTIR	nem meghatá- rozható	olaj és fehérje	olaj és fehérje	olaj és fehérje				

1. táblázat: A mintákon végzett tesztek eredményeinek összegzése

Az alapozóból készített szemcsepreparátum alapján a töltőanyag kalcium-szulfát, a szervetlen összetevőre végzett mikrokémiai teszt (savas megcseppentés) ezt megerősítette. A rétegen végzett cseppentéses tesztek közül negatív eredményt kaptunk növényi gumira, gyantára és keményítőre. A Schiff-PAS reakció egyértelműen pozitív lett fehérjére, az olaj tartalomra végzett vizsgálat szintén. A SEM-EDS mérés szintén igazolta a réteg gipsz tartalmát. FTIR eljárással a vizsgálatot végző szakemberek nem tudtak a kötőanyagra következtetni, ugyanis az itt is kimutatott gipsz átfedő sávjai kitakarták az esetleges fehérje csúcsokat. (A száradó olajra jellemző sáv nem látható a spektrumon.) Tehát az alapozó gipszes töltőanyag, és fehérje, esetleg olajtartalmú kötőanyag keveréke.

A pigmentek fénymikroszkópos és szervetlen összetevőkre végzett mikrokémiai vizsgálata nagyrészt megegyezett a SEM-EDS-szel végzett mérésekkel (kivétel a 7-es minta). Ezek alapján, az 1-es mintán míniumot és ólomfehéret, a lazúrban szerves színezéket használt a festő. A színezék hordozójaként, töltőanyagaként kalcium-szulfátot vagy alumínium tartalmú anyagot használtak. A 2-es minta festékrétege azurit és ólomfehér keveréke. A 3-as minta réz vagy vas tartalmú zöldet tartalmaz, a mérések szerint kis mennyiségű ólom-ón sárgával keverve. A 4-es minta ólomfehér tartalmú, a 6-os szintén, vörös és sárga

okkerekkel és kis mennyiségű cinóberrel. A 7-es mintán a narancssárga pigmentet mikroszkópos jellemzői alapján arzén-szulfidnak (leginkább realgárként) azonosítottuk, a műszeres mérés szerint is arzén tartalmú pigment alkothatja a réteget, de pontos meghatározása csak kristályszerkezet alapján lehetséges (XRD). A 8-as mintában a műszeres mérések szerint mínium és vörös okker keveréke alkotja az alsó réteget, ezen is szerves lazúr látható. A színezék hordozója ebben az esetben is kalcium-szulfát vagy alumínium tartalmú anyag. A mikroszkópos szemcsepreparátumban látható cinóber szemcsék higany tartalmát műszeresen nem tudtuk kimutatni, de ezt okozhatja az egyes csúcsok átfedése a spektrumon. A rétegben ólom szappanok is előfordulnak, ami eleve utalhat olaj (vagy olaj tartalmú) kötőanyagra. A festett rétegek kötőanyagának meghatározására végzett cseppentéses tesztek alapján is száradó olaj található a rétegekben, fehérje pedig nem, vagy csak nagyon kis mennyiségű. A kötőanyag további típusaira végzett cseppentéses tesztek (Storch-Morawski teszt természetes gyantákra, kálium-jodidos teszt keményítőre, Bial's teszt növényi gumikra) negatívak lettek. Az FTIR vizsgálatok szerint a festékrétegek pedig biztosan tartalmaznak száradó olajat, valószínűleg kis mennyiségű fehérjével (tojás fehérjével) keverve.

A műtárgyon végzett vizsgálatsor jól illusztrálja, hogy az egyes technikák kiegészítik egymást. Az alapozó kötőanyagára a műszeres mérések (FTIR) alapján nem tudtunk következtetni, viszont a cseppentéses tesztek fehérjét és olajat mutattak, illetve a cseppentéses tesztek negatív eredményei (gyanta, gumi, keményítő) is alátámasztják ezt.

II.2 Az 51.638 leltári számú római szarkofág (Szépművészeti Múzeum, Egyiptomi osztály)



183. kép: Mintavételi helyek a szarkofágból¹⁷



IV.2.1. Fénymikroszkópos vizsgálatok és mikrokémiai tesztek szervetlen összetevőkre 3A minta

184. kép: A mintavételi hely fotója

185. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 10x-es objektív

¹⁷ Az ábrán csak a dolgozatban vizsgált minták helye van feltüntetve



186. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 10x-es objektív



187. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

A 3-as mintát a szarkofág talprészéről, a cipő kék pereméből vettük. A keresztmetszeten négy réteget különböztethetünk meg. A legalsó sötétbarna, áttetsző, vörös és fekete szemcsék keveréke, barnás kötőanyaggal. Felette hasonló összetételű, de világosabb barna réteg látható. A két réteg a szarkofág "alapjául" szolgáló agyagoshomokos keverék lehet, amiből kialakították a koporsóformát. Ezen egy fehér alapozás, majd durva kék szemcsékből álló festékréteg található.



188. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



189. kép: Kettőstörő kék szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

A nagyméretű, akár 40 mikronos, hasábos, szilánkos kék szemcsékből álló pigment mikroszkópos jellemzői alapján valószínűleg egyiptomi kék.

10. minta



190. kép: A mintavételi hely fotója



191. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 10x-es objektív



192. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 10x-es objektív



193. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A 10-es mintát a figura bal fülének vörös pereméről vettük. Ezen a keresztmetszeten is látható a két alsó, barna réteg, felette pedig a fehér alapozás. Felette három további réteg található: alul egy aprószemcsés, élénkvörös festés, középen egy áttetsző szemcsékből álló, legfelül pedig egy rózsaszínes árnyalatú réteg. A legfelső réteg UV és BV gerjesztésben rózsaszínen lumineszkál.



194. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



195. kép: Áttetsző és halvány rózsaszín szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



196. kép: Áttetsző és sötétvörös szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



197. kép: A kék csapadék vastartalmat jelez a vörös rétegben

А festett rétegekből készített szemcsepreparátumban áttetsző, vörös és színezékszerű, halvány rózsaszín szemcsék láthatóak. Mikroszkópos jellemzői alapján a sötétebb színű pigment vas-oxid vörös, ezt a mikrokémiai teszt is alátámasztotta, amit a vastartalom kimutatására végeztünk. A rózsaszín pigment megjelenése és tulajdonságai szerint szervetlen hordozóra lecsapatott szerves színezék lehet.

12. minta



198. kép: A mintavételi hely fotója



199. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív

A 12-es mintát a figura fémréteggel bevont maszkjának bal oldaláról, a bal fül és a szemöldök közül vettük. A keresztmetszeten legalul a világosabb barna keverék réteg látható, rajta a homogén fehér alapozás. A fémet közvetlenül az alapozásra vitték fel, a fehér réteg felső része sötétebb, transzparens, valószínűleg a ragasztóanyag miatt.



200. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



201. kép: A minta képe párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állásban, normál megvilágítás, 50x-es objektív



202. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



203. kép: Kén-hidrogén hatására a fémfólia nem sötétedett el

A fémréteg vékony, néhány mikronos vastagságú, UV és BV gerjesztésben sötéten jelentkezik, részben keresztezett analizátor-polarizátor állásnál reflektál. A réteg egybefüggő, nem szemcsés, tehát fóliáról van szó. Kén-hidrogén gáz hatására nem sötétedett el, vagyis valószínűleg nem réz és ezüst ötvözet, ezek alapján arany.

14. minta



204. kép: A mintavételi hely fotója

205. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív



206.kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



207. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A 14-es mintát a fejfedő jobb peremét díszítő minta sárga részéről vettük. A barna, legalsó rétegben nagyméretű (kb. 500 mikronos) áttetsző szemcsék is láthatóak. Ezen a fehér alapozás, majd egy vékony, aprószemcsés pigmentből álló sárga réteg található. A festékréteg UV és BV gerjesztésben sötét, ami vastartalomra utal.



208. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



209. kép: Sárga és áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



210. kép: Pozitív vasteszt a sárga festékrétegen

15. minta



211. kép: A mintavételi hely fotója



A festékrétegből készített szemcsepreparátumban

a gömbölyded, gyengén kettőstörő szemcsékből

álló sárga pigment mikroszkópos tulajdonságai

alapján okker lehet. Ezt megerősíti a kék

csapadék, ami a vastartalom igazolására végzett

mikrokémiai teszt során keletkezett.

212. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív





213. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



214. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A 15. mintát a figura bal vállán átfutó sötét színű ruhaszegélyből vettük. A keresztmetszet nem a tárgy teljes rétegszerkezetét mutatja, legalul a fehér alapozás látható. Ezen egy nagyon vékony, 5 mikron körüli vörös festékréteg található, amin fekete és rózsaszín szemcsék keverékéből álló réteg következik. A színezékszerű szemcsék UV és BV gerjesztésben rózsaszínen lumineszkálnak.



215. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



216. kép: Rózsaszín, áttetsző és fekete szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



217. kép: Vörös, áttetsző és fekete szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



218. kép: A kék csapadék vastartalmat jelez a vörös rétegben

A festett rétegekből készített szemcsepreparátumban láthatjuk, hogy a rózsaszín szemcsék hasonlóak a 10. minta legfelső rétegében találhatókhoz. Mikroszkópos jellemzői alapján tehát szervetlen hordozóra lecsapatott színezék lehet, a sötétebb vörös szemcsék pedig vas-oxid vörösek. A vastartalom igazolására végzett mikrokémiai teszt során csak kevés kék csapadék keletkezett, de ezt okozhatta a minta kis mennyisége is.

20. minta



219. kép: A mintavételi hely fotója



220. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív



221. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



222. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A 20. mintát a fejfedő jobb alsó részéről, a peremén végigfutó minta zöld részéből vettük. A barna hordozó rétegen a fehér alapozás található, amiben sárgás, feltehetően növényi rostos szálak láthatóak. A festékréteg fekete és fakózöld szemcsék keverékéből áll.



223. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív



224. kép: Zöld szemcse, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



225. kép: Sárga és áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



226.kép: Fekete és áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

A festékrétegből készített szemcsepreparátumban áttetsző, fekete, halványzöldes és kis mennyiségű szemcsét találtunk. Mikroszkópos sárga tulajdonságaik alapján a sárga pigment okker lehet, a zöld pedig réz tartalmú komplex. A kénhidrogén teszt igazolta a réztartalmat, a zöld szemcsék elbarnultak a gáz hatására, káliumferrocianiddal megcseppentve viszont kis mennyiségű kék csapadék keletkezett, ami a vastartalmat támasztja alá.



227. kép: Kénhidrogén hatására a zöld szemcsék elsötétedtek



228. kép: A kálium-ferrocianid teszt során kevés kék csapadék keletkezett

29. minta



229. kép: A mintavételi hely fotója



230. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív



231. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



232. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív

A 29. mintát a figura mellkasáról, a fehér ruhából vettük. A barna hordozón a fehér alapozás látható, homogén szemcsézettel. Fehér festékréteget nem tudunk elkülöníteni a keresztmetszet alapján, vagyis nem használtak egyéb pigmentet a fehér részek kialakításához.



233. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív


234. kép: Kettőstörő áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



235. kép: A darabminta savas megcseppentés hatására elpezsgett

A fehér rétegből készített szemcsepreparátumban áttetsző, kettőstörő pigment látható, ami mikroszkópos jellemzői alapján kalcium-karbonát lehet. Ezt alátámasztja a mikrokémiai teszt is, mivel a kaparék sósavval megcseppentve elpezsgett, vagyis savérzékeny anyagról van szó.

35. minta



236. kép: A mintavételi hely fotója

237. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív



238. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív



239. kép: Kettőstörő vörös szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



240. kép: Pozitív vasteszt

A 35. mintát a szarkofág jobb oldaláról, a kar magasságából, a ruha szegélyén látható vörös sávból vettük. Alul a barna hordozó egy része, felette a fehér alapozás, majd egy vörös festékréteg található. Az aprószemcsés vörös pigment mikroszkópos tulajdonságai alapján vas-oxid vörös lehet, ezt alátámasztotta a pozitív vasteszt is.



241. kép: Kettőstörő áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív



242. kép: Kettőstörő áttetsző szemcsék, keresztezett analizátor -polarizátor állás, lambda lemez beiktatásával, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív

243. kép: A rétegből vett kaparék savas megcseppentésre teljesen elpezsgett

Az alapozó mikroszkópos jellemzői alapján kalcium-karbonát szemcsékből áll. Ezt megerősítette a mikrokémiai teszt is, a rétegből vett minta savas megcseppentésre maradéktalanul elpezsgett, vagyis savra érzékeny anyagból áll.

IV.2.2. Cseppentéses tesztek

1. Fehérje kimutatása Schiff/PAS reakcióval

A vizsgálathoz az alapozó darabjait, és a 3. 10. 15. 29. és 35. minták festékrétegeiből vett mintákat használtuk. A teszt előtt törekedtünk rá, hogy a rétegeket a lehető legjobban szétválasszuk egymástól, a hamis eredmények elkerülése érdekében.





244. kép: A teszthez használt alapozó darabok

245. kép: Az alapozó esetében a papírdarab kissé elsötétedett, de nem lila színű



246. kép: A kék (3.) festékréteg darabja a kapillárisban



247. kép: A kék réteg negatív eredménye



248. kép: A vörös réteg lazúrral (10.) a kapillárisban



249. kép: A 10-es minta negatív eredménye





250. kép: A vörös és fekete (15.) rétegek a teszt előtt

251. kép: A vizsgálat negatív eredménye



252. kép: A fehér réteg (29.) darabja a vizsgálat előtt



253.kép: A fehér réteg esetében a papír kissé elsötétedett, de nem látható lila szín





254. kép: A teszthez használt vörös (35.) rétegek darabjai

255. kép: A vizsgálat negatív eredménye a vörös rétegekre

A tesztek eredményei kettő minta kivételével (az alapozó és a 29 fehér.) egyértelműen negatívak lettek. Azonban ebben a két esetben látható barnás-fekete szín valószínűleg a vizsgálat tökéletlen kivitelezése miatt jött létre (a papír a túl magas hőmérsékleten megégett). A pozitív eredmény viszont minden esetben lilás színreakciót adna. Ezek alapján valószínűleg sem az alapozó sem a festékrétegek nem tartalmaznak fehérjét.

2. Száradó olaj kimutatása szappanképzéssel

A teszthez szintén az alapozóból, és a 3. 10. 15. 29. 35. minták festékrétegéből vett mintákat használtuk. A rétegekből vett darabok mennyisége és mérete eltérő volt, a kisebb minták esetén gyengébb reakciót figyeltünk meg.





256. kép: A teszthez használt alapozó darabok

257. kép: Az alapozó mintáján buborékok keletkeztek



258. kép: A kék (3.) rétegből vett minta



260. kép: A vörös réteg lazúrral (10.) a reakció előtt



259. kép: A kék rétegen is megfigyelhetőek buborékok



261. kép: A vörös réteg esetében is képződtek buborékok





262. kép: A vörös és fekete (15.) rétegek darabja

263. kép: A 15. mintán is keletkeztek buborékok



264. kép: A fehér rétegből (29.) vett minta a teszt előtt



265. kép: A fehér mintán szintén láthatóak buborékok



266. kép: A vörös festékréteg (35.) darabjai



267. kép: A vörös rétegeken is keletkeztek buborékok

Minden minta esetében intenzív buborékképződést tapasztaltunk, de a keletkezett hab nem volt olyan stabil és sűrű, mint például a Melone festmény 2. és 4. mintáján. A szarkofágot egy korábbi restaurálás alkalmával kezelhették valamilyen konzerváló anyaggal¹⁸ (esetleg műgyantával), ezért elképzelhető, hogy ez okozta a buborékok kialakulását.

¹⁸ A 2018-as restauráláshoz készült lumineszcens felvételeken bevonat volt látható, ami acetonra oldódott.

3. Növényi gumik kimutatása Bial's teszttel (pentóz kimutatás)

A növényi gumi tartalom vizsgálatára szolgáló tesztet az alapozón, a 3. és a 29. mintákon végeztük el.



Az alapozóból vett mintákat feloldottuk a reagensben, ezt követően pedig glicerinfürdőben melegítettük. A Bial's reagens sárgás színe nem változott el, vagyis az alapozó negatív eredményt adott növényi gumikra.

268. kép: Az alapozóból vett darabminták



269. kép: Az oldat a melegítés előtt



270. kép: Az oldat színe nem változott a melegítés után

A kék festékrétegből vett minta tesztje szintén negatív lett növényi gumikra.



271. kép: A kék festékréteg darabja





272. kép: A reagens a mintával a melegítés előtt



274. kép: A fehér réteg darabjai

273. kép: A reagens színe változatlan a melegítést követően

A vizsgálat alapján a fehér réteg sem tartalmaz növényi gumikat.



275. kép: A reagens a melegítés előtt

276. kép: A reagens színe nem változott a melegítést követően

4. Természetes gyanták kimutatása Storch-Morawski teszttel

A cseppentéses tesztet a 3. 10. és 35. minták festett rétegein végeztük el.



277. kép: A kék festékréteg darabja a teszt előtt





281. kép: A 35. minta vörös rétegének darabja a teszt előtt



278. kép: Negatív eredmény a kék mintán



280. kép: A vörös rétegek is negatív eredményt adtak



282. kép: A vörös réteg vizsgálatakor sem történt színreakció

Mindhárom minta esetében negatív eredményt kaptunk a cseppentéses teszttel természetes gyantákra.

5. Keményítő vagy dextróz kimutatása kálium-jodiddal

A teszthez az alapozó, a 10. és a 29. minta darabjait használtuk fel.



283. kép: A teszthez használt 10. minta festett rétegének darabja



285. kép: A 29. minta fehér rétege a teszt előtt



284. kép: A minta barnásan elszíneződött



286. kép: A darabok elsötétedtek a reagens hatására



287. kép: Az alapozó darabjai a vizsgálat előtt



288. kép: Az alapozó darabjai szintén elváltoztak

A teszt mindhárom minta darabjai esetében színváltozással járt – a 10. minta elbarnult, a 29. és az alapozó kaparékja kékesen elsötétedett. A vizsgálat alapján feltételezhetjük, hogy a rétegek tartalmaznak keményítőt vagy dextrint.

IV.2.3. SEM-EDS

Az elemanalitikai vizsgálatot a 3. 10. 12. 14. 15. és 20. mintákon végeztük el.

3. minta



289. kép: A 3. minta hordozójának mérési területe



291. kép: A 3. minta alapozójának mérési területe



290. kép: A barnás hordozóban a nátrium, kálium, mangán és kén tartalom mellett a szilícium és kalcium a legtöbb



292. kép: A fehér alapozás főleg kalciumot tartalmaz





293. kép: A 3. minta kék festékrétegének mérési területe

294. kép: A festékrétegben magas a szilícium és kalcium tartalom, de réz is található benne



295. kép: Egy kék szemcse mérési pontja

296. kép: A kék szemcsékben réz, kalcium és szilícium található

A 3. minta hordozója a mérések szerint agyagos föld, finom homok és kalcium-karbonát keveréke lehet. A fehér színű alapozó főleg kalcium-karbonát, a kék pigment réz, szilícium és kalcium tartalmú komplex, vagyis egyiptomi kék lehet. Minden spektrumon megjelent a klór, ami valószínűleg sóként van jelen a műtárgy anyagában a nátriummal és káliummal.

10. minta



297. kép: A 10. minta hordozójának mérési területe



299. kép: A 10. minta alapozójának mérési területe



298. kép: A hordozóban a nagy mennyiségű szilíciumon kívül alumínium, kalcium, mangán, klór és vas is található



300. kép: Az alapozó nagyrészt kalciumot, de ként, káliumot és nátriumot is tartalmaz



A 10. minta hordozója, csakúgy, mint a 3. mintán az elemanalízis szerint agyagos föld lehet, nátrium- és kálium-klorid sókkal. Az alapozó nagyrészt kalcium-karbonát, a festékrétegben pedig vas tartalmú pigment található, valamint kalcium-szulfátra vagy alumínium tartalmú anyagra lecsapatott színezék.

12. minta



303. kép: A 12. minta hordozójának mérési területe







305. kép: A 12. minta alapozójának mérési területe





307. kép: A fémréteg mérési területe



308. kép: A fémfólia nagyobb mennyiségben aranyat, de kisebb arányban ezüstöt is tartalmaz az ötvözet

6 keV

10

12

2

Spectrum: 99

Element [wt.%]	Series [wt.%]	unn. C [at.%]	norm. C	Atom. C [wt.%]	Error	(1 Sigma)
Gold Silver	L-series L-series	87.72 5.57	94.03 5.97	89.62 10.38		3.20 0.31
Total:	93.29 1	00.00	 100.00			

309. kép: A fémfólia összetételének százalékos értékei

A hordozó és az alapozás összetétele egyezik az előző két mintánál megállapítottakkal. A fémfólia ötvözet, anyaga körülbelül 90% arany, és 10% ezüst.

14. minta



310. kép: A 14. minta hordozójának mérési területe



311. kép: A réteg nagy mennyiségű szilíciumot és kalciumot tartalmaz, kevesebb kénnel, nátriummal, káliummal és klórral



312. kép: A 14. minta alapozójának mérési helye



313. kép: Az alapozó ezen a mintán is főleg kalciumot tartalmaz



314. kép: A 14. minta sárga festékrétegének mérési helye



315. kép: A sárga rétegben kimutatható a vas

Az elemanalitikai vizsgálat alapján a hordozó és az alapozás anyaga egyezik az előző mintákéval, a sárga pigment pedig okker, esetleg jarosit lehet.

15. minta



318. kép: A fekete és rózsaszín keverék festékrétegnek mérési helye

319. kép: A festett rétegben nagy mennyiségű kalcium, alumínium, kén és vas is található





320. kép: A festett réteg egy vöröses szemcséjének mérési pontja

321. kép: A vörös szemcse nagy mennyiségű mangánt, szilíciumot, vasat és kalciumot tartalmaz

A minta alapozórétege a mérések alapján szintén kalcium-karbonát lehet, a festett rétegben kalciumszulfát előfordulhat, mint a szerves színezék hordozója, valamint vas tartalmú, és földpigmentek is.

20. minta



322. kép: A 20. minta hordozójának mérési területe



323. kép: A hordozó főleg szilíciumot, kalciumot, alumíniumot, mangánt és vasat tartalmaz



324. kép: A 20. minta alapozójának mérési területe







326. kép: A zöld festékréteg mérési helye



327. kép: A rétegben kalcium mellett szilícium és réz is kimutatható

A 20. minta hordozójának és alapozójának összetétele egyezik az előző mintákéval. A zöld pigment réz tartalmát megerősítette az elemanalitika.

<u>IV.2.4. FTIR</u>

A Fourier Transzformációs infravörös spektroszkópos mérésekre a 3. 10. és 14. mintákon került sor.

3. minta



328. kép: A 3. minta világosabb barna hordozó rétegéről készített spektrumok standardokkal összevetve

A 3. minta alapozójában kréta töltőanyag mellett olajra és epoxi műgyantára jellemző csúcsok láthatóak.



329. kép: A 3. minta kék festékrétegének spektruma standardokkal összehasonlítva

A kék pigmentet spektruma alapján a mérést végző szakemberek egyiptomi kékként határozták meg, kötőanyagként poliszacharidot (pl. dextrint) valószínűsítettek.



330. kép: A kék festékrétegről felvett spektrumok





331. kép: A 10. minta alapozójának beágyazatlan darabjáról készített spektrum és standardok

A 10. minta fehér alapozórétege a vizsgálat szerint kréta és gipsz keveréke. Kötőanyagra a szervetlen összetevők csúcsainak átfedése miatt nem lehetett következtetni.



332. kép: A 10. minta alapozórétegének spektruma standardokkal összehasonlítva

A 10. minta fehér alapozásának spektrumán (beágyazott mintán) szintén olaj, epoxi és kréta csúcsokat határoztak meg.



333. kép: A 10. minta két vörös rétege között található fehér spektruma és standardok

A vörös festékrétegek közötti fehér rétegben olajat és krétát feltételeznek a szakemberek.



334. kép: A 10. minta rózsaszínes lazúrjának spektruma a standardok mellett

A felső rózsaszínes lazúrban a krétához és vörös okkerhez köthető csúcsokat, valamint kötőanyagként olajat határoztak meg. A beágyazó gyanta sávjai szintén jelen vannak.



335. kép: A minta bal felső részén található töredékes réteg spektruma és standardok

A rétegben a mérések alapján vörös okkert, gipszet és kötőanyagként olajat feltételeznek. A beágyazó epoxi csúcsok jelen vannak a spektrumon.



336. kép: Az alsó vörös réteg beágyazatlan darabjáról felvett spektrum standardokkal összevetve

A beágyazatlan vörös festett rétegek görbéje a kréta, vörös okkerek és valamilyen poliszacharid (pl. dextrin) spektrumaival mutat hasonlóságot.

14. minta



337. kép: A 14. minta fehér alapozójának spektruma és standardok

A minta fehér alapozójában a vizsgálat során töltőanyagként krétát, kötőanyagként poliszacharidot (pl. dextrint) határoztak meg, de az epoxi csúcsok is megjelentek a spektrumon.



338. kép: A sárga festékréteg spektruma standardok mellett

A sárga rétegben a krétát és sárga okkert feltételeznek. Kötőanyagként a poliszacharid (pl. dextrin) mellett olaj tartalmat sem zárnak ki, az epoxi sávjai szintén láthatóak a spektrumon.

	hordozó és alapozó	3 kék	10 vörös és vörös lazúr	12 arany fólia	14 sárga	15 vörös és vörös feketével keverve	20 zöld	29 fehér	35 vörös
fény mikrosz- kópos vizsgálat	hordozó: agyag alapozó: főleg kalcium- karbonát	egyiptomi kék	vas-oxid vörös és szerves színezék	arany fólia	sárga okker	vas-oxid vörös és feketék szerves színezék- kel keverve		kalcium- karbonát	vas-oxid vörös
mikroké- miai tesztek	pozitív, sósav teszt		pozitív kálium- ferro- cianid teszt (vas)		pozitív kálium- ferro- cianid teszt (vas)	pozitív kálium- ferro- cianid teszt (vas)	pozitív kálium- ferro- cianid teszt (vas) pozitív kén- hidrogén teszt (réz)	pozitív, sósav teszt	
cseppen- téses									
tesztek									
fehérje	?	negatív	negatív			negatív		?	
olaj komónnítő	pozitív ?	pozitiv ?	pozitiv ?			negativ?		pozitiv ?	
wanta	pozitiv	negatív	negatív					pozitiv	
gyunia oumi	negatív	negatív	negativ					negatív	
Sem- EDX	hordozó: agyag alapozó: kalcium- karbonát, kalcium- szulfát	egyiptomi kék	vörös okker, kalcium karbonát	arany és ezüst fólia	sárga okker	vörös okker, csont fekete, kalcium- karbonát, kalcium- szulfát, földpig- ment	réz tartalmú zöld	noputiv	
FTIR	hordozó: alumíni- um szilikátok kalcium- karbonát polisza- charid	egyiptomi kék, olaj (?), polisza- charid	kalcium- karbonát vörös okker, olaj (?), polisza- charid, beágyazó gyanta		sárga okker, polisza- charid, olaj (?), beágyazó gyanta				

2. táblázat: A mintákon végzett tesztek eredményeinek összegzése

A hordozón végzett elemanalitikai mérések alátámasztották a fénymikroszkópos vizsgálatok eredményeit, ezek szerint a szarkofág alapját képző anyag agyag és homok (kvarc, montmorillonit, kaolinit,

és anortit) keveréke, ezt pontosan egy utólag végzett röntgen diffrakciós vizsgálat is kimutatta¹⁹. A felsőbb, világosabb barna részeken kalcium-karbonát (kréta) is található benne. Az FTIR vizsgálat is a hordozót alumínium-szilikátok és kalcium-karbonát keverékeként határozta meg.

A fehér alapozás töltőanyaga kalcium-karbonát (kréta), a mikroszkópos, mikrokémiai és műszeres vizsgálatok alapján is. A kötőanyagra vonatkozóan a cseppentéses tesztek poliszacharidot (keményítő vagy dextróz) jeleztek. Az olaj kimutatására végzett hidrogén-peroxidos vizsgálattal nem kaptunk egyértelmű negatív eredményt, mivel hab képződött a reakció során. Az FTIR mérések spektrumain mindkét kötőanyag csoportra jellemző csúcsokat találtunk, tehát elképzelhető hogy a poliszacharid mellett olaj is található benne.

A festett rétegek mikroszkópos, elemanalitikai és spektroszkópos vizsgálatának eredményei nagyon hasonló eredményeket adtak. A 3. minta kék pigmentje mikroszkópos jellemzői alapján egyiptomi kék, a SEM-EDS mérés és az FTIR vizsgálat igazolta ezt. A 10. minta alsó vörös festékrétege vastartalmú, felette a fehér réteg kalcium-karbonát, ezt mindhárom eljárás alátámasztotta. A legfelső réteg színezékének hordozója az elemanalitika szerint valószínűleg kalcium-szulfát, az FTIR spektrumokon szintén találunk gipszre jellemző sávokat. A fémrétegen végzett SEM-EDS mérés megerősítette a fénymikroszkópos és mikrokémiai tesztek eredményét, vagyis valóban aranyfóliát használtak. Az elemanalitika révén megtudhattuk, hogy ezt kis mennyiségű ezüsttel ötvözték. Minden eljárással megerősítést nyert, hogy a 14. mintán található sárga pigment vastartalmú, valószínűleg okker. A 15. minta alsó festékrétege vörös okker, ezt minden technika egyértelműen igazolja. A felette található keverék rétegben az elemanalitika alapján a színezék hordozója kalcium-szulfát. A mérések föld pigmenteket is feltételeznek a rétegben. A 20. minta zöld szemcséiben a SEM-EDS mérések megerősítették a réz tartalmat, vagyis valamilyen réz tartalmú pigmentről van szó. Az elemanalitikai vizsgálat szinte az összes rétegben kimutatott klórt, nátriumot és káliumot, ezek feltehetően sóként vannak jelen a tárgyban.

A festett rétegek kötőanyagaira végzett vizsgálatok hasonló eredményeket adtak, mint az alapozónál. A cseppentéses tesztek közül az olaj kimutatására végzett vizsgálat nem adott ugyan egyértelmű pozitív eredményt (nem volt stabil a képződött hab), de negatívat se, viszont a poliszacharidokat jelző színreakció végbement. Az FTIR mérések spektrumain szintén olajra és poliszacharidra jellemző sávokat állapítottak meg. Mivel a szarkofágot egy korábbi restaurálás alkalmával műgyantával kezelték, elképzelhető, hogy ez az anyag befolyásolta a kötőanyag vizsgálatok eredményeit.

¹⁹ A méréseket Sajó István végezte, ennek alapján az agyagos alapanyagban a kvarc 30%, a montmorillonit 30%, a kaolinit 10%, és az anortit 30% [FileName] Sample Id.: MeasDate Wavelen Tube kV mA Step ScanRange Max.I [ge_rs58] 58.sár, római szarkofág 07-19-2018 1.5419 Cu 40 35 0.04 2.8-54.8 1266

V. A VIZSGÁLATOK SORÁN SZERZETT TAPASZTALATOK ÖSSZEGZÉSE

A két műtárgyon végigvitt vizsgálatsor jól illusztrálja, hogy minél több típusú tesztet végzünk el, annál pontosabb képet kapunk az alkalmazott anyagokról. Az egyes technikák kiegészítették egymást: a fénymikroszkópos vizsgálat az alapot jelentette, a rétegrendet és a szemcsekaraktert határoztuk meg vele. A szervetlen összetevőkre végzett mikrokémiai tesztek eredményei összhangban vannak a SEM-EDS mérések adataival. Az elemanalitika révén olyan információkhoz jutottunk, amelyek kizárólag fénymikroszkópos vizsgálattal nem megszerezhetőek: például megtudtuk a szarkofágon található fémfólia pontos összetételét, vagy egy kérdéses típusú pigmentet felépítő elemek arányát a szemcsékben (auripigment-realgár). A cseppentéses tesztek eredményeit az FTIR mérések megerősítették, a két műtárgy esetében jól működtek ezek az eljárások.

Fontos tapasztalat, hogy kizárólag egy típusú vizsgálat alapján nem szabad végleges következtetéseket levonni. Például kizárólag az FTIR méréssel a szarkofág kék festékrétege esetében a szilikát kötések rezgése alapján ultramarin kékre (összegképlete: 3Na₂O 3Al₂O₃ 6SiO₂ 2Na₂S) és egyiptomi kékre (CaCuSi₄O₁₀) is gyanakodhatnánk. A két pigment fénymikroszkópos tulajdonságai azonban teljesen eltérőek, jól megkülönböztethető a két anyag. Az elemanalitikai mérések szintén segítségünkre vannak a pontosításban: réz (Cu) és kalcium (Ca) tartalom esetén egyiptomi kék, magas nátrium (Na) és alumínium (Al) tartalom esetén ultramarinról lehet szó. Ez a példa arra hívja fel a figyelmet, hogy a kiértékelést végző személynek tisztában kell lennie az adott anyagcsoport tulajdonságaival, hogy a téves következtetéseket elkerülhessük. Csupán egyetlen technika, vagy egyetlen vizsgálat eredményeinek használatával félrevezető adatokat is kaphatunk. Ha a kiértékelést ilven módon végző szakember tapasztalatlansága miatt hamis eredményeket közöl az esetleg szintén hozzá nem értő megrendelővel (pl. ha egyéb tudományterületről, művészettörténet, egyiptológia stb. érkezik a kérés), az téves megállapításokhoz vezethet egy műtárgy esetében. Ezért nagyon lényeges az eredmények közlésénél megadni, hogy mi alapján állapította meg az adott anyagot a szakember (pl. az említett fenti esetben az FTIR mérésnél a szilikát csúcs alapján). Ezen a módon, a többi vizsgálat eredményével összevetve, elkerülhetőek a félreértelmezések, és szakszerű megállapítások tehetőek.

Összefoglalva a tapasztalatokat, a cseppentéses (spot) tesztek jó alternatívát jelenthetnek a kötőanyagra vonatkozó gyors, költséghatékony vizsgálatok között. Segítségükkel a dolgozatban tárgyalt két esetben elég pontos eredményeket kaptunk, amelyeket műszeres vizsgálat is megerősített.

VI. IRODALOMJEGYZÉK

BAYER, K., BAYEROVÁ, T.: Basics of binding media and pigment identification, (egyetemi jegyzet), 2018

MASSCHELEIN-KLEINER, L.: Analysis of paint media, varnishes and adhesives, PACT, 1986, pp. 185-189. (Kühn hidrogén-peroxid teszt)

PLESTERS, J.: Cross-sections and chemical analysis of paint samples, Studies in Conservation, 1956, Vol. 2., pp. 110-157.

internetes oldalak:

http://tudasbazis.sulinet.hu/hu/termeszettudomanyok/kemia/szerves-kemia/nitrogentartalmu-heteroaromasvegyuletek/a-pirrol-az-imidazol-es-a-purin_2018.05.16. https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/4-_dimethylamino_benzaldehyde#section=Top_2018.05.16. https://www.ankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html_2018.05.16. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html_2018.05.16. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s17.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s08.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s08.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s04.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s06.html_2018.05.18. https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s05.html#etansav_anhidrid 2018.05.18.

https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tkt/oxford-typotex-kemiai/ch01s11.html 2018.05.18.

VII. KÉPJEGYZÉK

1. kép: A reakció folyamata (Bayer, K., Bayerová, T., 2018)

2. kép: Az elkészített P-DAB reagens és a szükséges anyagok: p-Dimetil-amino-benzaldehid és metánsav (hangyasav) *A szerző felvétele*

3. kép: A szétválasztott réteg darabkája A szerző felvétele

4. kép: A szétválasztott réteg darabkáit a kapillárisba helyezzük, kb. 2 cm-nyire az egyik végétől *A szerző felvétele*

- 5. kép: A minta a kapillárisban A szerző felvétele
- 6. kép: A kémcső végét gázláng felett összeolvasztjuk bezárjuk A szerző felvétele
- 7. kép: A mintát lerázzuk a kapilláris összezárt végébe A szerző felvétele
- 8. kép: A szűrőpapírból vékony csíkot vágunk A szerző felvétele
- 9. kép: A levágott papírt a kémcsőbe próbáljuk A szerző felvétele
- 10. kép: A szűrőpapír végét a reagensbe mártjuk, majd visszaillesztjük a kapillárisba A szerző felvétele
- 11. kép: Gázláng felett fokozatosan melegítjük a mintát A szerző felvétele
- 12. kép: A reakció folyamata (Bayer, K., Bayerová, T., 2018)
- 13. kép: A vizsgálandó réteg darabkája A szerző felvétele
- 14. kép: A mintát porítjuk A szerző felvétele
- 15. kép: Tömény ammónum-hidroxidot cseppentünk a mintára A szerző felvétele
- 16. kép: Tömény hidrogén-peroxidot adunk az oladathoz A szerző felvétele
- 17. kép: A megcseppentett minta a tárgylemezen A szerző felvétele
- 18. kép: A pozitív reakció eredménye stabil hab A szerző felvétele
- 19. kép: A reakció folyamata (Bayer, K., Bayerová, T., 2018)
- 22. kép: Kis mennyiséget felszívunk a kapillárisba a reagensből A szerző felvétele
- 23. kép: Gázláng felett lezárjuk a cső végét A szerző felvétele
- 24. kép: Kémcsőfogóval mozgatjuk a kémcsövet A szerző felvétele

- 25. kép: Gázláng felett óvatosan melegítjük a kémcsövet A szerző felvétele
- 26. kép: A mintával összekevert Bial's reagens a melegítés előtt A szerző felvétele
- 27. kép: Pozitív eredmény, zöld szín A szerző felvétele
- 28. kép: A teszthez szükséges anyagok és eszközök A szerző felvétele
- 29. kép: A mintára ecetsav-anhidridet cseppentünk A szerző felvétele
- 30. kép: A feloldott mintát kapillárisba szívjuk fel A szerző felvétele
- 31. kép: Kénsav és ecetsav-anhidridben feloldott minta a kapillárisban A szerző felvétele
- 32. kép: A cső végét gázláng felett lezárjuk A szerző felvétele
- 33. kép: Pozitív eredmény, egyenletes lilás-barna szín A szerző felvétele
- 34. kép: A reakció folyamata (Bayer, K., Bayerová, T., 2018)
- 35. kép: A vizsgálathoz szükséges anyagok és eszközök A szerző felvétele
- 36. kép: Cseppentsünk az oldatból a tárgylemezre a minta mellé A szerző felvétele
- 37. kép: A reagens a tiszta keményítő mellett A szerző felvétele
- 38. kép: Kék színű komplex jön létre A szerző felvétele
- 39. kép: A reagens a tiszta dextrin mellett A szerző felvétele

40. kép: Barnás színű komplex jön létre A szerző felvétele

41. kép: Mintavételi helyek Altobello Melone: Krisztus színeváltozása című festményén http://www.szepmuveszeti.hu/adatlap_eng/the_transfigurationaltobello_melone_9818_2018.05.22. *A kép alapján készítette a szerző*

42. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

- 43. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele
- 44. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele
- 45. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele
- 46. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele
- 47. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

48. kép: Mínium szemcse, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív A szerző felvétele

49. kép: Mínium szemcse jellegzetes zöld interferencia színe, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

50. kép: Rózsaszín szemcsék a lazúrból, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív A szerző felvétele

51. kép: Kénhidrogén teszt az 1. mintán A szerző felvétele

52. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

53. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele

54. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

55. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

56. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

57. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

58. kép: Azurit szemcsék vörös kísérőásvánnyal, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

59. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

60. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele

61. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

62. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

63. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

64. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

65. kép: Zöld és vörös szemcse párhuzamos (balra) és részben keresztezett analizátor - polarizátor állás, polarizációs m., 40x-es objektív *A szerző felvétele*

66. kép: Kénhidrogén teszt A szerző felvétele

67. kép: Mikrokémiai teszt vas- és réztartalom kimutatására A szerző felvétele

68. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

69. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele

70. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

71. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

72. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

73. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív

74. kép: Kettőstörő fehér szemcsék aggregátumba rendeződve, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

75. kép: Pozitív kénhidrogén teszt A szerző felvétele

76. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

77. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele

78. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

79. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

80. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

81. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

82. kép: Vörös szemcse és aggregátumba összeállt kettőstörő fehér pigment, párhuzamos és keresztezett analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

83. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

84. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele

85. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

86. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

87. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

88. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

89. kép: Hasábos, gyantaszerűen fénylő szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

- 90. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele
- 91. kép: A minta sztereo mikroszkópos képe felülnézet (balra) és alulnézet (jobbra) A szerző felvétele

92. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

93. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

94. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

95. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

96. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

97. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

98. kép: Vörös szemcse az alsó festékrétegből, párhuzamos (balra), és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

99. kép: Vörös és fekete szemcsék az alsó festékrétegből, párhuzamos (balra), és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

100. kép: Rózsaszín szemcsék a lazúrból, párhuzamos (balra), és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

101. kép: A kék csapadék vasat jelez a vörös rétegben A szerző felvétele

102. kép: Kalcium-szulfát szemcse, keresztezett analizátor - polarizátor állás, beiktatott lambda lemez (jobbra), pol. m., 40x-es objektív *A szerző felvétele*

103. kép: Mikrokémiai teszt az alapozón A szerző felvétele

104. kép: A megvizsgált alapozó darab (az 1-es mintából) A szerző felvétele

105. kép: Pozitív eredmény az alapozóra A szerző felvétele

106. kép: A teszthez használt kék festékréteg (2.) darabjai A szerző felvétele

107. kép: Negatív eredmény a kék festékrétegre A szerző felvétele

108. kép: Minta a zöld festékrétegből (3.) A szerző felvétele

109. kép: A zöld festékréteg gyenge pozitív fehérjére A szerző felvétele

110. kép: A fehér festékréteg (4.) darabja A szerző felvétele

111. kép: A papír elsötétedett, de nem lila színű A szerző felvétele

112. kép: A teszthez használt testszín (6.) darabja A szerző felvétele

113. kép: Kissé elsötétedett papír, de nem látható lila szín A szerző felvétele

- 114. kép: Minta a vörös festékrétegből (8.) A szerző felvétele
- 115. kép: Gyenge pozitív eredmény a vörös rétegre A szerző felvétele
- 116. kép: A teszthez használt alapozó darab az 1-es mintából A szerző felvétele
- 117. kép: Az alapozó pozitív eredménye A szerző felvétele
- 118. kép: A kék réteg (2.) darabja A szerző felvétele
- 119. kép: A kék réteg egyértelműen pozitív A szerző felvétele
- 120. kép: A zöld réteg (3.) teszthez használt darabjai A szerző felvétele
- 121. kép: A zöld minta gyenge pozitív eredménye A szerző felvétele
- 122. kép: A fehér (4.) réteg vizsgálathoz használt darabja A szerző felvétele
- 123. kép: A teszt egyértelműen pozitív a fehér rétegen A szerző felvétele
- 124. kép: A testszínből (6.) vett minta darabja A szerző felvétele
- 125. kép: A testszín eredménye gyenge pozitív A szerző felvétele
- 126. kép: A vörös (8.) réteg vizsgálathoz használt darabja A szerző felvétele
- 127. kép: A vörös réteg gyenge pozitív eredménye A szerző felvétele
- 128. kép: Alapozó darabok a teszthez a 4-es mintából A szerző felvétele
- 129. kép: A reagens a melegítés előtt A szerző felvétele
- 130. kép: A reagens színe változatlan a melegítés után A szerző felvétele
- 131.kép: A teszthez használt fehér réteg (4.) darabjai A szerző felvétele
- 132. kép: A reagens a melegítés előtt A szerző felvétele
- 133. kép: A reagens színe változatlan a melegítés után A szerző felvétele
- 134. kép: A teszthez használt testszín (6.) darabjai A szerző felvétele
- 135. kép: A reagens a melegítés előtt A szerző felvétele
- 136. kép: A reagens színe változatlan a melegítés után A szerző felvétele
- 137. kép: A vizsgálathoz használt zöld réteg (3.) A szerző felvétele
- 138. kép: A teszt negatív eredménye a zöld rétegen A szerző felvétele
139. kép: A testszín (6.) darabja a teszt előtt A szerző felvétele

140. kép: Negatív eredmény a testszín rétegén A szerző felvétele

141. kép: A vörös (8.) rétegből vett minta A szerző felvétele

142. kép: A vörös réteg negatív eredménye A szerző felvétele

143. kép: Az 1. mintából vett alapozó darab a teszt előtt A szerző felvétele

144. kép: Az alapozó minta a kálium-jodid oldatban nem sötétedett el A szerző felvétele

145.kép: A fehér (4.) réteg darabja a vizsgálat előtt A szerző felvétele

146. kép: A fehér réteg a reagensben nem változott el A szerző felvétele

147. kép: A sárga (7.) réteg darabja a teszt előtt A szerző felvétele

148. kép: A sárga réteg a kálium-jodid oldatban nem sötétedett el A szerző felvétele

149. kép: Az alapozó mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

150. kép: Az alapozó nagy mennyiségű kalciumot és ként tartalmaz A felvételt Karol Bayer készítette

151. kép: Az alsó vörös réteg 1. mérési helye, vörös pigmentek A felvételt Karol Bayer készítette

152. kép: A magas ólom tartalom megerősíti, hogy a vörös pigment mínium A felvételt Karol Bayer készítette

153. kép: Az alsó, vörös réteg 2. mérési helye, fehér pigmentek A felvételt Karol Bayer készítette

154. kép: A fehér rétegben magas a kalcium, kén és ólom tartalom A felvételt Karol Bayer készítette

155. kép: A felső vörös lazúr mérési helye, vörös pigmentek A felvételt Karol Bayer készítette

156. kép: A lazúrban a nagy mennyiségű kén és kalcium mellett aluminínium is található *A felvételt Karol Bayer készítette*

157. kép: A kék réteg mérési helye, kék és fehér pigmentek, vörös kísérőásvánnyal *A felvételt Karol Bayer készítette*

158. kép: A kék rétegben nagy mennyiségű réz és ólom található A felvételt Karol Bayer készítette

159. kép: A zöld réteg 1. mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

160. kép: A rétegben nagy mennyiségű réz és vas található A felvételt Karol Bayer készítette

161. kép: A zöld réteg 2. mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

162. kép: Az ólom és ón tartalom valószínűleg a kisebb mennyiségű sárga pigmenthez köthető *A felvételt Karol Bayer készítette*

163. kép: A zöld réteg alatti szigetelés mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

164. kép: A szigetelő rétegben foszfor található A felvételt Karol Bayer készítette

165. kép: A fehér réteg mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

166. kép: A magas ólom tartalom az ólomfehér pigmenthez köthető A felvételt Karol Bayer készítette

167. kép: A testszín 1. mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

168. kép: A rétegben nagy mennyiségű kalcium, kén és ólom található A felvételt Karol Bayer készítette

169. kép: A testszínben található vörös szemcse mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

170. kép: A vizsgált vörös színű szemcse ként és higanyt is tartalmaz A felvételt Karol Bayer készítette

171. kép: A narancssárga réteg egy szemcséjének mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

172. kép: A pigment arzén és kén tartalmú A felvételt Karol Bayer készítette

173. kép: Az alsó vörös réteg mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

174. kép: A rétegben magas az ólom és vas tartalom A felvételt Karol Bayer készítette

175. kép: A felső vörös lazúr mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

176. kép: A lazúrban nagy mennyiségű kalcium és kén mellett alumínium is előfordul *A felvételt Karol Bayer készítette*

177. kép: Az 1. és 2. minta alapozóinak spektruma A felvételt Eva Svobodová készítette

178. kép: Az 1. minta vörös festékrétegének spektruma a feltételezett összetevők standard spektrumaival összevetve *A felvételt Eva Svobodová készítette*

179. kép: A 2. és 3. minta alapozóinak spektruma a gipsz és anhidrit standard spektrumokkal összehasonlítva *A felvételt Eva Svobodová készítette*

180. kép: A 2. minta kék festékrétegének spektruma a feltételezett összetevők standard spektrumaival összevetve *A felvételt Eva Svobodová készítette*

181. kép: A 2. és 3. minta alapozóinak spektruma az anhidrit standard spektrummal összevetve *A felvételt Eva Svobodová készítette*

182. kép: A 3. minta zöld festékrétegének spektruma a feltételezett összetevők standard spektrumaival összevetve *A felvételt Eva Svobodová készítette*

183. kép: Mintavételi helyek a szarkofágból A szerző felvétele

184. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

185. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 10x-es objektív A szerző felvétele

186. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 10x-es objektív A szerző felvétele

187. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

188. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

189. kép: Kettőstörő kék szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

190. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

191. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 10x-es objektív A szerző felvétele

192. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 10x-es objektív A szerző felvétele

193. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

194. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

195. kép: Áttetsző és halvány rózsaszín szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

196. kép: Áttetsző és sötétvörös szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

197. kép: A kék csapadék vastartalmat jelez a vörös rétegben A szerző felvétele

198. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

199. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

200. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

201. kép: A minta képe párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állásban, normál megvilágítás, 50x-es objektív *A szerző felvétele*

202. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

203. kép: Kénhidrogén hatására a fémfólia nem sötétedett el A szerző felvétele

204. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

205. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

206.kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

207. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

208. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

209. kép: Sárga és áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

210. kép: Pozitív vasteszt a sárga festékrétegen A szerző felvétele

211. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

212. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

213. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

214. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

215. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

216. kép: Rózsaszín, áttetsző és fekete szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

217. kép: Vörös, áttetsző és fekete szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor
polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

218. kép: A kék csapadék vastartalmat jelez a vörös rétegben A szerző felvétele

219. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

220. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

221. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

222. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

223. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

224. kép: Zöld szemcse, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

225. kép: Sárga és áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

226.kép: Fekete és áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

227. kép: Kénhidrogén hatására a zöld szemcsék elsötétedtek A szerző felvétele

228. kép: A kálium-ferrocianid teszt során kevés kék csapadék keletkezett A szerző felvétele

229. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

230. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

231. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

232. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 50x-es objektív A szerző felvétele

233. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 50x-es objektív A szerző felvétele

234. kép: Kettőstörő áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és részben keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

235. kép: A darabminta savas megcseppentés hatására elpezsgett A szerző felvétele

236. kép: A mintavételi hely fotója A szerző felvétele

237. kép: A minta polarizációs mikroszkópos képe, normál megvilágítás, 20x-os objektív A szerző felvétele

238. kép: A minta UV (balra) és BV (jobbra) gerjesztésben, 20x-os objektív A szerző felvétele

239. kép: Kettőstörő vörös szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

240. kép: Pozitív vasteszt A szerző felvétele

241. kép: Kettőstörő áttetsző szemcsék, párhuzamos (balra) és keresztezett (jobbra) analizátor - polarizátor állás, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

242. kép: Kettőstörő áttetsző szemcsék, keresztezett analizátor - polarizátor állás, lambda lemez beiktatásával, polarizációs mikroszkóp, 40x-es objektív *A szerző felvétele*

- 243. kép: A rétegből vett kaparék savas megcseppentésre teljesen elpezsgett A szerző felvétele
- 244. kép: A teszthez használt alapozó darabok A szerző felvétele
- 245. kép: Az alapozó esetében a papírdarab kissé elsötétedett, de nem lila színű A szerző felvétele
- 246. kép: A kék (3.) festékréteg darabja a kapillárisban A szerző felvétele
- 247. kép: A kék réteg negatív eredménye A szerző felvétele
- 248. kép: A vörös réteg lazúrral (10.) a kapillárisban A szerző felvétele
- 249. kép: A 10-es minta negatív eredménye A szerző felvétele
- 250. kép: A vörös és fekete (15.) rétegek a teszt előtt A szerző felvétele
- 251. kép: A vizsgálat negatív eredménye A szerző felvétele
- 252. kép: A fehér réteg (29.) darabja a vizsgálat előtt A szerző felvétele
- 253.kép A fehér réteg esetében a papír kissé elsötétedett, de nem látható lila szín A szerző felvétele
- 254. kép: A teszthez használt vörös (35.) rétegek darabjai A szerző felvétele
- 255. kép: A vizsgálat eredménye a vörös rétegekre A szerző felvétele
- 256. kép: A teszthez használt alapozó darabok A szerző felvétele
- 257. kép: Az alapozón buborékok keletkeztek A szerző felvétele
- 258. kép: A kék (3.) rétegből vett minta A szerző felvétele
- 259. kép: A kék rétegen is megfigyelhetőek buborékok A szerző felvétele
- 260. kép: A vörös réteg lazúrral (10.) a reakció előtt A szerző felvétele
- 261. kép: A vörös réteg esetében is képződtek buborékok A szerző felvétele
- 262. kép: A vörös és fekete (15.) rétegek darabja A szerző felvétele
- 263. kép: A 15. mintán is keletkeztek buborékok A szerző felvétele
- 264. kép: A fehér rétegből (29.) vett minta a teszt előtt A szerző felvétele
- 265. kép: A fehér mintán szintén láthatóak buborékok A szerző felvétele
- 266. kép: A vörös festékréteg (35.) darabjai A szerző felvétele
- 267. kép: A vörös rétegeken is keletkeztek buborékok A szerző felvétele

- 268. kép: Az alapozóból vett darabminták A szerző felvétele
- 269. kép: Az oldat a melegítés előtt A szerző felvétele
- 270. kép: Az oldat színe nem változott a melegítés után A szerző felvétele
- 271. kép: A kék festékréteg darabja A szerző felvétele
- 272. kép: A reagens a mintával a melegítés előtt A szerző felvétele
- 273. kép: A reagens színe változatlan a melegítést követően A szerző felvétele
- 274. kép: A fehér réteg darabjai A szerző felvétele
- 275. kép: A reagens a melegítés előtt A szerző felvétele
- 276. kép: A reagens színe nem változott a melegítést követően A szerző felvétele
- 277. kép: A kék festékréteg darabja a teszt előtt A szerző felvétele
- 278. kép: Negatív eredmény a kék mintán A szerző felvétele
- 279. kép: A 10. minta vörös rétegeinek teszthez használt darabjai A szerző felvétele
- 280. kép: A vörös rétegek is negatív eredményt adtak A szerző felvétele
- 281. kép: A 35. minta vörös rétegének darabja a teszt előtt A szerző felvétele
- 282. kép: A vörös réteg vizsgálatakor sem történt színreakció A szerző felvétele
- 283. kép: A teszthez használt 10. minta festett rétegének darabja A szerző felvétele
- 284. kép: A minta barnásan elszíneződött A szerző felvétele
- 285. kép: A 29. minta fehér rétege a teszt előtt A szerző felvétele
- 286. kép: A darabok elsötétedtek a reagens hatására A szerző felvétele
- 287. kép: Az alapozó darabjai a vizsgálat előtt A szerző felvétele
- 288. kép: Az alapozó darabjai szintén elváltoztak A szerző felvétele
- 289. kép: A 3. minta hordozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette
- 290. kép: A barnás hordozóban a nátrium, kálium, mangán és kén tartalom mellett a szilícium és kalcium a legtöbb *A felvételt Karol Bayer készítette*
- 291. kép: A 3. minta alapozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

292. kép: A fehér alapozás főleg kalciumot tartalmaz A felvételt Karol Bayer készítette

293. kép: A 3. minta kék festékrétegének mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

294. kép: A festékrétegben magas a szilícium és kalcium tartalom, de réz is található benne *A felvételt Karol Bayer készítette*

295. kép: Egy kék szemcse mérési pontja A felvételt Karol Bayer készítette

296. kép: A kék szemcsékben réz, kalcium és szilícium található A felvételt Karol Bayer készítette

297. kép: A 10. minta hordozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

298. kép: A hordozóban a nagy mennyiségű szilíciumon kívül alumínium, kalcium, mangán, klór és vas is található *A felvételt Karol Bayer készítette*

299. kép: A 10. minta alapozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

300. kép: Az alapozó nagyrészt kalciumot, de ként, káliumot és nátriumot is tartalmaz *A felvételt Karol Bayer készítette*

301. kép: A 10. minta festékrétegének mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

302. kép: A vörös festékrétegben a kalciumon kívül kén, alumínium, és vas is előfordul *A felvételt Karol Bayer készítette*

303. kép: A 12. minta hordozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

304. kép: A rétegben nagy mennyiségű kalciumon és szilíciumon kívül kén, alumínium, mangán, kálium, nátrium és klór található *A felvételt Karol Bayer készítette*

305. kép: A 12. minta alapozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

306. kép: A fehér alapozóban nagyrészt kalcium és kisebb mennyiségben kén is előfordul *A felvételt Karol Bayer készítette*

307. kép: A fémréteg mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

308. kép: A fémfólia nagyobb mennyiségben aranyat, de kisebb arányban ezüstöt is tartalmaz *A felvételt Karol Bayer készítette*

309. kép: A fémfólia összetételének százalékos értékei A felvételt Karol Bayer készítette

310. kép: A 14. minta hordozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

311. kép: A réteg nagy mennyiségű szilíciumot és kalciumot tartalmaz, kevesebb kénnel, nátriummal, káliummal és klórral *A felvételt Karol Bayer készítette*

312. kép: A 14. minta alapozójának mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

313. kép: Az alapozó ezen a mintán is főleg kalciumot tartalmaz A felvételt Karol Bayer készítette

314. kép: A 14. minta sárga festékrétegének mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

315. kép: A sárga rétegben kimutatható a vas A felvételt Karol Bayer készítette

316. kép: A 15. minta alapozójának mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

317. kép: A réteg nagyrészt kalciumból áll A felvételt Karol Bayer készítette

318. kép: A fekete és rózsaszín keverék festékrétegnek mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

319. kép: A festett rétegben nagy mennyiségű kalcium, alumínium, kén és vas is található *A felvételt Karol Bayer készítette*

320. kép: A festett réteg egy vöröses szemcséjének mérési pontja A felvételt Karol Bayer készítette

321. kép: A vörös szemcse nagy mennyiségű mangánt, szilíciumot, vasat és kalciumot tartalmaz *A felvételt Karol Bayer készítette*

322. kép: A 20. minta hordozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

323. kép: A hordozó főleg szilíciumot, kalciumot, alumíniumot, mangánt és vasat tartalmaz *A felvételt Karol Bayer készítette*

324. kép: A 20. minta alapozójának mérési területe A felvételt Karol Bayer készítette

325. kép: Az alapozó nagyrészt kalciumból áll A felvételt Karol Bayer készítette

326. kép: A zöld festékréteg mérési helye A felvételt Karol Bayer készítette

327. kép: A rétegben kalcium mellett szilícium és réz is kimutatható A felvételt Karol Bayer készítette

328. kép: A 3. minta világosabb barna hordozó rétegéről készített spektrumok standardokkal összevetve *A felvételt Eva Svobodová készítette*

329. kép: A 3. minta kék festékrétegének spektruma standardokkal összehasonlítva *A felvételt Eva Svobodová készítette*

330. kép: A kék festékrétegről felvett spektrumok A felvételt Eva Svobodová készítette

331. kép: A 10. minta alapozójának beágyazatlan darabjáról készített spektrum és standardok *A felvételt Eva* Svobodová készítette

332. kép: A 10. minta alapozórétegének spektruma standardokkal összehasonlítva *A felvételt Eva Svobodová készítette*

333. kép: A 10. minta két vörös rétege között található fehér spektruma és standardok *A felvételt Eva Svobodová készítette*

334. kép: A 10. minta rózsaszínes lazúrjának spektruma a standardok mellett *A felvételt Eva Svobodová készítette*

335. kép: A minta bal felső részén található töredékes réteg spektruma és standardok *A felvételt Eva Svobodová készítette*

336. kép: Az alsó vörös réteg beágyazatlan darabjáról felvett spektrum standardokkal összevetve *A felvételt Eva Svobodová készítette*

337. kép: A 14. minta fehér alapozójának spektruma és standardok A felvételt Eva Svobodová készítette

338. kép: A sárga festékréteg spektruma standardok mellett A felvételt Eva Svobodová készítette

VIII. MELLÉKLETEK

Az Altobello Melone festmény mintáinak FTIR mérési eredményei

Az 51.638 leltári számú római szarkofág mintáinak FTIR mérési eredményei